

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

«МИСиС»

(НИТУ «МИСиС»)

На правах рукописи

Спасенко Анастасия Андреевна

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА И
АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ХОЛОДНОГО
ГАЗОДИНАМИЧЕСКОГО НАПЫЛЕНИЯ

Специальность 2.6.1

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель

к.т.н. Чеверикин Владимир Викторович

Москва – 2022

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
Глава 1. Обзор литературы.....	8
1.1 Аддитивные технологии для создания металлических изделий.....	8
1.2 Метод ХГН.....	9
1.3 Материалы, используемые в методе ХГН.....	17
1.4 Дефекты в материалах, полученных в процессе ХГН, и методы их устранения	19
1.5 Титановые деформируемые сплавы, получаемые методом ХГН	23
1.6 Алюминиевые сплавы, получаемые методом ХГН.....	26
Выводы по главе 1	31
Глава 2. Материалы и методики исследования	32
2.1 Материалы - объекты исследования.....	32
2.2 Холодное газодинамическое напыление (ХГН).....	33
2.3 Термическая обработка.....	34
2.4 Горячее изостатическое прессование (ГИП)	34
2.5 Определение текучести и гранулометрического состава порошка	34
2.6 Методы микроструктурного анализа	35
2.6.1 Сканирующая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ	35
2.6.2 Метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD)	36
2.6.3 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)	37
2.7 Рентгеновальный анализ (РФА)	37
2.8 Термодинамические расчеты	37
2.9 Механические испытания на сжатие	37
2.10 Механические испытания на растяжение	38
2.11 Измерение твердости образцов по методу Виккерса.....	38
Глава 3. Исследование образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН	39
3. 1 Анализ частиц порошка из сплава ВТ6.....	39
3.2 Микроструктурный анализ образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН.....	41

3.3 Микроструктурный анализ образцов из сплава ВТ6 после Т/О	46
3.4 Микроструктурный анализ образцов из сплава ВТ6 после ГИП.....	47
3.4 Анализ механических свойств образцов из сплава ВТ6 в различных состояниях	52
Выводы по главе 3.....	55
Глава 4. Исследование образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных методом ХГН.....	56
4.1 Анализ частиц порошка из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr	56
4.2 Микроструктурный анализ образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН	58
4.3 Термическая обработка образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН.....	64
4.5 Горячее изостатическое прессование образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr	66
4.6 Исследование тонкой структуры образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях	70
4.7 Анализ механических свойств образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях	74
Выводы по главе 4.....	76
Глава 5. Исследование образцов композиционного материала на основе сплава АА7075 с добавлением SiC, полученных методом ХГН	77
5.1 Анализ металлического порошка из сплава АА7075 и частиц карбида кремния SiC	77
5.2 Микроструктурный анализ образцов композиционного материала АА7075-SiC после ХГН.....	79
5.3 Микроструктурный анализ образцов из композиционного материала после термической обработки и ГИП.....	83
5.4 Анализ тонкой структуры образцов из композиционного материала АА7075-SiC в различных состояниях.....	89
5.5 Анализ механических свойств образцов из композиционного материала АА7075-SiC, полученных методом ХГН, в различных состояниях	94
Выводы по главе 5.....	97
ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ	98
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ	99
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	100

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

В последнее время все большее применение в таких отраслях промышленности, как авиационная и аэрокосмическая, получают аддитивные технологии (АТ) ввиду ряда своих преимуществ: возможность изготовления деталей с повышенными свойствами и сложных конфигураций, сокращение времени от создания до выпуска готовой продукции [1-5].

Холодное газодинамическое напыление (ХГН) является одним из методов высокоскоростного аддитивного производства для восстановления объемных изделий из различных материалов, получения многофункциональных покрытий с заданной пористостью без окисления и негативного термического воздействия. Последующее применение термической и термомеханической обработки, таких как горячее изостатическое прессование (ГИП), способствует достижению требуемого уровня свойств в материалах, полученных в процессе ХГН [6-12]. Также, было установлено, что применение технологии ХГН позволяет сохранять мелкодисперсную структуру материала при пластической деформации, которая наследуется от частиц порошка. Данное обстоятельство способствует повышению механических свойств сплавов [13-15].

Последние исследования показали, что увеличивается потребность промышленных предприятий в ремонте изношенных деталей и сборных конструкций, восстановление которых не представляется возможным существующими традиционными методами (например, литьем) из-за ряда технологических ограничений. В данном случае целесообразнее применять методы аддитивного производства, которые позволяют значительно сократить время создания технологической оснастки и снизить ее себестоимость.

В настоящий момент в аддитивных технологиях широко используют сплавы на основе титана типа Ti-6Al-4V (аналог ВТ6), алюминиевые деформируемые сплавы (5xxx и 7xxx серий), так как они обладают высокими прочностными характеристиками, малой удельной массой и достаточной коррозионной стойкостью [16-20].

В то же время, постоянно растущие требования к конструкционным материалам направлены на получение изделий, работающих в условиях повышенных температур и нагрузок. В связи с этим твердофазные методы получения конструкционных материалов с требуемым уровнем свойств, такие как ХГН, являются наиболее привлекательными, так как в процессе ХГН практически не происходит изменений в фазовом и химическом составе материала [21-25].

Следовательно, детальное изучение влияния параметров получения материалов с использованием технологии ХГН, в том числе титановых и алюминиевых сплавов, с применением последующей термической и термомодеформационной обработки представляется весьма важной и актуальной задачей.

Поэтому целью настоящей работы является исследование структуры и свойств сплавов на основе титана и алюминия в процессе холодного газодинамического напыления (ХГН) и оптимизация параметров получения материалов данным методом.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

1. Провести сравнительные структурные исследования и выявить взаимосвязь со свойствами материала образцов различных сплавов, полученных методом ХГН, в зависимости от параметров получения и последующей обработки (термической и ГИП).
2. Разработать технологии получения изделий с заданными характеристиками из титановых и алюминиевых сплавов методом ХГН.

Научная новизна

1. Показано, что применение операции ГИП к сплавам типа ВТ6, полученным методом ХГН, не приводит к коагуляции и последующему межзеренному росту α и β -фазы в процессе выдержки, что способствует более полному протеканию процессов диффузии и стабилизации структуры в материале.
2. Установлено, что применение термической обработки и операции ГИП к материалам из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных методом ХГН,

приводит к равномерному выделению когерентных матрице наноразмерных фаз $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ по всему объему материала.

3. Показано, что наличие равномерно распределенных включений карбида кремния SiC в сплавах типа AA7075, полученных методом ХГН, ускоряет распад алюминиевого твердого раствора в процессе термической обработки и препятствует образованию грубых зернограницных выделений фаз $\text{T}(\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3)$, $\eta(\text{MgZn}_2)$. Благодаря данным структурным изменениям, повышается уровень механических свойств за счет перехода от межзеренного разрушения к внутризеренному.

Практическая значимость

1. Определены технологические параметры ХГН и режимы последующей обработки для исследуемых сплавов фракционного состава порошков 30-100 мкм, для получения материалов с заданными свойствами.
2. Показана возможность получения материалов из титанового сплава типа ВТ6 в атмосфере окружающего воздуха без окисления при температуре газа 600 °С методом ХГН.
3. Показана возможность получения материал с дисперсной структурой на основе алюминиевого сплава системы Al-Mg-Sc-Zr с заданным уровнем свойств методом ХГН.
4. Получен композиционный материал на основе сплава AA7075 с добавлением частиц карбида кремния SiC (до 20-25 % об.) методом холодного газодинамического напыления.

Положения, выносимые на защиту

1. Технологии получения изделий методом ХГН.
2. Влияние термической и термомеханической обработки на микроструктуру и свойства исследуемых сплавов, полученных методом ХГН.

Личный вклад автора состоит в непосредственном участии в разработке плана экспериментов настоящей работы, получении образцов для исследования,

проведении экспериментов, анализе, интерпретации и оформлении результатов работы в виде научных статей и тезисов докладов научных конференций, подготовке диссертационной работы.

Апробация работы

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на следующих научных конференциях:

1. 10th EEIGM International Conference on Advanced Materials Research, Moscow, NUST MISiS, 2019 г.;
2. Российская школа-конференция с международным участием «Аддитивные технологии в цифровом производстве. Металлы, сплавы, композиты», Москва, НИТУ «МИСиС», октябрь 2019 г.;
3. Всероссийская научная конференция молодых ученых «Наука. Технологии. Инновации», НГТУ, Новосибирск, 30 ноября – 4 декабря 2020 г.

Результаты исследования изложены в 4-х печатных изданиях, входящих в перечень ВАК, 3 из которых входят в международные наукометрические базы данных Scopus и Web of Science (Core Collection).

Структура и объем работы: диссертация состоит из введения, 5 глав, выводов, библиографического списка из 145 источников. Работа изложена на 114 страницах машинного текста, содержит 70 рисунков и 14 таблиц.

Работа выполнена в рамках проекта К2-2019-009 «Разработка новых гибридных аддитивных технологий на основе селективного лазерного плавления, холодного газодинамического напыления и лазерной плавки», а также при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-90176\19.

Достоверность научных результатов подтверждается использованием современных методик исследования, аттестованных измерительных установок и приборов, а также применением метода статистической обработки экспериментальных данных. Текст диссертации и автореферат проверен на отсутствие плагиата с помощью программы «Антиплагиат» (<https://antiplagiat.ru>).

Глава 1. Обзор литературы

1.1 Аддитивные технологии для создания металлических изделий

Аддитивные технологии (Additive manufacturing, технологии трехмерной печати, далее – АТ) - технологии создания деталей по данным цифровой модели (или CAD-модели) методом послойного добавления (add, англ. - добавлять) материала [26]. В аддитивном производстве используются различные материалы, например, фотополимерные, порошковые, полимерные листы или металлическая проволока, расплавляемая непосредственно перед выращиванием слоя изделия [27].

Данные технологии впервые появились в конце 80-х годов прошлого столетия [27]. Позже были созданы первые лазерные машины (стереолитографические SLA-машины), затем – порошковые (SLS-машины), однако, в тот период времени производство с использованием АТ было весьма дорогостоящим, а выбор материалов практически отсутствовал.

В настоящее время методы аддитивного производства охватывают большинство сфер деятельности человека и являются наиболее динамично развивающейся отраслью промышленности [28]. Применение аддитивных технологий позволяет получать изделия сложной формы и сокращать этапы изготовления деталей [29].

Технологии, используемые в аддитивном производстве, в основном классифицируются по способу формирования детали. В данном случае существуют два направления: прямое наплавление материала (англ. «direct deposition») и частичный синтез (англ. «bed deposition») [30].

К методам частичного синтеза относятся «селективный синтез» или «селективное лазерное спекание» (SLS – Selective Laser Sintering), в котором качестве источника тепла выступает пучок лазера. Кроме SLS-технологий, к данной группе относят:

1. селективное лазерное плавление (SLM – Selective Laser Melting, далее - СЛП);

2. прямое лазерное спекание (DMLS – Direct Metal Laser Sintering);
3. электронно-лучевая плавка (EBM – Electron Beam Melting);
4. послойное селективное лазерное плавление (Laser Cusing);
5. послойное склеивание композитного порошка связующим веществом (Ink-Jet или Binder Jetting).

Прямое осаждение материала представляет собой другую категорию методов аддитивного производства, отличительной особенностью которых от первой является формирование слоя материала (сплава) в определенной точке, а не на поверхности платформы [31].

В данной группе выделяют следующие методы:

1. Прямая лазерная наплавка (DMD – Direct Metal Deposition);
2. Лазерная наплавка (DM – Direct Manufacturing, фирменное название компании Sciaky, США).

В основе представленных выше технологий лежит процесс плавления частиц при формировании слоя изделия или покрытия, что может приводить к образованию трещин и накоплению внутренних напряжений в изделиях. В связи с этим появились другие альтернативные твердофазные методы аддитивного производства, которые ориентированы на восстановление и создание объемных деталей, а также многофункциональных покрытий в области температур, намного ниже температуры плавления металла. Одним из таких методов является холодное газодинамическое напыление (далее – ХГН) [32].

1.2 Метод ХГН

Главной отличительной особенностью технологии ХГН от хорошо известных газотермических способов создания деталей и покрытий (плазменного, газопламенного, детонационного) является то, что источником энергии в процессе напыления выступает кинетическая энергия частиц порошкового материала, движущихся со сверхзвуковыми скоростями и находящихся в твердой фазе [33]. Низкие температуры процесса ($T_0 = 0,4-0,7 \cdot T_{пл}$) по сравнению с температурой плавления материала создают уникальные условия для снижения теплового

взаимодействия частиц с ускоряющим газом и окружающей средой (окисление, испарение высокодисперсных фракций и т.п.) или полного их устранения. Также, предотвращается образование сквозных пор при кристаллизации, устраняются внутренние напряжения, способствующие короблению изделия [34].

Холодное газодинамическое напыление представляет собой процесс послойного формирования материала в результате разгона предварительно сформированной газопорошковой смеси со скоростями порядка 300-1200 м/с посредством сжатого газа и пластической деформации частиц порошка при соударении с преградой (подложкой) и образованием адгезионно-когезионных связей [1].

В начале 80-х годов прошлого столетия явление получения покрытий методом ХГН было обнаружено в Институте теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича Сибирского отделения Российской академии наук (ИТПМ СО РАН) при изучении обтекания затупленных тел сверхзвуковым двухфазным гетерогенным низкотемпературным потоком (с температурой торможения около 0–20 °С).

При обтекании тел сверхзвуковым потоком можно выделить три процесса, которые могут протекать как отдельно, так и одновременно в различных комбинациях:

- 1) изменение структуры ударной волны за счет частиц, отразившихся от лобовой части обтекаемого тела;
- 2) эрозия – разрушение обтекаемого тела твердыми частицами;
- 3) режим ХГН – напыление твердых частиц на лобовую поверхность обтекаемого тела [2].

Одним из важнейших параметров процесса является скорость частицы [35]. Для каждого напыляемого материала существует некая своя критическая скорость взаимодействия его с подложкой, при которой начинается осаждение покрытия. Принято считать, что высокая скорость частицы, а также ее деформация при соударении с подложкой и высокое локальное давление приводят к тесному контакту металлов через распад и экструзию тонких оксидных пленок на частице

и подложке, образуется физическая связь, что способствует осаждению порошка (рис. 1).

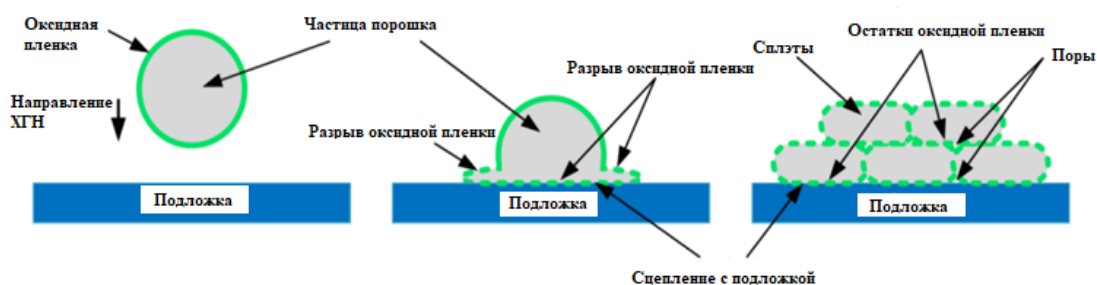
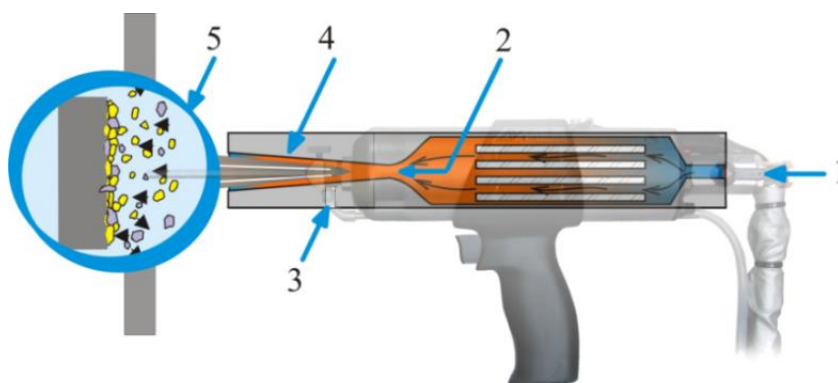


Рисунок 1 – Схематичное изображение формирования покрытия при соударении частиц порошка с преградой

На рисунке 2 представлена принципиальная схема процесса холодного газодинамического напыления.



1 — сжатый газ под давлением подаётся в нагреватель;

2 — газ поступает в сверхзвуковое сопло;

3 — порошковый материал подаётся в сверхзвуковой поток воздуха за критическим сечением сопла, в ту его часть, где давление в потоке несколько ниже атмосферного;

4 — частицы ускоряются газовым потоком до скорости 300—1200 м/с;

5 — частицы взаимодействуют с поверхностью преграды, формируя на ней металлическое покрытие.

Рисунок 2 – Принцип работы и схематичное изображение процесса ХГН

В процессе ХГН сжатый газ очищается специальными фильтрами, далее его подают через регулятор давления в камеру омического нагревателя, в которой его разогревают до необходимой температуры и подают в сверхзвуковое сопло, а напыляемый порошок из питателя подают в зону сопла. Порошок захватывается проходящим газом и на выходе сверхзвукового сопла формируется высокоскоростная струя смеси горячей газопорошковой смеси [37].

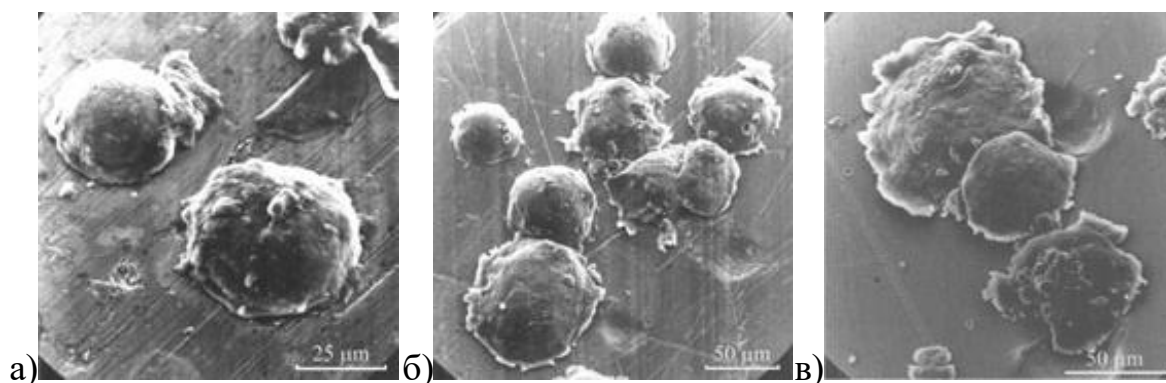
Известно, что на формирование покрытия (изделия) в процессе ХГН большую роль играют такие параметры, как скорость движения частиц, давление подаваемого газа, температура эксперимента [38-40]. Как правило, повышение температуры газа и давления в процессе напыления приводят к формированию более плотного покрытия. Однако существуют некоторые ограничения.

Более ранние исследования [41, 42] показали, что закрепление твердых металлических частиц на поверхности преграды в процессе ХГН происходит в интервале скоростей от 400 до 1200 м/с. Формирование покрытий методом ХГН проводили посредством гелия или газовой смеси (воздух – гелий) в качестве рабочего газа. Скорость газопорошковой смеси так же определяется рабочим газом. Так, при использовании в качестве рабочего газа чистого воздуха скорость потока может достигать 700 м/с, а при использовании гелия – 1200 м/с. Однако ввиду высокой стоимости гелия чаще всего в методе ХГН используют азот [43]. Было установлено, что такие критерии, как критическая скорость в газовой струе, скорость течения потока, а также скорость напыляемых частиц увеличились.

Также, был рассмотрен вопрос влияния скорости частиц в процессе ХГН на числе закрепившихся частиц порошка при взаимодействии с преградой. Авторы [44] установили, что увеличение скорости напыления до 780 м/с приводит к образованию не только кратеров от отскочивших частиц порошка, но и закреплению порошкового материала, а последующее увеличение скорости части до 850 м/с при использовании чистого гелия способствует увеличению доли закрепившихся части до 0,5.

Анализ характера деформации частиц при различных скоростях напыления показал, что увеличение скорости движения частиц приводит к выбросу металла

по периферии. Данное обстоятельство было детально исследовано на примере напыления частиц порошка чистого алюминия (рис. 3) [45].



а) $u=625$ м/с;

б) $u=730$ м/с;

в) $u=850$ м/с

Рисунок 3 – Изображение деформированных частиц алюминия при различных скоростях напыления ХГН, СМ [45]

Таким образом, была определена зависимость степени деформации частиц от их скорости при соударении с преградой. Из полученных в исследовании результатов следует, что степень деформации частицы зависит только от безразмерного параметра $\rho_{\text{ч}} v_{\text{ч}}^2 / H_{\text{ч}}$, где $\rho_{\text{ч}}$, $v_{\text{ч}}$, $H_{\text{ч}}$ – плотность, скорость и динамическая твердость частицы порошка. При одинаковой скорости ХГН степень деформации (ε) мелких частиц меньше, чем крупных, т. е. динамическая твердость выше (рис. 4) [46].

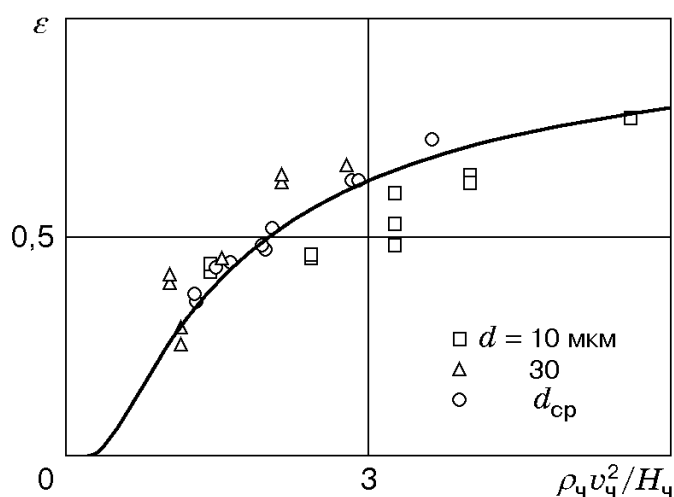


Рисунок 4 – Зависимость степени деформации сферических алюминиевых частиц от скорости удара [46]

При анализе факторов, влияющих на процесс ХГН, было установлено, что для каждого материала или сплава существует своя критическая скорость взаимодействия частиц с преградой, при которой начинается формирование покрытия. При высоких скоростях газового потока можно получать покрытия почти из любого металла или сплава, если пластические и упругие характеристики наносимого материала и подложки соизмеримы. Так, например, при использовании в качестве рабочего газа гелия и скорости потока выше 1200 м/с и предварительном подогреве газовой смеси возможно получение покрытия из тугоплавких металлов, например, молибдена и вольфрама.

Что касается микроструктуры, формируемой в результате напыления методом ХГН, то за счет различной степени деформации частиц порошка при соударении с подложкой формируется неоднородная, так называемая сплэтовая микроструктура материала [47]. Авторы [48] детально рассмотрели процесс формирования микроструктуры и свойств покрытия из нержавеющей стали, полученного методом ХГН. Типичная микроструктура материала после ХГН представлена на рисунке 5.

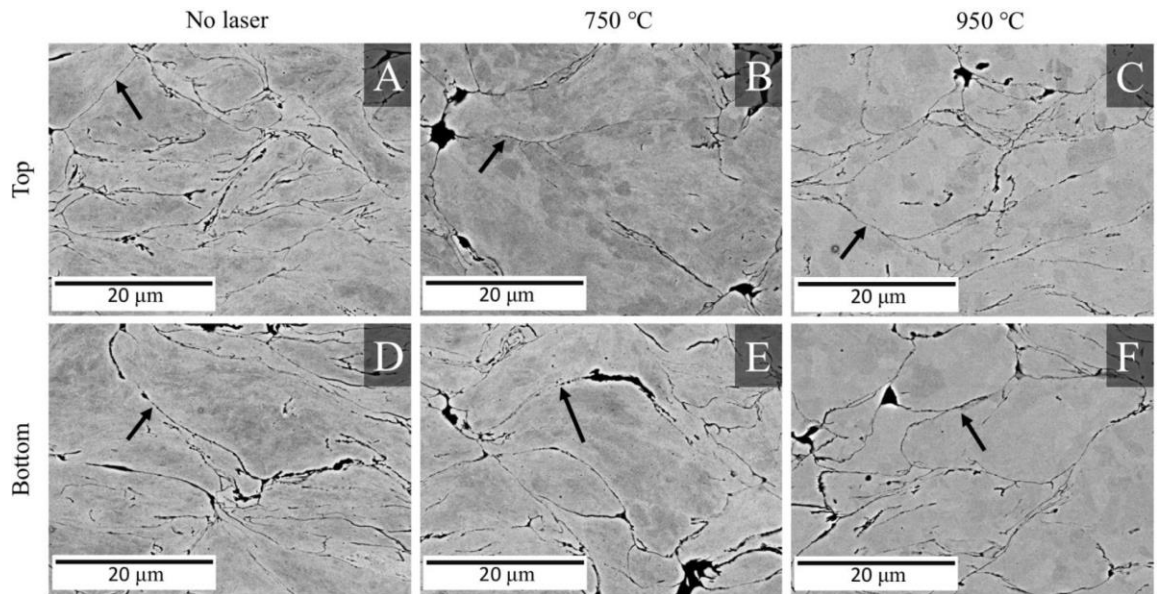


Рисунок 5 – Типичная сплэтовая структура образцов из нержавеющей стали, полученных методом ХГН [48]

Другие примеры исследований покрытий и изделий, полученных по технологии холодного газодинамического напыления, представлены на рисунках 6, 7.

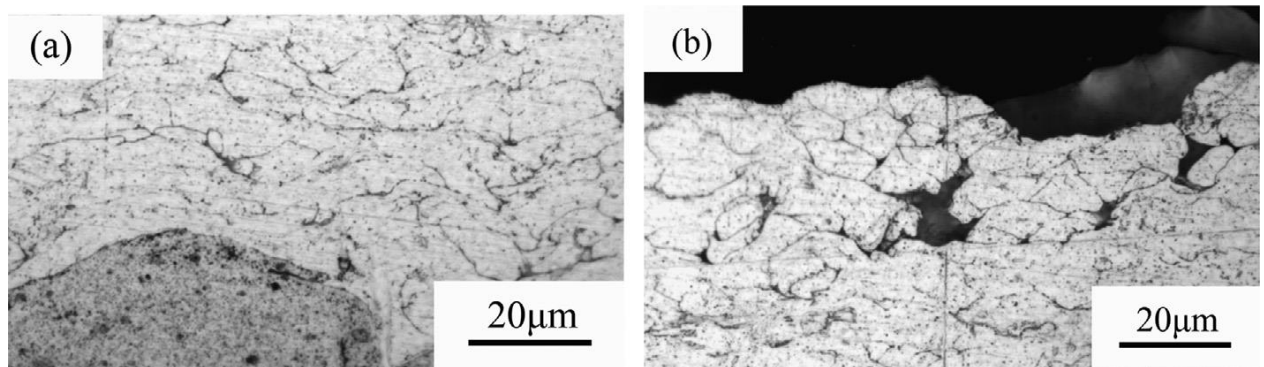


Рисунок 6 – Микроструктура покрытия из алюминиевого сплава, полученного методом ХГН [49]

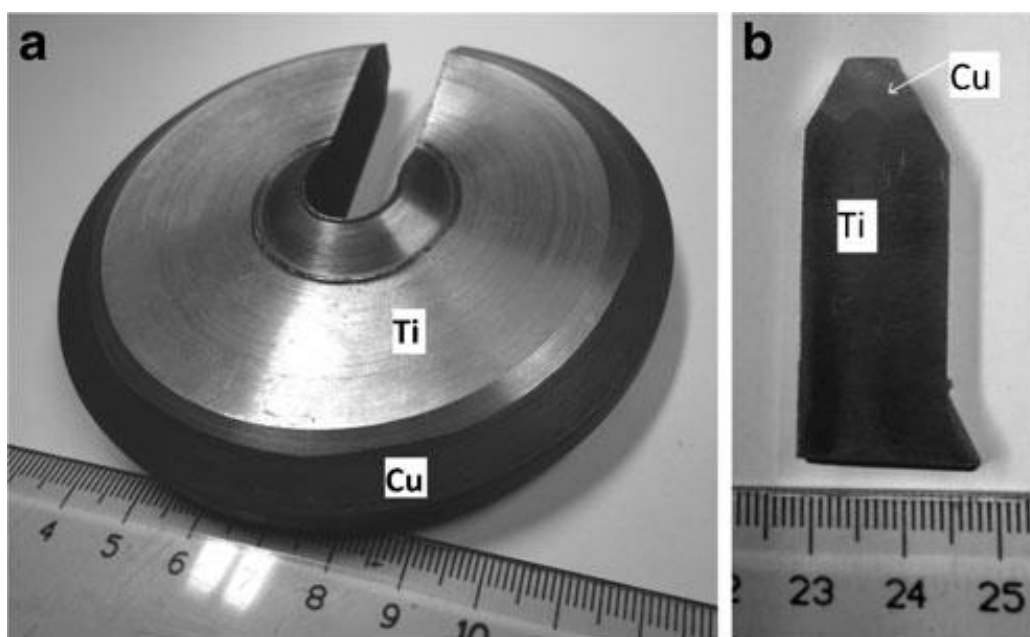


Рисунок 7 – Пример изделия из титана и меди, полученного методом ХГН [50]

Стоит отметить, что физические особенности метода холодного газодинамического напыления позволяют существенно расширить области применения методов нанесения покрытий металлическими порошками и способствуют созданию новых конструкционных материалов в области аддитивного производства.

Немаловажным фактором в процессе холодного газодинамического напыления является адгезионная прочность покрытия и подложки. Так, согласно полученным результатам исследования титанового покрытия [99] следует, что предварительный нагрев подложки способствует получению более высокой его адгезии. Было показано, что большее сцепление частиц порошка происходит с титановой подложкой, нежели с алюминиевой (AA7075) или магниевой (AZ31).

В настоящее время метод ХГН может применяться к большинству металлов и сплавов на их основе, в том числе алюминию, меди, никеля, кобальта, ванадия, стали и других, а также смеси металлических порошков с порошками твердых керамических частиц (нитриды, карбиды, оксиды и др.) на подложке из диэлектриков и металлов [51,52].

