

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи

Логинова Ирина Сергеевна

Исследование формирования структуры в процессе лазерной обработки алюминиевых сплавов, предназначенных для аддитивных технологий

05.16.01 Металловедение и термическая обработка металлов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: к.т.н., Солонин Алексей Николаевич

Москва - 2019

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	9
1.1 Влияние параметров лазерного сплавления на структурообразование в аддитивных технологиях.....	9
1.2 Особенности структуры изделий, синтезированных с использованием аддитивных технологий.....	13
1.3 Основные дефекты сварных соединений алюминиевых сплавов.....	19
1.3.1 Роль эффективного интервала кристаллизации в образовании горячих трещин.....	22
1.3.2 Пластичность сплавов в температурном интервале хрупкости.....	26
1.4 Алюминиевые сплавы, применяемые при производстве порошков для аддитивных технологий для различных отраслей промышленности	26
1.4.1 Сплавы на основе системы Al-Si.....	27
1.4.2 Сплавы на основе системы Al-Cu	33
1.4.3 Сплавы на основе системы Al-Mg	36
1.4.4 Алюминиевые сплавы с церием	40
Выводы по обзору литературы.....	43
ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ	44
2.1 Объекты исследования.....	44
2.2 Методика получения порошков	46
2.3 Подготовка экспериментальных образцов.....	47
2.4 Сварка и лазерное плавление.....	48
2.5 Микроструктурные исследования.....	48
2.6 Термическая обработка	49
2.7 Рентгенофазовый анализ.....	50
2.8 Температурные измерения.....	50
2.9 Измерение микротвердости	51
2.10 Испытания на растяжение.....	51
2.11 Коррозионные испытания.....	52
2.12 Расчет предела текучести с учетом эвтектических включений	52
ГЛАВА 3 АНАЛИЗ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ В ПРОЦЕССЕ ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ.....	54
3.1 Влияние температуры и теплоотвода на формирование структуры в сплавах на основе алюминия в условиях быстрого охлаждения.....	54

3.2	Влияния температуры на формирование структуры в слоях	64
3.3	Формирование структуры в сплавах на основе алюминия в условиях эпитаксиального роста.....	69
3.4	Формирование структуры при селективном лазерном плавлении	71
3.5	Методика анализа структурообразования в сплавах на основе алюминия, предназначенных для аддитивного производства.....	77
ГЛАВА 4 РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССАМИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ.....		80
4.1	Влияния модифицирующих добавок на структурообразование в сплавах на основе алюминия в условиях быстрой кристаллизации	80
4.1.1	Влияние циркония на структуру и свойства сплавов системы Al–Mg в условиях лазерной обработки	80
4.1.2	Влияние титана и бора на структуру и свойства сплавов систем Al–Mg и Al-Zn-Mg в условиях лазерного плавления.....	88
4.2	Влияние эвтектикообразующих добавок на структуру и свойства сплавов системы Al-Cu-Mg в условиях лазерного плавления	103
ГЛАВА 5 РАЗРАБОТКА НОВЫХ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ ДЛЯ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА		115
5.1	Структурообразование в области действия одиночного импульса	115
5.2	Структурообразование в области действия нескольких импульсов.....	128
5.3	Структурообразование в условиях прямого лазерного наплавления порошков экспериментальных сплавов.....	138
ВЫВОДЫ		142
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ		146

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

Технологии аддитивного производства являются ключевым направлением развития получения металлических изделий благодаря ряду преимуществ: возможность изготовления деталей сложной формы с внутренними полостями и тонкими перегородками; существенная экономия материала за счет точного изготовления детали заданной формы по компьютерной модели, что не требует применения последующих операций точения, фрезеровки, резки; достижение более высокого уровня механических свойств благодаря повышенным по сравнению со стандартным литьем скоростям охлаждения, в условиях которых формируется более дисперсная структура [1-8]. Технологии аддитивного производства основаны на селективном сплавлении частиц металлического порошка твердотельным лазером непрерывного действия слой за слоем, что позволяет получать объемные изделия. Большой интерес представляют сплавы на основе алюминия и изготовление из них различных изделий ответственного назначения методами аддитивного производства. Однако особенности аддитивного производства, связанные с применением лазерного излучения, накладывают целый ряд ограничений на материалы, пригодные для этих технологий. Прежде всего, сплавы должны иметь малую склонность к образованию дефектов при лазерной сварке (трещин, пор, оксидных плен); иметь высокую коррозионную стойкость с учетом условий эксплуатации; обладать стабильными свойствами при различных видах нагружения (статических, динамических).

В настоящее время разработаны порошки для аддитивных технологий на основе систем Al-Si (AlSi12, AlSi10Mg, AlSi7Mg, AlSi9Cu3, AlMg4,5Mn0,4, Al-11,5Si-1,0Mg-1,2Cu-0,8Zr-0,8Ce (патент RU 2661525)), Al-Mg-Sc (Al-4,7Mg-0,7Mn, Al-6,2Mg-0,36Sc-0,09Zr, Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn, Al-4,3Mg-1,4Sc-0,55Zr-0,7Mn (патент WO 2013179017)), Al-Zn-Mg (AA7075, AA7050), Al-Cu-Mg (Al-3,5Cu-1,5Mg-1Si), Al-3,5Cr-1,0Al₂O₃-3,5Zr-2,0Mn-1,0W (патент RU 2080406). Однако реальное применение имеет только порошок силумина марки AlSi10Mg и порошок Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn (Scalmalloy) [9-29], которые обладают высокими показателями технологичности при лазерном сплавлении. Разработка новых сплавов для аддитивных технологий является важной задачей, однако сильно затруднена необходимостью получения специальных порошков из экспериментальных сплавов, а также высокой стоимостью 3D принтеров. В связи с этим актуальной задачей является разработка методики, позволяющей проводить анализ поведения сплавов в условиях лазерной обработки, оценивать склонность сплавов к образованию различных дефектов с минимальными затратами времени и материала, получая при этом воспроизводимые в условиях аддитивного производства результаты.

Наиболее перспективными материалами для аддитивных технологий могут быть алюминиевые сплавы с добавками переходных металлов. Из практики гранульной металлургии известны следующие системы: Al-Fe, Al-Cr-Zr, Al-Fe-Mn, Al-Fe-Mn-Cr, Al-Mn-Zr. Гранулируемые сплавы этих систем содержат до 10-12 масс. % каждого из легирующих компонентов. Отличительной особенностью этих сплавов является дендритный тип структуры и аномально пересыщенный твердый раствор, который формируется при высоких скоростях кристаллизации гранул, равных 10^3 - 10^5 °C/c [30-35]. Такие сплавы характеризуются высокой прочностью и жаропрочностью, а также пластичностью. Скорости охлаждения гранул близки к тем, которые реализуются в аддитивных технологиях. Однако производство гранул исключает эпитаксиальный рост кристаллов, характерный для синтезированных аддитивными технологиями сплавов. Аддитивные технологии основаны на процессах сплавления малых объемов металлических порошков во время селективного воздействия источника высокой энергии (лазерного или электронного луча). Благодаря использованию лазера в качестве источника энергии формируется уникальный термический режим, отличающийся малыми объемами ванны расплава и высокими скоростями охлаждения, равными 10^4 - 10^6 K/c [34-39]. Благодаря этому структура формируемая в изделиях отличается высокой дисперсностью матрицы и избыточных фаз и как следствие более высоким уровнем характеристик механических свойств. Однако, как показывает практика, структура синтезированных изделий сильно неоднородна по объему, размер и форма зерна и избыточных фаз может сильно меняться от слоя к слою. Как правило она состоит из чередующихся зон столбчатых и равноосных кристаллов [40-42]. Разный размер и форма структурных составляющих указывают на разные условия кристаллизации малых объемов расплава. Одним из важных преимуществ аддитивных технологий перед традиционными технологиями является возможность управления структурой изделий от слоя к слою. Множество статей посвящено этому вопросу. Ученые предлагают различные способы, которые в основном сводятся к варьированию технологических параметров процесса: уменьшению анизотропии структуры за счет чередования траектории сканирования лазерного луча от слоя к слою, подогреве подложки для снижения температурного градиента на границе расплав/твердый металл что уменьшает направленность теплоотвода и как следствие сокращению зоны столбчатых кристаллов [43-45]. К сожалению, описанные методы малоэффективны и не решают проблему неоднородности структуры. В работе предлагается иной подход в вопросе управления структурой, который заключается в изменении процесса зародышеобразования в процессе кристаллизации. Подавление

эпитаксиального роста кристаллов возможно путем увеличения центров зарождения кристаллизующихся фаз за счет использования различных модификаторов.

Цель работы

Целью работы является разработка методики, позволяющей проводить анализ структурообразования в сплавах в условиях быстрой кристаллизации, и применение этой методики для улучшения технологичности известных и создания новых алюминиевых сплавов, предназначенных для аддитивных технологий.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Изучить закономерности структурообразования в сплавах на основе алюминия в зависимости от мощности лазерного излучения в условиях быстрой кристаллизации с учетом эпитаксиального роста.

2. Установить влияние температуры подложки на морфологию и размер избыточных фаз, а также размер зерна в многокомпонентных системах.

3. На основании полученных данных разработать методы позволяющие моделировать условия структурообразования в аддитивном производстве при лазерной обработке, а именно:

- выбор параметров лазерной обработки, которые обеспечивают формирование оптимальной структуры на основе анализа микроструктуры, включая форму и размер зерна и избыточных фаз;

- методика оценки свариваемости;

- анализ процессов, приводящих к дефектообразованию.

4. На основе разработанной методики предложить способы улучшения технологичности алюминиевых сплавов с широким эффективным интервалом кристаллизации и разработать новые сплавы на основе алюминия с добавками переходных металлов, предназначенные для аддитивного производства.

Научная новизна

1. На основе экспериментальных данных предложена схема формирования структуры в условиях многократного переплава малых объемов металла, согласно которой важнейшими факторами, оказывающими влияние на структурообразование, являются не только температура основного металла, окружающего ванну расплава, контролирующая скорость роста фаз от границы с подложкой, но и количество центров кристаллизации вдали от подложки.

2. Установлены особенности образования однородной дисперсной структуры сплавов системы Al-Mg-Zr-Sc при лазерной обработке, которые заключаются в том, что в условиях умеренного переохлаждения ванны расплава при плотностях энергии 60-135 Дж/мм³ происходит образование первичных кристаллов фазы Al₃Zr, являющихся центрами кристаллизации, что приводит к уменьшению влияния направленного теплоотвода и подавлению столбчатой кристаллизации.

3. Установлена взаимосвязь между концентрациями модификаторов Ti и V и структурой и механическими свойствами сплавов систем Al-Mg и Al-Zn-Mg, формирующимися в условиях быстрой кристаллизации после лазерного плавления. Ti и V полностью подавляют столбчатую кристаллизацию только при концентрации больше 2 %, что приводит к формированию мелкодисперсной однородной структуры, а также повышению твердости на 20 % (до 100 HV).

4. С применением разработанной методики предложены новые сплавы на основе системы Al-Fe-Ni для аддитивного производства, характеризующиеся высокой технологичностью при лазерной обработке, высоким уровнем характеристик механических свойств, и их термической стабильностью до температур 250 °С.

Практическая значимость

1. Разработана методика анализа структурообразования в многофазных сплавах в условиях быстрой кристаллизации, реализуемых в аддитивном производстве, позволяющая сделать заключение о возможности использования исследуемых сплавов для технологии селективного лазерного сплавления на основе данных микроструктурного анализа, оценки свариваемости и механических свойств.

2. С использованием предложенной методики описаны способы повышения технологичности сплавов с широким эффективным интервалом кристаллизации при лазерной обработке. Впервые предложено вводить лигатуру Al-5%Ti-1%V в количестве 1-3% в сплав Al-4,7%Mg-0,3%Mn-0,2%Sc-0,1%Zr и для его использования в аддитивном производстве. Показано, что в присутствии фаз Al₃Ti, TiB₂ меняется характер кристаллизации сплава, что приводит к равномерному распределению жидкой фазы в эффективном интервале кристаллизации и уменьшению горячеломкости при лазерной обработке.

3. Предложены составы новых композиций на основе системы Al-Fe-Ni, перспективных для создания изделий, пригодных для эксплуатации при температурах до 250 °С, методами аддитивного производства.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены

- На XVI Международной научно-технической Уральской школе-семинаре металлургов-молодых ученых, г. Екатеринбург, 7-11 декабря, 2015;
- На Международной научно-технической конференции «Нанотехнологии функциональных материалов НФМ 16», г. Санкт-Петербург, 21-25 июня, 2016;
- На IV Всероссийской молодежной школе-конференции «Современные проблемы металлургии», г. Севастополь, 12-17 сентября 2016, 101-107;
- На XVII Уральской школе-семинаре металлургов молодых ученых, г. Екатеринбург, 5-9 декабря, 2016;
- На 8 международном симпозиуме по волоконным лазерам и их применению Laser Optics 2016;
- На III Международной конференции "Лазерные, плазменные исследования и технологии", г. Москва, 24-27 января 2017 года;
- На 24 Международном симпозиуме по метастабильным, аморфным и наноструктурным материалам, г. Сан-Себастьян, Испания, 18-23 июня 2017.

Результаты диссертационной работы отражены в 11 публикациях.

Структура и объем научного доклада

Текст диссертационной работы состоит из 5 глав, 4 выводов. Работа изложена на 157 страницах машинописного текста, содержит 20 таблиц и 96 рисунков, список литературы из 156 наименований.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Влияние параметров лазерного сплавления на структурообразование в аддитивных технологиях

Основу аддитивных технологий составляют лазерные или электронные источники высокой энергии, схожие с теми, которые применяются для традиционных технологий сварки изделий плавлением. Благодаря этому структура сварных соединений имеет сходство со структурой изделий, синтезированных с использованием аддитивных технологий [46-48]. Однако аддитивные технологии (АТ) имеют важное преимущество, которое заключается в возможности управления структурой изделий слой за слоем контролируя условия плавления и кристаллизации ванны расплава. Под параметрами контроля за структурой в АТ чаще всего подразумевают все параметры, которые оказывают влияние на температурный градиент, скорость и направление теплоотвода при кристаллизации [46]. К ним относятся скорость сканирования, энергия лазерного излучения, размер пятна, размер порошковых частиц, скорость подачи порошка (для технологии прямого лазерного наплавления) и толщина слоя, а также стратегия сканирования [49].

Рабочие режимы АТ зависят от связи двух параметров: плотности энергии и продолжительности взаимодействия лазерного луча с порошком. Плотность энергии важный параметр который показывает какое количество энергии необходимо для расплавления определенного объема металла и рассчитывается по формуле (1) [50-52]:

$$\psi = \frac{P}{u \cdot h \cdot d}, [\text{Дж} / \text{мм}^3] \quad (1)$$

где P – мощность лазера, Вт;

u – скорость сканирования, мм/с;

h – шаг сканирования, мм;

d – толщина слоя, мм.

Процесс взаимодействия лазерного луча с металлическим порошком характеризуется температурным градиентом (G), скоростью кристаллизации (R) и скоростью охлаждения как функция температуры от времени $\frac{dT}{dt} = G \cdot R$ [53]. Параметры G и R являются наиболее значимыми, т.к. влияют на условия кристаллизации ванны

расплава. В работе [54] отмечается, что увеличение отношения G/R приводит к изменению структуры от дендритного типа к ячеистому типу, а более высокая скорость охлаждения $G \cdot R$ способствует большему переохлаждению жидкости, что приводит к формированию более мелкого зерна. Следовательно от параметров G/R и $G \cdot R$ зависит морфология и дисперсность микроструктуры [55-58]. Анализ условий кристаллизации ванны расплава при селективном лазерном плавлении является сложной задачей. В работах [40-41, 59-60] описан метод контроля температуры с помощью тонкой термопары, закрепленной на известном от ванны расплава расстоянии. Такой метод исследования позволяет достаточно точно определять температуру разогрева подложки/слоя на разном расстоянии от расплава и получать информацию о величине и направлении теплоотвода. В работах [61-65] показана возможность измерения распределения температуры методом инфракрасной термографии. Однако этот метод не позволяет анализировать распределение температуры в объеме. В статьях подробно описаны оба способа измерения температуры и примеры вычислений температурного градиента на границе расплав/твердый металл, расчета скоростей охлаждения, однако нет информации о взаимосвязи этих данных со структурой конкретных сплавов/систем. Компьютерный расчет скорости охлаждения и отношения G/R (рисунок 1.1) показал, что эти характеристики меняются от слоя к слою, что приводит к формированию разных условий охлаждения в разных слоях и как следствие к формированию неоднородной структуры. За пиковую температуру принимают наибольшую температуру в ванне расплава (как правило, это центр).

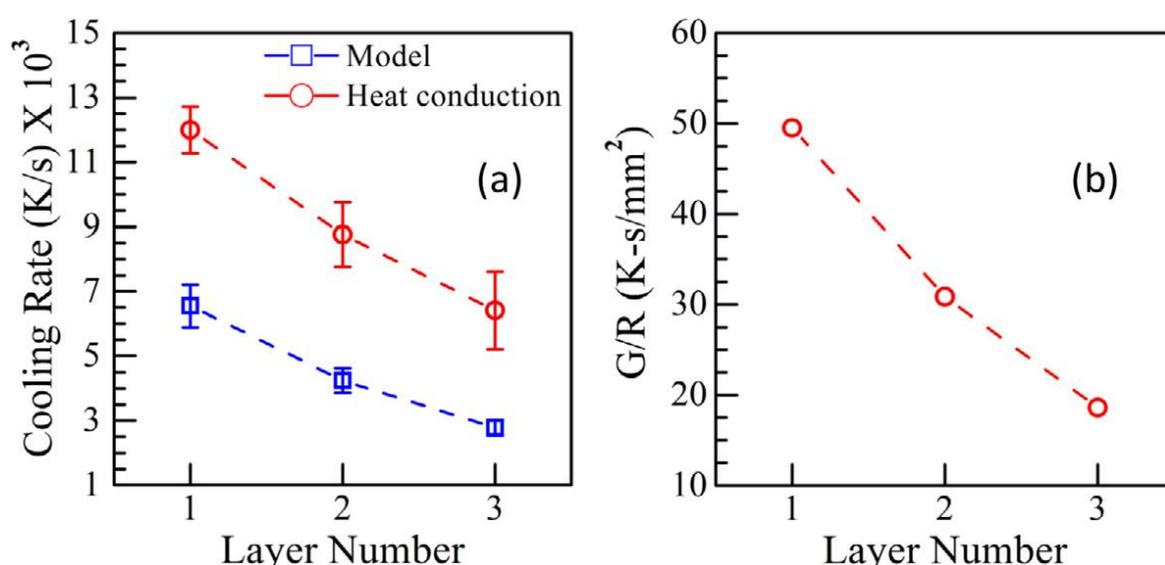


Рисунок 1.1 – Изменение скорости охлаждения между пиковой температурой и температурой ликвидуса (a) и отношение G/R (b) в зависимости от слоя при лазерной наплавке порошка стали 316 при мощности лазера 210 Вт и скорости 12,7 мм/с [66]

На рисунке 1.2 (а) и (б) показано расчетное распределение температуры для 1-го и 10-го слоев при прямом лазерном наплавлении порошка стали IN 718 [67]. Различные цвета показывают разные температуры. При лазерной наплавке теплоотвод осуществляется через подложку/закристаллизованный слой, таким образом, при непрерывной наплавке нескольких слоев в следствии разогрева подложки теплоотвод уменьшается. На рисунке 1.2 (с) приведена расчетная форма и размер ванны расплава при наплавке 10-го слоя. Внутри ванны расплава максимальная температура в центре, минимальная – на границе расплав/твердый металл. Неоднородное распределение температуры приводит к возникновению градиента поверхностного натяжения. На рисунке 1.2 (d) показано, что внутри ванны расплава поток жидкого металла приводится в движение градиентом поверхностного натяжения.

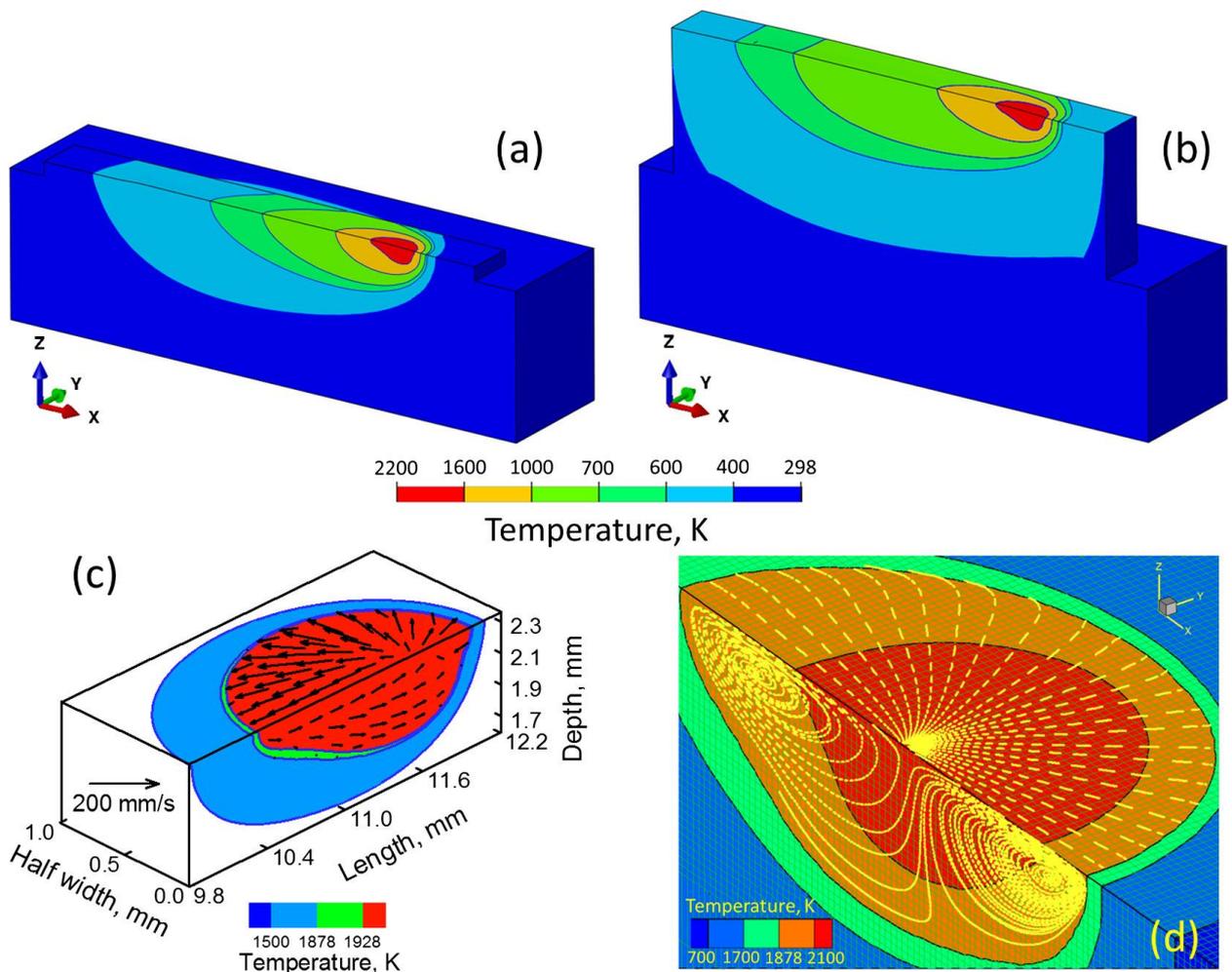


Рисунок 1.2 – Распределение температуры при прямом лазерном наплавлении (а) 1-го и (б) 10-го слоя порошка стали IN 718 на подложку IN 718 при мощности 300 Вт и скорости сканирования 15 мм/с (направление сканирования вдоль оси x), (с) форма и размер ванны расплава в 10-м слое и (d) циркуляция расплавленного металла внутри ванны расплава [67]

Возможные варианты кристаллизации были подробно рассмотрены в статье [68]. Интенсивность и направление теплоотвода при селективном лазерном плавлении зависит от стратегии лазерного луча и геометрии изделия. На рисунке 1.3 приведены возможные варианты направления и интенсивности теплоотвода в зависимости от геометрии изделия и стратегии сканирования.

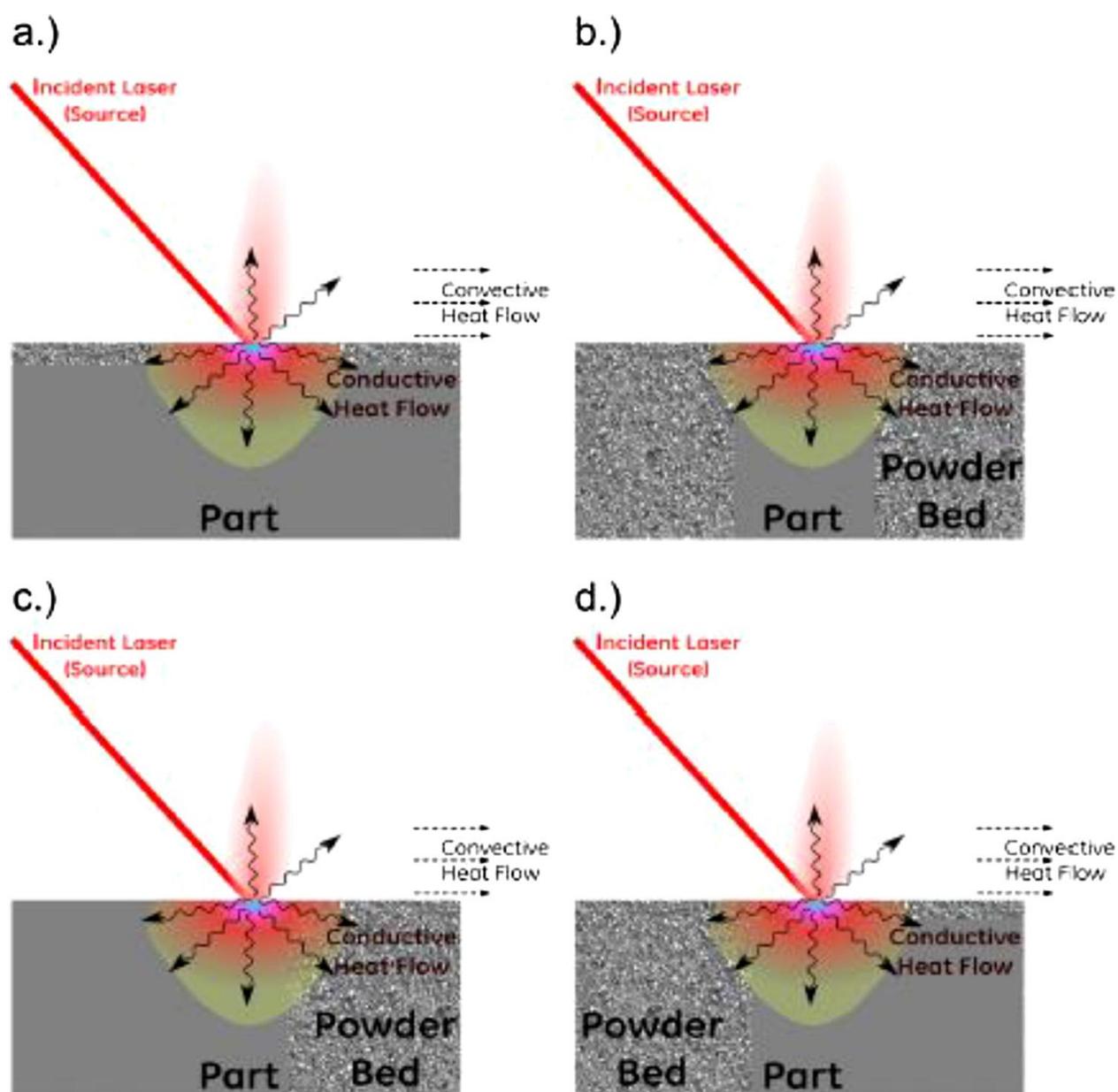


Рисунок 1.3 – Зависимость направления и интенсивности теплоотвода от геометрии изделия и стратегии сканирования при селективном лазерном плавлении [68]

На рисунке 1.3а изображена ситуация, когда лазерное плавление порошка происходит на монолитную подложку материала. В этом случае интенсивность теплоотвода будет максимальной, а направление – от центра ванны расплава вглубь

подложки. На рисунке 1.3б интенсивность будет меньше в направлении нерасплавленного порошка и больше в сторону монолитного материала. В этом случае можно ожидать появления более вытянутых кристаллов в направлении от нижней границы расплава вглубь и менее вытянутых – с боковых стенок вглубь расплава. На рисунке 1.3с более интенсивный теплоотвод будет наблюдаться влево, менее интенсивный – вправо, где пространство на границе с расплавом занято порошковым материалом. В такой ситуации также будет формироваться сильно неоднородная структура. На рисунке 1.3d изображен симметричный рисунок по сравнению с предыдущим.

Таким образом, основными параметрами, которые оказывают влияние на структурообразование в изделиях, синтезированных с использованием аддитивных технологий, являются плотность энергии, температурный градиент и скорость кристаллизации. Анализ условий кристаллизации ванны расплава при селективном лазерном плавлении возможен термодинамическим методом, методом инфракрасной термографии и расчетным методом. Наиболее достоверным и информативным из них является термодинамический.

1.2 Особенности структуры изделий, синтезированных с использованием аддитивных технологий

Одной из центральных проблем АТ является формирование неоднородной структуры в изделиях и как следствие возникновение анизотропии свойств, являющейся основным дефектом в АТ наряду с кристаллизационными трещинами, пористостью, и качеством поверхности [69]. Некоторые дефекты возникают из-за низкой поглощательной способности используемой длины волны 1064 нм и составляет 5-15 % (рисунок 1.4) [70]. Этот эффект объясняется сочетанием высокого коэффициента отражения, теплопроводности и теплоемкости алюминия. Интенсивное плавление алюминия с образованием парогазового канала начинается только при плотности мощности около $1 \cdot 10^6$ Вт/см², в то время как для стали эти значения составляют $(1-5) \cdot 10^5$ Вт/см² [71].

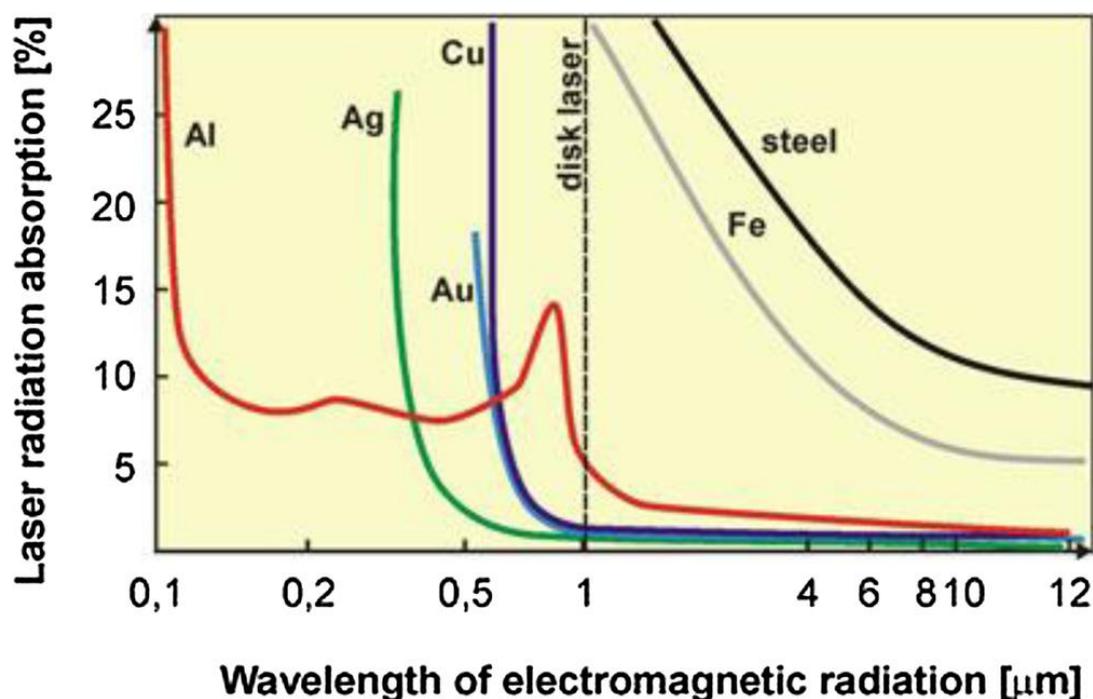


Рисунок 1.4 – Поглощение лазерного излучения в зависимости от длины волны и материала [70]

Пористость изделий, полученных селективным лазерным плавлением, является темой большинства исследований. По форме и размеру пор ее принято классифицировать на 2 категории: газовую, возникающую в результате абсорбции газов (N, O или H) расплавом или в результате испарения легирующих элементов (Mg, Zn), и пористость, возникающую в результате неправильно подобранных параметров селективного плавления [69]. Было установлено, что наибольшее влияние на пористость изделий оказывают скорость сканирования лазера и его мощность [72-79]. Большинство исследований посвящено оптимизации параметра плотности энергии, приведенного в формуле (1). При малой плотности энергии пористость возникает из-за неполного плавления порошка ввиду недостаточного количества энергии лазерного излучения; при высокой плотности энергии возникает газовая пористость. В этом случае газ в защитной камере улавливается потоком расплавленного металла, либо образуется водород вследствие испарения связанной воды из оксидной пленки при сплавлении. Поэтому для снижения пористости необходимо оптимизировать процесс селективного лазерного плавления для каждого сплава индивидуально с учетом свойств легирующих компонентов, размера порошка и типа защитной атмосферы.

Из практики сварки алюминиевых сплавов плавлением известно, что кромки свариваемых деталей предварительно рекомендуется потравить либо произвести электрополировку с последующей сушкой с целью уменьшения пористости сварного шва.

В результате на поверхности образуется тонкая свежая оксидная пленка не насыщенная влагой. Применительно к металлическим порошкам в работе [80] было показано, что операция предварительной сушки позволяет уменьшить пористость изделий. Также эффективным является повторное сканирование слоев лазерным лучом с большей мощностью, чем при первичном плавлении [81].

Вторым не менее распространенным дефектом является возникновение кристаллизационных трещин. Во многом причины их возникновения такие же как и при сварке плавлением: широкий эффективный интервал кристаллизации и низкая пластичность в температурном интервале хрупкости. Однако, в аддитивных технологиях стоит также учитывать наличие жесткого термического цикла с высокими скоростями нагрева и охлаждения, сопровождающегося возникновением большого температурного градиента, а также формирование неоднородной структуры. Здесь негативную роль может играть наличие в структуре столбчатых кристаллов. Более подробно причины возникновения кристаллизационных трещин будет рассмотрен ниже. В аддитивных технологиях во многих статьях [14,76,82-83] основной причиной кристаллизационных трещин называют широкий эффективный интервал кристаллизации. Самым распространенным решением проблемы горячеломкости алюминиевых сплавов является увеличение количества эвтектики и как правило речь идет о добавлении большего количества кремния в силумины, дуралюмины и высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu [82-87].

Как было отмечено выше, зеренная структура зависит от условий плавления и кристаллизации ванны расплава. Как правило зарождение твердых фаз происходит на границе расплав/твердый металл с последующим эпитаксиальным ростом. Предпочтительное направление роста кристаллизующихся фаз параллельно направлению теплоотвода, поэтому кристаллы, имеющие благоприятную для роста кристаллографическую ориентировку, сильно вытягиваются в одном направлении, образуя столбчатую структуру [88-91]. В работе [92] описана эволюция морфологии зерен сплава 6082 при затвердевании ванны расплава при аргоно-дуговой сварке. При моделировании учитывалась теплопередача, поток жидкого металла в ванне расплава и параметры затвердевания. Вычисленное отношение локального градиента температуры к скорости затвердевания, G/R , использовали для моделирования роста столбчатого и равноосного типа кристаллов во время затвердевания. Моделируемые результаты показывают, что столбчатые зерна образуются при низкой скорости сканирования 2 мм/с. Переход от столбчатого типа кристаллов к равноосному наблюдается при скорости 8-11,5 мм/с.

На рисунке 1.5 изображена схема, описывающая влияние температурного градиента G и скорости роста R на микроструктуру алюминиевых сплавов. Микроструктура может быть столбчатой, ячеистой и равноосной.

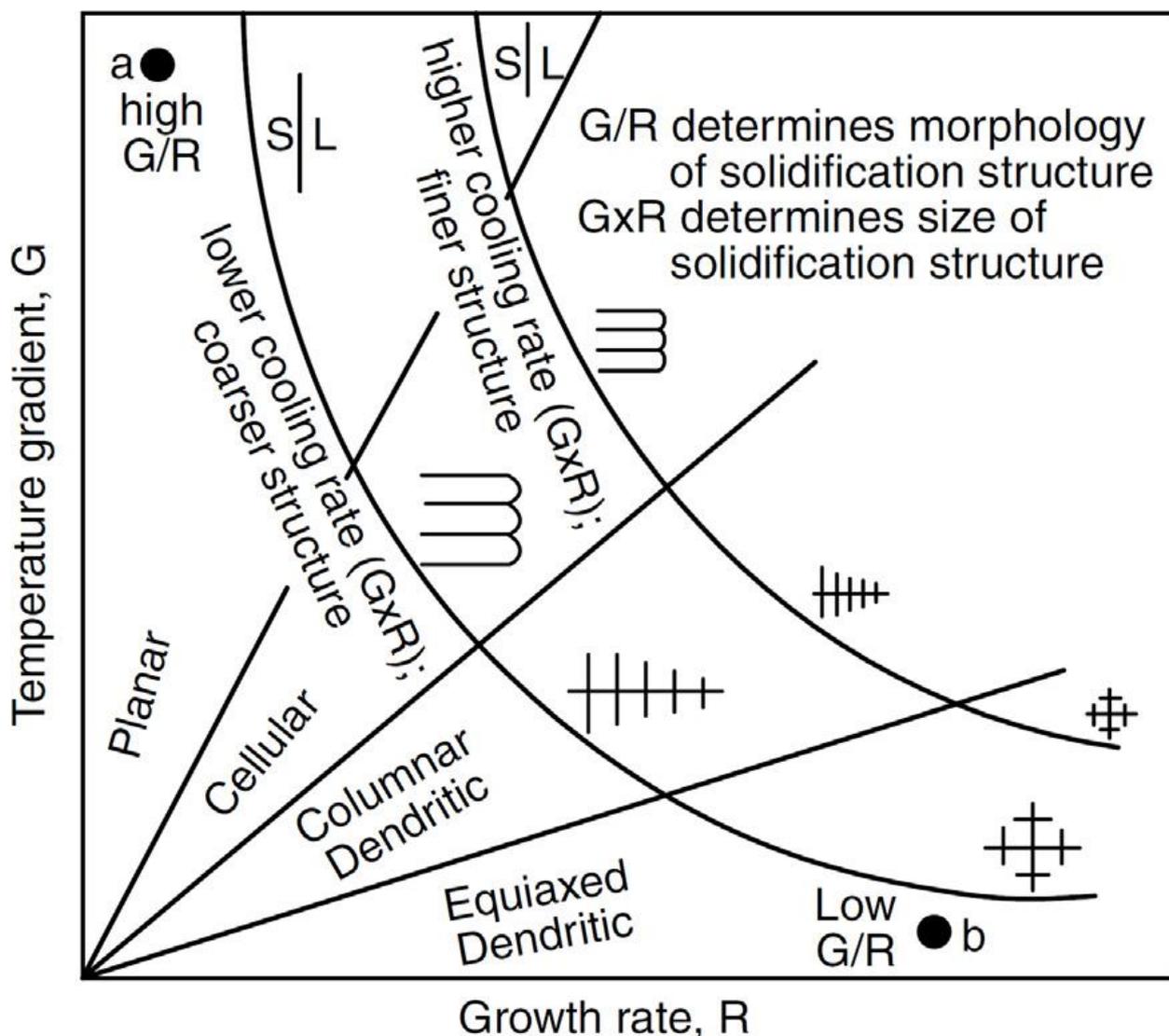


Рисунок 1.5 – Влияние температурного градиента G и скорости роста фаз R на морфологию и размер структурных составляющих алюминиевых сплавов [93].

Переход от столбчатой структуры к равноосной наблюдается с повышением скорости роста твердых фаз и снижением температурного градиента. Предпочтительным кристаллографическим направлением роста кристаллов в гцк металлах является $\langle 100 \rangle$. Это направление перпендикулярно слоям плотнейшей упаковки в гцк решетке [94] и может совпадать с направлением выращивания. Тогда в структуре наблюдаются только столбчатые кристаллы. В случае, если направление выращивания отличается, столбчатые кристаллы могут иметь некоторый угол наклона по отношению к этому направлению (рисунок 1.6).

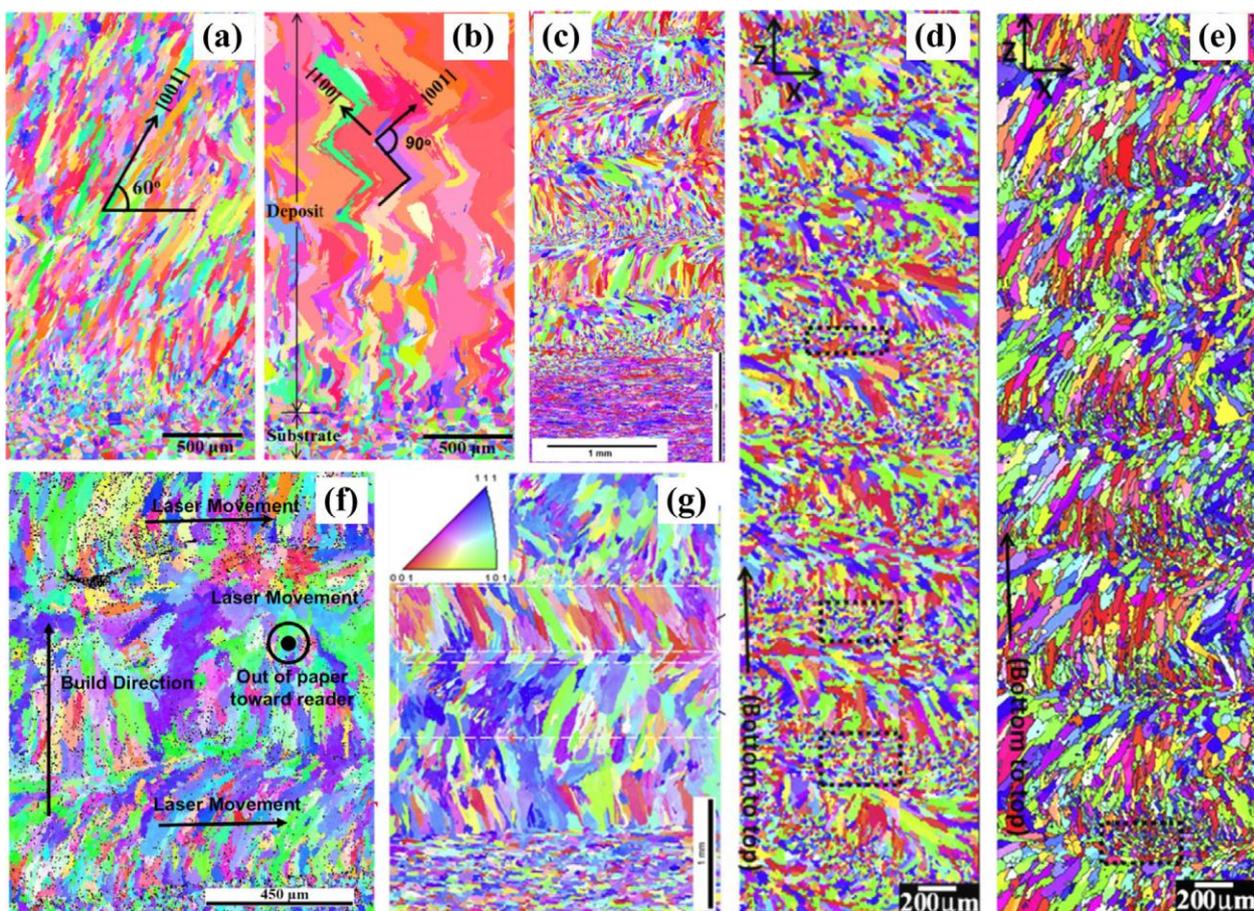


Рисунок 1.6 – Кристаллографическая ориентировка зерен (а) полученного при однонаправленном сканировании и (b, d, e) при двунаправленном сканировании сплава IN 718 [42,95], (c) при однонаправленном сканировании сплава Cu–38Ni alloy [43], (f) при двунаправленном сканировании стали 316L [44] и (g) алюминиевого сплава A4047 [45]

Субзеренная структура также растет вдоль направления $\langle 110 \rangle$ для металлов с кубической решеткой. Направление и длина столбчатых кристаллов во многом зависит от формы и размера ванны расплава. Классическая модель роста столбчатых кристаллов приведена на рисунке 1.7, когда столбчатые кристаллы перпендикулярны границе ванны расплава. Как правило в аддитивных технологиях, характеризуемых низкой и средней скоростью сканирования (менее 1 м/с), форма ванны расплава близка к эллиптической [95-96]. Максимальная скорость роста зерна будет в центре ванны расплава, где угол θ между направлением сканирования и направлением теплоотвода равен нулю согласно формуле (2) [97-99]

$$\left| \vec{V}_n \right| = \left| \vec{V}_b \right| \cdot \cos \theta \quad (2)$$

где V_n – скорость кристаллизации на границе расплав/твердый металл;

V_b – скорость сканирования лазерного луча.

Тогда $\cos\theta$ равен 1 и максимальная скорость роста равна скорости сканирования лазерного луча.

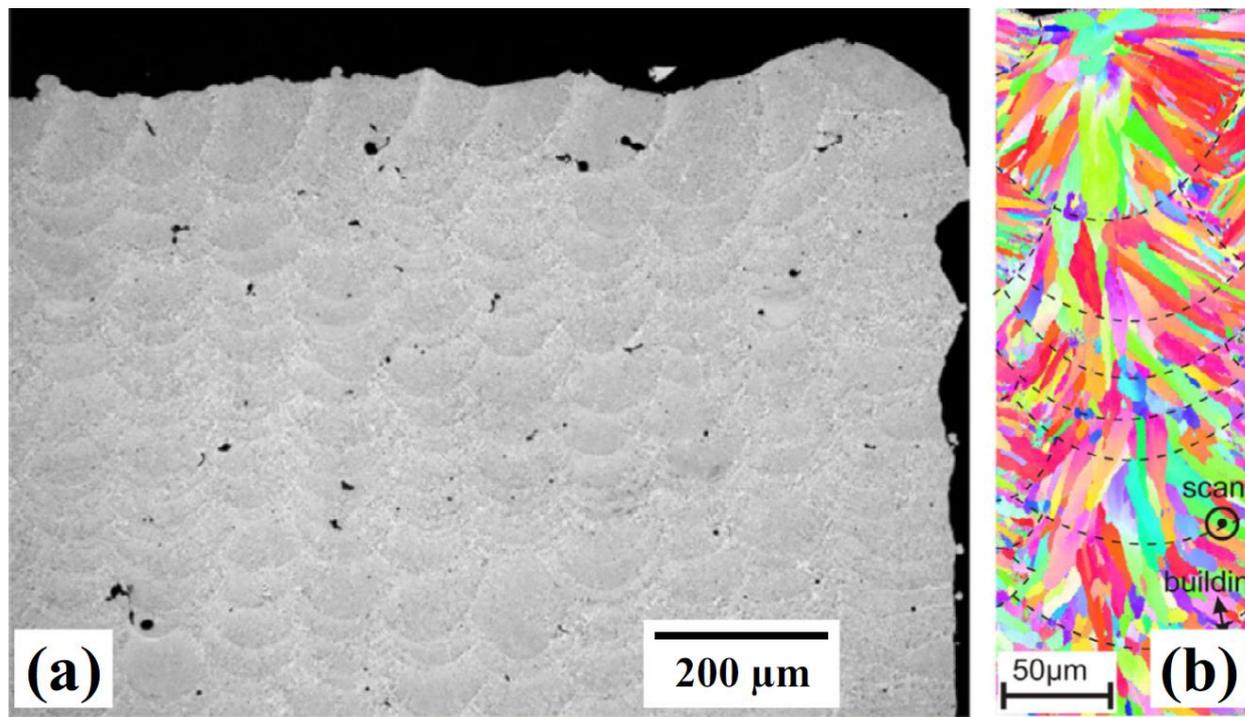


Рисунок 1.7 – Форма ванны расплава и соответствующая структура зерна в поперечном сечении образца сплава AlSi10Mg, полученного PBF-L [100].

Размер зерен зависит от нескольких факторов, однако самым существенным является скорость охлаждения ванны расплава. Чем она больше тем меньше размер зерна и наоборот. Скорость охлаждения уменьшается с увеличением толщины слоя и в верхних слоях наблюдается более грубая структура сплава, чем в нижних. В этом случае наблюдается анизотропия не только локально в слоях, но и по всей высоте образцов. На форму зерна также влияет и траектория сканирования лазерного луча. Например при использовании перекрестной стратегии сканирования, когда направление луча меняется на 90° от слоя к слою, в образцах формируется более сложная структура с разными кристаллографическими ориентировками зерен в слоях. Такие образцы в целом менее анизотропны, чем те, которые получают при однонаправленном сканировании.

В статьях, посвященных изучению структуры синтезированных аддитивными технологиями алюминиевых образцов, практически отсутствуют сведения о том, как изменится структура в случае введения в расплав дополнительных центров кристаллизации, что могло бы существенно повлиять на условия структурообразования.

1.3 Основные дефекты сварных соединений алюминиевых сплавов

Основными особенностями алюминиевых сплавов при сварке плавлением являются их высокая теплопроводность и высокая отражательная способность. Поэтому, для расплавления малых объемов необходимо подводить такое количество энергии, чтобы учитывать потери на отражение и теплоотвод. Для соединения различных деталей, изготовленных из сплавов на основе алюминия, давно известны следующие способы сварки плавлением: кислородно-ацетиленовая, сварка угольным электродом, ручная электродуговая сварка покрытым плавящимся электродом, автоматическая сварка по слою флюса, ручная аргоно-дуговая сварка вольфрамовым электродом, автоматическая сварка вольфрамовым электродом, автоматическая и полуавтоматическая сварка плавящимся и неплавящимся электродом [101]. Все перечисленные способы сварки плавлением алюминиевых сплавов имеют большое количество недостатков и в настоящее время ограничены в применении, либо не используются. Например, при дуговой сварке алюминиевых сплавов в среде инертных газов встречаются следующие дефекты: газовая пористость (48 %), оксидные пленки (32%), вольфрамовые включения (12 %) [39,102]. Также к основным недостаткам перечисленных способов относятся сильное загрязнение металла шва остатками флюсов, что вызывает коррозию металла; низкая производительность процессов; крупнозернистая структура, получаемая при кристаллизации большой по объему сварочной ванны; высокие требования к подготовке свариваемого металла и присадочного материала [39,101-102]. Согласно исследованиям, часть трудностей преодолима при дуговой сварке с использованием специальных технологических приемов в виде применения сложнолегированных присадочных материалов, физического воздействия на сварочную ванну, последующей термической обработки и др. Все это усложняет и удорожает технологию изготовления изделия в целом [35].

Применение лазерного луча для сварки алюминиевых сплавов обладает ценными преимуществами, наиболее ярко проявляющимися в сравнении с дуговой сваркой:

1. Высокая концентрация энергии и небольшое пятно нагрева, позволяющие получать швы с объемом сварочной ванны в несколько раз меньше, чем при дуговой сварке. Этот фактор положительно влияет на характеристики сварного шва и изделия в целом. Во-первых, снижение объема расплава и получение швов с большим отношением глубины проплавления к ширине шва (примерно на порядок по сравнению с дуговой сваркой) позволяют уменьшить деформацию деталей примерно в 10 раз, что в свою очередь значительно экономит металл за счет уменьшения размеров допусков. Во-вторых,

снижение в 2—5 раз ширины шва позволяет повысить ассортимент деталей, относительно которых ограничены размеры мест расположения шва вследствие термического влияния и компактности. В-третьих, малый объем расплавленного металла и специфическая форма шва в ряде случаев улучшают условия кристаллизации и тем самым свойства сварных швов.

2. Высокая производительность за счет скорости сварки, которая в несколько раз превышает скорость дуговой сварки, и экономии времени на правку после сварки. Кроме того, есть возможность исключить механическую обработку после сварки.

3. Отсутствие электрода, близко расположенного к поверхности сварочной ванны, ограничивает попадание инородных элементов в зону обработки.

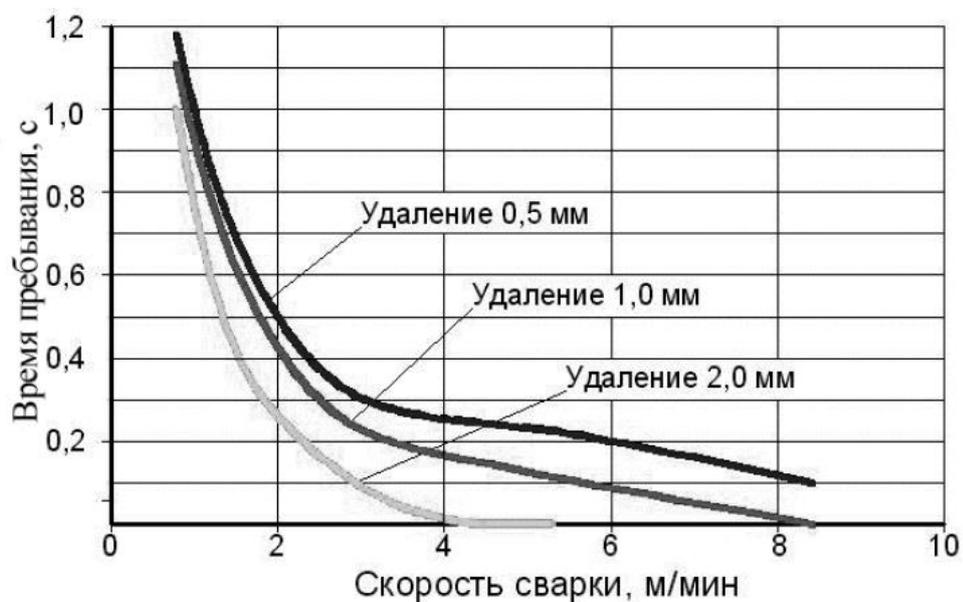
4. Жесткий термический цикл с высокими скоростями нагрева и охлаждения позволяет существенно сократить зону термического влияния, что предотвращает фазовые и структурные превращения в околошовной зоне, приводящие к разупрочнению, снижению коррозионной стойкости и т. д [35].

В статье [35] исследовали тепловое воздействие лазерного излучения при сварке термически упрочняемых сплавов АД37, В-1424, В96Ц. После сварки таких материалов в результате фазовых и структурных превращений наблюдается их разупрочнение в шве и околошовной зоне. В качестве оцениваемых параметров были форма и размеры сварочной ванны; температура в ближайших точках, прилегающих к шву (околошовная зона); время пребывания металла в этих точках при данных температурах; скорость кристаллизации и охлаждения металла сварочной ванны.

На рисунке 1.8 а показана расчетная зависимость максимальной температуры нагрева материала околошовной зоны на различных участках удаления от зоны сплавления в зависимости от скорости сварки.



а



б

Рисунок 1.8 – Зависимости максимальной температуры нагрева материала околошовной зоны (а) и времени пребывания (б) от скорости сварки на различных участках удаления от зоны сплавления [35]

Расчеты проводились для материала В-1424 при сквозном проплавлении листа толщиной 2,0 мм. Установлено, что на расстоянии 1,0 мм, начиная со скорости 2 м/мин, температура материала околошовной зоны нагревается не более 400°С. Максимальный нагрев на расстоянии 0,5 мм при скорости 2 м/мин составил не более 500°С. В то же время, при аргодуговой сварке на оптимальной скорости 0,5 м/мин значение

температуры около 400°C достигается на расстоянии до 10 мм [36]. Из приведенной зависимости (рисунок 1.8.а) ясно, что при лазерной сварке в интервале скоростей 2-8 м/мин при удалении от зоны сплавления более чем на 2 мм опасные температуры не достигаются. Все фазовые и структурные превращения происходят в зоне сплавления и на расстоянии от нее, не превышающем 2,0 мм, если скорость сварки больше 2 м/мин. При скорости 0,8 м/мин опасная зона увеличивается до 3 мм [35].

Кроме максимального значения температуры на термомодеформационное состояние околошовной зоны влияет время пребывания при этой температуре. Зависимости времени пребывания при значениях температуры 300-400 °С на различных участках околошовной зоны в зависимости от скорости сварки представлены на рисунке 1.8 б. Время пребывания при опасных для данных материалов значениях температуры 300-400 °С незначительно и составляет не более 0,5 с на расстоянии 0,5-1,0 мм от зоны сплавления при скорости сварки около 2,0 м/мин. При высоких скоростях сварки и на больших расстояниях время пребывания материала составляет не более 0,1 с [35].

Применение концентрированных источников нагрева для сварки алюминиевых сплавов также исключает загрязнение шва вольфрамовыми включениями и оксидными пленками.

В связи с тем, что лазерная сварка имеет большое количество преимуществ перед другими перечисленными выше видами сварки, именно лазерное излучение стали применять в качестве источника высокой энергии для изготовления различных изделий из алюминиевых, титановых, железных сплавов аддитивными технологиями.

Свариваемость алюминиевых сплавов определяется, прежде всего, их склонностью к образованию горячих (кристаллизационных) трещин, поэтому далеко не все известные сплавы относятся к группе свариваемых. Склонность к горячему растрескиванию алюминиевых сплавов зависит от величины эффективного интервала кристаллизации (ЭИК) и пластичности в температурном интервале хрупкости (ТИХ).

1.3.1 Роль эффективного интервала кристаллизации в образовании горячих трещин

Величина ЭИК, т.е. величина интервала, заключенного между температурой начала линейной усадки и температурой солидуса системы, увеличивается с повышением содержания второго компонента, проходит через максимум и убывает до нуля эвтектических системах (рисунок 1.9).

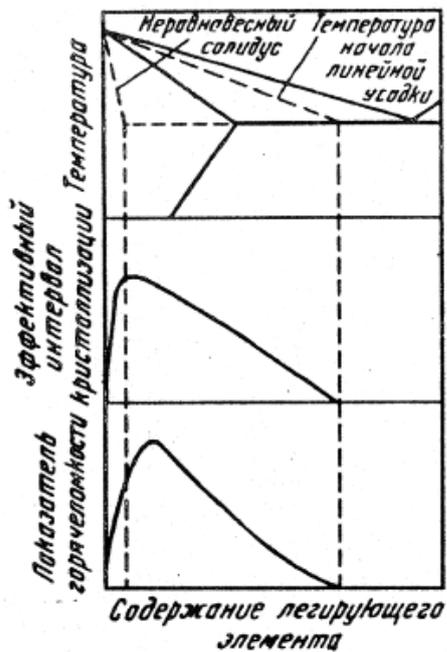


Рисунок 1.9 – Зависимость горячеломкости от состава в системе эвтектического типа [37]

Наличие максимума на кривой зависимости склонности сплавов к трещинообразованию объясняется следующим образом: при сварке кристаллизация жидкого металла происходит в неравновесных условиях – при очень больших скоростях, поэтому эвтектическая составляющая появляется при меньшем содержании второго компонента, чем это следует из диаграммы состояния системы [103].

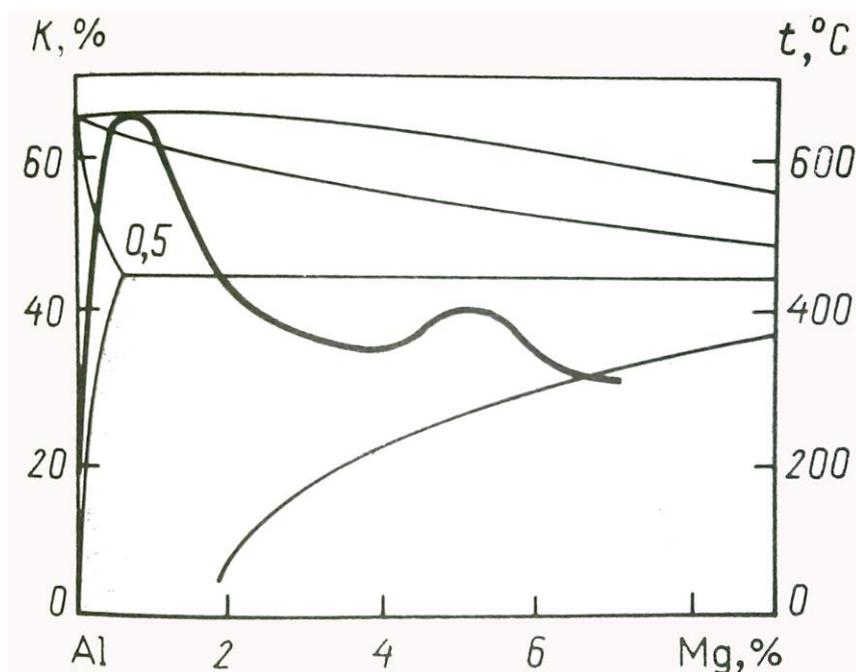


Рисунок 1.10 – Трещинообразование сплавов системы Al-Mg при сварке [37]

Максимум горячеломкости (0,6 % Mg, рисунок 1.10) примерно соответствует границе появления эвтектической составляющей в условиях неравновесной кристаллизации. При этом содержании магния в сплаве на диаграмме состояния наблюдается максимум эффективного интервала кристаллизации.

С увеличением содержания магния возрастают прочность и текучесть, относительное удлинение меняется слабо. Такое изменение свойств связано с увеличением пересыщенного твердого раствора по мере повышения концентрации магния.

Величина эффективного интервала и вместе с ней ТИХ определяются химическим составом сплава и, соответственно, диаграммой состояния и степенью отклонения реальных условий кристаллизации от равновесных [37]. В условиях неравновесной кристаллизации сплавов величина ЭИК заметно больше, а максимум сдвинут в сторону меньших концентраций второго компонента по сравнению с равновесными условиями кристаллизации.

Гипотеза о роли влияния ЭИК на горячеломкость подтверждается многочисленными экспериментами при литье и сварке сплавов двойных систем. Выполненные исследования по сварке сплавов Al-Mg, Al-Cu, Al-Zn, Al-Si (крестовая проба) показали, что повышенная склонность к трещинообразованию наблюдается на сплавах с максимальным эффективным интервалом кристаллизации. Так, при сварке сплава Al-Si максимальная склонность к трещинообразованию отмечена на сплавах с содержанием 0,4-0,5 %Si. При этом разрушение сварных соединений во всех случаях происходит по наплавленному металлу. Это позволяет сравнивать полученные результаты с данными, которые приводят отдельные авторы при оценке горячеломкости сплавов при литье [103].

А.А. Бочвар и З.А. Свидерская при отливке таврового образца с приложением растягивающей нагрузки определили, что сплав Al_{10,5}Si имеет наибольшую склонность к растрескиванию.

Аналогичная зависимость горячеломкости от состава при отливке колец была получена для сплавов Al-Si A. Singer, P. Gennings [103].

A. Singer и P. Gennings показали, что характер влияния состава сплава на склонность к трещинообразованию при сварке пластин в зажимном приспособлении и при отливке кольцевых проб образцов совершенно одинаков. Это положение позднее подтвердили С.В.Лашко-Авакян и Н.Ф. Лашко [102].

Н.Н. Прохоров и М.П. Бочай экспериментально установили связь между механическими свойствами сплавов Al-Si в процессе их кристаллизации и их склонностью

к образованию горячих трещин при сварке. Ими было изучено изменение температурного интервала хрупкости в зависимости от химического состава сплава. Определено изменение среднего значения относительного удлинения сплавов вблизи солидуса. На основе гипотезы межкристаллической прочности и полученных результатов авторы подсчитали запас технологической прочности сплавов Al-Si. Минимальные значения запаса технологической прочности отмечены при содержании в сплаве 0,6-0,8 % Si [103].

При рассмотрении ЭИК необходимо учитывать, что при сварке из-за больших скоростей охлаждения происходит подавление выравнивающей диффузии в твердом растворе при кристаллизации жидкого металла сварочной ванны, и неравновесная избыточная фаза кристаллизуется при весьма малых концентрациях легирующих элементов [103].

По данным И.И. Новикова [104], в системах Al-Mg, Al-Cu неравновесная фаза, кристаллизующаяся из жидкости при больших скоростях охлаждения, появляется при 0,5% Mg и 0,1% Cu соответственно.

Большое влияние на склонность сплавов к образованию горячих трещин оказывает пластичность в ТИХ. И.И. Новиков и К.Т. Матвеева проводили исследование механических свойств сплава АМгб в период, предшествующий плавлению и в интервале температур кристаллизации [104]. Было установлено, что вблизи линии солидуса в результате оплавления границ зерен резко снижается пластичность материала. В интервале температур, прилегающем к солидусу, наблюдается область минимальных значений относительного удлинения (десятых долей процента). При более высоких температурах наблюдается некоторое увеличение относительного удлинения материала, достигающего нескольких процентов. При температурах, близких к солидусу и отвечающих температурам зоны хрупкости, происходит очень медленное нарастание количества жидкой фазы. При температурах, близких к температурам резкого подъема пластичности сплава, происходит быстрое оплавление зерен. Увеличение количества жидкой фазы по границам зерен увеличивает пластичность сплава, возрастает межзеренная пластическая структура.

Недостаток жидкой фазы в твердо-жидко состоянии вблизи линии солидуса, а также ее неравномерное распределение по всему объему приводит к тому, что образующиеся трещины в результате линейной усадки при кристаллизации не залечиваются оставшейся жидкостью.