Основными областями применения ХГН являются:

- производство защитных покрытий;

- восстановление деталей;
- устранение дефектов и повреждений;
- производство деталей сложной конфигурации.

Таким образом, основными преимуществами метода холодного газодинамического напыления являются:

- отсутствие негативного термического воздействия на материал подложки (нагрев не более 150 °С);
- сохранение начального фазового состава;
- высокая адгезия покрытий (до 120 МПа);
- отсутствие специальной подготовки обрабатываемой поверхности;
- отсутствие подогрева подложки;
- повторное использование порошка;
- варьирование толщины покрытия;
- одновременная подача различных материалов в процессе ХГН без перемешивания порошков с целью создания композиционных материалов.

1.3 Материалы, используемые в методе ХГН

Как известно, в аддитивном производстве используют порошковые материалы для выращивания изделий.

Под порошками понимают сыпучие материалы с характерным размером частиц до 1 мм. Порошки классифицируют по размерам частиц (по условному диаметру d). Одним из параметров, характеризующих порошок, является величина d_{50} – «средний диаметр частиц». Например, $d_{50} = 40$ мкм означает, что у 50% частиц порошка размер частиц меньше или равен 40 мкм.

Таблица 1 – Классификация порошков по размерам частиц

Группа	d , мкм
Нанодисперсные	<0,001
Ультрадисперсные	0,01-0,1

Высокодисперсные	0,1–10
Мелкие	10–40
Средние	40–250
Крупные	250–1000

Общим требованием к порошкам для оборудования, применяемого в аддитивном производстве, является сферическая форма частиц. Это связано, во-первых, с тем, что такие частицы более компактно укладываются в определенный объем. И, во-вторых, необходимо обеспечить «текучесть» порошковой композиции в системах подачи материала с минимальным сопротивлением, что как раз достигается при сферической форме частиц [53].

Однако было установлено, что в процессе ХГН форма частиц имеет незначительное значение, так как формирование структуры происходит за счет пластической деформации. Более ранние исследования подтвердили возможность получения экспериментальных образцов в процессе ХГН с использованием частиц металлического порошка с коэффициентом формы 1-2 [54] (рис. 8).

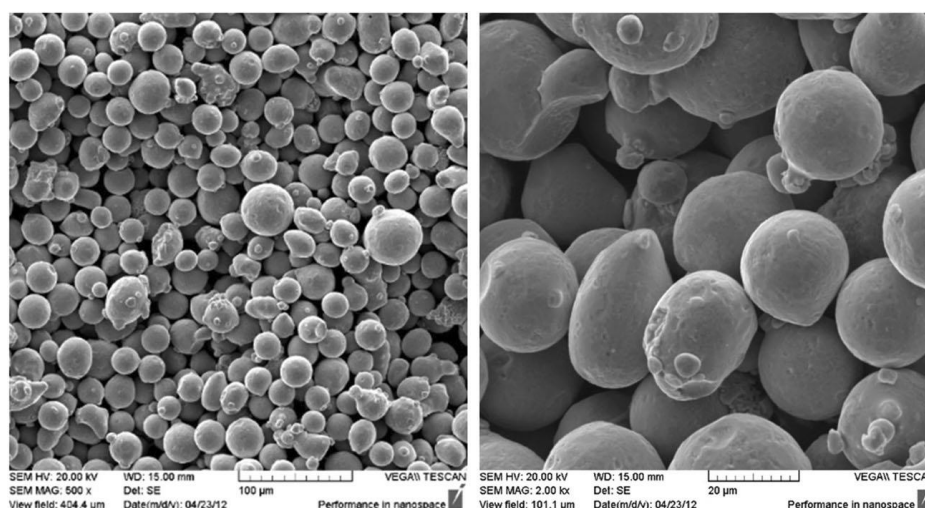


Рисунок 8 – Морфология частиц порошка аустенитной стали марки 304L [54]

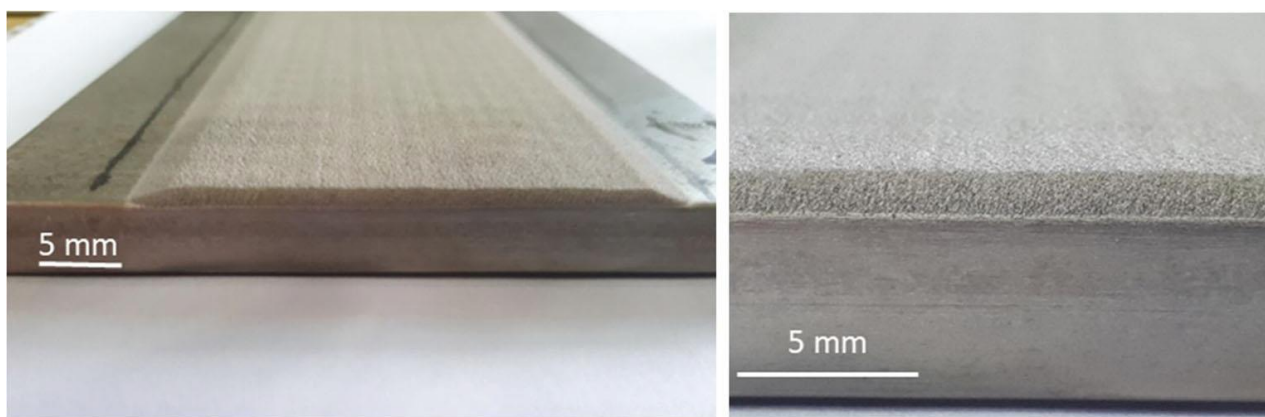


Рисунок 9 – Экспериментальные образцы из аустенитной стали марки 304L, полученные методом ХГН [54]

В работе Клинкава, Косырева [55] также была подтверждена возможность получения покрытий и изделий из порошков различной (не сферичной и не округлой) формы методом ХГН. В исследовании использовали металлические порошки из бронзы и нержавеющей стали. Морфология частиц порошка представлена на рисунке 10.

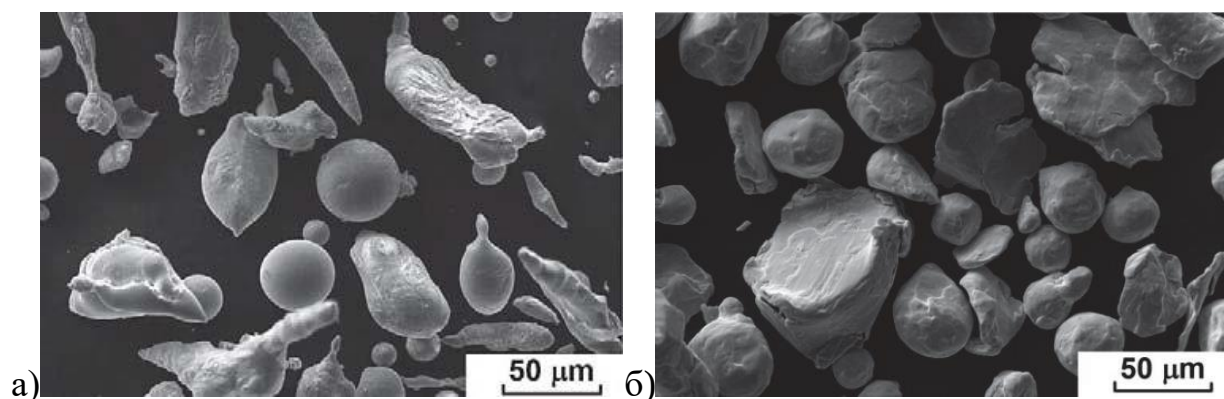


Рисунок 10 – Морфология частиц порошка из бронзы (а) и нержавеющей стали (б) [55]

1.4 Дефекты в материалах, полученных в процессе ХГН, и методы их устранения

Основным дефектом в материалах и изделиях, получаемых методами аддитивного производства, является пористость. Ранее было установлено, что для ее устранения целесообразно применять термическую и термомеханическую обработку.

обработку, в том числе горячее изостатическое прессование (далее – ГИП) [56 - 59].

Так, исследования влияния термической обработки (далее – Т/О) к изделиям, полученным в процессе ХГН, показали, что после применения Т/О в материалах повышается твердость, частично снижается пористость. Данное обстоятельство было замечено в работе [60] при анализе алюминиевого покрытия, нанесенного на магниевый сплав.

В то же время увеличение механических свойств после применения термической обработки было обнаружено в покрытиях Cu_{38}Ni , а именно увеличение предела прочности на 60 МПа, в сравнении с исходным состоянием материала [61]. Увеличение прочностных характеристик также было подтверждено в исследовании алюминиевого покрытия на основе сплава А380 [62]. В работе было обнаружено изменение характера излома экспериментальных образцов при испытаниях на растяжение при комнатной температуре: произошел переход от хрупкого к более вязкому разрушению.

Исследователи Моркс, Захири и др. в работе [63] провели подробный анализ влияния температуры процесса ХГН совместно с термической обработкой (отжиг в вакууме) при различной температуре на микроструктуру и свойства покрытий на основе чистого титана. В работе показано, что увеличение температуры газа в процессе ХГН до 900 °С привело к существенному увеличению твердости материала по Виккерсу (до 214 НВ). Последующее применение отжига в интервале температур от 800 °С до 1000 °С привело к незначительному снижению твердости материала, а также способствовало растворению границ сплэтов за счет прохождения процессов диффузии. Совместное увеличение температуры газа и температуры отжига привело к снижению пористости до 2 % об. И увеличению объемной плотности до 4,5 Кл/м³. При этом стоит отметить, что увеличение температуры отжига с 800 °С до 1000 °С способствовало существенному росту размера зерна с 13 до 25 мкм.

Как известно, в процессе создания изделий и покрытий методами аддитивного производства, в частности СЛП и ПЛВ, остаются внутренние

напряжения в материале, которые возникают из-за негативного термического воздействия (например, нагрева лазером) [64, 65]. Несмотря на то, что процесс ХГН осуществляется при достаточно низких температурах, термические напряжения возникают из-за различия коэффициентов теплового расширения материалов подложки и покрытия при охлаждении образцов после напыления до комнатной температуры.

Как было установлено ранее, величина остаточных напряжений в покрытиях, наносимых методом ХГН, зависит от комбинации материала подложки/покрытия, толщины покрытия, шероховатости подложки, давления и температуры напыляемого газа [66-70]. Распределение и величина данных напряжений очень важна, так как они влияют на адгезию покрытия и эксплуатационные характеристики получаемых материалов, особенно на усталостную прочность [71, 72]. Термическая обработка может быть использована как способ снижения внутренних напряжений в покрытиях и изделиях, полученных методом ХГН. Авторы [73] на примере покрытий из титанового сплава Ti-6Al-4V показали, что увеличение температуры отжига способствует значительному снижению остаточных напряжений в материале, формированию равновесной микроструктуры и повышению адгезионной прочности покрытия. Было установлено, что снижение пористости покрытия после проведения отжига способствует повышению адгезионной прочности до 747 МПа.

Другим эффективным способом снижения пористости в материале является горячее изостатическое прессование, которое широко используется в порошковой металлургии и аддитивном производстве. Применение ГИП позволяет практически полностью устранить пористость в материале и значительно увеличить механические свойства изделий [74-77].

В процессе горячего изостатического прессования высокое давление сжатого горячего газа, находящегося вокруг детали внутри камеры, вызывает напряжение вокруг отдельно взятой поры, тем самым инициируя усадку пор и ускоряя диффузию внутри материала. Существуют два вида ГИП: с использованием деформируемых капсул и без [78, 79].

Принципиальная схема процесса горячего изостатического прессования представлена ниже на рисунке 11 [79].

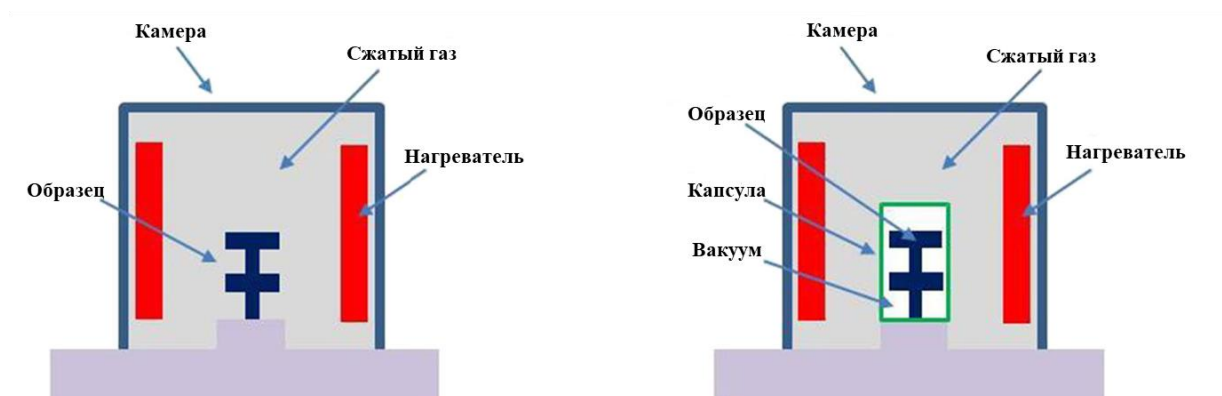


Рисунок 11 – Схема процесса ГИП с капсулой и без [79]

Горячее изостатическое прессование без капсулы может быть использовано для уплотнения структуры изделий с закрытыми, изолированными друг от друга порами. В данном случае деталь помещается непосредственно в камеру изостата, сжатый горячий газ под давлением вызывает абсорбцию газа с порами, что приводит к их дальнейшей усадке.

Если в материале присутствует высокая открытая пористость, целесообразнее применять ГИП с капсулой: в этом случае деталь помещается в закрытую деформируемую капсулу, внутри которой газ удаляется специальным вакуумным насосом до помещения капсулы в изостат. В процессе такой термодформационной обработки давление газа вызывает деформации стенки капсулы, что приводит к устранению открытой пористости.

Так, в работе [80] был проведен анализ влияния ГИП на структуру и свойства различных материалов: чистый титан, сплав Ti-6Al-4V, сталь 316L и алюминиевый сплав системы Al-Mg с добавками скандия и циркония. Было показано, что применение операции ГИП позволило значительно снизить пористость покрытия в чистом титане и стали марки 316L. В титановом сплаве Ti-6Al-4V уплотнение микроструктуры было выражено не так ярко. Механические свойства в исследуемых материалах после ГИП увеличились

примерно на 25 %, так как более полно прошли процессы диффузии в исследуемых сплавах.

В другом исследовании влияния ГИП на структуру и свойства титанового сплава, полученного методом ХГН, также было подтверждено снижение пористости в покрытии и увеличения механических свойств [81]. Анализ фрактограмм изломов образцов после ХГН и последующего горячего изостатического прессования подтвердил снижение пористости в материале и изменение характера излома с хрупкого на вязкий (рис. 12).

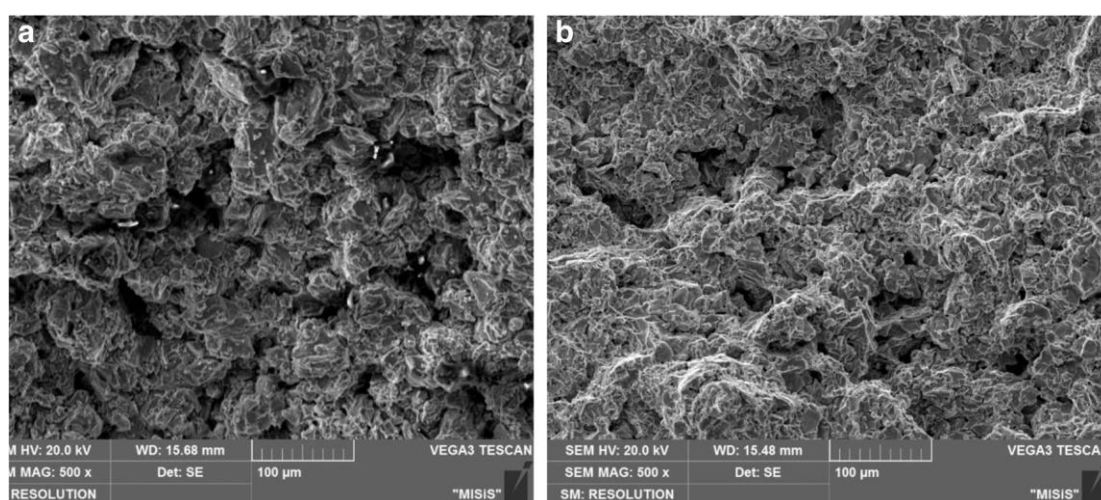


Рисунок 12 – Фрактограммы изломов образцов из титанового сплава после ХГН (а) и ХГН+ГИП (б), СЭМ [81]

Стоит отметить, что несмотря на положительное влияние Т/О и ГИП на структуру и свойства покрытий и изделий, полученных методом ХГН, оптимизация технологических параметров ХГН и последующей обработки является актуальной задачей, так как в некоторых материалах (например, титановых сплавах) остается высокая пористость (более 1 % об.), а уровень механических свойств может быть недостаточным.

1.5 Титановые деформируемые сплавы, получаемые методом ХГН

Титановые деформируемые сплавы нашли свое применение в таких областях промышленности, авиастроение (винты двигателей самолетов),

ракетостроении, химическая промышленность, судостроение (обшивки корпусов, гребные винты, двигатели и др.), компьютерная техника, а также в аэрокосмической отрасли ввиду высокой коррозионной стойкости и высокой удельной прочности [82 - 84]. Сплавы данной группы достаточно широко используются в аддитивном производстве для восстановления дорогостоящих компонентов аэрокосмической техники и в биомедицине. Как известно, имеются трудности с получением изделий на основе титана из-за его высокой химической активности со всеми компонентами воздуха в расплавленном состоянии. Также, данное обстоятельство затрудняет применение горячей обработки давлением [85]. Рассмотрим эту группу сплавов более подробно.

Например, титановые сплавы типа ВТ6 превосходят деформируемые алюминиевые сплавы, однако уступают им из-за высокой стоимости [86]. Как отмечалось ранее, целесообразнее восстанавливать и ремонтировать детали из титановых сплавов методами аддитивного производства. В свою очередь, технология ХГН превосходит другие способы восстановления изделий из-за своей экономической эффективности. Однако ввиду низкой способности к пластической деформации титановых сплавов, получение покрытий и деталей методом ХГН является сложной задачей [87]. В ранних исследованиях [88-98] была подтверждена возможность получения покрытий из титанового сплава Ti64.

На примере работ [100,101] был проведен анализ покрытий из сплава Ti64 после ХГН и последующей термической обработки. Установлено, после применения отжига при температуре $T=750^{\circ}\text{C}$ в течение 2 часов значительно снизилась микротвердость покрытия и увеличилась пористость (рис. 13).

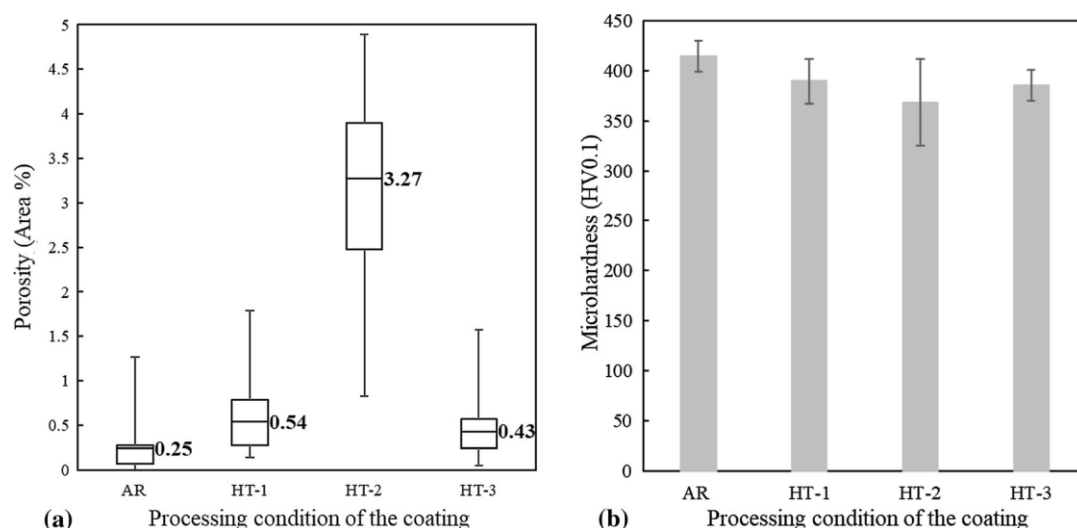


Рисунок 13 – Величина пористости и значения микротвердости в покрытии из титанового сплава Ti64 в различных состояниях [101]

В другой работе авторов [102] было получено покрытие из титана толщиной 1,4 мм, с величиной пористости 4,2+1,4 об. %. Например, величина такой пористости приемлема для материалов, используемых в биомедицине. Результаты РФА в данном исследовании показали, что фазовый состав покрытия не отличается от фазового состава исходного порошка, что подтверждает тот факт, что в процессе ХГН не происходит изменения фазового состава материала (рис. 14).

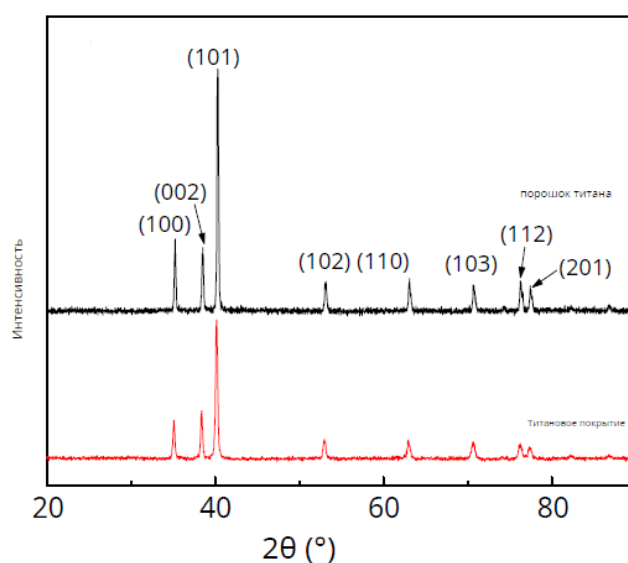


Рисунок 14 – Дифрактограмма титанового сплава Ti64 до и после ХГН [102]

Применение термической обработки в данном исследовании способствовало увеличению адгезии покрытия с 19 МПа до 50 МПа [102]. Результаты измерения микротвердости показали, что ее значения у полученного методом ХГН титанового покрытия выше, чем у чистого титана, полученного традиционными способами, за счет деформационного упрочнения в процессе ХГН [103]. Однако было установлено, что применение термической обработки недостаточно для полного устранения пористости в материале, а также может привести к ее увеличению. В то же время, применение отжига к титановым сплавам типа Ti64 способствует к более полному прохождению процессов диффузии и переходу от межзеренного к внутrezеренному разрушению, о чем свидетельствуют фрактограммы изломов опытных образцов (рис. 15).

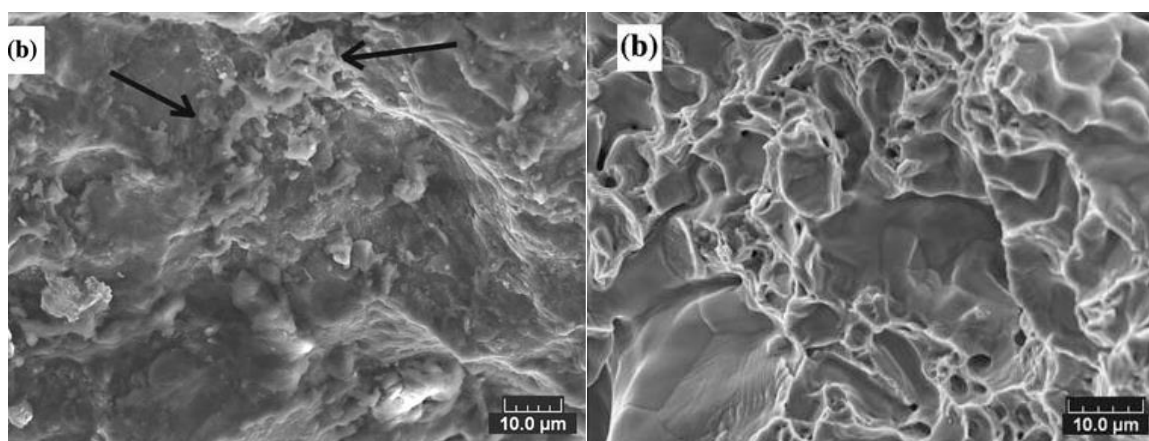


Рисунок 15 – Фрактограммы изломов образцов из титанового сплава Ti64 до и после термической обработки [103]

Таким образом, можно сделать общий вывод, что получение плотных покрытий и изделий с требуемым уровнем механических свойств на основе титановых деформируемых сплавов с использованием технологии ХГН является актуальной задачей.

1.6 Алюминиевые сплавы, получаемые методом ХГН

Деформируемые алюминиевые сплавы широко используются в авиационной и аэрокосмической технике, автомобилестроении, в том числе и в

аддитивном производстве [104]. Тем не менее, в АТ в основном применяют силумины эвтектического типа, которые имеют ячеисто-дендритную структуру, а также ряд ограничений, связанных с их высокой лазерной отражательной способностью. Соответственно, данные материалы не обладают высокими прочностными характеристиками и необходимыми показателями пластичности, что делает их непригодными для создания ответственных деталей ракет и спутников [105-108].

Так, сплавы на основе системы Al-Mg с добавлением скандия типа 1545K, появившиеся в 70-х годах прошлого века в Советском Союзе, получили применение в области разработки деталей авиационной техники ввиду своих высоких механических и эксплуатационных свойств [109]. Сплавы данной группы относятся к 5xxx серии, наряду с высокой прочностью и жесткостью, обладают хорошей свариваемостью и коррозионной стойкостью [110].

Как известно, в сплавах системы Al-Mg-Sc при высоких скоростях кристаллизации порядка 10^5 - 10^6 К/с подавляется образование первичных грубых выделений из алюминиевого твердого раствора, что обеспечивает возможность эффективного дисперсионного упрочнения сплавов при последующей термической обработке за счет выделения наноразмерных фаз типа $Al_3(Sc)$. Данные фазы когерентны матрице и имеют структурное с ней соответствие, что способствует образованию дисперсных частиц уже на начальных этапах распада твердого раствора, размером порядка 2-10 нм. [111, 112]. Также, с целью замедления распада твердого раствора скандия в алюминии и снижения коагуляции продуктов распада, в сплавы вводят другой переходный металл – цирконий, который может замещать до 35 % скандия в дисперсной фазе и образуя выделения типа $Al_3(Sc,Zr)$.

В настоящее время для аддитивного производства (селективного лазерного плавления, в процессе которого происходит быстрая кристаллизация расплавленного слоя) был создан сплав Scalmalloy [113] следующего состава: Al-4,6%Mg-0,66%Sc-0,42%Zr-0,49%Mn. В процессе СЛП в данном сплаве формируется дисперсная структура за счет содержания такого большого

количества скандия и циркония в сплаве, которые сдерживают процесс рекристаллизации [114, 115].

В работе [14] были получены положительные результаты по использованию сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в качестве конструкционного материала в методе СЛП по составу, схожему со сплавом Scalmalloy. Применение двухступенчатого отжига к образцам, полученных методом СЛП, по режиму 300 °C/3 ч.+360 °C/4 ч. способствовало увеличению механических свойств и уплотнению структуры до $\sigma_{0,2}=424\text{--}438$ МПа, $\sigma_B=465\text{--}480$ МПа за счет выделения дисперсных фаз, описанных выше.

Однако ввиду высокой стоимости скандия в других исследованиях [116, 117] был проведен анализ получения изделий и материалов на основе системы Al-Mg-Zr методом СЛП и подтверждено формирование дисперсной структуры в исследуемых материалах и повышенными механическими свойствами.

В этой связи использование сплавов системы Al-Mg-Sc-Zr в процессе ХГН может обеспечить ускоренное формирование объемных изделий и толстых покрытий с повышенными свойствами и дисперсной структурой, а также ремонт изделий, полученных по другим технологиям аддитивного производства. Однако в настоящий момент отсутствуют в литературе данные о покрытиях и изделиях на основе сплавов данной группы, полученных методом ХГН.

Другими привлекательными алюминиевыми сплавами в аддитивном производстве, в том числе в методе холодного газодинамического напыления, являются сплавы типа AA7075 системы Al-Cu-Zn, которые являются самыми высокопрочными алюминиевыми сплавами. Использование метода ХГН к сплавам типа AA7075 способствует формированию ультрамелкозернистой структуры, что способствует повышению механических свойств в покрытиях [118-123].

Так, в работе авторов [124] было показано, что в покрытиях из сплавов типа AA7075, полученных методом ХГН формируется субзеренная микроструктура за счет прохождения процессов возврата и рекристаллизации (рис. 16). Также,

прохождение рекристаллизации в материале может способствовать выделению упрочняющих фаз, так как в процессе деформации при соударении частиц порошка о подложку происходит частичный нагрев.

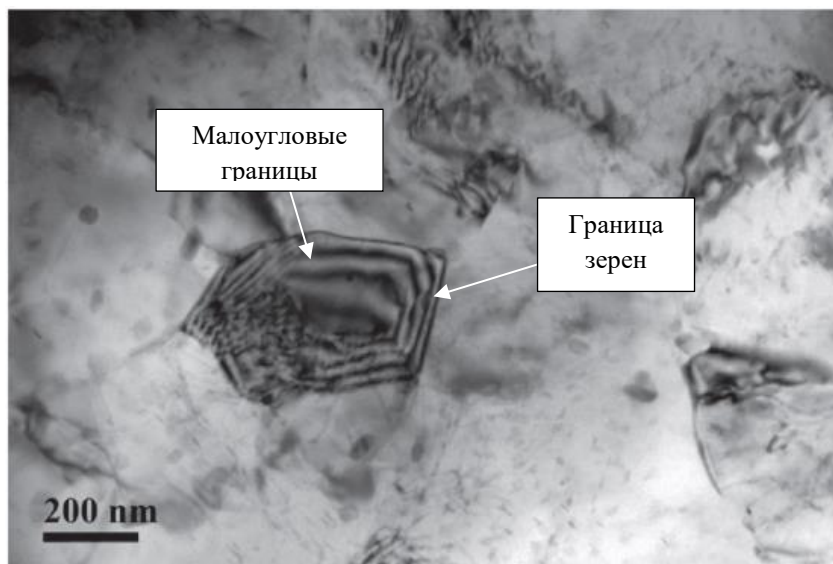


Рисунок 16 – Изображение субструктуры экспериментального образца из сплава AA7075, ПЭМ [124]

В работах [125, 126] было показано, что в процессе газовой атомизации при создании металлического порошка из сплава AA7075 присутствуют Т-фаза и фазы $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Mg_2Si , которые могут выделяться в сплавах системы Al-Cu-Zn в процессе термической обработки.