Повышения пластичности в твердо-жидком состоянии можно добиться двумя путями: модифицированием зеренной структуры и увеличением объемной доли эвтектической фазы

1.3.2 Пластичность сплавов в температурном интервале хрупкости

В интервале температур, прилегающем к солидусу, где сплав находится в твердо-жидком состоянии, наблюдается область минимальных значений относительного удлинения (десятых долей процента). В этом интервале в результате линейной усадки происходит смещение кристаллов один относительно другого по границам, где находится прослойка жидкости. Когда жидкости мало, либо она отсутствует, такое смещение вызывает образование трещины. Неравномерное распределение жидкости может наблюдаться когда кристаллы имеют достаточно крупные размеры, либо дендритную форму. Повышения пластичности в температурном интервале хрупкости можно добиться увеличением объемной доли жидкой фазы, кристаллизующейся в последний момент. Здесь чаще всего подразумеваются эвтектики. Еще одним способом является уменьшение размера путем добавления различных модификаторов. Снижение склонности сплавов к образованию горячих трещин в этом случае происходит за счет изменения распределения жидкой фазы и изменении интервалов жидко-твердого и твердо-жидкого состояний сплавов [102].

1.4 Алюминиевые сплавы, применяемые при производстве порошков для аддитивных технологий для различных отраслей промышленности

Алюминиевые сплавы широко применяются в промышленности благодаря высокому комплексу механических, физических, коррозионных и технологических свойств.

Среди литейных алюминиевых сплавов большее распространение получили силумины – сплавы на основе системы Al-Si, благодаря высоким литейным свойствам в сочетании с неплохим уровнем характеристик эксплуатационных свойств. И то, и другое обусловлено большим количеством эвтектики в их микроструктуре. Литейные алюминиевые сплавы на основе систем Al-Cu и Al-Mg имеют «матричную» структуру, состоящую из алюминиевого твердого раствора (Al) и небольшого количества избыточных фаз, как почти все деформируемые сплавы. Их механические и коррозионные свойства значительно лучше, чем у силуминов, но литейные свойства очень низкие.

В настоящее время разработаны порошков для аддитивных технологий на основе систем Al-Si, Al-Mg-Sc, Al-Zn-Mg, однако реальное применение имеет только порошок силумина марки AlSi10Mg, который обладает высокими показателями технологичности при лазерном сплавлении. Как было отмечено ранее, добиться высокого уровня

характеристик механических свойств в силуминах затруднительно, поэтому более перспективными в этом плане могут быть порошки из сплавов на основе систем Al-Cu и Al-Mg, а особенно последние, которые имеют относительно хорошую технологичность и свариваемость. Основные пути повышения технологичности матричных сплавов или снижения склонности к образованию кристаллизационных трещин – это модифицирование зеренной структуры и легирование эвтектикообразующими элементами для уменьшения эффективного интервала кристаллизации

Далее будут рассмотрены особенности фазового состава и свойств литейных сплавов на базе систем Al-Si, Al-Cu и Al-Mg.

1.4.1 Сплавы на основе системы Al-Si

Содержание кремния в силуминах находится в пределах 4 - 18 %. Нижний предел (4 %) обусловлен достижением необходимого уровня литейных свойств за счет достаточно узкого эффективного интервала кристаллизации. Верхний предел связан с обеспечением минимального уровня пластичности, поскольку кремниевая фаза является очень хрупкой [38,105]. Упрочнение в силуминах достигается в основном только после закалки и старения при введении в них магния и меди за счет выделения метастабильных модификаций фаз β' и β'' (Mg_2Si) [43-46], θ' , θ'' (Al_2Cu) и Q' ($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$) [41-43,47-53]. Концентрация магния, как правило, составляет 0,2 - 0,6 %, а меди – 1 – 5 %, но в некоторых сплавах концентрация меди достигает 7 – 8 % [38,105]. Предельные концентрации меди магния вытекают из анализа фазовых диаграмм соответствующих систем Al-Si-Mg (рисунок 1.11а) и Al-Si-Cu (рисунок 1.11б).

Присутствие в силуминах примеси железа приводит к образованию иглообразных выделений кристаллизационного происхождения фазы Al_5FeSi , особенно вредной в виде первичных очень крупных кристаллов. Введение марганца приводит к образованию фазы $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$ эвтектического происхождения, которая характеризуется скелетообразной морфологией и не оказывает сильно негативного влияния на характеристики пластичности. Концентрация марганца в силуминах обычно не превышает 0,5 % [38].

Российским аналогом силумина марки AlSi10Mg, применяемого для аддитивных технологий является сплав АК9ч. Основными структурными составляющими в литом состоянии в сплаве АК9ч являются дендриты алюминиевого твердого раствора (Al) и эвтектика (Al) + (Si). Среди железосодержащих фаз наиболее вероятно присутствие скелетообразных частиц фазы $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$. Примесь меди при кристаллизации частично входит в (Al), а также образует фазу Q ($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$). Силицид магния Mg_2Si

наблюдается в виде дисперсных прожилок и включений. При термической обработке по режимам Т4-Т7 в процессе нагрева под закалку происходят частичная или полная фрагментация и сфероидизация эвтектических кристаллов Si. Кристаллы фаз Mg_2Si и Q полностью растворяются, переводя медь и магний в (Al). При старении происходит образование вторичных выделений метастабильных модификаций фазы β' или β'' (Mg_2Si), которые приводят к упрочнению.

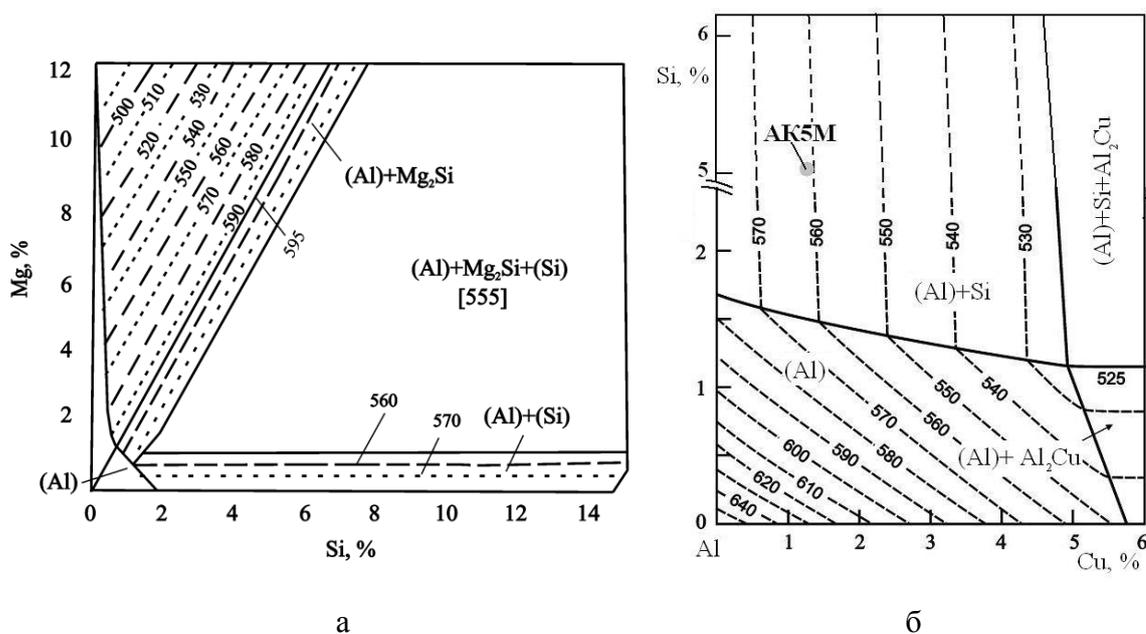


Рисунок 1.11 – Алюминиевый угол фазовых диаграмм Al-Si-Mg (а) и Al-Si-Cu (б) [105]

Сплав АК9ч имеет хорошие механические и литейные свойства при удовлетворительной коррозионной стойкости. Строгие ограничения по железу особенно сильно отражаются на пластичности. Сплавы АК9ч и АК9пч обладают хорошей герметичностью, поэтому его применяют для ответственных крупногабаритных деталей, например картеров двигателей внутреннего сгорания, корпусных деталей и других сложных отливок, предназначенных для автомобильной промышленности и сельскохозяйственного машиностроения. Сплав АК9пч используется также в самолето- и ракетостроении при изготовлении деталей, работающих при температуре не выше 200 °С [105]. Максимальный уровень характеристик механических свойств сплава АК9ч после литья в кокиль и старения по режиму Т6 представлен в таблице 1.1 в сравнении со свойствами некоторых других силуминов. Максимальная прочность АК9ч составляет 235 МПа, в то время как при получении изделий из этого сплава методом аддитивных технологий возможно достижение 211 - 230 МПа по пределу текучести и 335-345 МПа по пределу прочности [106].

Таблица.1.1 - Механические свойства алюминиевых сплавов после селективного лазерного плавления и термической обработки

Сплав	Состояние ¹	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Al-12Si [107]	F	223,5	355,1	4,2
AlSi10Mg [107]	F	207,8	367,7	4
	T6	209,6	269,1	10
AlSi7Mg [107]	F	192,8	320,1	5
	T6	227,4	273,1	9,7
Al-5Si [107]	F	145,8	255,8	14,2
Al-4,57Cu-1,9Mg-0,55Mn [108]	F	276	403	6
Al-4,2Cu-1,9Mg-0,56Mn-2Zr [109]	F	446	451	Нет данных
Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr- 0,49Mn [110]	F	300	440	Нет данных
¹ F – исходное состояние, T6 – закалка и старение 160 °С, 18 часов				

Авторами работы [106] показано, что с увеличением скорости селективного лазерного сплавления с 600 до 1400 мм/с повышается количество дефектов и несплошностей, однако наименее пористые образцы получены при скоростях 800 и 1000 мм/с при мощности лазера 150 и 180 Вт, соответственно. Примерно такого же повышения характеристик механических свойств можно достичь и на термически неупрочняемом бинарном силумине АК12, прочность которого при литье в кокиль составляет 157 МПа (таблица 1.2), а при применении аддитивных технологий может быть повышена до более чем 400 МПа [111].

Существенное повышение прочности наблюдается за счет формирования значительно более дисперсной структуры эвтектики при селективном лазерном сплавлении порошков (рисунок 1.12). Одним из самых прочных отечественных силуминов является сплав АК8МЗч, предел прочности его составляет 295 МПа в состоянии T7, однако его технологичность при литье уступает сплаву АК9ч (таблица 1.2). Разработка сплава на базе АК8МЗч может быть более перспективной для повышения характеристик механических свойств изделий получаемых селективным лазерным сплавлением.

Таблица 1.2 - Типичные механические [112-113] и литейные [114] свойства силуминов

Марка	Состояние ¹	σ_b , МПа	δ , %	НВ	ПГ (ширина кольца), мм
AK12	К, -	157	5	50	<5
AK9ч	К, Т6	235	3	70	<5
AK7ч	К, Т7	196	2	60	<5
AK8M3ч	К, Т7	295	2,5	85	12
AK12M2	К, -	186	1	70	-
AA354.0	Т61	324	3	-	-
AA383.0	К, -	310	3,5	75	-
AA390.0	К, Т7	250	-	115	-

¹ З – литье в песчаные формы, К – литье в кокиль, Т6 – закалка и старение на максимальную прочность, Т7 – закалка и перестаривание

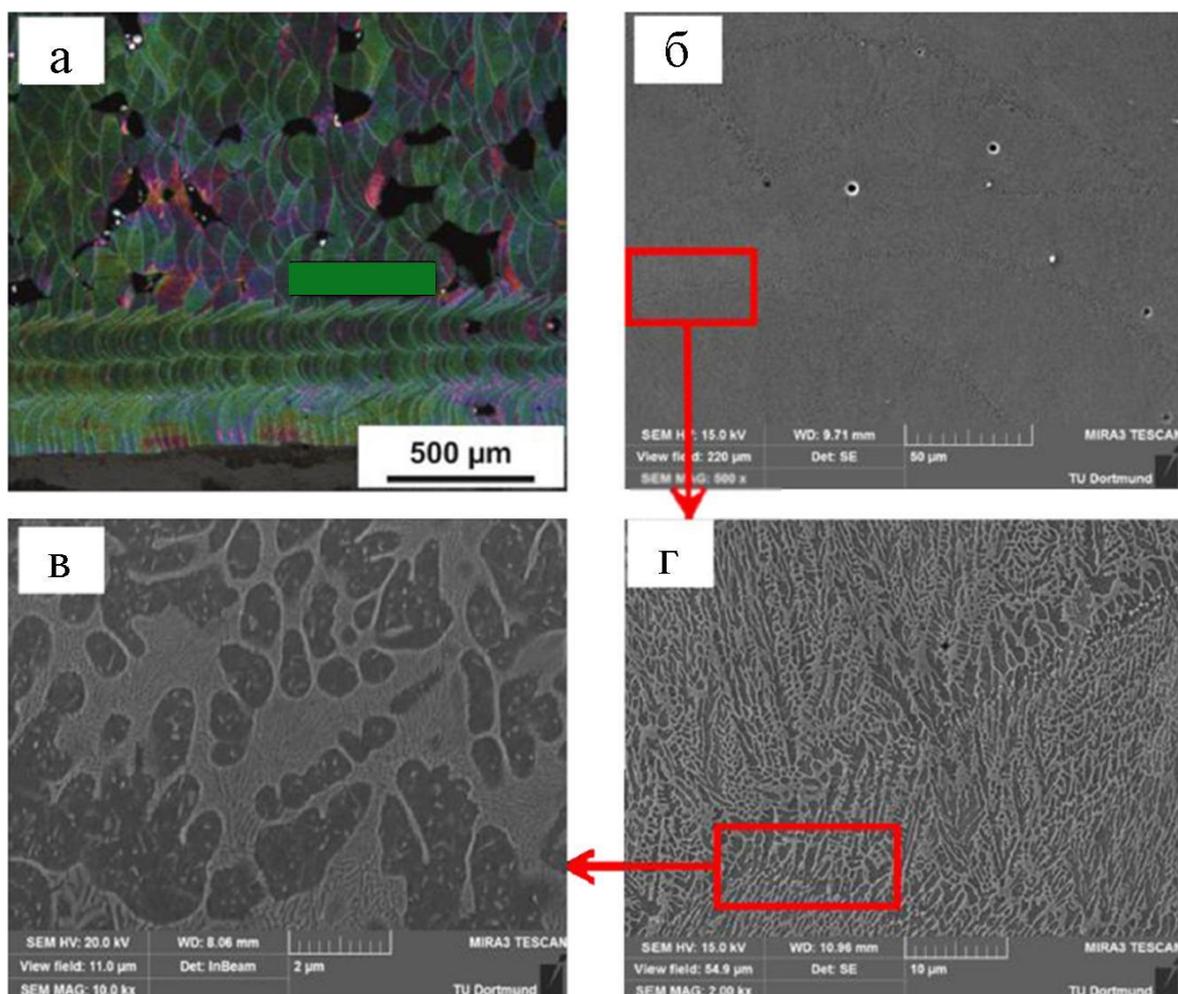


Рисунок 1.12 - Структура силумина АК12 (а-г), полученная с применением аддитивных технологий [111]

В работе [115] методом селективного лазерного сплавления получены образцы сплава Al-Si-Ni (содержание никеля 5 %) из порошков AlSi10Mg и чистого никеля с пористостью менее 2 % при объемной плотности энергии более 30 Дж/мм³. В результате твердость полученного материала возросла до 179,5 HV в сравнение со 135 HV для AlSi10Mg, а коэффициент термического расширения в интервале 100 – 400 °C составил $20,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. При этом твердость литого сплава близкого состава (AlSi12.5SiNi1) составляет 75,5 HV [116]. На рисунке 1.13 представлена микроструктура сплава Al-Si-Ni полученного методом селективного лазерного сплавления.

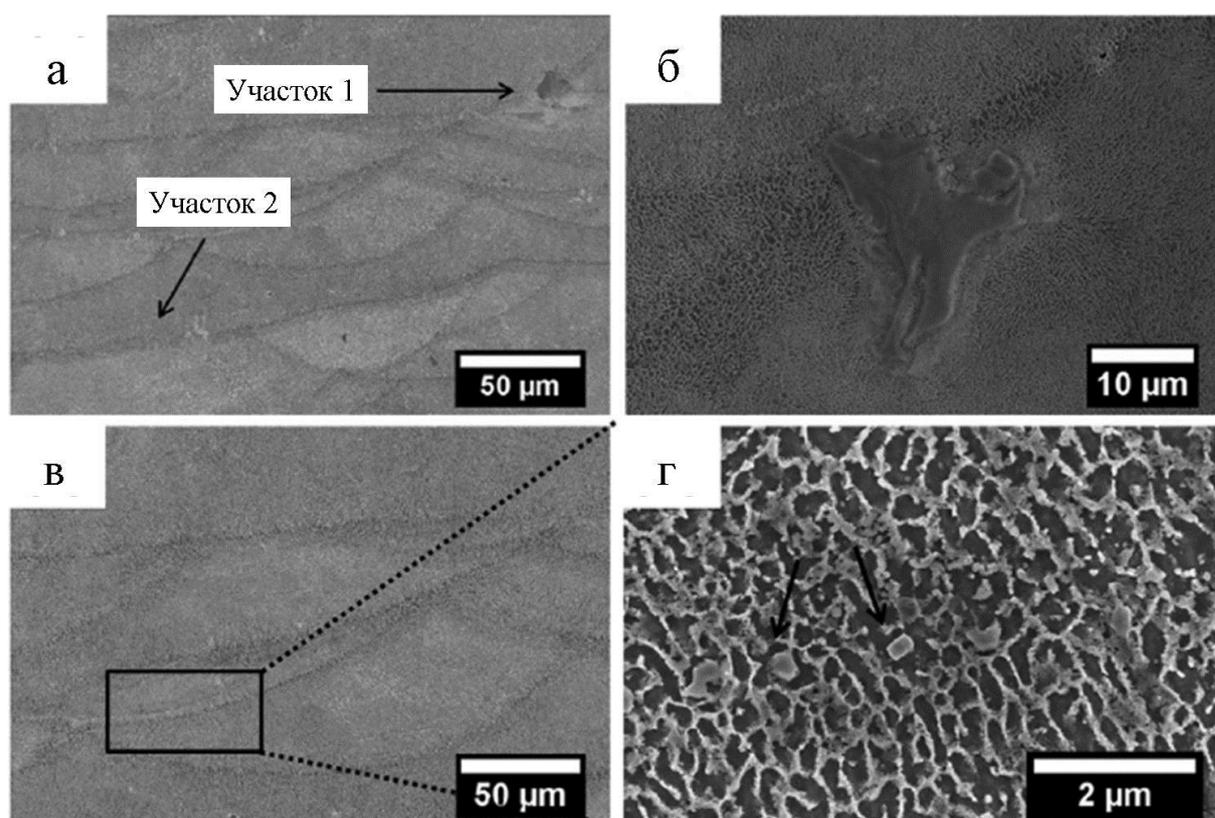


Рисунок 1.13 - Микроструктура сплава Al-Si-Ni (а-г) полученного методом селективного лазерного сплавления [116]

В работе [117] методом селективного лазерного сплавления получен материал AlSi10Mg-TiB₂ с высокой усталостной прочностью и пластичностью. На рисунке 1.14 представлена зеренная структура полученного сплава. Размер зерна находится в интервале 1,3 - 2 мкм. Методом просвечивающей электронной микроскопии показано формирование нановыделений кремния в алюминиевой матрице. Выделения кремния образуются в виде компактных округлых частиц диаметром около 5 нм и в виде пластин толщиной порядка 4 нм и длиной до 20 нм (рисунок 1.15). В результате предел прочности материала составил 530 МПа при относительном удлинении 15,5 %.

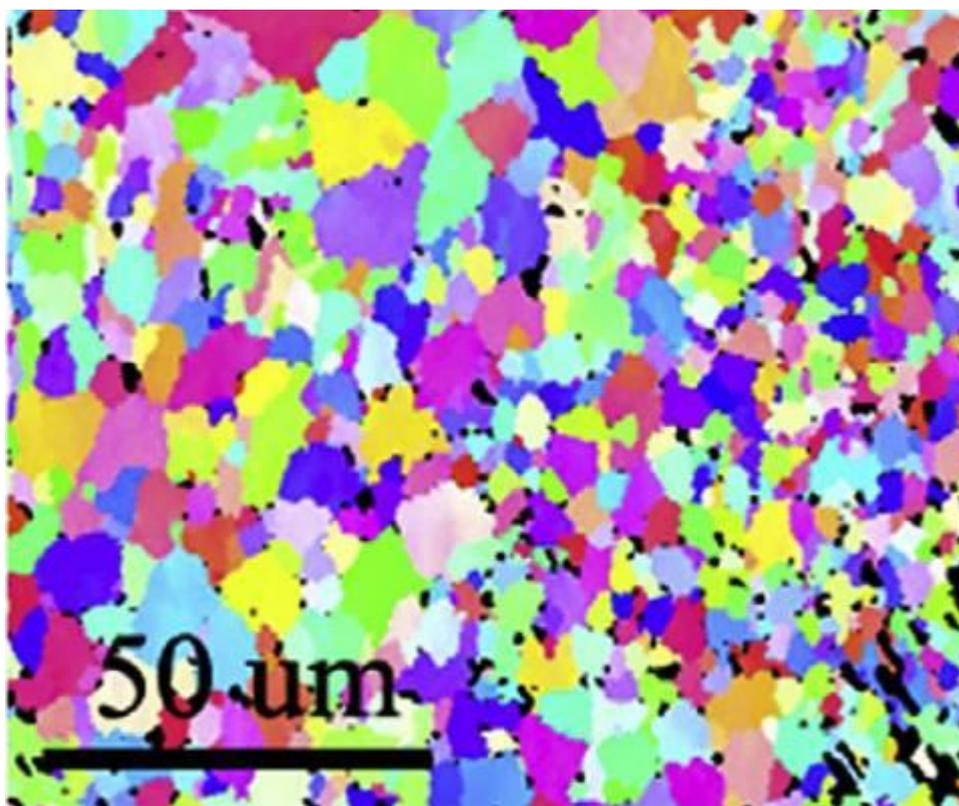


Рисунок 1.14 – EBSD изображение зеренной структуры материала AlSi10Mg-TiB₂, полученного методом селективного лазерного сплавления [117]

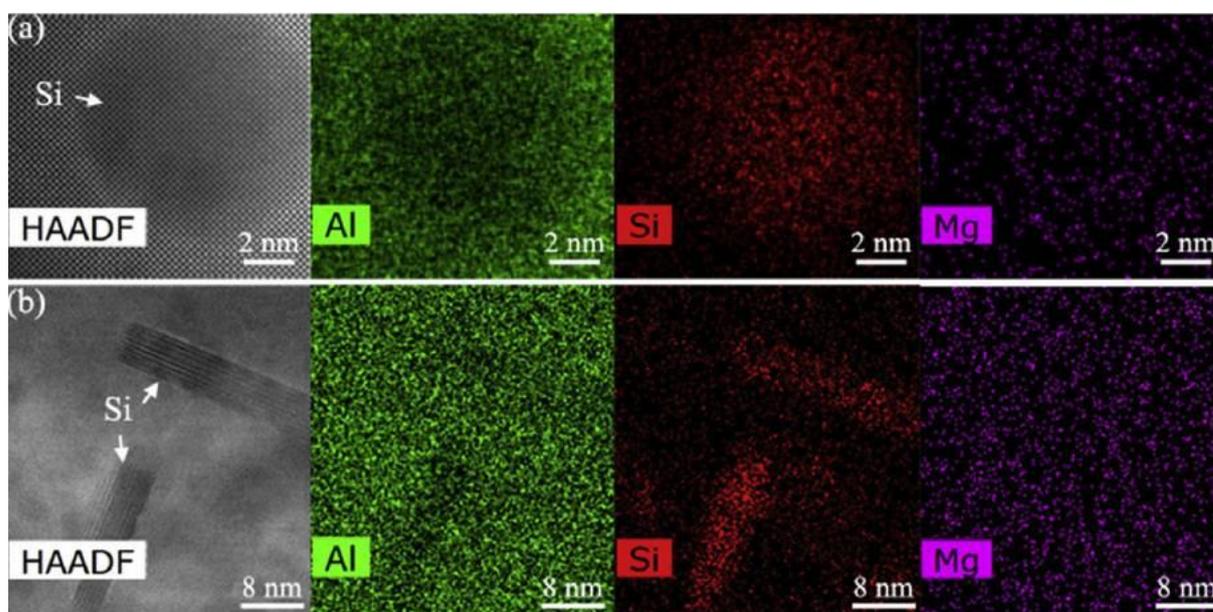


Рисунок 1.15 – Структура алюминиевого твердого раствора материала AlSi10Mg-TiB₂, полученного методом селективного лазерного сплавления и изображения в характеристических излучениях Al, Si и Mg (ПЭМ) [117]

Похожее исследование по влиянию наночастиц TiC на механические свойства сплава AlSi10Mg проведено автором работы [118]. Введение частиц карбида титана

приводит к повышению предела прочности с 400 до 486 МПа при сохранении относительного удлинения более 10 %.

Основной недостаток метода селективного лазерного наплавления – это сильная нестабильность структуры и характеристик механических свойств в процессе термической обработки. В таблице 1.3 приведены механические свойства силуминов, полученных селективным лазерным наплавлением в исходном и термообработанном состояниях. Видно, что после закалки, обычно совмещаемой с гомогенизацией, в 2 и более раз снижаются прочностные характеристики, но при этом пластичность возрастает в 2 - 5 раз [107].

Таблица 1.3 - Механические свойства силуминов после селективного лазерного наплавления и термической обработки

Сплав	Термообработка ¹	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Al-12Si	F	223,5	355,1	4,2
	T4	100,6	175,4	25
AlSi10Mg	F	207,8	367,7	4
	T4	119,4	212,3	12
	T6	209,6	269,1	10
AlSi7Mg	F	192,8	320,1	5
	T4	108,7	204,4	16,8
	T6	227,4	273,1	9,7
Al-5Si	F	145,8	255,8	14,2
	T4	66,7	132,9	27,3

¹ F – исходное состояние, T4 – закалка (500 °С, 4 часа), T6 – закалка и старение 160 °С, 18 часов

1.4.2 Сплавы на основе системы Al-Cu

Системы Al-Cu и Al-Cu-Mg являются базовыми для давно и широко используемых деформируемых сплавов. Литейные сплавы системы Al-Cu-Mg в российском ГОСТ 1583-93 [112] отсутствуют и в промышленности как литейные не применяются. В американском стандарте [119] они имеются, причем их состав очень близок к дуралюминам. К литейным сплавам на базе системы Al-Cu относятся AM5 (AA224.0) и AM4,5Кд, литейный сплав AA206 является американским представителем системы Al-Cu-Mg. Основными легирующими элементами и примесями в алюминивомедных сплавах

являются марганец, магний, титан, цирконий, хром, железо, кремний, никель, реже кадмий и серебро.

Оптимальная концентрация меди обычно составляет около 5 %, что прямо вытекает из двойной диаграммы состояния [38] и в процессе нагрева под закалку должна полностью перейти в твердый раствор из фаз кристаллизационного происхождения, но это не всегда осуществимо в присутствие некоторых других добавок, таких как Ni, Fe и Mn. Марганец вводят в количестве до 1 %, чтобы он полностью входил при кристаллизации в состав (Al). При нагреве под закалку практически весь марганец выделяется в виде дисперсоидов $Al_{20}Cu_3Mn_2$. Никель в алюминивомедных сплавах образует соединения Al_6Cu_3Ni или $Al_3(Ni,Cu)_2$, которые повышают жаропрочность, но в свою очередь снижает концентрацию меди в алюминиевой матрице, что снижает прочностные свойства при комнатной температуре [38]. Магний вводят в литейные американские сплавы обычно в количестве до 2 %, что приводит к образованию фазы S (Al_2CuMg), которая при неравновесной кристаллизации выделяется в составе тройной эвтектики, а при последующем старении ее метастабильные модификации существенно повышают прочностные свойства. В таблице 1.4 приведены механические и литейные свойства некоторых сплавов на основе систем Al-Cu Al-Cu-Mg.

Таблица 1.4 - Гарантируемые механические [112-113] и литейные [114] свойства сплавов на основе систем Al-Cu Al-Cu-Mg

Марка	Состояние ¹	σ_b , МПа	δ , %	НВ	ПГ (ширина кольца), мм
AM5	К, Т6	333	4	90	32,5
	З, Т7	314	2	80	
AM4,5Кд	К, Т6	490	4	120	30
	З, Т7	323	5	90	
A242.0	З, Т7	205	2	75	27,5 (аналог)
A201.0	Т6	485	7	135	-
A206.0	Т7	436	12	137 HV	-

¹ З – литье в песчаные формы, К – литье в кокиль, Т6 – закалка и старение на максимальную прочность, Т7 – закалка и перестаривание

Наиболее популярными среди сплавов системы Al-Cu-Mg для аддитивных технологий стали деформируемые сплавы 2xxx серии, которые по составу близки к литейным. Так на примере сплава AA 2024 было показано, что после селективного

лазерного наплавления предел прочности этого сплава составляет примерно 400 МПа, в то время как в литом состоянии слиток имеет прочность 185 МПа [108]. При этом показано, что при увеличении объемной плотности энергии более 340 Дж/мм^3 , относительная плотность изделий превышает 99,5 % и полностью исчезают микротрещины и дефекты. Повышение прочности объясняют существенным модифицированием зерна, диспергированием фаз кристаллизационного происхождения и твердорастворным упрочнением при селективном лазерном сплавлении (рисунок 1.16).

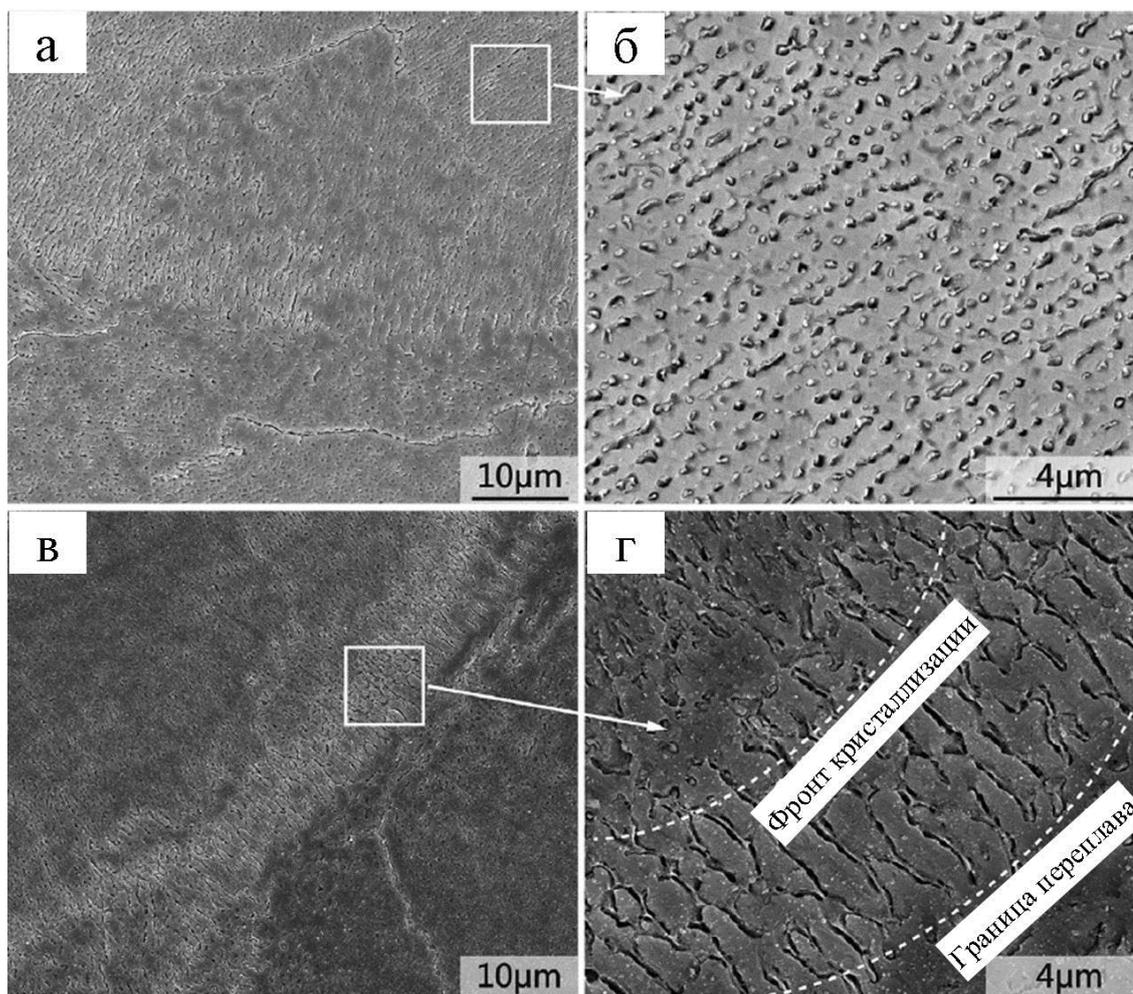


Рисунок 1.16 - Микроструктура сплава АА 2024 (а-г) в поперечном и продольном направлениях после селективного лазерного сплавления [108]

В работе [109] показано, что добавление циркония приводит к формированию ультрамелкозернистой структуры, существенному снижению горячих трещин и повышению предела прочности до 450 МПа. На рисунке 1.17 представлены микроструктуры сплавов Al-Cu-Mg (а,б), Al-Cu-Mg-Zr (в-е) при различных скоростях наплавления.

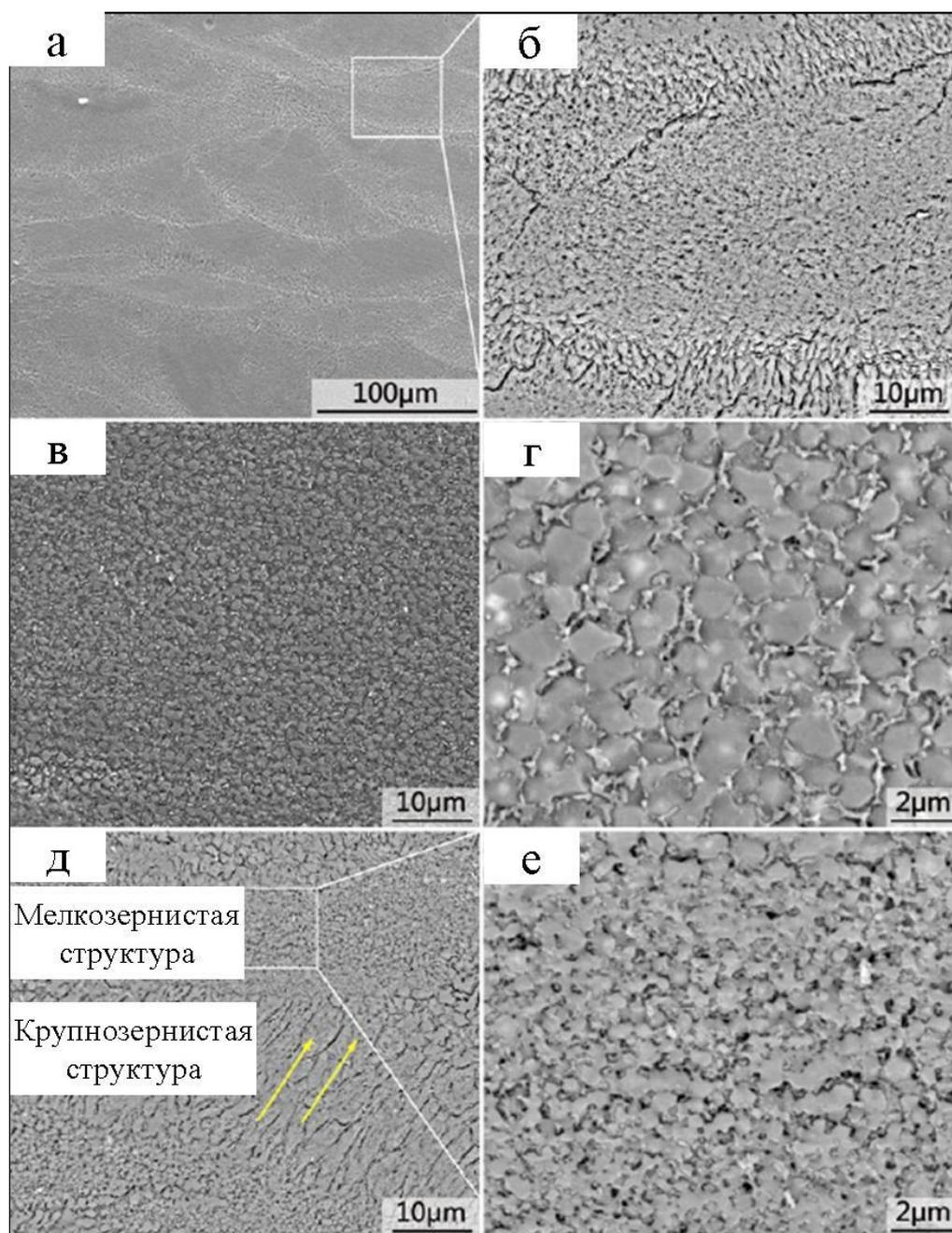


Рисунок 1.17 - Микроструктура сплавов Al-Cu-Mg (а,б при скорости получения 5м/мин), Al-Cu-Mg-Zr (в, г при скорости получения 5 м/мин) и Al-Cu-Mg-Zr (д, е при скорости получения 15 м/мин) [109]

1.4.3 Сплавы на основе системы Al-Mg

Магналии являются высококоррозионностойкими, пластичными сплавами и обладают хорошей свариваемостью. Основной их недостаток заключается в невозможности термически упрочняться. При высоких концентрациях магния (10 – 12 %) за счет твердорастворного упрочнения значение σ_b в закаленном состоянии достигает 350-400 МПа (таблица 1.5). Предел текучести же у них невысок: даже в

наиболее прочном сплаве АМг10 он не превышает 200 МПа [112]. Однако, легирование сплавов системы Al-Mg редкоземельными и переходными металлами, такими как цирконий, скандий, марганец, хром и т.д., может приводить к существенному повышению прочности за счет выделения дисперсоидов из пересыщенного твердого после кристаллизации во время гомогенизационного отжига. В магналиях помимо перечисленных элементов могут присутствовать в качестве легирующих или примесей кремний, железо, медь, цинк, титан, бериллий. Цирконий и титан являются также эффективными модификаторами зерна (Al).

Скандий за последние годы зарекомендовал себя как самый эффективный легирующий элемент в магналиях. В последние годы активно разрабатываются и уже используются в промышленности сплавы системы Al-Mg с добавкой скандия [34,120-124]. Скандий существенно повышает их пределы текучести и прочности за счет образования наноразмерных (порядка 5 нм) частиц фазы Al₃Sc. В случае дополнительного легирования цирконием, образуются более термически стабильные выделения фазы Al₃(Sc,Zr) [34,120-124].

Таблица 1.5 - Типичные механические [112-113] и литейные [114] свойства магналиев

Марка	Состояние ¹	σ_b , МПа	δ , %	НВ	ПГ(ширина кольца), мм
АМг5К	З, -	170	3	55	12,5
АМг6л	К, -	216	6	60	15
АМг10	К, Т4	375	22	75	16,5
АМг11	К, Т4	224	1,5	90	17,5
A520.0	Т4	330	16	75	-
A535.0	Т4	240	13	60	-

¹ З – литье в песчаные формы, К – литье в кокиль, Т4 - закалка

В работе [110] рассмотрены особенности микроструктуры и механических свойств сплава «Scalmalloy» (Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn) полученного селективным лазерным сплавлением. На рисунке 1.18 видно, что предел текучести этого сплава достигает 300 МПа, а предел прочности превышает 400 МПа. При этом в материале образовалась неоднородная мелкозернистая и крупнозернистая структура (рисунок 1.19)

Авторами работы [125] проведено детальное исследование микроструктуры сплава «Scalmalloy» (Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn). Анализ структуры в просвечивающем

электронном микроскопе показал формирование дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$ и оксидов алюминия и магния (рисунок 1.20).

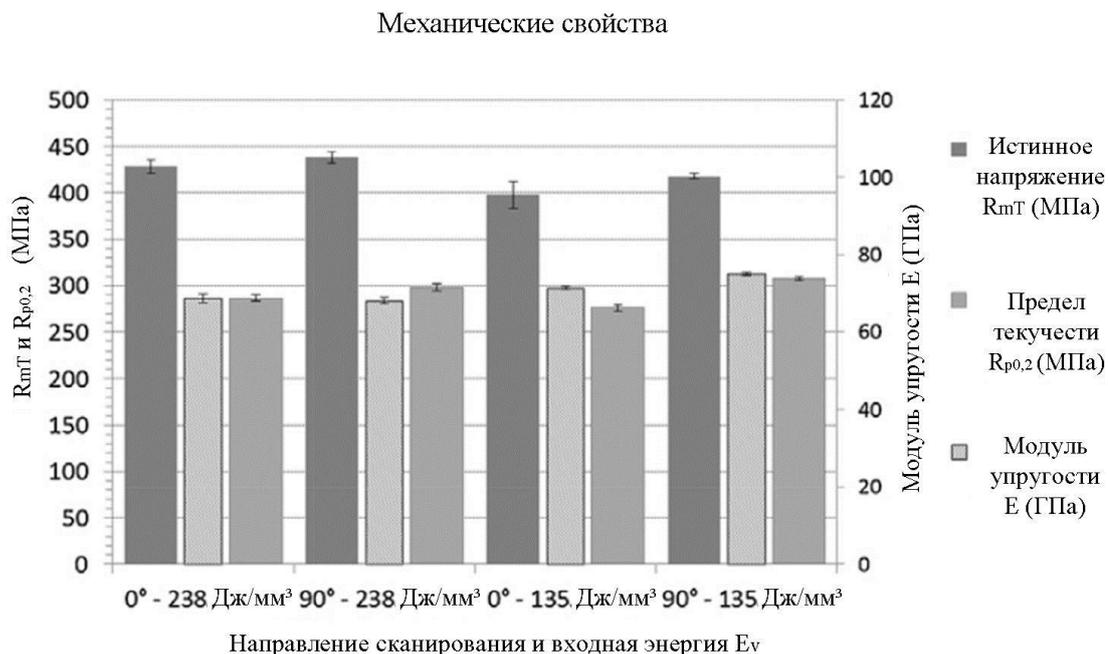


Рисунок 1.18 - Механические свойства сплава «Scalmalloy» (Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn) в зависимости от параметров селективного лазерного сплавления [110]

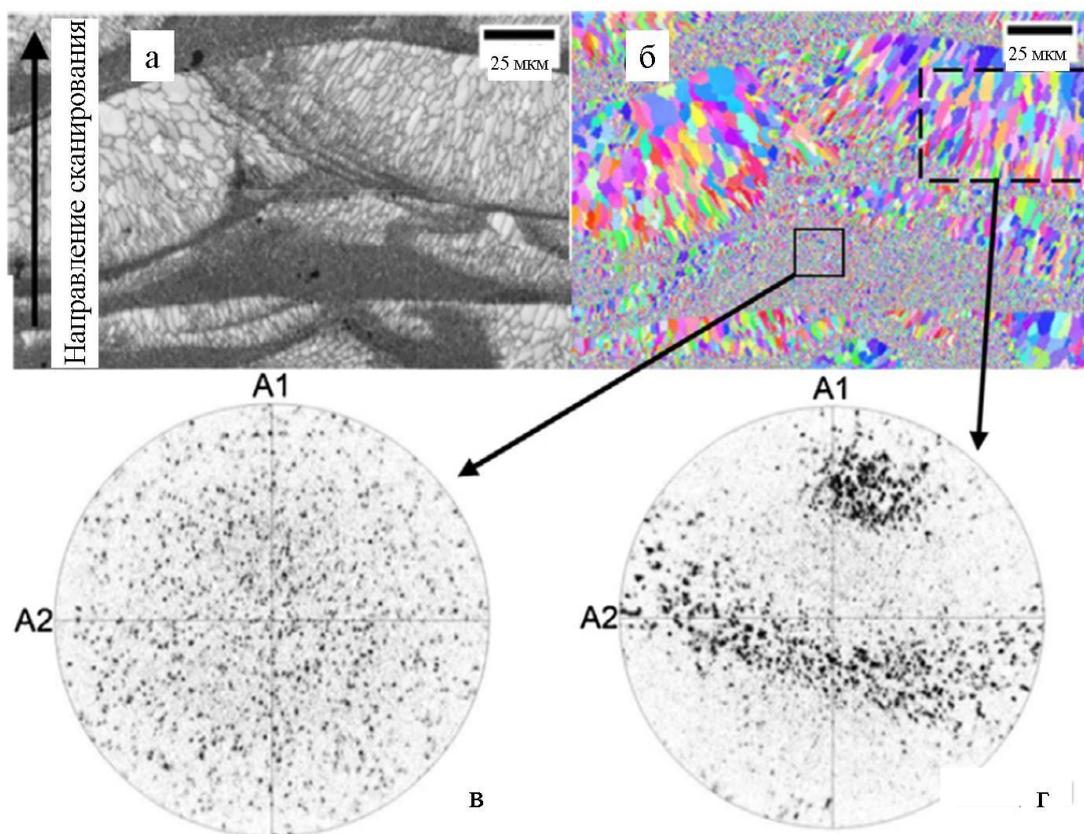


Рисунок 1.19 - Зеренная структура сплава «Scalmalloy» (Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn) [110]

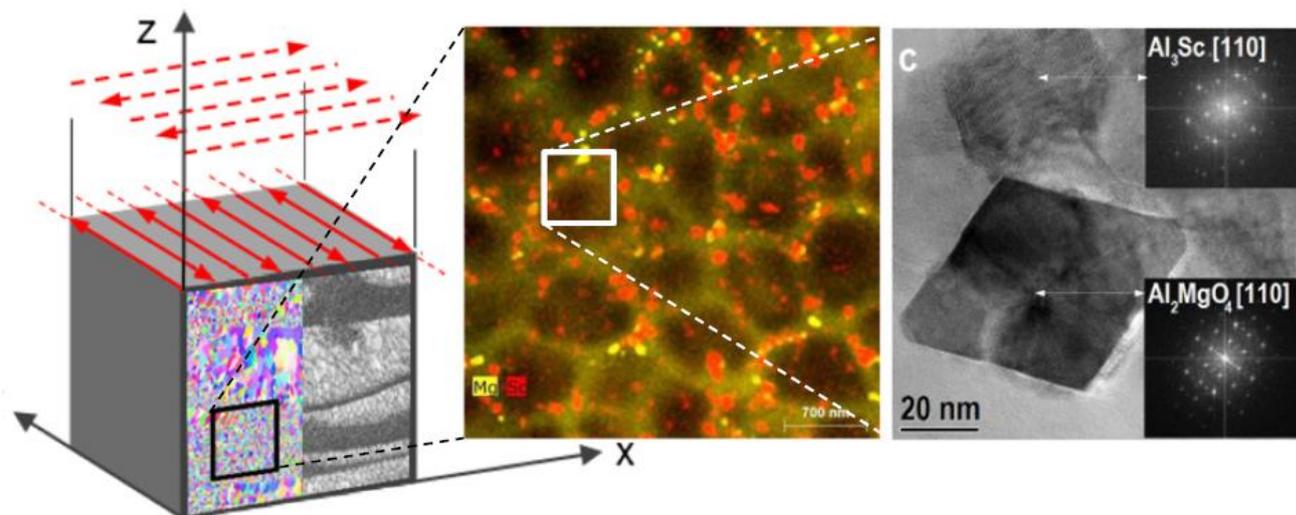


Рисунок 1.20 - Схема наплавления с зерновой структурой и тонкая структура сплава «Scalmalloy» (Al-4,6Mg-0,66Sc-0,42Zr-0,49Mn) [125]

Стоит отметить, что скандий является самой дорогостоящей добавкой в алюминиевых сплавах. В последнее годы активно проводят исследования рассматривающие влияние малых добавок Er, Gd, Y, Hf на свойства и структуру алюминия и его сплавов [126-139]. В работе [126] показано, что добавка 0,01 и 0,02 ат.% Er в сплавы Al-0,06 ат. % Sc-0,05 ат. % Zr и Al-0,06 ат. % Sc-0,04 ат. % Zr, соответственно, приводит к существенному росту микротвердости после двух часов отжига при 400 °С предварительно гомогенизированного слитка при 640 °С. Авторы работы [127] показали, что введение 0,04 ат. % Er приводит к увеличению микротвердости в два раза при нагреве образцов до 400 °С также после предварительного отжига при 640 °С. Гомогенизацию при 640 °С проводили с целью растворения фазы Al_3Er кристаллизационного происхождения. В работах [128-129] установили, что добавки Zr и Er в сплавы на основе системы Al-Mg повышают свойства сварных соединений в основном за счет измельчения зерновой структуры. Добавка 0,08 ат. % Y в сплав Al-0,3 % Zr уменьшает скорость разупрочнения и повышает температуру рекристаллизации на 50 °С за счет образования дисперсоидов $Al_3(Zr,Y)$ [130]. Исследования совместного влияния Y и Gd на структуру и свойства сплава на основе системы Al-Zn-Mg-Cu-Zr показало повышение температуры начала рекристаллизации и эффекта старения, связанное с выделением дисперсоидов фазы Al_3CuGd [131]. В работе [139] на примере сплава Al-4,7Mg-0,7Mn-0,3Er показано повышении свариваемости при добавке эрбия за счет измельчения зерновой структуры.

1.4.4 Алюминиевые сплавы с церием

Известно, что эвтектика в системах Al-Ce и Al-Cu-Ce имеет очень дисперсное строение [140-141]. Авторами работы [32] детально изучена эволюция структуры сплава системы Al-Ce в процессе лазерного плавления. Показано существенное измельчение структуры эвтектики по сравнению с литым состоянием и формирование трех зон структур – дендритной, смешанной и эвтектической (рисунок 1.21).

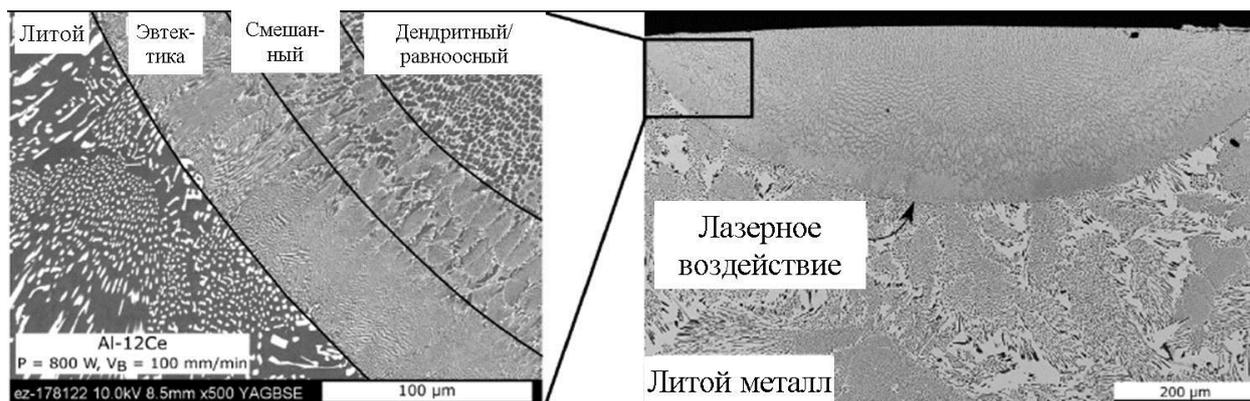


Рисунок 1.21 - Изменение структуры эвтектики в сплаве системы Al-Ce по толщине зоны лазерного плавления [32]

В работе [142] показан эффект модифицирования эвтектики (Al+Al₂Cu) в сплаве системы Al-Si-Cu при введении церия и соответствующие повышение твердости сплава.

Проведен сравнительный анализ особенностей структуры и механических свойств алюминиевых сплавов на основе систем Al-Si, Al-Cu и Al-Mg, получаемых литьем и селективным лазерным плавлением. Показано, что даже из самых низкотехнологичных при литье сплавов системы Al-Cu-Mg методом SLM можно получать низкопористые, бездефектные, не склонные к образованию горячих трещин изделия.

1.5 Алюминиевые сплавы, применяемые в гранульной металлургии для изготовления изделий с повышенной жаропрочностью

Из гранульной металлургии известны конструкционные алюминиевые сплавы, легированные только переходными металлами и предназначенные для работы при комнатной и повышенных температурах. Их создание стало возможно при использовании высоких скоростей охлаждения при кристаллизации. Условием высокой жаропрочности сплавов является наличие стабильной гетерогенной структуры, при которой включения упрочняющей интерметаллидной фазы не взаимодействуют с матрицей при повышенных

температурах. Исходя из этого, гранулируемые алюминиевые сплавы, легированные только переходными металлами более жаропрочны, чем лучшие жаропрочные сплавы, содержащие традиционные компоненты, такие как медь, магний и др. Стабильная гетерогенная структура гранулируемых сплавов с переходными металлами, помимо жаропрочности, обеспечивает целый ряд других ценных качеств: достаточно высокую прочность при комнатной температуре, хорошую свариваемость, высокую коррозионную стойкость и др. В работе [30] описаны сплавы системы Al-Cr-Zr, обладающие очень хорошим комплексом механических свойств при комнатной и повышенных температурах. В таблице 1.6 приведены механические свойства прутков, полученных из гранул диаметром 1-3 мм (скорость охлаждения при кристаллизации 10^3 - 10^4 °C/с) сплавов различного состава.

Таблица 1.6 – Механические свойства прессованных прутков диаметром 12 мм из гранул трехкомпонентных алюминиевых сплавов [30]

Компонент, %		20 °C			350 °C			
Cr	Zr	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_{100} , МПа
4,3	0,5	270	240	11,5	62	54	46,0	22
3,3	1,1	322	245	10,2	55	48	46,0	20
2,3	1,4	375	310	11,0	111	104	18,5	30
1,8	1,6	338	304	14,5	96	90	21,6	45
0,45	2,0	272	185	16,1	67	64	34,1	20
0,9	1,6	295	215	16,3	74	68	26,6	30
1,4	4,0	296	229	13,7	84	78	28,2	35

Из смеси исследованных сплавов с различным содержанием и соотношением хрома и циркония наилучшее сочетание прочностных характеристик при комнатной температуре и при 350 °C имеет сплав, в котором при содержании 3,0-3,5 % (Cr+Zr), отношение хрома к цирконию близко к единице. При кристаллизации гранул в сплавах был установлен факт формирования аномально пересыщенного твердого раствора на основе алюминия. При последующих нагревах гранул (во время горячего прессования) было установлено, что в интервале температур 400-450 °C в сплавах наблюдается распад твердого раствора с образованием упрочняющих фаз $Al_3Zr(Cr)$ Al_7Cr размером 10-100 нм, расстояние между включениями <1 мкм.

Множество работ [30-31] посвящены исследованию сплавов системы Al-Fe, т.к. железо, как и никель и кобальт, имеют практически нулевую растворимость в алюминии при комнатной температуре и образуют в слитках грубые интерметаллидные фазы. Однако при высоких скоростях охлаждения при кристаллизации становятся очень полезными, эффективно упрочняющими компонентами алюминиевых сплавов. В таблице 1.7 приведены механические свойства компактных полуфабрикатов двойных сплавов Al-Fe, полученных из гранул, закристаллизованных с высокими скоростями охлаждения.

Таблица 1.7 – Предел прочности полуфабрикатов из сплавов Al-Fe, изготовленных из гранул или других частиц, при комнатной и повышенных температурах [30]

Сплав	Способ кристаллизации	σ_b , МПа, при температуре, °С				Источник
		20	200	300	400	
Al-8%Fe	A	570	320	230	70	[89]
Al-8%Fe	B	430	280	200	100	[90]
Al-8%Fe	C	320	-	150	70	[91]
Al-8%Fe	A	310	200	150	90	[92]
Al-8%Fe	D	250	-	-	80	[88]
Al-2%Fe	C	130	75	54	33	[91]
Al-2,5%Fe	E	430-550	-	-	-	

Примечание: А – кристаллизация капель расплава в виде чешуек на водоохлаждаемом медном цилиндре ($v_{\text{охл}} \approx 10^6$ °C/c); В – захлопывание капель расплава движущимися медными пластинами ($v_{\text{охл}} \approx 10^5$ - 10^6 °C/c); С – распыление расплава нейтральным газом ($v_{\text{охл}} \approx 10^2$ - 10^3 °C/c); D – литье гранул (1-4 мм) методом центробежного разбрызгивания капель расплава в воду ($v_{\text{охл}} \approx 10^3$ - 10^4 °C/c); E – способ не указан, скорость роста твердой фазы была 2,5 мм/с.

Из приведенных данных следует, что из сплавов системы Al-Fe можно получить полуфабрикаты, сочетающие очень высокую прочность (более высокую чем у сплавов Al-Cr-Zr) и жаропрочность. Высокая прочность при комнатной и повышенных температурах обеспечивается за счет формирования гетерогенной структуры включающей дендриты алюминиевого твердого раствора и интерметаллидную фазу Al_3Fe размером сотые доли микрон. По результатам измерения периода решетки было установлено, что в алюминиевый твердый раствор может входить до 0,45 %Fe, т.е. наблюдается формирование аномально пересыщенного твердого раствора.

Выводы по обзору литературы

1 Наиболее значимыми параметрами, которые влияют на структурообразование в изделиях, синтезированных с использованием аддитивных технологий, являются плотность энергии, температурный градиент (G) и скорость кристаллизации (R).

2 Основным методом контроля температуры при кристаллизации ванны расплава является термодатчик. Такой метод исследования позволяет достаточно точно определять температуру разогрева подложки/слоя на разном расстоянии от расплава и получать информацию о величине и направлении теплоотвода.

3 Наиболее распространенными дефектами структуры в АТ являются пористость, кристаллизационные трещины и неоднородная зеренная структура. Пористость изделий зависит от плотности энергии и типа легирующих элементов сплава. Кристаллизационные трещины, как и при сварке плавлением, зависят от величины эффективного интервала кристаллизации и пластичности в температурном интервале хрупкости. Для уменьшения горячеломкости используют подогрев подложки для уменьшения температурного градиента, дополнительно легируют либо повышают содержание кремния с целью увеличения количества эвтектических фаз.

Структурная неоднородность возникает из-за разных условий кристаллизации ванны расплава. С целью уменьшения последнего, используют варьирование стратегии сканирования лазера, изменяют его мощность и скорость. Однако в литературе нет данных о применении различных модификаторов и их влияния на структурообразование при СЛП.

4 Для СЛП разработаны порошки на основе систем Al-Si, Al-Si-Mg, Al-Mg, Al-Cu-Mg. Сплавы, синтезированные с применением АТ порошков этих систем, характеризуются неоднородной структурой, где более 50 % всего объема занято столбчатыми кристаллами, и низкой прочностью при повышенных температурах. В изделиях наблюдается анизотропия предела прочности в среднем 4 %, предела текучести – 10 %. На сегодняшний день в литературе нет данных о разработке новых сплавов, которые отличались бы однородной структурой и высоким уровнем характеристик механических свойств при повышенных температурах. Наиболее перспективными сплавами могут быть системы, легированные переходными металлами, образующими дисперсные алюминиды, наличие которых существенно повышает жаропрочность алюминиевых сплавов.

ГЛАВА 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

2.1 Объекты исследования

В качестве объектов исследования были выбраны сплавы, относящиеся к группе деформируемых термически упрочняемых с высоким уровнем механических свойств, и к группе литейных, характеризующихся широким интервалом кристаллизации. Для исследования влияния состава и параметров лазерного плавления на структуру и свойства сплавов в условиях быстрой кристаллизации были выбраны сплавы на основе систем Al-Mg, Al-Zn-Mg, Al-Cu-Mg (таблица 2.1, 2.2, 2.3). Для исследования влияния состава и параметров лазерного плавления на структуру и свойства сплавов, легированных переходными металлами были выбраны сплавы на основе системы Al-Fe-Ni (таблица 2.4).

Таблица 2.1 – Состав сплавов систем Al-Mg, Al-Mg-Mn по данным химического анализа

№	Концентрация, масс.%						
	Al	Mg	Mn	Zr	Sc	Ti	B
1	ост.	4,1	-	0,1	0,1	-	-
2	ост.	5,5	-	0,1	0,1	-	-
3	ост.	5,0	-	0,6	0,5	-	-
4	ост.	4,7	0,3	0,1	0,2	-	-
5	ост.	4,7	0,3	0,1	0,2	0,5	0,1
6	ост.	4,7	0,3	0,1	0,2	1	0,2
7	ост.	4,7	0,3	0,1	0,2	2	0,4
8	ост.	4,7	0,3	0,1	0,2	3	0,6

Таблица 2.2 – Состав сплавов системы Al-Zn-Mg по данным химического анализа

№	Концентрация, масс.%							
	Al	Zn	Mg	Mn	Cr	Zr	Ti	B
1	ост.	4,5	1,5	0,3	0,3	0,3	-	-
2	ост.	4,6	1,5	0,2	0,3	0,3	0,5	0,1
3	ост.	4,6	1,5	0,3	0,3	0,3	1	0,2
4	ост.	4,5	1,5	0,3	0,3	0,3	2	0,4
5	ост.	4,5	1,6	0,3	0,3	0,4	3	0,6

Таблица 2.3 – Состав экспериментальных сплавов системы Al-Cu-Mg по данным химического анализа

№	Концентрация, масс.%					
	Al	Cu	Mg	Mn	Ce	Y
1	ост.	4,5	1,4	0,37	-	
2	ост.	4,4	1,3	0,4	0,2	
3	ост.	4,6	1,3	0,4	0,5	
4	ост.	4,3	1,4	0,4	4	
5	ост.	5,4	1,6	0,5	-	-
6	ост.	5,4	1,6	0,5	-	0,6
7	ост.	5,4	1,5	0,4	-	1,0
8	ост.	5,5	1,5	0,4	-	1,6

Таблица 2.4 – Состав экспериментальных сплавов системы Al-Fe-Ni по данным химического анализа

Условное обозначение	Концентрация, масс.%		
	Al	Fe	Ni
Al-5	ост.	2,5	2,5
Al-8	ост.	2,5	5,5
Al-10	ост.	2,5	7,5
Al-12	ост.	2,5	9,5

Как уже отмечалось выше, рассматриваемые сплавы этих систем имеют ограниченное применение в промышленности из-за неблагоприятной морфологии первичных кристаллов и избыточных фаз и изучены мало, однако представляют особый интерес в качестве материалов для аддитивного производства, так как относятся к системам эвтектического типа. Как известно, наличие эвтектики повышает технологичность сплавов при литье, уменьшает склонность сплавов к образованию горячих трещин.

Для приготовления экспериментальных сплавов в качестве шихтовых материалов использовали алюминий марки А85, чистый магний и цинк и лигатуры Al-10%Mn, Al-3,5%Zr, Al-2%Sc, Al-5%Ti-1%B, Al-10%Cr, Al-53,5%Cu, Al-20%Ce, Al-10%Y, Al-10%Fe, Al-10%Ni.

Выплавку сплавов осуществляли в лабораторной электрической печи сопротивления в графито-шамотных тиглях при температуре 900 °С. За 10-15 минут до разливки вводили магний с помощью насадки «колокольчик», предварительно снизив

температуру расплава до 750 °С. Для всех сплавов слитки размером (65×35×20) мм получали литьем в медную водоохлаждаемую изложницу.

Образцы, полученные методом селективного лазерного плавления (СЛМ) синтезировали на 3D принтере Solution SLM 280 из порошка сплава Al-5Mg-0,6Zr-0,55Sc со средним размером частиц 35 мкм при мощности 180 Вт, скорости сканирования 220 мм/с и перекрытии 0,15 мм. Установка оснащена YB:YAG волоконным лазером непрерывного излучения мощностью 400 Вт с длиной волны излучения 1040 нм. Размер готовых образцов составлял 10×10×10 мм.

Образцы, полученные методом прямого лазерного наплавления (ПЛН) синтезировали на промышленной установке HC-205 HUFFMAN из порошков сплавов Al-5, Al-8, Al-10 и Al-12. Установка оборудована волоконным лазером ЛС-3.5 непрерывного излучения максимальной мощностью 3,5 кВт с длиной волны излучения 1069 нм. Смесь порошка транспортировалась потоком аргона и фокусировалась в зоне обработки с помощью коаксиального сопла. Экспериментальные наплавки были получены при мощности 150-250 Вт, скорости сканирования 762 мм/мин, перекрытии 0,5 мм.

Химический состав сплавов подтверждали на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA LMH.

2.2 Методика получения порошков

Технологии СЛМ и ПЛН отличаются способом подачи порошка в рабочую зону: в первом случае порошок ровным слоем укладывается с помощью валика на подложку, во втором – подается под давлением потоком аргона через коаксиальное сопло диаметром 3 мм. Для СЛМ технологии важно, чтобы порошок имел сферическую форму частиц для плотной укладки слоев, поэтому для этой технологии порошок сплава Al-5Mg-0,6Zr-0,55Sc был получен методом распыления расплава азотом.

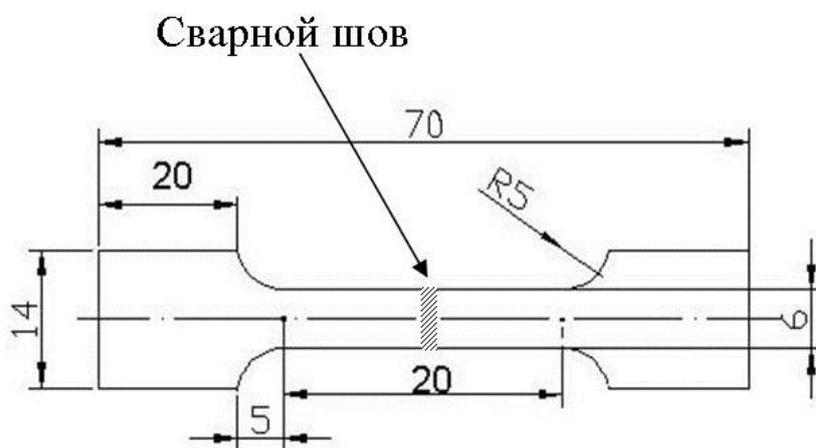
Для ПЛН технологии наиболее важным является соблюдение требований к среднему размеру частиц, а не их формы. Порошки сплавов Al-5, Al-8, Al-10 и Al-12 для ПЛН получали нарезанием слитков на мелкую стружку на фрезерном станке и последующем измельчением стружки в планетарной шаровой мельнице РМ400. Для измельчения использовали шары из стали марки ШХ15 диаметром 12-15 мм, соотношение массы мелющих шаров к массе обрабатываемого материала составляло 5:1. Для предотвращения перегрева обрабатываемого материала и приваривания его к мелющим шарам и к стенкам барабана работу проводили по следующему режиму: после каждых 5 минут непрерывного измельчения следовали остановки той же длительности. Для исключения окисления частиц в процессе размолла обработку проводили в атмосфере

аргона. Для этого заполненные шарами и исходными материалами барабаны подвергали предварительному вакуумированию и последующему заполнению инертным газом. Масса обрабатываемого материала для каждого барабана была равна 50 г и чистое время измельчения с учетом установок составляла 17 часов. Первоначальная скорость вращения планетарного диска в процессе измельчения составляла 250 об/мин. Данная скорость была выбрана в целях предотвращения сваривания обрабатываемых частиц между собой вследствие чрезмерного разогрева, вызываемого ударно-истирающим воздействием мелющих шаров. Однако после одного часа обработки по данному режиму видимого измельчения материала не произошло. Поэтому для интенсификации размола скорость вращения была увеличена до 300 об/мин. Полученные порошки разделяли на фракции 70, 100 и 150 мкм с помощью набора сит.

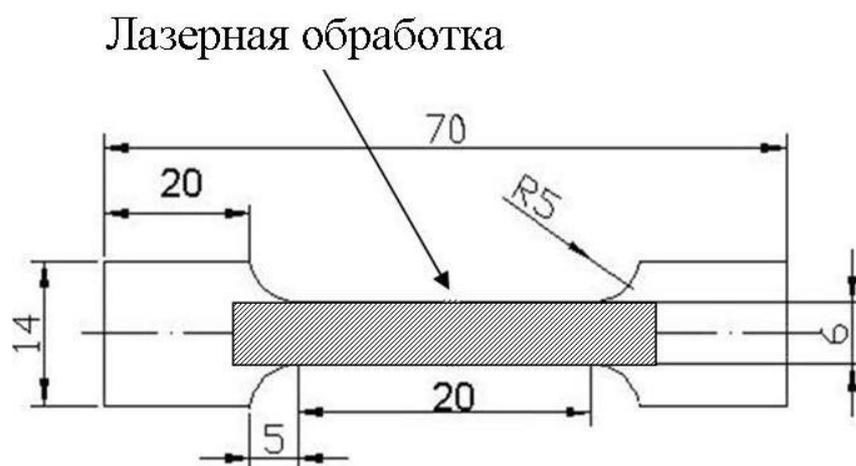
2.3 Подготовка экспериментальных образцов

На установке электроэрозионной резки отрезали СЛМ образцы от подложки и разрезали слитки экспериментальных сплавов на пластины толщиной 1,5-2 мм для обработки их поверхности лазерным излучением. Также, с помощью этой установки производили вырезку сваренных встык экспериментальных образцов с формой и размерами, указанными на рисунке 2.1. Сварной шов располагался в центре рабочей части образца.

Для сварки встык с разными присадочными материалами слиток сплава 1545К толщиной 10 мм прокатывали при комнатной температуре на двухвалковом лабораторном прокатном стане до толщины 5мм при комнатной температуре, после чего проводили смягчающий отжиг при температуре 250 °С 1 час, после чего прокатывали до толщины 1 мм. Суммарная степень обжатия при прокатке составила 90 %.



а



б

Рисунок 2.3 – Схема образцов сваренных встык (а) и с лазерной обработкой рабочей части (б) для проведения испытаний на одноосное растяжение (размеры указаны в мм)

Перед сваркой и обработкой лазерным излучением кромки и поверхность образцов зачищали с помощью наждачной бумаги со средним размером абразива, после чего производили обработку 10 %-ным водным раствором NaOH и 15 %-ным водным раствором HNO₃. После удаления оксидной пленки и осветления поверхности производили промывку в проточной воде и сушку для удаления влаги в лабораторном сушильном шкафу при температуре 100 °С 15 минут.

2.4 Сварка и лазерное плавление

Сварку и лазерное плавление (ЛП) поверхности пластин экспериментальных сплавов в литом состоянии проводили с разной мощностью излучения на установке МУЛ-1-М-200, оснащенной Nd:YAG лазером импульсно-периодического действия с длиной волны излучения 1064 нм. Фокусное расстояние составляло 10 см. В качестве защитного газа использовали аргон высокой чистоты, подаваемый в зону обработки под давлением 0,6 МПа. Обрабатываемые образцы помещали в тиски, неподвижно закрепленные на столике. Для выравнивания поверхности образцов относительно линии действия лазера использовали лабораторный уровень.

2.5 Микроструктурные исследования

Микроструктуру образцов после ЛП и СЛП изучали в продольном и поперечном направлениях с помощью светового микроскопа Neophot-30, сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA LMH с катодом LaB₆ в режиме отраженных электронов. Тонкую структуру изучали в исходном и термообработанном состояниях с помощью

просвечивающего электронного микроскопа JSM 2000-EX и JEOL 2100. Шлифовку и полировку поверхности образцов проводили на установке Struers-Laborpol-5. Для этого образцы запрессовывали в полистироловый полимер. Порошки экспериментальных сплавов, которые использовали для получения образцов методами аддитивного производства, заливали эпоксидной смолой в смеси с графитовым порошком (состав смеси 1:3). Шлифовку производили с применением наждачной бумаги с разным размером абразива (180, 360, 800, 1200, 2400 и 4000). Полировку проводили на водно-спиртовой суспензии SiO_2 . Полированную поверхность дополнительно подвергали анодной полировке в 30%-ном спиртовом растворе HClO_4 (температура электролита была не выше 7°C) при напряжении 20-25 В для изучения структуры в сканирующем электронном микроскопе и методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD); травили раствором Келлера 5-10 секунд при комнатной температуре с целью выявления эвтектики и избыточных фаз, для изучения микроструктуры в световом микроскопе; проводили анодное окисление в 10%-ном водном растворе H_3BO_3 и HF (температура электролита не превышала 5°) при напряжении 16-19 В для изучения зеренной структуры в поляризованном свете. Для просвечивающего электронного микроскопа вырезали образцы диаметром 3 мм и толщиной 0,2 мм. Утонение производили на установке Struers TenuPol-5 с использованием 30%-ного спиртового раствора HClO_4 в смеси с бутоксиэтанолом и дистиллированной водой при напряжении 20-22 В. Температура электролита колебалась от $-1,5$ до 2°C . После утонения фольги промывали в дистиллированной воде и спирте. Дополнительно проводили очистку от загрязнений и пленок с помощью установки ионного травления PIPS 691.

Средний размер зерна определяли методом случайных секущих (ГОСТ 5639-82). Для этого на каждом изображении микроструктуры проводили не менее пяти секущих, на каждой из которых подсчитывали количество зерен, которые пересекают данные секущие.

2.6 Термическая обработка

Термическую обработку образцов проводили в лабораторной электрической печи "Nabertherm" с температурной погрешностью (± 2) $^\circ\text{C}$. СЛП образцы и образцы после ЛП сплавов систем Al-Mg и Al-Mg-Mn подвергали гетерогенизационному отжигу при температуре 370°C 6 часов. Образцы после ЛП сплавов системы Al-Zn-Mg подвергали отжигу при температуре 470°C 3 часа, закалке в воду и двухступенчатому искусственному старению при температуре 100°C 10 часов и 175°C 3 часа. Образцы после ЛП сплавов системы Al-Cu-Mg подвергали гомогенизационному отжигу при температуре 490, 495, 500, 505 $^\circ\text{C}$ в течение 60, 120, 180, 360 и 480 минут, закалке в воду и

искусственному старению при температурах 100, 150, 170, 200°C в течение 60, 120, 180, 360 и 480 минут. Образцы сплавов системы Al-Fe-Ni подвергали отжигу при температуре 100, 200, 250, 300, 350, 400 и 500 °C в течение 1, 2, 3, 4, 6, 8, 16 и 20 часов.

2.7 Рентгенофазовый анализ

Фазовый состав экспериментальных сплавов определяли по рентгенограммам. Съёмку образцов проводили на дифрактометре AXS Bruker с использованием характеристического излучения меди ($\lambda = 0,154051$ нм) в режиме пошаговой съёмки, с шагом $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$ и временем экспозиции в каждой точке 4 с. Ускоряющее напряжение составляло 30 кВ, ток был равен 25 мА.

Для расчета параметра решетки алюминиевого твердого раствора использовали параметры профилей двух линий алюминиевого твердого раствора (222). Съёмку дифрактограмм производили в интервале углов $2\theta = 81-84^\circ$. В качестве меры уширения линий в расчетах использовали полуширину дифракционных линий.

2.8 Температурные измерения

Температуру разогрева основного металла ПЛН и ЛП образцов определяли хромель-алюмелевой термопарой с помощью аналого-цифрового преобразователя (АЦП) при частоте 5кГц. Перед закреплением термопары производили разметку расположения будущих треков на поверхности ЛП образцов и будущих наплавки ПЛН образцов. В центре каждого предполагаемого трека/наплавки с обратной стороны была нанесена сетка отверстий диаметром 3 мм с помощью сверла. Термопару помещали в отверстие и закрепляли с помощью клейкой термостойкой ленты. Для уменьшения контактного сопротивления зазор между образцом и термопарой заполняли теплопроводной кремнийорганической пастой. Схема крепления термопары приведена на рисунке 2.4.

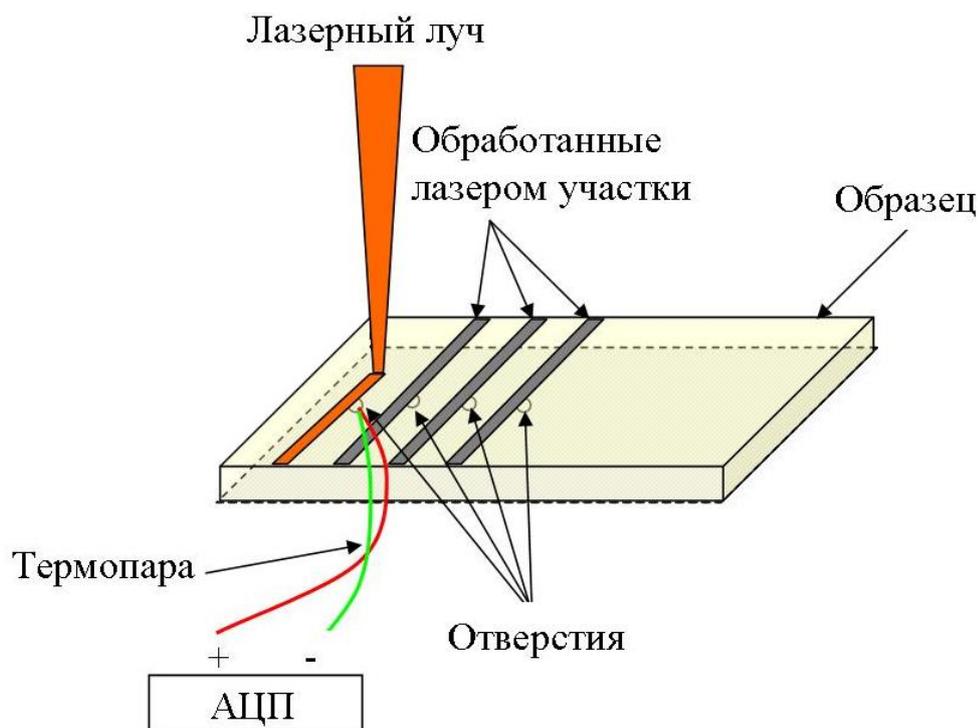


Рисунок 2.4 – Схема закрепления термопары при ПЛН порошка

2.9 Измерение микротвердости

Микротвердость измеряли на предварительно отполированных и травленых раствором Келлера образцах методом Виккерса с помощью микротвердомера Wolpert при нагрузке 500 г и выдержке 10 сек. Количество отпечатков на один образец было равно 10. Для каждого образца вычисляли среднее значение микротвердости. Величину доверительного интервала определяли средним значением \bar{x} , средним квадратичным отклонением S и критерием Стьюдента t , который зависит от выбранной доверительной вероятности α (в расчетах эту величину принимали равной 0,95) и числа измерений n (число степеней свободы k равным $n-1$).

2.10 Испытания на растяжение

Механические свойства определяли на плоских образцах толщиной 1 мм стандартным методом испытаний на одноосное растяжение по ГОСТ 1497-84. Схема образцов приведена на рисунке 2.3. Испытания проводили на образцах в исходном и термообработанном состояниях на универсальной испытательной машине Zwick 250. Скорость испытания была равна 4мм/мин. Показатель прочности сварного соединения рассчитывали как отношение предела прочности шва к пределу прочности основного металла в том же состоянии. Пригодным к эксплуатации считается сварной шов с показателем прочности не ниже 0,8 (ГОСТ 6996).

2.11 Коррозионные испытания

На ЛП образцах экспериментальных сплавов проводили коррозионные испытания 2 видов: имитация воздействия морского климата при периодическом или постоянном контакте с морской водой (ГОСТ 9.913-90) и испытания на межкристаллитную коррозию (ГОСТ 9.021-74). Для первого вида испытаний ЛП образцы размером 10×10×2 мм. Перед проведением испытаний все образцы взвешивали на аналитических весах Vibra с погрешностью 0,001 г. Образцы погружали в водный раствор, содержащий 3% хлористого натрия и 0,1% перекиси водорода на 20 суток. После выдержки образцы промывали в азотной кислоте для удаления продуктов коррозии. Оценку результатов испытаний проводили по глубине и количеству коррозионных поражений с помощью сканирующего электронного микроскопа. Для этого из образцов готовили шлифы в направлении перпендикулярном лазерной обработке. Также оценивали изменение массы образцов. Для этого их взвешивали повторно после испытаний. Потерю массы (Δm), г/м² вычисляли по формуле:

$$\Delta m = \frac{m_0 - m_1}{S} \quad (1)$$

где m_0 – масса образца до испытаний, г;

m_1 – масса образца после испытаний, г;

S – площадь поверхности образца, м².

Для второго вида испытаний образцы тех же размеров что и для первого вида испытаний погружали в водный раствор, содержащий 3% хлористого натрия и 1% соляной кислоты. Продолжительность испытаний составляла 24 и 48 часов. Оценку результатов испытаний проводили металлографическим методом на сканирующем электронном микроскопе, фиксируя характер коррозии, максимальное значение глубины межкристаллитной коррозии в микронах и расположение коррозии по краю шлифа.

2.12 Расчет предела текучести с учетом эвтектических включений.

Расчет предела текучести для сплавов, основной структурной составляющей которых являются эвтектические фазы, проводили как расчет напряжения Орована (напряжения, необходимого для реализации механизма образования дислокационных петель вокруг эвтектических включений) по формуле (2) [143]:

$$\tau_p = \frac{0,81 \cdot G \cdot b}{2 \cdot \pi \cdot \sqrt{1 - \nu} \cdot (\lambda - m)} \ln\left(\frac{m}{r_0}\right), \quad (2)$$

где G – модуль сдвига, МПа,

b – вектор Бюргерса,

ν – коэффициент Пуансона,

m – средний диаметр включения,

λ – расстояние между центрами включений,

$r_0 \approx 1,5b$. Соответственно, $L = \lambda - m$ – расстояние между поверхностями включений.

Уравнение (2) применимо, если включения распределены в объеме однородно. В случае их распределения по границам дендритных ячеек условие однородности выполняется, если расстояние λ порядка или более поперечного размера ячейки d [143].

2.13 Дифференциальная сканирующая калориметрия

С целью определения температуры неравновесного солидуса сплавов 1545K и AA7020 с добавкой титана и бора с добавкой титана были проведены исследования методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на калориметре «Setaram Labsys» в атмосфере аргона. При испытаниях тигель с пробой экспериментальных сплавов располагался в одной измерительной ячейке, а во вторую помещали пустой тигель. Экспериментально измерялась временная зависимость разницы температур между ячейкой с образцом и ячейкой сравнения, для чего использовалась термопара S-типа (платина – платина-родий). Погрешность измерений составляла ± 1 °С. Исследования проводились в интервале температур 20 – 1000 °С при постоянной скорости нагрева, равной 1 °С/с.

ГЛАВА 3 АНАЛИЗ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ В ПРОЦЕССЕ ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Метод селективного лазерного плавления СЛП (Selective laser melting) является одним из методов аддитивного производства и благодаря уникальным его возможностям позволяет получать готовые к применению изделия сложной геометрической формы, изготавливать изделия с внутренними полостями и различными отверстиями из металлических порошков. Однако аддитивное производство связано с проблемами получения изделий высокой плотности, образования горячих трещин и возникновения больших термических напряжений, анизотропии свойств и текстуры в изделиях.

Как отмечалось выше, основной проблемой СЛП является высокая неоднородность структуры, что связано с неравномерным разогревом, разной скоростью кристаллизации ванны расплава и температурным градиентом. Анализ структуры в образцах, полученных методами СЛП крайне сложная задача, т.к. условия кристаллизации меняются от слоя к слою. Кроме того, получение опытных образцов методами СЛП является дорогостоящей процедурой, требующей изготовления большого количества порошка, отвечающего всем требованиям по размеру, химическому составу и др. Поэтому актуальной задачей является разработка методики, которая позволит оценивать структурообразование в сплавах на основе алюминия в условиях быстрого охлаждения с минимальными затратами времени и материала.

Целью данного раздела является проведение металловедческих исследований формирования разных типов структур в условиях кристаллизации близких к процессам, происходящим при селективном лазерном плавлении; выявление закономерностей образования и роста отдельных структурных составляющих в условиях наличия эпитаксиального слоя и направленного теплоотвода, а также сопоставление полученных результатов с материалами полученными методом СЛП.

3.1 Влияние температуры и теплоотвода на формирование структуры в сплавах на основе алюминия в условиях быстрого охлаждения

Основными характеристиками лазера непрерывного действия, как и импульсно-периодического, является плотность энергии излучения ψ . Для лазера непрерывного действия она зависит от мощности лазерного излучения, скорости и шага сканирования и глубины проплавленного металла (последние три характеристики влияют на объем расплавленного металла) и рассчитывается по формуле (1) [69]:

$$\psi = \frac{P}{u \cdot h \cdot d}, [\text{Джс} / \text{мм}^3] \quad (1)$$

где P – мощность лазера, Вт;

u – скорость сканирования, мм/с;

h – шаг сканирования, мм;

d – толщина слоя, мм.

Однако в отличие от непрерывного лазерное излучение импульсно-периодического действия имеет другие характеристики. К ним относятся напряжение лампы накачки, длительность, перекрытие, частота и форма отдельных импульсов. Первые две характеристики влияют на среднюю мощность одного импульса и генерируемого излучения. Средняя мощность излучения P_c представляет собой произведение мощности одного импульса (P_i), его длительности (τ_i) и частоты (f), которая является выражением количества импульсов в единицу времени:

$$P_c = P_i \cdot \tau_i \cdot f, [\text{Вт}] \quad (2)$$

Частота импульсов (f) связана со скоростью перемещения столика (v) и перекрытием импульсов (r):

$$f = \frac{v}{r}, [\text{Гц}] \quad (3)$$

Энергия импульсного излучения (E_c) вычисляется как произведение средней мощности излучения P_c и полного времени воздействия t :

$$E_c = P_c \cdot t, [\text{Джс}] \quad (4)$$

Тогда, плотность энергии импульсного излучения будет определяться по формуле:

$$\psi_c = \frac{E_c}{V}, [\text{Джс} / \text{мм}^3] \quad (5)$$

где V – объем расплавленного участка, мм³

При импульсной лазерной обработке объем расплавленного металла будет зависеть от ширины трека (b), длительности импульсов (τ), перекрытия между соседними импульсами (r) и глубины проплавления (h). С учетом формы ванны расплава выражение (5) для импульсного лазерного излучения примет вид:

$$\psi_c = \frac{P_i \cdot \tau_i}{b \cdot r \cdot 0,5h}, [\text{Дж} / \text{мм}^3] \quad (6)$$

Для исследования влияния мощности на микроструктуру образцов и расчета плотности энергии было проведено лазерное плавление (ЛП) поверхности сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc по схеме, приведенной на рисунке 3.1.1. На мощность генерируемого импульсного лазерного излучения влияет напряжение и длительность импульсов, поэтому варьирование мощности излучения осуществлялось за счет изменения этих параметров. Параметры ЛП приведены в таблице 3.1.1.

Таблица 3.1.1 – Параметры лазерной обработки сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc

№	Напряжение, В	Длительность, мс	Средняя мощность, Вт	Пиковая мощность, Вт	Объем, мм ³	Плотность энергии, Дж/мм ³
1	300	12	26,3	440	15	450
2	320		31,3	520	30	250
3	340		36,7	610	50	135
4	360		42,7	710	100	95
5	380		49,1	820	145	70
6	400		56,2	940	190	60
7	340	10	32,5	650	45	180
8		12	36,7	610	49	135
9		14	40,4	580	50	120
10		16	43,6	550	56	110
11		18	46,6	520	60	100
12		20	49,2	490	60	76

Форма отдельных импульсов, которая отвечает за распределение энергии в период воздействия одного импульса, в значительной степени оказывает влияние на склонность

сплавов к образованию горячих трещин [40,103-104], особенно для сплавов с широким интервалом кристаллизации системы Al-Mg. В работе [40] показано, что наиболее оптимальной является плавно-убывающая форма (рисунок 3.1.2). Поэтому при ЛП образцов использовали описанную форму импульса.

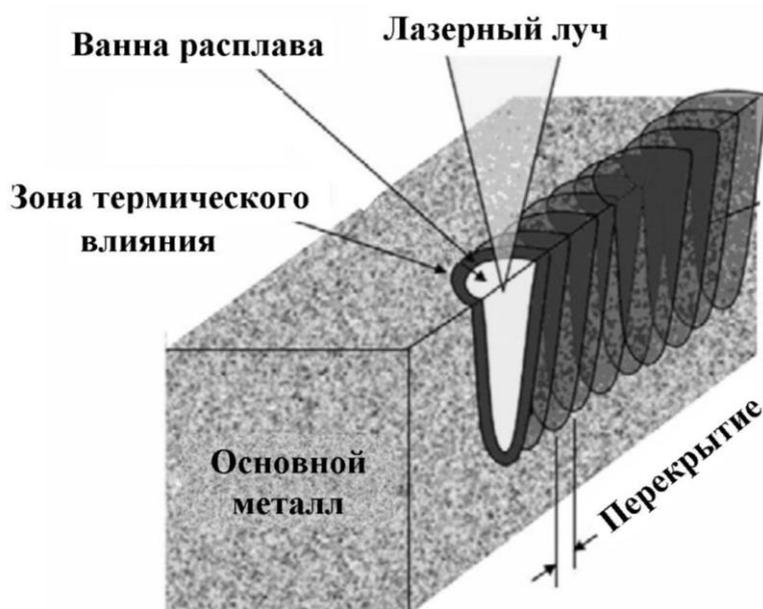


Рисунок 3.1.1 – Схема процесса импульсной лазерной обработки поверхности металла [105]

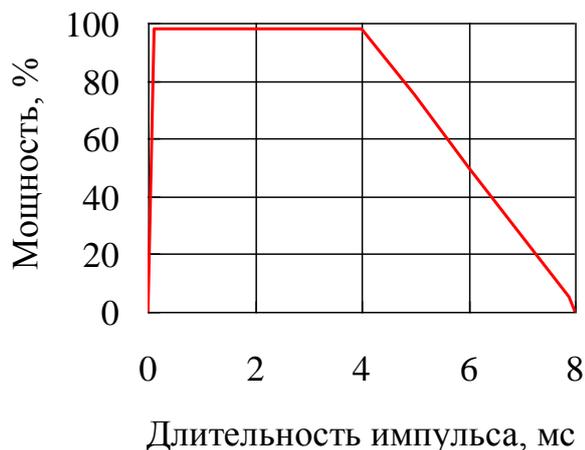


Рисунок 3.1.2 – Плавно-убывающая форма импульса лазерного излучения [40]

Из таблицы 3.1.1 видно, что повышение напряжения от 300 до 400 В приводит к большому увеличению мощности излучения и объему расплавленного металла. Тогда как увеличение длительности импульса от 10 до 20 мс дает не существенный прирост средней мощности и объема расплавленного металла. Анализ структуры ЛП образцов в

поперечном направлении показал, что с повышением напряжения и длительности импульсов объем расплавленного металла увеличивается за счет роста глубины проплавления при практически неизменной ширине (рисунок 3.1.3).

При ЛП обработке фиксировали разогрев соседних областей основного металла на расстоянии 2 мм от обрабатываемой области. Термопару закрепляли сбоку от места плавления (рисунок 3.1.4). Были получены зависимости температуры разогрева от мощности лазерного излучения при обработке экспериментальных образцов (рисунок 3.1.5).

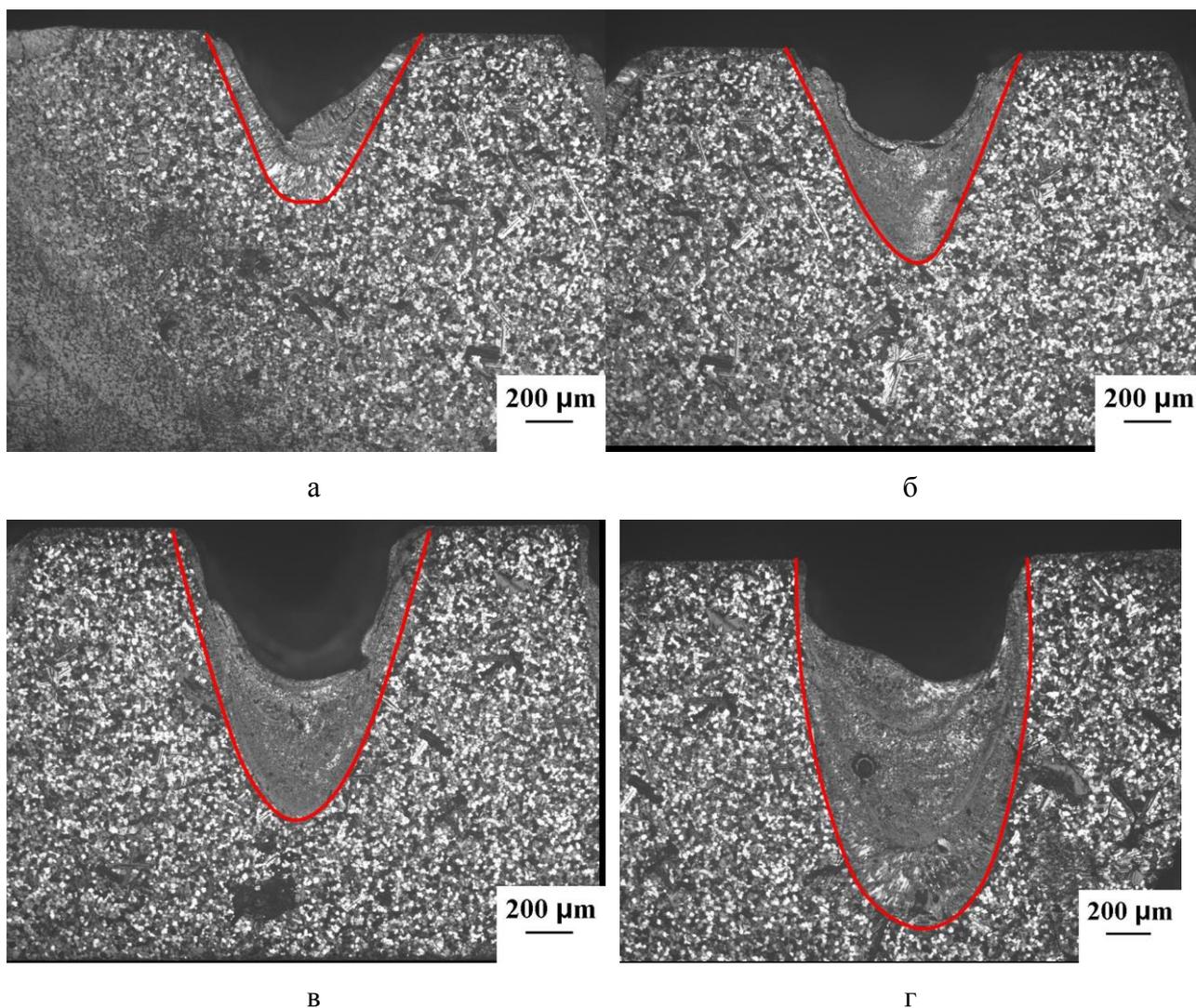


Рисунок 3.1.3 – Ширина и глубина типичных ЛП областей, полученных при (а) 36,7 Вт, (б) 42,7 Вт, (в) 49,1 Вт, (г) 56,2 Вт, в поперечном направлении (СМ)

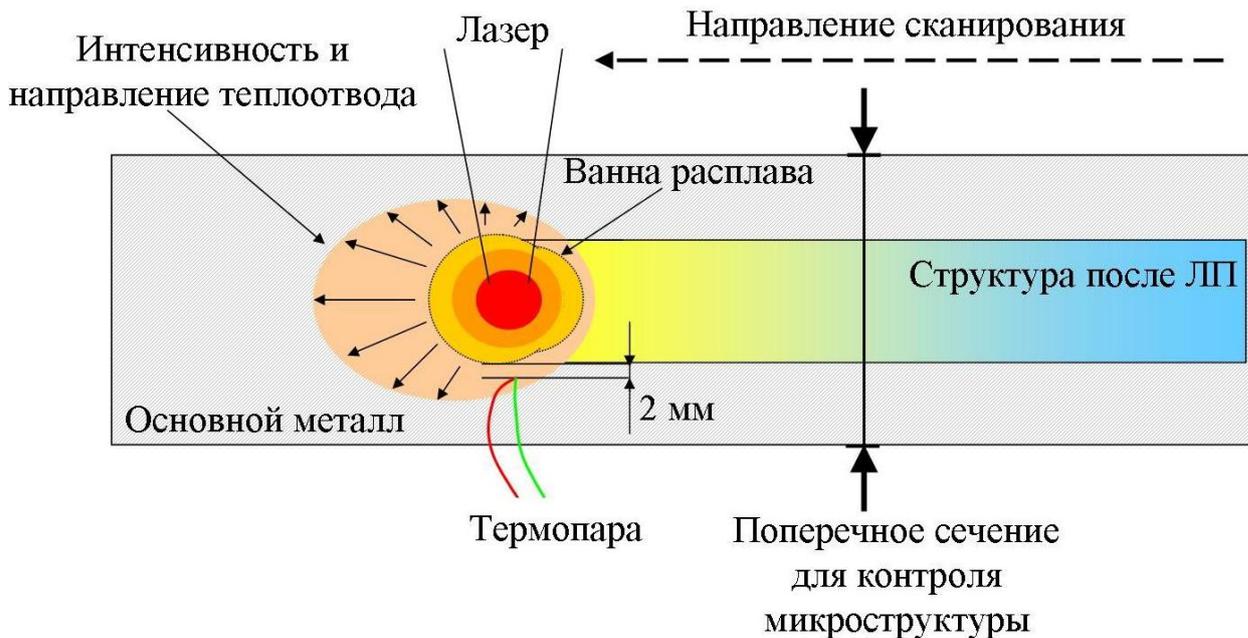


Рисунок 3.1.4 – Схема лазерного плавления поверхности сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc

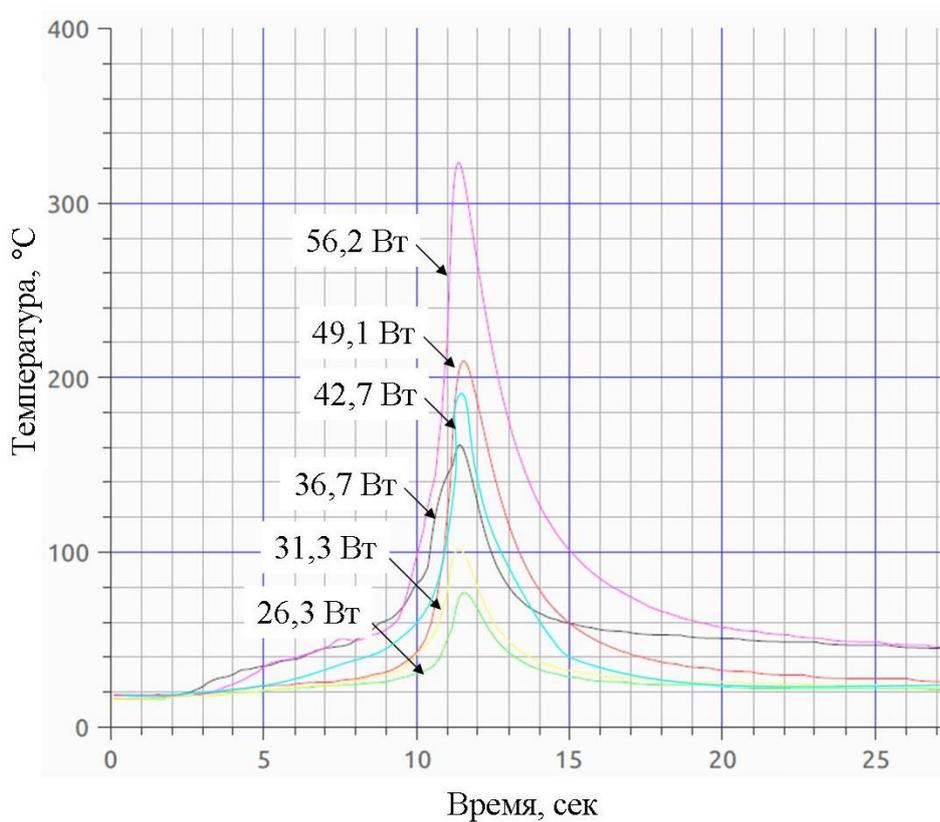


Рисунок 3.1.5 – Температура разогрева основного металла при ЛП сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc с разной мощностью излучения

С повышением мощности лазерного излучения от 26,3 до 56,2 Вт температура соседних участков основного металла увеличивается от 80 до 320 °С соответственно, что влияет на условия кристаллизации ванны расплава.

В структуре образцов после ЛП, полученных в диапазоне мощностей 26,3-40 Вт, в поперечном направлении определены два типа зерен: столбчатые и равноосные (рисунок 3.1.6). Структура полностью симметрична относительно центра, что указывает на одинаковый теплоотвод по бокам и одинаковые условия кристаллизации в этих зонах. На границе с основным металлом, где образовались столбчатые кристаллы, количество зародышей твердой фазы увеличивается с увеличением переохлаждения, т.к. максимальное изменение энергии зародышеобразования Гиббса ΔG_{\max} уменьшается обратно пропорционально квадрату переохлаждения ΔT^2 . Первоначально кристаллы растут вдоль твердой границы основного металла, поскольку температура жидкости наиболее низкая именно в этом месте, где переохлаждение максимально. При минимальной мощности лазерного излучения 26,3 Вт глубина проплавления минимальна и составляет 150 мкм. Структура преимущественно состоит из равноосных и слегка вытянутых кристаллов средним размером $10,7 \pm 0,8$ мкм (рисунок 3.1.6а). Столбчатые кристаллы не образуются из-за малой глубины проплавления и соответственно малой поверхности теплообмена; и конвекции, которая может приводить к интенсивному перемешиванию расплава и отрыву кристаллов от подложки. С повышением мощности до 31,3 Вт глубина проплавления увеличивается до 0,5 мм, ширина до 1 мм, в структуре при этом появляются столбчатые кристаллы (рисунок 3.1.6 б). Направление столбчатых кристаллов перпендикулярно границе расплавленной области (рисунок 3.1.6 б,в), что указывает на интенсивный направленный теплоотвод от границы расплав/основной металл. Средняя ширина столбчатых кристаллов равна $5,0 \pm 0,9$ мкм. С ростом столбчатых кристаллов вглубь расплава температурный градиент постепенно уменьшается. Последняя жидкость кристаллизуется в верхней части ванны и имеет структуру, состоящую из мелких равноосных кристаллов. Появление этой зоны может быть связано с уменьшением скорости охлаждения в результате повышения температуры окружающего металла. Эксперимент показал, что после лазерного плавления основной металл испытывает разогрев от комнатной температуры до 105 °С за 11,5 сек. Повышение мощности от 31,3 до 40,4 Вт также приводит к увеличению глубины и ширины проплавления. В структуре этих образцов зона столбчатых кристаллов резко сокращается (рисунок 3.1.6. в-д), а зона мелких равноосных кристаллов – увеличивается. Средний размер равноосных кристаллов равен $3,0 \pm 0,2$ мкм. Вероятно, температурный градиент уменьшается с увеличением мощности лазерного излучения, что связано с большим разогревом основного металла.

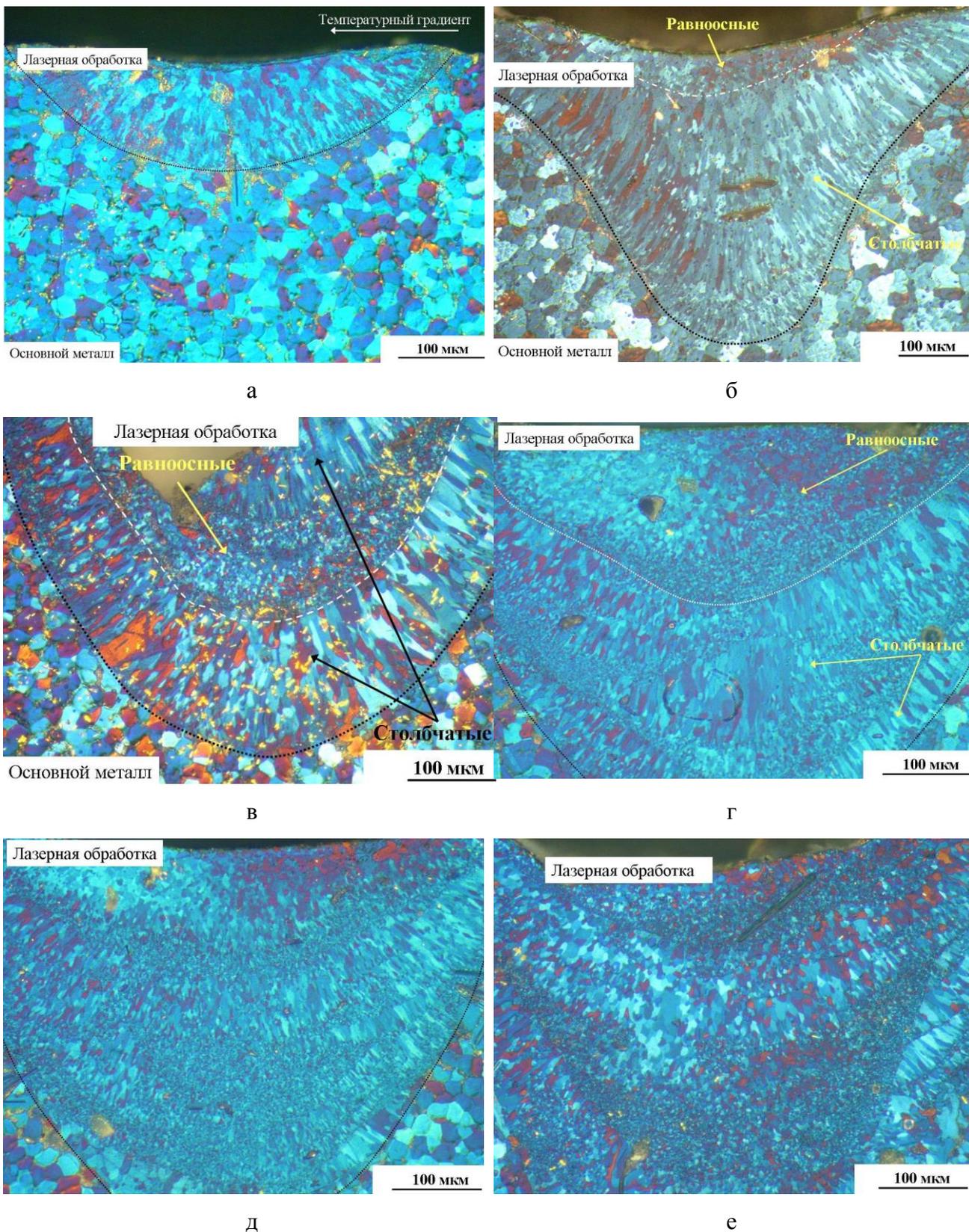


Рисунок 3.1.6 - Структура треков, полученных при мощностях (а) 26,3 Вт, (б) 29,5 Вт, (в) 31,3 Вт, (г) 32,5Вт, (д) 36,7 Вт, (е) 40,4Вт в поперечном направлении (СМ)

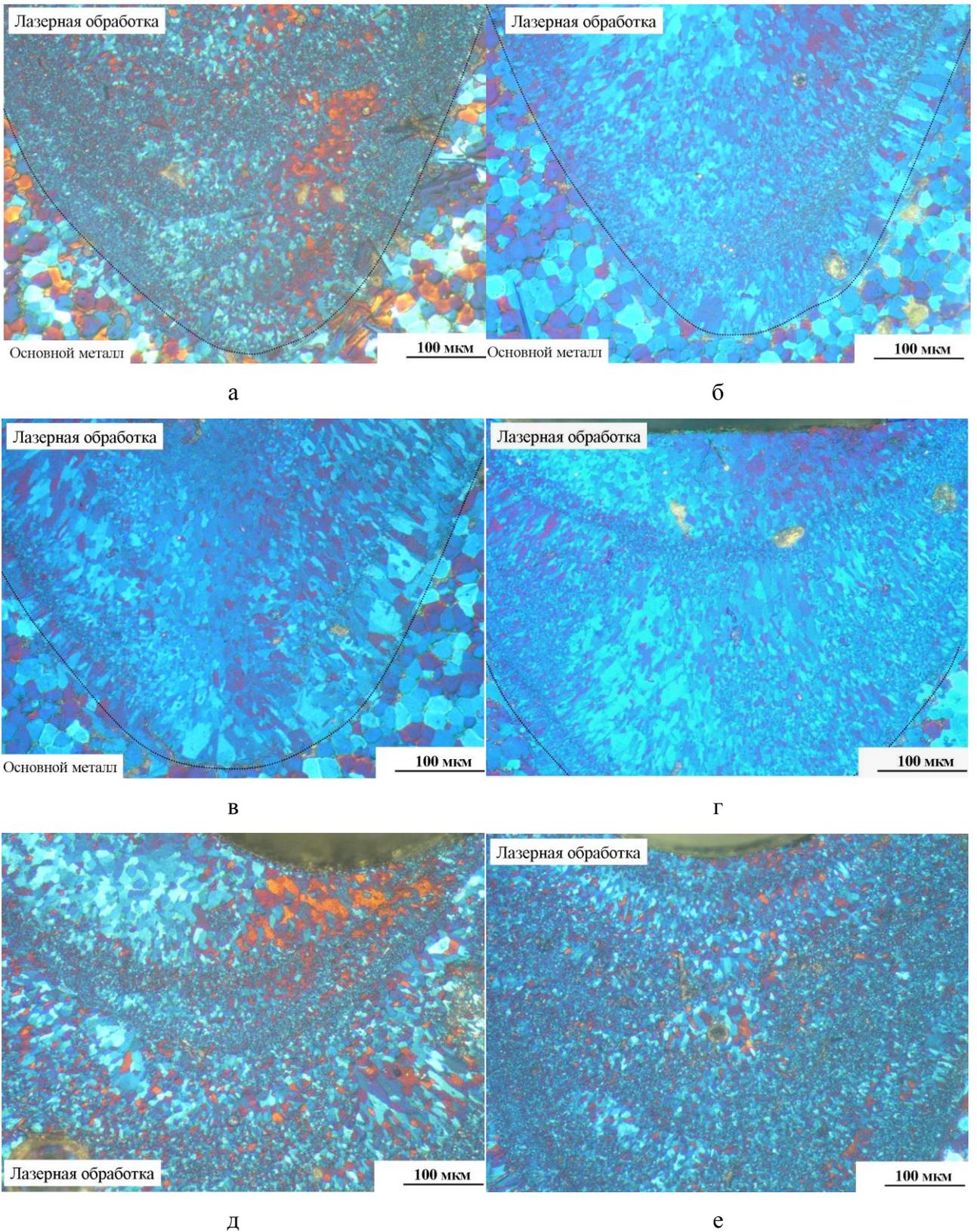


Рисунок 3.1.7 - Структура треков, полученных при мощностях (г) 42,7 Вт, (д) 49,1 Вт, (е) 56,2 Вт, (г) 43,6 Вт, (д) 46,6 Вт, (е) 49,2 Вт, в поперечном направлении (СМ)

С повышением мощности от 40,4 до 56,2 Вт температура основного металла повышается до 190 – 320 °С и в структуре трека наблюдаются значительные изменения:

полностью исчезает зона столбчатых кристаллов, и весь объем трека занят мелкими равноосными зернами размером не более 4,2 мкм (рисунок 3.1.7). Формирование такой структуры связано со значительными изменениями условий кристаллизации, что обусловлено более сильным разогревом соседних областей основного металла (рисунок 3.1.5) и уменьшением температурного градиента при кристаллизации ванны расплава. По формуле (7) была рассчитана скорость охлаждения расплава в интервале кристаллизации.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = k \cdot (T_s - T) \quad (7)$$

где T – температура ванны расплава, °С;

T_s – температура основного металла, °С;

k – коэффициент пропорциональности, с⁻¹;

t – время, с.

Повышение температуры основного металла от 80 до 320 °С приводит к снижению скорости охлаждения ванны расплава в интервале кристаллизации от v_1 660 °С/с до v_2 480 °С/с (рисунок 3.1.8).

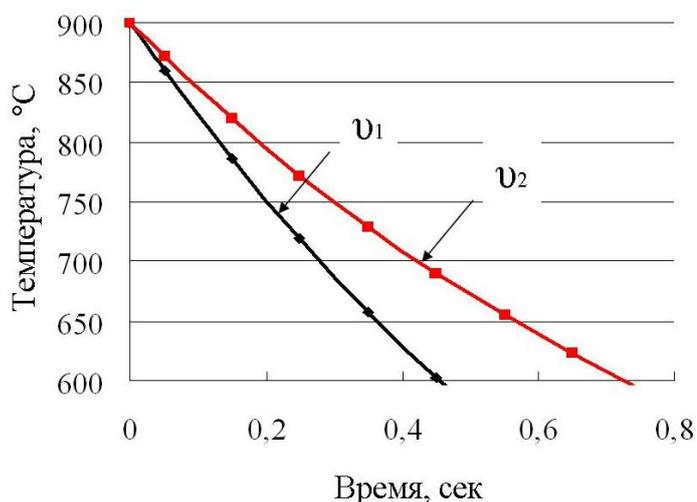


Рисунок 3.1.8 – Изменение скорости охлаждения в интервале кристаллизации при разной температуре разогрева основного металла при ЛП

Как видно, больший разогрев основного металла приводит к снижению скорости теплоотвода при затвердевании и, соответственно, к снижению скорости кристаллизации, что формирует условия для зарождения равноосных зерен и подавлению роста столбчатых кристаллов.

3.2 Влияния температуры на формирование структуры в слоях

Рассмотренные условия структурообразования сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5% являются частными случаями. В реальном процессе СЛП условия кристаллизации меняются при наплавке слоев из-за постепенного разогрева всего образца. Для воспроизведения условий формирования структуры в одном слое при СЛП провели ЛП поверхности сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc при малой мощности лазерного излучения равной 31,3 Вт. Площадь плавления составляла 100 мм^2 (27 треков с перекрытием 0,4 мм). При такой мощности ЛП структура одного трека (как показано выше) состоит из столбчатых и равноосных кристаллов. Во время ЛП производили подогрев основного металла до температур 75, 130 и 175 °С для изменения скорости охлаждения ванны расплава и далее фиксировали изменение температуры с помощью термопары, закрепленной на расстоянии 5 мм от обрабатываемой области. На рисунке 3.2.1 видно, что в начальный момент времени до ЛП на графиках есть площадка, которая соответствует начальной температуре основного металла. Когда начинает действовать лазер, температура основного металла постепенно повышается. Таким образом, структура первого и последнего трека будет получена при разных скоростях охлаждения, а условия кристаллизации будут характеризоваться разным температурным градиентом. Температура основного металла $T_{\text{ом}}$ всегда будет меньше вначале процесса и больше в конце.

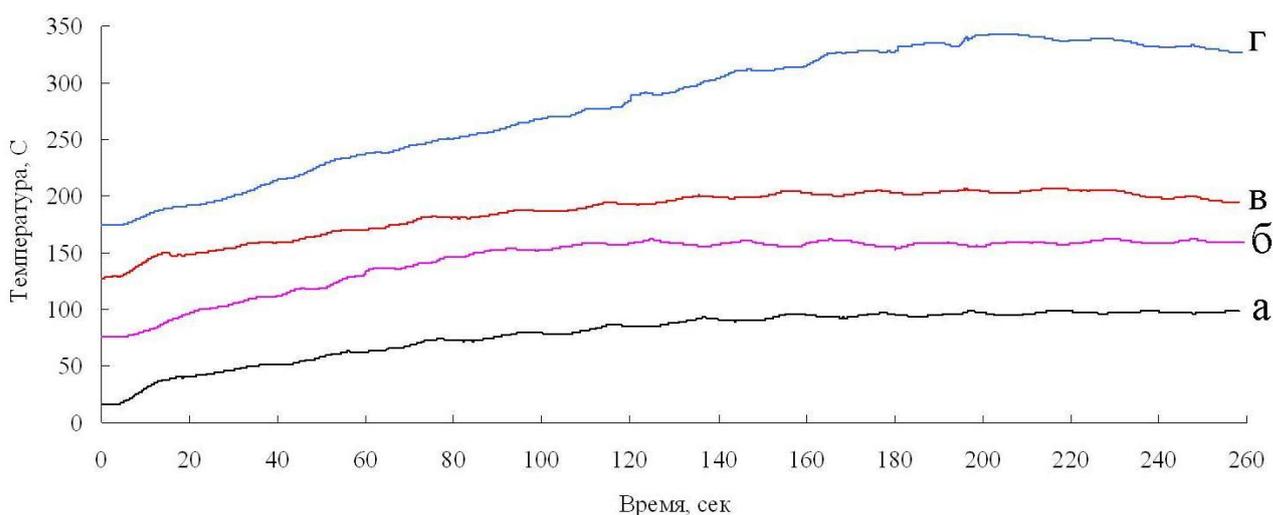


Рисунок 3.2.1 – Зависимость температуры основного металла от времени ЛП при начальной температуре (а) $T_{\text{н}}=25 \text{ °С}$, (б) $T_{\text{н}}=75 \text{ °С}$, (в) $T_{\text{н}}=130 \text{ °С}$, (г) $T_{\text{н}}=175 \text{ °С}$.

Рассмотрим случай (а). На рисунке 3.2.2 приведены микроструктуры разных треков сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП в продольном относительно траектории перемещения лазера направлении. Для каждого из приведенных рисунков отмечена температура основного металла. Видно, что структура первых треков была сформирована в условиях сильного переохлаждения расплава, а структура последних – при меньшем переохлаждении. $T_{ом}$ в процессе ЛП повышалась от 19 до 100 °С. Однако, несмотря на температурные различия микроструктура первых, центральных и последних треков мало различается. Как было показано выше, при такой температуре основного металла степень переохлаждения расплава высокая, поэтому в структуре формируется зона столбчатых кристаллов.

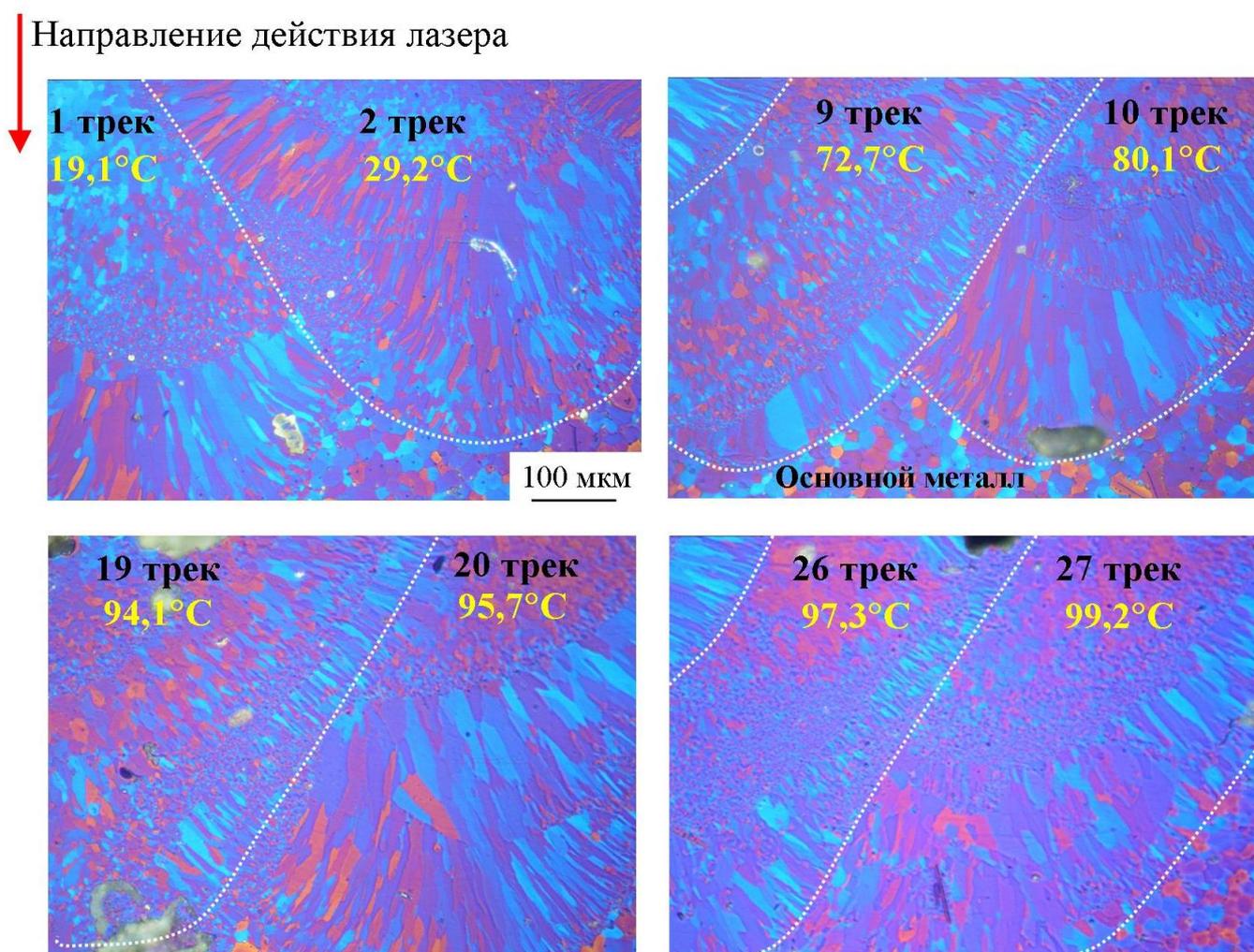


Рисунок 3.2.2 – Микроструктура сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП без подогрева подложки (режим а) (СМ)

Рассмотрим случай (б), когда производили подогрев основного металла до 75 °С. При наплавке первых треков температура основного металла повышалась от 76 до 103 °С,

т.е. температурный диапазон такой же как и в первом случае ЛП без подогрева. Микроструктура полученных треков состоит из двух типов кристаллов: столбчатых и равноосных. Микроструктура центральных и последних треков была сформирована при $T_{\text{ом}} \sim 160^\circ\text{C}$ и как видно, она отличается от первых: зона столбчатых кристаллов сокращается, зона мелких равноосных – увеличивается (рисунок 3.2.3).

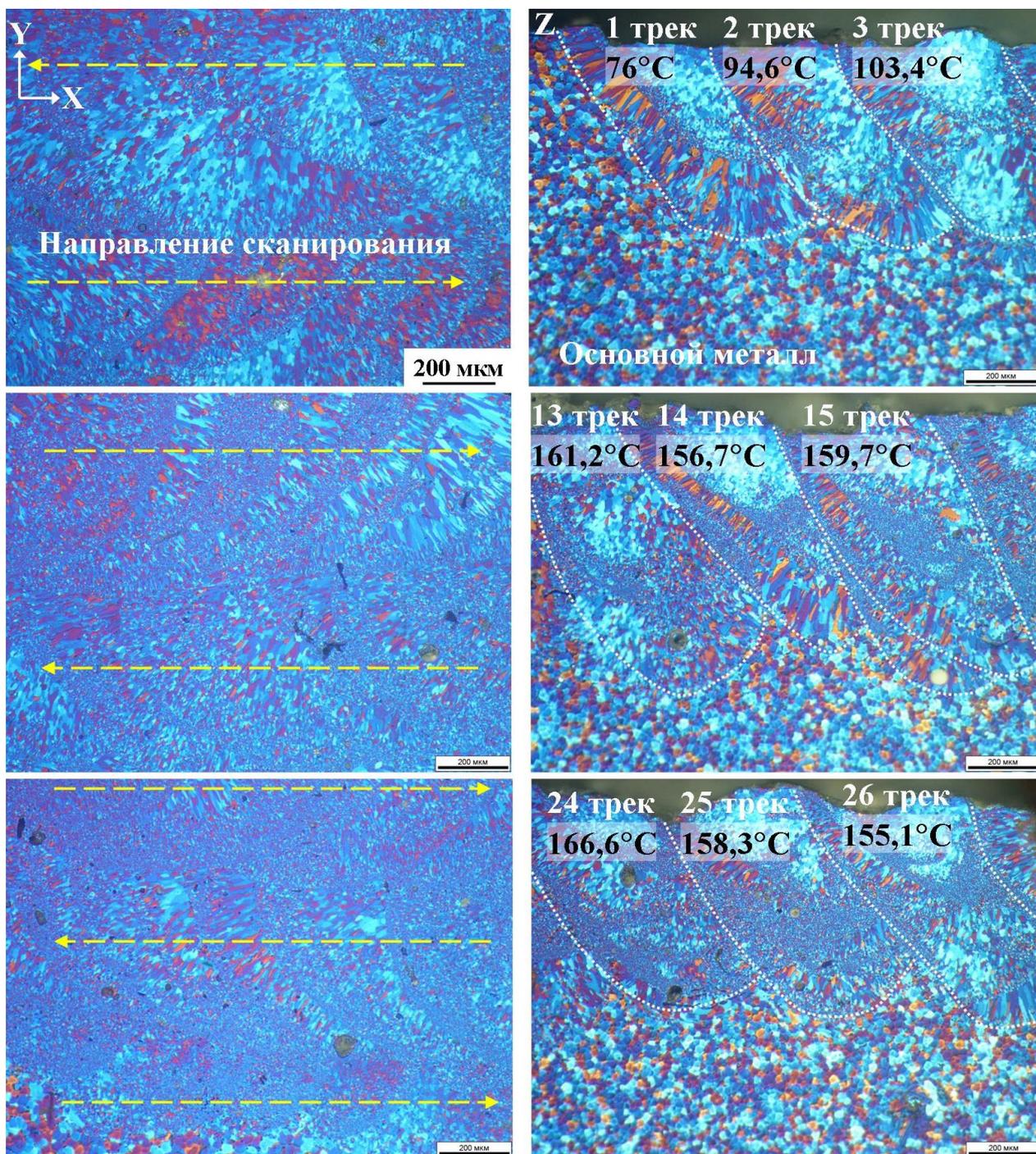


Рисунок 3.2.3 – Микроструктура сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП с подогревом подложки (режим б) в продольном и поперечном направлениях (СМ)

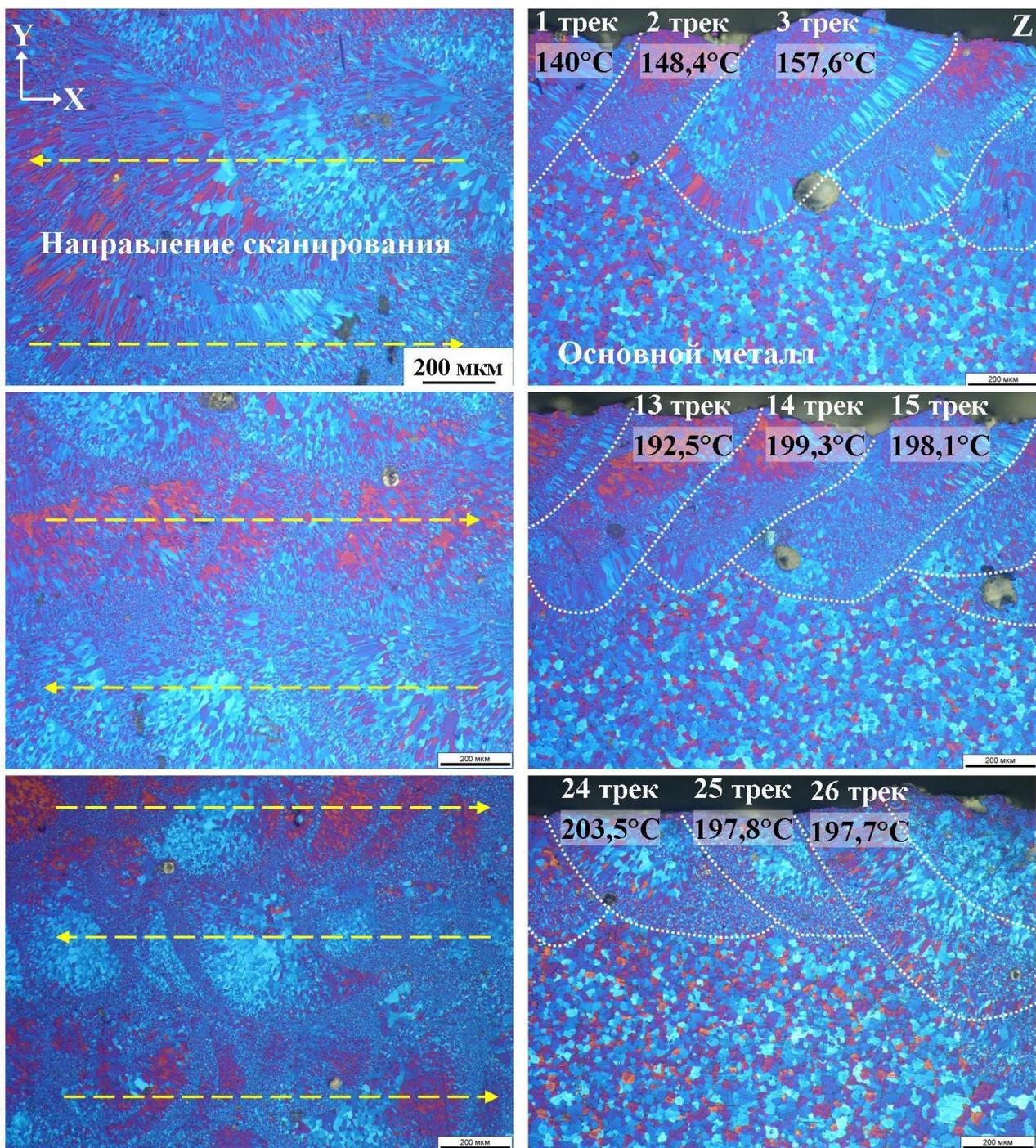


Рисунок 3.2.4 – Микроструктура сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП с подогревом подложки (режим в) в продольном и поперечном направлениях (СМ)

В третьем случае (в) $T_{ом}$ менялась в диапазоне от 140 до 200 °С. Как отмечалось выше пороговой температурой, оказывающей существенное влияние на изменение условий кристаллизации сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc является значение 190 °С. Как видно на рисунке 3.2.4 при сравнении структуры первых и последних треков с повышением температуры зона столбчатых кристаллов исчезает и весь объем занят мелкими равноосными кристаллами.