Применение термической обработки к сплаву AA7075 при $T=465\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $T=480\text{ }^{\circ}\text{C}$ привело к частичному растворению Т-фазы и предотвращению роста S-фазы, а также укрупнения фазы $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, которые неблагоприятно сказываются на механических свойствах сплавов данной группы [127]. Однако режим термической обработки к сплавам типа AA7075 требует оптимизации, так как выбранные в работе температуры и время были недостаточными для полного растворения Т-фазы.

Также, было показано, что применение термической обработки к сплавам системы Al-Cu-Zn, полученных методом холодного газодинамического

напыления, способствует повышению механических свойств экспериментальных образцов за счет выделения упрочняющих фаз [128].

Так как в настоящее время возрастают требования к конструкционным материалам, в производстве все больший интерес представляют многофункциональные покрытия и композиционные материалы. В связи с этим еще одним перспективным направлением развития метода холодного газодинамического напыления в области аддитивных технологий является получение композиционных материалов.

Армирование металлов высокопрочными и высокомодульными волокнами и дисперсными частицами позволяет улучшить комплекс их физико-механических характеристик: повысить предел прочности, предел текучести, модуль упругости, предел выносливости, расширить температурный интервал эксплуатации [129].

Так, композиционные материалы на основе алюминиевых сплавов, таких как 6061, 7075 представляют собой перспективные материалы с улучшенным набором механических свойств (высокая пластичность, ударная вязкость, теплопроводность, а также высокая твердость и прочность ввиду наличия армирующих частиц) в таких областях промышленности, как автомобильная, аэрокосмическая, горнодобывающая [130-133]. Трудности получения композиционных материалов связаны с повышенными температурами, при которых протекают химические реакции на поверхности армирующих компонентов (в том числе, окисление). Ввиду этого, метод холодного газодинамического напыления рассматривается как один из перспективных твердофазных методов получения композиционных материалов.

Так, в работе [134] сравнительный анализ микроструктуры и механических свойств алюминиевого сплава 6061 и композиционного материала 6061-TiC показал, что армирование алюминиевой матрицы частицами карбида титана приводит к снижению пористости в материале на 60 %, так как увеличивается деформация частиц в процессе ХГН за счет присутствия твердых частиц карбида

титана. Анализ микроструктуры показал, что частицы карбида преимущественно располагаются на месте стыка деформированных зерен.

Выводы по главе 1

1. Технология ХГН позволяет получать покрытия и изделия с заданными свойствами, в том числе сложной формы, из большинства металлов и сплавов, а также восстанавливать детали, полученные другими методами аддитивного производства, например, селективным лазерным плавлением.
2. Основными преимуществами метода ХГН перед другими технологиями аддитивного производства являются сохранение фазового и химического состава материала, отсутствие плавления при напылении и окисления, что позволяет создавать покрытия и изделия в условиях окружающей среды. Данное обстоятельство особенно важно для получения тугоплавких и химически активных материалов.
3. В материалах, полученных методом ХГН, формируется неоднородная (сплэтовая) структура за счет различной степени деформации частиц порошка при соударении с подложкой. В связи с этим для выравнивания структуры целесообразно применять термическую и термдеформационную обработку, в частности ГИП.
4. Показано, что применение термической обработки и горячего изостатического прессования способствует более полному прохождению процессов диффузии в материалах и покрытиях, что приводит к снижению пористости, устранению остаточных внутренних напряжений, а также повышению механических свойств материалов.
5. Одними из основных конструкционных материалов, широко применяемых в промышленности в аддитивном производстве (СЛП, ПЛВ), являются титановые сплавы типа ВТ6, алюминиевые сплавы системы Al-Mg с добавками скандия и циркония, а также высокопрочные алюминиевые сплавы типа АА7075. В связи с этим вопрос создания покрытий и изделий

на основе данных групп сплавов методом ХГН является актуальным и требует разработки полной технологии их получения.

6. Постоянно растущие требования к ответственным конструкциям способствуют разработки новых материалов с добавлением армирующих частиц, позволяющих получать уникальный набор свойств, который невозможно достичь у отдельно взятого материала. Технология ХГН может быть рассмотрена как один из эффективных твердофазных методов создания композиционных материалов.

Глава 2. Материалы и методики исследования

2.1 Материалы - объекты исследования

В настоящей работе для проведения исследования были выбраны металлические порошки следующих сплавов:

1. Титановый сплав ВТ6;
2. Алюминиевый сплав системы Al-Mg-Sc-Zr;
3. Композиционный материал на основе сплава АА7075 с добавлением частиц карбида кремния SiC (АА7075-SiC).

Порошки получали методом центробежного плазменного распыления из цилиндрических заготовок исследуемых сплавов на установке УЦРТ-6 на заводе-изготовителе. В экспериментах также использовали коммерчески доступный порошок из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученный методом газовой атомизации в промышленных условиях на Волгоградском алюминиевом заводе (ОК РУСАЛ, Россия).

Химический состав металлических порошков для каждого сплава, используемых в настоящем исследовании, представлен в таблице 2.

Таблица 2 - Химический состав порошков

Сплав	BT6			
масс. %	Al	V		Ti
	6,21	5,04		ост.
Сплав	Al-Mg-Sc-Zr			
масс. %	Mg	Sc	Zr	Al
	4,50	0,32	0,66	ост.
Сплав	AA7075			
масс. %	Mg	Cu	Zn	Al
	2,1	1,60	5,20	ост.

2.2 Холодное газодинамическое напыление (ХГН)

Процесс выращивания осуществляли на установке холодного газодинамического напыления (ХГН) высокого давления Impact Spray System 5/11 (Impact innovation GMBH, Германия), имеющая лазер, который обеспечивает подогрев подложки, а также оснащенная роботом с системой позиционирования KUKA KR- 22 1610 (KUKA Robotics, Германия). В качестве рабочего газа использовали азот. Материалами подложек были различны в зависимости от исследуемой группы сплавов.

В процессе ХГН варьировались такие технологические параметры, как:

- расстояние от сопла до подложки (мм);
- температура газа (°C);
- давление газа (МПа);
- мощность лазера (Вт);
- расход газа (мм³/с).

2.3 Термическая обработка

Термическую обработку полученных методом ХГН образцов из алюминиевого сплава и композиционного материала проводили в печи Nabertherm N60/85HA. Отжиг образцов из сплава ВТ6 проводили в вакууме. Точность поддержания температуры печи: ± 2 °С.

2.4 Горячее изостатическое прессование (ГИП)

Горячее изостатическое прессование опытных образцов после ХГН осуществляли на газостате HIRP 70/150-200-1300 фирмы ABRAAG.

2.5 Определение текучести и гранулометрического состава порошка

Текучесть исследуемых групп сплавов определяли по ГОСТ 20899-98, ГОСТ 19440-94 [135, 136] с использованием прибора Холла с диаметром отверстия 2,5 мм по порошковой насыпке весом $50 \pm 0,1$ г, рассчитывая среднее арифметическое значение по 5 отверстиям.

Гранулометрический состав металлических порошков определяли с помощью анализатора частиц SALD-7500 nano (Shimadzu, Япония) методом статистического светорассеяния. Управление анализатором осуществляли с помощью программного обеспечения WingSALD II. Перед определением размера частиц навеску порошка диспергировали в спирте объемом 7 мл. Полученную суспензию вводили в анализатор частиц. В процессе анализа применяли фиксированный индекс преломления частиц.

Размер частиц определяется за счет облучения их лазерным лучом. Из-за рассеяния лазерного излучения позади пробы возникает характерное, кольцеобразное распределение интенсивности, которое измеряется детектором специальной формы. По расстоянию между этими частицами (или соответствующему углу рассеяния) определяется размер частиц: крупные (большие) частицы создают тесно расположенные кольца (малые углы рассеяния), маленькие частицы – кольца, расположенные шире (большие углы рассеяния).

2.6 Методы микроструктурного анализа

Для исследования структуры полученных образцов и оценки пористости материала, изготавливались шлифы на лабораторной установке Struers Labopol-5 (Struers, Швейцария).

Образцы вырезали перпендикулярно направлению формирования трека. Образцы были запрессованы в полистироловый полимер с последующим шлифованием поверхности на абразивной бумаге с разной зернистостью (220, 320, 600, 800, 1200, 2000, 4000). Далее проводили полирование на водно-спиртовой суспензии SiO_2 . Для выявления зеренной микроструктуры и фаз в изделиях, полученных методом ХГН, образцы подвергали химическому травлению. Состав растворов для травления: 3% HF, 3% HNO_3 , остальное вода – для сплава ВТ6; для алюминиевых сплавов – 1 % HF в воде.

Пористость выращенных материалов измеряли с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axiovert 200 MMAT с использованием программного обеспечения Axio Vision Ver.4.6. и программного обеспечения Fiji с исследованием 15-ти полей на каждом образце.

Размер частиц/сплэтов измеряли величиной средней хорды, которую получали методом случайных секущих, анализируя данные не менее 300 измерений. Измерения проводили по микрофотографиям, полученным в поляризованном свете с помощью программного обеспечения «Sizer».

2.6.1 Сканирующая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ

Микроструктуру образцов, полученных методом ХГН, исследовали на электронном сканирующем микроскопе TESCAN VEGA LMN. Данный микроскоп имеет катод LaB6 и систему рентгеновского энергодисперсионного микроанализатора Oxford Instruments Advanced AZtecEne. Исследования проводили в режимах вторичных и отраженных электронов.

С помощью приставки микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) определяли элементный состав избыточных фаз и твердого раствора образцов из исследуемых групп сплавов. Стандартная ошибка при определении химического состава равна 0,1 % вес.

2.6.2 Метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD)

Также, образцы исследовали при помощи метода автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) с помощью приставки EBSD NordLysMax2 Oxford Instruments с программным обеспечением AZtec version 3.5. Для идентификации материалов и фаз использовались различные базы данных: база данных чистых элементов и органических веществ Oxford Instruments, база данных фаз и элементов NIST. Сканирование проводилось с шагом 0,1 мкм.

Сущность метода заключается в следующем: образец, наклоненный под углом в 70° , помещают в камеру микроскопа. Электронный пучок, фокусируется на поверхности образца и взаимодействует с атомами образца. Угол в 70° позволяет увеличить число отраженных электронов, т.к. в данном случае область взаимодействия электронов пучка с образцом будет располагаться ближе к поверхности, что увеличивает возможность вылета электронов из образца. Детектор отраженных электронов улавливает эти электроны, что позволяет получить информацию об интенсивности обратного рассеяния электронов различными участками поверхности образца. Часть отраженных электронов дифрагируют от разных плоскостей кристалла в соответствии с законом Вульфа-Брэгга и формируют дифракционную картину (Кикучи-линии) на фосфорическом экране.

При автоматической индексации используется Среднее Угловое Отклонение (СУО (MAD) – это качество совпадения решения. Чем меньше число, тем лучше соответствие между обнаруженными полосами Кикучи и имитацией линий фазы. Согласно принятым правилам идентификации фаз значение СУО

меньше 1 говорит о хорошем совпадении. В данной работе использовался коэффициент $CUO \sim 0,35$.

2.6.3 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Исследование тонкой структуры в различных состояниях проводили с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM 2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. с возможностью высокого разрешения и энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС). Ускоряющее напряжение составило 200 кВ. Объектами исследования были фольги. Для подготовки образцов пластины площадью 1 см^2 и толщиной 1 мм механическим шлифованием утоняли до толщины $0,25 \pm 0,02 \text{ мм}$, а затем вырубали круглые диски диаметром 3 мм. Далее образцы подвергались электролитическому травлению в растворе следующего состава: 20 % HClO_4 и 80% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ на установке Struers TenuPol-5 при напряжении 20 В и температуре $(0 \pm 2)^\circ\text{C}$.

2.7 Рентгенофазовый анализ (РФА)

Рентгенофазовый анализ экспериментальных образцов проводили с использованием дифрактометра Bruker X8 $\text{Cu}_{K\alpha}$ - излучение.

2.8 Термодинамические расчеты

Перед напылением были проведены термодинамические расчеты кристаллизации исследуемых сплавов с целью идентификации температур фазовых превращений с использованием программного обеспечения ThermoCalc v.2020 для определения оптимальных режимов ХГН и последующей термической и термомеханической обработки.

2.9 Механические испытания на сжатие

Анализ механических свойств [137] на сжатие при комнатной температуре проводили на цилиндрических образцах диаметром 10 мм, высотой 15 мм по

ГОСТ 25.503-97 [138]. Одноосное усилие к образцам было приложено в пределах упругой зоны.

2.10 Механические испытания на растяжение

Анализ механических свойств экспериментальных образцов в различных состояниях определяли методом одноосного растяжения по ГОСТ 1497-84 [139] на плоских образцах типа I. Испытания проводили на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z250 с автоматической записью кривой растяжения при комнатной температуре. По полученным кривым деформации были определены значения предела прочности и предела текучести.

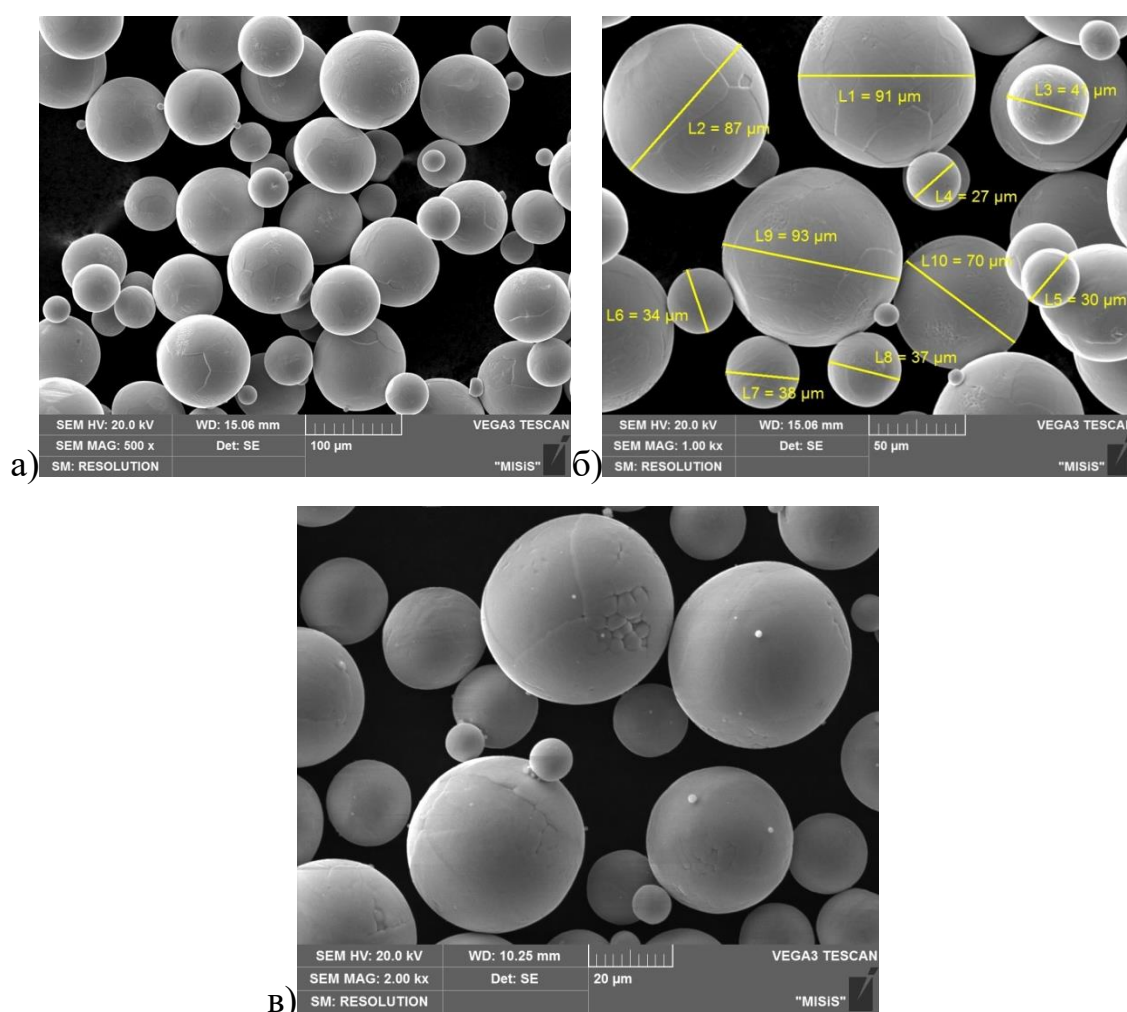
2.11 Измерение твердости образцов по методу Виккерса

Твердость измеряли по методу Виккерса на подготовленных образцах (шлифах) по ГОСТ 2999-75 [140]. Сущность метода заключается во вдавливании в испытуемый материал правильной четырёхгранной алмазной пирамиды с углом 136° между противоположными гранями. Испытания проводили на универсальном твердомере 930N фирмы Wolpert.

Глава 3. Исследование образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН

3. 1 Анализ частиц порошка из сплава ВТ6

Морфология и микроструктура частицы порошка сплава ВТ6 представлены на рисунках 17, 18 соответственно, согласно которым видно, что форма частиц округлая, коэффициент формы равен 1, средний размер частиц порошка составил ~ 30 -100 мкм. Внутри частицы порошка сплав ВТ6 наблюдается двухфазная ламиллярная ($\alpha+\beta$) структура, свойственная титановым сплавам данной группы.



а) увеличение 500 крат;

б) увеличение 1000 крат;

в) увеличение 2000 крат

Рисунок 17 – Морфология частиц порошка сплава ВТ6 при различных увеличениях, СЭМ

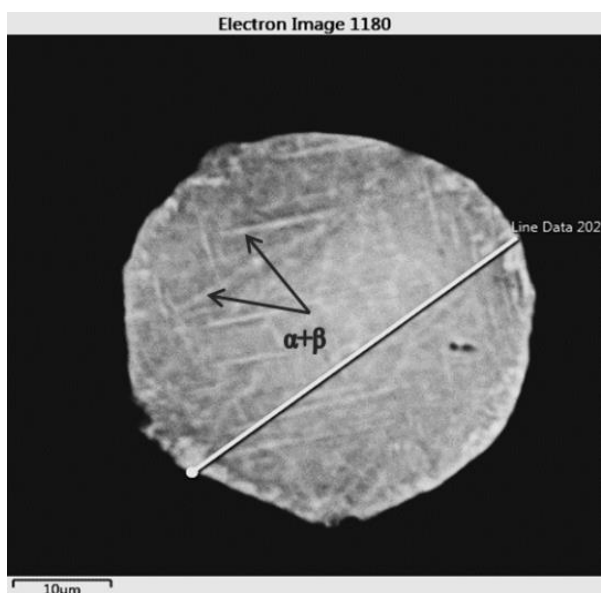


Рисунок 18 – Морфология частицы исходного порошка из сплава ВТ6, СЭМ

Распределение элементов внутри частицы порошка, представленное на рисунке 19, свидетельствует о неравномерном распределении легирующих элементов (Al и V), что связано с различной степенью обработки частиц порошка в процессе их получения.

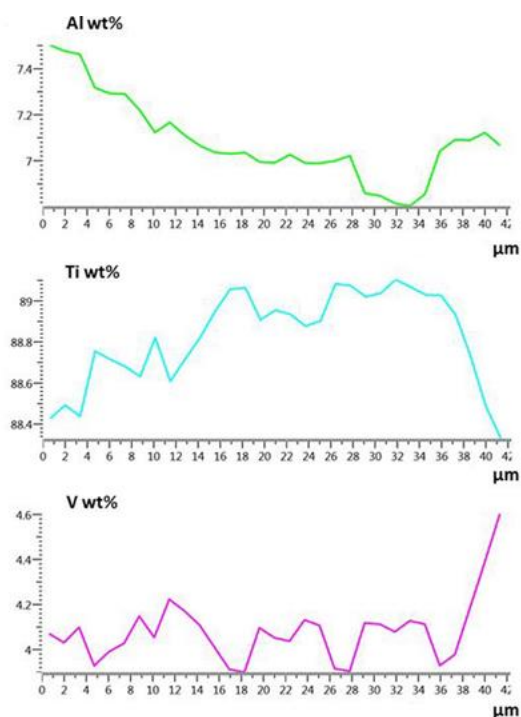
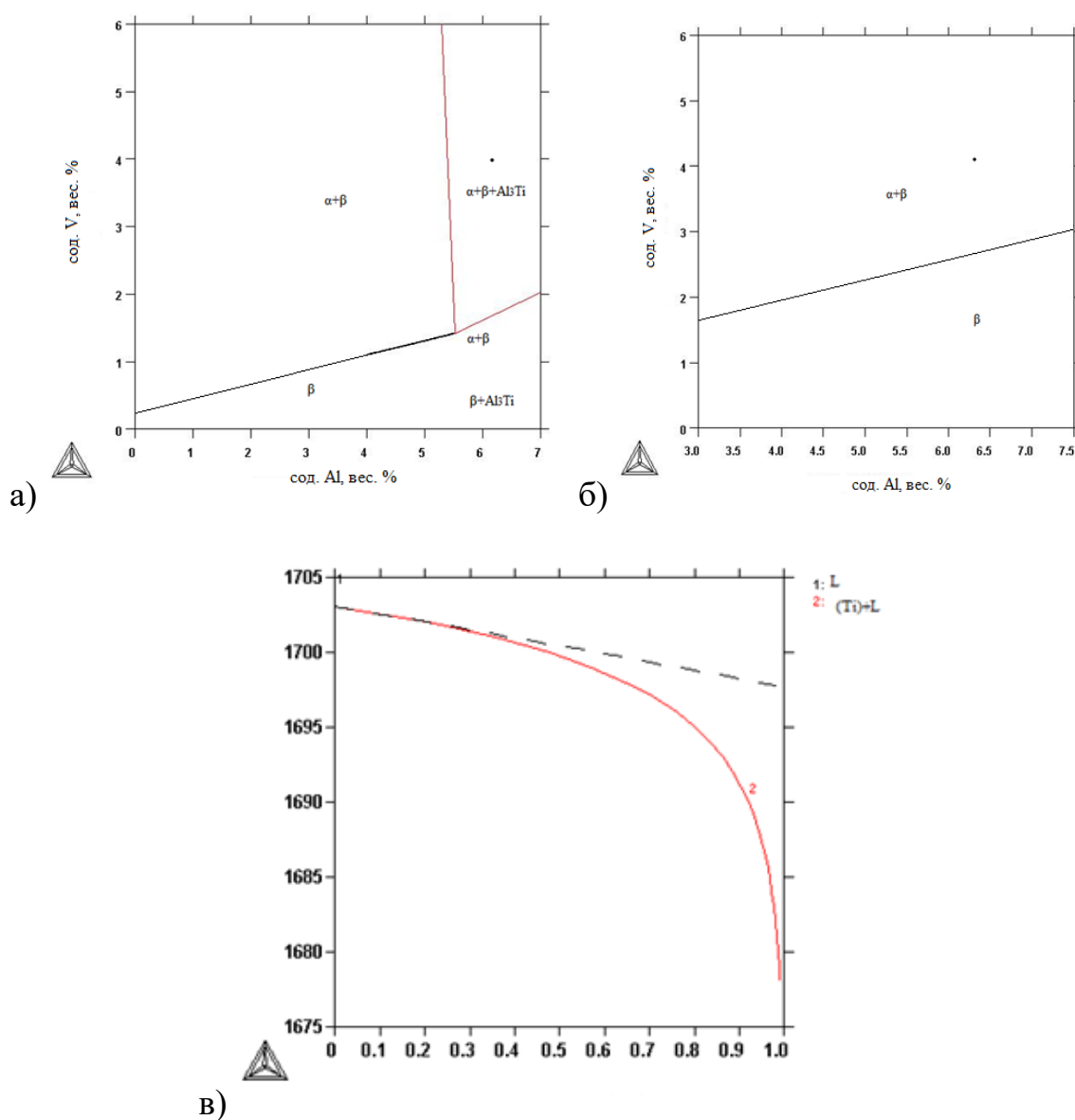


Рисунок 19 – Распределение элементов внутри частицы порошка сплава ВТ6, СЭМ

3.2 Микроструктурный анализ образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН

Для определения оптимального интервала температур эксперимента и анализа фазовых превращений перед началом процесса ХГН были проведены термодинамические расчеты. Результаты представлены рисунке 20.



а) изотермический разрез при $T=400^\circ\text{C}$;

б) изотермический разрез при 800°C ;

в) кривая Шайля

Рисунок 20 – Термодинамические расчеты для сплава ВТ6, ThermoCalc.

Анализ поверхности осажденных частиц порошки в процессе напыления при $T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$ показал повышенное содержание оксидов (рис. 21). В связи с этим в дальнейшем исследовании было принято снизить температуру эксперимента.

Параметры выращивания изделий из сплава ВТ6 представлены в таблице 3, а вид одного из экспериментальных образцов (трека) ниже.

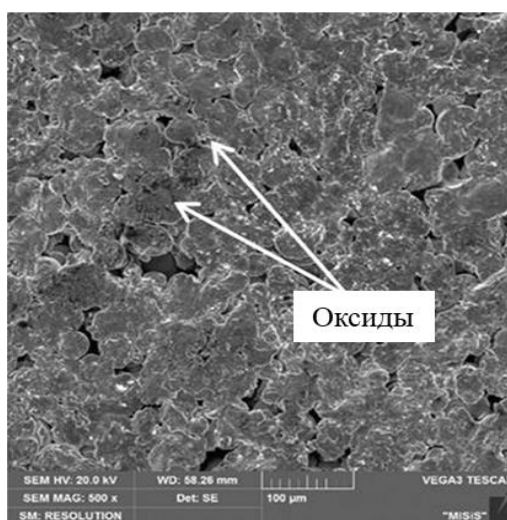


Рисунок 21 – Микроструктура покрытия из сплава ВТ6, полученного методом ХГН, при $T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$, СЭМ

Таблица 3 – Технологические параметры напыления для сплава ВТ6

Режим	$P_{\text{газа}}$, МПа	$T_{\text{газа}}$, $^{\circ}\text{C}$	Расстояние до подложки, мм	$V_{\text{пер.сопла}}$, мм/с	Расстояние между проходом сопла, мм	Расход газа, $\text{мм}^3/\text{с}$
1	4	400	40	50	3	0,35
2	4	400	40	50	3	0,45
3	5	450	40	50	3	0,40
4	5	450	40	50	3	0,50
5	5	500	40	50	3	0,60
6	4	550	40	50	3	0,65
7	5	600	40	50	3	0,35

8	5	600	40	50	3	0,85
9	4	650	40	50	3	0,65
10	5	650	40	50	3	0,50
11	5	700	40	50	3	0,50
12	5	750	40	50	3	0,85
13	4	800	40	50	3	0,85
14	5	800	40	50	3	1

В процессе эксперимента варьировались такие параметры, как расход газа в установке ХГН, температура газов и давление газа. Исходя из литературных данных, для лучшей адгезии покрытия с преградой, подложка была из аналогичного титанового сплава. Расстояние сопла до подложки было равным 40 мм и не менялось в ходе эксперимента.

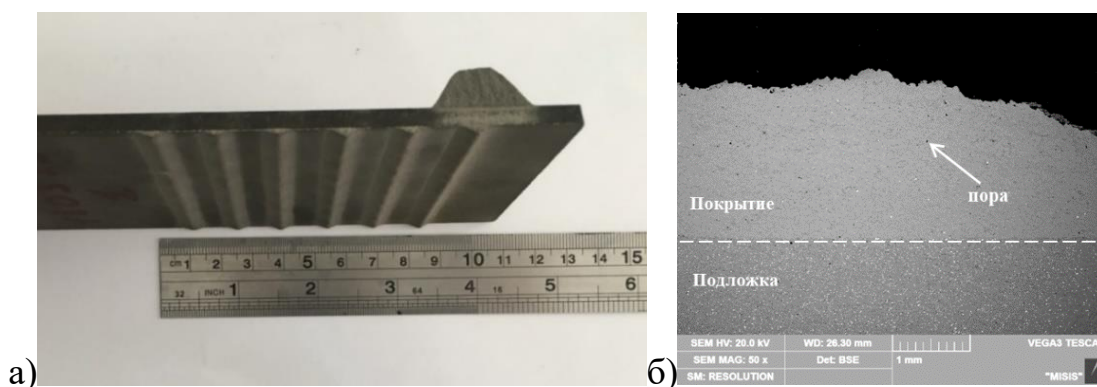
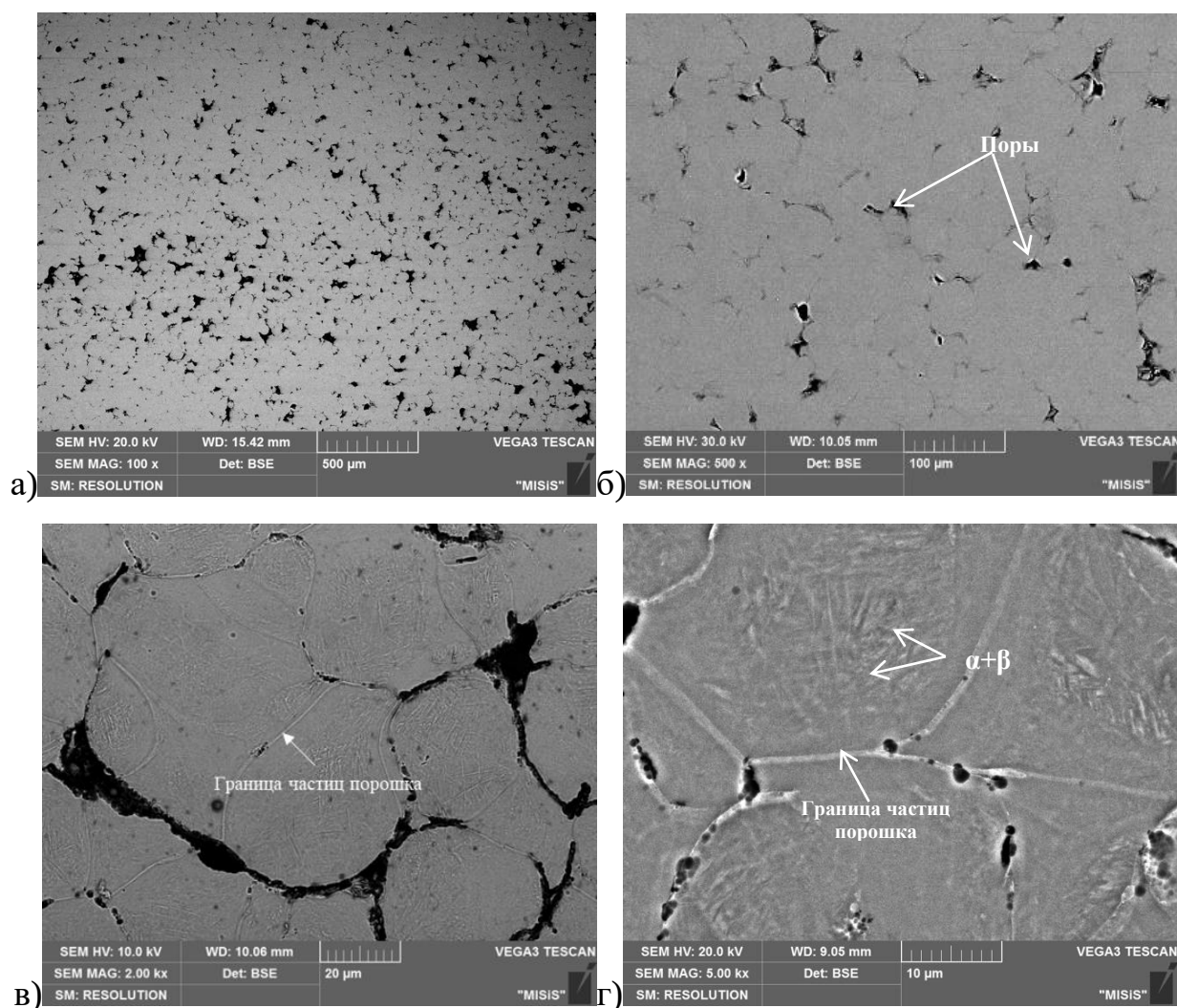


Рисунок 22 – Внешний вид образца из сплава ВТ6 после выращивания методом ХГН на титановой подложке

Согласно проведенным экспериментам было установлено, что увеличение давления подаваемого газа способствует уплотнению структуры получаемого материала, что снижает пористость изделия. Однако после увеличения расхода газа до $0,85 \text{ м}^3/\text{с}$, количество пор в исследуемом материале снова увеличивается. Также, совместное повышение температуры газа выше 500°C и расхода газа свыше $50 \text{ м}^3/\text{ч}$ приводит к снижению числа пор в образце.

Таким образом, было установлено, что оптимальным режимом выращивания изделий с минимальной пористостью из сплава ВТ6 является: $T_{\text{газа}} = 600^\circ\text{C}$, расход газа – $0,35 \text{ мм}^3/\text{с}$. Значение пористости выше 1 об. % в исходном состоянии ($\sim 2,5 \pm 0,15$ об. %) связано с недостаточной степенью деформации частиц порошка и малой диффузией при соударении с преградой. Типичная микроструктура образцов сплава ВТ6 в исходном состоянии представлена ниже (рис. 23).



а) увеличение 100 крат;

б) увеличение 500 крат;

в) увеличение 2000 крат;

г) увеличение 5000 крат

Рисунок 23 – Микроструктура образцов из сплава ВТ6 после напыления методом ХГН при различных увеличениях, СЭМ

Поры в образцах располагаются преимущественно по деформированным границам частиц порошка (сплэтам), которые хорошо видны при больших увеличениях (рис. 23в,г). Также, при больших увеличениях наблюдается двухфазная дисперсная ($\alpha+\beta$) микроструктура, свойственная титановым сплавам типа ВТ6 при быстрой кристаллизации. Распределение элементов по объему образцов после ХГН представлено ниже.

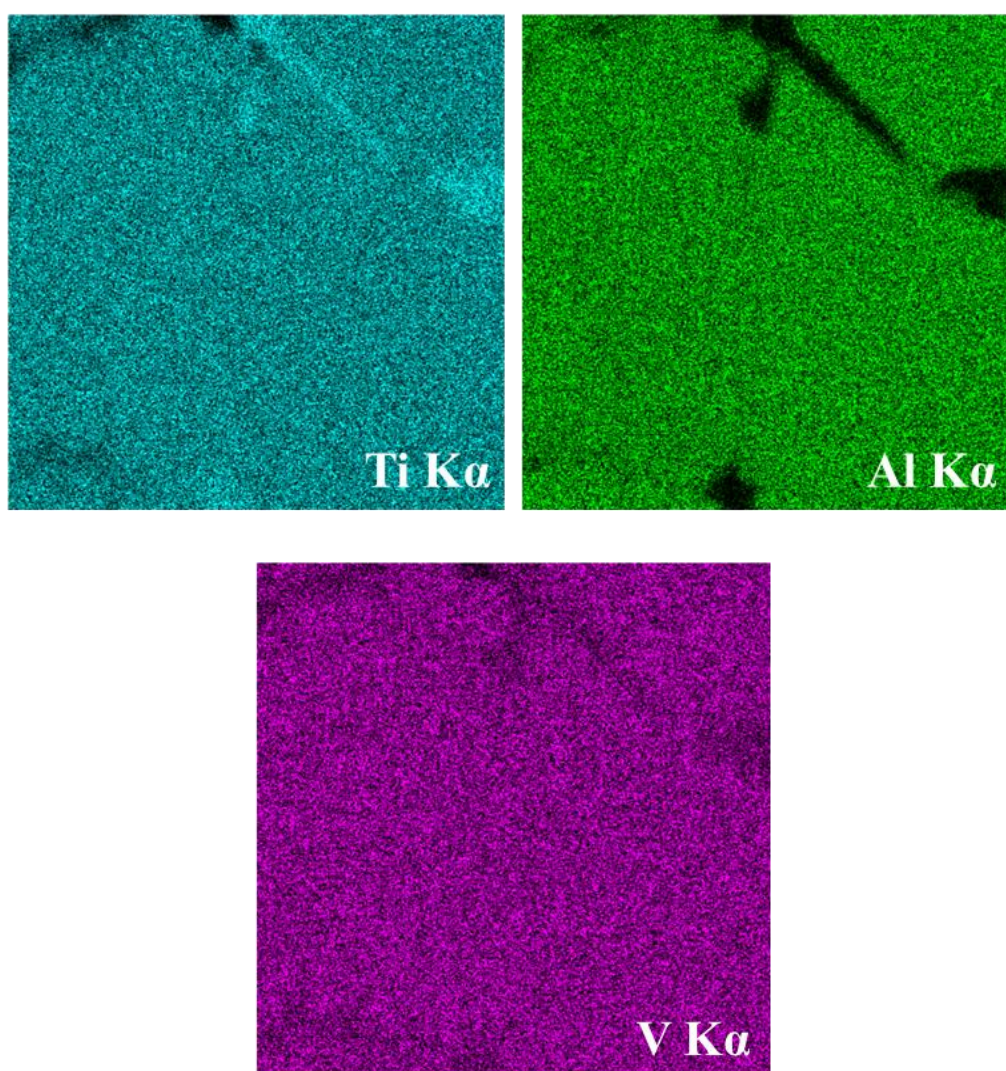


Рисунок 24 – EDS-карты распределения легирующих элементов в объеме образца из сплава ВТ6 после ХГН, МРСА, СЭМ

Согласно полученным результатам рентгенофазового (РФА) анализа (рис. 25) в образцах из сплава ВТ6 в исходном состоянии выделение новых фаз в процессе выращивания методом холодного газодинамического напыления при температуре 600 °С не происходит. Хорошо видны пики интенсивности от α -фазы, β -фаза выражена не так явно.

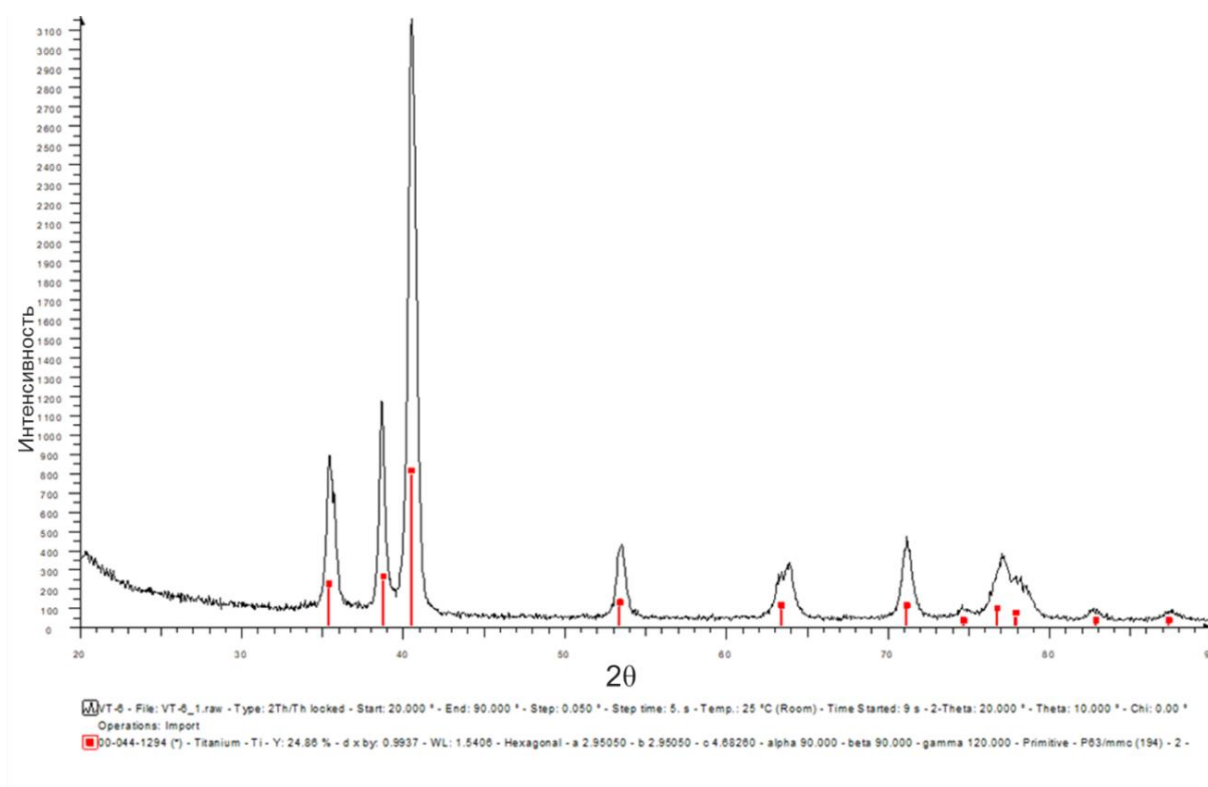
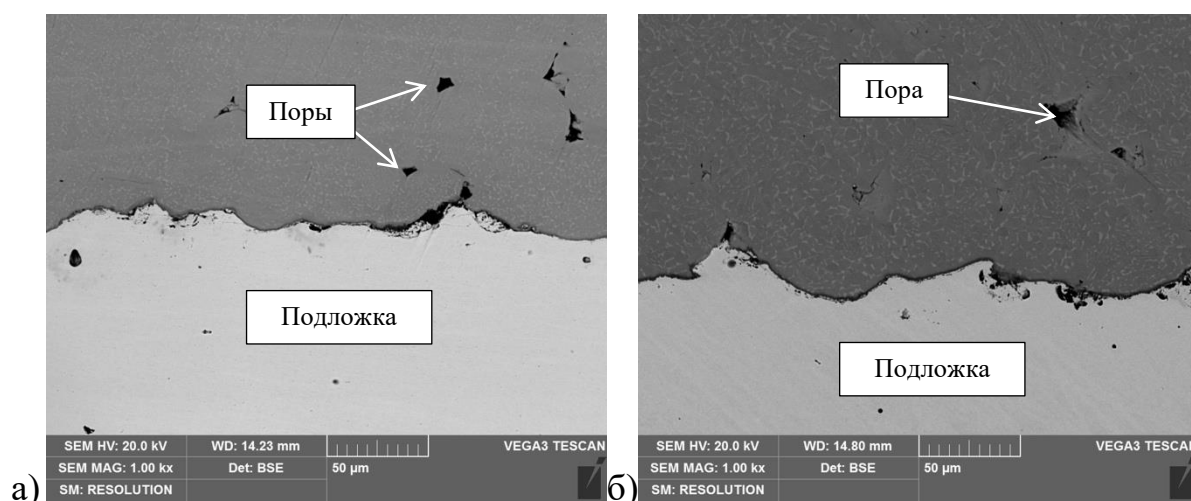


Рисунок 25 – Дифрактограмма образца сплава ВТ6 после ХГН, РФА

3.3 Микроструктурный анализ образцов из сплава ВТ6 после Т/О

Для исследования прохождения процессов диффузии в образцах из сплава ВТ6, полученных в процессе ХГН, был проведен отжиг в вакууме при температуре 800 °С и 900 °С в течение трех часов. Микроструктура образцов после термической обработки представлена ниже (рис. 26).



а) $T=800\text{ }^{\circ}\text{C}$;

б) $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$

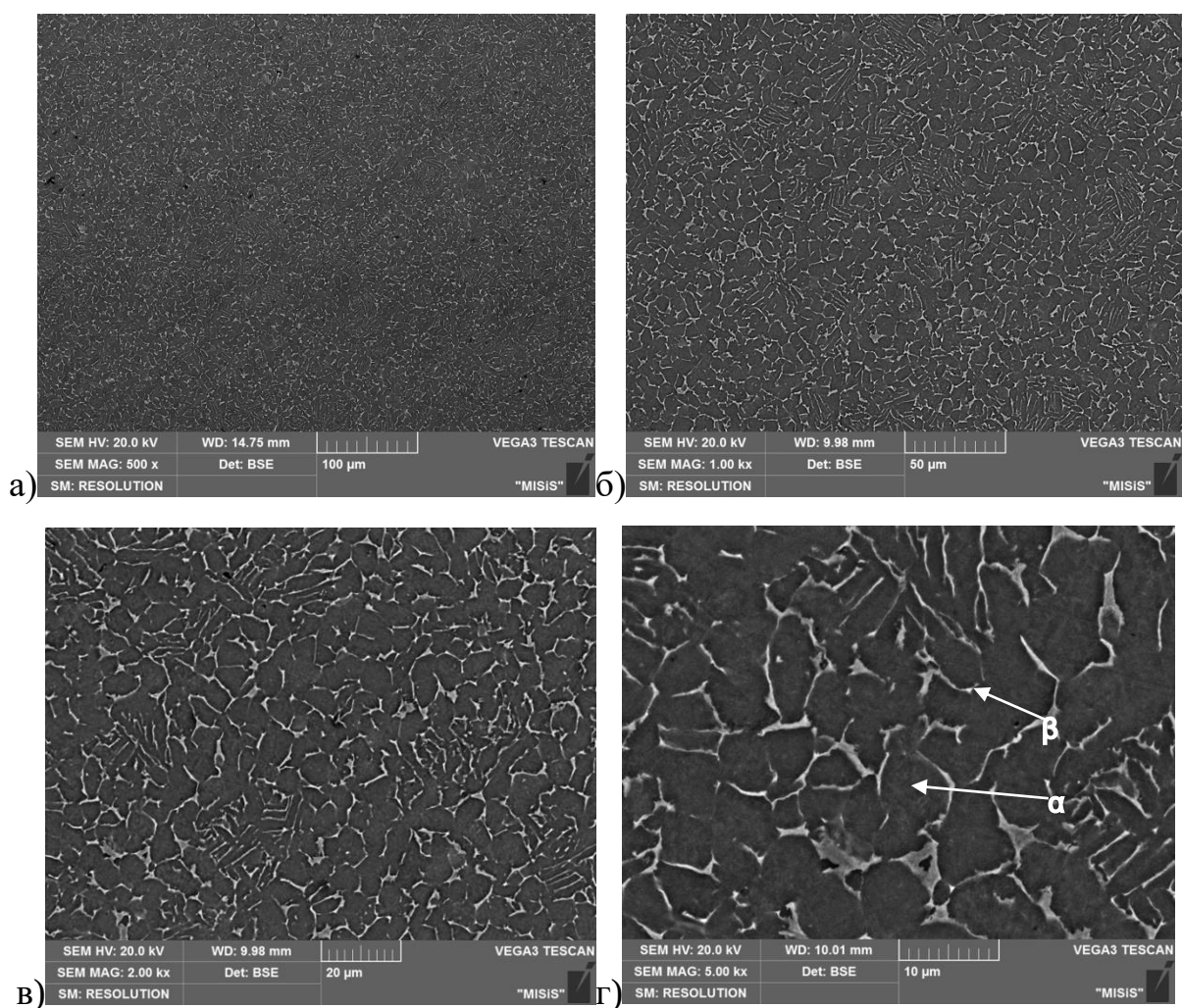
Рисунок 26 – Изображение микроструктуры образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН, после отжига при различной T , СЭМ

Как следует из микроструктурного анализа образцов после применения термической обработки, в покрытии остается высокая пористость ($>2\text{ \% об.}$). Следовательно, для уплотнения структуры к образцам из титанового сплава ВТ6, полученным методом ХГН, целесообразнее применять термодиформационную обработку – горячее изостатическое прессование.

3.4 Микроструктурный анализ образцов из сплава ВТ6 после ГИП

В работе к образцам из сплава ВТ6 было применено горячее изостатическое прессование (ГИП) с использованием капсулы в среде аргона, временем выдержки – 2 часа, при давлении 110 МПа и температуре 900 °С для устранения пористости в исходном материале.

Микроструктура опытных образцов после ГИП представлена на рисунке 27. Из анализа микроструктур следует, что образец имеет дисперсную ($\alpha+\beta$) микроструктуру, свойственную титановым сплавам после термической обработки. Видно отсутствие пористости и формирование глобулярной структуры.



а) увеличение 500 крат;

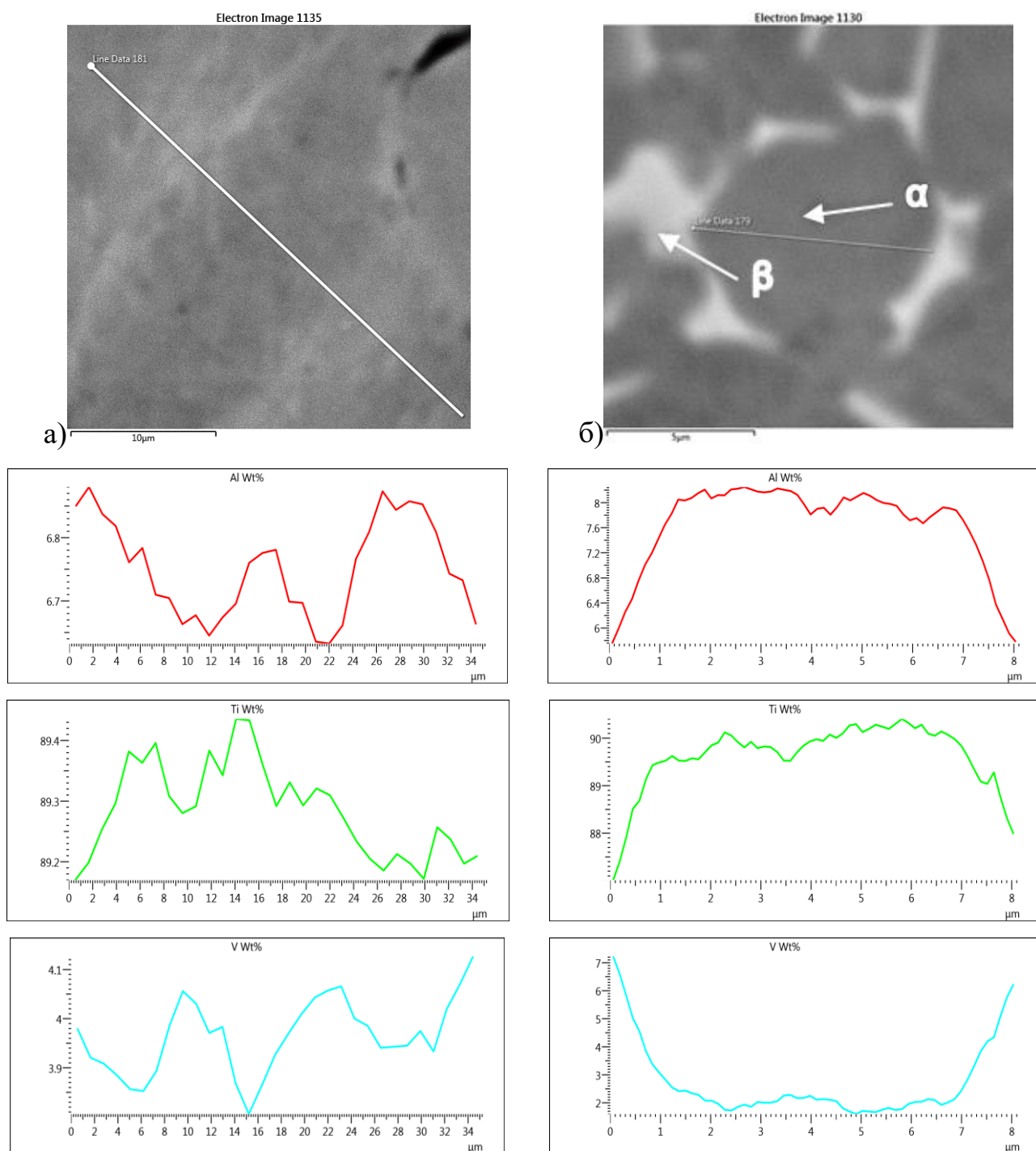
б) увеличение 1000 крат;

в) увеличение 2000 крат;

г) увеличение 5000 крат

Рисунок 27 – Микроструктура образцов из сплава ВТ6 после ГИП при различных увеличениях, СЭМ

Для установления влияния термодетормационной обработки (ГИП) на распределение основных легирующих элементов в образцах из титанового сплава ВТ6 в работе были проведены исследования по изменению распределения элементов внутри частиц порошка после ХГН и после ГИП. На рисунке 28 показано, что распределение ванадия и алюминия по объему сплэта и последующего зерна различно.



а) после ХГН;

б) после ХГН+ГИП

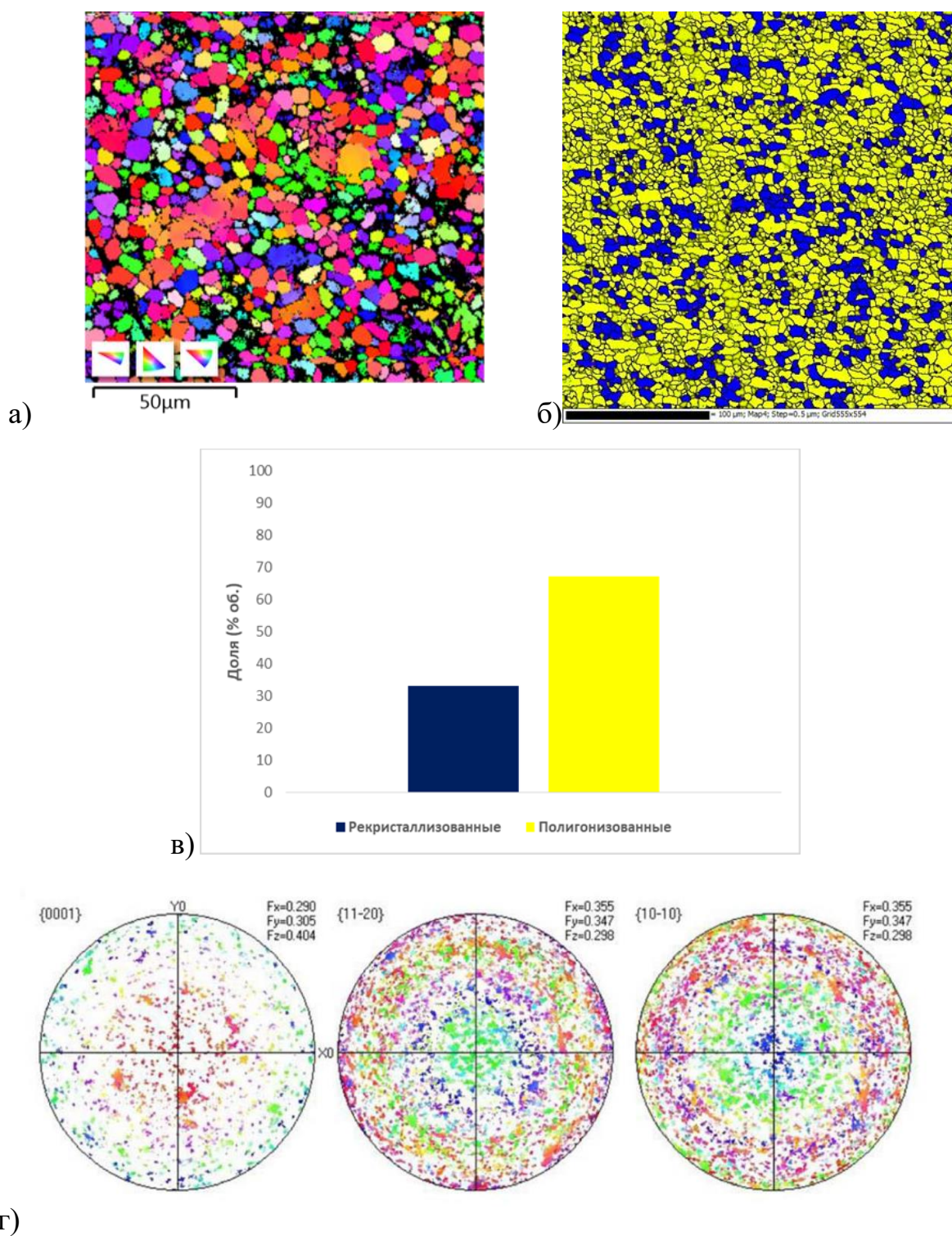
Рисунок 28 – Распределение легирующих элементов внутри частиц порошка образцов из сплава ВТ6 в различных состояниях, СЭМ

Из представленного анализа видно, что ванадий распределяется преимущественно по границам сплэтов и в процессе ГИП является местом

формирования β -фазы (светлые участки), которая обогащена данным элементом. Если при исследовании исходного материала данное обстоятельство выражено не так явно (представлен анализ по 3 частицам после выращивания), то после ГИП происходит полное выравнивание состава сплава по образцу, что и видно на рисунке 28,б.

Согласно полученным результатам следует, что процесс получения материалов и изделий методом ХГН приводит к пластической деформации частиц порошка и их механическому и частично диффузионному взаимодействию между собой. В процессе ГИП за счет неоднородности состава и большей накопленной энергии (наклепа) выращенного образца происходит диффузия элементов и выравнивание состава по объему материала. Немало важно, что ванадий распределяется преимущественно по границам зерен и в процессе термической и термомеханической обработки является преимущественным местом формирования β -фазы (светлые участки), которая обогащена данным элементом.

Для исследования зеренной структуры в работе был проведен EBSD анализ образцов из сплава ВТ6 после применения горячего изостатического прессования, результаты которого представлены на рисунке 29. Провести данное исследование после ХГН в исходном состоянии не было возможным в виду наличия высокой пористости в образцах.



а), б) зеренная микроструктура;

в) количественная оценка высоко- и малоугловых границ;

г) прямая полюсная фигура

Рисунок 29 – Результаты EBSD анализа образцов из сплава ВТ6 после ГИП, СЭМ

Полученные результаты показали, что зеренная микроструктура наследуется из выращенного образца. Можно сделать вывод, что операция ГИП не приводит к коагуляции и последующему росту зерен. Данное обстоятельство как раз подтверждает выше приведённый анализ, что наличие повышенного содержания ванадия на поверхности частиц выращенного материала в процессе горячего изостатического прессования является местом зарождения и роста β -фазы (светлые участки). Средний размер зерен равен 35 ± 5 мкм, что соответствует размеру исходных частиц порошка данного сплава.

3.4 Анализ механических свойств образцов из сплава ВТ6 в различных состояниях

Механические свойства образцов из сплава ВТ6 после ХГН и последующего горячего изостатического прессования определяли по результатам испытаний на одноосное растяжение плоских образцов при комнатной температуре, а также по результатам измерения твердости по методу Виккерса. Ниже приведены результаты эксперимента.

Таблица 4 – Механические свойства образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН, после испытаний на растяжение в различных состояниях при $T_{\text{комн.}}$

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Исходное	70 ± 5	-	-
После ГИП	920 ± 5	955 ± 5	15 ± 1
ГОСТ 22178-76 [141]	-	890	8

Таблица 5 - Твердость образцов из сплава ВТ6 в различных состояниях

Состояние	HV
Исходное состояние (ХГН)	242 ± 4
После ГИП	220 ± 4

Крайне низкие значения прочностных характеристик образцов из сплава ВТ6 после ХГН обусловлены наличием высокого содержания пор ($\sim 2,5$ об. %). Из

полученных результатов видно, что горячее изостатическое прессование приводит к снижению пористости, и, как следствие, увеличению механических свойств за счет прохождения процессов диффузии, уплотнения образцов и формирования однородной микроструктуры. Стоит отметить, что достигнутый уровень прочностных характеристик образцов из сплава ВТ6 после операции ГИП соответствует требованиям, предъявляемым к данному сплаву в термообработанном состоянии [141].

Фрактограммы изломов также подтверждают данный факт (рис. 30). В исходном состоянии наблюдается хрупкий излом, так как на его поверхности наблюдаются поры, которые могут быть причиной зарождения трещин. После применения ГИП характер излома изменился и стал вязким, о чем свидетельствует его микроямочное строение. Пористость отсутствует.