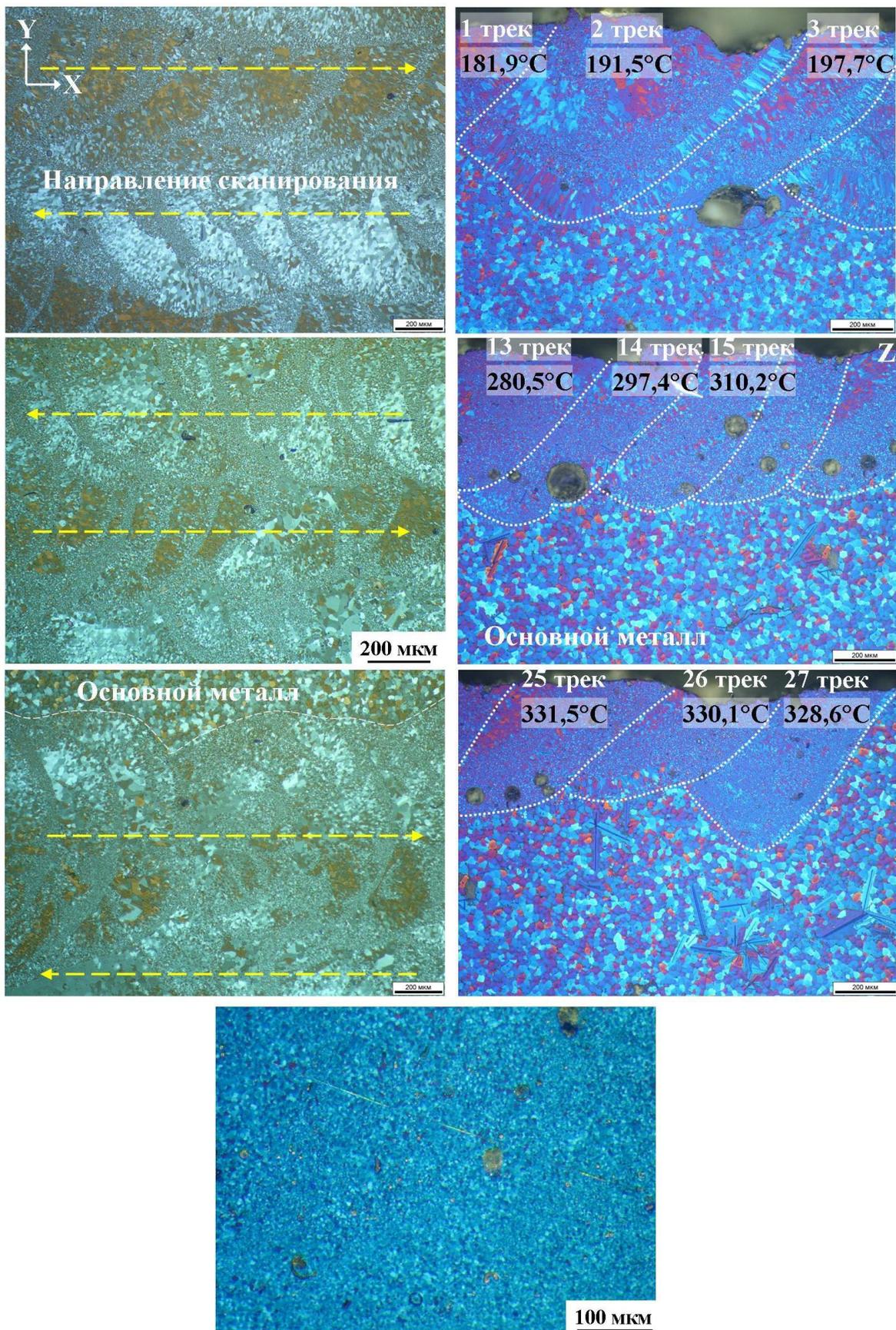
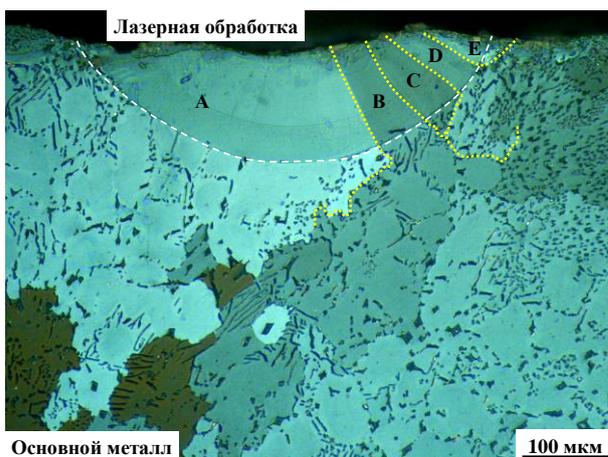


Рисунок 3.2.5 – Микроструктура сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП с подогревом подложки (режим г) в продольном и поперечном направлениях (СМ)

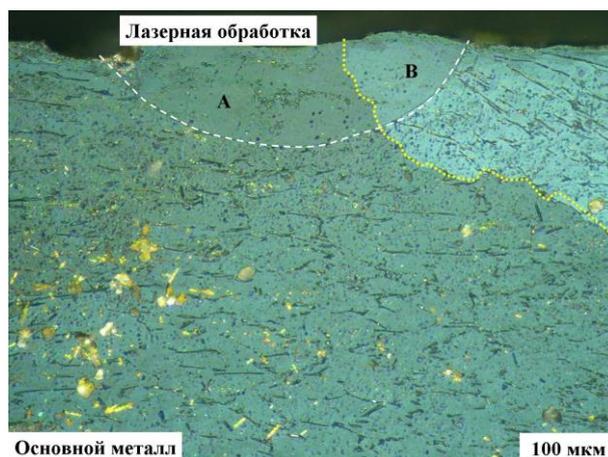
В четвертом случае (г) температура основного металла существенно превышала пороговое значение при ЛП центральных и последних треков. При подогреве основного металла до $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ структура треков однородная со средним размером кристаллов $4,7\pm 0,3\text{ мкм}$ (рисунок 3.2.5).

3.3 Формирование структуры в сплавах на основе алюминия в условиях эпитаксиального роста

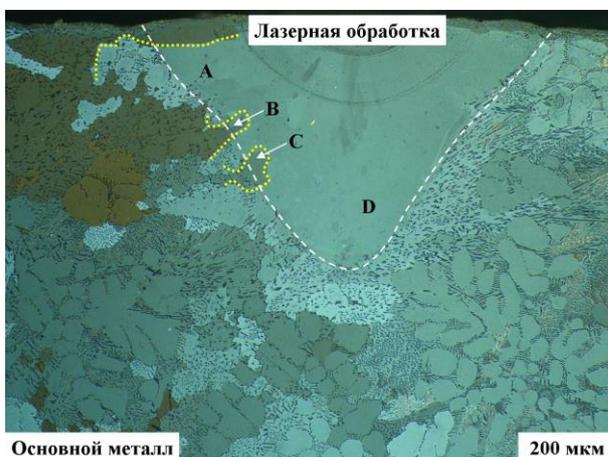
С целью установить наследуемость структуры в процессе кристаллизации расплава на подложке из материала того же состава выбраны образцы с исходным размером зерна более 500 мкм . Лазерное плавление поверхности образцов проводили с разной мощностью лазерного излучения: $26,3$; $36,1$ и $42,7\text{ Вт}$. Для исключения влияния других факторов лазерную обработку проводили в один трек. Контроль микроструктуры осуществляли в поперечном сечении по отношению к направлению перемещения лазера. На рисунке 3.3.1 приведены типичные микроструктуры после ЛП.



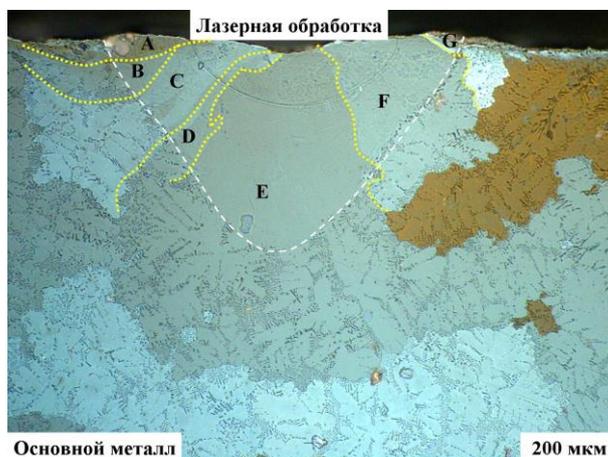
а



б



в



г



д

Рисунок 3.3.1 - Типичная микроструктура сплава Al-1%Fe-1%Mn и Al-1%Fe-1%Cr после лазерного плавления мощностью (а,б) 26,3 Вт; (в,г) 36,1Вт и (д) 42,7 Вт (СМ)

При малой мощности 26,3 Вт ширина и глубина проплавления небольшая и составляет 450 и 150 мкм соответственно. Размеры ванны расплава меньше размера зерна обрабатываемых материалов, поэтому в таких условиях происходит расплавление только небольших участков зерен. Ввиду того, что в твердом и жидком состоянии сосуществует один и тот же состав сплава, возникающая межфазная энергия будет минимальной. При кристаллизации атомы из расплава легко оседают на готовой твердой подложке и располагаются таким образом, что сохраняется кристаллографическая ориентировка тех зерен, которые служили подложкой. Об этом свидетельствует одинаковая окраска зерен в основном металле и обработанной области. Однако форма частично расплавленных зерен меняется: в обработанной области они растут вдоль направления теплоотвода перпендикулярно границе с основным металлом (рисунок 3.3.1 а,б). С повышением мощности ЛП до 36,1 Вт глубина плавления увеличивается в 4 раза при практически неизменной ширине. В структуре этих образцов зерна в обработанной области также наследуют кристаллографическую ориентировку и растут вдоль направления теплоотвода (рисунок 3.3.1 в,г). После ЛП при мощности 42,7 Вт в структуре обработанной области появляется центральная область, состоящая из более мелких кристаллов. Причем форма этих зерен различна: в области у основания кристаллы имеют преимущественно вытянутую вдоль направления теплоотвода форму, в центральной и верхней части кристаллы имеют форму близкую к равноосной. Средний размер зерна в новой зоне значительно меньше и равен 58 мкм. Формирование зоны, содержащей более мелкие зерна, может быть связано с самостоятельным независимым зарождением твердых фаз от

граничного с основным металлом слоя. Более мелкий размер связан с высокой скоростью охлаждения расплава (рисунок 3.3.1 д).

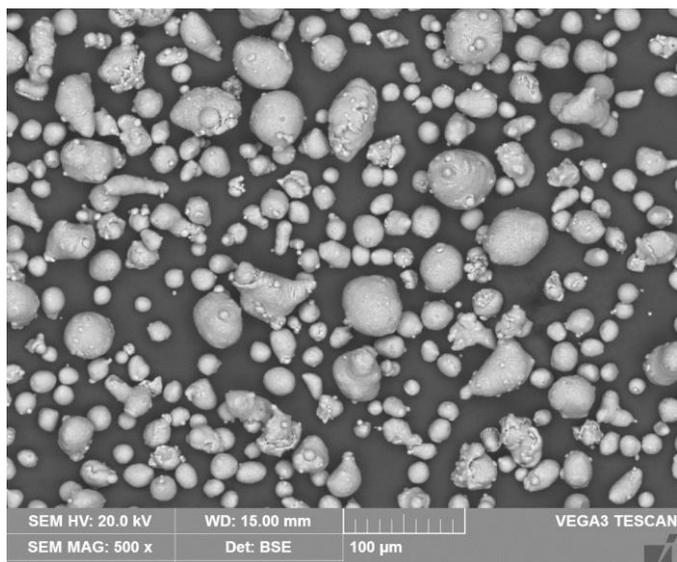
Таким образом, кристаллографическая ориентировка и размер зерен в эпитаксиальном слое непосредственно влияют на размер и ориентировку зерен в последующих слоях. Причем, как было показано, форма зерен не сохраняется: в условиях интенсивного отведения тепла во время кристаллизации зерна растут вдоль направления теплоотвода, приобретая более вытянутую по сравнению со структурой основного металла форму. С повышением мощности лазерного излучения интенсивность теплоотвода снижается, уменьшается температурный градиент на границе расплав/основной металл. Все это приводит к формированию условий для зарождения кристаллов не зависимо от эпитаксиального слоя, имеющих другую кристаллографическую ориентировку. Как правило, размер этих зерен меньше, чем в эпитаксиальном слое, что связано с высокой скоростью охлаждения.

3.4 Формирование структуры при селективном лазерном плавлении

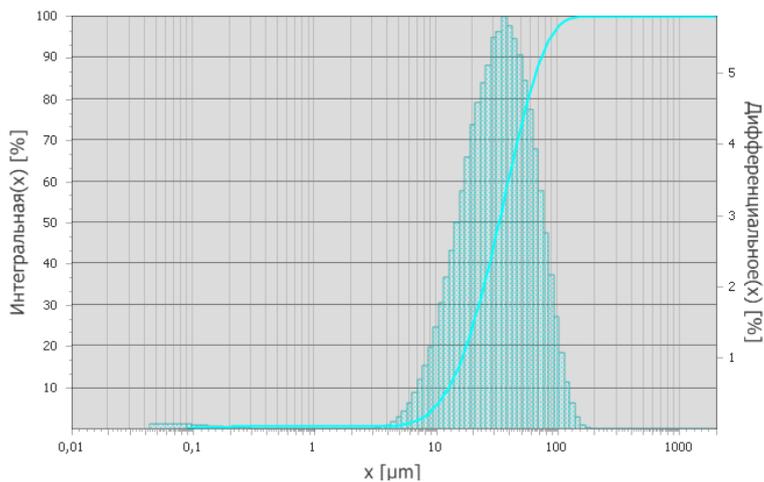
С целью проведения анализа структурообразования в сплаве Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc в условиях СЛП и сопоставления полученных результатов при обработке сплава импульсным лазерным излучением были проведены эксперименты, направленные на получение опытных образцов методом СЛП.

Для синтезирования экспериментальных образцов использовали порошок Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc полностью отвечающий всем требованиям: однородного химического состава с узким распределением по размерам частиц сферической и округлой формы (рисунок 3.4.1). Средний размер частиц равен 33,5 мкм. Полученные методом СЛП компактные образцы были разрезаны параллельно и перпендикулярно направлению роста. Микроструктура СЛП образца в продольном направлении приведена на рисунке 3.4.2, в поперечном – на рисунке 3.4.3. На приведенном изображении микроструктуры видна типичная СЛП микроструктура, на которой хорошо видны участки с более крупным зерном средним размером 4,7 мкм (рисунок 3.4.2 б) и участки множественного пересечения треков где формируются области перекрытия, подобные при импульсной лазерной обработке массивных образцов, с более мелким зерном средним размером 2,1 мкм (рисунок 3.4.2 б). На рисунке 3.4.3 показана микроструктура СЛП образца в поперечном направлении. На изображении хорошо различаются множество областей где присутствуют столбчатые кристаллы, что указывает на повышенный теплоотвод в этих областях. Причем, основываясь на анализ структурообразования при ЛП, столбчатая

структура развита от границ ванны расплава. Наличие столбчатых и равноосных кристаллов в структуре указывает на неравномерные условия кристаллизации. Они в свою очередь, как было показано выше, зависят от температуры разогрева соседних областей металла. Так, при СЛП плотность энергии составляла 180-190 Дж/мм³. На границе ванны расплава был повышенный теплоотвод, что привело к формированию условий для роста столбчатых кристаллов. В участках с мелкой равноосной структурой теплоотвод был ниже, поэтому рост столбчатых кристаллов был подавлен.

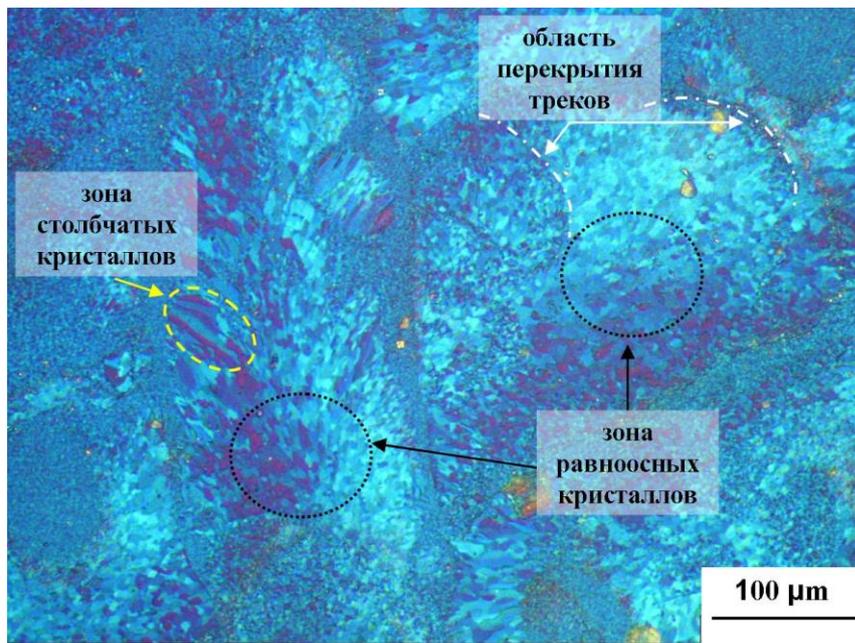


а

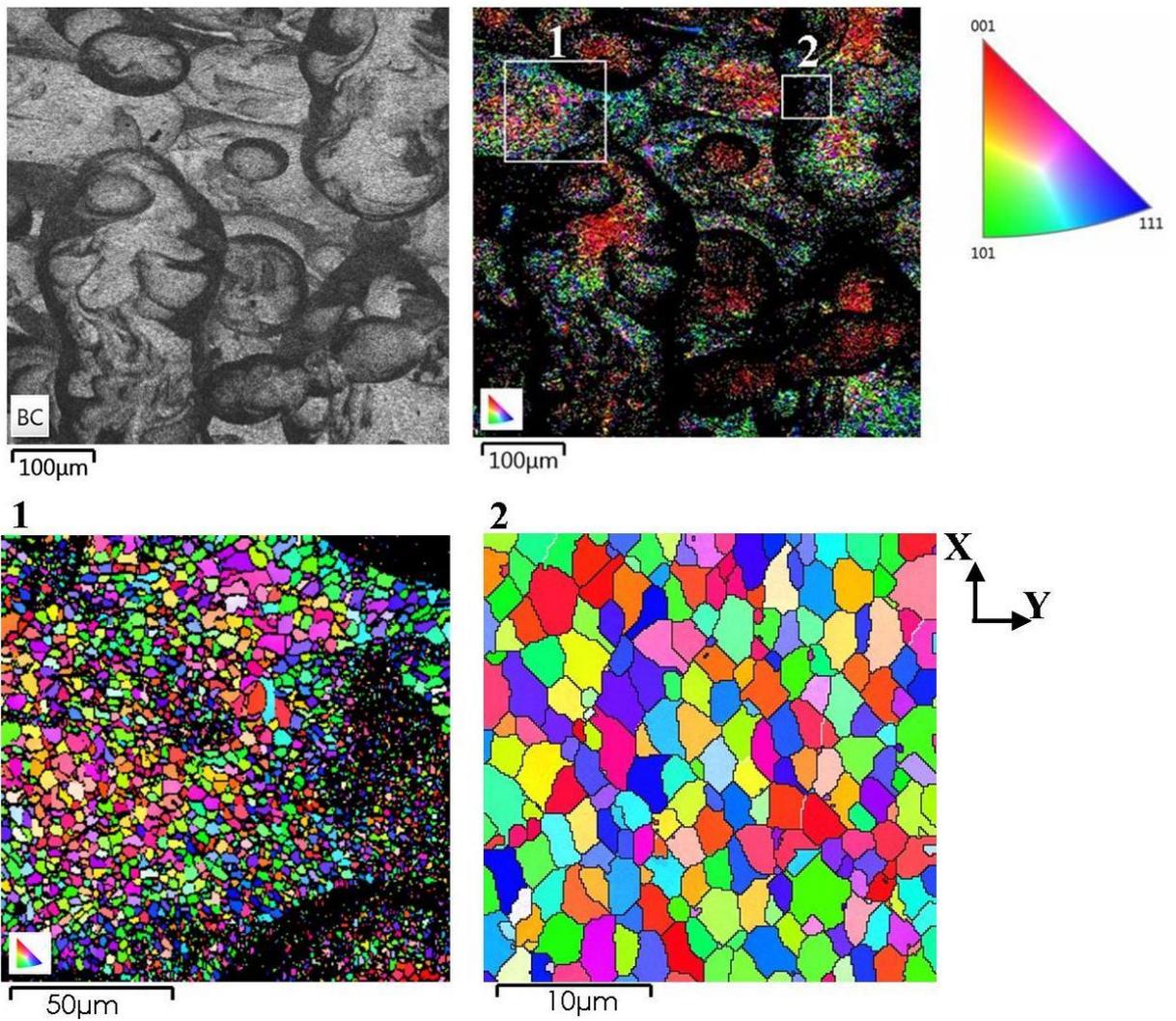


б

Рисунок 3.4.1 – Изображение частиц порошка сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc (а) и размер частиц (б)

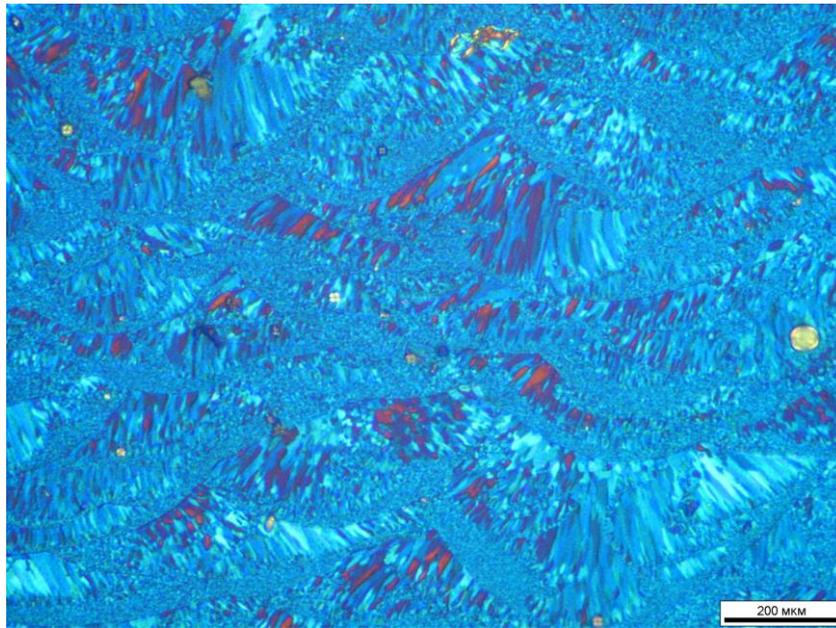


а

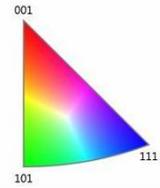
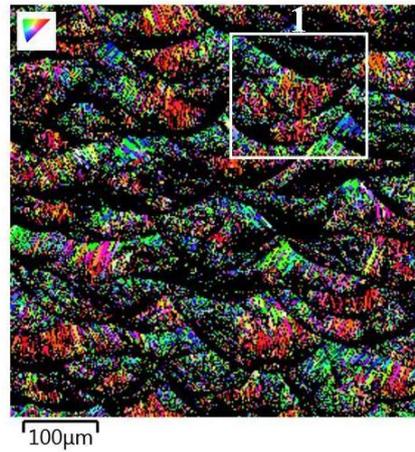
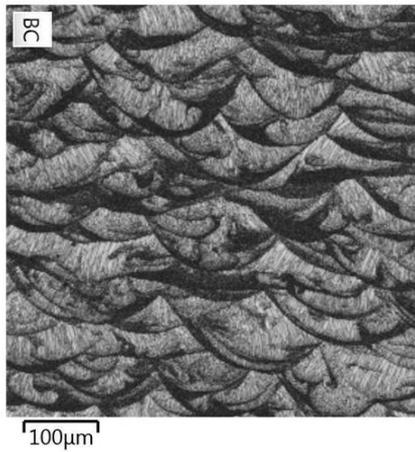


б

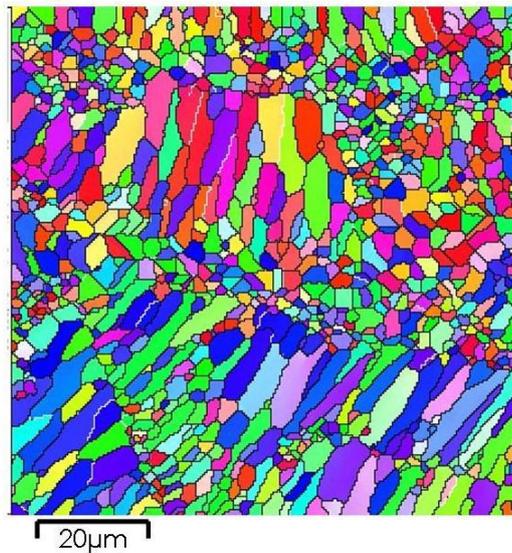
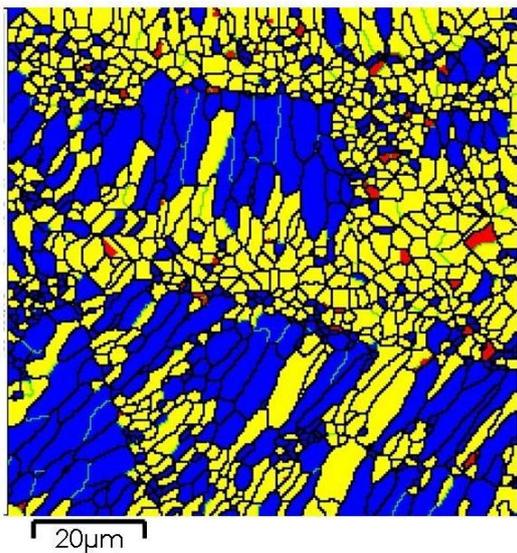
Рисунок 3.4.2 – Типичная микроструктура СЛП образца в продольном направлении (а) в поляризованном свете и (б) полученная методом EBSD анализа



а



1



Z



Направление
роста

б

Рисунок 3.4.3 – Типичная микроструктура СЛП образца в поперечном направлении (а) в поляризованном свете и (б) полученная методом EBSD анализа

На микроструктуре (рисунок 3.4.4) СЛП образца в поперечном направлении также хорошо различаются два типа структуры: участки с крупными зернами (КР) средним размером 5,2 мкм и участки с мелкими равноосными зернами (МС) средним размером 1,9 мкм. В целом, в структуре исследуемого сплава стоит отметить отсутствие кристаллизационных трещин как при ЛП так и при СЛП.

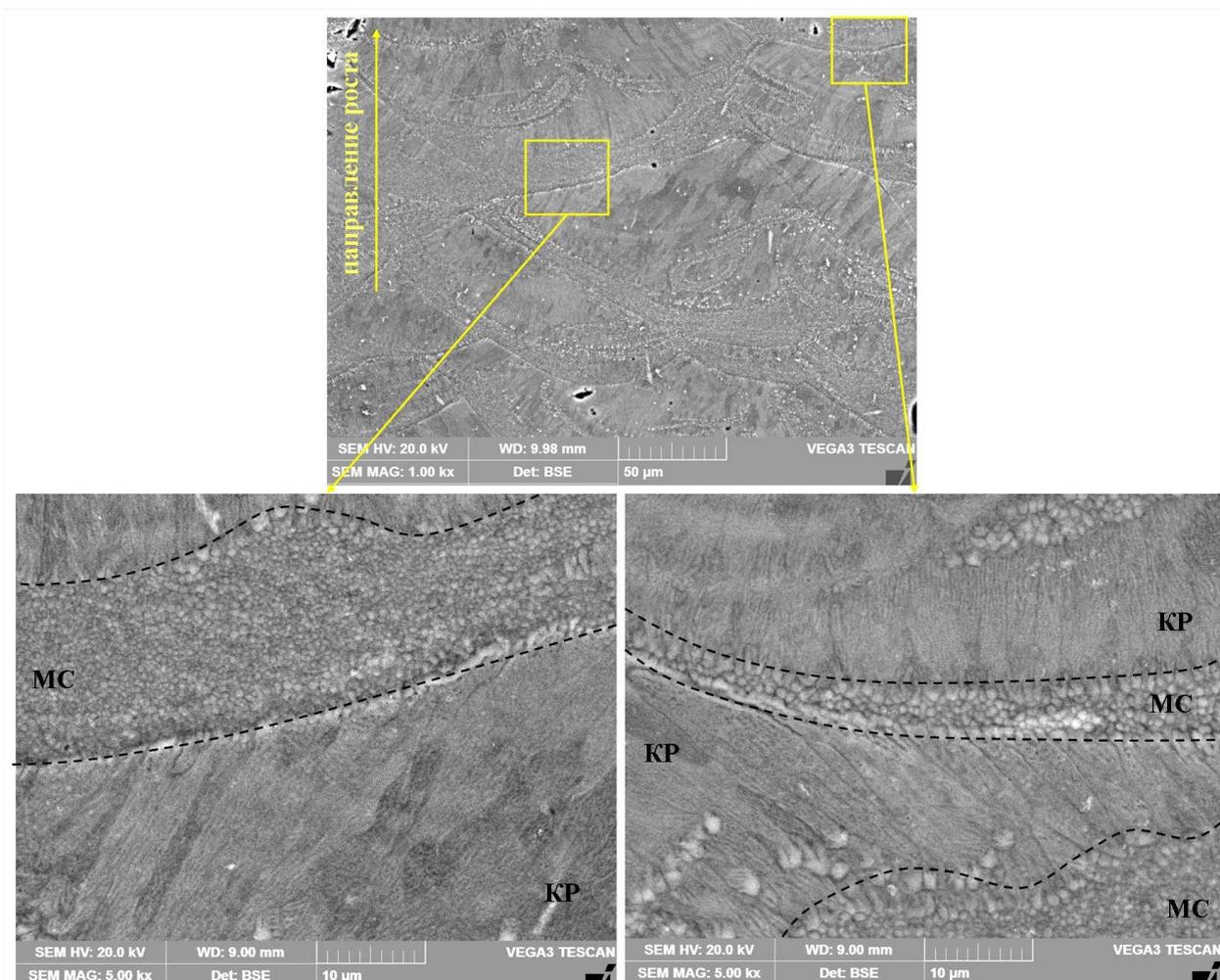


Рисунок 3.4.4 – Типичная микроструктура СЛП образца в режиме отраженных электронов (МС – мелкозернистая структура, КР – крупнозернистая структура)

Представленная структура подобна формируемой при импульсной лазерной обработке массивных образцов.

Сплав Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc полученный методом ЛП и СЛП характеризуется одинаковой твердостью. В исходном состоянии твердость равна $92,9 \pm 1,4$ HV. После гетерогенизационного отжига наблюдается повышение микротвердости до $148 \pm 1,5$ HV. Прирост твердости составляет 56 единиц, как и после ЛП. В таблице 3.4.1 Приведены

механические свойства СЛП экспериментального сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc и аналогов из литературных источников.

Таблица 3.4.1 – Механические свойства экспериментального сплава синтезированного методом СЛП

Сплав	Состояние	Направление	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
Экспериментальный Al-5%Mg-0,6%Zr- 0,5%Sc	Исходное	XY	291±4	368±5	25±2
		Z	290±5	364±5	22±3
	После одноступенчатого отжига	XY	438±6	480±3	10±1
		Z	432±4	470±3	10±2
	После двухступенчатого отжига	XY	435±1	478±3	16±1
		Z	424±2	465±3	16±1
Al-4.Mg-0.66Sc- 0.42Zr-0.49Mn [144]	Исходное	Z	287±3	427±8	-
	После двухступенчатого отжига	Z	450±9	515±16	-
	После двухступенчатого отжига	XY	453±20	530±12	-
Al-4.6Mg-0.66Sc- 0.42Zr-0.49Mn [145]	Исходное	XY	277	400	-
Al-4.5Mg-0.66Sc- 0.37Zr-0.51Mn [146]	После одноступенчатого отжига		520	530	14
Al-3.60Mg-1.18Zr [147]	Исходное	Z	221±1	287±1	25.6±0.8
		XY	220±3	292±2	29.0±1.6
	После двухступенчатого отжига	Z	350±7	382±5	17.1±2.0
		XY	353±5	386±3	18.6±0.9
Al-3.66Mg-1.57Zr [147]	Исходное	Z	282±8	332±2	24.0±1.0
	После двухступенчатого отжига	XY	290±6	329±3	25.2±1.8
		Z	349±15	383±5	19.5±4.4
Al-4.6Mg-0.66Sc- 0.42Zr-0.49Mn [148]	Исходное	XY	365±11	389±4	23.9±4.4
		Y	280±6	403±14	14.2±2
Al-3.4 Mg-1.08Sc- 0.23Zr-0.5Mn [149]	После одноступенчатого отжига	Y	287±6	427±11	17.2±2
		Y	460	480	-
Al-6.2Mg-0.36Sc- 0.09Zr [150]	Исходное	-	-	390.25*	-

* Максимальная прочность на сжатие

Предел текучести, прочности и относительное удлинение СЛП образцов в исходном состоянии равны 290 МПа, 364 МПа и 22-25% соответственно. После одно и двухступенчатого отжига предел текучести и прочности повышаются до значений 424-

438 МПа и 465-480 МПа соответственно. Как видно из таблицы 3.4.1 предел текучести и прочности в направлении ХУ больше, чем в направлении Z. Это можно объяснить более интенсивным переносом тепла из зоны плавления при изготовлении образца вдоль плоскости подложки.(направление ХУ). После одноступенчатого отжига относительное удлинение уменьшается до 12-15%, после двухступенчатого – до 6-11%.

В целом, представленные в данном разделе исследования позволяют говорить о том, что метод импульсной лазерной обработки массивных образцов полностью воспроизводит условия формирования структуры, которые реализуются при селективном лазером плавлении металлических порошков. Варьируя мощность импульсного лазерного излучения и температуру основного металла/подложки можно получать информацию о возможных типах структур, которые получаются в разных условиях кристаллизации, анализировать каждый из типов отдельно, не прибегая при этом, к использованию дорогостоящих 3D принтеров и необходимости изготовления большого количества металлического порошка для проведения подобного анализа.

3.5 Методика анализа структурообразования в сплавах на основе алюминия, предназначенных для аддитивного производства

Первым этапом является получение массивных образцов. В работе для этого использовали классический метод литья в медную изложницу. Из полученных слитков вырезали образцы для контроля микроструктуры и химического состава. В литом состоянии необходимо определить средний размер зерна, основные структурные составляющие, их форму, размер и характер распределения, и фазовые составляющие.

Вторым этапом является подготовка образцов для ЛП. Для этого из слитков экспериментальных сплавов методом электроэрозионной резки получают тонкие образцы толщиной 1,5-2 мм. Данная толщина является оптимальной, т.к. максимальная глубина проплавления алюминиевого материала в рабочем диапазоне мощностей лазерной установки составляет 1 мм. Метод электроэрозионной резки позволяет исключить термическое влияние на материал и получить ровную поверхность образцов без грубых рисок. как например при резке на режущем полотне. Поверхность образцов необходимо зачистить с помощью набора абразивных материалов крупностью менее 22 мкм. Поверхность образцов после шлифовки должна быть ровной, гладкой, без видимых царапин или иных дефектов. Образцы с зачищенной поверхностью необходимо термообработать при температуре 150-160 °С в течение 1 часа с последующим охлаждением на воздухе для уменьшения литейных остаточных напряжений.

Темпообработка образцов является важным этапом в пробоподготовке, т.к. уровень остаточных напряжений в материале будет влиять на образование дефектов в процессе ЛП, что может привести к искажению результатов. Шлифованную поверхность образцов после отжига необходимо обработать последовательно 15% водным раствором HNO_3 и 40 % водным раствором NaOH либо использовать электролитическое травление в спиртовом растворе HClO_4 при напряжении 20-25 В в течение 5-10 сек для удаления оксидной пленки. После такой обработки старая оксидная пленка разрушается и образуется свежая, более тонкая и содержащая меньше адсорбированной влаги, являющейся одним из источников пористости. Образцы с подготовленной пригодны к использованию в течение суток.

Третьим этапом является ЛП подготовленной поверхности. Для этого экспериментальный образец помещают на предметный столик импульсной лазерной установки и фиксируют неподвижно так, чтобы подготовленная поверхность была обращена к лазеру. Согласно заранее подготовленному плану экспериментальных исследований проводится плавление поверхности. Для этого выбираются напряжение, длительность импульса, частота, перекрытие и скорость сканирования. Плавление одиночных треков проводится вдоль наибольшего размера образца. Для защиты ванны расплава от окисления плавление поверхности необходимо проводить в среде защитного газа. В зависимости от задачи в процессе ЛП можно использовать подогрев образца с помощью нагревателя, фиксировать изменение температуры на заданном от обрабатываемой области расстоянии.

Четвертым этапом является исследование структуры и свойств образцов после ЛП. В зависимости от задачи можно изучать фазовый состав методом РФА. Для этого толщина исходного образца должна быть 1 мм. Обработку поверхности необходимо проводить со сквозным плавлением всей толщины образца. Минимальный размер обработанной области должен соответствовать требованиям пробоподготовки образцов для данного типа исследований.

Анализ структуры после ЛП необходимо проводить в продольном (сверху) и поперечном направлениях с использованием светового или/и сканирующего электронного микроскопа.

В качестве метода оценки механических свойств рекомендуется использовать метод измерения микротвердости по Виккерсу и испытание на одноосное растяжение стандартных образцов с рабочей поверхностью, подвергнутой лазерному плавлению. Для этого поверхность стандартного образца готовят согласно второму этапу. Далее проводят лазерное плавление либо с одной стороны со сквозным проплавлением поверхности, либо

с двух сторон выбирая мощность так, чтобы при лазерной обработке одной поверхности плавление проходило более чем на $\frac{1}{2}$ толщины образца. После ЛП поверхность шлифуют для выравнивания поверхности и проводят испытания.

Разработанная методика позволяет сократить количество сложных подготовительных операций, заключающихся в получении порошков из экспериментальных сплавов, отвечающих всем требованиям по форме, размеру и составу для и их дальнейшего селективного лазерного плавления. В разработанной методике предлагается использовать массивные образцы экспериментальных сплавов, полученные стандартными методами литья.

Выводы по главе 3

1. Исследовано структурообразование в одиночных треках в сплаве Al-5%Mg-0,6%Zr-0,55%Sc в условиях лазерного плавления в диапазоне мощностей от 26,3 до 56,2 Вт.

2. Установлено, что с увеличением мощности от 26,3 до 56,2 Вт при импульсной лазерной обработке происходит повышение температуры основного металла от 80 до 320 °С, что приводит к уменьшению температурного градиента на границе расплав/основной металл и уменьшению скорости охлаждения ванны расплава в интервале кристаллизации от 660 до 480 °С/с.

3. Показано, что при мощности выше 40 Вт при получении образцов импульсным лазерным излучением наблюдается переход от смешанного типа структуры со столбчатыми и равноосными кристаллами к равноосной зеренной структуре.

4. Установлено, что кристаллографическая ориентировка и размер зерен, находящихся в эпитаксиальном слое полностью сохраняются при кристаллизации расплава. В процессе роста зерна вытягиваются вдоль направления теплоотвода.

5. Проведен сравнительный анализ микроструктуры образцов сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,55%Sc, синтезированных методом селективного лазерного сплавления при мощности 180 Вт и полученных обработкой импульсным лазерным излучением в диапазоне мощностей от 26,3 до 56,2 Вт. Установлено, что идентичность микроструктуры наблюдается для образцов после ЛП и СЛП, полученных при плотности энергии 135-180 и 180 Дж/мм³, соответственно.

6. Разработана методика, позволяющая проводить анализ формирования основных структурных и фазовых составляющих, а также дефектов в зависимости от условий кристаллизации, варьирование которых возможно путем изменения мощности

лазерного излучения, исходного типа структуры и температуры основного металла, при лазерной обработке.

ГЛАВА 4 РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССАМИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ

Одной из главных проблем в аддитивных технологиях является сведение к минимуму дефектов в структуре получаемых изделий. Как уже отмечалось, наиболее часто встречаются пористость, кристаллизационные трещины и анизотропия свойств. Оптимизация технологических параметров, таких как скорость перемещения (сканирования) лазерного луча, мощность лазера, перекрытие треков, температура предварительного подогрева подложки и траектория движения лазерного луча [94-102] позволяют уменьшить количество дефектов, однако не позволяют добиться их полного устранения. Поэтому актуальной задачей является разработка методов, позволяющих управлять процессами формирования структуры в алюминиевых сплавах в условиях лазерной обработки.

Целью раздела является изучение влияния модифицирующих и эвтектикообразующих добавок на структурообразование в условиях быстрой кристаллизации в сплавах на основе алюминия, предназначенных для аддитивных технологий.

4.1 Влияния модифицирующих добавок на структурообразование в сплавах на основе алюминия в условиях быстрой кристаллизации

4.1.1 Влияние циркония на структуру и свойства сплавов системы Al–Mg в условиях лазерной обработки

Сплавы системы Al-Mg с добавками Mn, Zr, Sc являются перспективными материалами для аддитивных технологий. Добавки марганца и циркония способствуют значительному упрочнению в литом состоянии за счет образования твердого раствора и дисперсоидов при гомогенизационном отжиге [126]. Кроме того цирконий является эффективным модификатором зерна [126,182,184]. Его вводят обычно в концентрациях до 0,3 %, что связано с возможностью образования грубых первичных кристаллов Al_3Zr из-за недостаточной скорости охлаждения. В сплавах, получаемых методом СЛП концентрацию циркония можно повысить, поскольку, как было показано выше, скорости

охлаждения в этом процессе существенно выше. Тоже относится и к добавке скандия, однако стоит учитывать высокую стоимость этого элемента и вводить в сплав в концентрации до 0,5 %. Концентрацию основного элемента – магния – не рекомендуется повышать до 6 %, т.к. это приведет к снижению стойкости сплава к межкристаллитной коррозии [126]. Таким образом в качестве экспериментального сплава на основе системы Al-Mg был выбран следующий состав: Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc. На рисунке 4.1.1 а приведен политермический разрез, на рисунке 4.1.1 б – кривая Шайля, описывающая процесс неравновесной кристаллизации сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc. При его кристаллизации проходят следующие фазовые превращения: L, L→Al₃Zr, L→Al₃Zr+Al₃Sc, L→Al₃Zr+Al₃Sc+(Al). Из расплава последовательно кристаллизуется циркониевая и скандиевая фазы, затем – алюминиевый твердый раствор. При комнатной температуре присутствуют следующие фазы: (Al), Al₃Zr, Al₃Sc.

Экспериментальные образцы сплава в литом состоянии были обработаны лазером импульсно-периодического действия на установке МУЛ-1-М-200, имитируя селективное плавление одиночных треков. Мощность лазерного излучения варьировали в широком допустимом диапазоне.

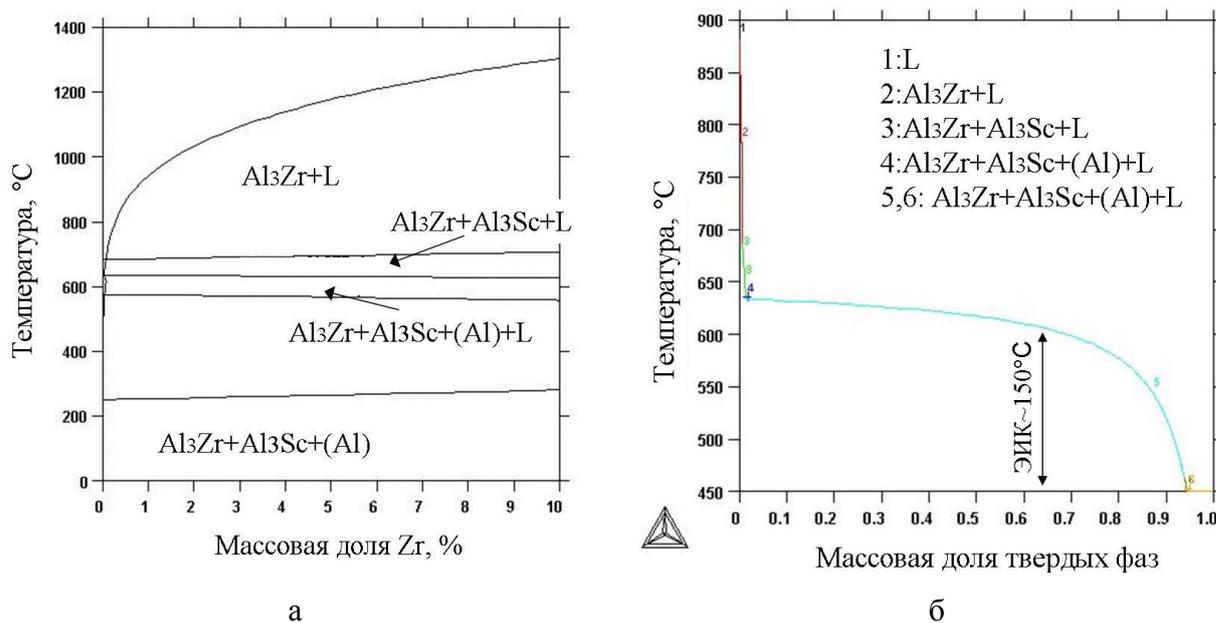
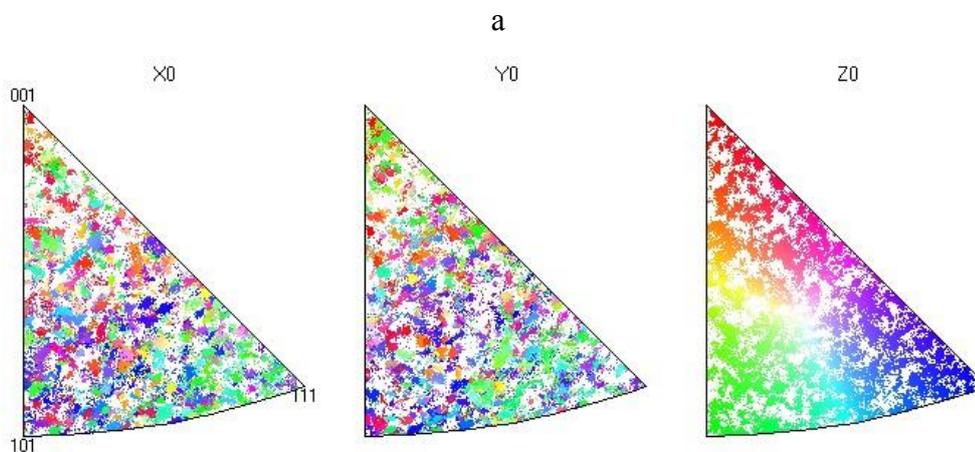
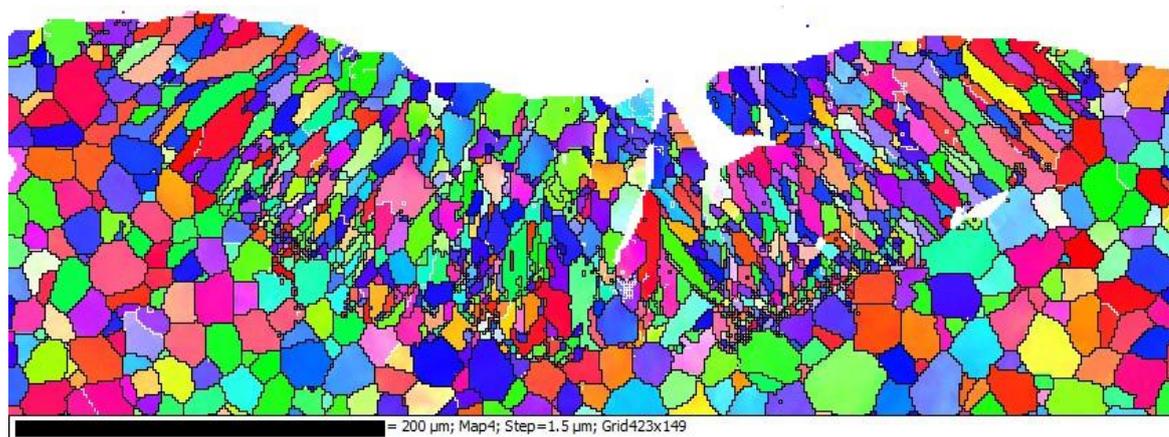


Рисунок 4.1.1 – Политермический разрез (а) и расчет эффективного интервала кристаллизации по кривой Шайля (б) сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc

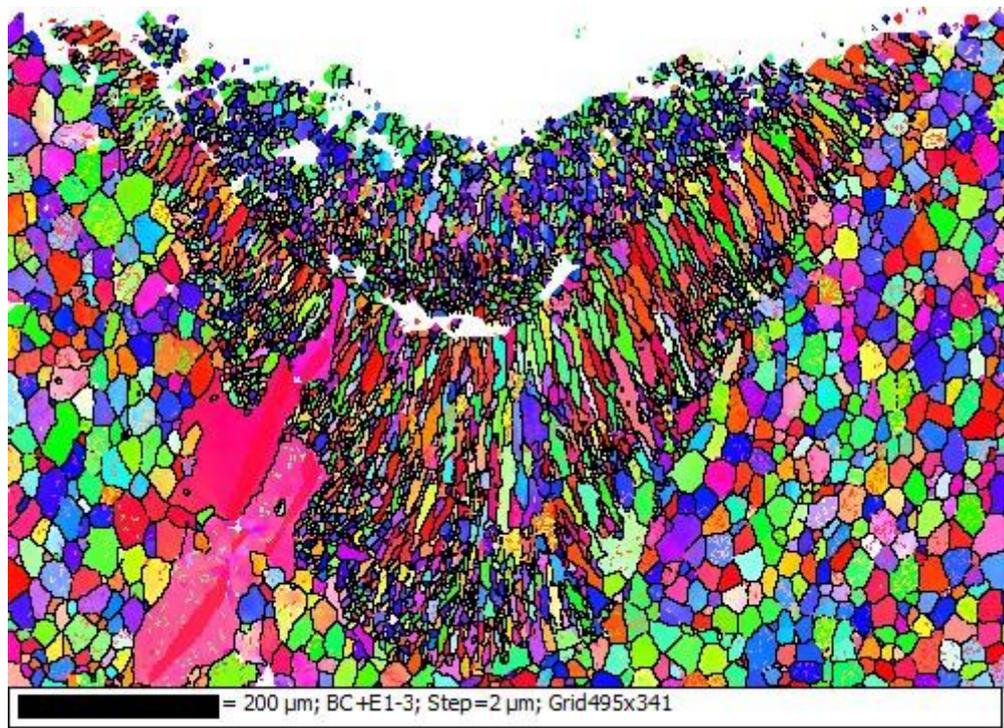
Методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) получены изображения структуры и определены углы разориентировки между зёрнами в сплаве Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП с разной мощностью лазерного излучения (рисунок 4.1.2,

4.1.3, 4.1.4). В структуре сплава после ЛП мощностью 26,3 и 36,7 Вт на границе с основным металлом и обработанной областью наблюдается широкая область, занятая столбчатыми кристаллами, которые преимущественно ориентированы в направлении $\langle 100 \rangle$, что следует из анализа обратных полюсных фигур (рисунок 4.1.2 б, 4.1.3 б). В верхней центральной части обработанных областей находится небольшая зона, состоящая из мелких равноосных кристаллов без преимущественной кристаллографической ориентировки. В сплаве Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc после ЛП мощностью 42,7 Вт наблюдается структура полностью состоящая из мелких равноосных кристаллов. Зерна ориентированы в направлениях $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ (рисунок 4.1.4). Из приведенного анализа следует, что линия фронта роста столбчатых кристаллов параллельная плотноупакованным слоям на гранях кристалла и совпадает с направлением теплоотвода при кристаллизации ванны расплава. Мелкие равноосные кристаллы растут в трех направлениях, характерных для г.ц.к. решетки и не имеют преимущественной кристаллографической ориентировки.

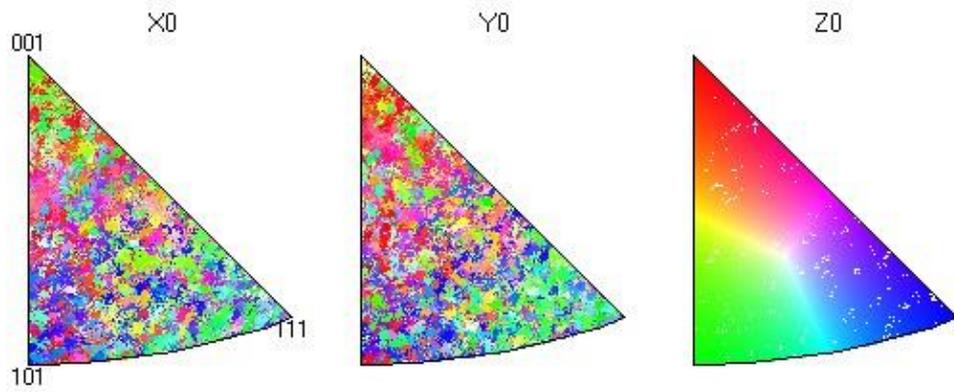


б

Рисунок 4.1.2 – EBSD анализ (а) структуры сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc в поперечном сечении и (б) ориентировка зерен после ЛП мощностью 26,3 Вт



а



б

Рисунок 4.1.3 – EBSD анализ (а) структуры сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc в поперечном сечении и (б) ориентировка зерен после ЛП мощностью 36,7 Вт

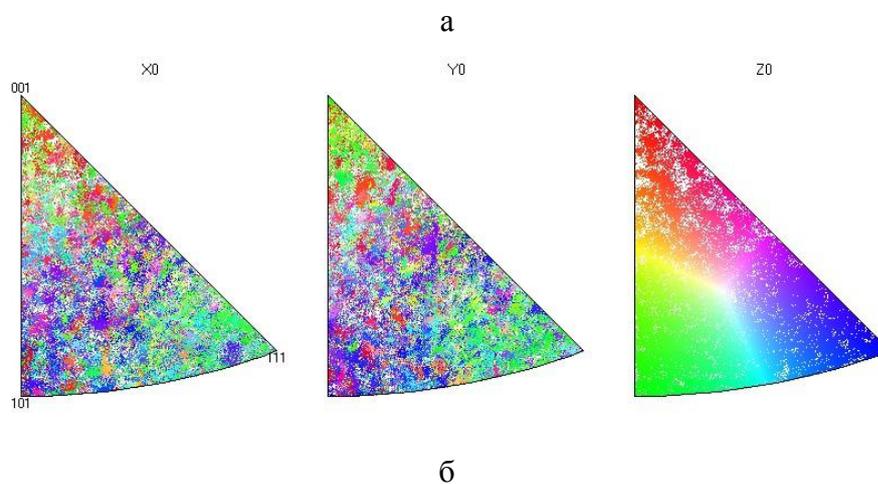
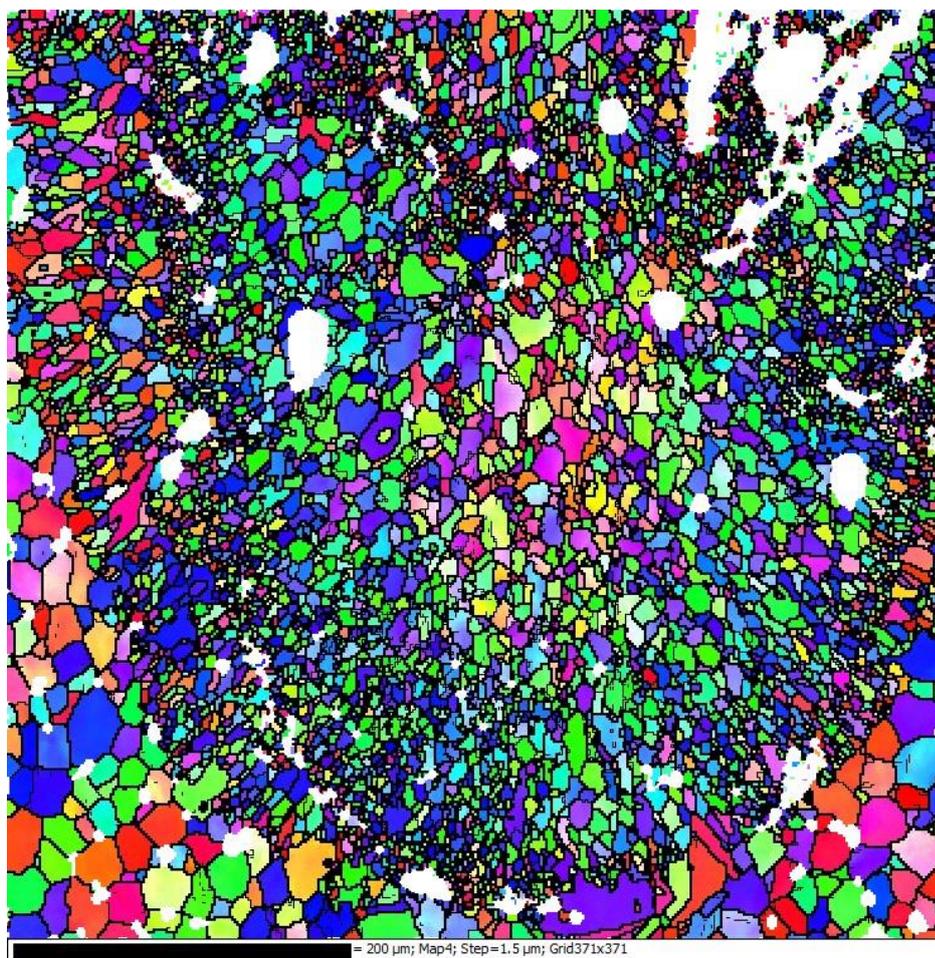


Рисунок 4.1.4 – EBSD анализ (а) структуры сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc в поперечном сечении и (б) ориентировка зерен после ЛП мощностью 42,7 Вт

Мощность равная 40 Вт, которой соответствует плотность энергии 135 Дж/мм³ для сплава Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc, можно назвать пороговой, так как при повышении этого значения (и соответственно уменьшении плотности энергии) наблюдается переход от смешанного типа структуры со столбчатыми и равноосными кристаллами к структуре только с равноосными кристаллами. Решающим в структурообразовании является

температура разогрева соседних областей основного металла. Так, с повышением мощности рост столбчатых кристаллов подавляется, что связано с проявлением эффекта модифицирования. При малых мощностях ЛП степень переохлаждения расплава настолько высока, что в интервале кристаллизации зарождение фазы Al_3Zr полностью или частично подавляется (рисунок 4.1.1) и первично кристаллизуются зерна алюминиевого твердого раствора. При высоких мощностях наоборот достигается такая степень переохлаждения, при которой успевает происходить зарождение первичных кристаллов алюминидов фазы Al_3Zr , которые при дальнейшей кристаллизации выступают в качестве центров зарождения новых зерен алюминиевого твердого раствора (размерное соответствие кристаллических решеток: $a=0,4049$ нм и $a=0,4013$ нм для алюминия и Al_3Zr соответственно [106]). На рисунке 4.1.5 приведена модель, позволяющая описать проявление эффекта модифицирования в присутствии циркония при ЛП с разной мощностью излучения.

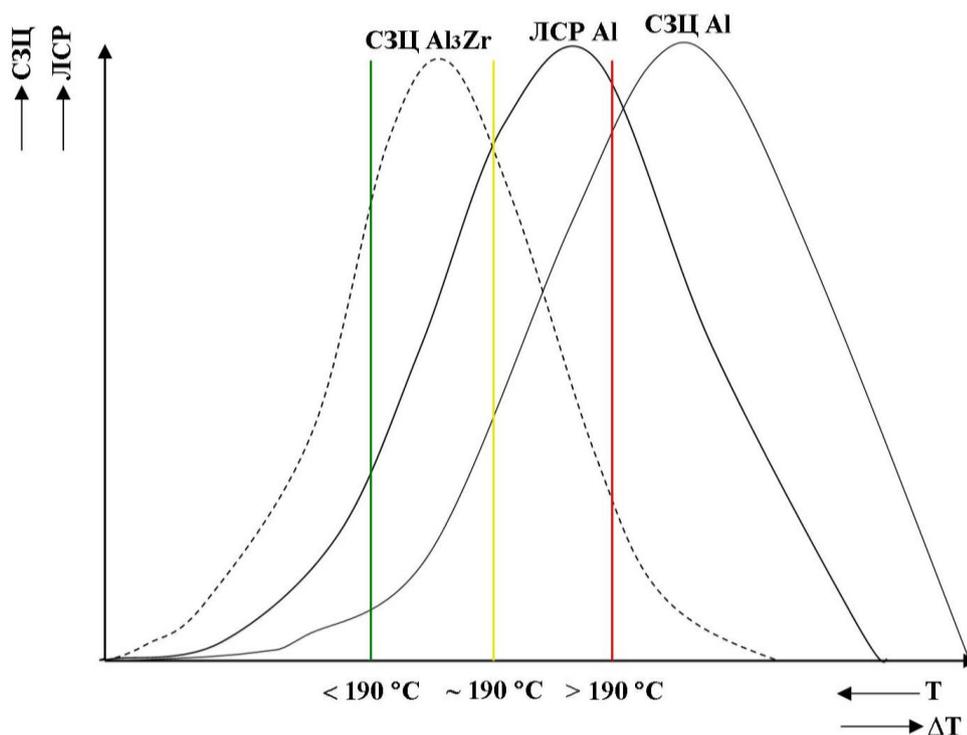
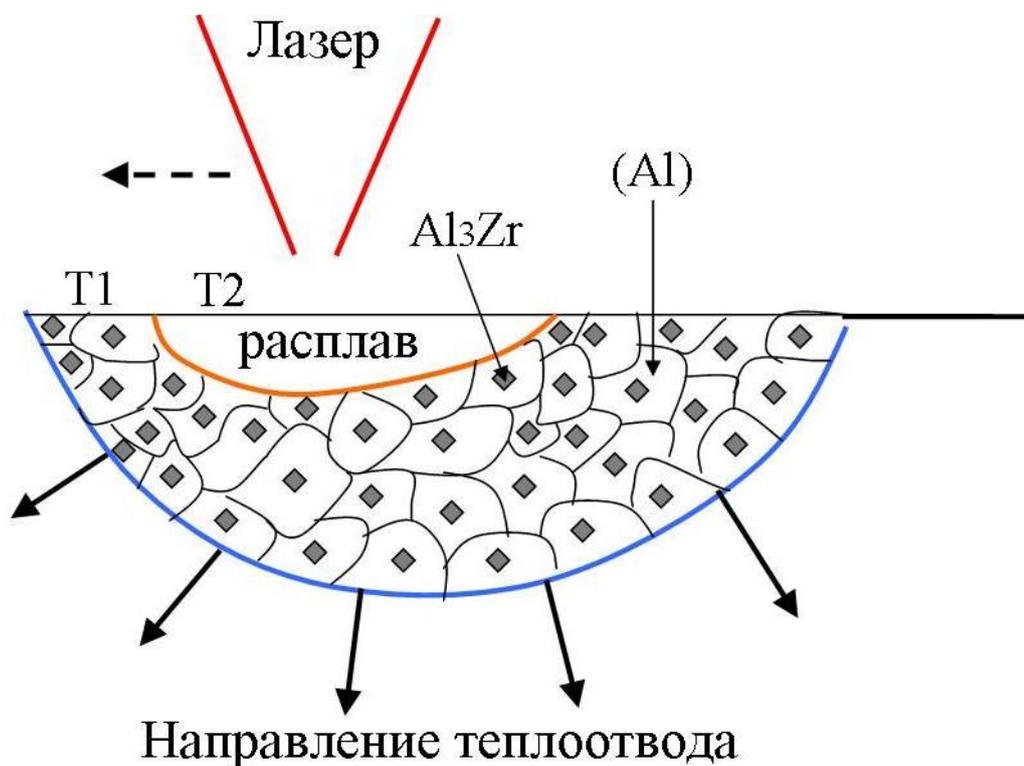


Рисунок 4.1.5 – Зависимость скорости зарождения центров кристаллизации (СЗЦ) и линейной скорости роста кристаллов (ЛСР) от степени переохлаждения ΔT

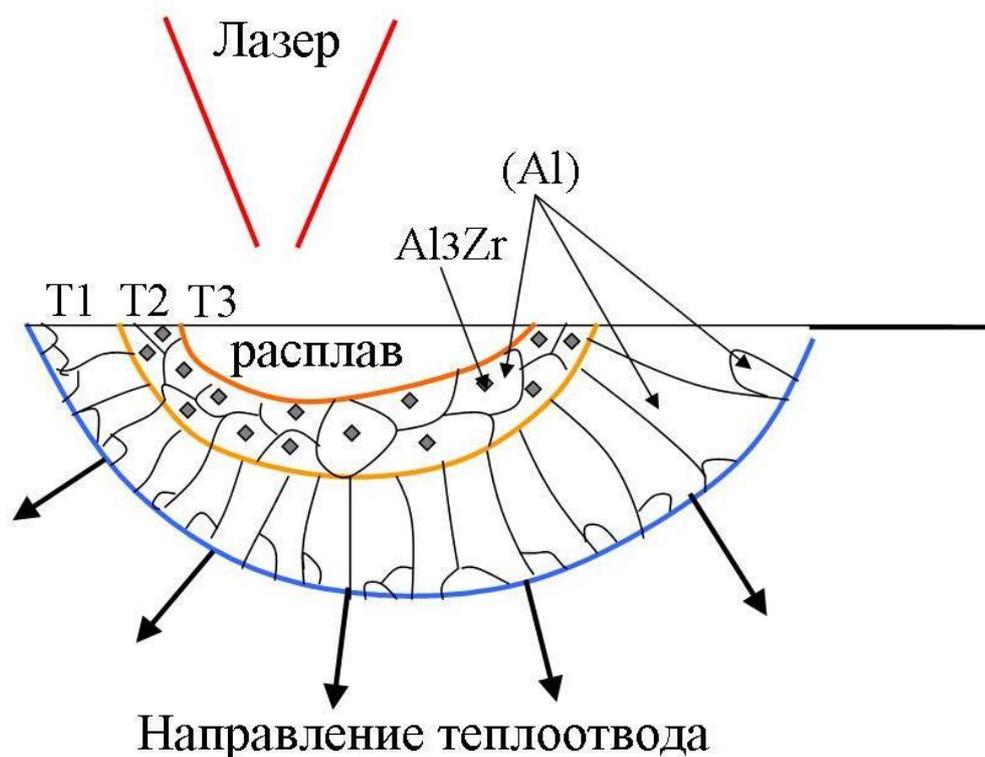
С повышением мощности лазерного излучения увеличивается температура разогрева основного металла, а степень переохлаждения ванны расплава при этом уменьшается. Так, температура $\sim 190\text{ }^\circ\text{C}$, которой соответствует мощность 40 Вт, находится на границе, ниже (левее на графике) которой формируются условия, при

которых СЗЦ фазы Al_3Zr преобладает над ЛСР Al и проявляется эффект модифицирования (рисунок 4.1.6 а), и выше которой (правее на графике) создаются такие условия, при которых превалирует ЛСР Al (рисунок 4.1.6 б).

На рисунке 4.1.6 приведена схема, описывающая структурообразование в сплаве Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc при разной скорости охлаждения. По классической теории кристаллизации фаз, имеющих ГЦК решетку, линия фронта роста обычно параллельна плотноупакованным направлениям на гранях кристалла, т.е. совокупности направлений $\langle 100 \rangle$. В случае независимости скорости роста от кристаллографического направления, как например в условиях направленного теплоотвода, преимущественным направлением роста кристаллов будет направление параллельное теплоотводу. Кристалл любой кристаллографической ориентировки, находящийся в эпитаксиальном слое будет служить подложкой для зарождения и роста новых фаз в направлении теплоотвода.



а



б

Рисунок 4.1.6– Схема формирования структуры в условиях направленного теплоотвода при (а) средней и (б) высокой скорости охлаждения

В качестве метода оценки механических свойств областей после ЛП был выбран метод измерения микротвердости по Виккерсу. Измерения проводили на областях, полученных при разных мощностях лазерного излучения в исходном состоянии и после проведения термической обработки при температуре 360 °С 6 часов. Как видно из графика, приведенного на рисунке 4.1.7, в исходном состоянии микротвердость областей при мощности обработки 31 и 49,1 Вт равна 83 HV. После термической обработки наблюдается заметный прирост твердости до 129 HV. Такой эффект упрочнения, как уже отмечалось, связан в распадом пересыщенного твердого раствора и образованием дисперсной фазы Al₃(Zr,Sc) [151-152]. Причем, после ЛП областей при мощностях до 40 Вт отмечен больший прирост твердости, равный 52 HV, по сравнению с ЛП при мощностях больше 40 Вт, равный 43 HV. Такая разница косвенно подтверждает, что часть циркония, образуя первичные кристаллы фазы Al₃Zr, модифицирует зеренную структуру. При этом в алюминиевом твердом растворе остается меньшее его количество. Во время отжига соответственно из твердого раствора выделяется меньшее количество упрочняющей фазы, по сравнению с ЛП областями, в которых модифицирование не происходит.

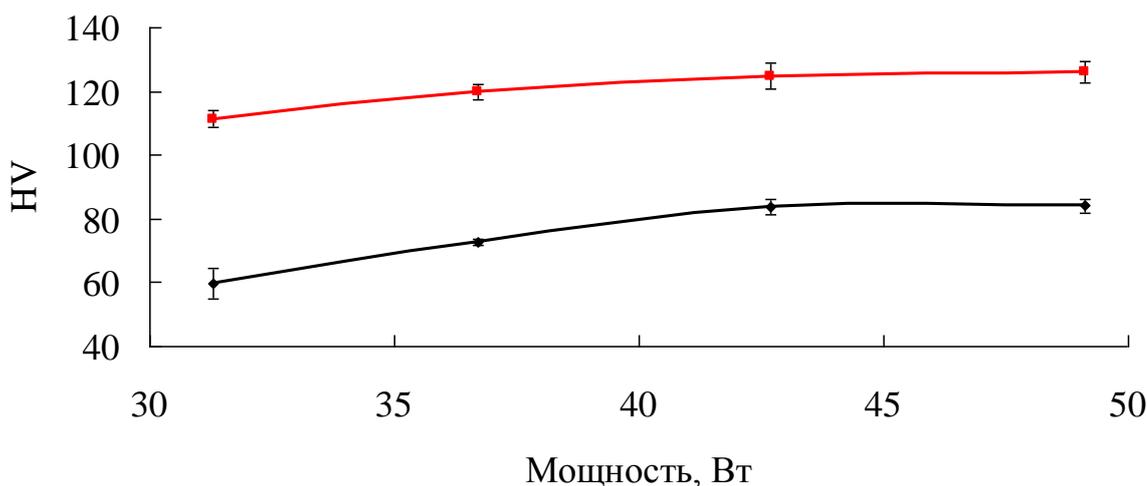


Рисунок 4.1.7 – Микротвердость областей после ЛП до (нижний график) и после (верхний график) термической обработки (ТО).

Таким образом, было установлено, что добавление циркония и скандия в сплав Al-5%Mg в количествах 0,6 и 0,5 % соответственно положительно влияет на его структуру и свойства при лазерном плавлении. В условиях, когда мощность лазерного излучения выше 40 Вт, которой соответствует плотность энергии 135 Дж/мм^3 и температура основного металла выше $190 \text{ }^\circ\text{C}$ достигается такая степень переохлаждения, при которой цирконий проявляет модифицирующие свойства, благодаря чему структура становится полностью однородной и состоит из равноосных зерен.

4.1.2 Влияние титана и бора на структуру и свойства сплавов систем Al–Mg и Al-Zn-Mg в условиях лазерного плавления

Сплавы системы Al-Mg широко используются в качестве конструкционного материала. Однако сплавы этой системы редко применяют на сегодняшний день из-за их невысокой прочности. Прочность зависит от содержания магния и с повышением концентрации этого компонента от 0 до 7,5 % предел прочности увеличивается от 80 до 320 МПа. С целью повышения прочности магниалии часто дополнительно легируют марганцем, цирконием, скандием. В присутствии этих элементов предел прочности сплавов заметно возрастает. Например, новый криогенный термически упрочняемый сплав 1545К (Al-4,7%Mg-0,32%Mn-0,21%Sc-0,1%Zr) в литом состоянии имеет предел прочности 370 МПа, после гетерогенизационного отжига и деформационной обработки – 490 МПа. Именно поэтому этот сплав представляет особый интерес в качестве материала для аддитивного производства.

В последнее время большое число статей посвящено исследованию сплавов системы Al-Zn-Mg в условиях селективного лазерного плавления [87,153-154]. Сплавы этой системы относятся к группе деформируемых термически упрочняемых высокопрочных сплавов и характеризуются наивысшей прочностью (до 750-800 МПа в долевом направлении для прессованных полуфабрикатов) среди алюминиевых сплавов [155]. Однако, в образцах, полученных методом СЛП было обнаружено большое количество трещин, что связано с широким интервалом кристаллизации сплавов системы Al-Zn-Mg.

Целью данного раздела является исследование влияния титана на склонность сплава 1545K и AA7020 к образованию горячих трещин в условиях быстрой кристаллизации при импульсной лазерной обработке.

Сплав 1545K был обработан ЛП в диапазоне мощностей 26,3 – 42,7 Вт для обеспечения разных условий кристаллизации ванны расплава. После обработки исследовали микроструктуру областей в поперечном направлении (рисунок 4.1.8, 4.1.9). При мощностях 26,3 и 31,3 Вт наблюдается небольшая глубина проплавления равная 100-150 мкм, при этом достигаются высокие скорости охлаждения ванны расплава, о чем свидетельствует широкая зона столбчатых кристаллов, расположенная на границе ЛП областей. На рисунке 4.1.8 видно, что в обоих случаях формируются кристаллизационные трещины, проходящие почти через всю обработанную область, достигая основного металла. В условиях малой глубины проплавления, когда зона равноосных кристаллов мала, наличие столбчатых кристаллов в структуре особенно негативно сказывается на горячеломкости: кристаллизационные трещины зарождаются в узкой зоне равноосных кристаллов и, распространяясь вглубь, быстро достигают столбчатых кристаллов, где беспрепятственно распространяются по границам их сопряжения, достигая основного металла.

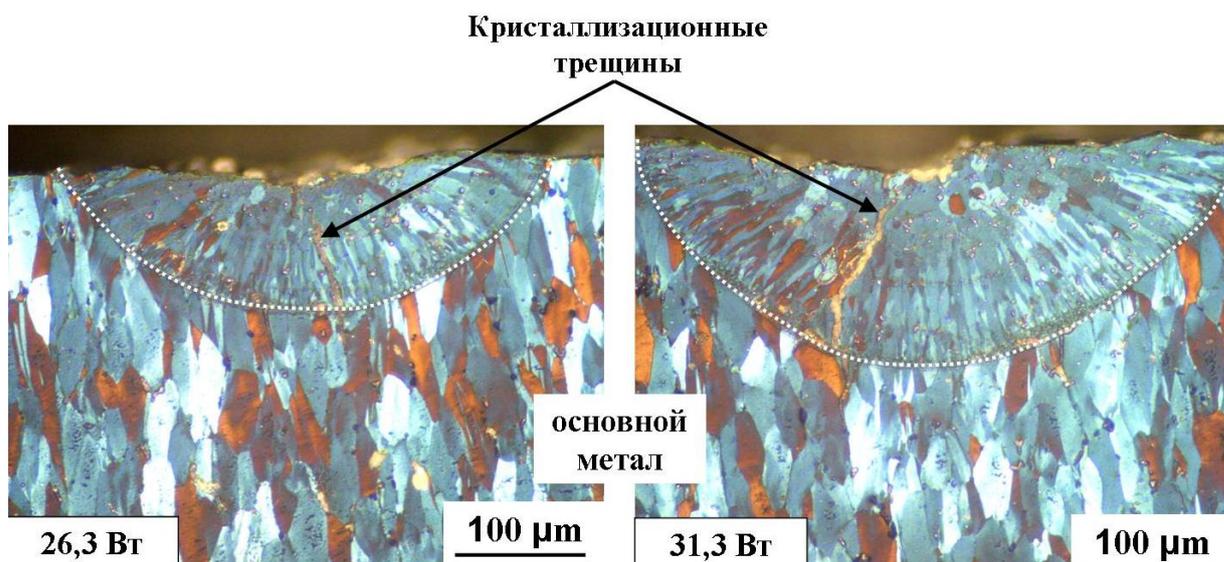


Рисунок 4.1.8 - Структура сплава 1545К в поперечном сечении после ЛП мощностью 26,3 и 31,3 Вт (СМ)

С повышением мощности обработки до 36,7-42,7 Вт наблюдаются изменения в структуре. Зона равноосных кристаллов увеличивается более чем в 2 раза, зона столбчатых – сокращается (рисунок 4.1.9). В ЛП областях также выявлены кристаллизационные трещины. Однако, в отличие от предыдущих образцов, здесь трещины распространяются в широкой зоне равноосных кристаллов, встречая на своем пути множество барьеров в виде границ зерен, где и заканчивают свое развитие, не достигая зоны столбчатых кристаллов. Для исследуемого сплава величина расчетного ЭИК составила 160 °С (рисунок 4.1.10).

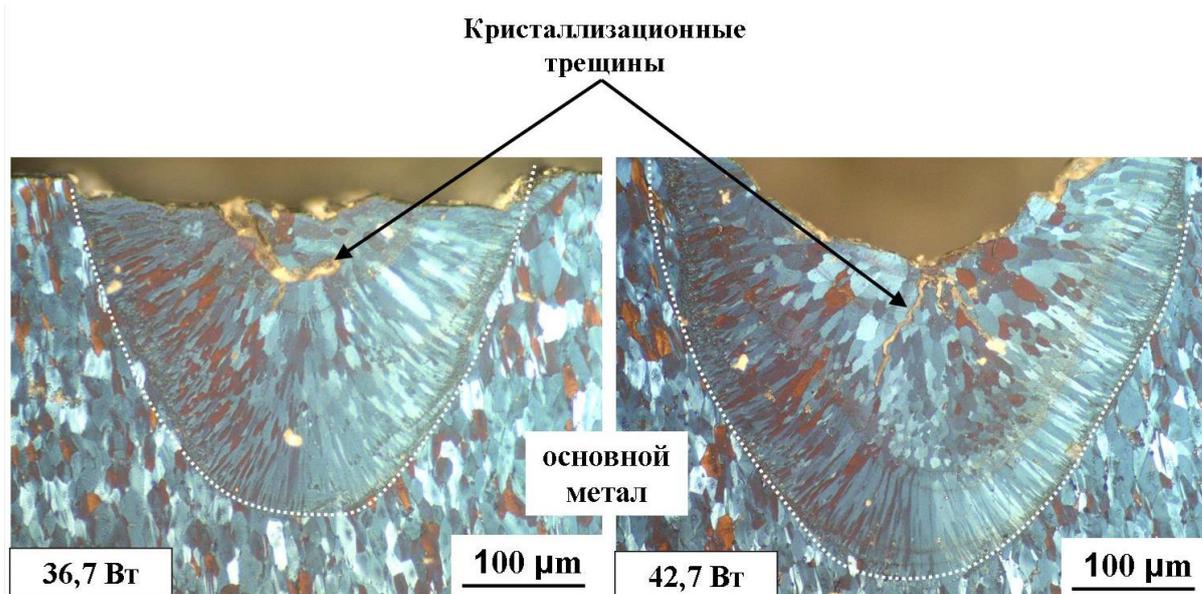


Рисунок 4.1.9 – Структура сплава 1545К в поперечном сечении после ЛП мощностью 36,7 и 42,7 Вт (СМ)

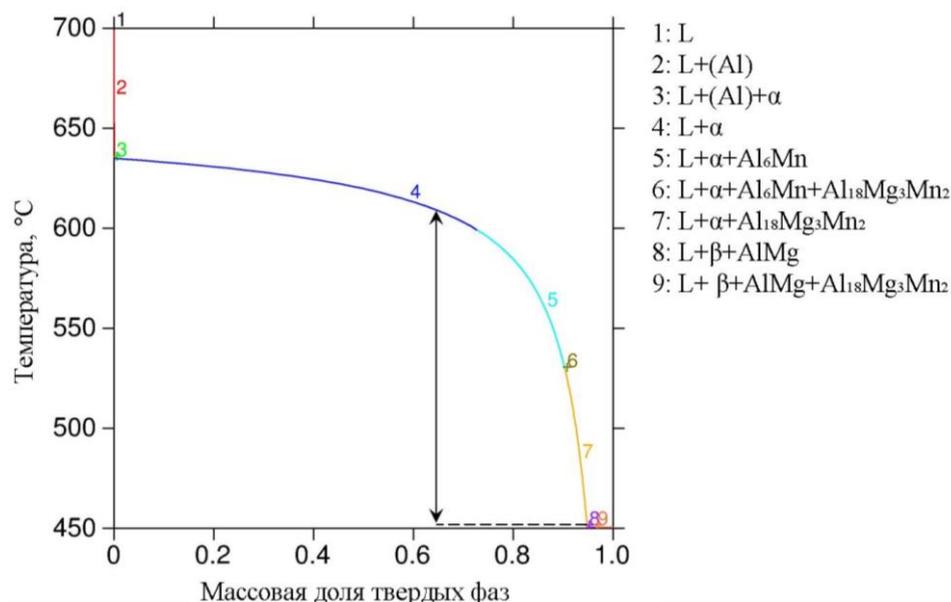


Рисунок 4.1.10 – Кривая Sheil для сплава 1545К

Уменьшение величины ЭИК в этой системе легирования возможно путем увеличения содержания магния. Однако такой способ не является эффективным, т.к. например, с повышением концентрации магния в два раза (9,4 %) расчетный ЭИК уменьшается всего до 100 °С. Кроме того, повышение концентрации магния в сплаве негативно скажется на стойкости к межкристаллитной коррозии.

Как известно, ЭИК является не единственным фактором, определяющим склонность сплавов к образованию горячих трещин. Важными факторами являются также прочность и пластичность сплавов в твердо-жидком состоянии внутри температурного интервала хрупкости (ТИХ), которая определяется структурой и количеством жидкости в нижней части интервала кристаллизации [156].

Одним из способов повышения пластичности в ТИХ является измельчение зерна. Для алюминиевых сплавов эффективными модификаторами зерна являются Ti и B, которые вводятся в расплав в виде лигатуры Al-5%Ti-1%B, причем наиболее удачное соотношение титана и бора – 5:1 [156].

Модифицированные сплавы были подвергнуты ЛП в диапазоне мощностей от 26,3 до 46,7 Вт. На рисунке 4.1.11 приведены фотографии микроструктур ЛП областей при мощности 42,7Вт.

содержанием 0,5% Ti, 1% Ti, 2% Ti и 3% Ti равен 6,8; 5,2; 3,6 и 2,2 мкм соответственно. Кристаллизационные трещины были обнаружены только в сплаве, содержащем 0,5% Ti. Однако стоит отметить, что размер трещины значительно меньше по сравнению с исходным сплавом (рисунок 4.1.9). С увеличением содержания титана выше 1 % зарождение горячих трещин не происходит, что вероятно связано с равномерным перераспределением жидкости между множеством зародившихся мелких кристаллов в ТИХ, что позволяет заполнять (залечивать) зародившиеся трещины при линейной усадке во время кристаллизации. При этом добавка титана и бора оказывает небольшое влияние на величину ЭИК о чем свидетельствуют расчетные и экспериментальные данные. Расчетный ЭИК уменьшается всего на 4 °С при наибольшем содержании титана и бора в исследуемом сплаве. Экспериментальные исследования температур неравновесного солидуса сплава 1545К с разным содержанием титана и бора методом дифференциальной сканирующей калориметрии показал, что температура неравновесного солидуса повышается на 7-13 °С (рисунок 4.1.12), значит величина ЭИК уменьшается.

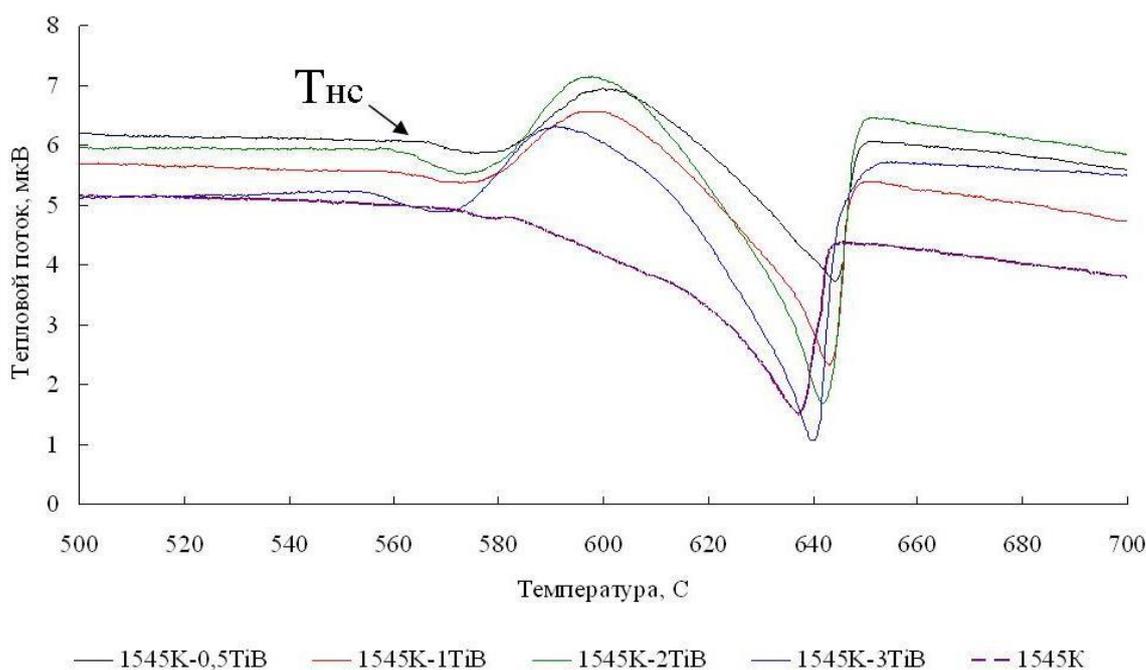


Рисунок 4.1.12 – ДСК кривые сплава 1545К с разным содержанием Ti и В (нагрев)

Увеличение содержания титана в сплаве 1545К приводит к приросту микротвердости области после ЛП на 35 единиц (рисунок 4.1.13), что обусловлено как измельчением зерна, так и образованием большого количества интерметаллидов фазы Al_3Ti (рисунок 4.1.14). В сплаве с содержанием Ti 0,5% количество интерметаллидной фазы мало, с увеличением титана ее количество заметно возрастает. После

гетерогенизационного отжига прирост твердости в среднем составляет 20 единиц, что обусловлено выделением дисперсоидов $Al_3(Sc,Zr)$.

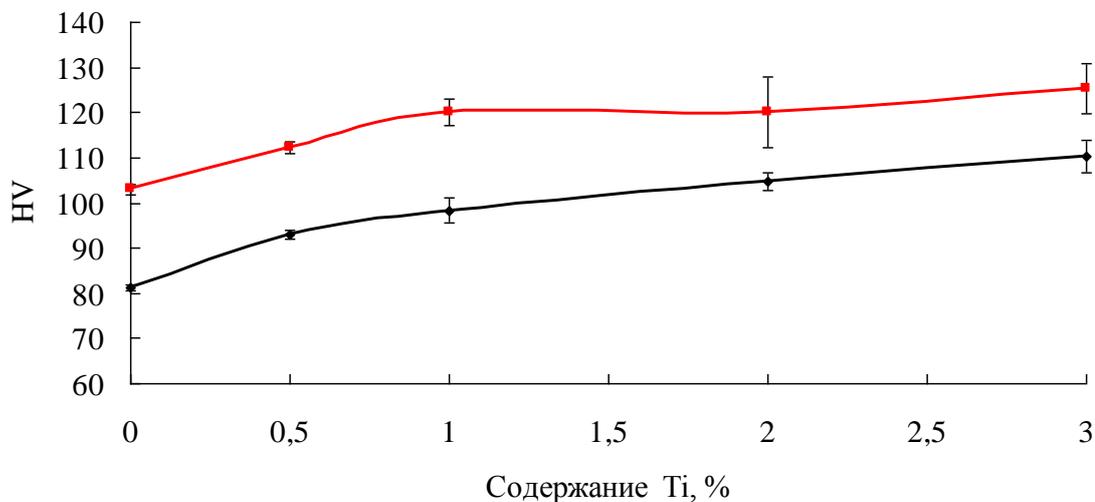


Рисунок 4.1.13 – Зависимость микротвердости после ЛП областей от содержания титана в исходном (нижний график) и термообработанном (верхний график) состояниях

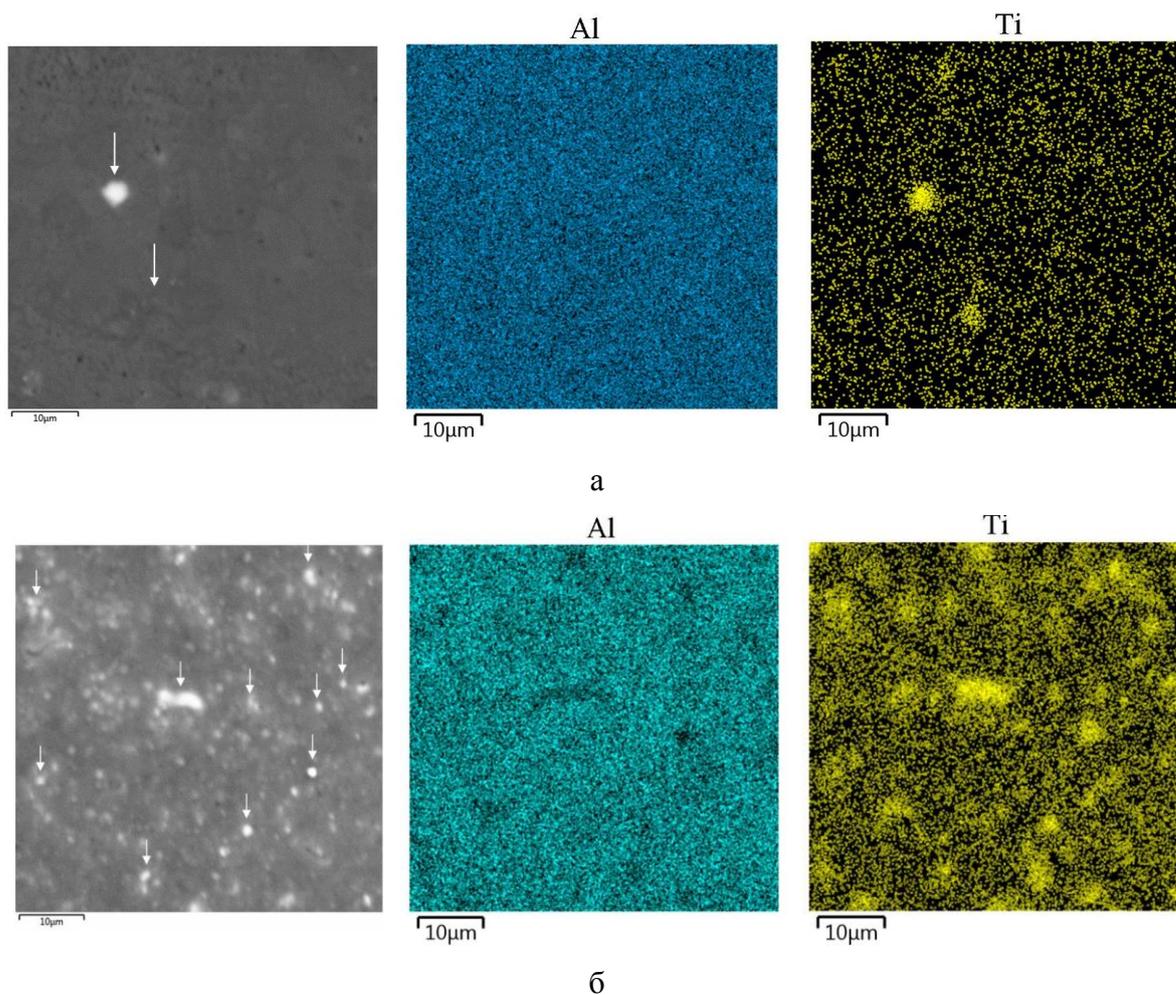


Рисунок 4.1.14 – Типичная микроструктура сплава 1545K с добавкой (а) 0,5% Ti и (б) 3% Ti (стрелками показана фаза Al_3Ti)

Положительный эффект при модифицировании зеренной структуры наблюдали также при сварке встык прокатанных листов сплава 1545К толщиной 1 мм. Сварку образцов проводили лазером импульсно периодического действия при напряжении 330-340 В, длительности импульсов 12 мс, средней мощности 33,9-36,7 Вт, пиковой мощности 570-610 Вт. Ширина сварного соединения была равна 0,9-1 мм. В сварном шве экспериментального сплава формируется неоднородная структура: зона столбчатых кристаллов по краям шва, зона равноосных кристаллов – в центре (рисунок 4.1.15). Основным дефектом сварного соединения являются кристаллизационные трещины. Видно, что они проходят через центр, пересекая зону равноосных зерен, и имеют продолжение в зоне столбчатых кристаллов.

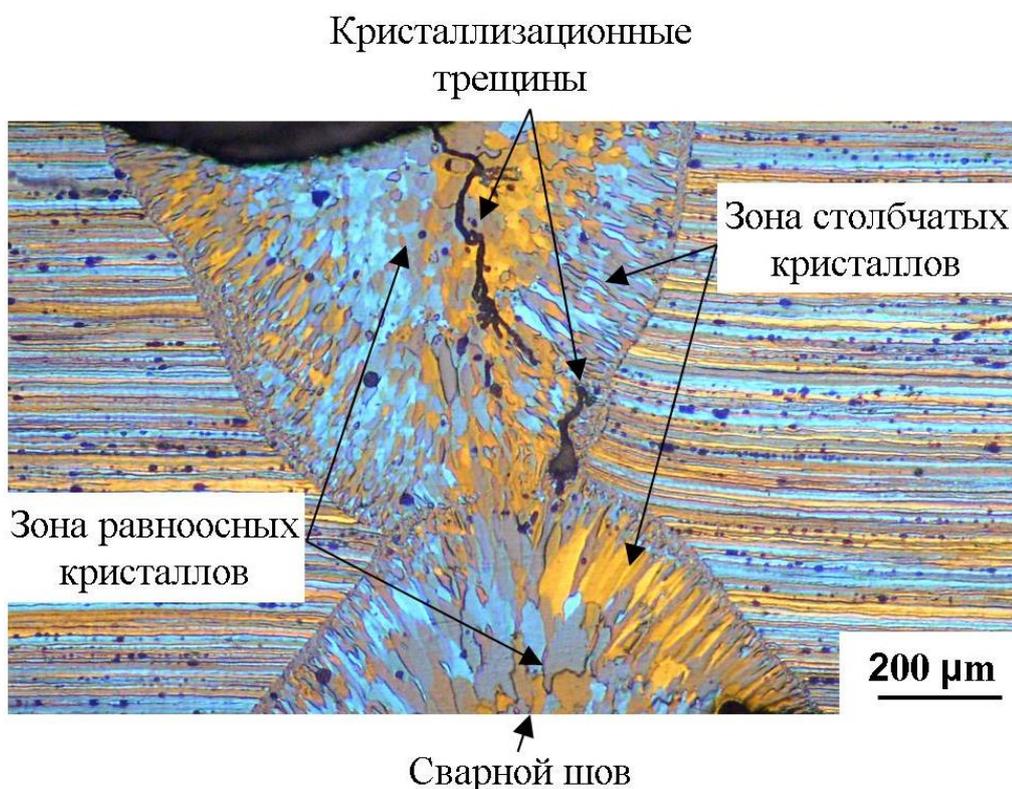


Рисунок 4.1.15 – Микроструктура сварного шва сплава 1545К в поперечном сечении (СМ)

При тех же параметрах импульсной лазерной сварки получены сварные соединения листов экспериментального сплава с применением присадочной ленты состава Al-5%Ti-1%B толщиной 0,2 мм. Ленту помещали между кромок свариваемых листов. Полученная в сварном шве структура с применением присадочной ленты сильно отличается от структуры шва без присадок (рисунок 4.1.16). Главными отличиями являются отсутствие зоны столбчатых кристаллов и кристаллизационных трещин, микроструктура шва равномерна и состоит из мелких равноосных зерен со средним размером $4\pm 0,2$ мкм.

Отсутствие кристаллизационных трещин, также как и в ЛП областях в образцах с добавкой титана, можно объяснить равномерным перераспределением жидкой фазы в ЭИК. В структуре сварного шва было выявлено большое количество фазы TiB_2 , а Zr и Sc однородно распределены в алюминиевом твердом растворе (рисунок 4.1.17 а).

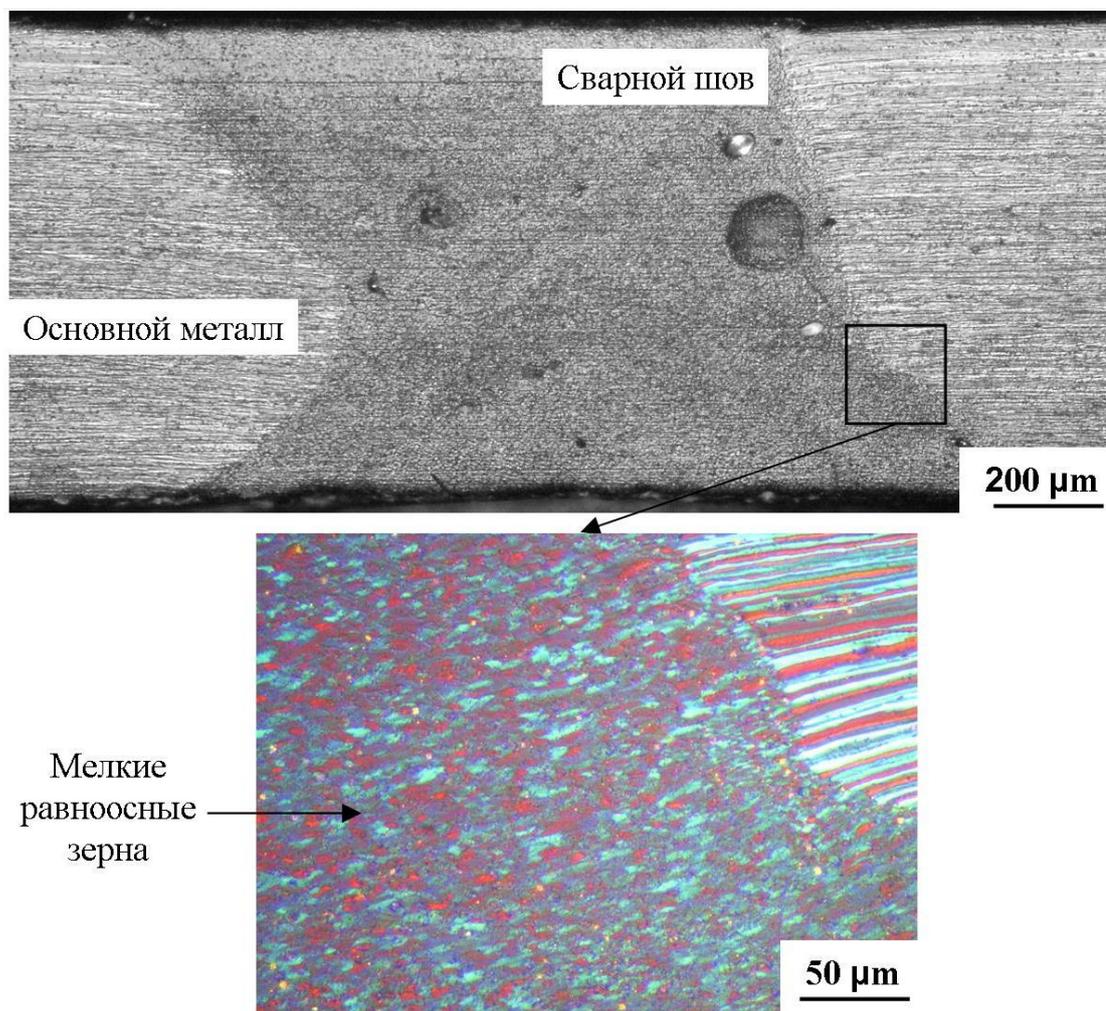
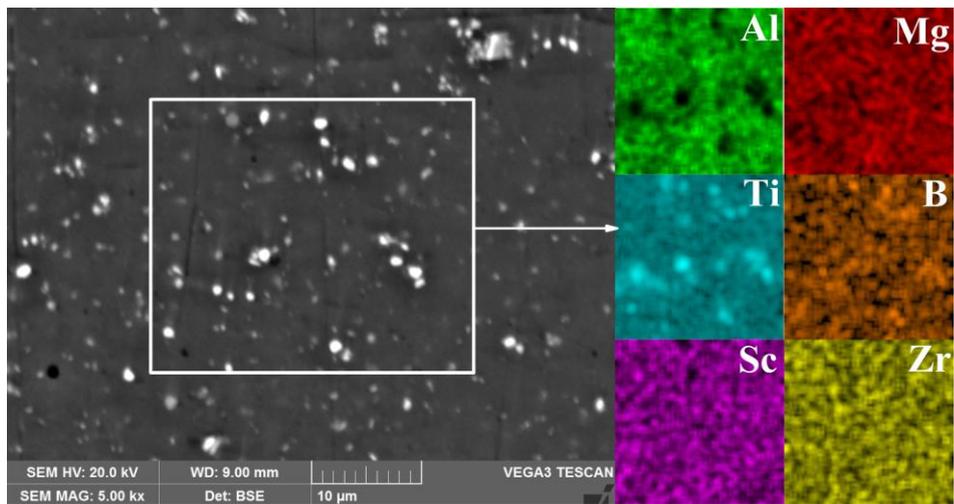
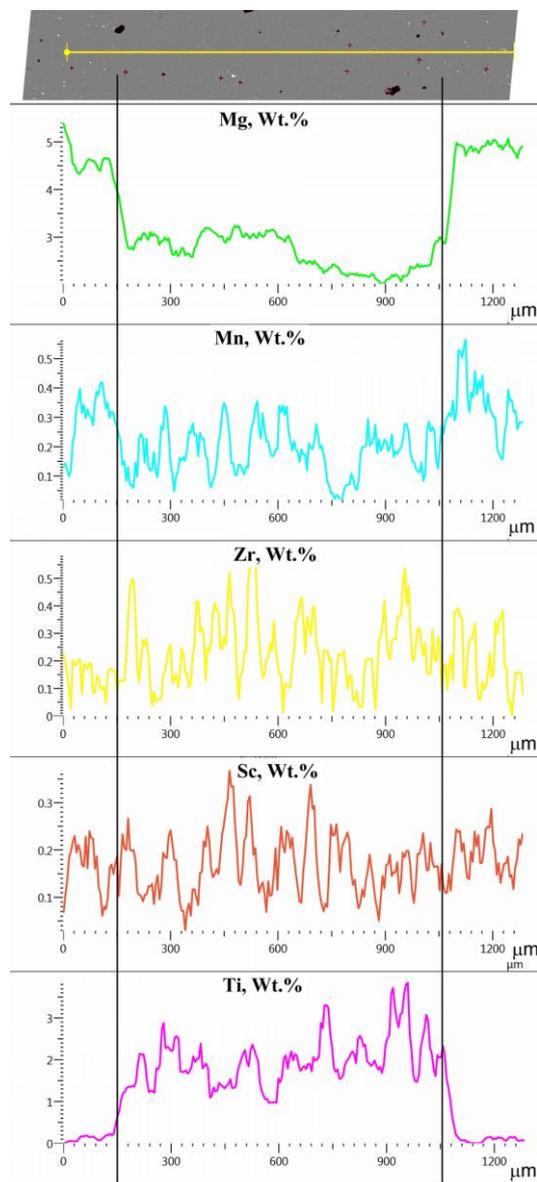


Рисунок 4.1.16 – Микроструктура сварного шва сплава 1545К с присадочной лентой Al-5%Ti-1%B в поперечном сечении



a



б

Рисунок 4.1.17 – Распределение легирующих элементов в сварном шве сплава 1545К с присадочной лентой Al-5%Ti-1%B (СЭМ)

Однако, при сварке сплавов с присадочным материалам сильно отличного состава, в сварном шве будет наблюдаться формирование третьего состава, который является промежуточным между составом свариваемого материала и присадки. Так, сварной шов сплава 1545К с добавлением присадочной ленты Al-5%Ti-1%B имеет следующий состав: 2,8% Mg; 0,2% Mn; 0,05% Zr; 0,15% Sc и 2,1% Ti (рисунок 4.1.17 б).

Микротвердость сплава и сварного шва с присадочной лентой Al-5%Ti-1%B в исходном состоянии и после отжига при температуре 370 °С 6 часов представлена на рисунке 4.1.18. Микротвердость основного металла составляет 150 HV, сварного шва – 98 HV. После отжига при температуре 370 °С 6 часов в основном металле отмечен эффект разупрочнения на 30 HV. В сварном шве напротив наблюдается эффект упрочнения, микротвердость возрастает до 142 HV, что связано с выделением интерметаллидов фазы $Al_3(Sc,Zr)$.

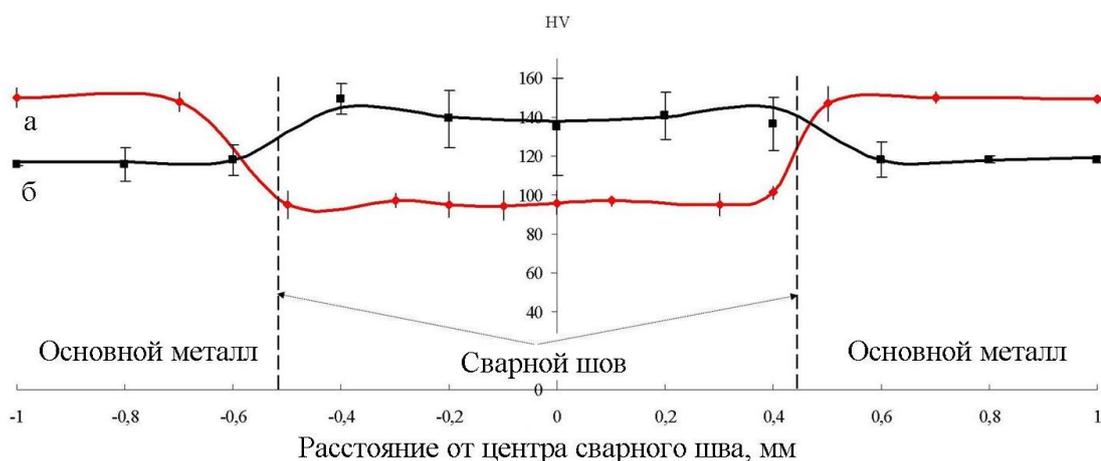


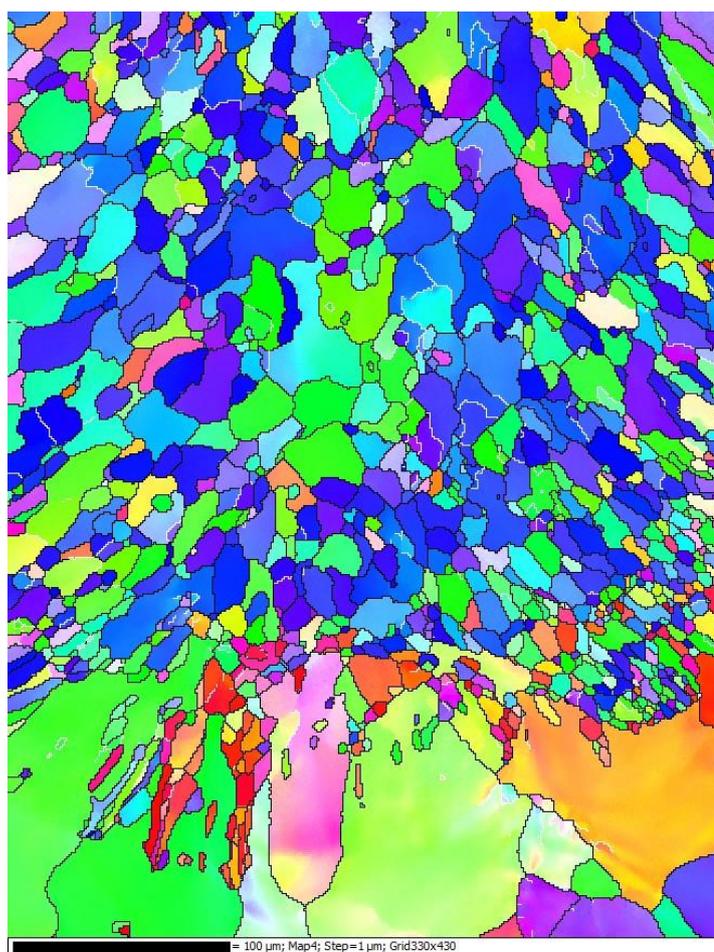
Рисунок 4.1.18 – Микротвердость сварного шва в поперечном направлении – (а) сварка с присадочной лентой Al-5%Ti-1%B, (б) сварка с присадочной лентой Al-5%Ti-1%B и отжиг 370 °С 6 ч.

Предел прочности основного металла и сварного шва представлены в таблице 4.1.1. Прочность шва при сварке с присадочной лентой значительно выше и составляет 260 МПа. Такая же прочность у сплава 1545К в литом состоянии. Отжиг при температуре 370 °С 6 часов приводит к упрочнению, предел прочности возрастает до 320 МПа. что составляет 85% от прочности основного металла в том же состоянии.

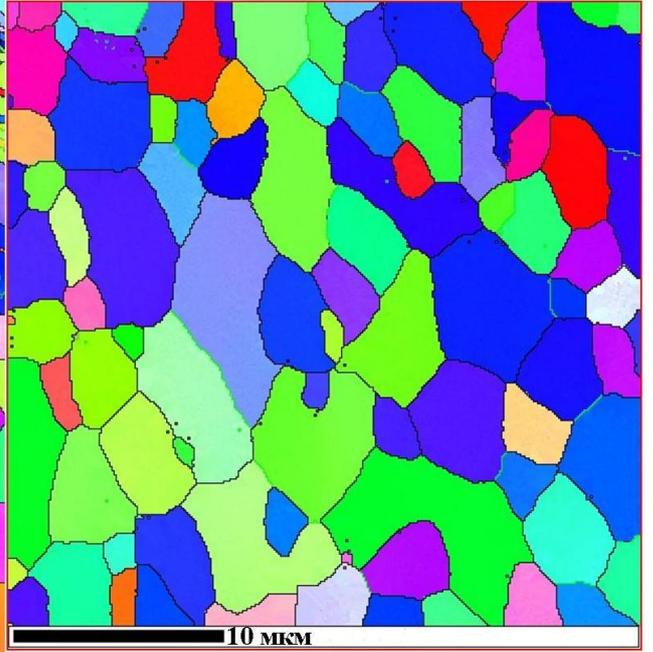
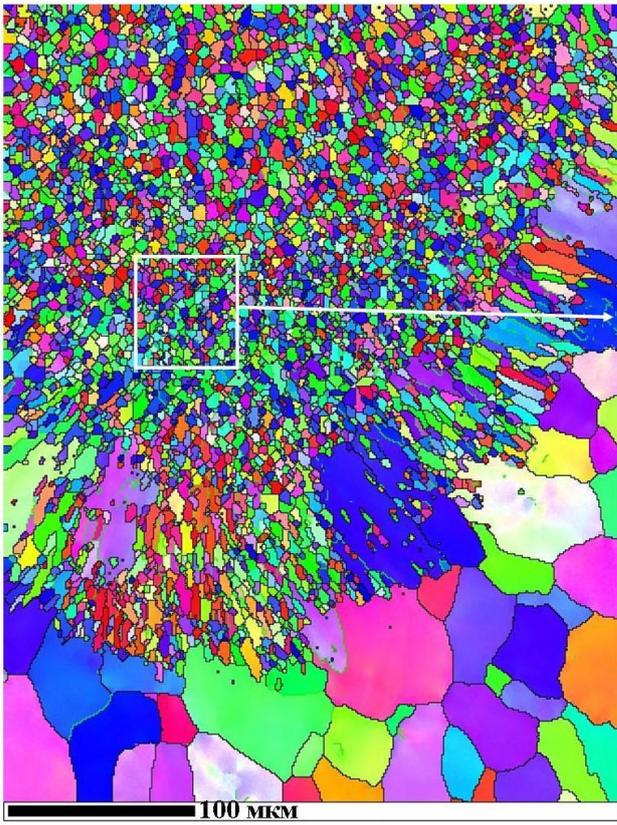
Таблица 4.1.1 – Предел прочности исследуемого сплава в разных состояниях

Состояние	$\sigma_{\text{в}}$, МПа
сплав 1545К, литое	268 ± 8
Сплав 1545К, отжиг в литом состоянии при температуре 370 °С 6 ч	360 ± 10
Сварка встык сплава Al-2,8%Mg-0,2%Mn-0,05%Zr-0,15%Sc-2,1%Ti	260 ± 7
Сварка встык сплава Al-2,8%Mg-0,2%Mn-0,05%Zr-0,15%Sc-2,1%Ti отжиг при температуре 360 °С 6 ч	320 ± 8

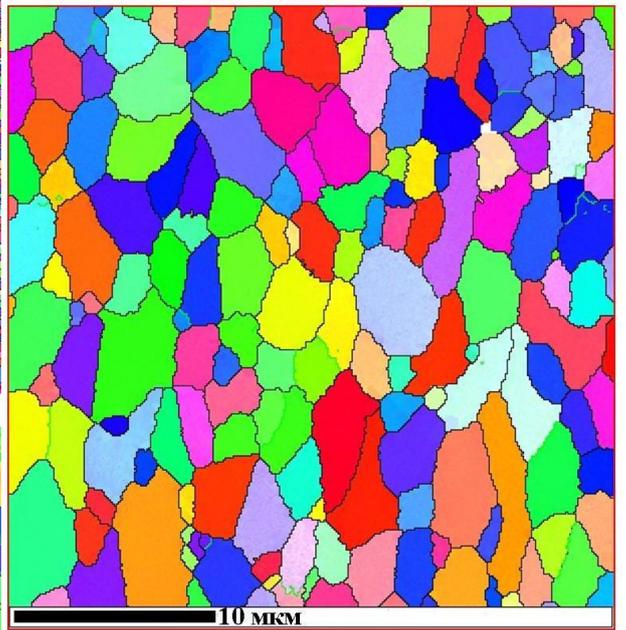
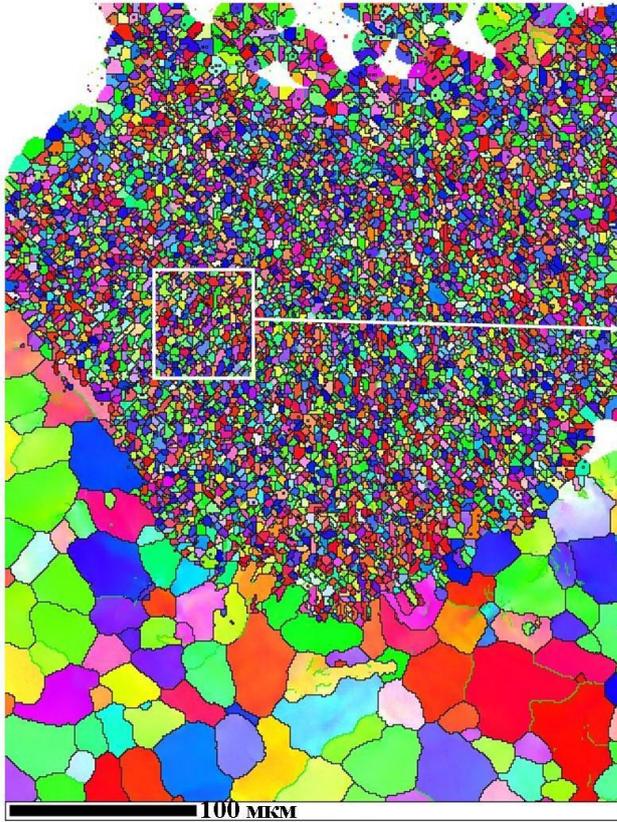
Сплав AA7020 дополнительно легированный титаном и бором в таких же концентрациях как и сплав 1545К подвергнут ЛП при мощностях лазерного излучения 26,3 – 46,7Вт. На рисунке 4.1.19 приведены изображения микроструктур сплавов в поперечном направлении, полученные методом дифракции обратно рассеянных электронов, полученные при мощности 42,5 Вт.



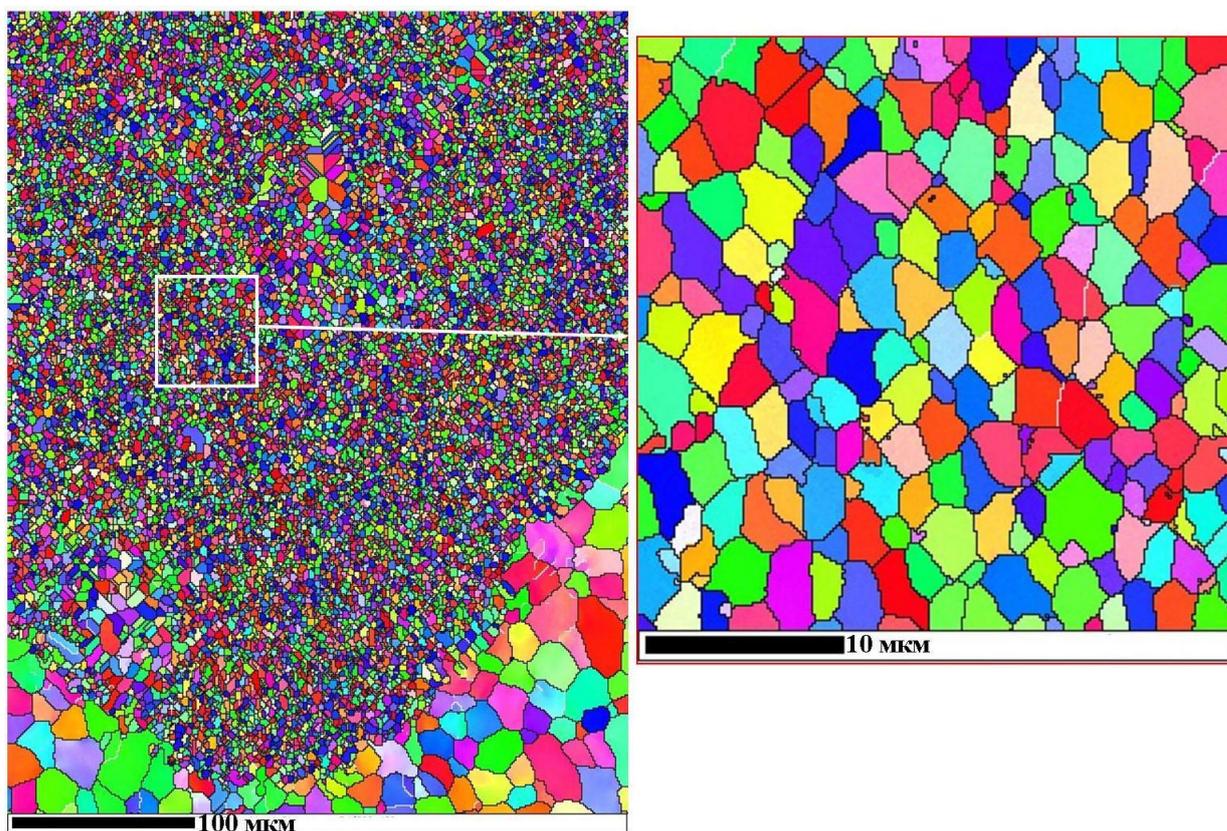
а



6



B



г

Рисунок 4.1.19 – EBSD анализ структуры сплава AA7020 с содержанием (а) 0,5 %Ti, (б) 1 %Ti, (в) 2 %Ti, (г) 3 %Ti Ti в поперечном сечении после ЛП мощностью 42,7 Вт.

Видно, что при добавке 0,5% Ti в исследуемый сплав эффект модифицирования небольшой, в структуре по-прежнему присутствуют локальные участки вытянутых кристаллов (рисунок 4.1.19 а). Средний размер зерна равен 28,6 мкм. С увеличением Ti до 1 % столбчатые кристаллы обнаруживаются только на границе с основным металлом, однако видно, что их толщина намного меньше, чем в сплаве с 0,5% Ti (рисунок 4.1.19 б). Большой объем после ЛП занят равноосными кристаллами. Их средний размер заметно уменьшается и равен 5,8 мкм. С повышением концентрации Ti до 2 и 3 % столбчатые кристаллы не выявляются, весь объем обработанных областей занят равноосными зернами (рисунок 4.1.19 в,г). Средний размер равноосных зерен для сплава AA7020 с содержанием 2% Ti и 3% Ti равен 3,4 и 2,5 мкм соответственно. Кристаллизационные трещины в модифицированных сплавах обнаружены не были. Из проведенного эксперимента установлено положительное влияния титана и бора на снижение склонности сплава AA7020 к образованию кристаллизационных трещин в условиях лазерного плавления, сопровождающего высокой скоростью охлаждения. Механизм действия титана и бора такой же как и в сплаве 1545К и заключается в равномерном распределением жидкого металла между множеством зародившихся мелких кристаллов в ТИХ, что позволяет

заполнять зародившиеся трещины при линейной усадке во время кристаллизации. Как и в предыдущем сплаве было установлено, что добавление титана и бора в сплав AA7020 приводит к небольшому повышению температуры неравновесного солидуса на 1-3 °С и соответственно уменьшению величины ЭИК (рисунок 4.1.20).

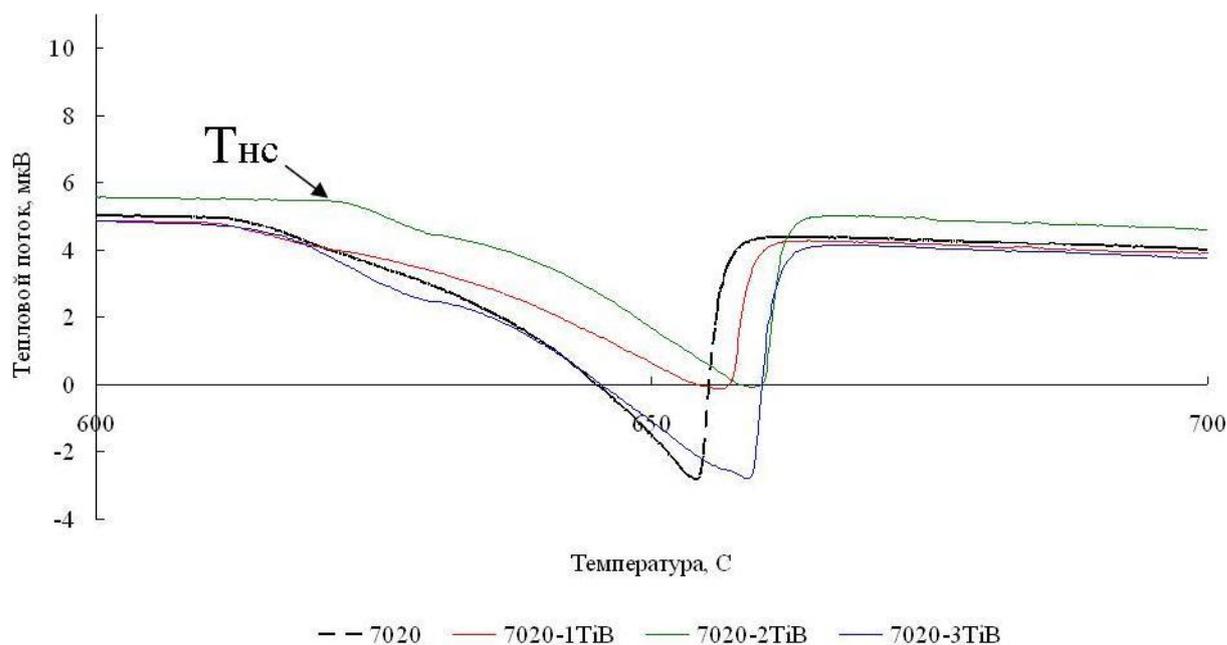


Рисунок 4.1.20 – ДСК кривые сплава AA7020 с разным содержанием Ti и B (нагрев)

Было установлено, что в отличие от циркония и скандия, титан и бор измельчают зернистую структуру алюминиевого сплава независимо от скорости охлаждения в интервале кристаллизации.

Введение титана и бора в сплавы с широким эффективным интервалом кристаллизации приводит не только к уменьшению среднего размера зерна, но и к подавлению столбчатой кристаллизации. Такое изменение структуры приводит к полному устранению кристаллизационных трещин в условиях лазерного плавления при содержании титана более 0,5 %. При этом соотношение титана к бору составляет 5:1. Такое влияние титана и бора на поведение алюминиевых сплавов в интервале кристаллизации объясняется равномерным распределением жидкости и уменьшением эффективного интервала кристаллизации. При содержании титана в количестве 0,5-3 % наблюдается повышение температуры неравновесного солидуса на 6-13 °С. Причем, в отличие от циркония, титан и бор не чувствительны к скорости охлаждения расплава и в присутствии фазы TiB₂ эффект модифицирования проявляется всегда.

4.2 Влияние эвтектикообразующих добавок на структуру и свойства сплавов системы Al-Cu-Mg в условиях лазерного плавления

Сплавы системы Al-Cu-Mg относятся к группе деформируемых термически упрочняемых и широко применяются в автомобильной и авиастроительной промышленности. Наиболее распространенный сплав – Д16 – обладает высоким уровнем характеристик механических свойств, однако имеет высокую склонность к образованию кристаллизационных трещин из-за широкого эффективного интервала кристаллизации, что затрудняет его применение в аддитивном производстве. Синтезированный сплав Д16 методом СЛП имеет дисперсную структуру и характеризуется высоким пределом прочности равным 402 МПа в исходном состоянии и 476 МПа после термической обработки, несмотря на наличие кристаллизационных трещин. Как отмечалось выше, снижение склонности к образованию горячих трещин возможно за счет увеличения количества эвтектики. Благоприятное влияние эвтектики объясняется ее способностью заполнять образующиеся при усадке трещины, препятствовать срастанию первичных дендритов при высоких температурах и сужать эффективный интервал кристаллизации [102].

Целью данного раздела было исследовать влияние эвтектикообразующих добавок церия и иттрия на горячеломкость в условиях лазерной обработки сплава Д16.

Известно, что церий и итрий относятся к группе редкоземельных металлов, причем каждый из них относится к разной подгруппе. Важной особенностью этих элементов является эвтектическое взаимодействие с алюминием с образованием интерметаллических соединений и малая взаимная растворимость элементов в твердом состоянии. Последнее объясняется большим различием в системах упаковки атомов и атомных радиусах элементов. Двойные эвтектики, образуемые в системах Al-Ce, Al-Y при скоростях охлаждения 10^3 - 10^4 °C/с, отличаются очень тонким строением, а в заэвтектических сплавах (при содержании Ce более 2 % и Y – более 3,5 % согласно равновесным диаграммам состояния) образуется квазиэвтектика, также имеющая тонкое строение. Эвтектика отличается высокой термической стабильностью. Частичная коагуляция интерметаллидных составляющих в эвтектике начинается при температуре 400 °C [30].

Сплав Д16 имеет низкую свариваемость плавлением из-за высокой склонности к образованию кристаллизационных трещин которая связана с широким эффективным интервалом кристаллизации, равным примерно 120 °C (рисунок 4.2.1). Расчетная температура солидуса сплава равна 516 °C.

В литом состоянии расчетное количество эвтектики в сплаве Д16 равно 3,1 %. Небольшие добавки церия в сплав в количестве 0,2 и 0,5 % приводят к заметному повышению объемной доли эвтектики до 5,2 и 9,8 % соответственно. А при содержании церия в сплаве в количестве 4 % объемная доля эвтектической составляющей увеличивается до 21,7 %. Добавка итрия в количестве 0,5; 1 и 1,5 % также увеличивает количество эвтектики до 9,3; 13,8 и 16,7 %. На рисунке 4.2.2 представлена микроструктура исследуемых сплавов в литом состоянии.