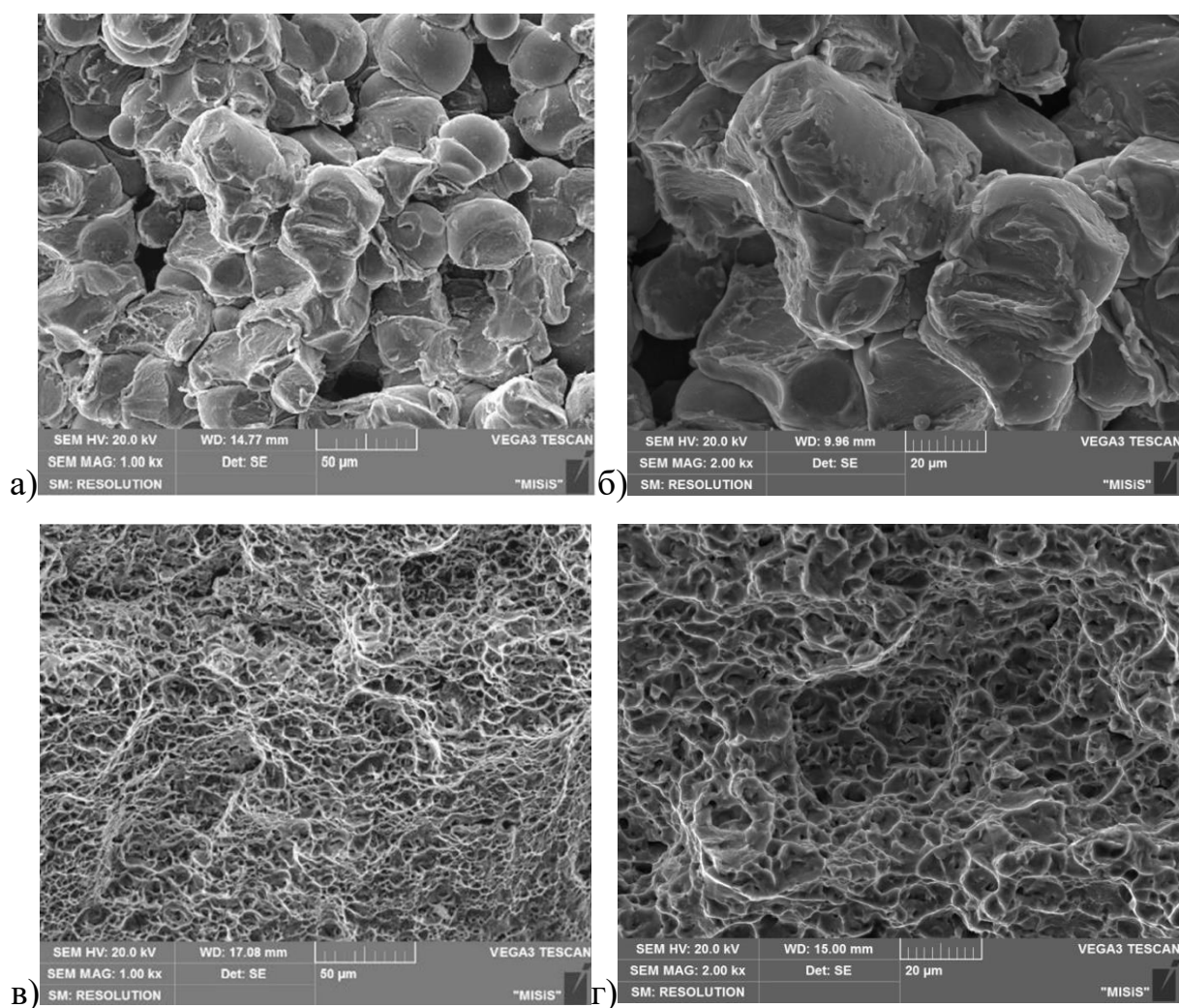


Рисунок 30 – Фрактограммы изломов образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН, в различных состояниях, СЭМ

По результатам испытаний на одноосное растяжение образцов в исходном состоянии и после применения ГИП следует, что горячее изостатическое прессование приводит к уменьшению дефектов и, как следствие, увеличению механических свойств за счет прохождения процессов диффузии, уплотнения образцов и формирования однородной микроструктуры. Крайне низкие значения прочностных характеристик образцов в исходном состоянии обусловлены наличием высокого содержания пор (~ 2,5 об. %).

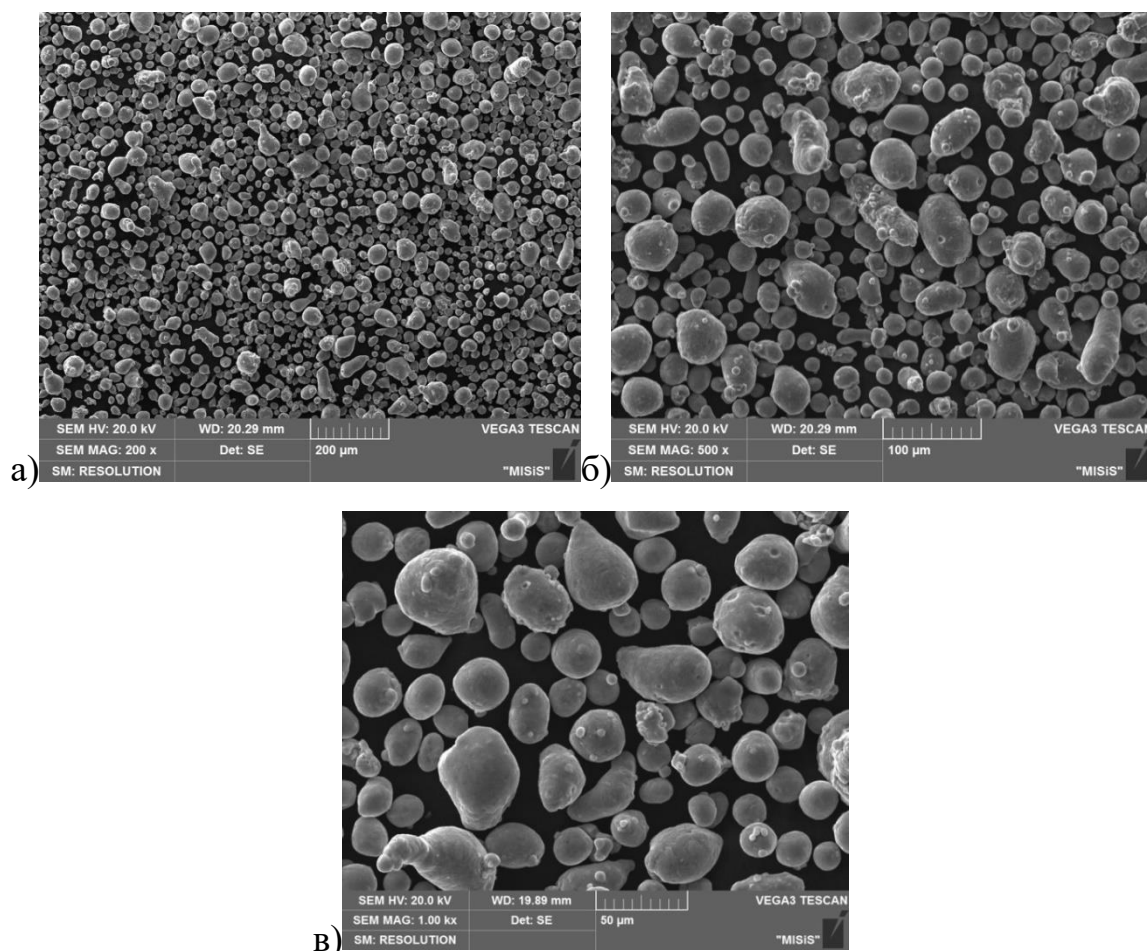
Выводы по главе 3

1. Результаты микрорентгеноспектрального анализа свидетельствует о преимущественном распределении ванадия по границам зерен после ГИП, что служит местом формирования β – фазы, которая обогащена данным элементом.
2. Зеренная структура согласно проведенному EBSD анализу образцов после ГИП наследуется из выращенного образца. Следовательно, операция ГИП не приводит к коагуляции и последующему росту зерен.
3. Существенное увеличение механических свойств образцов после ГИП в сравнении с исходным состоянием после ХГН является результатом прохождения процессов диффузии, уплотнения образцов и формирования однородной микроструктуры.

Глава 4. Исследование образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных методом ХГН

4.1 Анализ частиц порошка из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr

Морфология и микроструктура исходного порошка представлены на рисунках 31, 32 соответственно. В микроструктуре частицы алюминиевого порошка наблюдается наличие алюминиевого твердого раствора (Al) и β фазы (Al_3Mg_2). Фракционный состав порошка составил 30-100 мкм, коэффициент формы частиц равен ~ 1 -2. Гранулометрический состав представлен ниже.

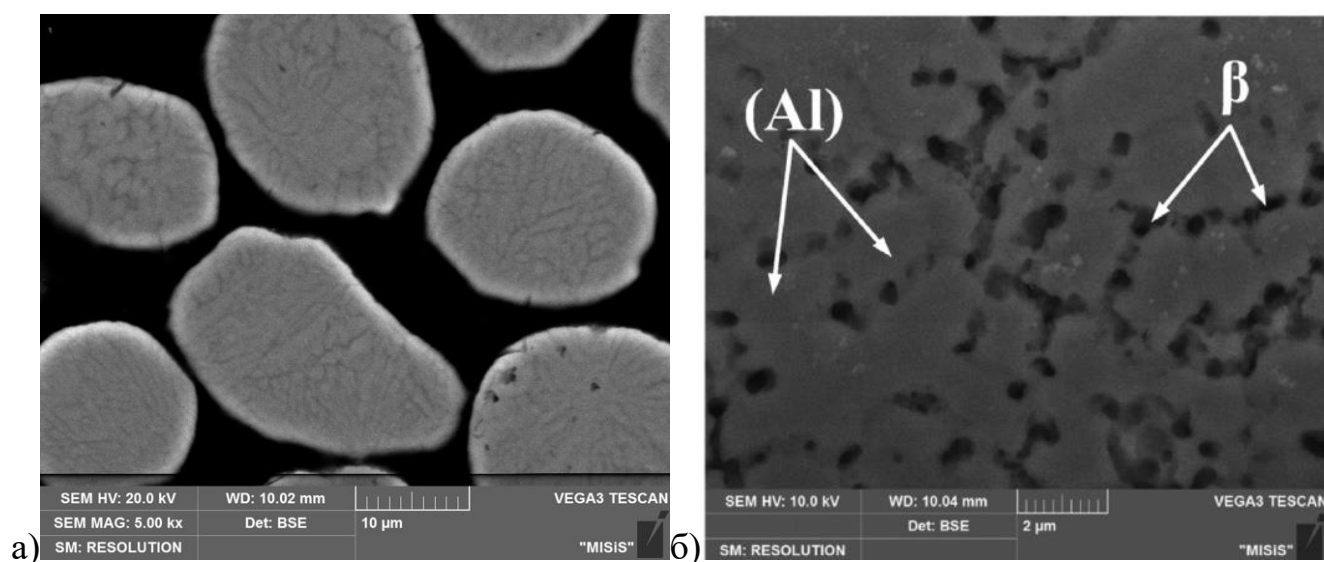


а) увеличение 200 крат;

б) увеличение 500 крат;

в) увеличение 1000 крат

Рисунок 31 – Морфология частиц порошка из сплава системы
Al-Mg-Sc-Zr при различных увеличениях, СЭМ



а) увеличение 5000 крат;

б) увеличение 20000 крат

Рисунок 32 – Микроструктура частиц порошка из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr при различных увеличениях, СЭМ

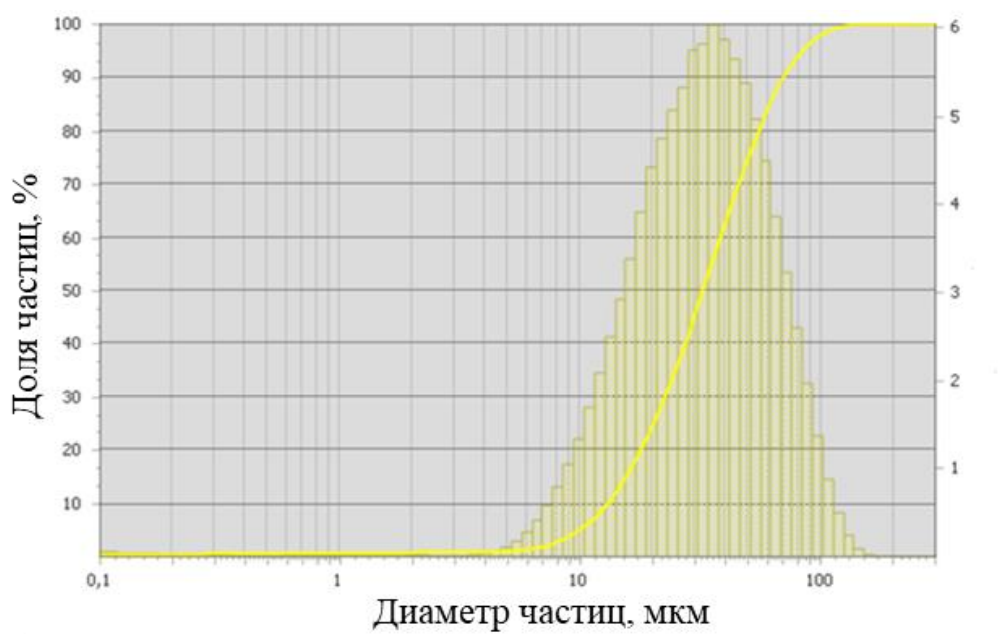


Рисунок 33 – Гранулометрический состав порошка из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr

4.2 Микроструктурный анализ образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН

Внешний вид одного из полученных методом ХГН образца из алюминиевого сплава представлен на рисунке 34. Напыление осуществляли на алюминиевую подложку для получения большей адгезии материала покрытия с преградой.

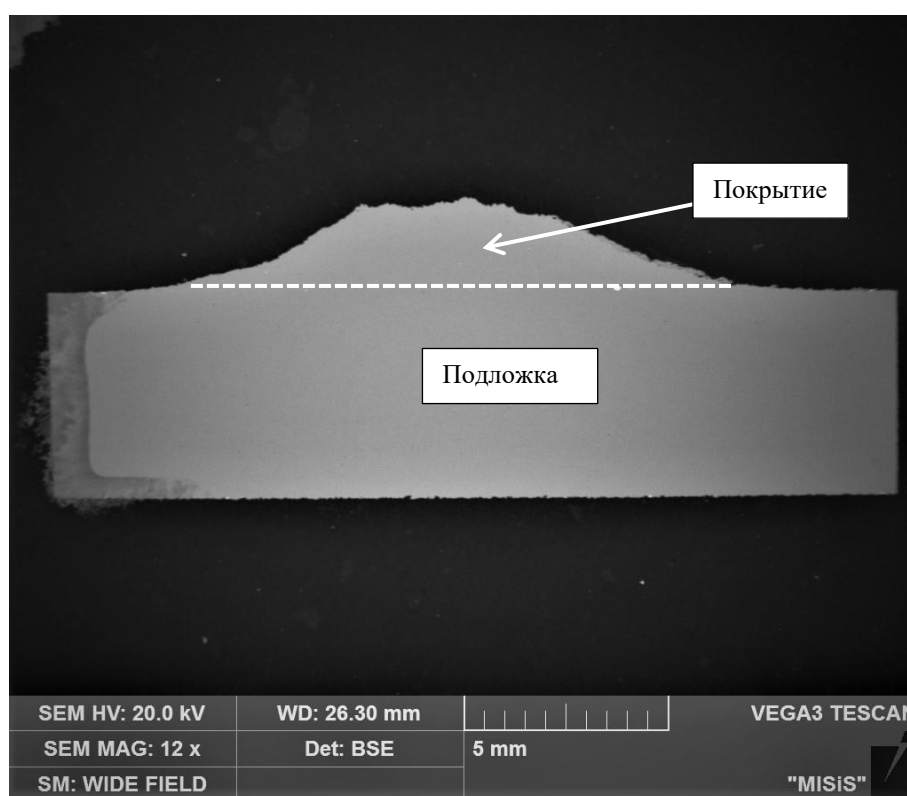


Рисунок 34 – Внешний вид экспериментального образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН, СЭМ

Для выбора интервала температур эксперимента образцов из алюминиевого сплава в процессе ХГН и температур термической и термомеханической обработок были проведены термодинамические расчеты с целью определения температур фазовых превращений (рис. 35).

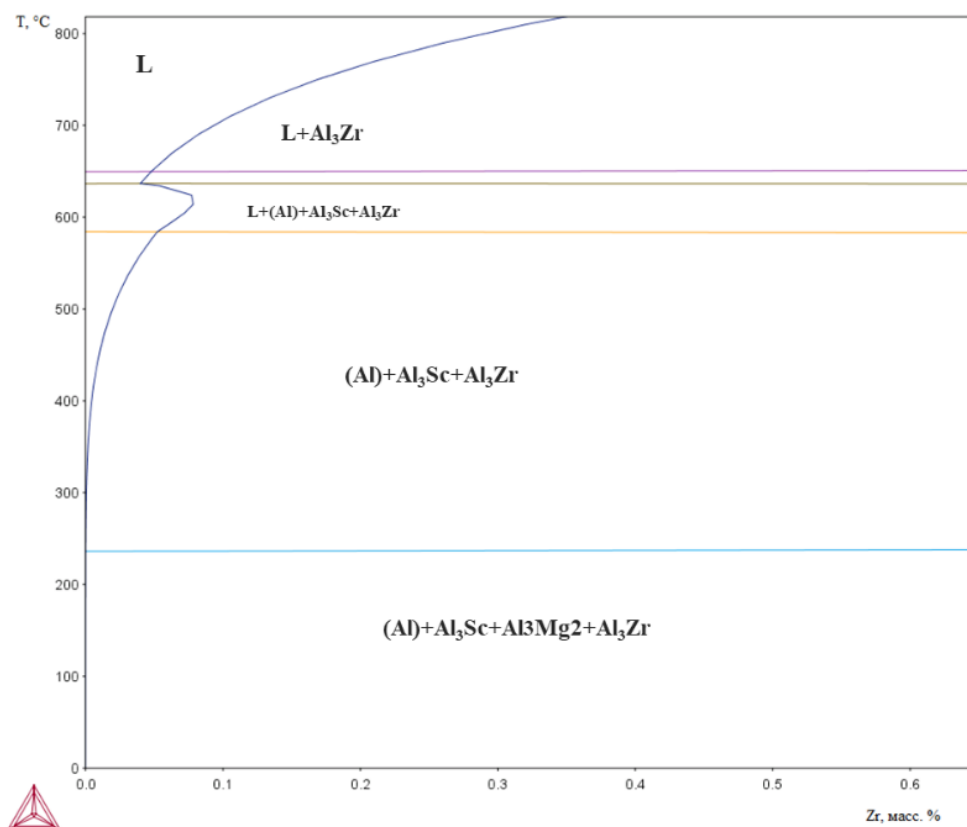


Рисунок 35 – Политермический разрез для сплава системы Al-5%Mg-Zr, ThermoCalc

В соответствии с полученными результатами термодинамических расчетов, выращивание образцов проводили в интервале температур от 300 °С до 400 °С, давление газа менялось от 3 до 4 МПа, расстояние от сопла до подложки было постоянным – 40 мм. Скорость перемещения сопла составляла 10 мм/с. Типичная микроструктура образцов из алюминиевого сплава после ХГН, полученных по различным технологическим параметрам (таблица 6), представлены ниже.

Таблица 6 – Технологические параметры напыления сплава системы Al-Mg-Sc-Zr

Режим	$P_{\text{газа}}, \text{МПа}$	$T_{\text{газа}}, ^\circ\text{C}$	Расстояние до подложки, мм	$V_{\text{пер.сопла}}, \text{мм/с}$	Рас-е между проходом сопла, мм	Кол-во слоев	$V_{\text{напыления}}, \text{м}^3/\text{ч}$
1	4	350	40	50	3	10	100
2	4	400	40	50	3	10	120
3	4	350	40	50	3	10	100
4	4	300	40	50	3	10	100

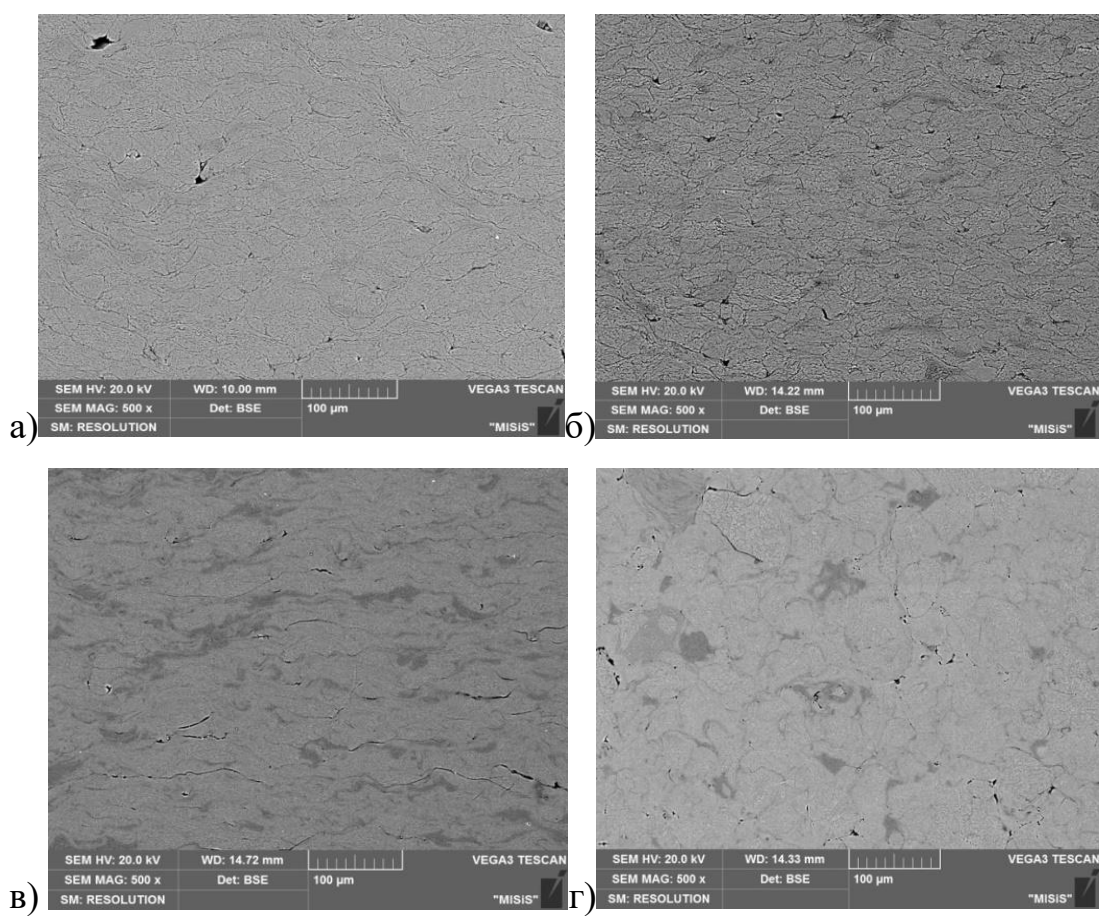


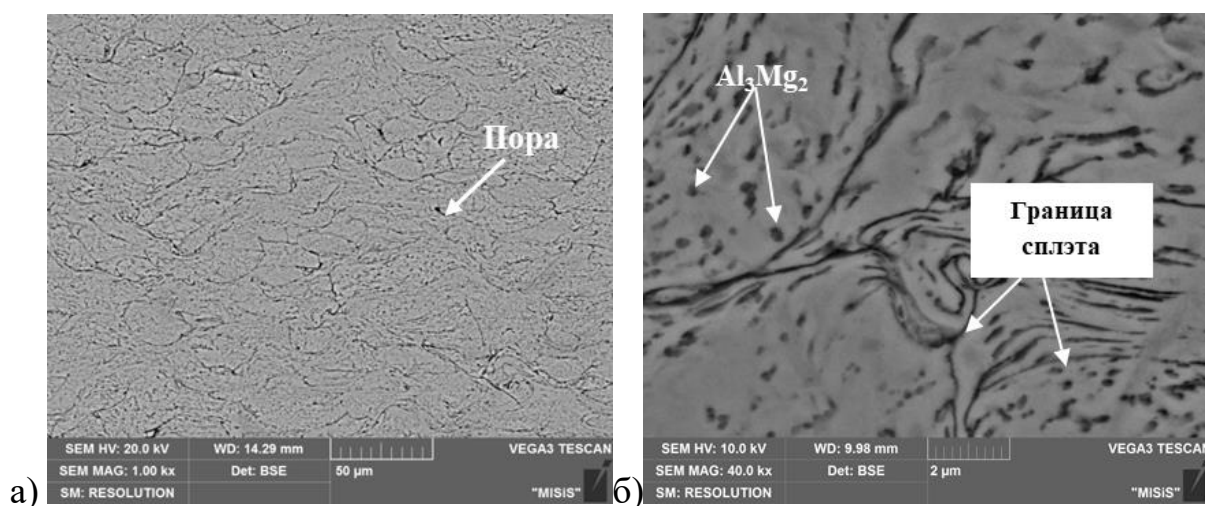
Рисунок 36 – Микроструктура образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных по различным технологическим параметрам ХГН, СЭМ

Таблица 7 – Пористость образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных по различным технологическим параметрам ХГН

Режим	Содержание пор, об. %
1	$1,1 \pm 0,1$
2	$0,9 \pm 0,1$
3	$0,3 \pm 0,1$
4	$0,6 \pm 0,1$

Сравнительный анализ микроструктур и величины пористости образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в зависимости от технологических параметров ХГН показал, что наиболее подходящим режимом для получения изделий из алюминиевого сплава с минимальным значением объемной долей пор является режим №3. Также, исследование микроструктуры полученных методом ХГН образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr не выявило трещин или других дефектов.

На рисунке 37 представлена типичная микроструктура опытного образца из алюминиевого сплава при больших увеличениях.



а) увеличение 1000 крат;

б) увеличение 40000 крат

Рисунок 37 – Микроструктура образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr при различных увеличениях, СЭМ

Что касается фазового состава образцов из алюминиевого сплава после ХГН, то наблюдается наличие твердого алюминиевого раствора и β -фазы (подтверждено РФА).

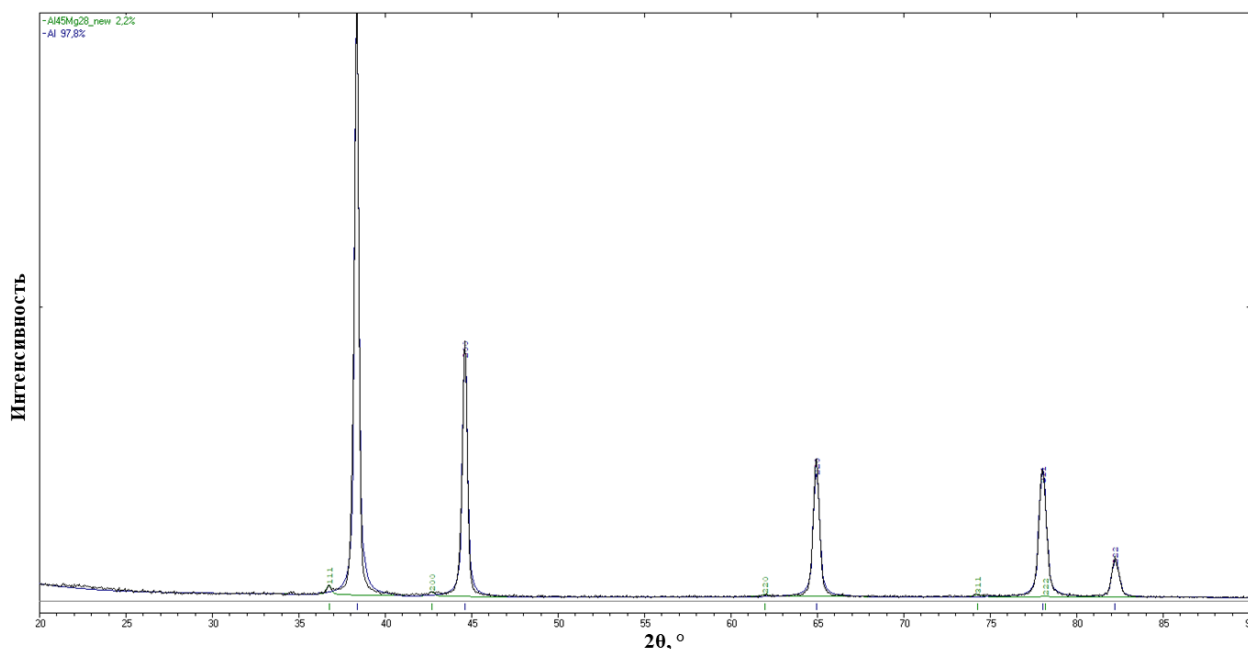


Рисунок 38 – Дифрактограмма образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН, РФА

Как следует из микроструктурного анализа (рис.37) структура образцов из алюминиевого сплава неоднородна. Это связано с различной деформацией частиц при соударении с подложкой, а также наличием сильнодеформированных областей. Дефекты (поры) могут образовываться на стыке трех сплэтов и представлять собой вытянутые поры. Наличие пор на границах сплэтов объясняется недостаточной деформацией частиц порошка при ударе. Пористость можно снизить за счет замены рабочего газа (азота) на гелий и/или нагрева газа до более высокой температуры. Использование гелия приведет к значительному увеличению стоимости процесса ХГН, что снизит его конкурентоспособность в сравнении с другими методами аддитивного производства. Дальнейшее повышение температуры газа также не представляется возможным ввиду перегрева металлического порошка и быстрого засорения сопла во время ХГН.

Также известно, что эта специфическая сплэтовая микроструктура имеет свои недостатки: низкий размер зерна в сочетании с порами на границе сплэта приводит к хрупкому поведению опытных образцов при испытаниях на растяжение. Для повышения пластичности материала обычно применяется термическая обработка. Интенсификация диффузии материала через границы сплэтов с дальнейшей перекристаллизацией материала позволит увеличить размер зерен на границах сплэтов и будет способствовать формированию новых зерен на их границах.

Также, анализ распределения легирующих элементов в образцах после ХГН (рис. 39) показал, что преимущественно разделение областей, богатых Mg и Al, что характерно для неравновесной кристаллизации. Скандий и цирконий распределены равномерно.

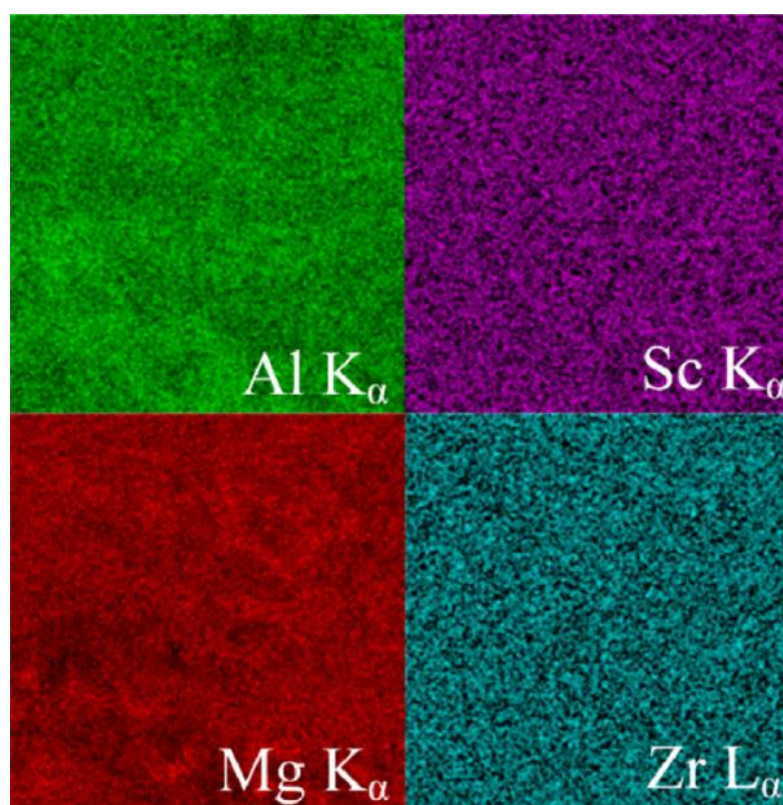


Рисунок 39 – Результаты EDS анализа для образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН, СЭМ

4.3 Термическая обработка образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН

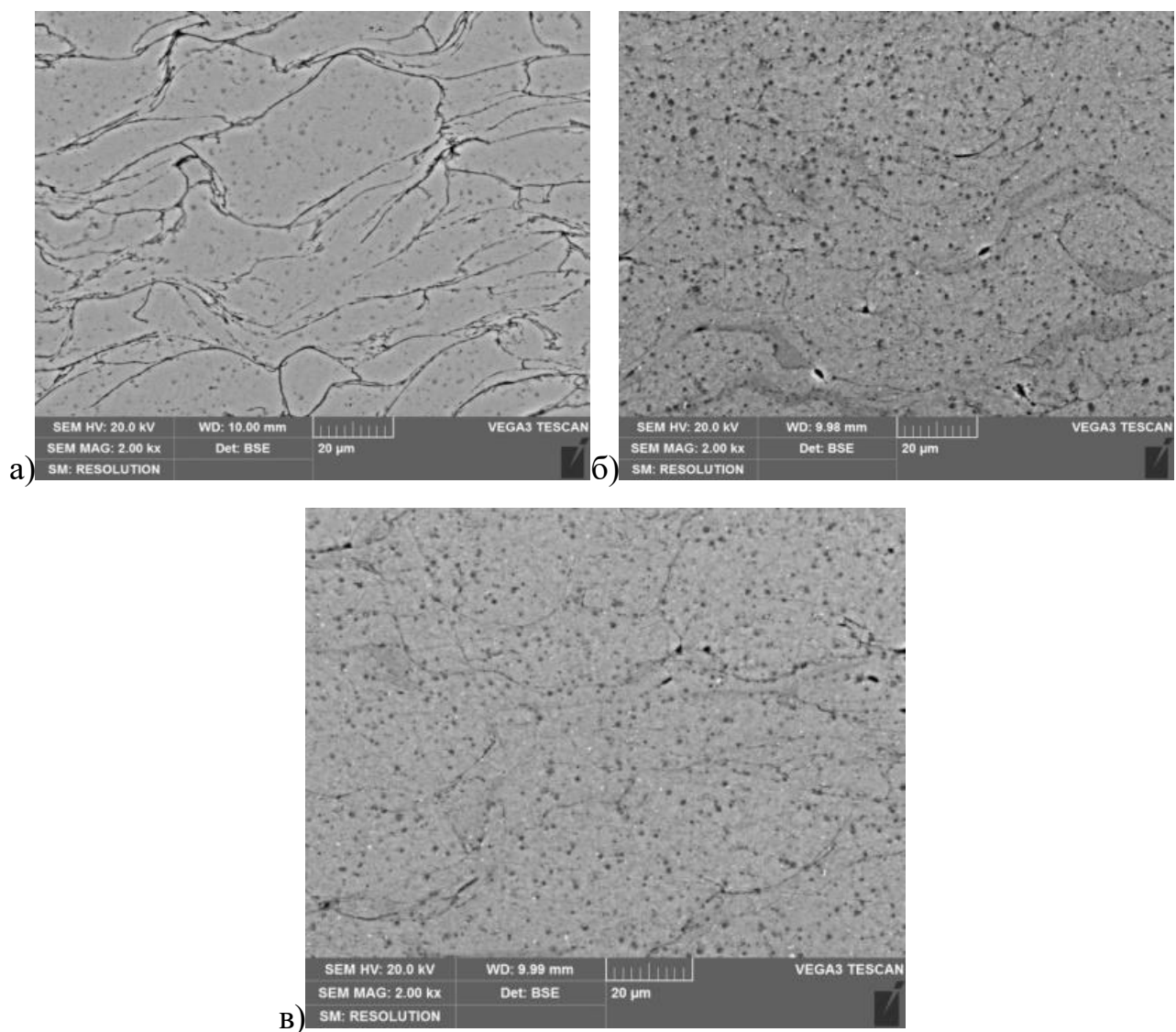
Как известно из литературных данных сплавам системы Al-Mg-Sc-Zr свойственно дисперсионное твердение после деформации при проведении термической обработки. В связи с этим к образцам из алюминиевого сплава, полученных методом ХГН, была проведена термическая обработка по режимам, описанным в таблице 8. Микроструктура образцов после термической обработки по различным технологическим режимам представлена ниже (рис. 40).

Таблица 8 – Режимы обработки образцов из сплава Al-Mg-Sc-Zr [14]

Режим	Технологические параметры
1	300 °C /3ч+360 °C /4ч
2	300 °C /3ч+360 °C /4ч+450 °C /1ч
3	300 °C /3ч+360 °C /4ч+450 °C /2ч

Согласно микроструктурному анализу образцов после применения термической обработки следует, что после проведения двух ступеней отжига структура образца схожа со структурой образца после ХГН. Добавление третьей ступени отжига при температуре 450 °C и увеличение времени выдержки до двух часов способствует постепенному растворению границ сплэта. Снижение пористости наблюдается незначительное.

В то же время увеличение температуры и времени отжига может привести к формированию частиц интерметаллидов типа $Al_3Sc(Zr)$ большого размера, что будет способствовать дальнейшему снижению механических свойств изделия. В связи с этим, оптимальным режимом термической обработки для образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr является двухступенчатый отжиг: 300°C/3ч+360 °C/4ч. Объемная доля пор в экспериментальных образцах составила $\sim 0,3 \pm 0,1$ об. %.



а) режим №1;

б) режим №2;

в) режим №3

Рисунок 40 – Микроструктура образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после различных видов обработки, СЭМ

Также, в работе были проведены рентгенофазовый и микрорентгеноспектральный анализы образцов из алюминиевого сплава после применения термической обработки. Результаты представлены ниже.

Таблица 9 – Результаты МРСА образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях

Состояние	Mg, вес. %	Sc, вес. %	Zr, вес. %	Al, вес. %	Всего, вес. %
ХГН	5,71	0,39	0,61	ост.	100
ХГН+Т/О	5,68	0,41	0,63	ост.	100

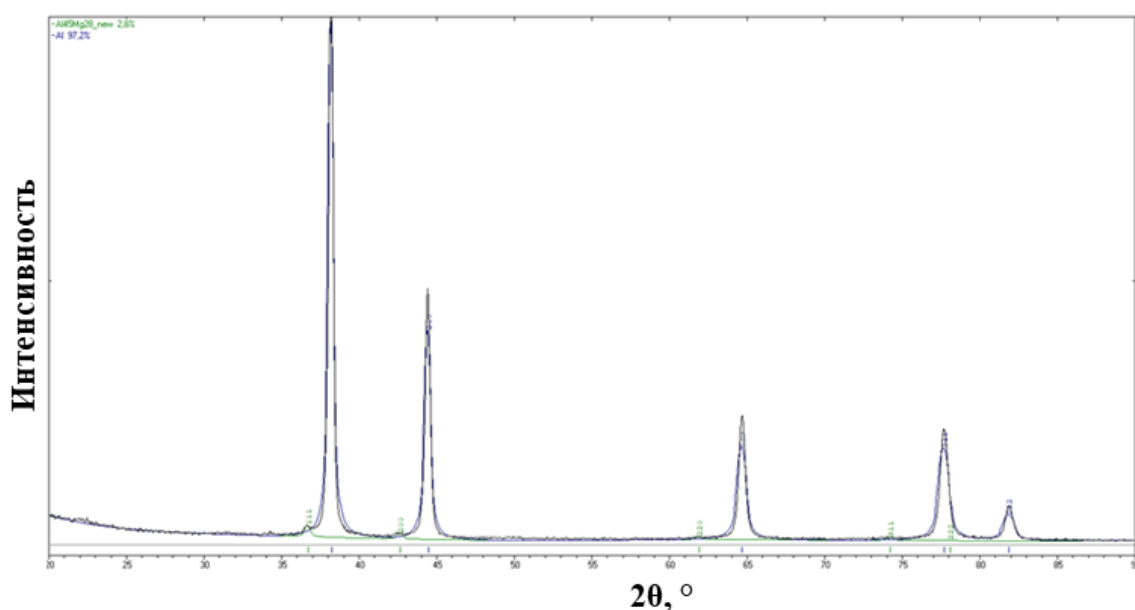
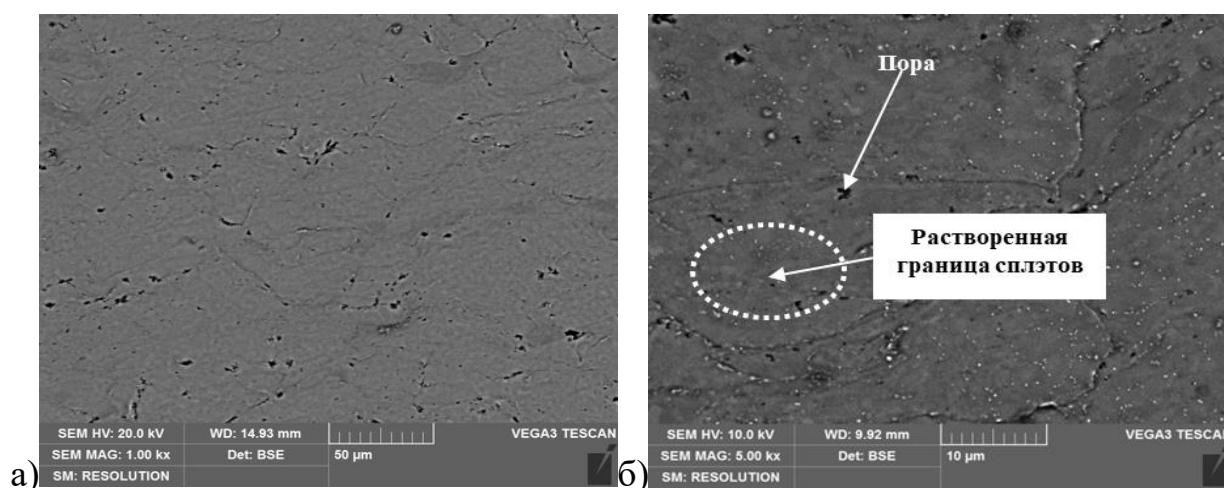


Рисунок 41 – Дифрактограмма образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН+ТО, РФА

4.5 Горячее изостатическое прессование образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr

Для дальнейшего исследования опытных образцов из алюминиевого сплава в работе было проведено горячее изостатическое прессование без капсулы по следующему технологическому режиму: двухступенчатая выдержка при температурах 300 °С (в течение 3 ч) и 360 °С (в течение 4 ч) и давлении до 160 МПа в атмосфере аргона. Микроструктура после ГИП представлена на рисунке 42. Пористость составила $\sim 0,2 \pm 0,1$ об. %.



а) увеличение 1000 крат;

б) увеличение 5000 крат

Рисунок 42 – Микроструктура образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ГИП при различных увеличениях, СЭМ

Согласно представленным изображениям микроструктуры образцов после горячего изостатического прессования следует, что операция ГИП приводит к растворению границ сплэтов, однако частичная открытая пористость остается. Это связано с тем, что применения горячего изостатического прессования без капсулы не способствует полному устранению открытой пористости. Однако если сравнить микроструктуры образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после применения термической обработки (рис. 40,а) и после операции ГИП (рис. 42,а), то мы можем наблюдать меньше областей с вытянутыми пустотами и дефектами на стыке трех границ сплэтов после ГИП. Границы сплэтов (рис.42,б) менее выражены из-за усиленной диффузии внутри материала, в результате чего за полным их растворением следует зарождение новых зерен. В целом, данная картина наблюдалась при применении термической обработки по режиму №3 (таблица 8), где проводилась третья ступень отжига при температуре 450 °С. Можно сделать вывод, что высокое давление газа в процессе горячего изостатического прессования способствовать более полному протеканию процессов диффузии в материале, что привело к растворению границ сплэтов и формированию более однородной микроструктуры, нежели после применения

термической обработки по аналогичному режиму при атмосферном давлении. Результаты РФА представлены на рисунке 43.

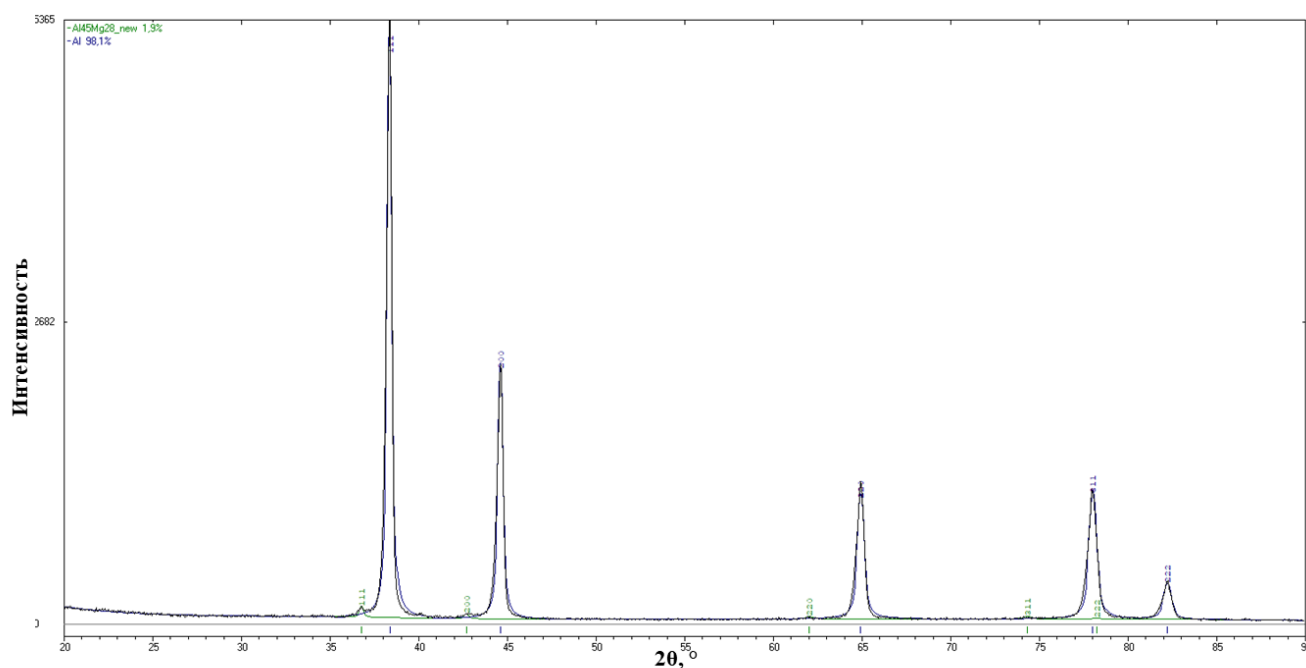
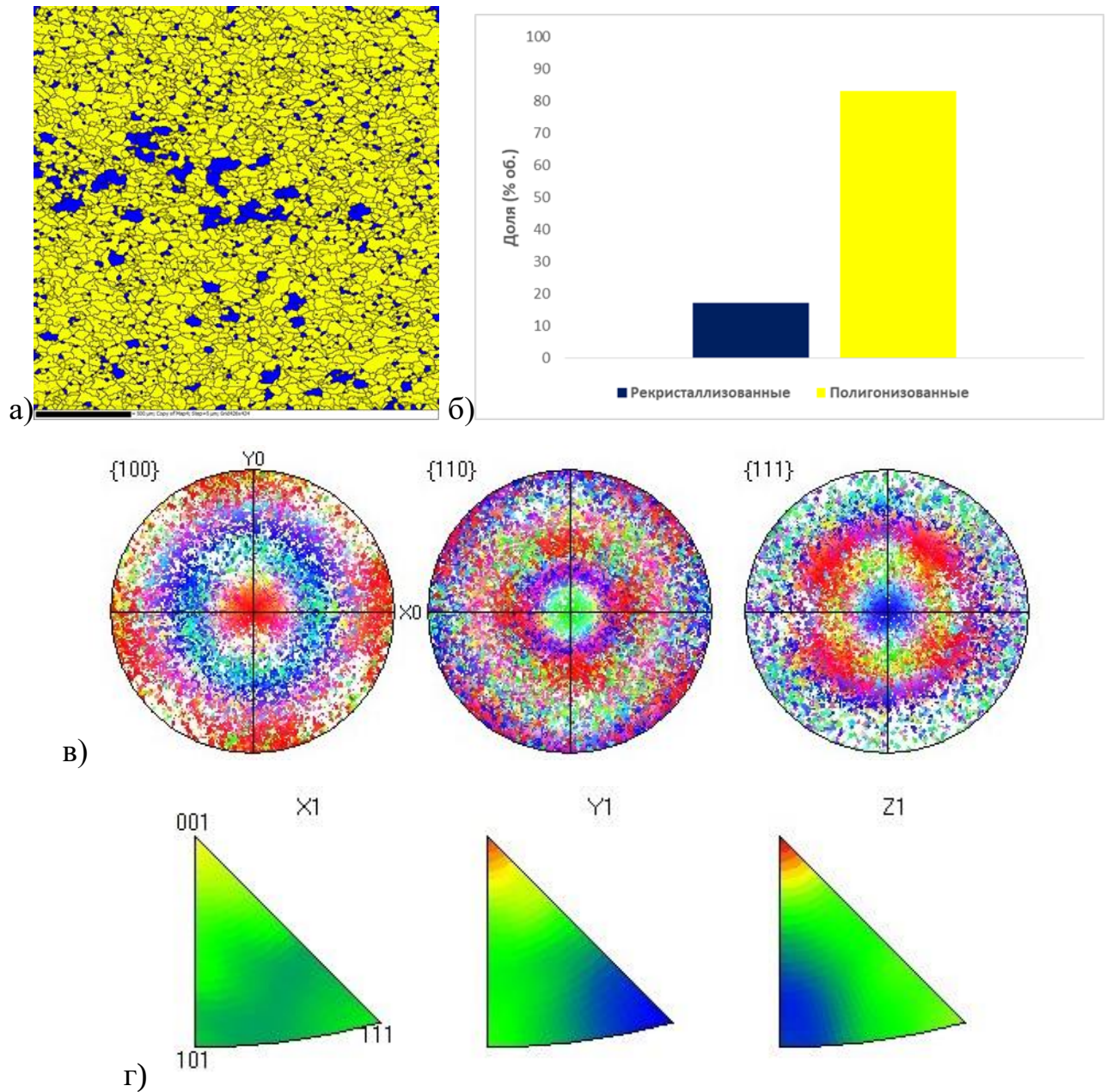


Рисунок 43 – Дифрактограмма образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН+ГИП, РФА

Проведенный EBSD анализ образцов из алюминиевого сплава после горячего изостатического прессования (рис. 44) показал, что после применения операции ГИП по описанному выше режиму, в образцах формируется частично рекристаллизованная структура (рис. 44,б), с преимущественной ориентировкой зерен в направлении $[001]$ (рис. 44,в, 44,г), что связано с деформацией порошинок при напылении. Средний размер частиц равен 35 ± 5 мкм. Наблюдается отсутствие ярко выраженной текстуры (рис. 44,г), следовательно, свойства образцов должны быть одинаковы во всех направлениях относительно направления выращивания.



а) зеренная микроструктура;

б) количественная оценка высоко- и малоугловых границ;

в) прямая полюсная фигура

г) обратная полюсная фигура;

Рисунок 44 – Результаты EBSD анализа образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ГИП, СЭМ

4.6 Исследование тонкой структуры образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях

Как известно из литературных данных, в сплавах системы Al-Mg-Sc-Zr после применения термической обработки возможно выделение фаз-дисперсоидов типа $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$, обеспечивающих дополнительное упрочнение материалу. В связи с этим в работе был проведен анализ тонкой структуры экспериментальных образцов из алюминиевого сплава, полученных методом ХГН, в различных состояниях.

Анализ субструктуры образцов в исходном состоянии из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr показал отсутствие сверхструктурных отражений от когерентных матрице частиц фазы $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$. Таким образом, выделения упрочняющих фаз-дисперсоидов в процессе ХГН не происходит (рис. 45).

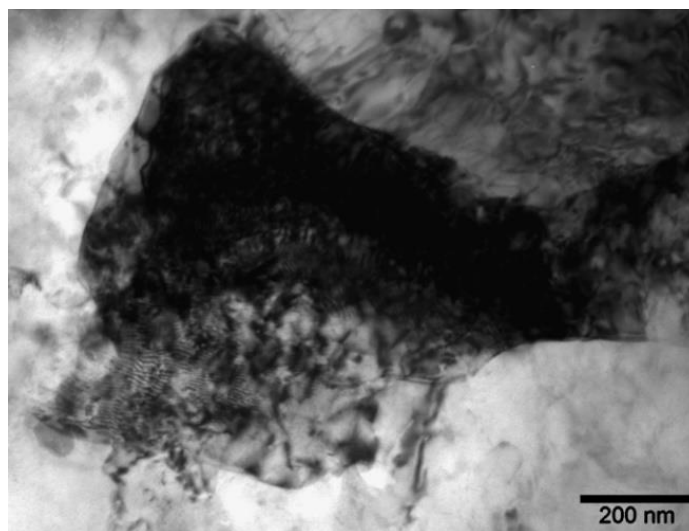
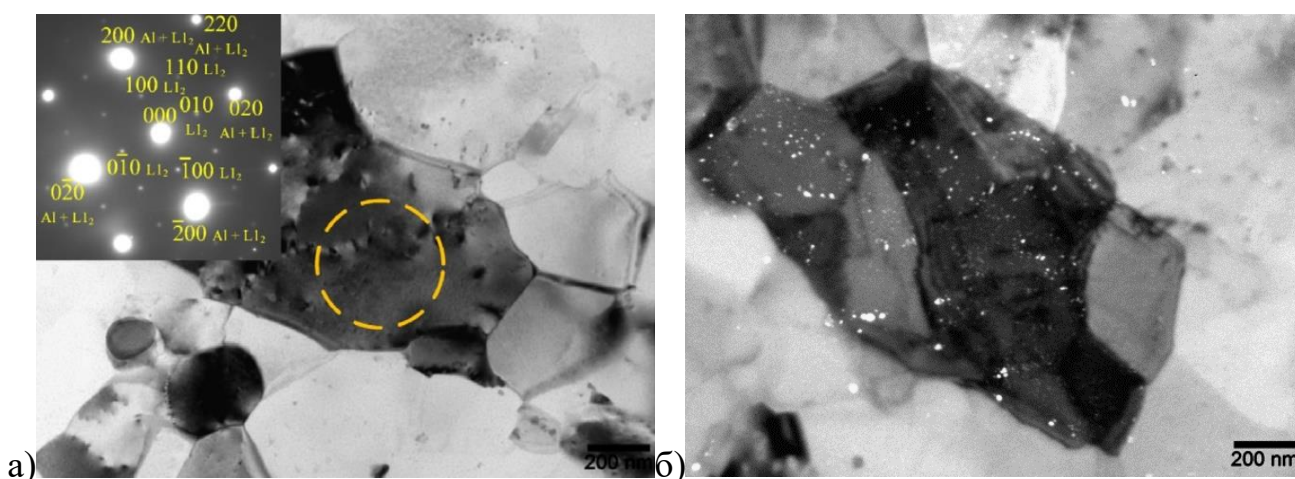


Рисунок 45 – Тонкая структура образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН, ПЭМ

Изображение тонкой структуры образцов после применения термической обработки представлены ниже.



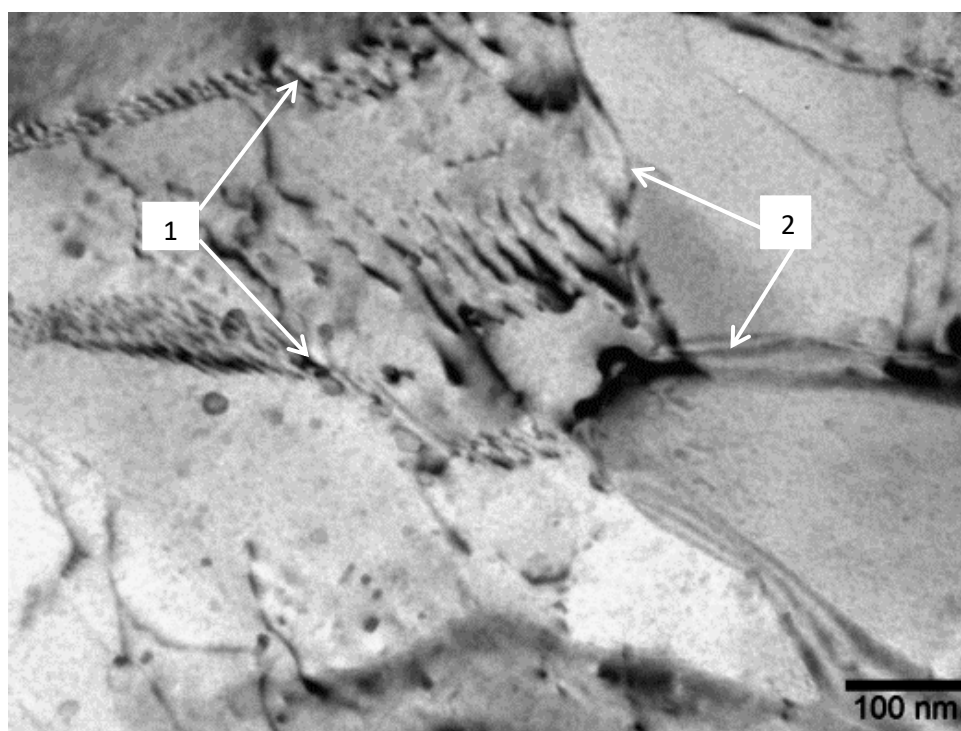
а) светлопольное изображение;

б) темнопольное изображение

Рисунок 46 – Микроструктура образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, ПЭМ

На рисунке 46а согласно электронограмме (ось зоны $[001]$) после применения термической обработки видны дополнительные рефлекссы, принадлежащие фазе со структурой типа $L1_2$, когерентные матрице. На темнопольном изображении (рис. 46,б), полученном в сверхструктурном отражении (100), видны частицы фазы $Al_3(Zr,Sc)$ в объеме образца. Средний размер интерметаллидов составил $7,6 \pm 1,2$ нм.

При больших увеличениях (рис. 47) можно наблюдать образование субзерен на стенках дислокаций внутри зерна и образование высокоугловых границ, а также зоны, свободные от выделений. Данная микроструктура свидетельствует о прохождении процессов возврата в материале после применения термической обработки.

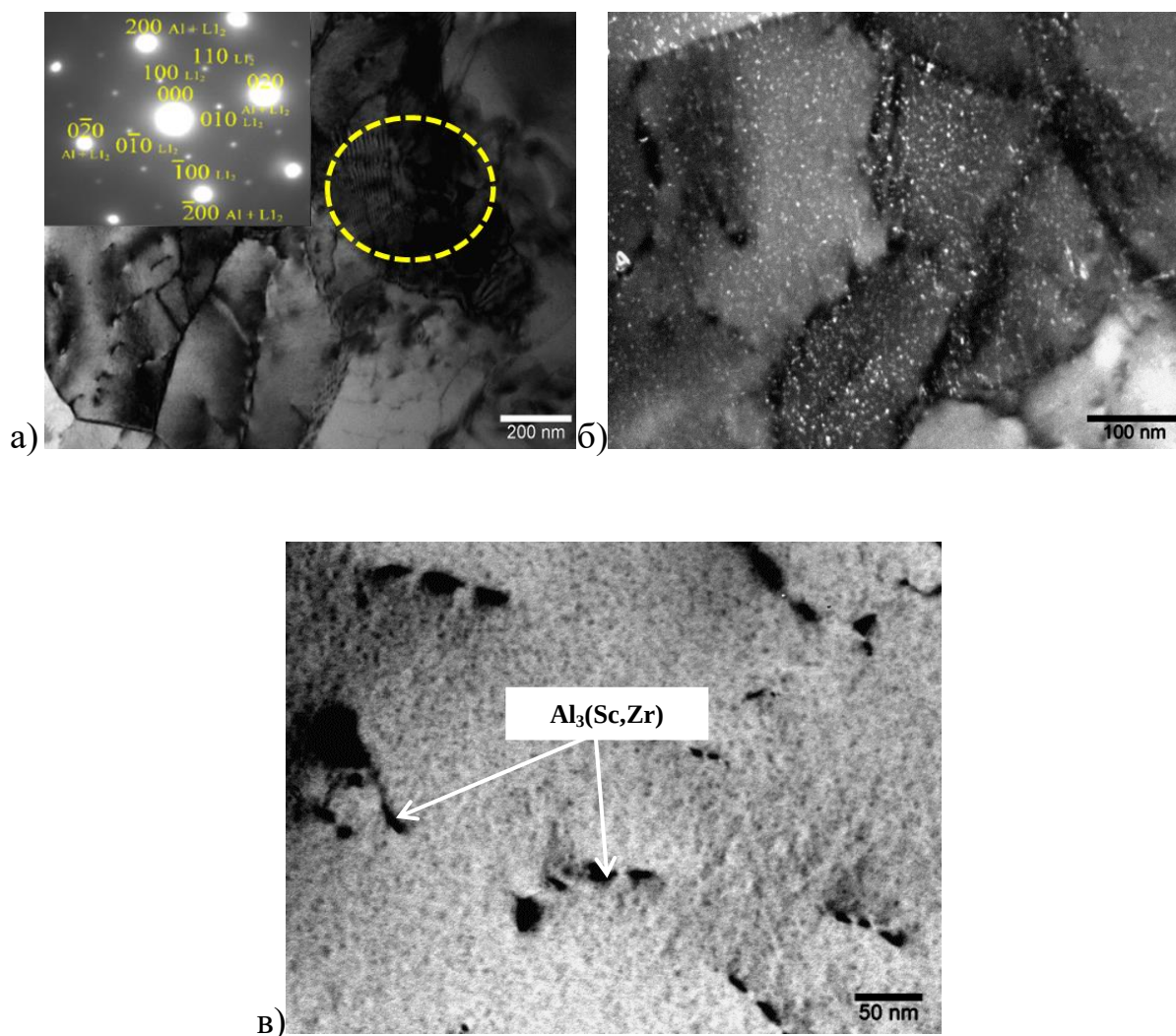


1 – стенки дислокаций;

2 – высокоугловые границы

Рисунок 47 – Тонкая структура образца из сплава системы
Al-Mg-Sc-Zr после ХГН+Т/О, ПЭМ

Согласно данным электронограммы (рис. 48,а, ось зоны[001]), структура образца из алюминиевого сплава после применения горячего изостатического прессования имеет дополнительные (сверхструктурные) выделения, принадлежащие фазе со структурой типа $L1_2$, когерентные матрице. На темнопольном изображении (рис. 48,б), полученном в сверхструктурном отражении (100), видно, что частицы фазы $Al_3(Zr,Sc)$ равномерно распределены по всему объему образца. Средний размер частиц составил $3,1 \pm 1,1$ нм.