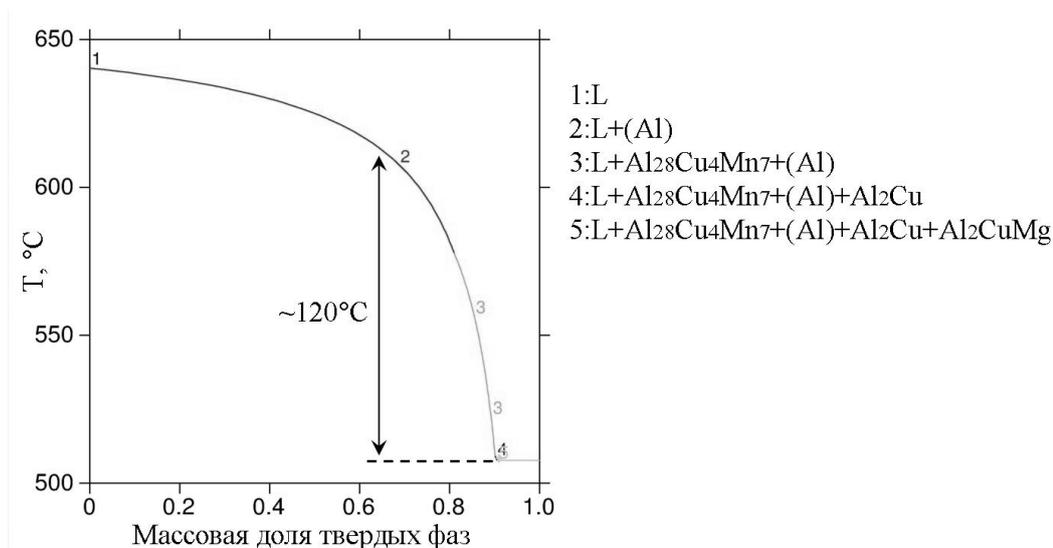
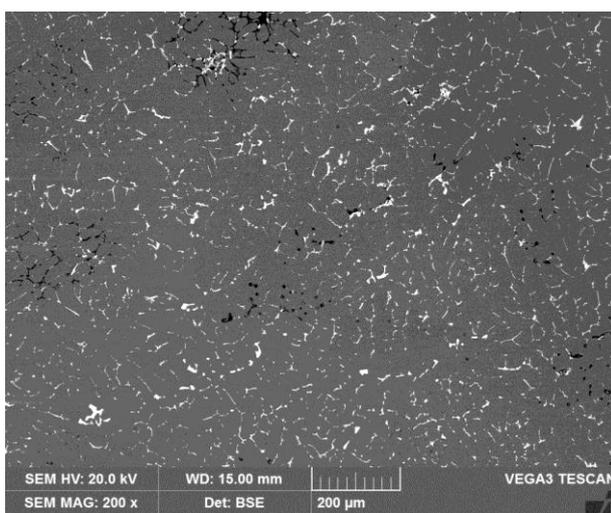
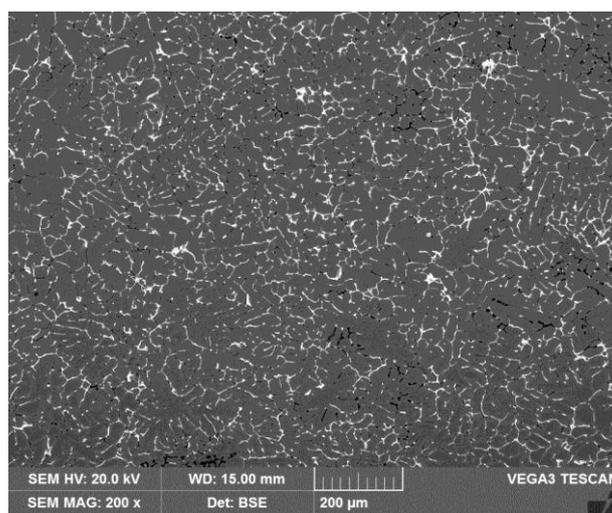


Рисунок 4.2.1 – Расчетная кривая изменения массовой доли твердых фаз при неравновесной кристаллизации сплава Д16



а



б

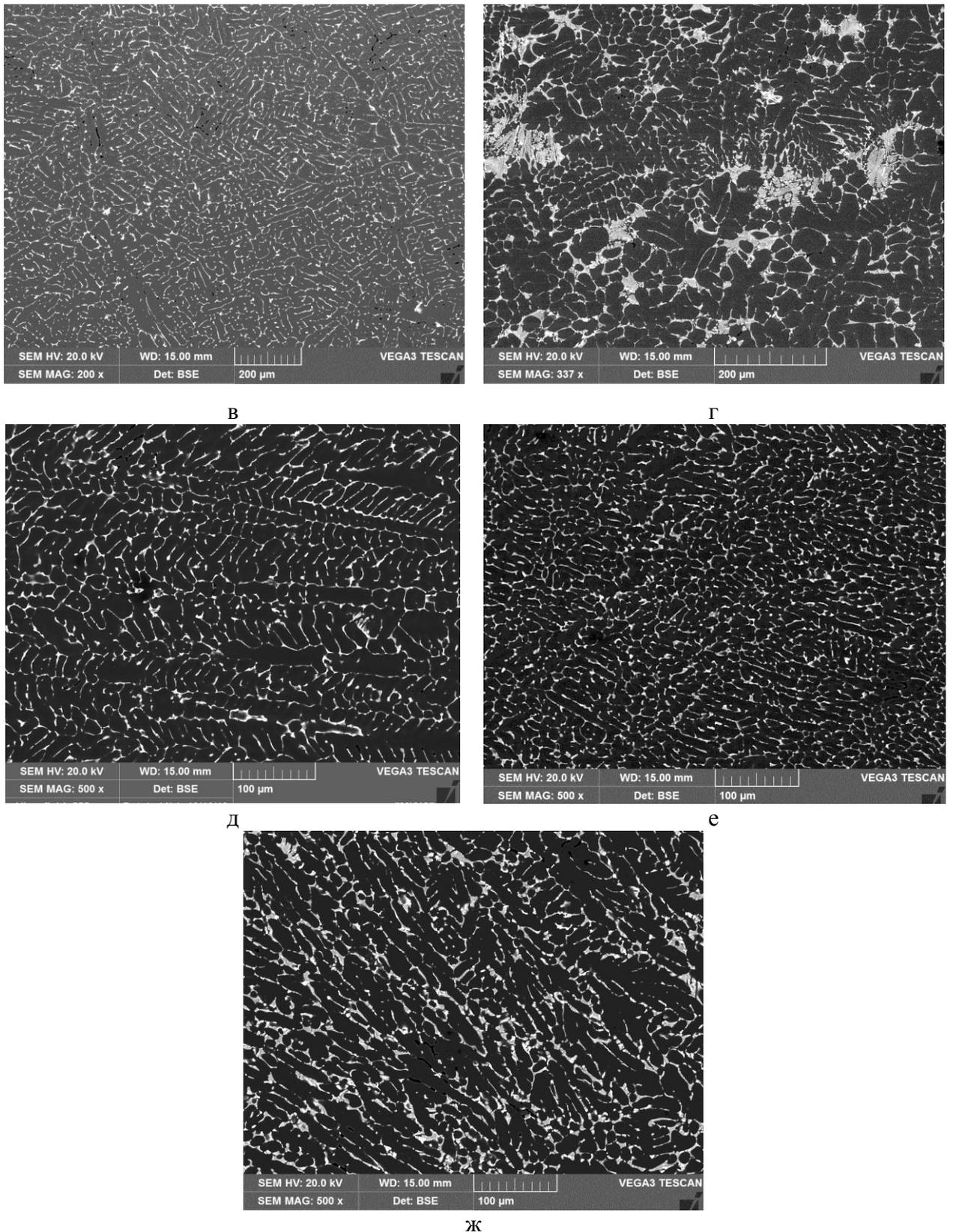


Рисунок 4.2.2 – Типичные микроструктуры сплавов Д16 (а), Д16-0,2Ce (б), Д16-0,5Ce (в), Д16-4Ce (г), Д16-0,5Y (д), Д16-1,0Y (е) и Д16-1,5Y (ж) в литом состоянии (СЭМ)

Сплав типа Д16 имеет следующий фазовый состав: (Al), Al_2Cu , Al_2CuMg и $Al_{20}Cu_2Mn_3$. При добавлении церия в сплав на дифрактограммах появляются новые пики,

которые соответствуют фазе Al_3CeCu (рисунок 4.2.3). Эта фаза имеет эвтектическое происхождение. С увеличением содержания церия в сплавах от 0,2-0,5 % интенсивность пиков от новой фазы возрастает, что указывает на увеличение ее количества, а интенсивность пиков фазы Al_2Cu Al_2CuMg уменьшается. Вероятно, в сплаве Д16-4Ce медь в большей степени идет на образование тройной фазы с церием.

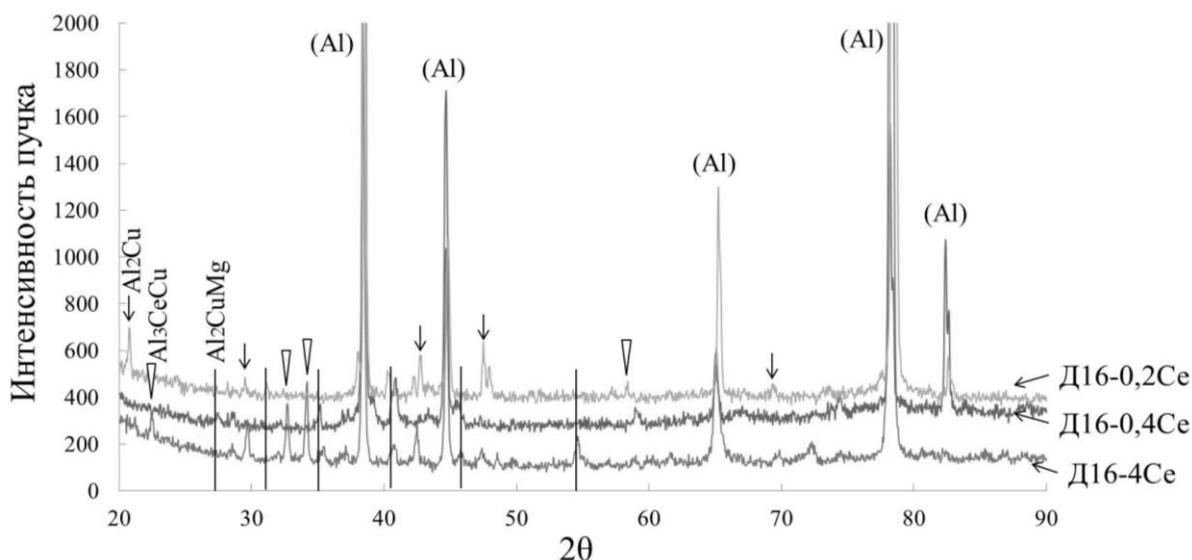


Рисунок 4.2.3 – Дифрактограммы сплавов Д16-хCe в литом состоянии

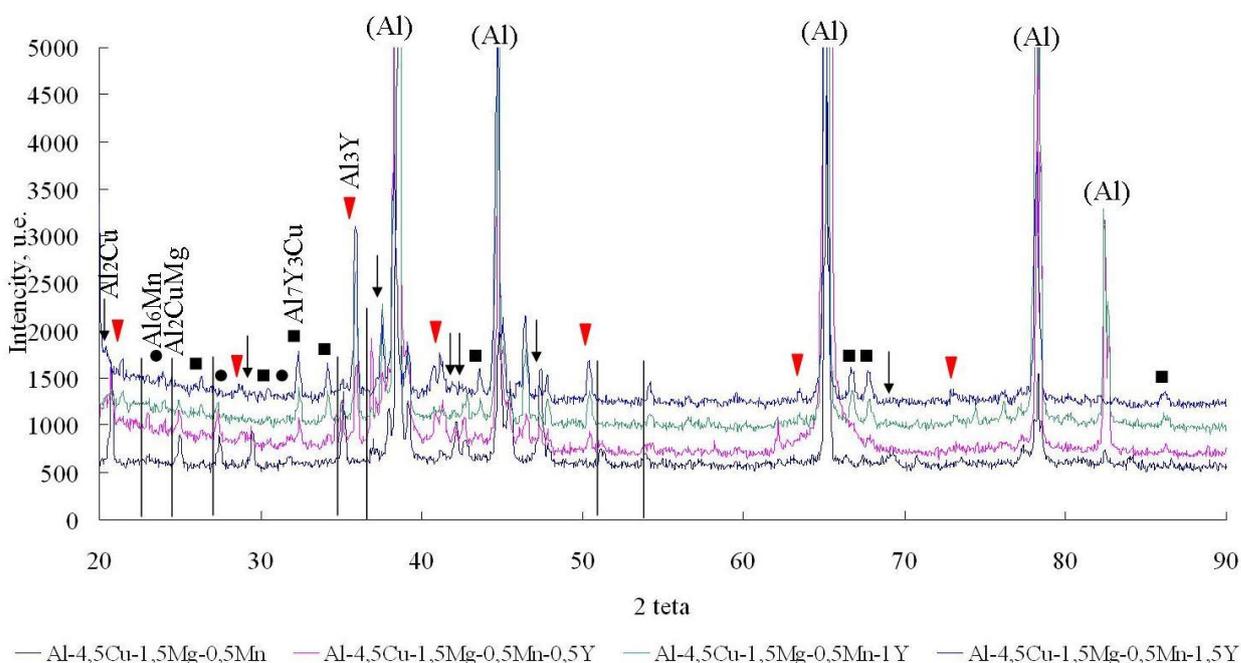


Рисунок 4.2.4 – Дифрактограммы сплавов Д16-хY в литом состоянии

При добавлении иттрия в базовый сплав Д16 на дифрактограмме обнаруживаются новые пики, свидетельствующие о формировании новых фаз Al_3Y Al_7Y_3Cu эвтектического

происхождения. С увеличением концентрации иттрия в сплаве Д16 от 0,5 до 1,5 % установлено, что температура неравновесного солидуса снижается от 507 до 495 °С (рисунок 4.2.5). Церий также снижает температуру неравновесного солидуса на несколько градусов. Такое влияние эвтектикообразующих добавок может быть связано с формированием новых эвтектических фаз, отличающихся более низкой температурой образования.

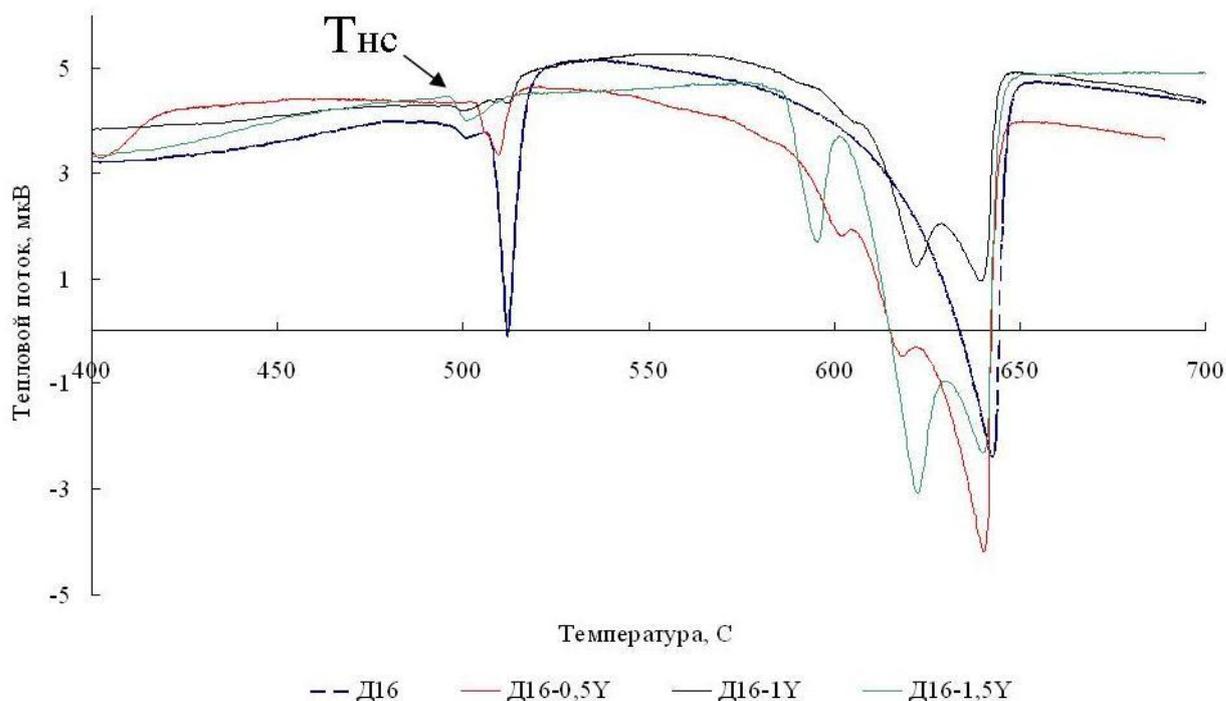
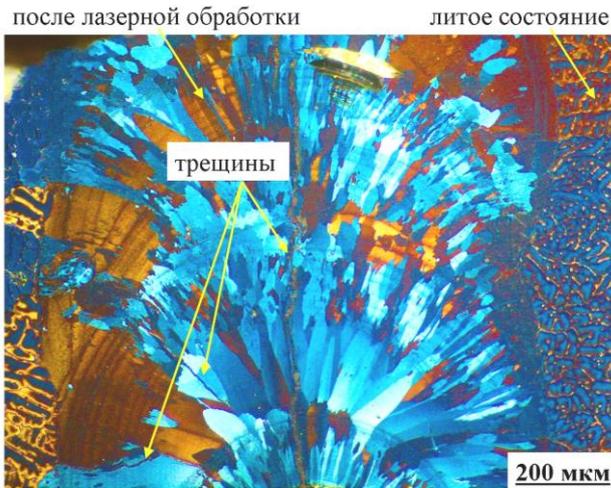


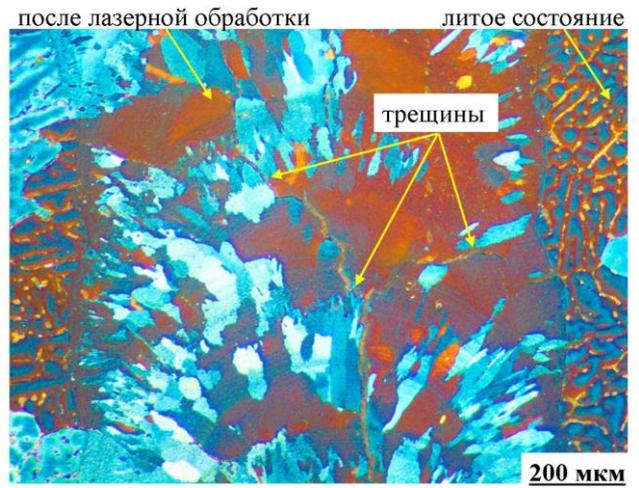
Рисунок 4.2.5 – ДСК кривые сплава Д16 с разным содержанием Y (нагрев)

Экспериментальные сплавы обработаны лазерным излучением с разной мощностью. Обработку поверхности образцов проводили в литом состоянии. Видно, что после лазерной обработки поверхности сплавов размер зерен уменьшается, а также меняется их форма: появляются кристаллы сильно вытянутые в одном направлении (рисунок 4.2.6). Изменения связаны с высокой скоростью охлаждения обработанных лазером участков. По сравнению с литьем сплавов в медную водоохлаждаемую изложницу, где скорость охлаждения составляет 15 К/с, при лазерном плавлении поверхности скорость возрастает на несколько порядков до 10^{4-5} К/с. На рисунке 4.2.6 а,б,в можно наблюдать большое количество кристаллизационных трещин разных размеров. Если в сплаве Д16 и Д16-0,2Се хорошо видна магистральная трещина проходящая через центр переплавленного участка и более мелкие, идущие в стороны от центральной, то в сплаве Д16-0,5Се обнаруживаются лишь мелкие, не связанные между собой трещины, что указывает на снижение горячеломкости с повышением содержания церия от 0 до 0,5%. В сплаве Д16-4Се (рисунок 4.2.6 г) кристаллизационных трещин

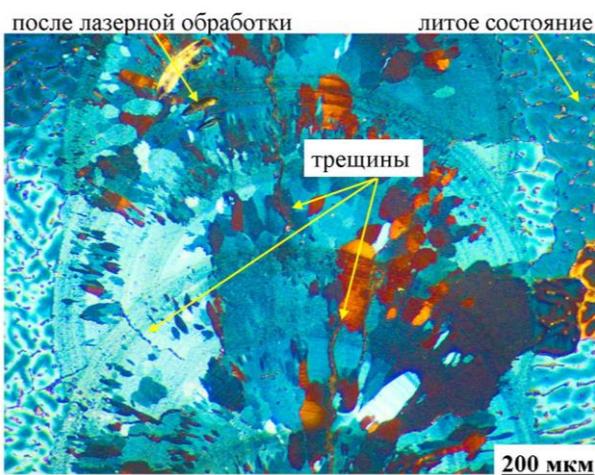
обнаружено не было. Этот сплав демонстрирует низкую склонность к образованию трещин кристаллизационного происхождения при лазерном плавлении.



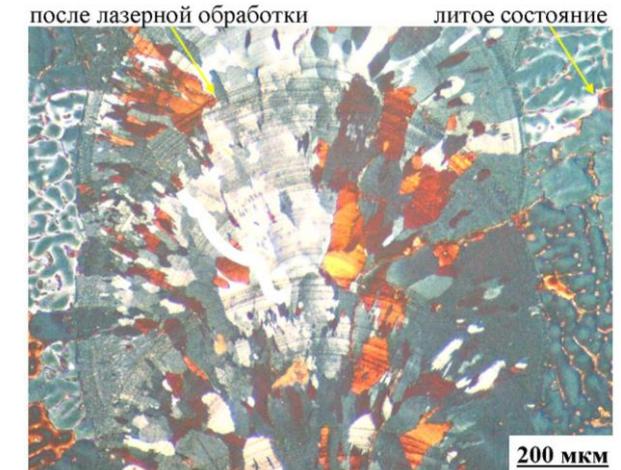
а



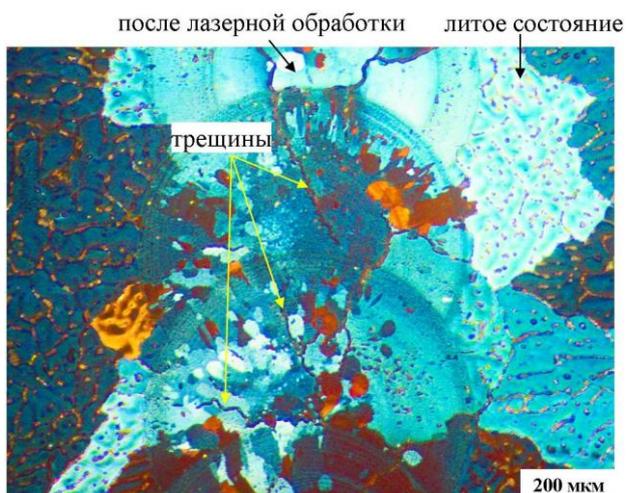
б



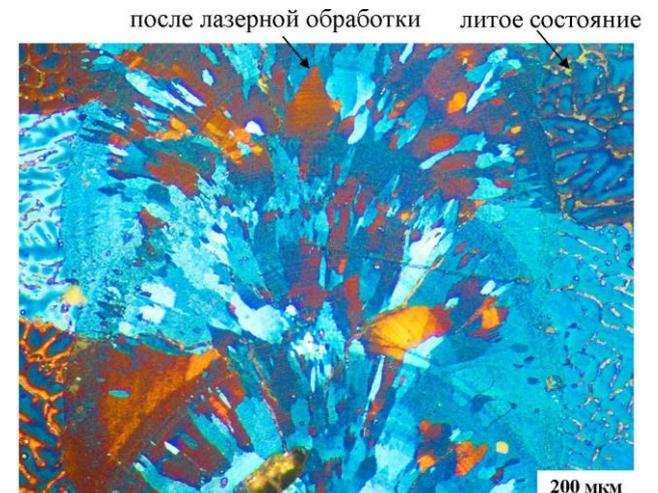
в



г



д



е

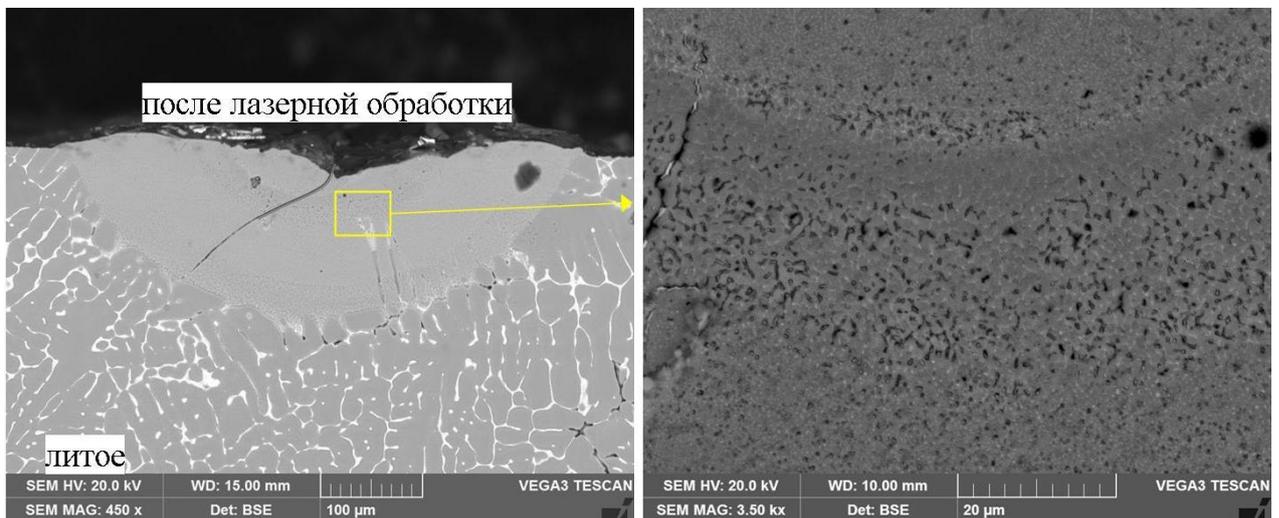


ж

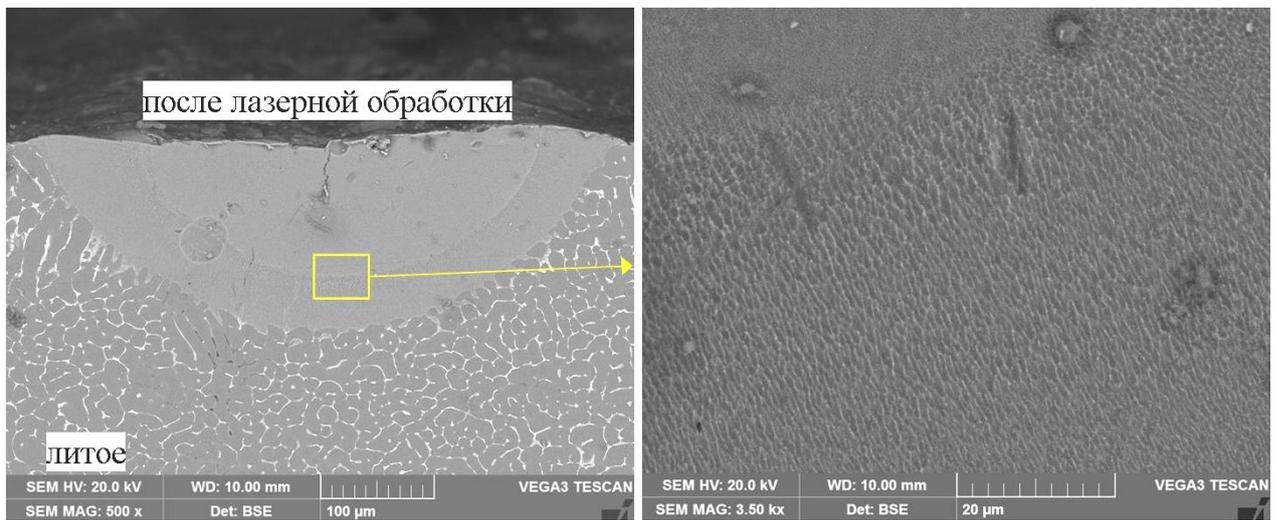
Рисунок 4.2.6 – Типичная микроструктура сплава Д16 (а), Д16-0,2Ce (б), Д16-0,5Ce (в) и Д16-4Ce (г), Д16-0,5Y (д), Д16-1Y (е), Д16-1,5Y (ж) после лазерной обработки (СМ)

Склонность к образованию кристаллизационных трещин в сплаве Д16 значительно снижается при добавлении 1 % Y и более (рисунок 4.2.6 д,е). При его меньшем содержании в сплаве обнаруживаются кристаллизационные трещины (рисунок 4.2.6 ж)

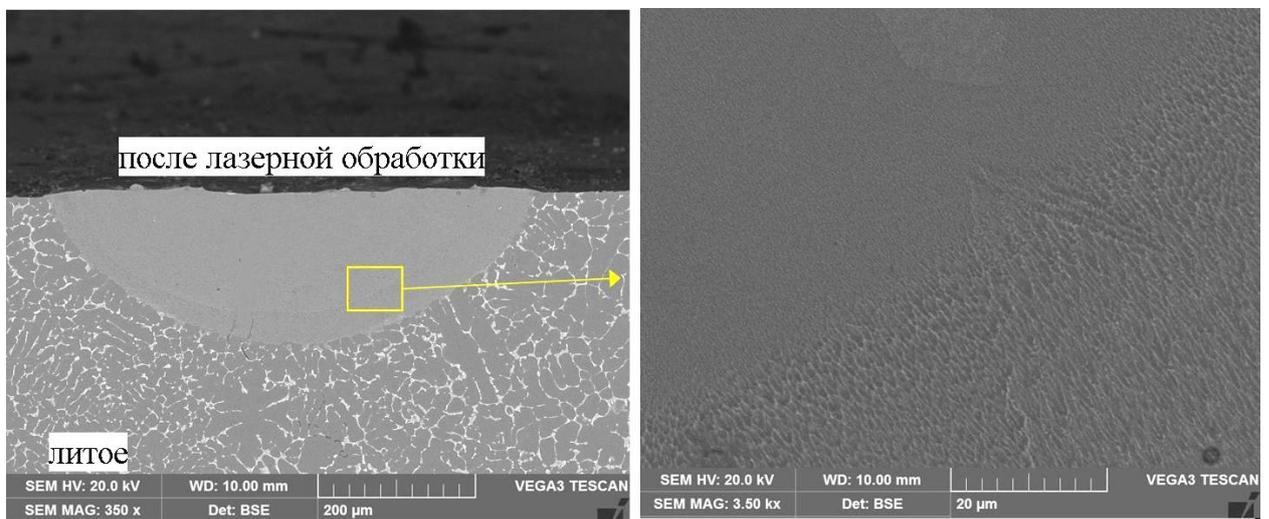
На рисунке 4.2.7 приведены типичные микроструктуры сплавов Д16, Д16-0,5Y, Д16-1Y, Д16-1,5Y после лазерной обработки с одинаковой мощностью излучения.



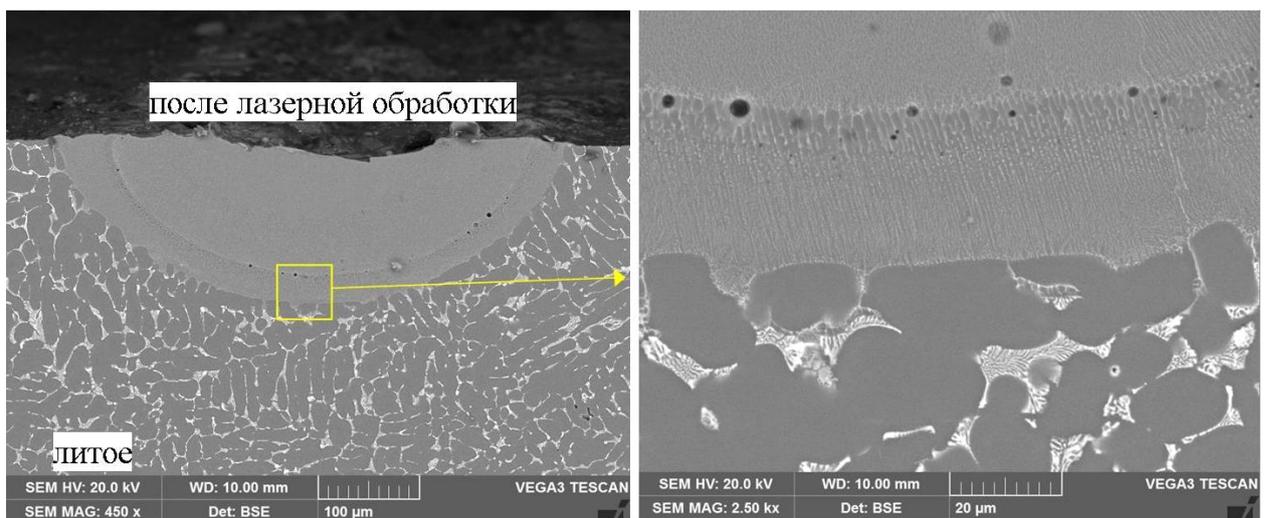
а



б



в



г

Рисунок 4.2.7 – Типичная микроструктура сплава Д16 (а), Д16-0,5Y (б), Д16-1Y (в), Д16-1,5Y (г) после лазерного плавления в режиме отраженных электронов (СЭМ)

В сплавах Д16 без иттрия и с содержанием иттрия 0,5 % в структуре после ЛП обнаружены кристаллизационные трещины. Причем в первом сплаве ее размер значительно больше чем во втором. Структура сплавов с иттрием отличается высокой дисперсностью и тонким строением эвтектических фаз.

На примере сплавов легированных церием изучали зависимость твердости от режимов термической обработки. В процессе гомогенизационного отжига сплавов происходит растворение избыточных фаз Al_2CuMg и Al_2Cu . Во время закалки после отжига образуется пересыщенный твердый раствор меди и магния в алюминии, что повышает твердость сплавов. Однако, как отмечалось выше, количество этих фаз в сплавах отличается, поэтому в исходном сплаве Д16 прирост твердости больше и составляет 50 HV, а в сплавах дополнительно легированных церием – 20-30 HV. Экспериментально было установлено что оптимальным температурным интервалом гомогенизации сплавов с церием является 480-485 °С 3 часа. Более длительная выдержка при этих температурах не требуется, так как твердость сплавов не меняется.

В сплаве Д16-0,2Ce максимальное упрочнение до 188 ± 5 HV достигается после 120 мин старения при температуре 200 °С. С увеличением продолжительности старения до 480 мин твердость снижается до 174 ± 5 HV. При повышении содержания церия с 0,2 до 0,5 % эффект старения уменьшается. Максимальная твердость наблюдается после 180-360 мин. выдержки при температуре 200 °С и составляет 160 ± 5 HV. Максимальный прирост твердости в сплавах Д16-0,2Ce, Д16-0,5Ce и Д16-4Ce после искусственного старения по сравнению с гомогенизированным и закаленным состоянием составляет 56, 33 и 19 HV соответственно. Из анализа этих данных следует, что с увеличением содержания церия в сплавах количество растворимых фаз Al_2Cu , Al_2CuMg уменьшается, так как медь идет на образование тройной фазы с церием. Соответственно при нагреве перед закалкой в твердый раствор переходит меньше меди, что понижает эффект старения.

Оптимальными режимами старения являются: температура 200 °С 60-120 мин при содержании церия 0,2 %, 240-360 мин при содержании церия 0,5% и 120-180 мин при содержании церия 4 %Ce.

Образцы с обработанной лазером поверхностью были подвергнуты отжигу, закалке и старению по ранее выбранным режимам. На рисунке 4.2.8 приведены значения твердости для сплавов в состоянии 1 и 2, где 1 – литье, отжиг, закалка и старение, 2 – лазерная обработка, отжиг, закалка и старение. После лазерного плавления наблюдается повышение твердости в сплавах в среднем на 15-20 HV, что обусловлено как измельчением зерна так и фазовых составляющих сплавов.

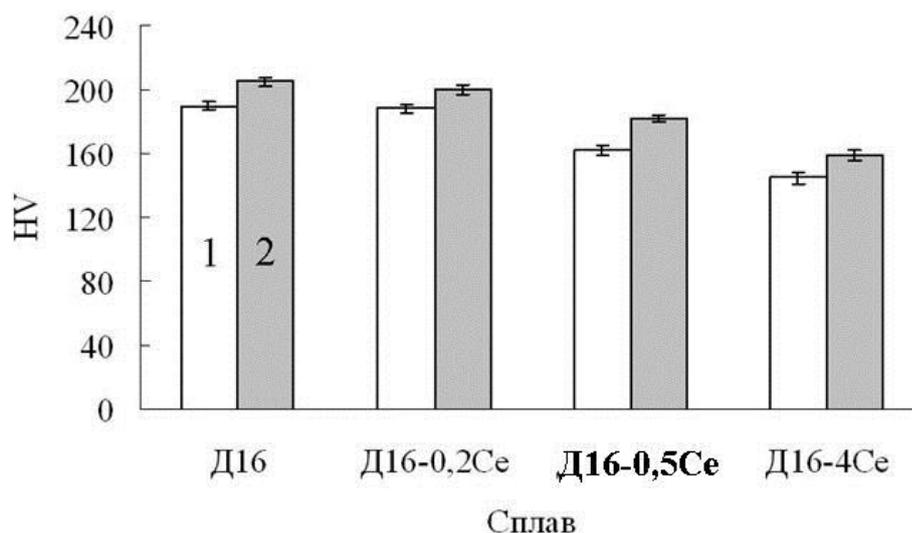
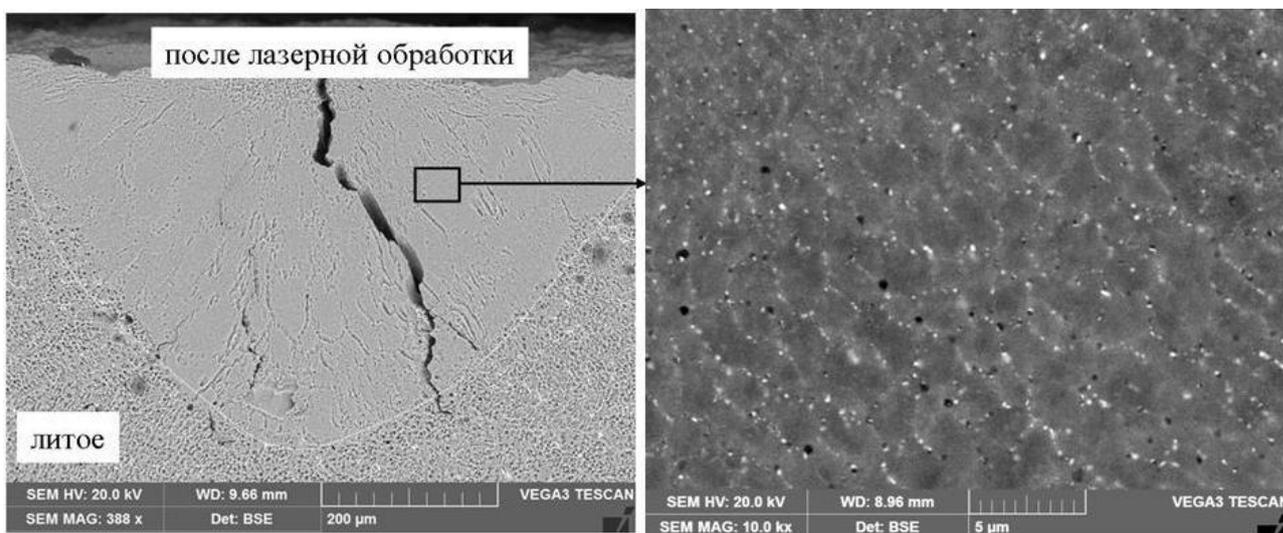
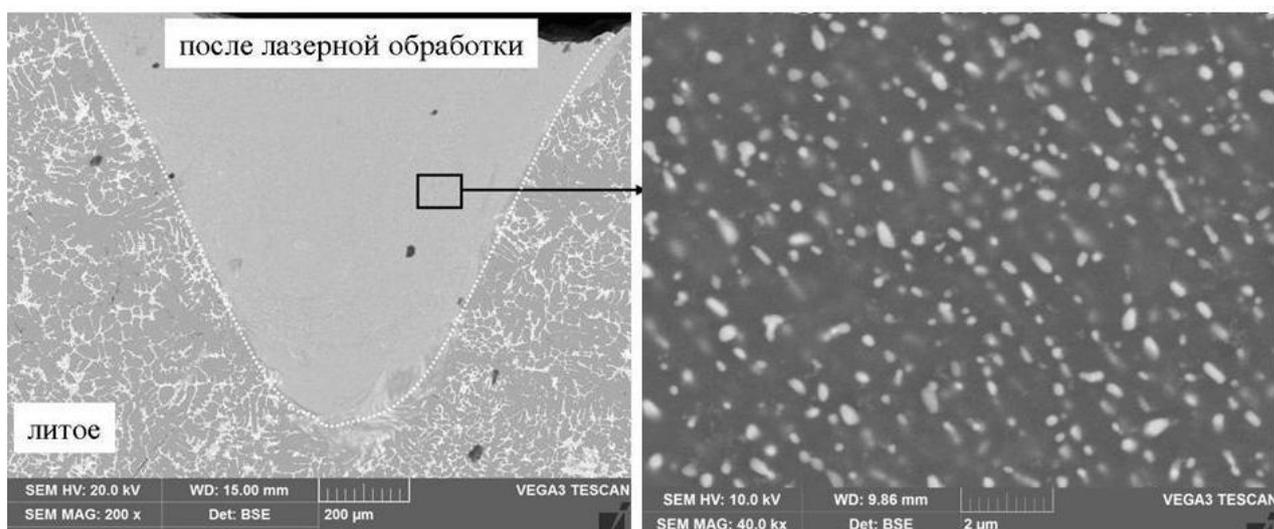


Рисунок 4.2.8 – Изменение твердости сплавов в закаленном и искусственно состаренном состоянии до (1) и после (2) лазерной обработки

На рисунке 4.2.9 приведены типичные микроструктуры сплавов после лазерного плавления и термической обработки. В сплаве Д16-0,2Ce фазы эвтектического происхождения расположены преимущественно по границам дендритных ячеек. Видно, что в результате высокотемпературного отжига эвтектические фазы фрагментированы. В сплаве Д16-4Ce эвтектика также фрагментирована, а межэвтектические пространства соизмеримы с эвтектическими включениями.



а



б

Рисунок 4.2.9 – Типичная микроструктура сплава Д16-0,2Ce (а) и Д16-4Ce (б) после лазерного плавления и термической обработки в режиме отраженных электронов (СЭМ)

Таким образом, проведенные исследования демонстрируют положительное влияние эвтектикообразующих элементов Ce и Y понижают температуру неравновесного солидуса что связано с образованием новых фаз Al_3CeCu , Al_3Y и Al_7Y_3Cu эвтектического происхождения, появление которых приводит к увеличению объемной доли эвтектики и как результат к снижению горячеломкости сплава Д16 в условиях лазерного плавления. Полное устранение кристаллизационных трещин наблюдается при содержании этих элементов более 0,5 %. Добавки Ce и Y образуют двойные и тройные фазы с алюминием и медью, что приводит к уменьшению количества основных упрочняющих медьсодержащих фаз в сплаве, что в целом снижает эффект упрочнения после термической обработки.

Выводы по главе 4

1. Установлено, что добавление циркония и скандия в сплав Al-5%Mg в количествах 0,6 и 0,5 % соответственно положительно влияет на его структуру и свойства при лазерном плавлении. В условиях, когда мощность лазерного излучения выше 40 Вт, которой соответствует плотность энергии 135 Дж/мм^3 и температура основного металла выше $190 \text{ }^\circ\text{C}$ достигается такая степень переохлаждения, при которой цирконий проявляет модифицирующие свойства, благодаря чему структура становится полностью однородной и состоит из равноосных зерен.

2. Введение титана и бора в сплавы с широким эффективным интервалом кристаллизации приводит не только к измельчению зеренной структуры, но и к подавлению развития столбчатой кристаллизации. Такое изменение структуры приводит к

полному устранению кристаллизационных трещин в условиях лазерного плавления при содержании титана 0,5 % и более. При этом соотношение титана к бору составляет 5:1. Такое влияние титана и бора на поведение алюминиевых сплавов в интервале кристаллизации объясняется равномерным распределением жидкости и уменьшением эффективного интервала кристаллизации. При содержании титана в количестве 0,5-3 % наблюдается повышение температуры неравновесного солидуса на 6-13 °С. Причем, в отличие от циркония, титан и бор не чувствительны к скорости охлаждения расплава и в присутствии фазы TiB_2 эффект модифицирования проявляется всегда

3. Исследовано влияние церия и иттрия на структуру и свойства сплава типа Д16 в условиях лазерной обработки. Установлено, что при легировании базового сплава церием образуется тройная фаза Al_3CeCu , а при легировании иттрием – фазы Al_3Y и Al_7Y_3Cu эвтектического происхождения, что приводит к увеличению объемной доли неравновесных эвтектических фаз в сплавах с 0,2; 0,5 и 4% церия до 5,2; 9,8 и 19,7 % соответственно, в сплавах с 0,5; 1 и 1,5 % иттрия до 9,3; 13,8 и 16,7 % соответственно.

4. Показано, что при лазерной обработке поверхности в сплаве Д16 и Д16-0,2Ce формируются глубокие трещины кристаллизационного происхождения, идущие через центр обработанной области. С повышением содержания церия до 0,5 %, размер и глубина кристаллизационных трещин уменьшается. В сплаве, легированном 4 % церия кристаллизационные трещины не образуются. В сплаве с содержанием 0,5 % Y в структуре были обнаружены кристаллизационные трещины. В сплавах, содержащих 1 % Y и более, кристаллизационные трещины отсутствуют.

5. Установлено, что Ce и Y понижают температуру неравновесного солидуса что связано с образованием новых фаз Al_3CeCu , Al_3Y и Al_7Y_3Cu эвтектического происхождения

6. Добавки Ce и Y образуют тройные фазы с алюминием и медью, что приводит к уменьшению количества основных упрочняющих медьсодержащих фаз в сплаве, что в целом снижает эффект упрочнения после термической обработки.

ГЛАВА 5 РАЗРАБОТКА НОВЫХ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ ДЛЯ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА

5.1 Структурообразование в области действия одиночного импульса

Поиск и разработка новых перспективных материалов для аддитивного производства является ключевым направлением исследований. Наибольший интерес представляют сплавы, легированные переходными металлами и эвтектикообразующими элементами, т.к. первые могут существенно повысить прочность и жаропрочность материала, а вторые улучшить технологичность и снизить склонность к образованию кристаллизационных трещин. Однако в литературе отсутствует информация об особенностях структурообразования в таких сплавах и как она меняется в зависимости от условий кристаллизации.

Из гранульной металлургии известны следующие системы: Al-Fe-Mn, Al-Fe-Cr, Al-Mn-Zr, Al-Cu-Mg-Me (Me – Ni, Fe, Mn, Cr,Zr), Al-Zn-Mg-Me (Me – Ti, Zr, Mn, Cr, V). Добавки переходных металлов образуют как двойные Al_3Zr , Al_6Mn , Al_3Fe , Al_7Cr , так и более сложные $(Al,Cr)_3Zr$ интерметаллиды. За счет высоких скоростей охлаждения равных 10^4 - 10^6 К/с интерметаллиды сильно измельчаются и заметно повышают жаропрочность сплавов, не оказывая отрицательного влияния на пластичность. Перечисленные переходные металлы образуют с алюминием системы эвтектического типа, поэтому также благоприятно влияют на снижение их горячеломкости за счет увеличения объемной доли эвтектики.

В данной главе в качестве экспериментальных выбраны эвтектикосодежащие сплавы системы Al-Fe-Ni. Железо и никель обычно вводят в алюминиевые сплавы в небольших концентрациях (до 1,3 масс.%) с целью получения тугоплавких алюминидов, содержащих Fe и Ni, которые повышают жаропрочность сплавов. Более высокие концентрации Fe и Ni в алюминиевых сплавах приводят к образованию избыточных фаз кристаллизационного происхождения неблагоприятной морфологии, что сильно снижает пластичность. Однако если рассматривать эти сплавы в качестве перспективных материалов для аддитивных технологий, концентрацию легирующих элементов можно повышать.

В качестве экспериментальных сплавов выбраны 4 состава, указанные в таблице 5.1.1. Все сплавы находятся в одной фазовой области (рисунок 5.1.1).

С помощью программы Thermo-Calc проведен расчет ЭИК по кривым Sheil и определены величины ЭИК для всех сплавов: с увеличением суммарного содержания Fe и Ni от 5 до 12 % ЭИК уменьшается от 12 °С до 1 °С (рисунок 5.1.2).

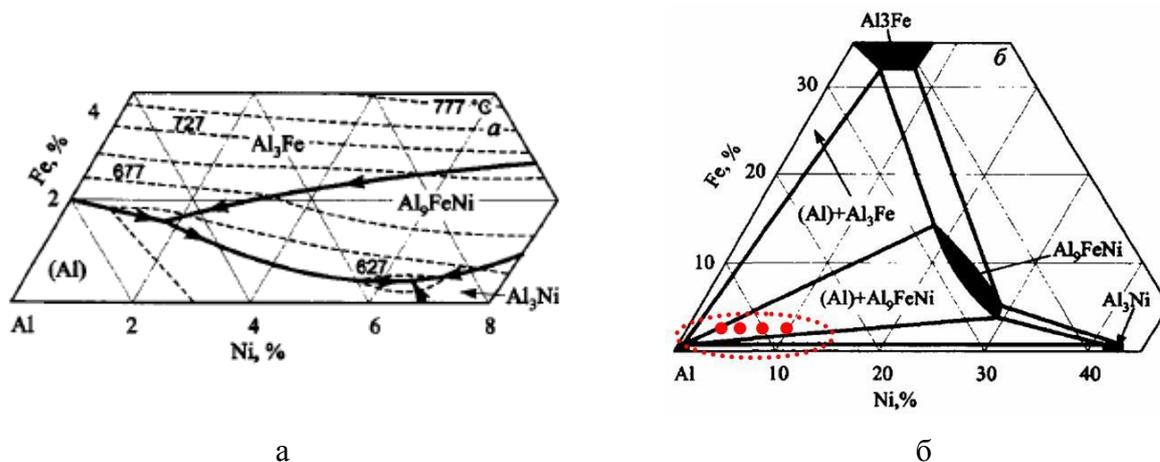
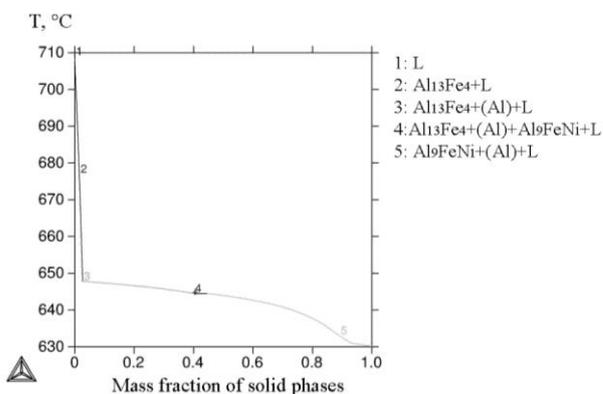


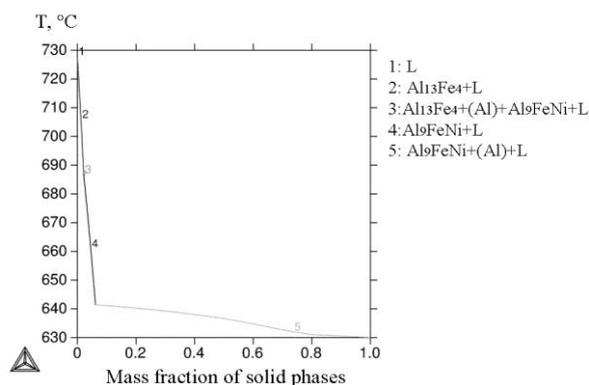
Рисунок 5.1.1 – Диаграмма состояния Al-Fe-Ni: а – проекция ликвидуса; б – распределение фазовых областей в твердом состоянии [38]

Таблица 5.1.1 –Химический состав экспериментальных сплавов на основе системы Al-Fe-Ni

№	Маркировка	Массовая доля легирующих элементов, %		
		Al	Fe	Ni
1	Al-5	ост.	2,5	2,5
2	Al-8	ост.		5,5
3	Al-10	ост.		7,5
4	Al-12	ост.		9,5



а



б

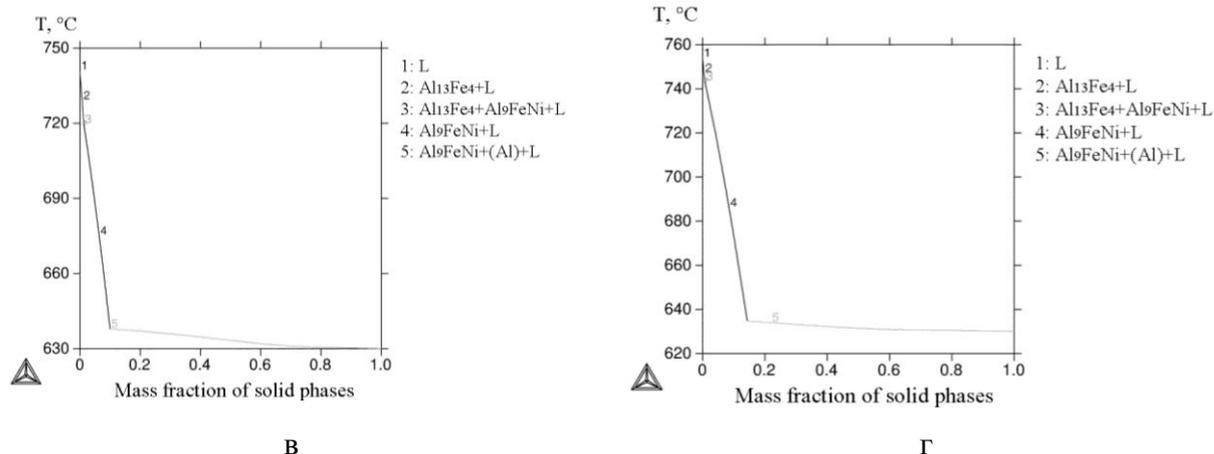
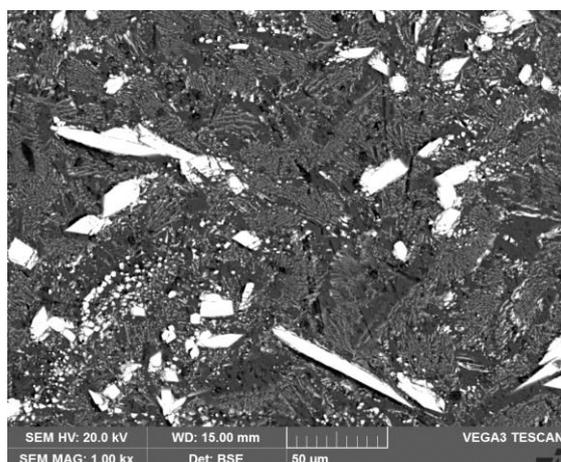


Рисунок 5.1.2 – Расчетные кривые изменения массовой доли твердых фаз при неравновесной кристаллизации сплавов: (а) – Al-5; (б) – Al-8; (в) – Al-10; (г) – Al-12

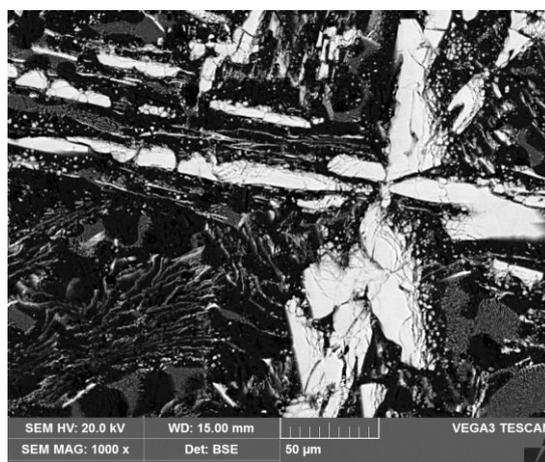
Микроструктура всех сплавов, полученных стандартным методом литья в медную водоохлаждаемую изложницу со средней скоростью охлаждения 15 К/с, которую рассчитали по среднему размеру дендритных ячеек алюминиевого твердого раствора, равному $7 \pm 0,6$ мкм, формула (8), выглядит качественно одинакова (рисунок 5.1.3).

$$V_c = \frac{1}{\sqrt[5]{\frac{d^2}{380^2}}}, \text{ К/с} \quad (1)$$

где d – размер дендритной ячейки, мкм,
 V_c – скорость охлаждения, К/с



а



б

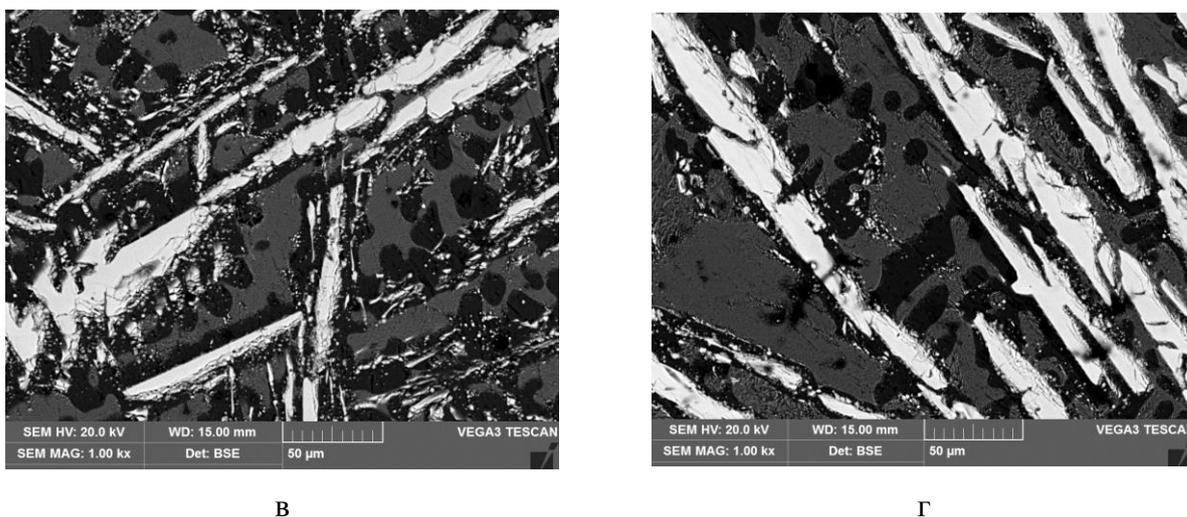


Рисунок 5.1.3 – Микроструктура сплавов (а) – Al-5; (б) – Al-8; (в) – Al-10; (г) – Al-12 в режиме отраженных электронов (СЭМ)

При кристаллизации сплавов протекают следующие фазовые превращения:

- 1) Образование первичных кристаллов $L \rightarrow Al_9FeNi$;
- 2) Кристаллизация двойной эвтектики $L \rightarrow Al_9FeNi + (Al)$;
- 3) Кристаллизация тройной эвтектики $L \rightarrow Al_9FeNi + (Al) + Al_3Ni$.

С увеличением количества никеля в сплавах объемная доля тройной эвтектики увеличивается, а двойной – уменьшается. На рисунке 5.1.4 приведен фазовый состав сплавов в литом состоянии.

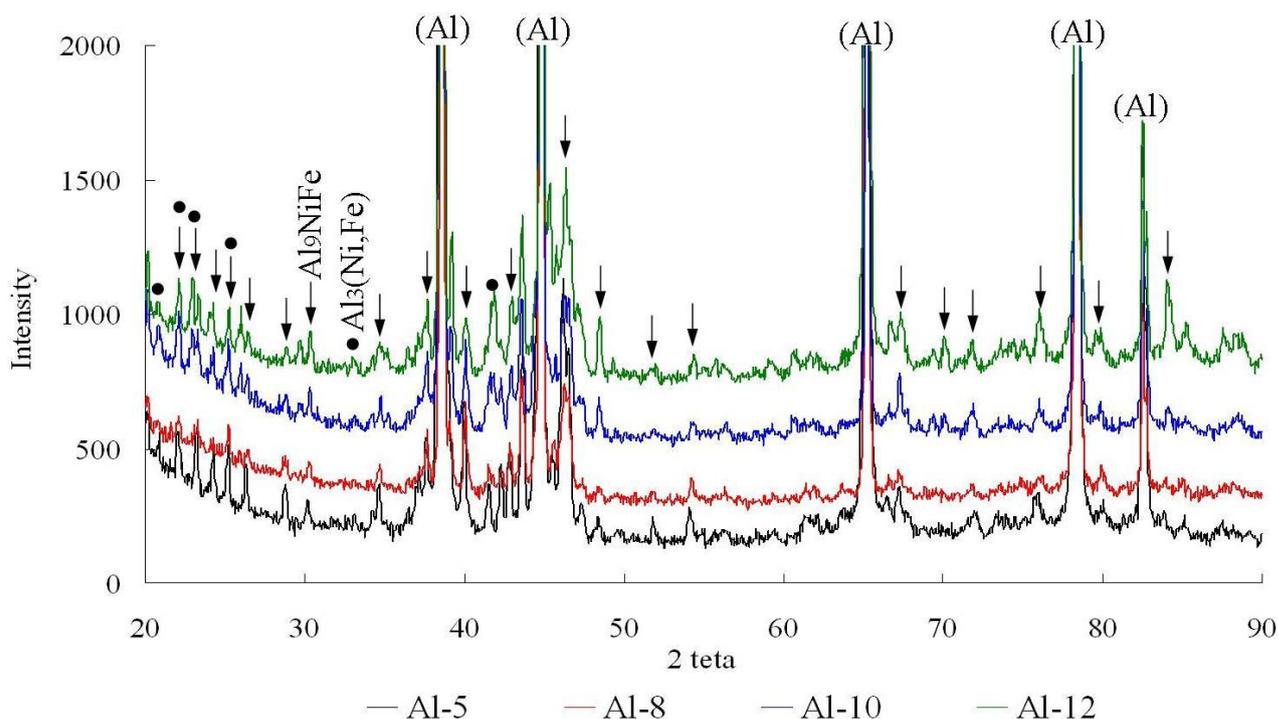


Рисунок 5.1.4 – Дифрактограммы экспериментальных сплавов системы Al-Fe-Ni

Из экспериментальных сплавов были вырезаны тонкие пластины толщиной 1,5-2 мм и их поверхность обработали импульсным лазерным излучением с постоянной частотой 2,5 Гц, перекрытием 0,2 мм и разной мощностью (таблица 5.1.2).

Таблица 5.1.2 – Параметры ЛП экспериментальных сплавов

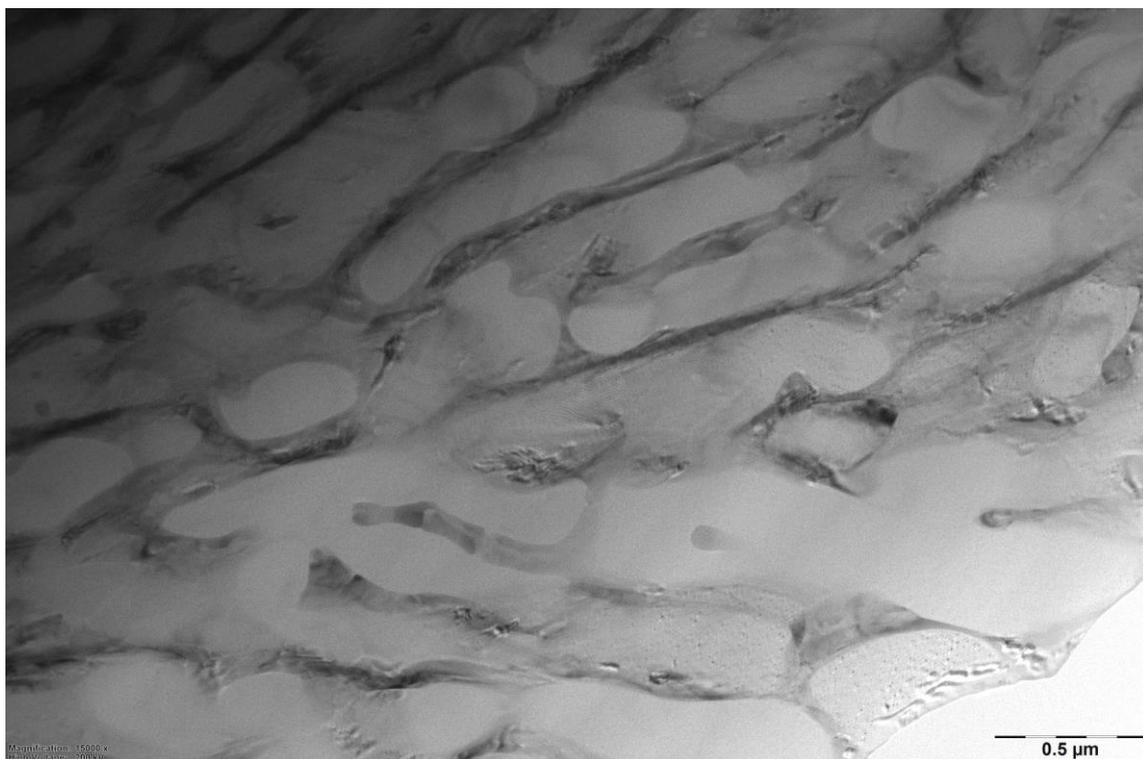
№	Напряжение, В	Длительность, мс	Средняя мощность, Вт	Пиковая мощность, Вт
1	300	10	11,6	460
2	310	11	13,6	490
3	320	12	15,6	520
4	330	13	17,9	550
5	340	14	20,2	580
6	350	15	22,7	610
7	360	16	25,3	630
8	370	17	28,0	660

При выбранных параметрах ЛП во всех образцах экспериментальных сплавов формировалась очень дисперсная, по сравнению с исходной, микроструктура. После импульсной лазерной обработки сплава Al-5 в структуре не было обнаружено грубых первичных кристаллов.

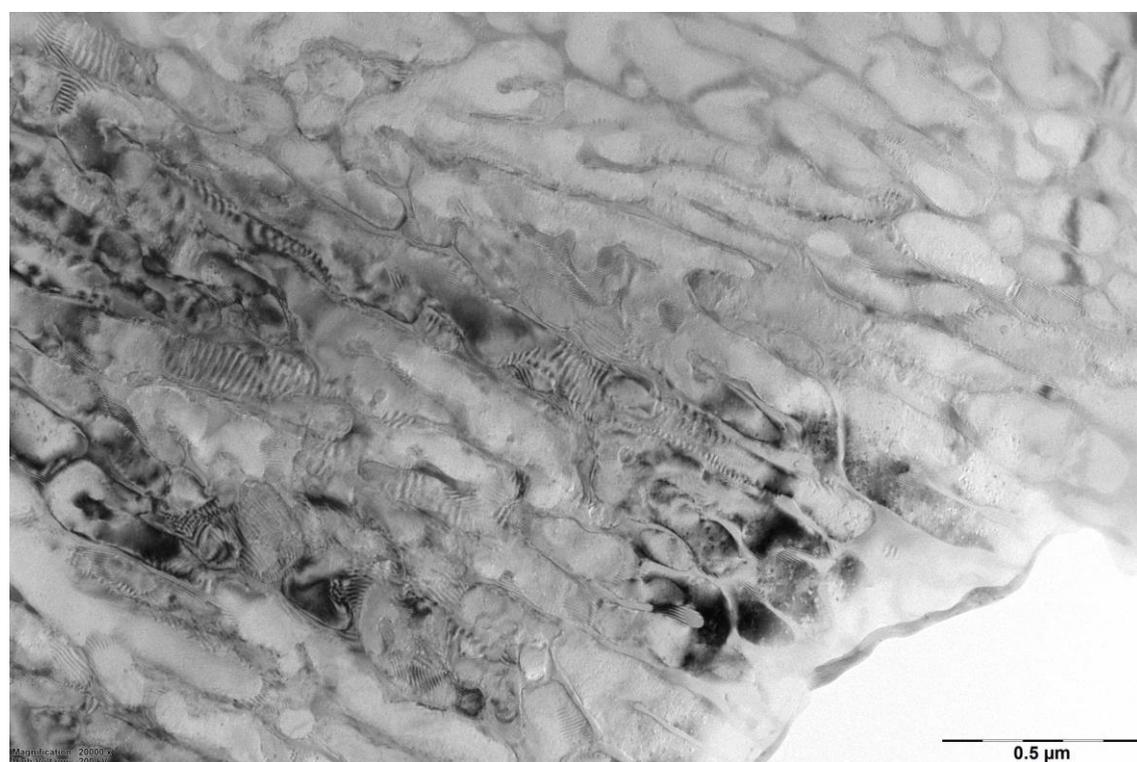
Образцы экспериментальных сплавов были обработаны одиночными импульсами (ЛПⁿ⁼¹) и несколькими с заданным перекрытием (ЛП^{n>1}) при мощности 42,7 Вт.