а) светлопольное изображение;

б) темнопольное изображение;

в) светлопольное изображение с указанием частиц $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Sc})$

Рисунок 48 - Микроструктура образца из сплава системы
Al-Mg-Sc-Zr после ГИП, ПЭМ

На рисунке 48,в представлено светлопольное изображение частицы фазы $\text{Al}_3(\text{Zr},\text{Sc})$ при более высоком увеличении, а на рисунке 48,а можно наблюдать наличие зерен с малоугловыми границами - субзерен (показано стрелкой).

Также, показано формирование субзерен (малоугловых границ) внутри зерна образца после ГИП (рис. 49).

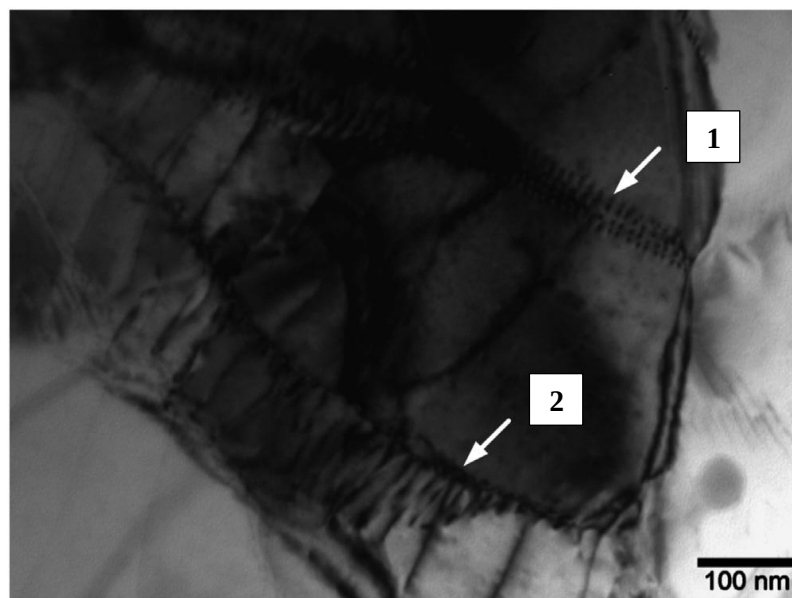


Рисунок 49 – Изображение стенок дислокаций (1,2) внутри зерна образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ГИП, ПЭМ

Стоит отметить, что микроструктура образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ГИП схожа с микроструктурой образцов после термической обработки: присутствуют выделения фазы $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$, видны стенки дислокаций, формируются субзерна и имеются зоны, свободные от выделений. Следовательно, основными процессами, протекающими в структуре образцов после ГИП также являются процессы возврата (полигонизация). Процесс рекристаллизации во время горячего изостатического прессования подавляется за счет выделения фаз-дисперсоидов, стабилизирующих дислокационную структуру и препятствующих рекристаллизации [104, 111].

4.7 Анализ механических свойств образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях

Результаты испытаний на сжатие образцов после ХГН, применения термической обработки и горячего изостатического прессования, а также значения твердости представлены в таблице 10.

Таблица 10 – Механические свойства образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях

Состояние	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное сжатие, %	HV5
ХГН	385 ± 15	550 ± 20	20 ± 2	125 ± 5
ХГН+Т/О 1	435 ± 15	675 ± 10	28 ± 2	135 ± 5
ХГН+Т/О 2	422 ± 10	660 ± 10	26 ± 2	130 ± 5
ХГН+Т/О 3	410 ± 10	645 ± 10	24 ± 2	125 ± 5
ХГН+ГИП	510 ± 10	750 ± 10	30 ± 2	140 ± 5

Значения твердости образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в исходном состоянии близка к значениям твердости выращенного образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr технологией селективного лазерного плавления [140]. Твердость образцов после горячего изостатического прессования и после применения термической обработки по режиму №1 близки по величине.

Также, данные значения сравнимы с твердостью образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных методом селективного лазерного плавления, после отжига по режиму №1 [14]. Увеличение твердости после применения термической обработки по режиму №1 и горячего изостатического прессования происходит за счет выделения фаз-дисперсоидов $Al_3(Zr,Sc)$, обеспечивающих дополнительное упрочнение материалу и подавляющих процесс рекристаллизации.

Применение термической обработки по режимам № 2-3 приводит к снижению значений твердости в образцах, так как происходит увеличение размера фазы $Al_3(Zr,Sc)$.

По полученным результатам на сжатие видно, что применение термической обработки по режиму №1 и операции ГИП приводит к увеличению показателей

прочности и пластичности за счет растворения границ сплэтов и выделения упрочняющих фаз-дисперсоидов.

Выводы по главе 4

1. Определены оптимальные технологические параметры ХГН для сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, позволяющие получать материал с пористостью до 0,3 % об.

2. Установлено, что применение термической обработки и операции ГИП способствует выделению когерентных матрице упрочняющих фаз-дисперсоидов $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$, подавляющих процесс рекристаллизации и обеспечивающих дополнительное упрочнение исследуемому материалу.

3. Применение операции ГИП способствует выделению более мелких частиц $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Sc})$ (до 3,1 нм) в сравнении с термообработанным состоянием (до 7,6 нм) за счет более полного прохождения процессов диффузии в материале.

Глава 5. Исследование образцов композиционного материала на основе сплава АА7075 с добавлением SiC, полученных методом ХГН

5.1 Анализ металлического порошка из сплава АА7075 и частиц карбида кремния SiC

Морфология частиц порошка сплава АА7075 и карбида кремния изображены на рисунке 50. Коэффициент формы частиц SiC больше 2, частиц сплава АА7075: 1-2. гранулометрический состав порошка составил для сплава АА7075 - 32 ± 2 мкм, частиц карбида кремния - 30 ± 2 мкм.

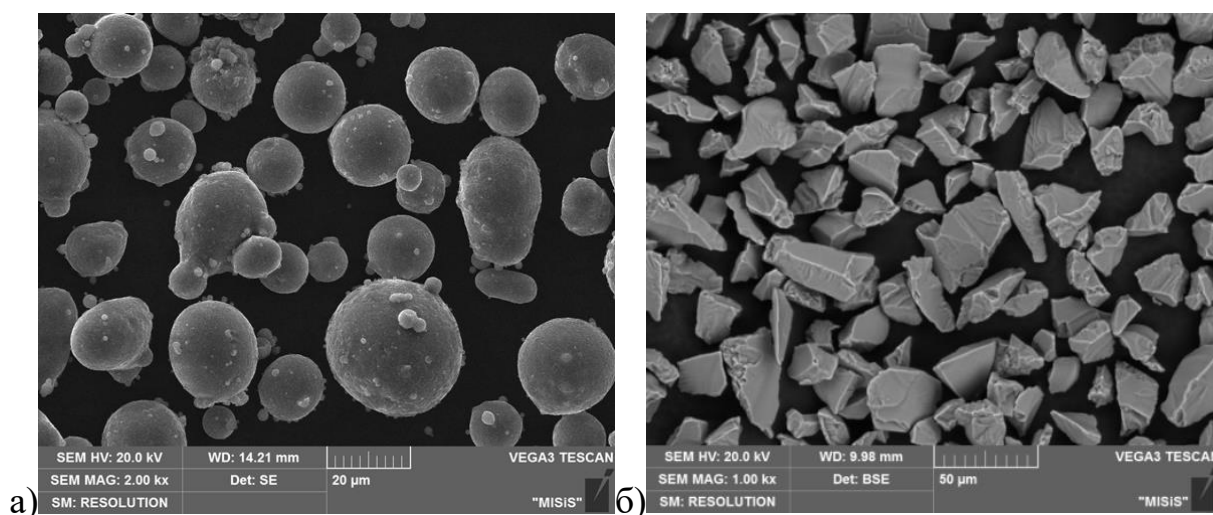


Рисунок 50 – Морфология исходного порошка сплава АА7075 (а) и частиц карбида кремния (б), СЭМ

На начальном этапе исследования были проведены предварительные эксперименты с различным содержанием частиц карбида кремни в металлическом порошке для определения состава смеси, позволяющей формировать композиционные материалы с максимально возможным содержанием частиц SiC в процессе ХГН. Были использованы смеси с содержанием 30 вес. %, 40 вес. %, 50 вес. % и 60 вес. %. Выращивание проводили на алюминиевую подложку толщиной 2 мм. Размеры экспериментальных образцов (треков) составили: длина – 50мм, ширина – 60 мм, толщина – 10 мм.

Максимально возможное содержание частиц SiC в материале составило ~20-25 %. Данное значение было достигнуто при напылении смеси с содержанием 50 вес. % карбида кремния. Дальнейшее увеличение процентного содержания карбида кремния в порошковой смеси не привело к увеличению доли армирующих частиц в композиционном материале ввиду различных механизмов формирования на подложке металлических и керамических покрытий в процессе ХГН [142, 144]. Металлические и керамические частицы порошка, двигаясь с большой скоростью в потоке инертного газа (азота), соударяясь с поверхностью подложки, разрушают ее оксидный слой. При этом керамические частицы из-за своей хрупкости и низкой пластичности не могут закрепиться на подложке за счет адгезионных сил. Керамические частицы огрубляют поверхность подложки, позволяя лучше закрепиться металлическим частицам порошка, крошатся и отлетают от поверхности при формировании первых слоев покрытия.

При формировании первых слоев из металлических частиц порошка на подложке во время удара частиц происходит разрушение оксидной пленки на их поверхности, частицы при ударе сильно деформируются и растекаются. В местах стыка металлических частиц образуются поры, но в отличие от металлических покрытий без армирующих частиц, летящие следом керамические частицы продавливают такие места, тем самым закрывая пустоты и закрепляясь в металлическом слое.

Таким образом, керамическая частица (карбид кремния) может закрепиться на подложке только в уже сформированном металлическом слое. В случае соударения с ранее сцепленными в покрытии керамическими частицами произойдет отскок новых частиц.

В связи с этим, увеличение процентного содержания карбида кремния в порошковой смеси приведет к увеличению вероятности столкновения с ранее закрепленными на подложке частицами SiC. Кроме того, максимально возможное значение содержания SiC в материале зависит от общей площади поверхности композита, занятой металлическими частицами и способностью этой поверхности удерживать армирующие частицы.

5.2 Микроструктурный анализ образцов композиционного материала AA7075-SiC после ХГН

Перед началом напыления композиционного материала в работе были проведены термодинамические расчеты с целью определения технологических параметров ХГН, температуры возможных фазовых превращений, а также режимов последующей обработки (рис. 51).

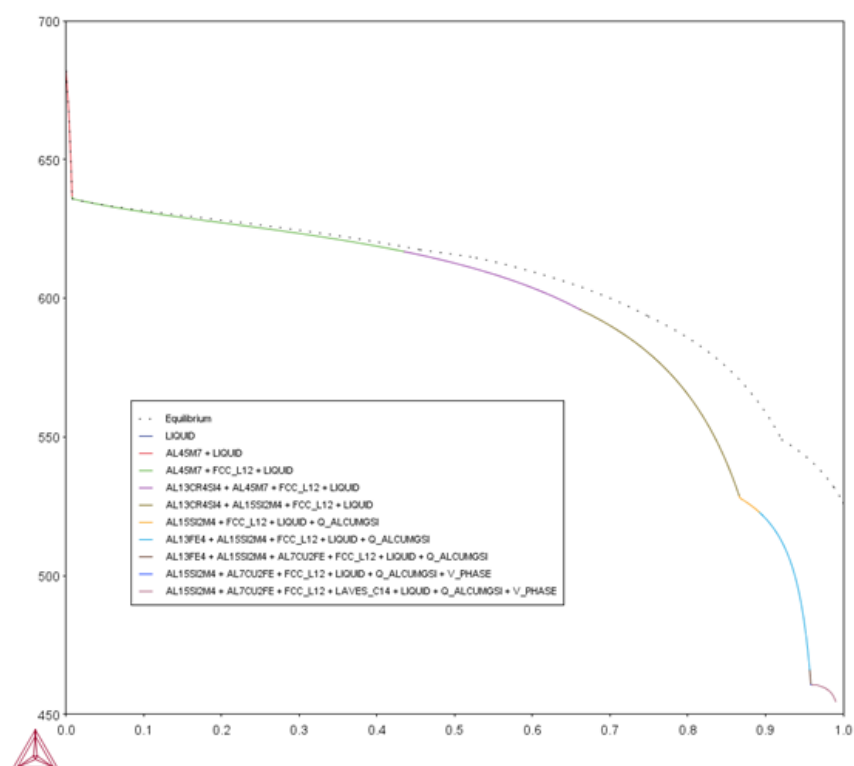


Рисунок 51 – Кривая Шайля для сплава системы Al-Cu-Zn, ThermoCalc

Технологические параметры ХГН для композиционного материала представлены в таблице 11.

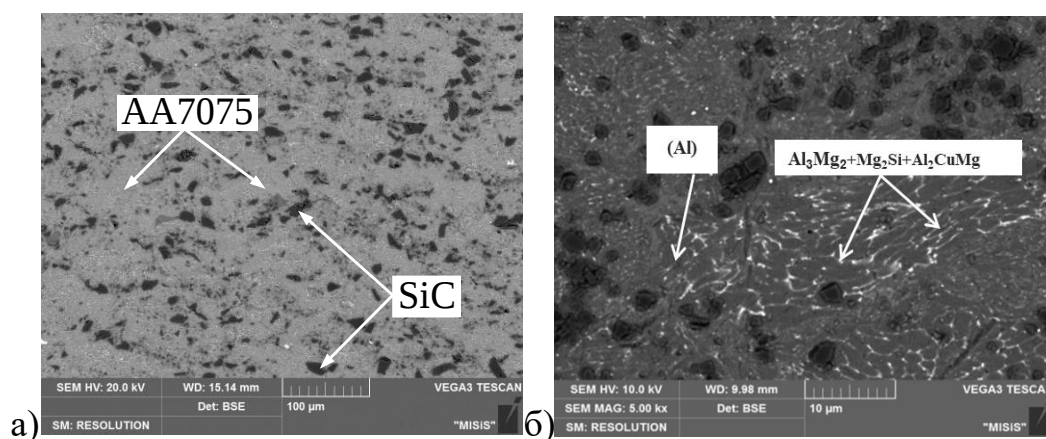
Таблица 11 – Параметры ХГН для композиционного материала AA7075-SiC

Режим	$P_{\text{газа'}}$ МПа	$T_{\text{газа'}}$ °C	Расстояние до подложки, мм	$V_{\text{пер. работа,}}$ мм/с	Расстояние между проходом работа, мм
1	3,5	550	40	50	3

2	4	550	40	50	3
3	4	600	40	55	3
4	4	600	40	55	3
5	4,5	600	40	60	3
6	4,5	650	40	60	3
7	5	650	40	65	3

Экспериментальным путем были определен режим ХГН - № 1 по полученным результатам измерения пористости, значение которой составило $0,4 \pm 0,1$ % об.

Изображение микроструктуры композиционного материала AA7075-SiC после ХГН представлено на рисунке 52. Как следует из микроструктурного анализа, в композиционном материале формируется неоднородная сплэтовая структура и, армирующие частицы SiC равномерно распределены в алюминиевой матрице (рис. 52,а).



а) увеличение 500 крат;

б) увеличение 5000 крат

Рисунок 52 – Микроструктура композиционного материала AA7075-SiC при различных увеличениях, СЭМ

Алюминиевая матрица сплава АА7075 состоит из деформированных зерен твердого раствора (Al) и сетки эвтектических фаз по их границам (рис. 51,б). Согласно термодинамическим расчетам при построении кривой Шайля для сплава АА7075, а также результатам РФА, в состав сетки неравновесной эвтектики вошли следующие фазы: Al_3Mg_2 , Mg_2Si , Al_2CuMg , которые выделяются в частицах порошка в процессе его изготовления (рис. 53).

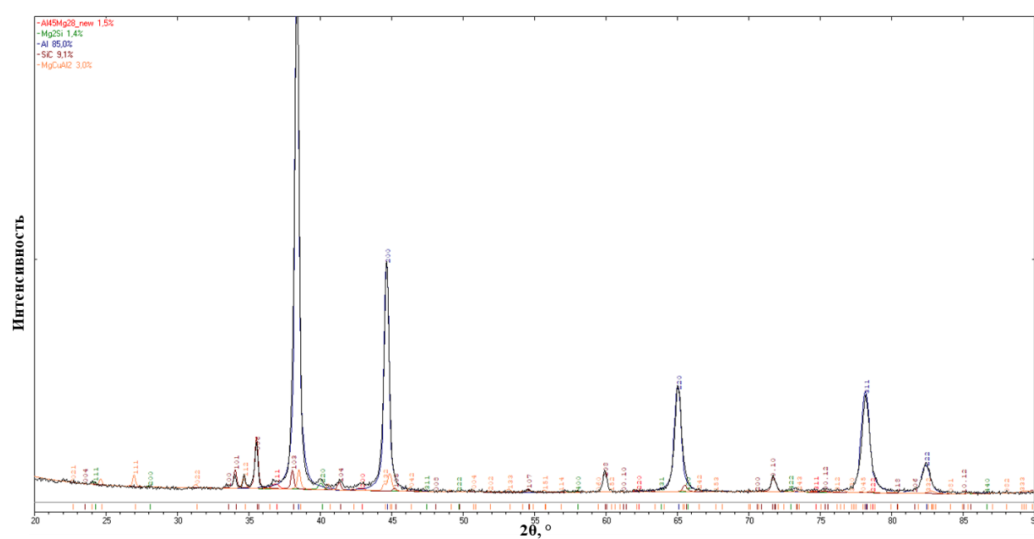


Рисунок 53 – Результаты РФА композита АА7075-SiC после ХГН

Также, в микроструктуре композиционного материала наблюдаются скопления крупных и более мелких частиц SiC, разрушенных при деформации и распределенных в алюминиевой матрице (рис. 54).

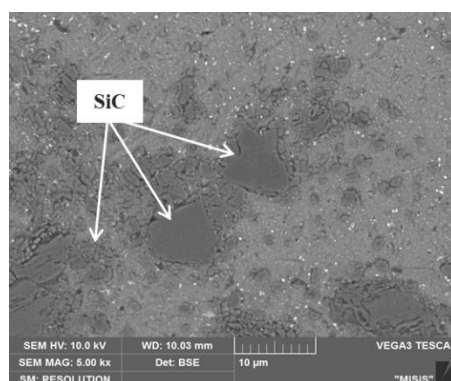
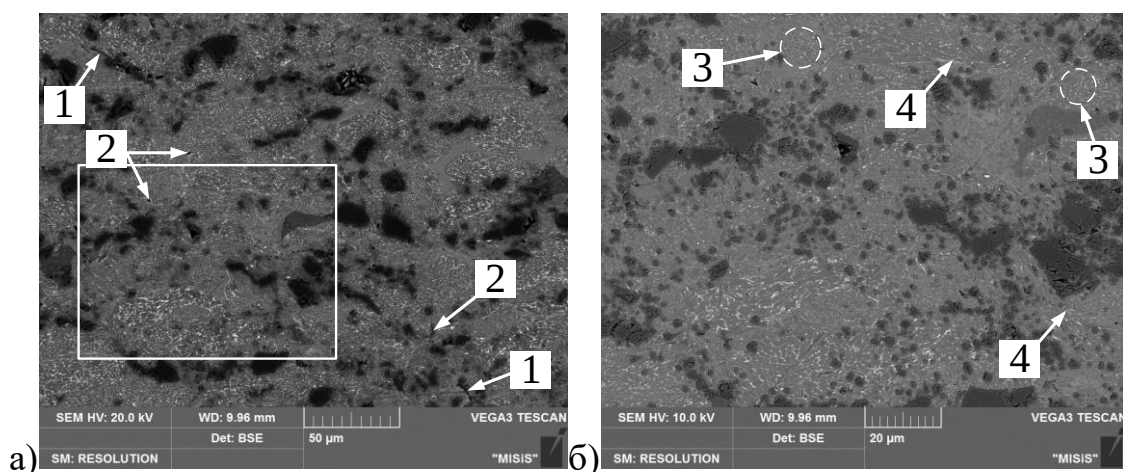


Рисунок 54 – Изображение агломератов SiC алюминиевой матрице АА7075, СЭМ

Как было сказано ранее, частицы карбида кремния закрепляются в матрице в местах стыка металлических частиц в результате пластической деформации при соударении с подложкой. При этом они могут крошиться и оседать в металлической матрице агломерацией из более мелких разрушенных армирующих частиц.

Также, стоит отметить, что в микроструктуре присутствуют такие дефекты, как вытянутые пустоты, поры на местах стыка сплэтов (рис. 55,а) и сама структура композиционного материала неравномерна из-за разной деформации частиц при ударе, что является типичным для микроструктуры образцов из алюминиевых сплавов после ХГН.



а) увеличение 1000 крат;

б) увеличение 2000 крат

1 – вытянутые поры;

2 – пустоты в тройных стыках;

3 – слабodeформированные области;

4 – сильноdeформированные области

Рисунок 55 – Дефекты в микроструктуре образца из композиционного материала AA7075+SiC при различных увеличениях, СЭМ

Элементный состав экспериментальных образцов после ХГН по данным микрорентгеноспектрального анализа представлен на рисунке 56.

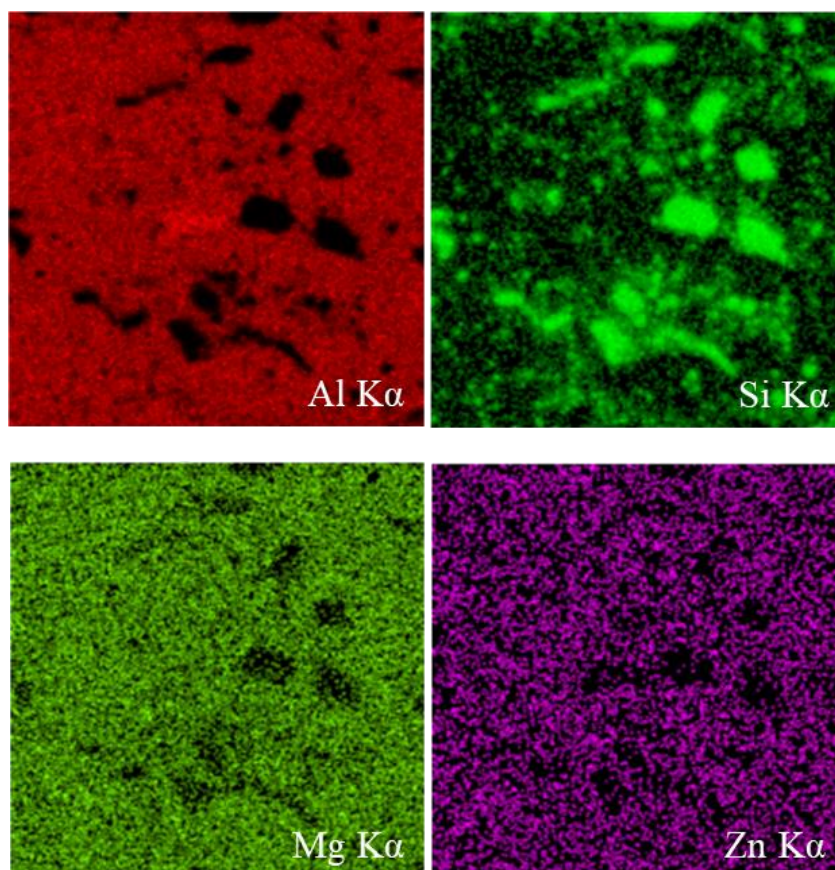


Рисунок 56 – Результаты EDS анализа композиционного материала, полученного методом ХГН, в исходном состоянии, МРСА, СЭМ

5.3 Микроструктурный анализ образцов из композиционного материала после термической обработки и ГИП

Для анализа изменений микроструктуры и механических свойств к композитам применяли термическую и термомеханическую обработку по режимам, описанным в таблице 12. Распределение легирующих элементов в образцов после применения термической обработки и операции ГИП представлены ниже.

Таблица 12 – Режимы обработки для композиционного материала
AA7075-SiC

Обозначение ТО	Вид ТО	Температура, °C	Время
Т	Закалка в воду	470	4 ч
T1	Искусственное старение	140	16 ч
ГИП	Горячее изостатическое прессование при давлении 160 МПа в атмосфере аргона	450	3 ч

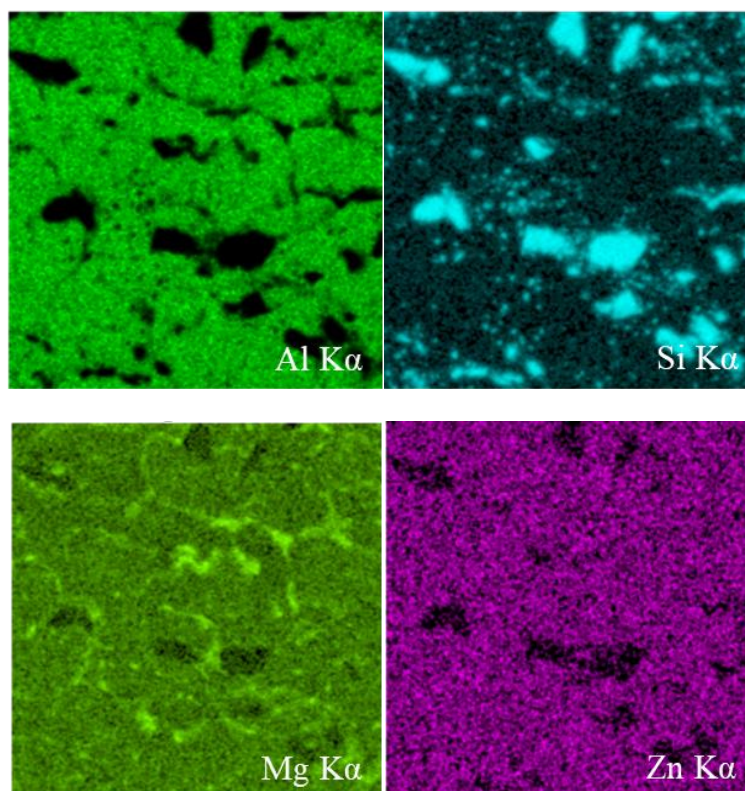


Рисунок 57 – EDS-карты распределения легирующих элементов
в AA7075-SiC после ХГН+T1, МРСА, СЭМ

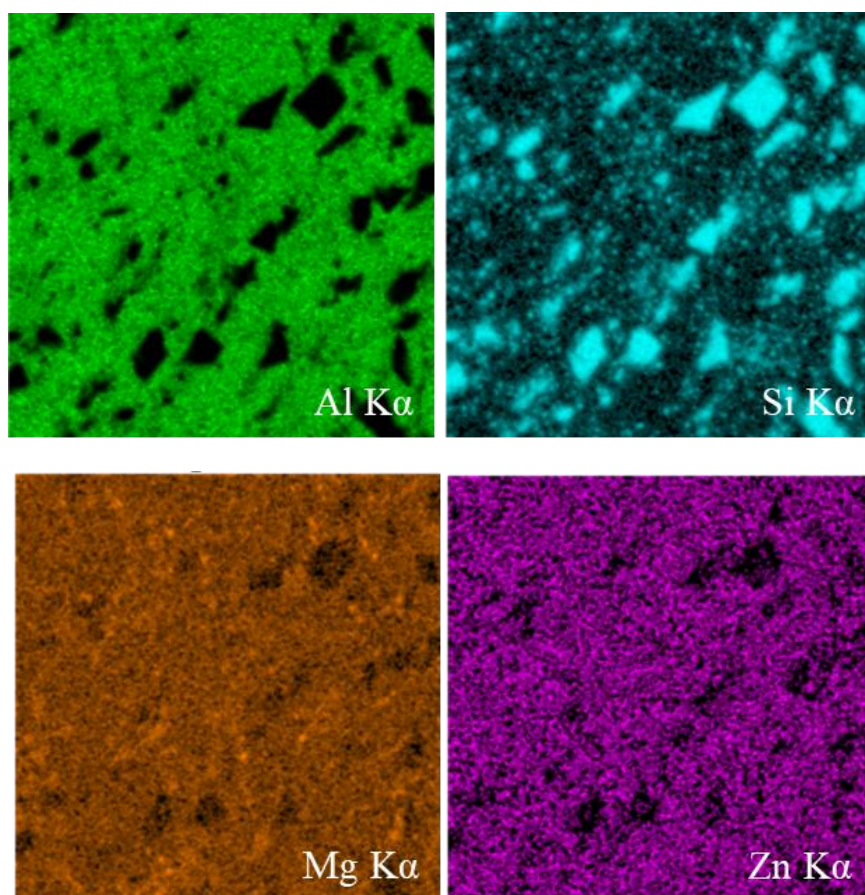


Рисунок 58 – EDS-карты распределения легирующих элементов
в AA7075-SiC после ХГН+ГИП, МРСА, СЭМ

В микроструктуре после термической обработки по режимам Т и Т1, в отличие от микроструктуры алюминиевой матрицы после ХГН происходит частичное растворение сетки неравновесных эвтектических фаз, и при больших увеличениях наблюдается только алюминиевый твердый раствор (Al), однако присутствуют дефекты в виде пустот в тройных стыках. Также, происходит частичное растворение границ сплэтов (рис. 59,б, 59,г).