В поперечном сечении ЛПⁿ⁼¹ областей в сплавах наблюдали формирование очень дисперсной структуры, по сравнению с исходной, причем основным отличием было отсутствие первичных кристаллов грубой формы (рисунок 5.1.5). В условиях быстрой кристаллизации формируется дендритная структура алюминиевого твердого раствора, а междендритные пространства заполнены фазой эвтектического происхождения. В сплавах происходит образование пересыщенного твердого раствора в условиях быстрой кристаллизации, что установлено методом рентгенофазового анализа положения дифракционных линий алюминиевого твердого раствора в области после лазерного плавления в исходном состоянии и после отжига при температуре 500 °С в течение 1 часа (рисунок 5.1.7, таблица 5.1.3) и анализом микродифракций, полученных от алюминиевого раствора. Железо и никель образуют эвтектическую фазу Al₉NiFe, где атомы железа частично замещают никель (рисунок 5.1.6). Измеренный средний размер дендритных ячеек d для сплавов Al-5 Al-8, Al-10, Al-12 равен 220, 165, 94 и 27 нм соответственно;

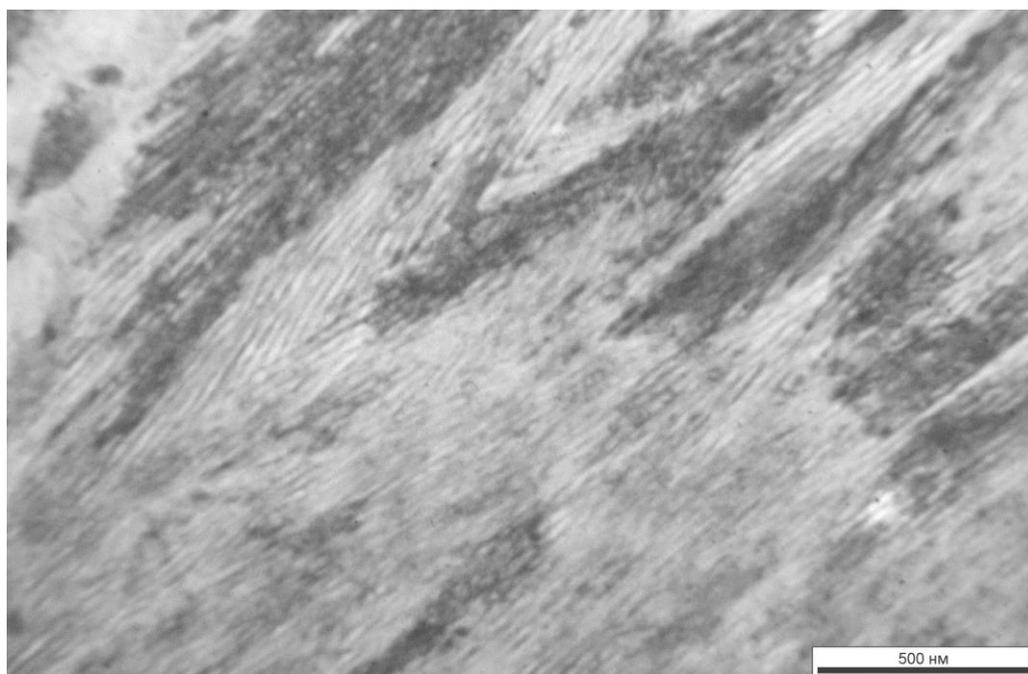
междендритные расстояния λ для сплавов Al-5 Al-8, Al-10, Al-12 равны 100, 70, 26 и 10 нм соответственно.



а



б



В

Рисунок 5.1.5 – Типичная структура ЛПⁿ⁼¹ областей сплавов Al-8 (а), Al-10 (б) и Al-12 (в) в исходном состоянии (метка 500 нм, ПЭМ)

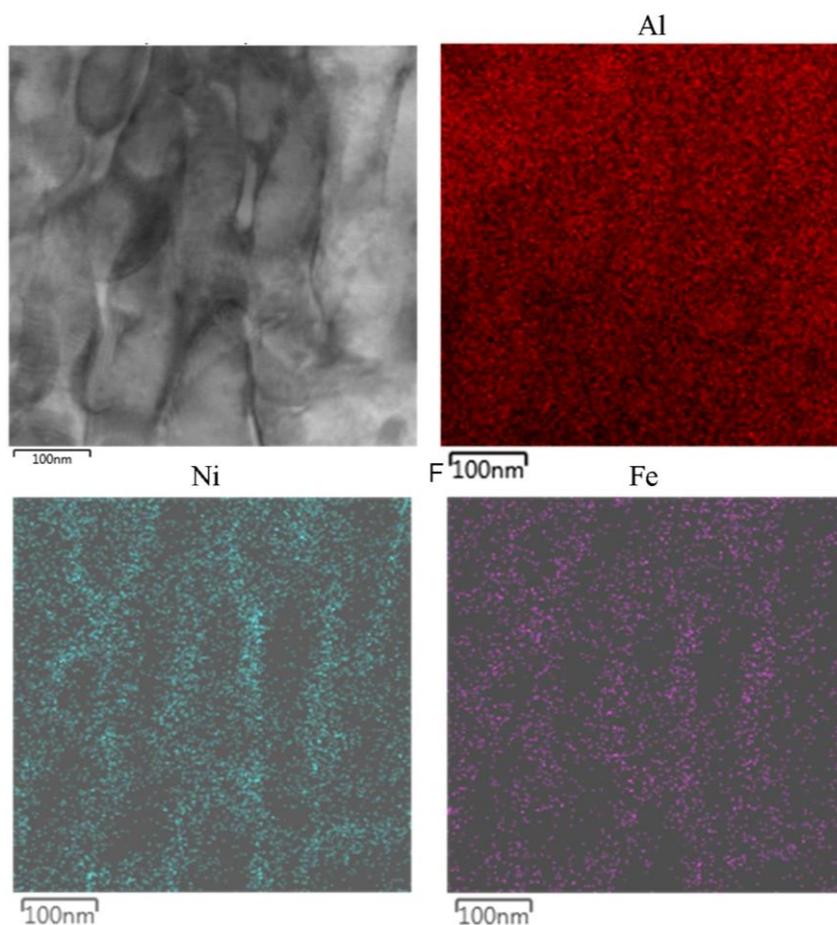
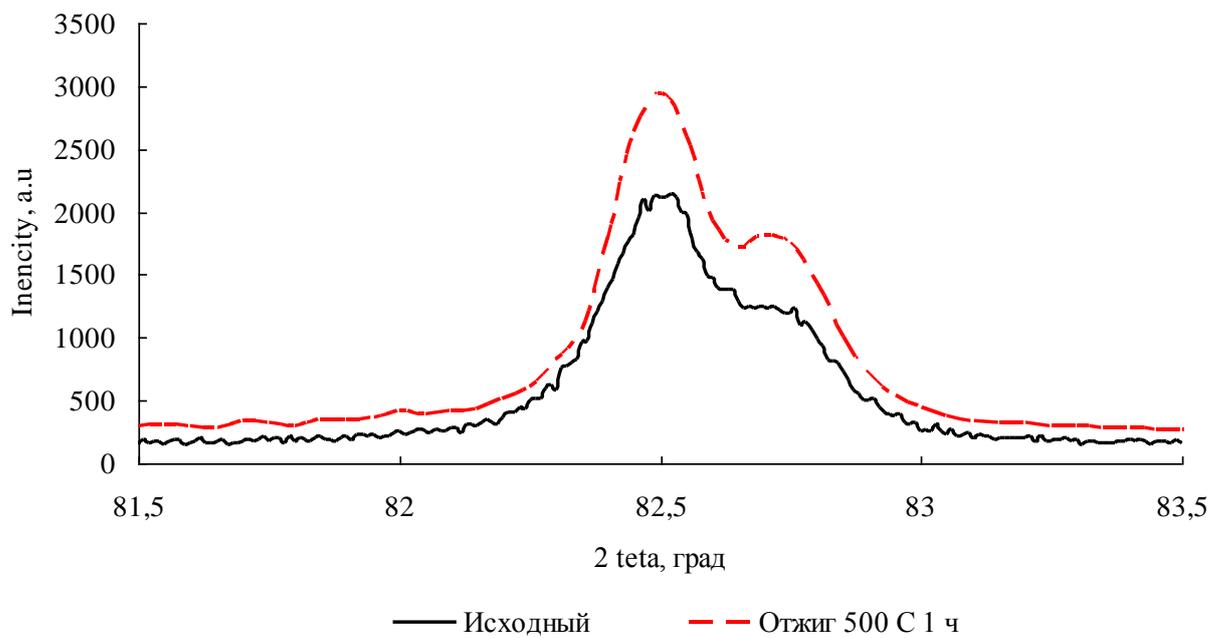
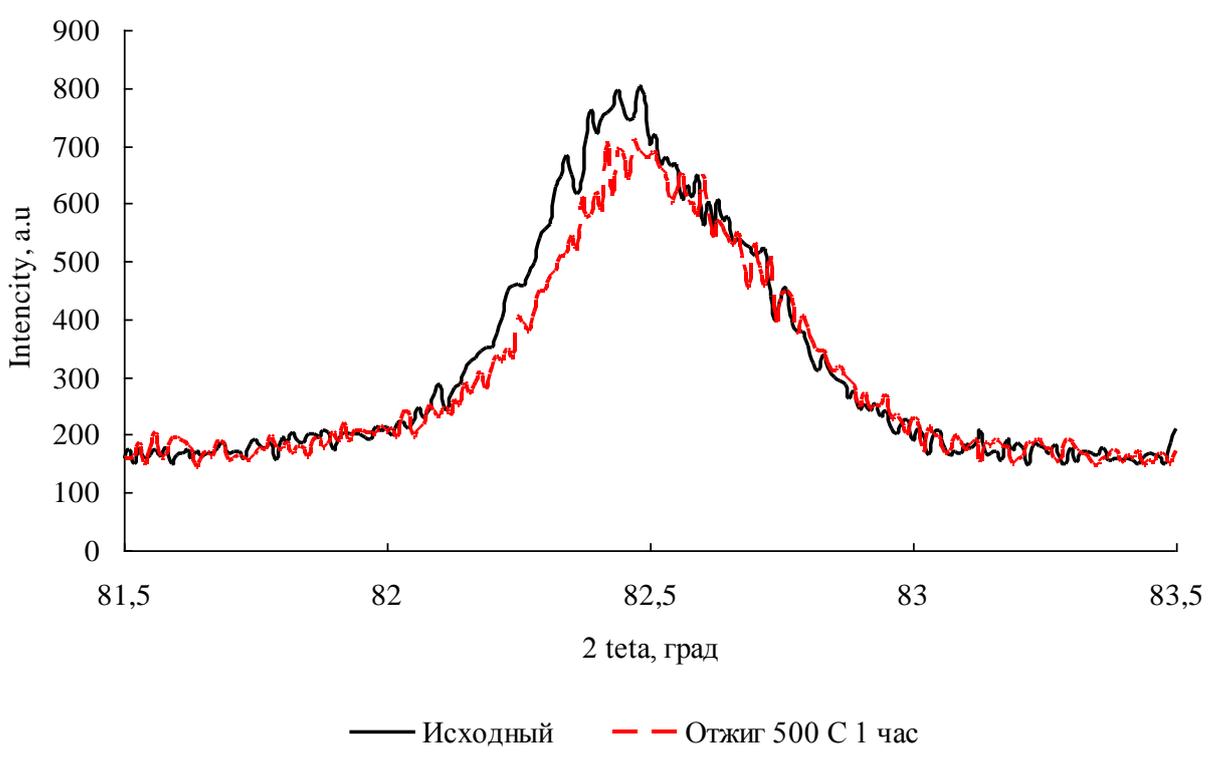


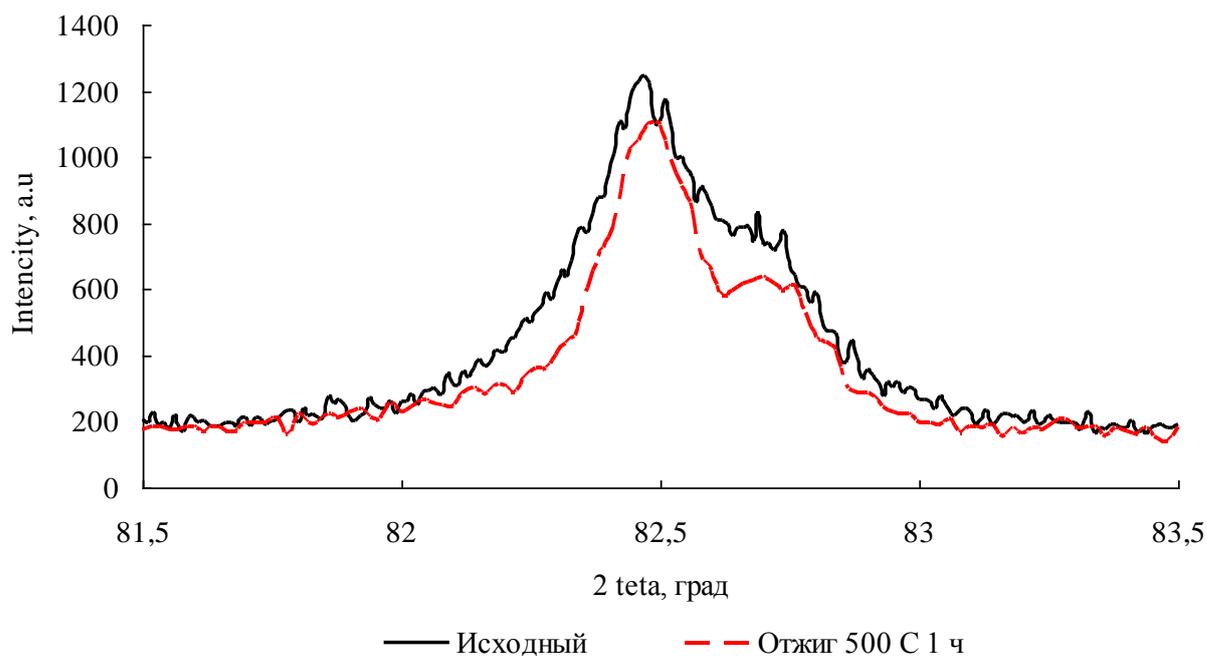
Рисунок 5.1.6 – Распределение легирующих элементов структуре ЛПⁿ⁼¹ области сплава Al-10 в исходном состоянии (ПЭМ)



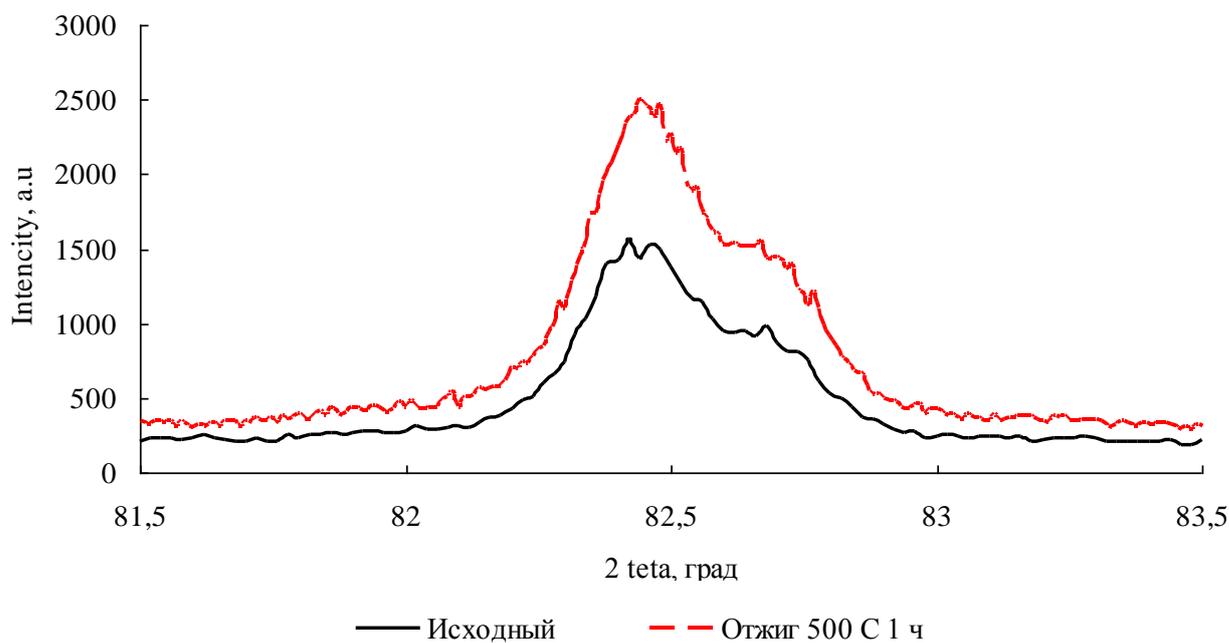
а



б



в



г

Рисунок 5.1.7 – Профиль дифракционных линий (222) алюминиевого твердого раствора сплава (а) Al-5, (б) Al-8, (в) Al-10 и (г) Al-10 после ЛП^{n>1} в исходном состоянии и после отжига при температуре 500 °С 1 час.

Период решетки чистого алюминия равен 4,0414 Å. Никель и железо, образуя твердый раствор на основе алюминия, увеличивает период решетки. Из таблицы 5.1.7

видно, что параметр решетки уменьшается после отжига, что может быть связано как с уменьшением остаточных напряжений, так и с распадом пересыщенного твердого раствора.

Таблица 5.1.3 – Изменение периода решетки экспериментальных сплавов

№	Сплав	Состояние	$\frac{d_{hkl}}{n}$	a, Å
1	Al-5	ЛП ^{n>1} , исходное	1,1697	4,0496
		ЛП ^{n>1} , отжиг 500 °С 1 час	1,1689	4,0425
2	Al-8	ЛП ^{n>1} , исходное	1,1693	4,0506
		ЛП ^{n>1} , отжиг 500 °С 1 час	1,1687	4,0426
3	Al-10	ЛП ^{n>1} , исходное	1,1692	4,0502
		ЛП ^{n>1} , отжиг 500 °С 1 час	1,1687	4,0425
4	Al-12	ЛП ^{n>1} , исходное	1,1692	4,0502
		ЛП ^{n>1} , отжиг 500 °С 1 час	1,1686	4,0421

Высокая дисперсность структуры ЛПⁿ⁼¹ областей определяет повышенный уровень их твердости по сравнению с исходным литым состоянием. В сплавах Al-5, Al-8, Al-10, Al-12 в литом состоянии твердость равна 48, 53, 58 и 65 HV соответственно. После ЛПⁿ⁼¹ твердость возрастает до 89, 142, 191 и 220 HV. В сплавах Al-5 и Al-8 повышение твердости связано с измельчением интерметаллидных фаз, входящих в состав эвтектики, а в сплавах Al-10 и Al-12 также с образованием пересыщенного твердого раствора.

В работе проведены исследования зависимости твердости от температуры и времени отжига. Установлено, что сплавы демонстрируют хорошую термическую стабильность фаз эвтектического происхождения при нагреве до температуры 250 °С и длительной выдержке до 20 часов (рисунок 5.1.8). При таких параметрах обработки в сплаве Al-5 твердость не изменялась, в сплавах Al-8, Al-10 и Al-12 снижение твердости начиналось после 2 часов выдержки на 18-26 единиц, после чего значения стабилизировались. В структуре последних наблюдалась локальная фрагментация эвтектической фазы (рисунок 5.1.9 б).

С повышением температуры до 300-350 °С снижение твердости происходило интенсивно во всех сплавах в первый час выдержки, далее шло с затуханием с увеличением продолжительности отжига до 20 часов (рисунок 5.1.10).

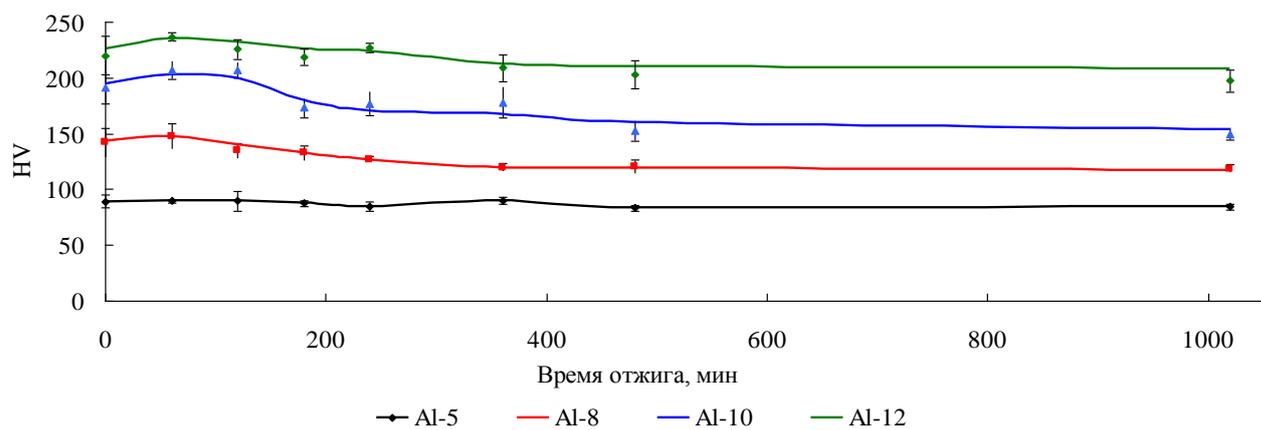
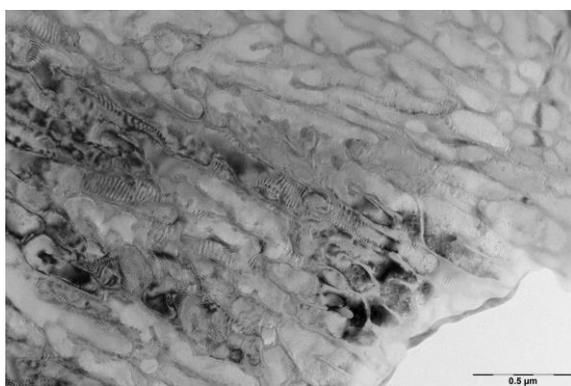
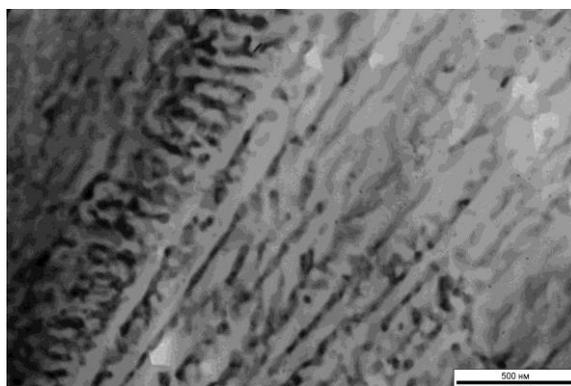


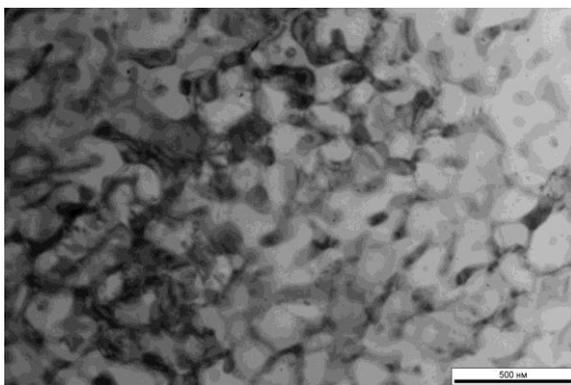
Рисунок 5.1.8 - Зависимость твердости от времени отжига при температуре 250 °С ЛПⁿ⁼¹ областей экспериментальных сплавов



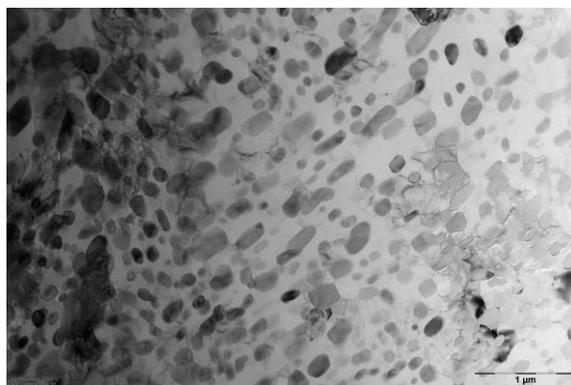
а



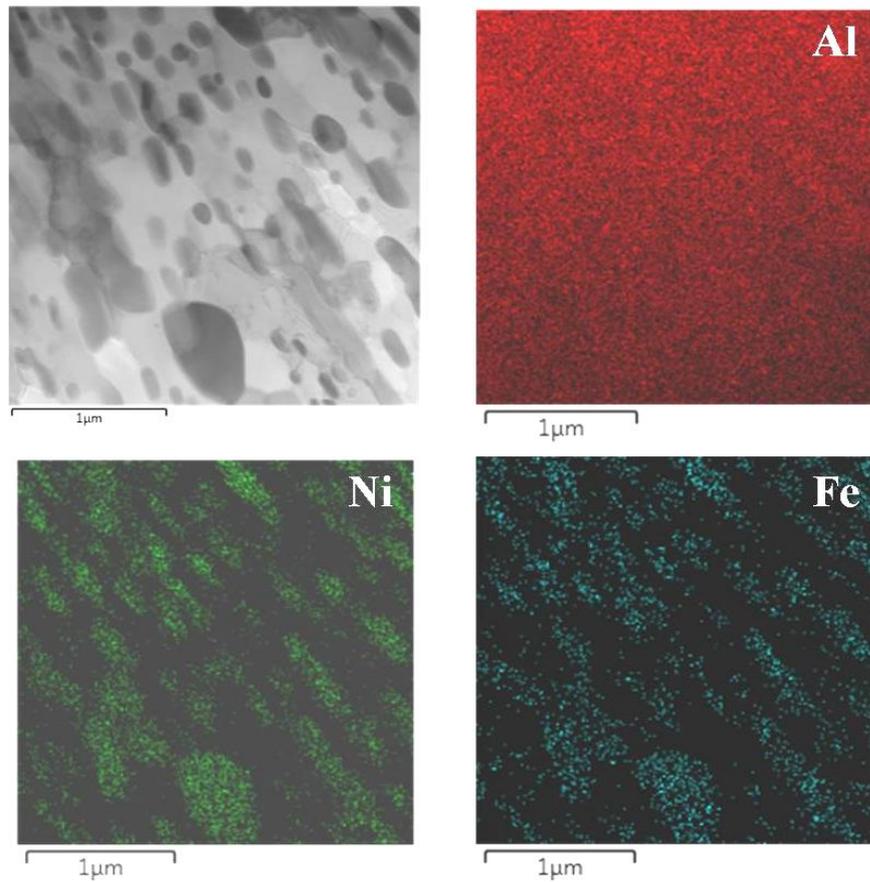
б



в

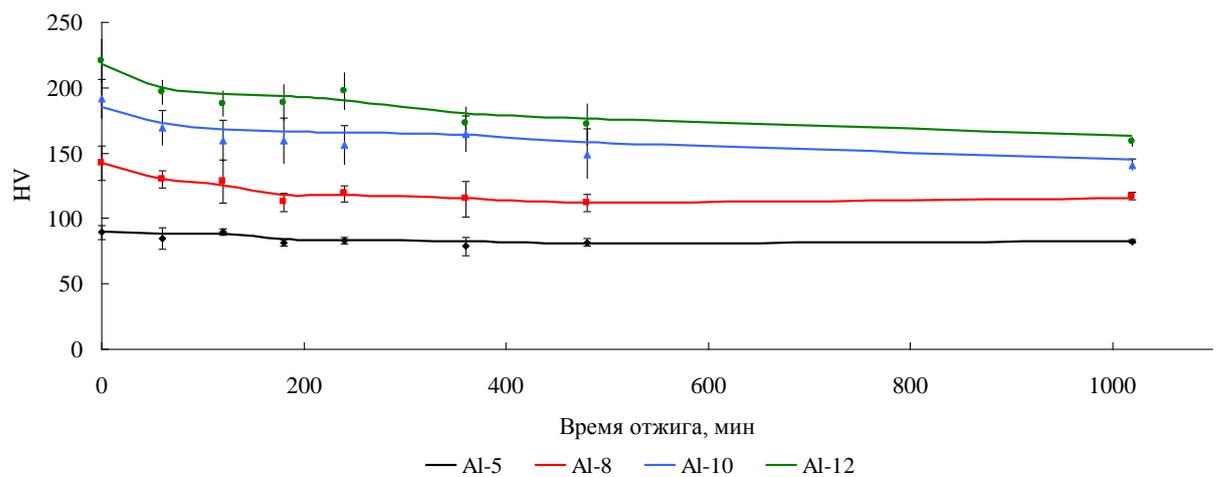


г

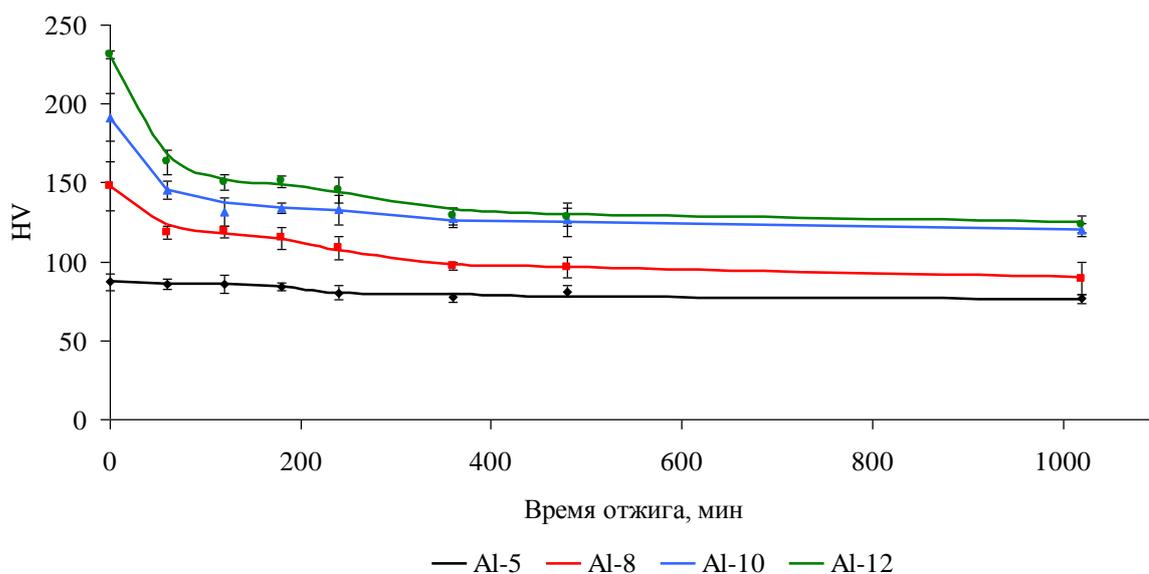


д

Рисунок 5.1.9 – Типичная структура ЛПⁿ⁼¹ области сплава Al-10 (в) в исходном состоянии (а), после отжига при 250 °С 3 часа (б), при 300 °С 20 часов (в), при 500 °С 1 час (г) Al-12 (г) и распределение легирующих элементов (д) после отжига при температуре 500 °С 1 час (ПЭМ)



а



б

Рисунок 5.1.10 - Зависимость микротвердости от времени отжига при температуре (а) 300 °С и (б) 350 °С ЛПⁿ⁼¹ областей экспериментальных сплавов

На изображении структуры после ЛПⁿ⁼¹ после отжига 300 °С 20 часов наблюдалась фрагментация и коагуляция интерметаллидной фазы (рисунок 5.1.9 в).

После отжига при 500 °С после 1 часа выдержки твердость критически снижалась практически до уровня литого состояния (рисунок 5.1.11). В структуре (рисунок 5.1.9 г) выявлены равномерно распределенные в матрице крупные частицы эвтектической фазы близкие к сферической форме.

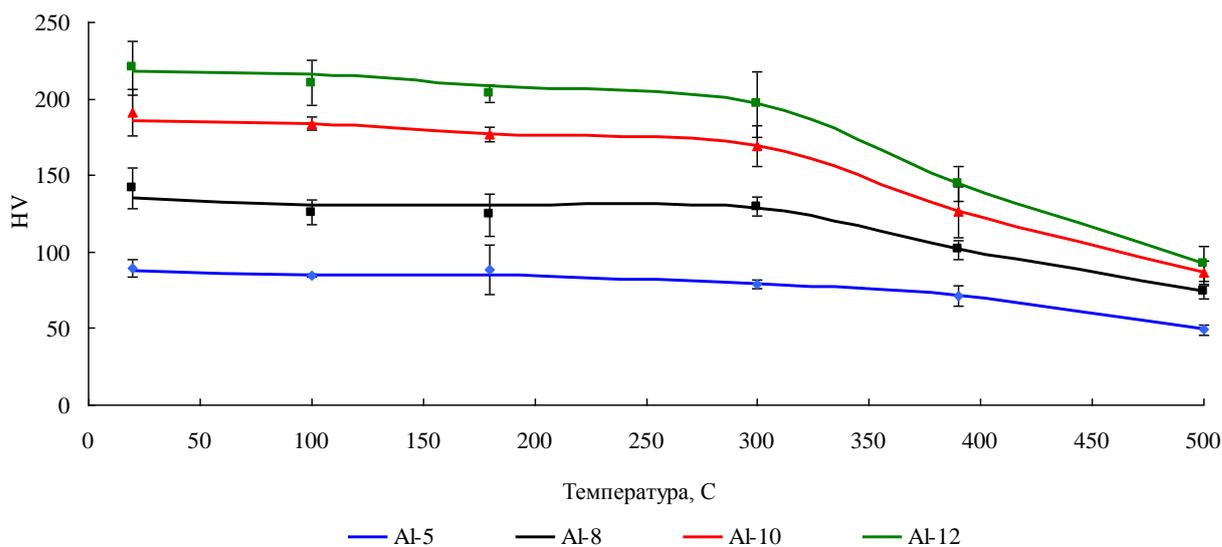
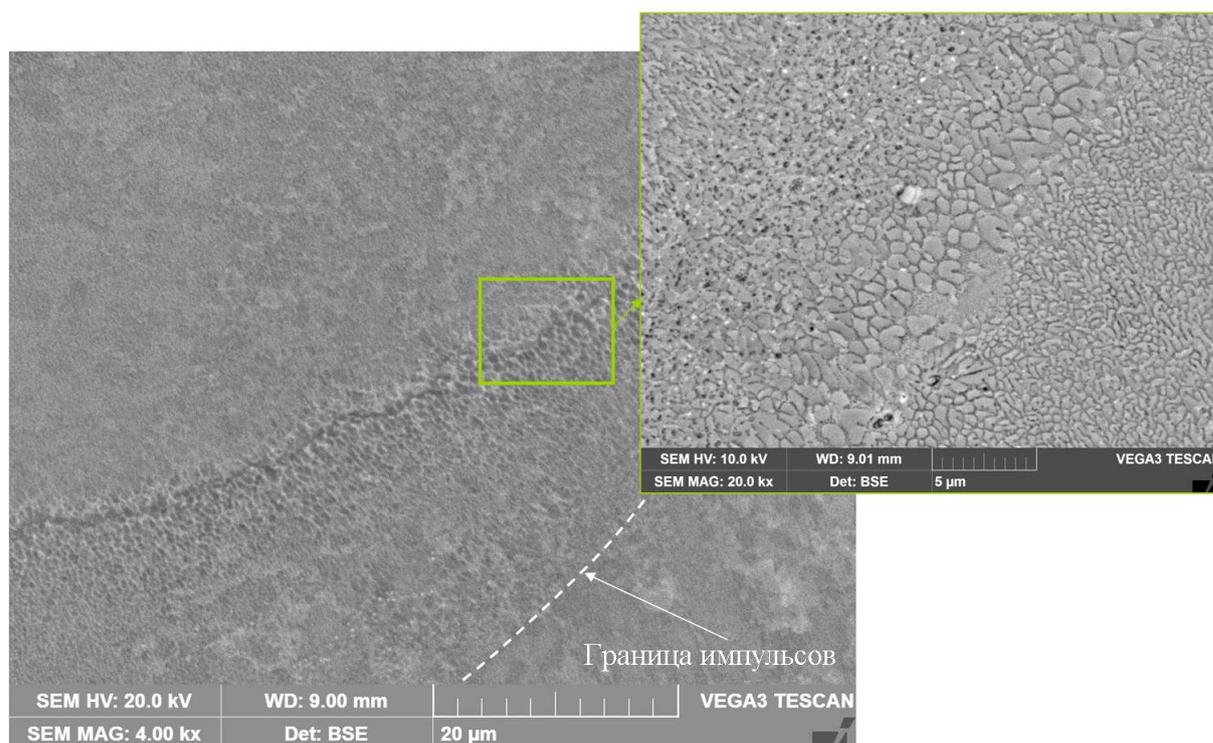


Рисунок 5.1.11 – Зависимость микротвердости от температуры отжига ЛПⁿ⁼¹ областей экспериментальных сплавов

5.2 Структурообразование в области действия нескольких импульсов

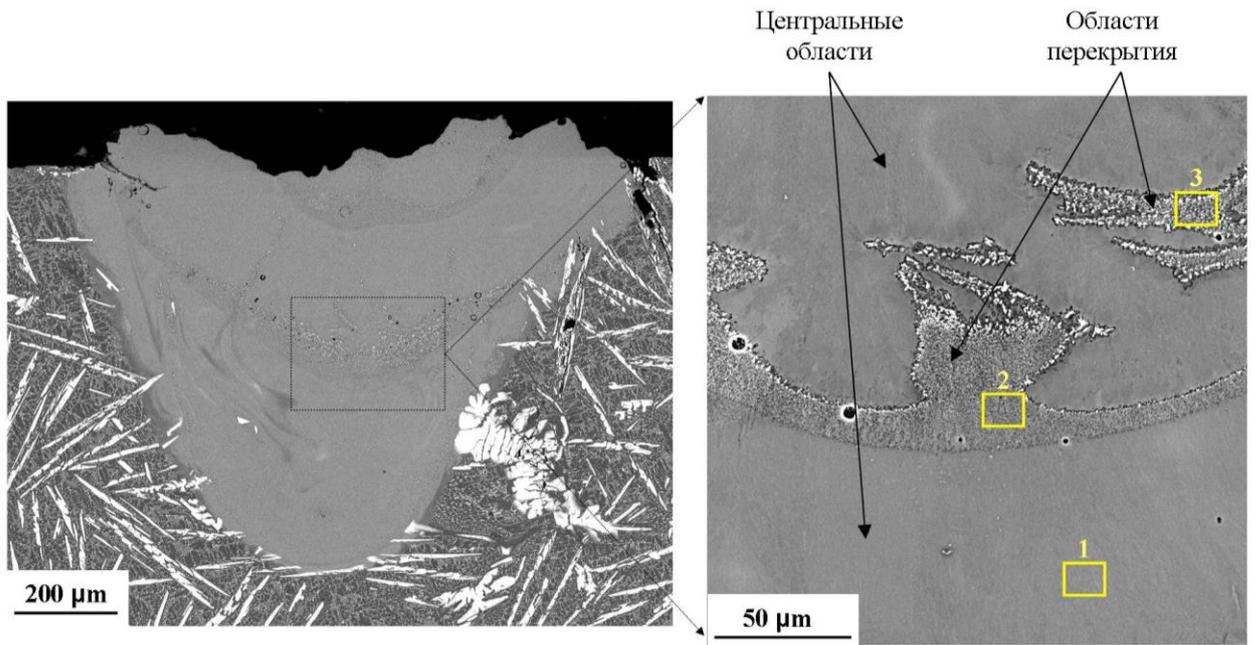
В условиях, когда плавление поверхности проводилось с использованием нескольких последовательных импульсов с заданным перекрытием, в структуре экспериментальных сплавов в поперечном направлении установлено образование новых структурных составляющих. В сплаве Al-5 структура на границе импульсов отличалась от центра только средним размером дендритной ячейки (рисунок 5.2.1). Также на некотором удалении от места сплавления была обнаружена область сопряжения (рисунок 4.13б).

В сплавах Al-8, Al-10, Al-12 в местах перекрытия отмечено 3 различных типа структур: 1 – алюминиевая матрица, окруженная дисперсной эвтектикой, 2 – алюминиевая матрица, окруженная дисперсными частицами фазы Al_9NiFe ; 3 – дендритная алюминиевая матрица, окруженная дисперсными частицами фазы Al_9NiFe и эвтектикой (рисунок 5.2.2).

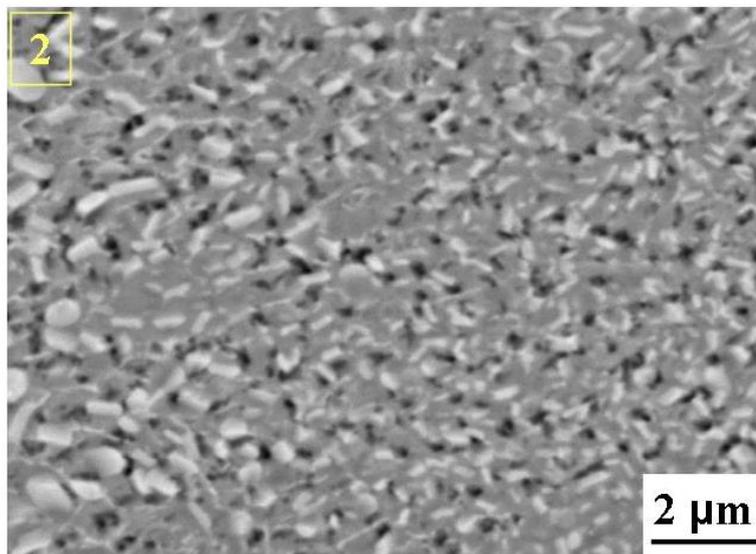
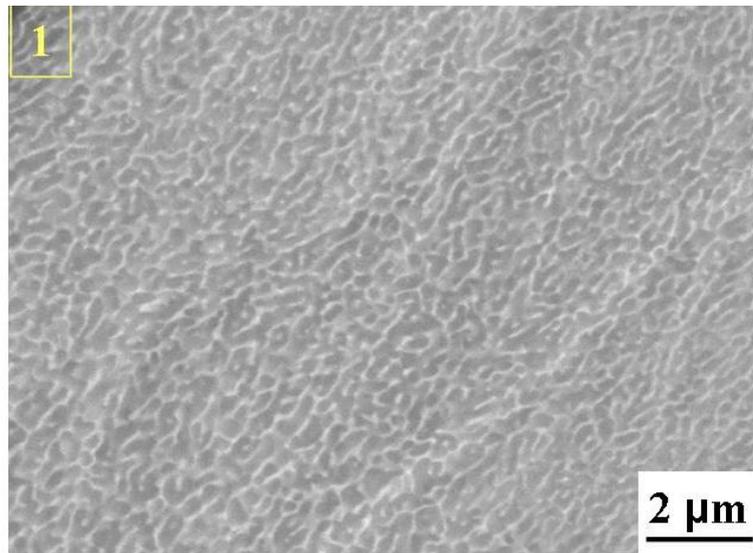


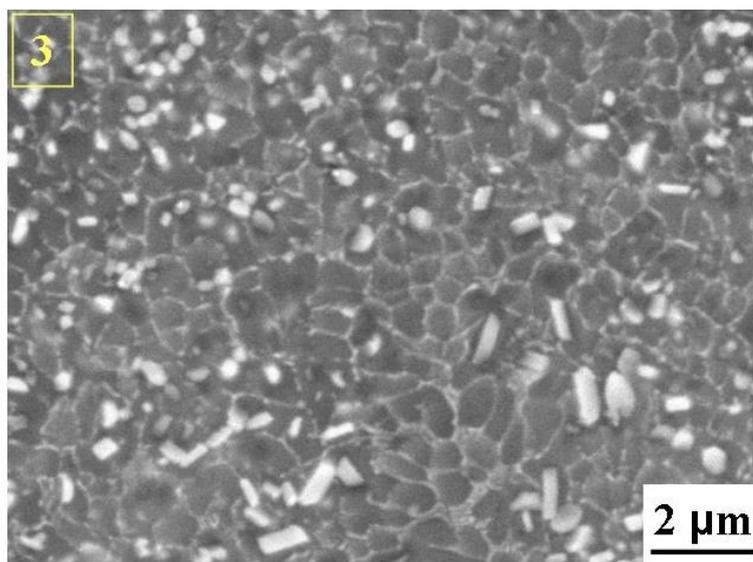
б

Рисунок 5.2.1 – Типичная микроструктура разных зон ЛП^{n>1} области сплава Al-5 (СЭМ)



а





б

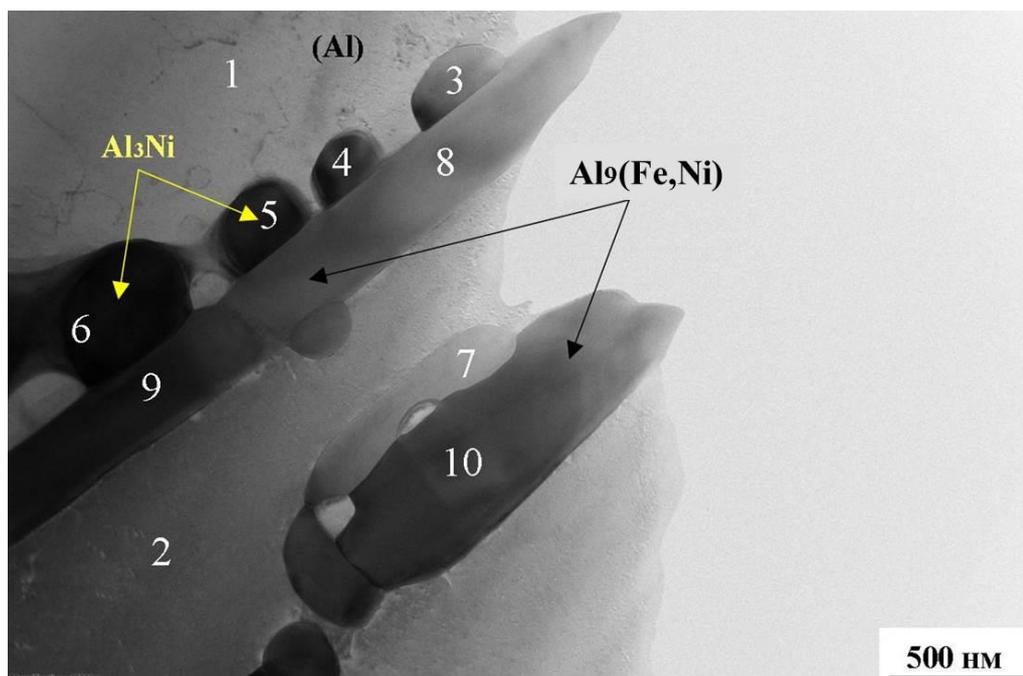
Рисунок 5.2.2 – Типичная микроструктура разных зон ЛП^{n>1} области сплава Al-12 (СЭМ)

Формирование разных типов структуры в ЛП^{n>1} области объясняется прежде всего разными условиями кристаллизации, температурным градиентом и ликвацией легирующих компонентов. С одной стороны температурный градиент на границе ванны расплава выше, чем в центре, поэтому при кристаллизации более дисперсная структура должна формироваться именно на периферии. С другой стороны, на границе расплава с твердой фазой есть множество центров для гетерогенного зарождения кристаллов, кроме того растворимость легирующих компонентов в алюминии с понижением температуры резко уменьшается до 0,05 масс. %, поэтому в присутствии твердой подложки из жидкости начинает появляться большое количество первичных кристаллов никельсодержащей фазы.

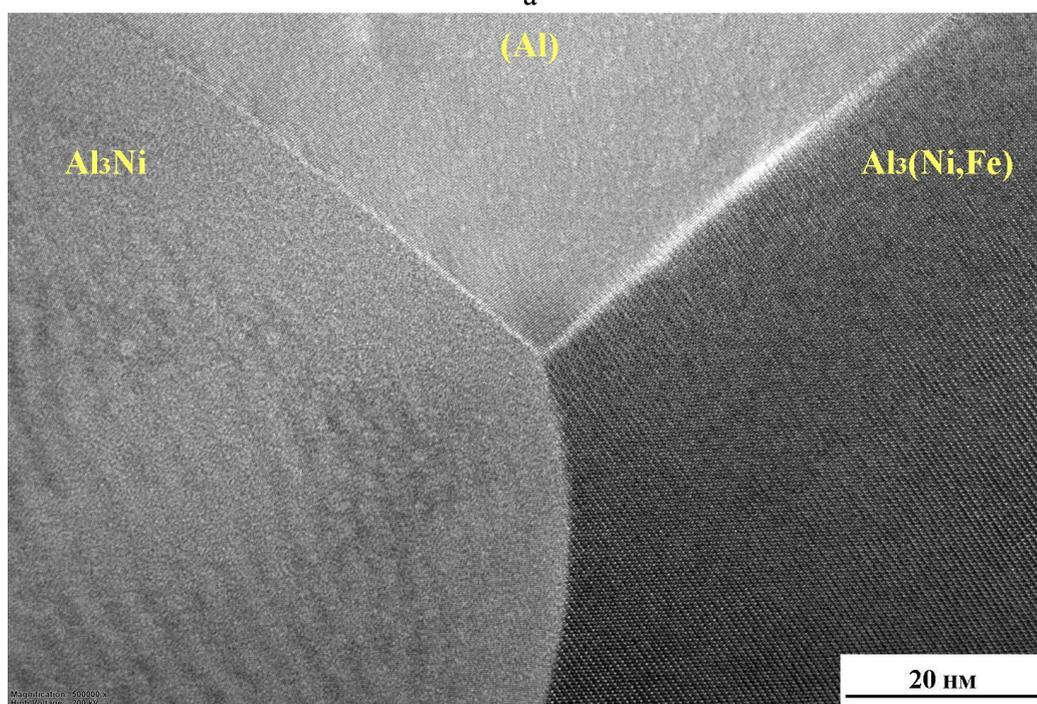
Методом ЭДС установлено, что первичные кристаллы областей перекрытия имеют неоднородный состав: в центральных участках атомы железа частично замещают никель в фазе Al₉NiFe (таблица 5.2.1, рисунок 5.2.3 а), по краям выявлена алюминиево-никелевая фаза Al₃Ni. Решетки обеих фаз некогерентны по отношению к алюминиевой матрице (рисунок 5.2.3 б). Также в условиях быстрой кристаллизации была отмечена несколько большая плотность дислокаций, равная $5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$, чем в слитках, (рисунок 5.2.3 в), что связано с возникновением больших термических напряжений, аккомодация которых приводит к появлению новых дислокаций.

Таблица 5.2.1 – Элементный состав фаз сплава Al-10

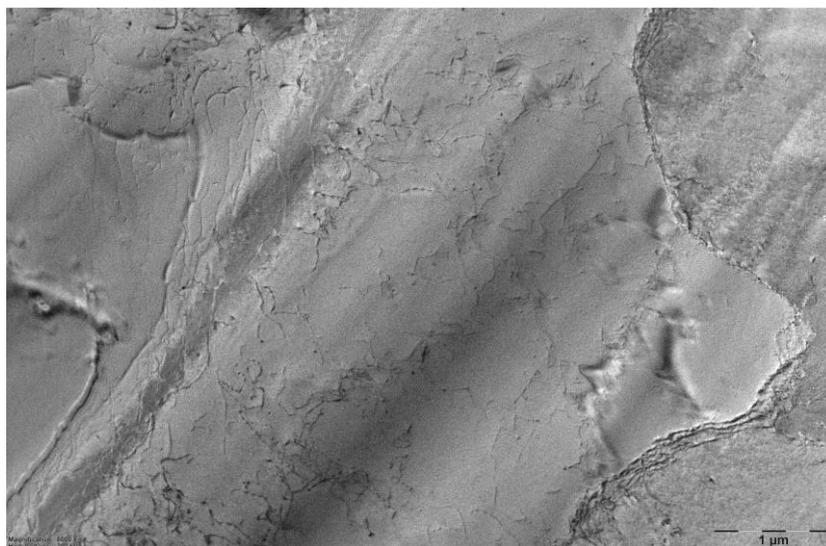
Спектр	Элемент, ат.%		
	Al	Fe	Ni
1,2	100	-	-
3-7	81,5	1,8	16,7
8-10	74,9	-	25,1



a



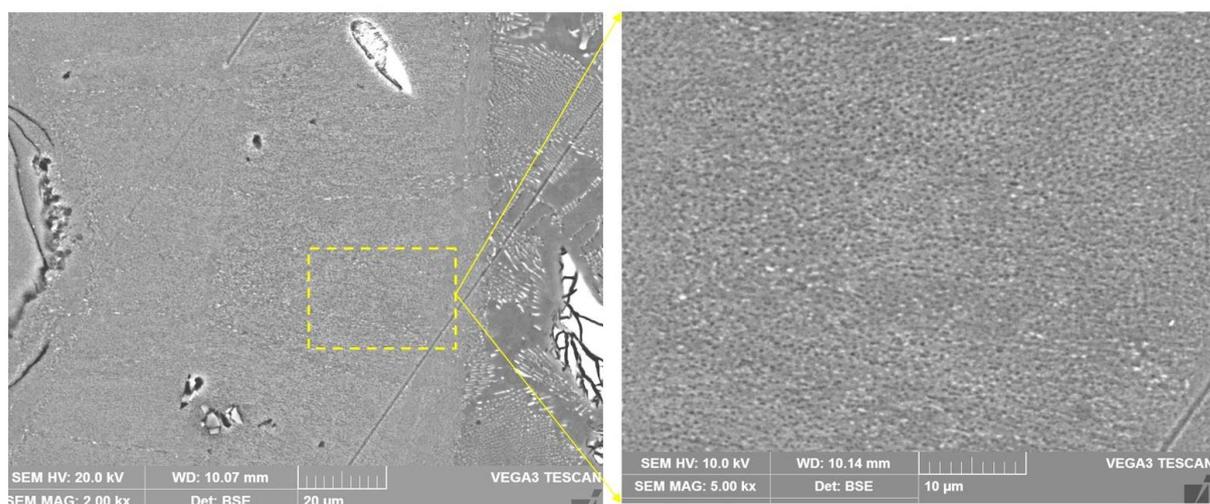
б



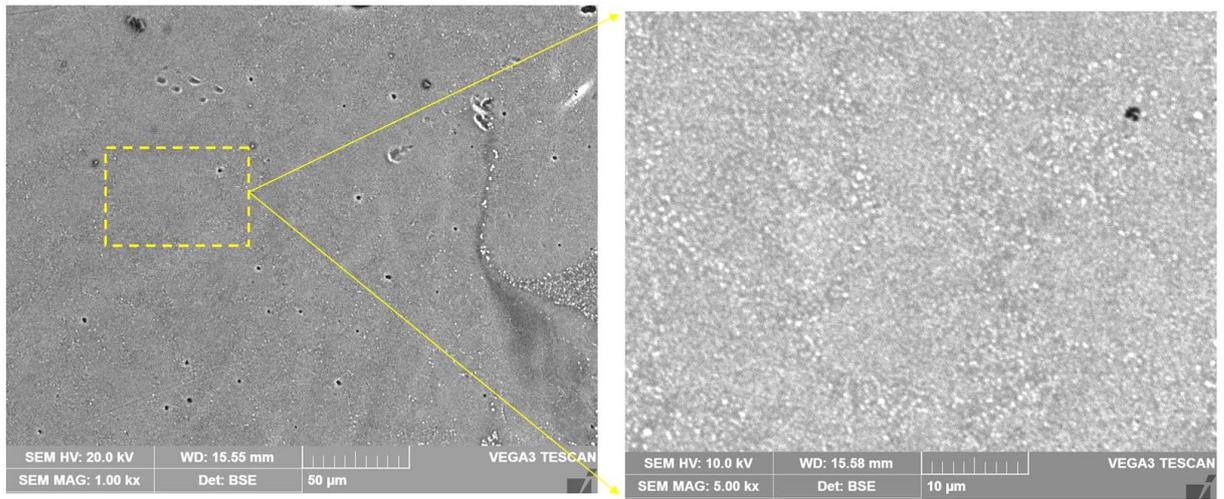
В

Рисунок 5.2.3 – Типичная структура сплава Al-10 в области перекрытия (ПЭМ)

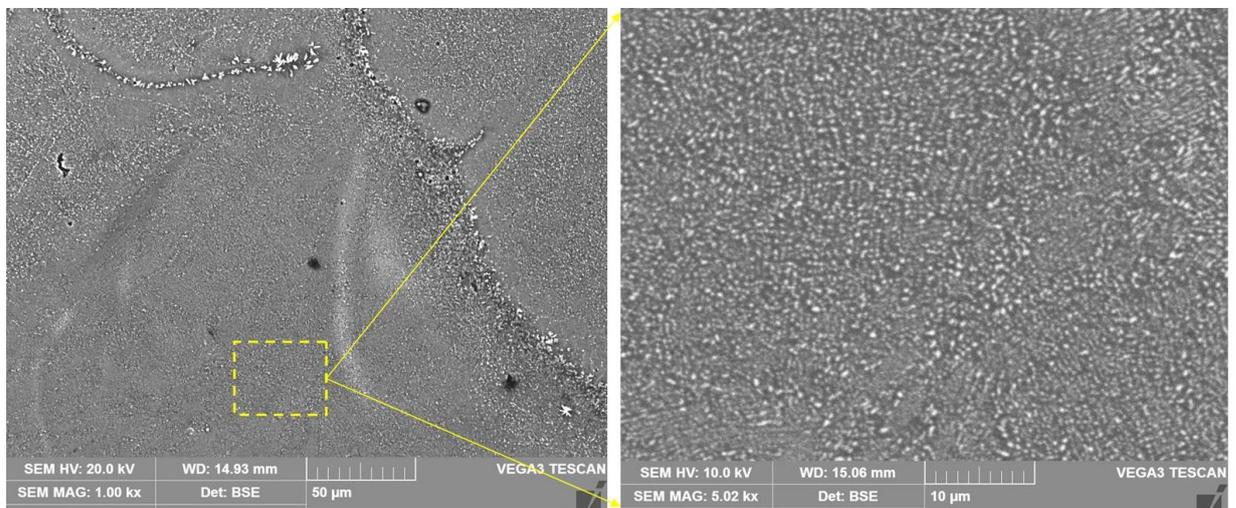
Структура сплавов ЛП^{n>1} меняется после отжига при температуре 500 °С в течение 1 часа (рисунок 5.2.4). Показано, что во всех сплавах интерметаллидные фазы, входящие в состав эвтектики коагулируют и укрупняются.



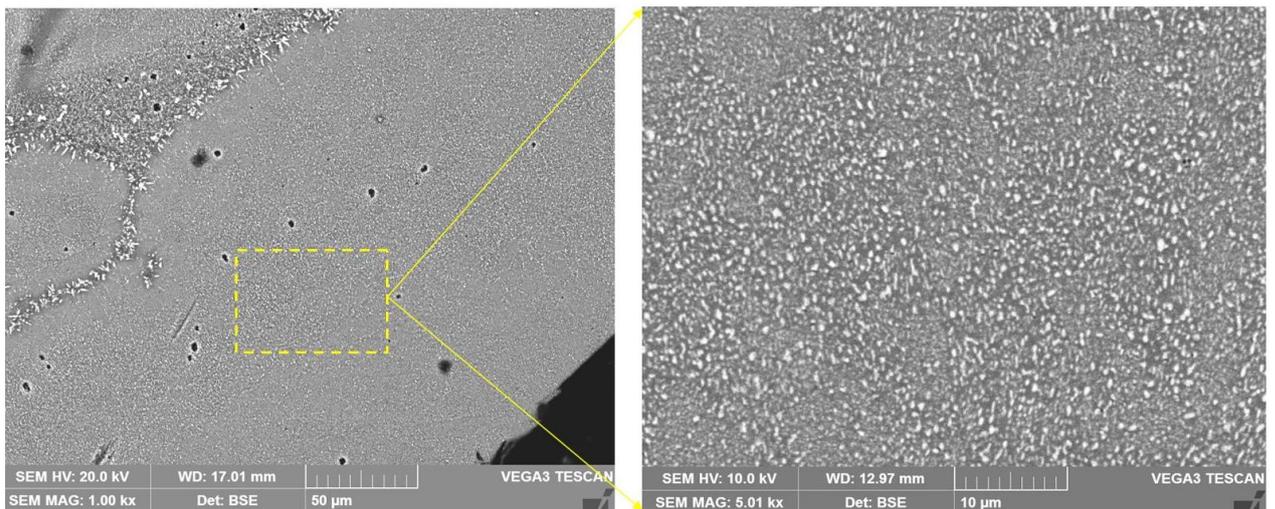
а



б



в



г

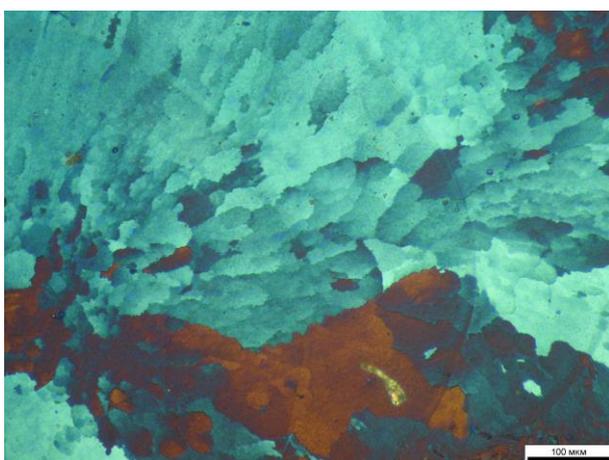
Рисунок 5.2.4 – Микроструктура ЛП^{n>1} областей в поперечном сечении сплава (а) Al-5, (б) Al-8, (в) Al-10, (г) Al-12 после отжига при температуре 500 °С 1 час в режиме отраженных электронов (СЭМ)

Для определения механических свойств был определен предел текучести расчетным и экспериментальным методами (таблица 5.2.2). Значения пределов текучести, определенные расчетным методом коррелируют с экспериментальными данными. С увеличением суммарного содержания железа и никеля от 5 до 12 % предел текучести сплавов увеличивается в 3,5 раза. Максимальный предел текучести имеет сплав Al-12.

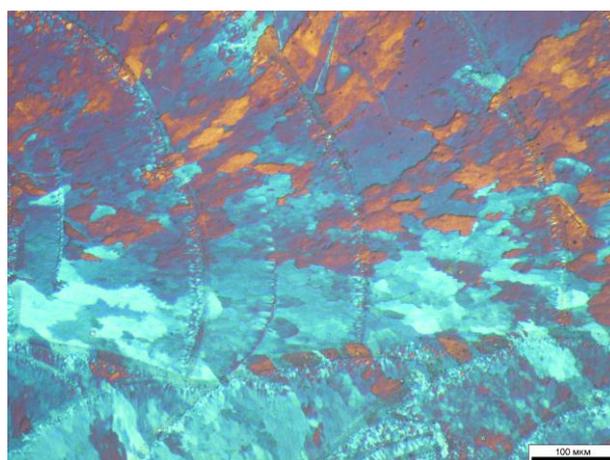
Таблица 5.2.2 – Расчет предела текучести экспериментальных сплавов

№	Сплав	Параметры структуры		Расчетный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Измеренный предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа
		Размер частиц m , нм	Расстояние между центрами включений λ , нм		
1	Al-5	9,8	35,6	142	148±32
2	Al-8	5,3	17,3	240	170±29
3	Al-10	2,5	9,4	293	270±31
4	Al-12	1,8	5,9	401	411±23

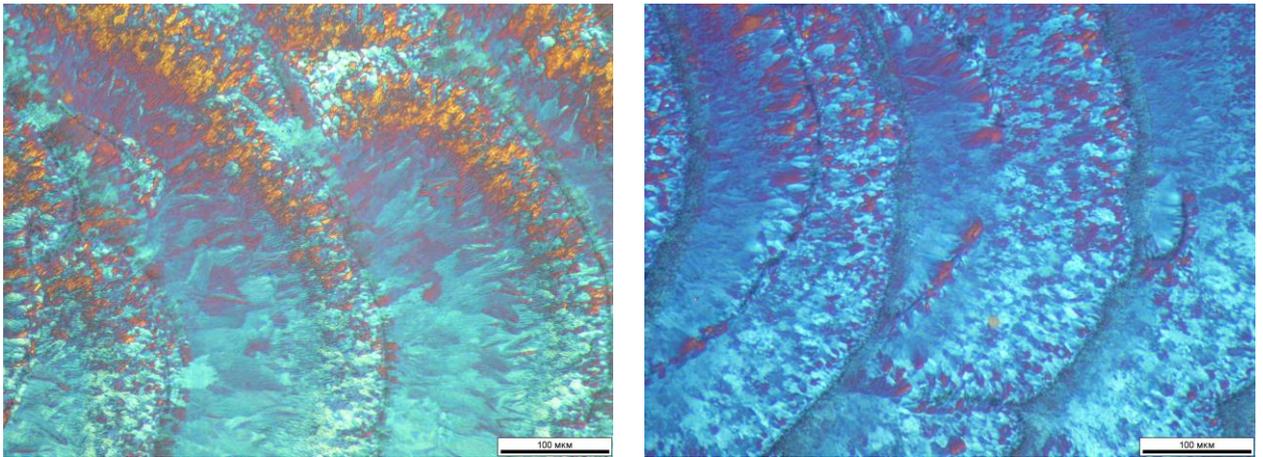
Для анализа зеренной структуры экспериментальных сплавов после лазерного плавления исследовали структуру в продольном направлении в поляризованном свете. На рисунке 5.2.5 приведены изображения типичных микроструктур сплавов после ЛП.



а



б



в

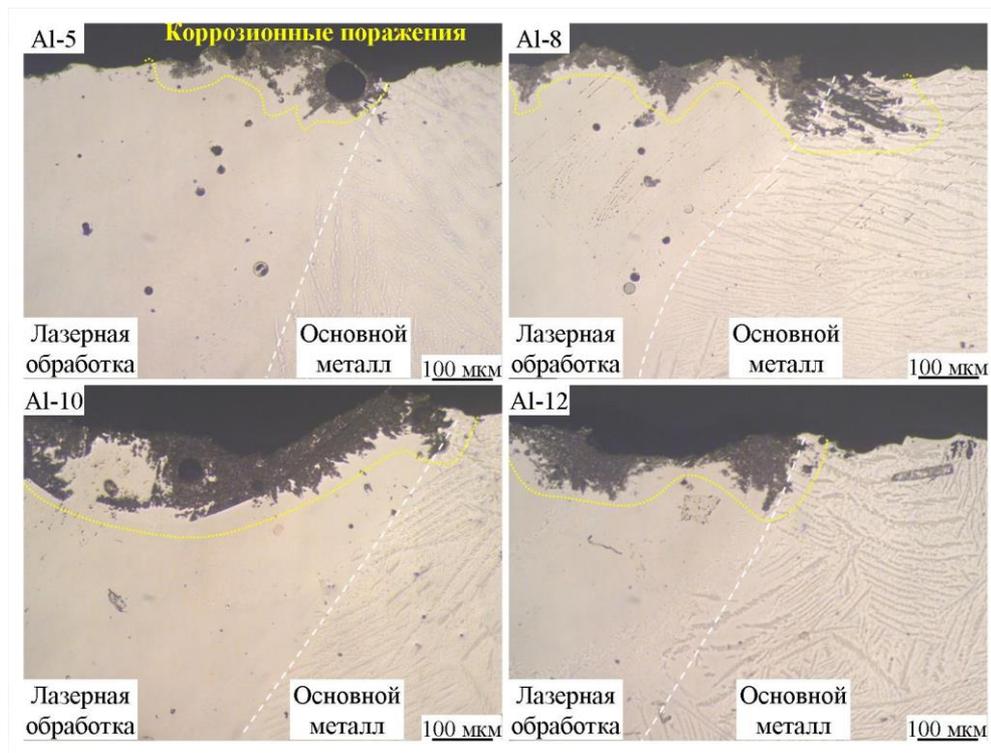
г

Рисунок 5.2.5 – Типичная микроструктура сплава ЛП^{n>1} сплава (а) Al-5, (б) Al-8, (в) Al-10 и (г) Al-12 в поперечном сечении (СМ)

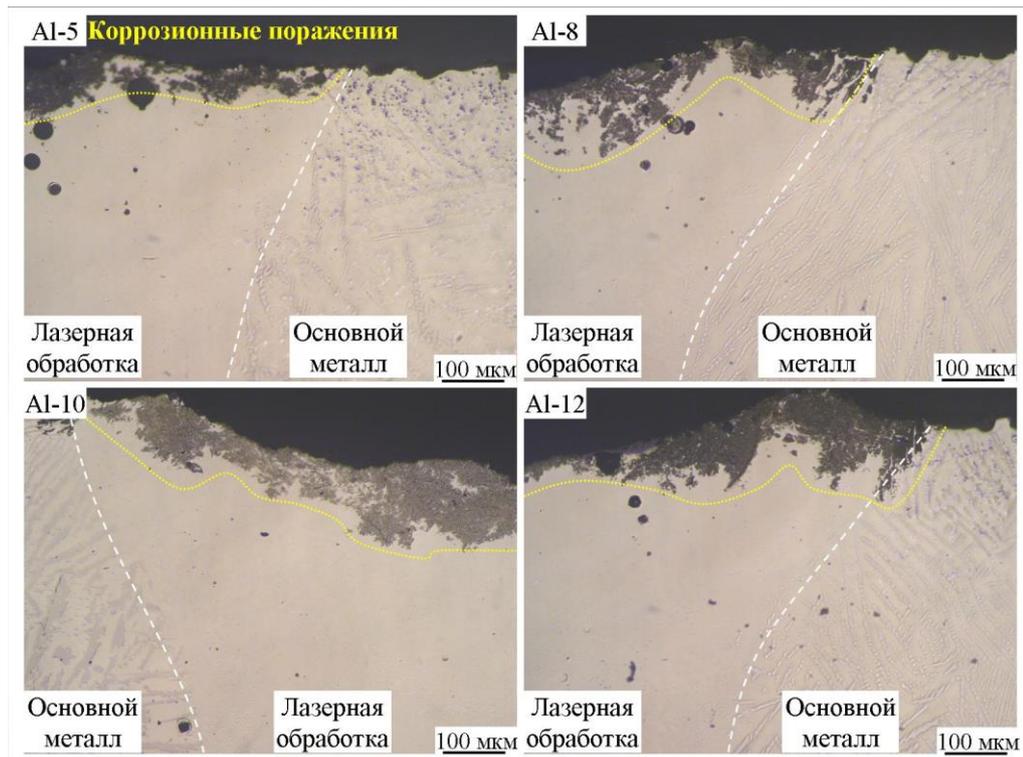
Экспериментальные сплавы Al-5 и Al-8 характеризуются однородной структурой со средним размером зерна 34 ± 2 мкм и 27 ± 3 мкм. В сплавах Al-10 и Al-12 на границе соседних импульсов средний размер зерна меньше чем в центре и равен $8,0 \pm 1,2$ и $7,7 \pm 0,9$ мкм соответственно, а в центре 21 ± 3 мкм и 18 ± 2 мкм соответственно. Формирование более мелкого зерна на периферии связано с образованием первичных кристаллов фазы Al_9NiFe .

На образцах с ЛП областями проведены испытания на межкристаллитную коррозию по ГОСТ 9.021-74 с выдержкой в реактиве, которая составила 1 и 2-е суток. По результатам исследований установлено, что приповерхностные участки подвергаются межкристаллитной коррозии, глубина коррозионных поражений увеличивается с повышением концентрации легирующих компонентов в среднем от 100 до 150 мкм (рисунок 5.2.6). С увеличением продолжительности испытаний до 48 часов глубина коррозионных поражений областей после ЛП не увеличивается.

На рисунке 5.2.7 приведены типичные микроструктуры сплавов после испытаний на воздействие морского климата, а в таблице 5.2.3 приведены расчеты скорости коррозии материала. Все сплавы демонстрируют высокую стойкость к коррозии в условиях морского климата и соответственно низкую скорость коррозии.



а



б

Рисунок 5.2.6 - Глубина коррозионных поражений сплавов Al-5, Al-8, Al-10, Al-12 после испытаний на межкристаллитную коррозию (а) 24 часа и (б) 48 часов (СМ)

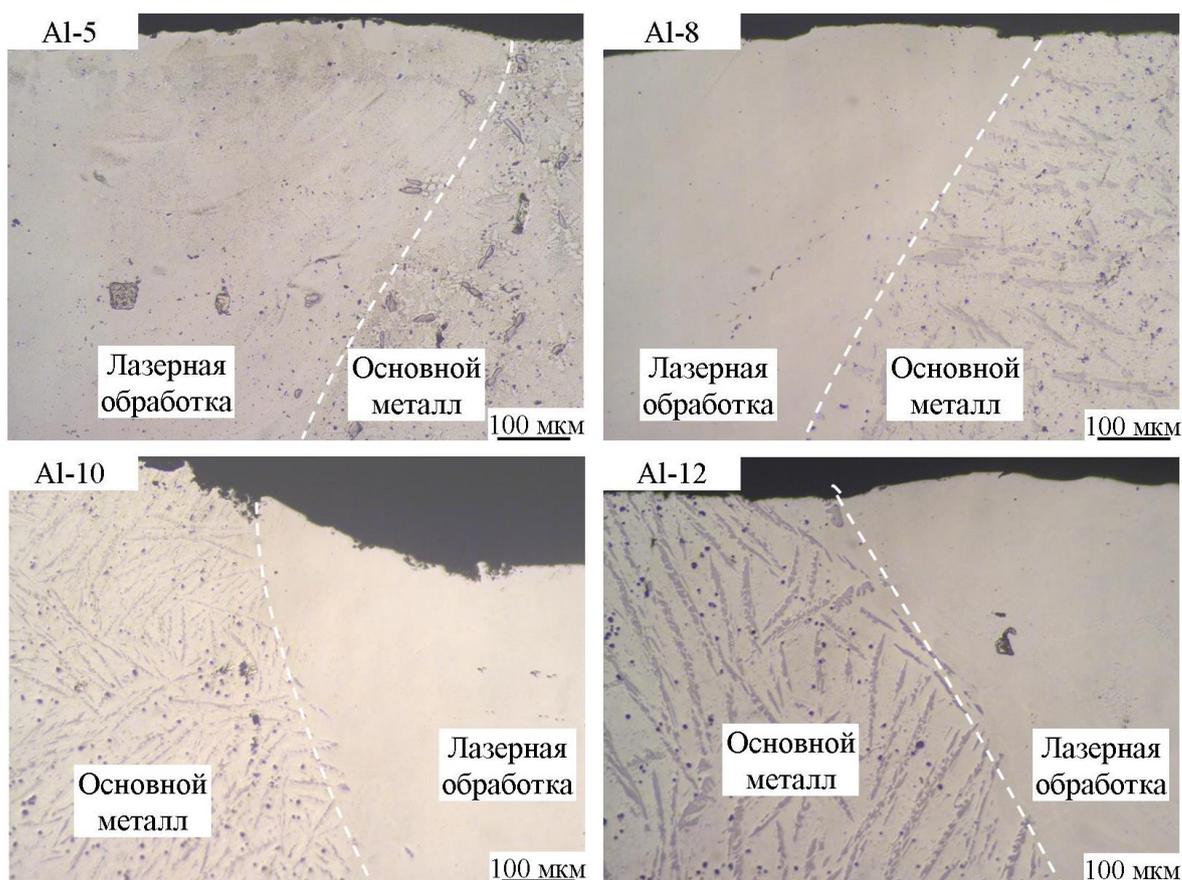


Рисунок 5.2.7 – Металлографическая оценка результатов испытаний сплавов Al-5, Al-8, Al-10, Al-12 на воздействие морского климата (СМ)

Таблица 5.2.3 – Расчет скорости коррозии сплавов Al-5, Al-8, Al-10, Al-12 на основе изменения массы образцов

№	Сплав	Потеря массы, $\frac{г}{м^2}$	Скорость коррозии, $\frac{г}{м^2 \cdot сут}$
1	Al-5	0,021	0,0010
2	Al-8	0,026	0,0013
3	Al-10	0,032	0,0016
4	Al-12	0,027	0,0014

Показано, что высокая технологичность при лазерной обработке, высокая твердость при комнатной и повышенной до 250 °С температурах, высокая стойкость к коррозии делает сплавы системы Al-Fe-Ni при содержании железа до 2,5 %, никеля до 9,5% перспективными материалами для аддитивного производства.

5.3 Структурообразование в условиях прямого лазерного наплавления порошков экспериментальных сплавов

Из сплавов получены порошки (рисунок 5.3.1) для изготовления экспериментальных образцов методом прямого лазерного наплавления (ПЛН). Для этого с помощью установки, оснащенной коаксиальным соплом, была произведена наплавка одного, трех, пяти и десяти треков в один, три, пять и десять слоев. Мощность при этом варьировали в диапазоне от 150 до 250 Вт с шагом 50.

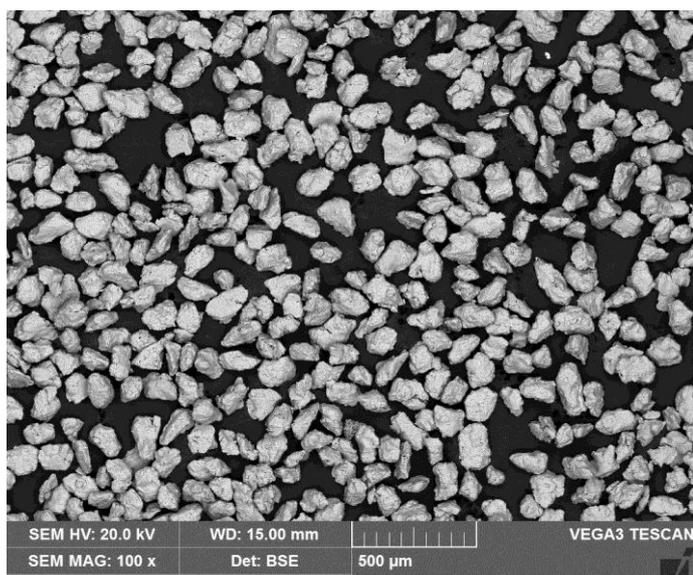


Рисунок 5.3.1 – Порошок сплава Al-10 в режиме отраженных электронов

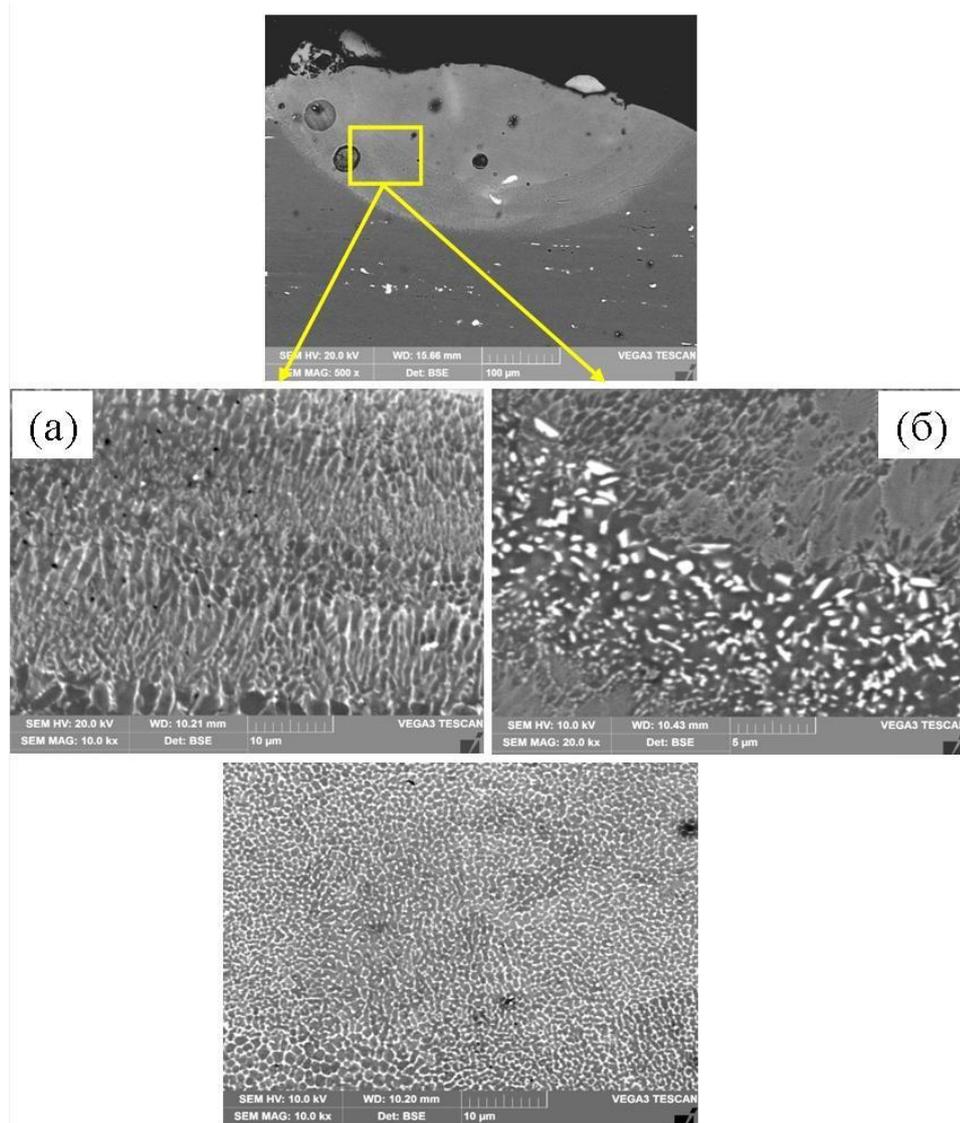


Рисунок 5.3.2 – Типичная микроструктура одиночного трека в один (а) и три (б) слоя, полученные методом ПЛН сплава Al-10 при мощности 200 Вт

При наплавке порошка в один слой (рисунок 5.3.2 а) формируется преимущественно дендритная структура алюминиевой матрицы, окруженная эвтектикой. Средний размер дендритной ячейки равен 0,4 мкм. При наплавке трех слоев также как и в ЛП^{n>1} возникают зоны перекрытия, где формируется структура отличная от центра трека (рисунок 5.3.2 б). Здесь возникает небольшая зона шириной 15 мкм, содержащая мелкие кристаллы фазы Al₉NiFe, которые окружают алюминиевую матрицу средним размером 1 мкм. При этом был зафиксирован небольшой разогрев подложки до температуры 28 и 33 °С при наплавке одно и трех слоев соответственно (рисунок 5.3.4).

Подобие структур, формируемых при ЛП^{n>1} и ПЛН одиночных треков в 1 и 3 слоя заключается в одинаковом размере и форме структурных составляющих и сопоставимых в пределах ошибки результатах измерения твердости областей после лазерной обработки и прямого лазерного наплавления (рисунок 5.3.3).

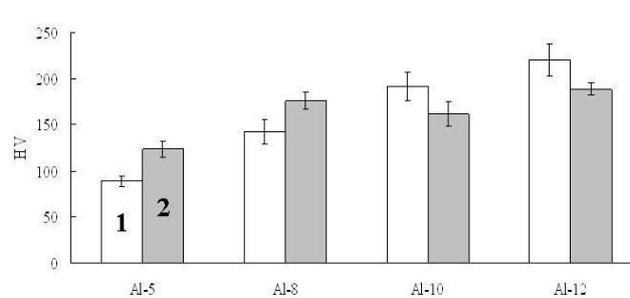


Рисунок 5.3.3 – Твердость экспериментальных сплавов после (1) ЛП массивных образцов и (2) ПЛН порошков

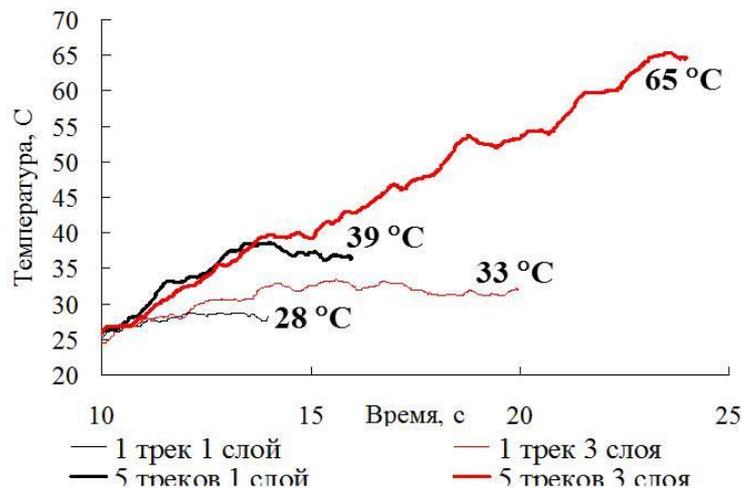


Рисунок 5.3.4 – Зависимость температуры подложки от количества треков и слоев при прямой лазерной наплавке порошка сплава Al-10

С увеличением числа треков и слоев до 10, температура подложки повышается до 150 °С (рисунок 5.3.5), в структуре сплава Al-10 при этом наблюдается укрупнение первичных кристаллов фазы Al_9NiFe до 2-2,5 мкм (рисунок 5.3.6).

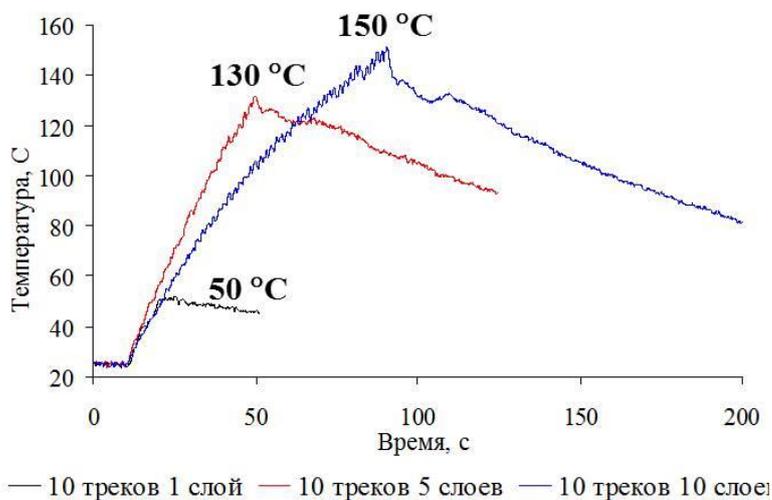


Рисунок 5.3.5 – Зависимость температуры подложки от количества треков и слоев при прямой лазерной наплавке порошка сплава Al-10

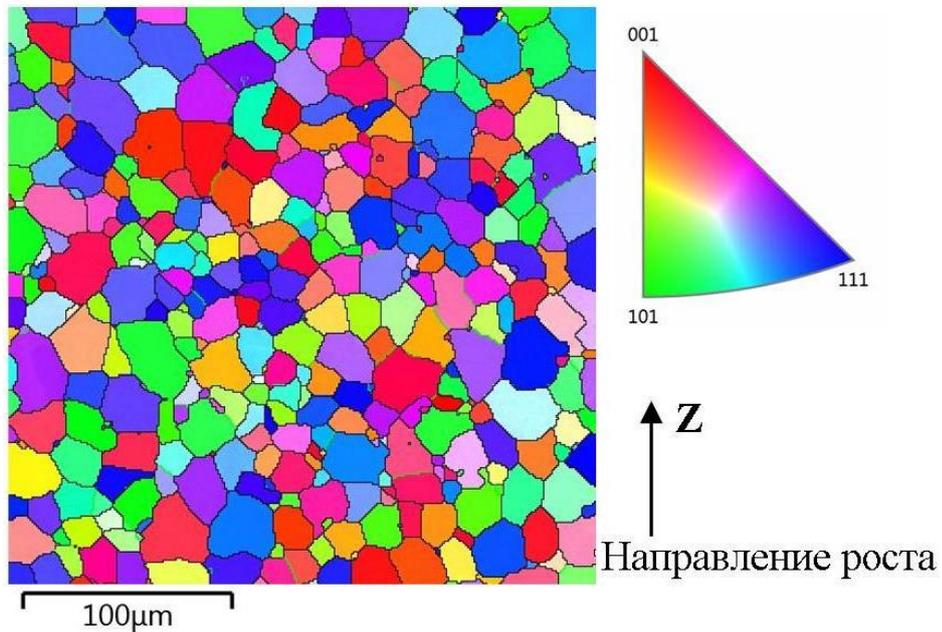
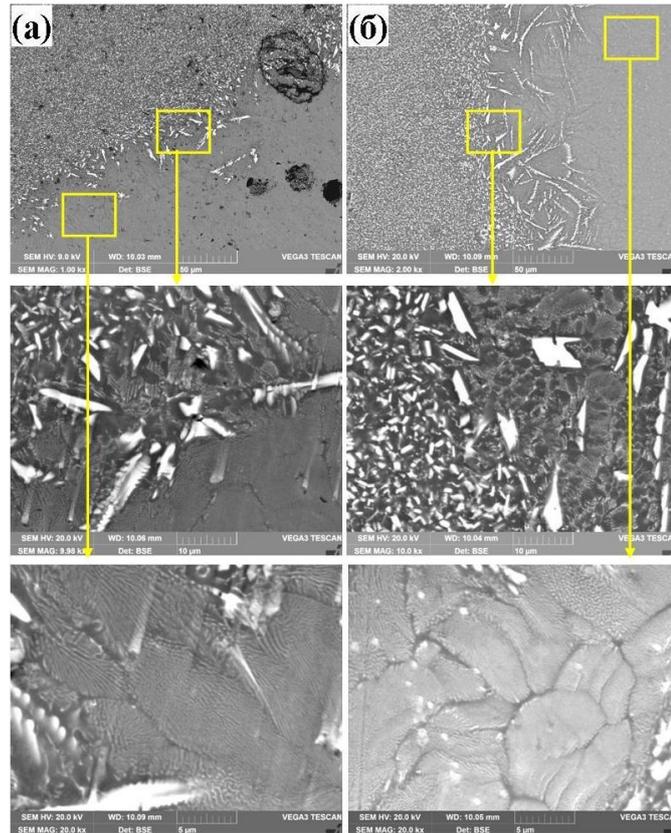


Рисунок 5.3.6 – Типичная микроструктура сплавов (а) Al-8 и (б) Al-10, сформированная при прямом лазерном наплавлении порошка мощностью 200 Вт (10 треков, 10 слоев) и зеренная структура, полученная методом EBSD анализа

Установлен аддитивный вклад от количества треков и слоев наплавки на температуру подложки. Например, увеличение количества треков от 1 до 10 приводит к

повышению температуры подложки на 25 °С, увеличение слоев от 1 до 3 – к повышению температуры подложки на 18 °С. При наплавке 10 треков в 5 и 10 слоев при мощности 200 Вт температура подложки повышается до 150 °С, в результате чего кристаллы фазы Al_9NiFe укрупняются до 2,5 мкм. Чтобы не допустить формирования такой структуры в наплавках из экспериментальных сплавов необходимо контролировать температуру подложки и не допускать ее роста выше 130 °С.

ВЫВОДЫ

1. Предложена методика изучения процессов формирования структуры многокомпонентных сплавов с имитацией условий кристаллизации в процессе селективного лазерного сплавления. Методика позволяет сделать заключение о возможности использования исследуемых сплавов для технологии селективного лазерного сплавления на основе данных микроструктурного анализа, оценки свариваемости и механических свойств, что существенно сокращает затраты на разработку новых сплавов. Показано, что переход от обработки лазером к селективному лазерному сплавлению можно осуществить на основе расчета плотности энергии для каждого из методов. На примере сплава $Al-5\%Mg-0,6\%Zr-0,5\%Sc$, обработанного двумя способами при плотностях энергии 180 и 135-180 Дж/мм³ соответственно было выявлено подобие микроструктур – в обоих случаях она состояла из мелких равноосных кристаллов средним размером 2,3 мкм в областях перекрытия и 7 мкм в центре.

2. Проведено исследование влияния параметров лазерной обработки на формирование структуры многокомпонентных алюминиевых сплавов. Показано, что определяющим фактором является температура основного металла, окружающего ванну расплава:

- на примере сплава $Al-5\%Mg-0,6\%Zr-0,5\%Sc$ показано, что лазерная обработка в диапазоне мощностей 42,7-56,2 Вт приводит к большому разогреву основного металла, по сравнению с обработкой с мощностью 26,3-40,4 Вт, в результате чего смешанный тип структуры со столбчатыми и равноосными кристаллами меняется на равноосный. В сплаве $Al-4,7\%Mg-0,32\%Mn-0,21\%Sc-0,1\%Zr$ повышение мощности лазерного излучения до 42,7 Вт также приводит к увеличению зоны равноосных кристаллов и сокращению кристаллизационных трещин;

- на примере сплавов $Al-2,5\%Fe-5,5\%Ni$, $Al-2,5\%Fe-7,5\%Ni$, $Al-2,5\%Fe-9,5\%Ni$ показано, что из-за разогрева подложки до температур 30-40 °С в структуре наплавки в областях перекрытия соседних треков/слоев появляются кристаллы фазы типа $Al_9(Fe,Ni)$ компактной формы со средним размером 1 мкм. Повышение температуры подложки до

130-150 °С приводит к изменению формы и размера первичных кристаллов: они разветвляются и сильно вытягиваются в одном направлении, их толщина увеличивается до 2-2,5 мкм;

- выявлено, что разогрев основного металла от 80 до 320 °С при лазерной обработке и связанное с этим снижение скорости охлаждения ванны расплава приводит к образованию кристаллов фазы Al_3Zr , которые выступают в качестве центров кристаллизации алюминиевого твердого раствора в сплаве Al-5%Mg-0,6%Zr-0,5%Sc. Средний размер равноосных кристаллов уменьшается при этом от 10,8 мкм до 4,1 мкм;

- на основе экспериментальных данных предложены схемы кристаллизации сплавов в диапазоне мощностей обработки лазером 26,7-56,2 Вт. Показано, что в условиях высоких мощностей обработки сплавов создаются благоприятные условия для зарождения мелких равноосных кристаллов и сокращению кристаллизационных трещин.

3. Исследовано влияние модифицирующих и эвтектикообразующих добавок на структурообразование алюминиевых сплавов при лазерной обработке:

- показана высокая эффективность использования титана и бора для подавления образования столбчатых кристаллов и трещин во время кристаллизации;

- показано, что с повышением концентрации Ti в сплавах Al-4,7%Mg-0,3%Mn-0,2%Sc-0,1%Zr и AA7020 выше 1 % кристаллизационные трещины вобработанной лазером области отсутствуют, зона столбчатых кристаллов полностью исчезает, и весь объем этих областей состоит из равноосных зерен со средним размером 2-4 мкм. Увеличение содержания титана в сплаве Al-4,7%Mg-0,3%Mn-0,2%Sc-0,1%Zr до 3 % приводит к приросту микротвердости области после лазерной обработки на 35 единиц, а также к росту предела прочности сварного соединения на 110 МПа;

- на примере сплава Al-4,5%Cu-1,5%Mg-0,5%Mn показано, что добавки редкоземельных элементов, таких как Ce и Y в количестве выше 0,5% приводят к повышению объемной доли эвтектики в сплаве, образуя новые эвтектические фазы типа Al_3CeCu , Al_3Y , Al_7Y_3Cu , и снижению образования трещин в процессе лазерной обработки.

4. Установлено, что при лазерной обработке сплавов Al-2,5%Fe-2,5%Ni, Al-2,5%Fe-5,5%Ni, Al-2,5%Fe-7,5%Ni, Al-2,5%Fe-9,5%Ni формируется пересыщенный твердый раствор никеля в алюминии и ультрадисперсная структура со средним размером дендритных ячеек 220, 165, 94 и 27 нм и средним размеров эвтектических фаз 100, 70, 26 и 10 нм соответственно, что существенно повышает уровень характеристик механических свойств по сравнению с литым состоянием. Показано, что с увеличением содержания никеля от 2,5 до 9,5 микротвердость обработанных лазером областей повышается от до 89 до 220 HV, а предел прочности от 148 ± 32 до 411 ± 23 МПа соответственно. Показана

высокая термическая стабильность сформировавшейся структуры при нагреве до 250 °С и выдержке 20 часов.

Опубликованные работы по теме диссертации

1 Попкова, И.С. Производство изделий из алюминия и его сплавов методом селективного лазерного плавления / И.С. Попкова, В.С. Золоторевский, А.Н. Солонин. // Технология легких сплавов. – 2015. – №4. – С. 14-24;

2 Логинова, И.С. Исследование влияния параметров процесса лазерной наплавки порошка стали 316L на структуру и механические свойства образцов / И.С. Логинова, Д.П. Быковский, S.B. Adisa, А.Н. Солонин, В.Д. Миронов, В.Н. Петровский, В.В. Чеверикин // Технология легких сплавов. – 2016. – №4. – С. 5-11;

3 Loginova, I.S. The structure and mechanical properties of parts elaborated by direct laser deposition 316L stainless steel powder obtained in various ways / I.S. Loginova, A.N. Solonin, A.S. Prosviryakov, S.B. Adisa, A.M. Khalil, D.P. Bykovskiy, V.N. Petrovskiy. // Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – Vol.941. – Iss. 1. N.012040;

4 Логинова, И.С. Импульсная лазерная сварка сплава 1545K / И.С. Логинова, В.С. Золоторевский, А.Н. Солонин, А.М. Халил, А.В. Поздняков // Технология легких сплавов. – 2017. – №1. – С.52-59;

5 Логинова, И.С. Особенности микроструктуры и свойств изделий, получаемых методом прямого лазерного наплавления порошка стали 316L / Логинова И.С., Быковский Д.П., Солонин А.Н., Просвирыков А.С., Чеверикин В.В., Поздняков А.В., Петровский В.Н. // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2017. – №4. – С.44-52;

6 Loginova, I. Effect of pulse laser welding parameters and filler metal on microstructure and mechanical properties of Al-4.7Mg-0.32Mn-0.21Sc-0.1Zr alloy / I. Loginova, A. Khalil, A. Pozdniakov, A. Solonin, V. Zolotorevsky. // Metals. – 2017. – Vol.7. – Iss.12. N.564;

7 Логинова, И.С. Разработка теплостойких алюминиевых сплавов электротехнического назначения на основе системы Al-Fe-Si / Логинова И.С., Солонин А.Н., Просвирыков А.С., Поздняков А.В., Рязанцева М.А., Чурюмов А.Ю. // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2018. – №6. – С. 21-26;

Loginova, I.S. Development of Heat-Resistant Aluminum Alloys for Electrical Engineering Purposes Based on the Al – Fe – Si System / Loginova I.S., Solonin, A.N., Prosviryakov, A.S., Pozdniakov A.V., Ryazantseva, M.A., Churyumov, A.Y. // Metal Science and Heat Treatment. – 2018. – Vol.60. – Iss. 5-6. – P. 360-366;

8 Pozdniakov, A.V. Microstructure and properties of novel AlSi11CuMn alloy manufactured by selective laser melting / Pozdniakov A.V., Churyumov A.Y., Loginova I.S., Daubarayte D.K., Ryabov D.K., Korolev V.A. // Materials Letters. – 2018. – Vol.225. – P. 33-36;

9 Saheed, B. Adisa. Effect of Laser Welding Process Parameters and Filler Metals on the Weldability and the Mechanical Properties of AA7020 Aluminium Alloy / Saheed, B. Adisa, Irina Loginova, Asmaa Khalil, Alexey Solonin. // Journal of Manufacturing and Materials processing. – 2018. – Vol.2. – Iss.33, DOI:10.3390/jmmp2020033;

10 Логинова, И.С. Исследование микроструктуры алюминиевого сплава Al–5 % Mg–0,6 % Zr–0,55 % Sc для аддитивного производства / И.С. Логинова, А.Ю. Чурюмов, А.В. Поздняков, А.Н. Солонин. // Технология легких сплавов. – 2018. – №2. – С.15-24;

11 Логинова, И.С. Влияние модифицирования на склонность сплава Al–4,7%Mg–0,32%Mn–0,21%Sc–0,09%Zr к образованию кристаллизационных трещин в условиях лазерной обработки / И.С. Логинова, В.О. Подусовский, А.В. Поздняков, А.Ю. Чурюмов, А.Н. Солонин. // Технология легких сплавов. – 2018. – №3. – С.5-13.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 J. Zhang, D.C. Weckmann, Y. Zhou, Effects of temporal pulse shaping on cracking susceptibility of 6061-T6 aluminum Nd:YAG laser welds, *Weld. J.* 87 (2008) 18–30;
- 2 W.E. King, A.T. Anderson, R.M. Ferencz, N. E. Hodge, C. Kamath, S.A. Khairallah. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational and material challenges, *Applied Physics Reviews*.2 (2015) 1-26;
- 3 D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, J. Bültmann. High power selective laser melting (HP SLM) of aluminium parts. *Physics procedia of the sixth international WLT conference on lasers in manufacturing.* 12A (2012) 271-278;
- 4 D.E. Cooper, M. Stanford, K.A. Kibble, G.J. Gibbons. Additive manufacturing for product improvement at Red Bull Technology. *Materials and Design.* 41 (2012) 226-230;
- 5 E. Louvis, P. Fox, C.J. Sutcliffe. Selective laser melting of aluminium components. *Journal of Materials Processing Technology.* 211 (2011) 275-84;
- 6 E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, D. Buchbinder. Additive manufactured AlSi10Mg samples using selective laser melting (SLM): microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials and Design.* 34 (2012) 159-169;
- 7 S. Kenzari, D. Bonina, J.-M. ubois, V. Fournée. Additive manufacturing of lightweight, fully Al-based components using quasicrystals. *Journal of Materials Processing Technology.* 3108 (2014) 3108–3111;
- 8 X.P. Li, C.W. Kang, H. Huang, L.C. Zhang, T.B. Sercombe. Selective laser melting of an Al₈₆Ni₆Y_{4.5}Co₂La_{1.5} metallic glass: processing, microstructure evolution and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A.* 606 (2014) 370–379;
- 9 X.J. Wang, L.C. Zhang, M.H. Fang, T.B. Sercombe. The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al–12Si alloy. *Materials Science and Engineering A.* 597 (2014) 370–375;
- 10 D. Gu, H. Wang, F. Chang, D. Dai, P. Yuan, Y.-C. Hagedorn. Selective laser melting additive manufacturing of TiC/ AlSi10Mg bulk-form nanocomposites with tailored microstructures and properties. *Procedia of the 8th international conference on photonic technologies LANE.* 56 (2014) 108-116;
- 11 E.O. Olakanmi. Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: effect of processing conditions and powder properties. *Journal of Materials Processing Technology.* 213 (2013) 1387-1405;

- 12 N. Read, W. Wang, K. Essa, M.A. Attallah. Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: process optimisation and mechanical properties development. *Materials and Design*. 65 (2015) 417-424;
- 13 N.T. Aboulkhair, N.M. Everitt, I. Ashcroft, C. Tuck. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*. 1 (2014) 77-86;
- 14 X. Cao, W. Wallace, J.P. Immarrigeon, C. Poon. Research and progress in laser welding of wrought aluminium alloys. II. Metallurgical microstructures, defects, and mechanical properties. *Materials and Manufacturing Processes*. 18 (2003) 23-49;
- 15 Olakanmi E.O. Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: Effect of processing conditions and powder properties. *Journal of Materials Processing Technology*. 213 (2013) 1387– 1405;
- 16 Попкова И.С., Золоторевский В.С., Солонин А.Н. Производство изделий из алюминия и его сплавов методом селективного лазерного плавления. *Технология легких сплавов*. 4 (2014) 14-24;
- 17 Gaffar M.A., Gaber A., Mostafa M.S., Abo Zeid E.F. The effect of Cu addition on the thermoelectric power and electrical resistivity of Al–Mg–Si balanced alloy: A correlation study. *Materials Science and Engineering A*. 465 (2007) 274-282;
- 18 Li Z., Samuel A.M., Samuel F.H., Ravindran C., Valtierra S. Effect of alloying elements on the segregation and dissolution of CuAl₂ phase in Al–Si–Cu 319 alloys. *Journal of Materials Science*. 38 (2003) 1203-1218;
- 19 Wang G., Bian X., Liu X., Zhang, J. Effect of Mg on age hardening and precipitation behavior of an AlSiCuMg cast alloy. *Journal of Materials Science*. 39 (2004) 2535-2537;
- 20 Wang G., Sun Q., Feng L., Hui, L., Jing C. Influence of Cu content on ageing behavior of AlSiMgCu cast alloys. *Mater Design*. 28 (2007) 1001-1005;
- 21 Wang Q.G., Davidson C.J. Solidification and precipitation behaviour of Al–Si–Mg casting alloys. *Journal of Materials Science*. 36 (2001) 739-750;
- 22 X. Wang, S. Esmaili, D.J. Lloyd. The sequence of precipitation in the Al–Mg–Si–Cu alloy AA6111. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 37 (2006) 2691-2699;
- 23 K. Kempen, L. Thijs, V.J. Humbeeck, J.-P. Kruth. Mechanical properties of AlSi10Mg produced by Selective Laser Melting. *Physics Procedia*. 39 (2012) 439-446;
- 24 N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attallah Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimization and mechanical properties development. *Materials and Design*. 64 (2015) 417-424;

25 S. Siddiquea, M. Imrana, E. Wyciskc, C. Emmelmann, F. Walther. Influence of process-induced microstructure and imperfections on mechanical properties of AlSi12 processed by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*. 221 (2015) 205-213;

26 Логинова И.С., Быковский Д.П., Adisa S.B., Солонин А.Н., Миронов В.Д., Петровский В.Н., Чеверикин В.В. Исследование влияния параметров процесса лазерной наплавки порошка стали 316L на структуру и механические свойства образцов. *Технология легких сплавов*. 4 (2016) 5-11; была 5

27 I.S. Loginova, A.N. Solonin, A.S. Prosviryakov, S.B. Adisa, A.M. Khalil, D.P. Bykovskiy, V.N. Petrovskiy. The structure and mechanical properties of parts elaborated by direct laser deposition 316L stainless steel powder obtained in various ways. *Journal of Physics: Conference Series*, 941 (2017);

28 Логинова И.С., Золоторевский В.С., Солонин А.Н., Халил А.М., Поздняков А.В. Импульсная лазерная сварка сплава 1545К. *Технология легких сплавов*. (1) 2017 52-59;

29 Логинова И.С., Быковский Д.П., Солонин А.Н., Просвирыков А.С., Чеверикин В.В., Поздняков А.В., Петровский В.Н. Особенности микроструктуры и свойств изделий, получаемых методом прямого лазерного наплавления порошка стали 316L. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 4 (2017) 44-52;

30 Добаткин В.И., Елагин В.И. Гранулируемые алюминиевые сплавы. М.: - Металлургия, 1981, 176 с.

31 Елагин В.И. Легирование деформируемых алюминиевых сплавов переходными металлами. М.: - Металлургия, 1976, 248 с.

32 Plotkowski, O. Rios, N. Sridharan, Z. Sims, K. Unocic, R.T. Ott, R.R. Dehoff, S.S. Babu. Evaluation of an Al-Ce alloy for laser additive manufacturing // *Acta Materialia*. – 2017. – V. 126. – P. 507-519;

33 Фридляндер И.Н., Зайцев Н.И., Бурова, Е.И., Арбузов Ю.П. Алюминиевые сплавы. Деформируемые сплавы. М.: - Машиностроение, 1964, с. 76-79;

34 Г.А. Николаев, И.Н. Фридляндер, Ю.П. Арбузов. Свариваемые алюминиевые сплавы. М.: Металлургия, 1990. 296 с.;

35 Шиганов. Лазерная сварка. ISSN 0236-3941. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. "Машиностроение". 2012;

36 Сварка и свариваемые материалы: Справочник. — М.: Металлургия, 1996. Т.1: Свариваемость материалов. — 528 с.;

37 И.И. Новиков, В.С. Золоторевский, В.К. Портной и др. *Металловедение*, т.1. М.: - МИСиС, 2009, 496 с.;

- 38 В.С. Золоторевский, Н.А. Белов. *Металловедение литейных алюминиевых сплавов* –М.: МИСиС. – 2005. – 376 с.;
- 39 Д.М.Рабкин, А.В. Лозовская, И.Е. Склабинская. *Металловедение сварки алюминия и его сплавов*. Киев, Наук. думка, 1992, 160 с.;
- 40 Amine T, Newkirk JW, Liou F. Investigation of effect of process parameters on multilayer builds by direct metal deposition//*Appl Therm Eng* 73 (1) (2014) 500–11;
- 41 Hu YP, Chen CW, Mukherjee K. Measurement of temperature distributions during laser cladding process//*J Laser Appl* 12(3) (2000) 126–30;
- 42 Parimi LL, A RG, Clark D, Attallah MM. Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718. *Mater Charact* 2014;89:102–11.
- 43 Bhattacharya S, Dinda GP, Dasgupta AK, Mazumder J. A comparative study of microstructure and mechanical behavior of CO₂ and diode laser deposited Cu-38Ni alloy. *J Mater Sci* 2014;49(6):2415–29.
- 44 Yadollahi A, Shamsaei N, Thompson SM, Seely DW. Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel. *Mater Sci Eng A* 2015;644:171–83.
- 45 Dinda GP, Dasgupta AK, Bhattacharya S, Natu H, Dutta B, Mazumder J. Microstructural characterization of laser-deposited Al 4047 alloy. *Metall Mater Trans A* 2012;44(5):2233–42.
- 46 T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. Ded, W. Zhang. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science* 92 (2018) 112–224.
- 47 John C. Lippold. *Welding Metallurgy and Weldability*. Wiley 2015
- 48 Sindo Kou. *WELDING METALLURGY SECOND EDITION*.
- 49 Carter LN, Martin C, Withers PJ, Attallah MM. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy. *J Alloy Comp* 2014;615:338–47.
- 50 N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attallah Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimization and mechanical properties development // *Materials and Design*. – 2015. – V. 64. – P. 417-424;
- 51 T.G. Spears, S.A. Gold, In-process sensing in selective laser melting (SLM) additive manufacturing, *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 5 (2016) 2.
- 52 A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties E.O. Olakanmi, R.F. Cochrane, K.W. Dalgarno *Progress in Materials Science* 74 (2015) 401–477

- 53 Steen WM. Laser materials processing. London: Springer; 2003.
- 54 Basu B, Date AW. Rapid solidification following laser melting of pure metals—I. Study of flow field and role of convection. *Inter J Heat Mass Transf* 1992;35(5):1049–58.
- 55 Basu B, Date AW. Rapid solidification following laser melting of pure metals—II. Study of pool and solidification characteristics. *Inter J Heat Mass Transf* 1992;35(5):1059–67.
- 56 Loretto MH, Godfrey AB, Hu D, Blenkinsop PA, Jones IP, Cheng TT. The influence of composition and processing on the structure and properties of TiAl-based alloys. *Intermetall* 1998;6(7–8):663–6.
- 57 Srivastava D, Hu D, Chang ITH, Loretto MH. The influence of thermal processing route on the microstructure of some TiAl-based alloys. *Intermetall* 1999;7(10):1107–12.
- 58 T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. Ded, W. Zhang. Additive manufacturing of metallic components//Process, structure and properties. *Progress in Materials Science* 92 (2018) 112–224;
- 59 Baicheng Zhang, Lucas Dembinski, Christian Coddet. «The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder». *Materials Science and Engineering A584*, 2013, P.21–31;
- 60 Shishkovsky IV, Scherbakov VI, Morozov YG, Kuznetsov MV, Parkin IP. Surface laser sintering of exothermic powder compositions//*J Therm Anal Calorim* 91(2) (2008) 427–36;
- 61 Benda J. Temperature controlled selective laser sintering//In: *Proceedings of the solid freeform fabrication symposium*; (1994) 277–284;
- 62 Doubenskaia M, Pavlov M, Chivel Y. Optical system for on-line monitoring and temperature control in selective laser melting technology//In: *Key engineering materials* (2010) 458–61;
- 63 Hu DM, Kovacevic R. Sensing, modeling and control for laser-based additive manufacturing//*Int J Mach Tool Manu* 43(1) (2003) 51–60;
- 64 Jian X, Jinghua S, Yiqing G. Novel measurement method for selective laser sintering transient temperature field. In: *3rd International symposium on advanced optical manufacturing and testing technologies: optical test and measurement technology and equipment* (2007) 67234N–67234N;
- 65 Price S, Cooper K, Chou K. Evaluations of temperature measurements by near-infrared thermography in powder-based electron-beam additive manufacturing. In: *Proceedings of the solid freeform fabrication symposium*. Austin (TX): University of Texas (2012) 761–73;
- 66 Manvatkar V, De A, DebRoy T. Heat transfer and material flow during laser assisted multi-layer additive manufacturing. *J Appl Phys* 2014;116(12): Article No. 124905.

67 Mukherjee T, Zhang W, DebRoy T. An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing. *Comp Mater Sci* 2017;126:360–72.

68 T.G. Spears, S.A. Gold, In-process sensing in selective laser melting (SLM) additive manufacturing, *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 5 (2016) 2.

69 Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences Cassiopée Galy, Emilie Le Guen, Eric Lacoste, Corinne Arvieu *Additive Manufacturing* 22 (2018) 165–175

70 L. Quintino, R. Miranda, U. Dilthey, D. Iordachescu, M. Banasik, S. Stano, Laser welding of structural aluminium, *Adv. Struct. Mater.* 8 (2012) 33–57.

72 T. Kimura, T. Nakamoto, Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting, *Mater. Des.* 89 (2016) 1294–1301.

73 N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attalah, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: process optimisation and mechanical properties development, *Mater. Des.* 65 (2015) 417–424.

74 R. Chou, J. Milligan, M. Paliwal, M. Brochu, Additive manufacturing of alloy via pulsed selective laser melting, *JOM* 67 (2015) 590–596.

75 K. Schmidtke, F. Palm, A. Hawkins, C. Emmelmann, Process and mechanical properties: applicability of a scandium modified Al-alloy for laser additive manufacturing, *Phys. Procedia* 12 (2011) 369–374.

76 M. Karg, B. Ahuja, S. Kuryntsev, A. Gorunov, M. Schmidt, Processability of high strength aluminium-copper alloys AW-2022 and 2024 by laser beam melting in powder bed, *sff Symposium*, (2014), pp. 420–436.

77 E. Louvis, P. Fox, C.J. Sutcliffe, Selective laser melting of aluminium components, *J. Mater. Process. Technol.* 211 (2011) 275–284.

78 D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, J. Bültmann, High power selective laser melting (HP SLM) of aluminium parts, *Phys. Procedia* 12 (2011) 271–278.

79 K. Kempen, L. Thijs, E. Yasa, M. Badrossamay, W. Verhecke, J.P. Kruth, Process optimization and microstructural analysis for selective laser melting of AlSi10Mg, *International Solid Freeform Fabrication Symposium* 22 (2011) 484–495.

80 X.P. Li, K.M. O'Donnell, T.B. Sercombe, Selective laser melting of Al-12Si alloy: enhanced densification via powder drying, *Addit. Manuf.* 10 (2016) 10–14.

81 C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Formation and reduction of hydrogen porosity during laser melting of AlSi10Mg, *J. Mater. Process. Technol.* 221 (2015) 112–120.

- 82 J.M. Sánchez-Amaya, T. Delgado, L. González-Rovira, F.J. Botana, Laser welding of aluminum alloys 5083 and 6082 under conduction regime, *Appl. Surf. Sci.* 255 (23) (2009) 9512–9521.
- 83 H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, J. Yin, Z. Hu, X. Zeng, Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behaviour of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy, *Scripta Mater.* 134 (2017) 6–10.
- 84 M. Rappaz, J.M. Drezet, M. Gremaud, A new Hot-Tearing Criterion, *Metall. Mater. Trans. A* 30 (1999) 449–455.
- 85 J.E. Hatch, *Aluminium: Properties and Physical Metallurgy*, ASM International, 1984.
- 86 J. Verö, The hot-shortness of aluminum alloys, *Met. Ind.* 48 (1936) 431–494.
- 87 M.L. Montero Sistiaga, R. Mertens, B. Vrancken, X. Wang, B. Van Hooreweder, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 238 (2016) 437–445.
- 88 Wei HL, Elmer JW, DebRoy T. Three-dimensional modeling of grain structure evolution during welding of an aluminum alloy//*Acta Mater* 126 (2017) 413–25;
- 89 Kurz W, Giovanola B, Trivedi R. Theory of microstructural development during rapid solidification//*Acta Metall* 34(5) (1986) 823–30;
- 90 Yadollahi A, Shamsaei N, Thompson SM, Seely DW. Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel//*Mater Sci Eng A* 644 (2015) 171–83;
- 91 Wei HL, Mazumder J, DebRoy T. Evolution of solidification texture during additive manufacturing//*Sci Rep* 5 (2015) Article No. 16446;
- 92 Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy H.L. Wei, J.W. Elmer, T. DebRoy *Acta Materialia* 115 (2016) 123-131;
- 93 Kou S. *Welding metallurgy*. 2nd ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons; 2003.
- 94 И.И. Новиков, К.М. Розин. *Кристаллография и дефекты кристаллической решетки*. М.: Металлургия, 1990, 336 с.
- 95 Dinda GP, Dasgupta AK, Mazumder J. Texture control during laser deposition of nickel-based superalloy. *Scripta Mater* 2012;67(5):503–6.
- 96 Dinda GP, Dasgupta AK, Mazumder J. Evolution of microstructure in laser deposited Al–11.28%Si alloy. *Surf Coat Technol* 2012;206(8–9):2152–60.
- 97 Wei HL, Mazumder J, DebRoy T. Evolution of solidification texture during additive manufacturing. *Sci Rep* 2015;5: Article No. 16446.

98 Liu Z, Qi H. Effects of substrate crystallographic orientations on crystal growth and microstructure formation in laser powder deposition of nickelbased superalloy. *Acta Mater* 2015;87:248–58.

99 Liu W, DuPont JN. Effects of melt-pool geometry on crystal growth and microstructure development in laser surface-melted superalloy single crystals. *Acta Mater* 2004;52(16):4833–47.

100 Thijs L, Kempen K, Kruth JP, Van Humbeeck J. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. *Acta Mater* 2013;61(5):1809–19.

101 Д.И. Байков, Ю.С. Золоторевский, В.Л. Руссо, Т.К. Ряжская. Свариваемые алюминиевые сплавы. СУДПРОМГИЗ, Ленинград, 1959, 235 с.;

102 Н.Ф. Лашко, С.В. Лашко-Авакян. Свариваемые легкие сплавы. Субпромгиз, Ленинград, 1960г, 440 с.;

103 И.Н. Шиганов, С.В. Шахов, А.А. Холопов. Лазерная сварка алюминиевых сплавов авиационного назначения. Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. “Машиностроение”. 2012, С. 34-50;

104 А.В. Поздняков, В.С. Золоторевский, М.Г. Хомутов. Горячеломкость литейных алюминиевых сплавов. Монография. Москва, МИСиС, 2014, 88с.;

105 Н.А. Белов. Фазовый состав алюминиевых сплавов: Научное издание. – М.: МИСиС. – 2009. – 392 с.

106 K. Kempen, L. Thijs, V.J. Humbeeck, J.-P. Kruth. Mechanical properties of AlSi10Mg produced by Selective Laser Melting // *Physics Procedia*. – 2012. – V. 39. – P. 439-446;

107 T.B. Sercombe and X. Li. Selective laser melting of aluminium and aluminium metal matrix composites: review // *Materials Technology*. – 2016. – V. 31. – P. 77-85;

108 H. Zhang, H. Zhu, T. Qi, Z. Hu, X. Zeng. Selective laser melting of high strength Al–Cu–Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties // *Materials Science and Engineering A*. – 2016. – V. 656. – P. 47-54;

109 H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, J. Yin, Z. Hu, X. Zeng. Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy // *Scripta Materialia*. – 2017. – V. 134. – P. 6-10;

110 Adriaan B. Spierings, Karl Dawson, Mark Voegtlin, Frank Palm, Peter J. Uggowitzer. Microstructure and mechanical properties of as-processed scandiummodified aluminium using selective laser melting // *Manufacturing Technology*. – 2016. – V. 65. – P. 213-216;

- 111 S. Siddiquea, M. Imrana, E. Wyciskc, C. Emmelmann, F. Walther. Influence of process-induced microstructure and imperfections on mechanical properties of AlSi12 processed by selective laser melting // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2015. – V. 221. – P. 205-213;
- 112 ГОСТ 1583-93. Сплавы алюминиевые литейные ТУ- Минск: ИПК Издательство стандартов. – 2000;
- 113 ASM HANDBOOK. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. V.2. The Materials Information Company. – 2010.;
- 114 Алюминиевые сплавы. Плавка и литье алюминиевых сплавов. Справочное руководство. М.: – Metallurgia. – 1970.;
- 115 A. Aversa, M. Lorusso, G. Cattano, D. Manfredi, F. Calignano, E.P. Ambrosio, S. Biamino, P. Fino, M. Lombardi, M. Pavese. A study of the microstructure and the mechanical properties of an Al-Si-Ni alloy produced via selective laser melting // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2017. – V. 695. – P. 1470-1478;
- 116 N.L. Tawfik, Mechanical properties of rapidly solidified ribbons of some Al-Si based alloy // *Journal of Materials Science*. – 1997. – V. 32. – P. 2997-3000;
- 117 X.P. Li, G. Ji b, Z. Chen, A. Addad, Y. Wu, H.W. Wang, J. Vleugels, J. Van Humbeeck, J.P. Kruth. Selective laser melting of nano-TiB₂ decorated AlSi10Mg alloy with high fracture strength and ductility // *Acta Materialia*. – 2017. – V. 129. – P. 183-193;
- 118 D. Gu. Nanoscale TiC Particle-Reinforced AlSi10Mg Bulk-Form Nanocomposites by Selective Laser Melting (SLM) Additive Manufacturing (AM): Tailored Microstructures and Enhanced Properties // *Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials*. – 2015. – P. 175-199;
- 119 Registration Record of Aluminum Association Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Aluminum Alloys in the Form of Casting and Ingot // *The Aluminum Association, Inc. Revised*. – 1989;
- 120 Yu. A. Filatov, V.I. Yelagin, V.V. Zakharov. New Al–Mg–Sc alloys // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – V. 280. – P. 97-101;
- 69 З.Н. Арчакова, Г.А. Балахонцев, И.Г. Басова. Алюминиевые сплавы. Структура и свойства полуфабрикатов из алюминиевых сплавов. - М.: Metallurgia, 1984. 408 с.
- 121 V.G. Davydov, T.D. Rostova, V.V. Zakharov, Yu. A. Filatov, V.I. Yelagin. Scientific principles of making an alloying addition of scandium to aluminium alloys // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – V. 280. – P. 30-36;

- 122 Ю.А. Филатов, Г.Г. Байдин, Р.И. Доброжинская, Е.А. Хамнагдаева, Б.В. Овсянников. Новый термически упрочняемый, свариваемый, криогенный сплав 1545К на основе системы Al-Mg-Sc // *Технология легких сплавов*. – 2014. – № 1. – С. 32-36;
- 123 O. Roder, T. Wirtz, A. Gysler, G. Lutjering. Fatigue properties of Al-Mg alloys with and without scandium // *Materials Science and Engineering: A*. – 1997. – V. 234-236. – P. 181-184;
- 124 A. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov, A. Vinogradov. Tensile and Fatigue Properties of Al-Mg-Sc-Zr Alloy Fine-Grained by Equal-Channel Angular Pressing // *Ultrafine grain metals II* by ed. Zhu Y.T., Langdon T.G., Mishra R.S., Semiatin S.L., Saran M.J., Lou T.C. TMS. – 2002. – Pp. 341;
- 125 A.B. Spierings, K. Dawson, T. Heeling, P.J. Uggowitzer, R. Schäubli, F. Palme, K. Wegener. Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting // *Materials and Design*. – 2017. – V. 115. – P. 52-63;
- 126 Christopher Booth-Morrison, David C. Dunand, David N. Seidman. Coarsening resistance at 400°C of precipitation-strengthened Al-Zr-Sc-Er alloys // *Acta Materialia*. – 2011. – V. 59. – P. 7029-7042;
- 127 S.P. Wen, K.Y. Gao, Y. Li, H. Huang and Z.R. Nie. Synergetic effect of Er and Zr on the precipitation hardening of Al-Er-Zr alloy // *Scripta Materialia*. – 2011. – V. 65. – P. 592-595;
- 128 H.L. Hao, D.R. Ni, Z. Zhang, D. Wang, B.L. Xiao, Z.Y. Ma. Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Er sheets jointed by friction stir welding // *Materials and Design*. – 2013. – V. 52. – P. 706-712;
- 129 Yang Dongxi, Lixiaoyan, Hedingyong, Huanghui. Effect of minor Er and Zr on microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn alloy (5083) welded joints // *Materials Science and Engineering A*. – 2013. – V. 561. – P. 226-231;
- 130 Y. Zhang, H. Gao, Y. Kuai, Y. Han, J. Wang, B. Sun, S. Gu, W. You. Effects of Y additions on the precipitation and recrystallization of Al-Zr alloys // *Materials Characterization*. – 2013. – V. 86. – P. 1-8;
- 131 X.G. Zhang, F.Q. Mei, H.Y. Zhang, S.H. Wang, C.F. Fang, H. Hao. Effects of Gd and Y additions on microstructure and properties of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloys // *Materials Science and Engineering A*. – 2012. – V. 552. – P. 230-235;
- 132 C. Booth-Morrison, D.N. Seidman, D.C. Dunand. Effect of Er additions on ambient and high-temperature strength of precipitation-strengthened Al-Zr-Sc-Si alloys // *Acta Materialia*. – 2012. – V. 60. – P. 3643-3654;

- 133 H. Li, Z. Gao, H. Yin, H. Jiang, X. Sua, J. Bin. Effects of Er and Zr additions on precipitation and recrystallization of pure aluminum // *Scripta Materialia*. – 2013. – V. 68. – P. 59-62;
- 134 L.Z. He, X.H. Li, X.T. Liu, X.J. Wang, H.T. Zhang, J.Z. Cui. Effects of homogenization on microstructures and properties of a new type Al–Mg–Mn–Zr–Ti–Er alloy // *Materials Science and Engineering A*. – 2010. – V. 527. – P. 7510-7518;
- 135 N.Q. Vo, D.C. Dunand, D.N. Seidman. Improving aging and creep resistance in a dilute Al–Sc alloy by microalloying with Si, Zr and Er // *Acta Materialia*. – 2014. – V. 63. – P. 73-85;
- 136 M.E. Van Dalen, D.C. Dunand, D.N. Seidman. Microstructural evolution and creep properties of precipitation-strengthened Al–0.06Sc–0.02Gd and Al–0.06Sc–0.02Yb (at.%) alloys // *Acta Materialia*. – 2011. – V. 59. – P. 5224-5237;
- 137 S.P. Wen, K.Y. Gao, H. Huang, W. Wang, Z.R. Nie. Precipitation evolution in Al–Er–Zr alloys during aging at elevated temperature // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2013. – V. 574. – P. 92-97;
- 138 H. Hallem, W. Lefebvre, B. Forbord, F. Danoix, K. Marthinsen. The formation of Al₃(Sc_xZr_yHf_{1-x-y})-dispersoids in aluminium alloys // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – V. 421. – P. 154-160;
- 139 Y. Dongxia, L. Xiaoyan, H. Dingyong, H. Hui, Z. Liang. Study on microstructure and mechanical properties of Al–Mg–Mn–Er alloy joints welded by TIG and laser beam // *Materials and Design*. – 2012. – V. 40. – P. 117-123;
- 140 Н.А. Белов, А.В. Хван Структура и механические свойства эвтектических композитов на основе системы Al–Ce–Cu // *Цветные металлы*. – 2007. – № 2. – P. 91-95;
- 141 N.A. Belov; A.V. Khvan, «The Ternary Al–Ce–Cu Phase Diagram in the Aluminum-rich Corner» // *Acta Materialia*. – 2007. – V. 55. – P. 5473-5782;
- 142 A. 93 M. Vonina, J. Medved, T. Bonina, F. Zupani. Effect of Ce on morphology of (Al)-Al₂Cu eutectic in Al-Si-Cu alloy // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. – 2014. – V. 24. – P. 36-41;
- 143 Диссертация канд. тех. наук. Чурюмова А.Ю. Расчет предела текучести и деформационного упрочнения алюминиевых сплавов по параметрам структуры. Москва, 2008, 141 с.
- 144 A.B. Spierings, K. Dawson, K. Kern, F. Palm, K. Wegener. SLM-processed Sc- and Zr- modified Al-Mg alloy: Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment. *Materials Science & Engineering A* 701 (2017) 264–273;

145 A.B. Spierings, K. Dawson, M. Voegtlin, F. Palm, P.J. Uggowitzer. Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium modified aluminium using selective laser melting. *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 65 (2016) 213–216;

146 K. Schmidtke, F. Palm, A. Hawkins, C. Emmelmann. Process and Mechanical Properties: Applicability of a Scandium modified Al-alloy for Laser Additive Manufacturing. *Physics Procedia* 12 (2011) 369–374;

147 J.R. Croteau, S.Griffiths, M.D. Rossell, C.Leinenbach, C.Kenel, V.Jansen, D.N. Seidman, D.C. Dunand, N.Q. Vo. Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting. *Acta Materialia* 153 (2018) 35–44;

148 A.B. Spierings, K. Dawson, P.J. Uggowitzer, K. Wegener. Influence of SLM scan-speed on microstructure, precipitation of Al₃Sc particles and mechanical properties in Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys. *Materials and Design* 140 (2018) 134–143;

149 Y.Shi, K.Yang, Sh.K. Kairy, F.Palm, X.Wu, P.A. Rometsch. Effect of platform temperature on the porosity, microstructure and mechanical properties of an Al–Mg–Sc–Zr alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Science & Engineering A* 732 (2018) 41–52;

150 R.Li, M.Wang, T.Yuan, B. Song, C. Chen, K. Zhou, P. Cao. Selective laser melting of a novel Sc and Zr modified Al-6.2 Mg alloy: Processing, microstructure, and properties. *Powder Technology* 319 (2017) 117–128.

151 V. S. Zolotarevskiy, R.I. Dobrozhinskaya, V.V. Cheverikin, E.A. Khamnagdaeva, A.V. Pozdniakov, V.S. Levchenko, E.S. Besogonova, Strength and substructure of Al–4.7Mg–0.32Mn–0.21Sc–0.09Zr alloy sheets, *Phys. Met. Metallogr.* 118 (2017) 407–414;

152 V. S. Zolotarevskiy, R. I. Dobrojinskaja, V. V. Cheverikin, E. A. Khamnagdaeva, A. V. Pozdniakov, V. S. Levchenko, and E. S. Besogonova, Evolution of the structure and mechanical properties of sheets of the of Al–4.7Mg–0.32Mn–0.21Sc–0.09Zr alloy due to deformation accumulated upon rolling, *Phys. Met. Metallogr.* 117 (2016) 1163–1169.

153 W. Reschetnik, J.-P. Bruggemann, M.E. Aydinov, O. Grydin, K.-P. Hoyer, G. Kullmer, H.A. Richard. Fatigue crack growth behavior and mechanical properties of additively processed EN AW-7075 aluminium alloy//*Procedia Structural Integrity* 2016, 2, 3040-3048;

154 Kaufmann N., Imran M., Wischeropp T.M., Emmelmann C., Siddique S., Walther F. Influence of process parameters on the quality of aluminium alloy EN AW 7075 using selective laser melting (SLM) // *Physical Procedia* 83 (2016) 918-926

155 Квасов Ф.И., Фридляндер И.Н. Промышленные алюминиевые сплавы. Справочник. М.: Металлургия, 1984, 528 с.

156 Напалков В.И., Махов С.В., Поздняков А.В. Модифицирование алюминиевых сплавов. Монография. М.: МИСиС, 2017, 378 с.