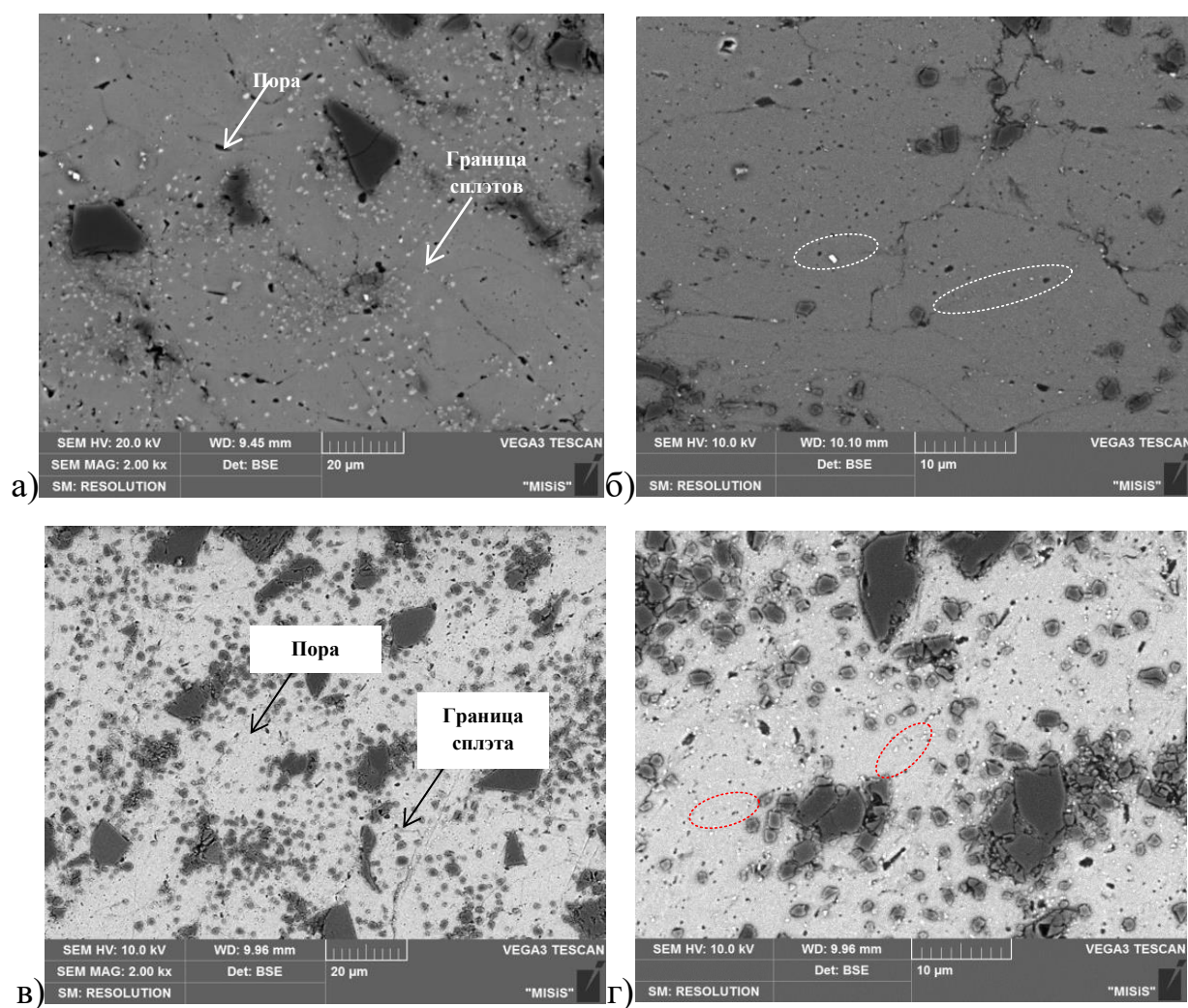


Рисунок 59 - Микроструктура образца из композиционного материала

AA7075-SiC после ТО по режиму Т (а,б) и Т1(в,г), СЭМ

Согласно результатам РФА (рис. 60, 61) в образцах после применения термической обработки наблюдаются фазы Mg_2Si , Al_2CuMg , Al_3Mg_2 . Выделения фазы η ($MgZn_2$) обнаружены не были.

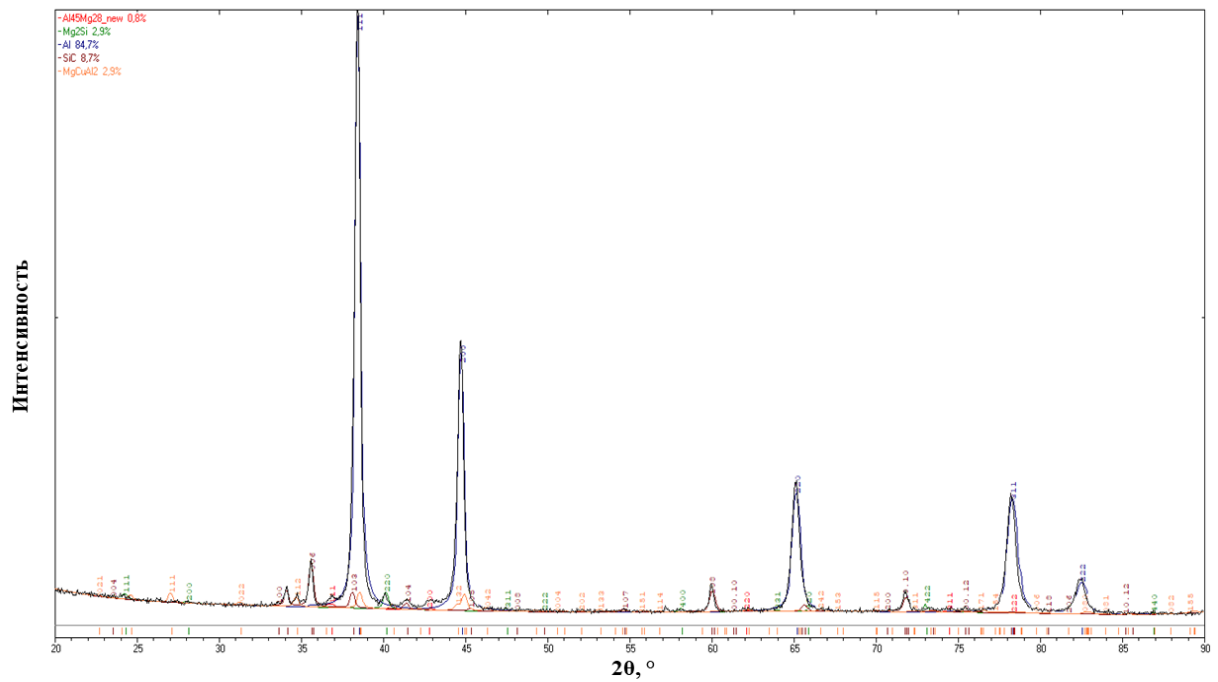


Рисунок 60 – Дифрактограмма образца AA7075-SiC после ХГН+Т, РФА

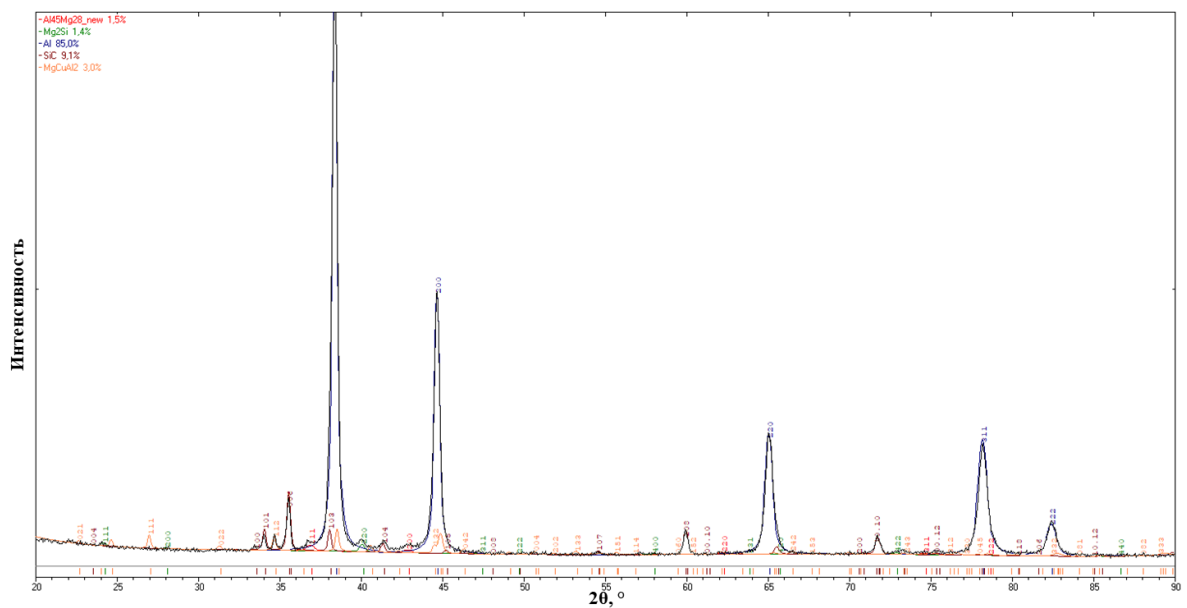
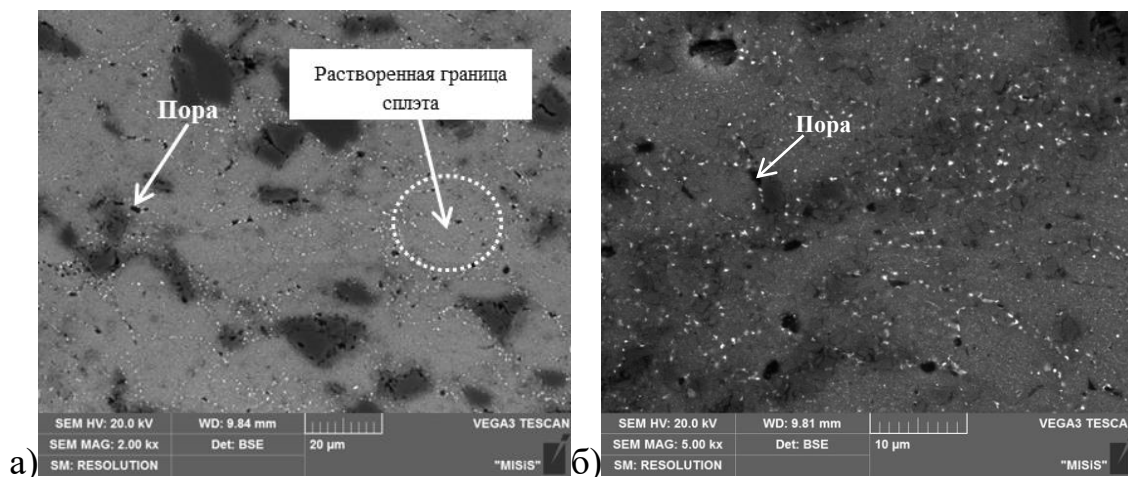


Рисунок 61 – Дифрактограмма образца AA7075-SiC после ХГН+Т1, РФА

Однако, в микроструктуре после горячего изостатического прессования (рис. 62) согласно микроструктурному анализу наблюдается иная картина: границы сплэтов практически полностью растворяются, но ввиду медленного нагрева и охлаждения образцов происходит выделение равновесных фаз не только внутри алюминиевой матрицы, но и по бывшим границам сплэтов в виде

относительно крупных частиц (рис. 62,а). Также стоит отметить, что сохраняются дефекты в виде пор (рис. 62,б), что является типичным для применения операции ГИП некапсулированных образцов.



а) увеличение 2000 крат;

б) увеличение 5000 крат

Рисунок 62 – Микроструктура образца из композиционного материала AA7075-SiC после ГИП при различных увеличениях, СЭМ

Результаты РФА образцов после ГИП (рис. 63) представлены на рисунке 63.

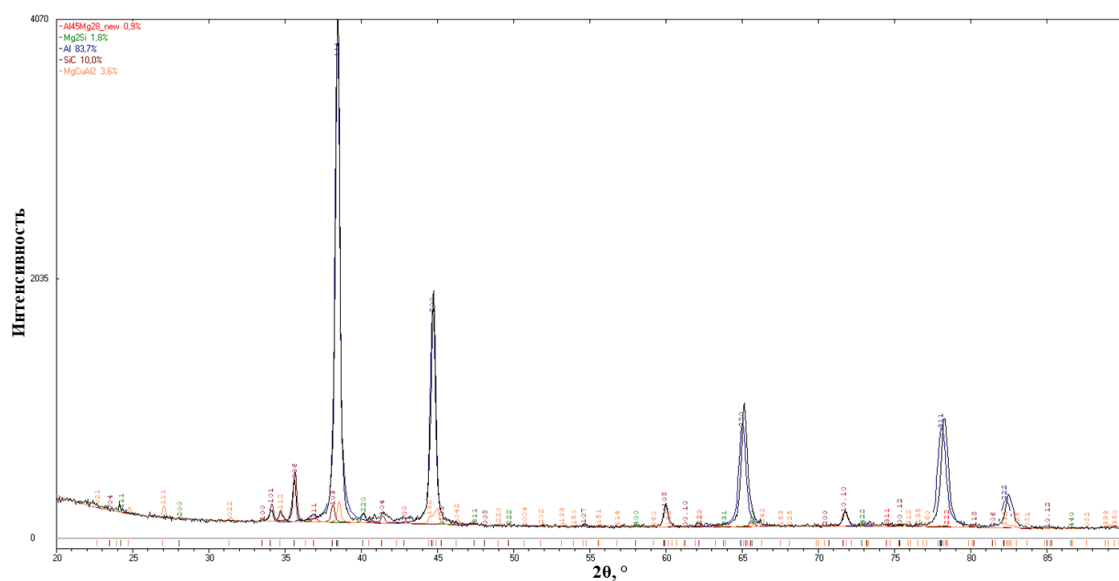


Рисунок 63 – Дифрактограмма образца AA7075-SiC после ХГН+ГИП, РФА

Результаты измерения пористости образцов в различных состояниях описаны в таблице 13. Показано, что применение термической обработки и ГИП приводит к незначительному снижению количества пор в исследуемых образцах.

Таблица 13 – Пористость образцов из композиционного материала АА7075+SiC в различных состояниях

Режим	Пористость, об. %
ХГН+Т	$0,40 \pm 0,1$
ХГН+Т1	$0,40 \pm 0,1$
ХГН+ГИП	$< 0,3$

5.4 Анализ тонкой структуры образцов из композиционного материала АА7075-SiC в различных состояниях

Считается, что в процессе термической обработки в высокопрочных алюминиевых сплавах типа АА 7075 выделяются такие упрочняющие фазы, как $\eta(\text{MgZn}_2)$, $\text{S}(\text{Al}_2\text{CuMg})$, $\text{T}(\text{Mg}_4\text{Zn}_3\text{Al}_3)$, которые увеличивают эффект старения. В связи с этим в работе был проведен анализ тонкой структуры образцов из композиционного материала АА7075-SiC после применения различных видов обработки в сравнении с матричным сплавом АА7075 без добавления армирующих частиц карбида кремния.

На рисунке 64 представлена тонкая структура образца из матричного сплава АА7075 без добавления частиц карбида кремния, полученного методом ХГН, после применения термической обработки по режиму Т1.

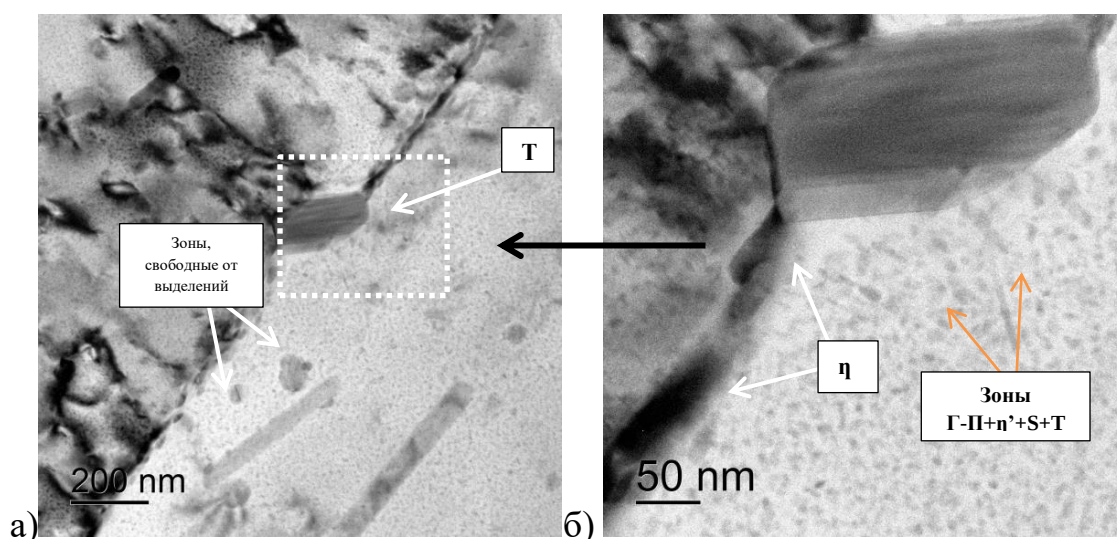
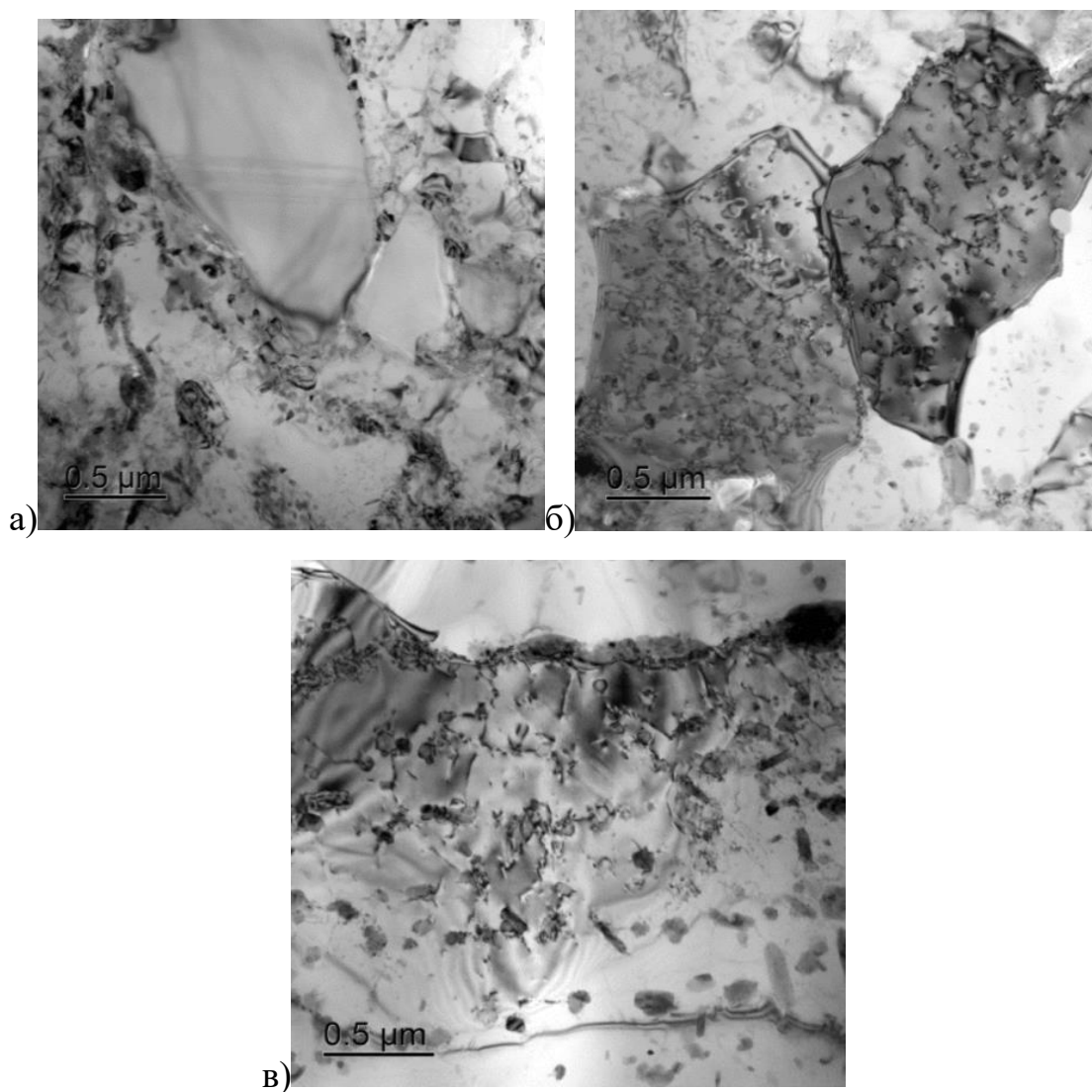


Рисунок 64 – Тонкая структура образца из сплава АА7075 после термической обработки по режиму Т1 при различных увеличениях, ПЭМ

Согласно представленной субструктуре следует, что в процессе старения (Т1) в сплаве АА7075 происходит выделение не только дисперсных фаз η' , но и крупных выделений фазы η по границам зерен и субзерен. Также, видны зоны, свободные от выделений (рис. 65,а). Выделения фазы η образуют непрерывные цепочки на границах зерен (сплэтов), что способствует повышению твердости материала, однако значительно снижают его пластичность, вязкость и коррозионную стойкость. Образование данных цепочек объясняется тем, что на границах твердого раствора (Al) происходит гетерогенное зарождение и рост стабильной фазы η быстрее, чем внутри зерен твердого раствора. Это явление обусловлено повышенной концентрацией вакансий на границах твердого раствора (Al), что ускоряет диффузию магния и цинка, необходимой для образования фазы η .

Изображение тонкой структуры композиционного материала АА7075-SiC после ХГН, термической обработки по режиму Т1 и горячего изостатического прессования представлены ниже (рис. 65).



а) после ХГН;

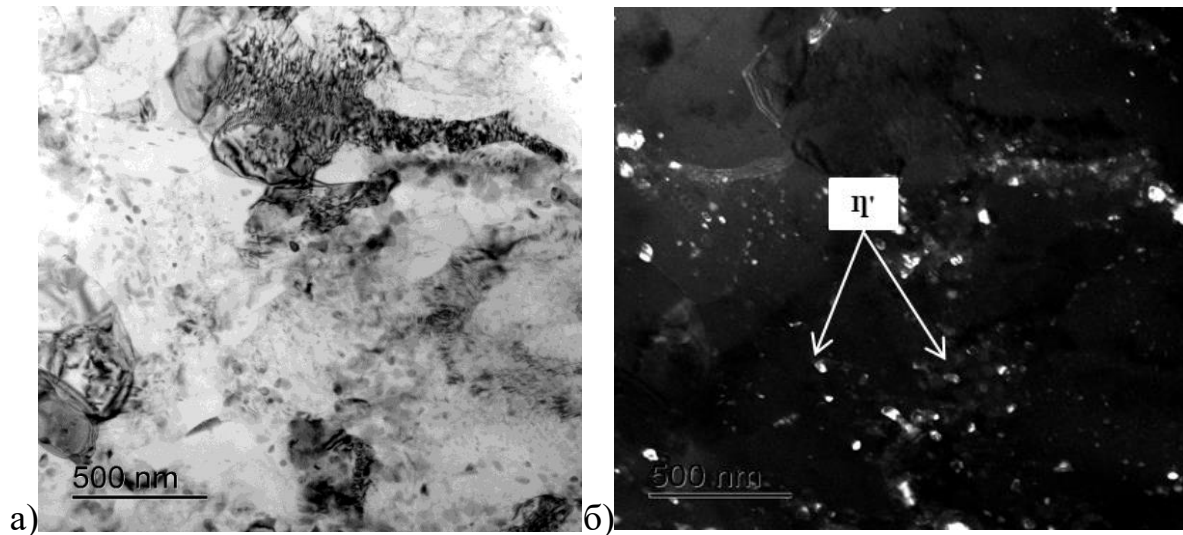
б) после ХГН+Т6;

в) после ХГН+ГИП.

Рисунок 65 – Изображение тонкой структуры композиционного материала AA7075-SiC в различных состояниях, ПЭМ

Из приведенного микроструктурного анализа следует, что частицы карбида кремния в композиционном материале препятствуют миграции высокоугловых границ в процессе термической обработки в отличие от матричного сплава AA7075.

В исходном состоянии в композиционном материале AA7075+SiC после ХГН хорошо видны выделения η' фазы по границам малоугловых границ (рис. 66).

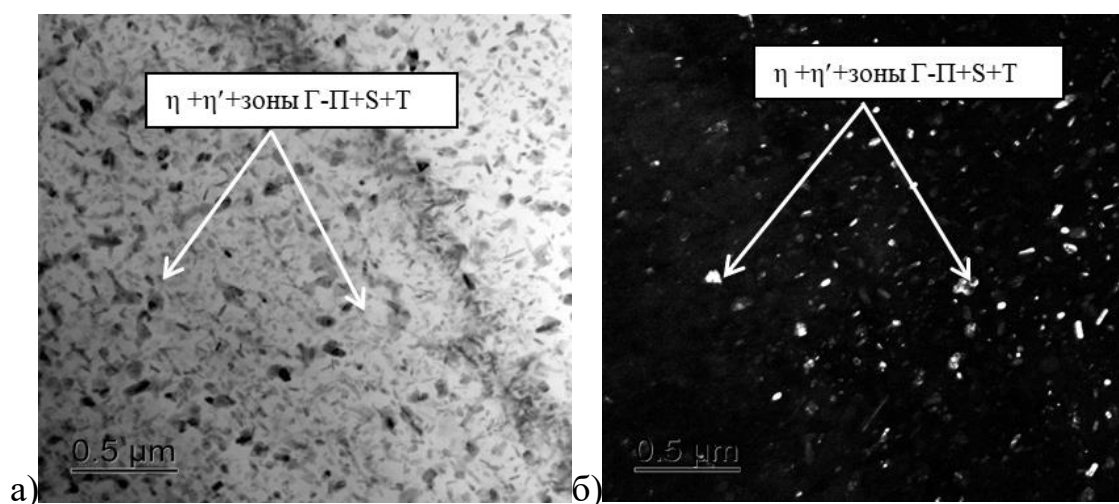


а) светлопольное изображение;

б) темнопольное изображение

Рисунок 66 - Изображение тонкой структуры композиционного материала AA7075-SiC после ХГН, ПЭМ

Применение термической обработки по режиму T1 (старение) к композиционному материалу AA7075-SiC способствовало формированию дисперсных упрочняющих фаз (рис. 67).



а) светлопольное изображение;

б) темнопольное изображение

Рисунок 67 – Изображение тонкой структуры композиционного материала AA7075-SiC после XГН+Т1, ПЭМ

Однако после применения закалки и старения на границах зерен в композиционном материале не были выявлены непрерывные цепочки фазы η в отличие от матричного сплава AA7075. Это можно объяснить тем, что межфазные границы алюминиевого твердого раствора (Al) и частиц карбида кремния (SiC) представляют собой не только высокоугловые границы, но и области с высокой концентрацией вакансий. При данном содержании карбида кремния в композиционном материале длина межфазных границ на много порядков превышает межзеренную поверхность в твердом растворе (Al). Данное обстоятельство может эффективно препятствовать образованию крупных выделений на границах зерен.

Следовательно, распад пересыщенного твердого раствора (Al) происходит более равномерно в зонах с однородным распределением частиц карбида кремния в сравнении с матричным сплавом AA7075 без добавления SiC.

Что касается тонкой структуры композиционного материала AA7075-SiC после применения ГИП (рис. 68), при котором охлаждение проводилось непрерывно (без закалки в воду), то субструктура композита близка к равновесному состоянию. Видны равномерно распределенные частицы по всему

объему материала, состоящие в основном из фазы η . Также, в отличие от сплава AA7075, выделений на границах зерен обнаружено не было.

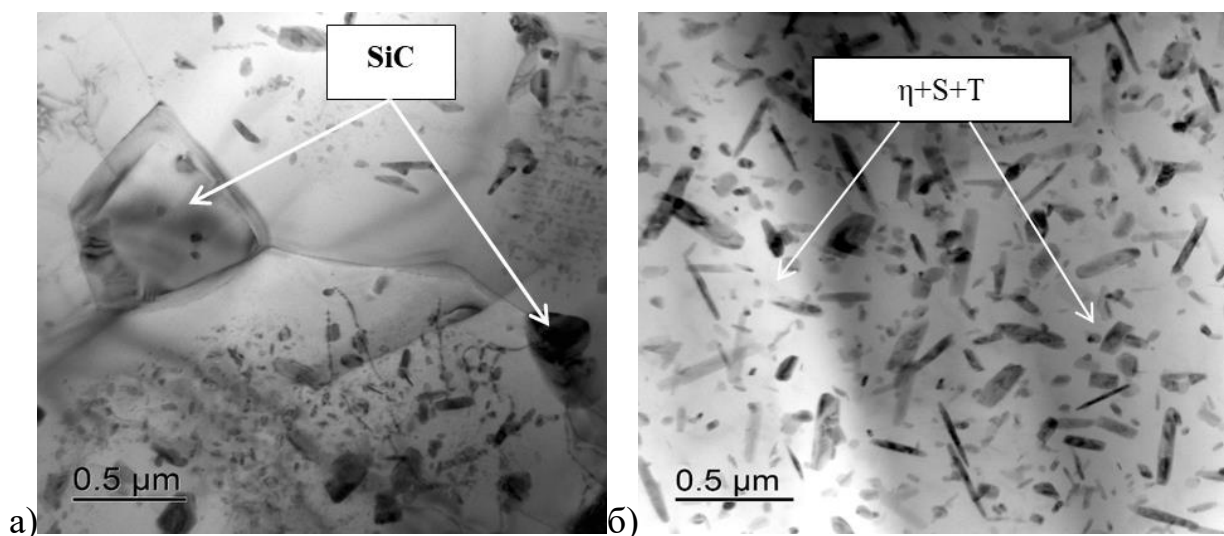


Рисунок 68 - Изображение тонкой структуры композиционного материала AA7075-SiC после ХГН+ГИП, ПЭМ

Стоит отметить, что в результате анализа тонкой структуры композиционного материала AA7075-SiC в различных состояниях установлено, что наличие равномерно распределенных в матрице частиц SiC ускоряет распад пересыщенного твердого раствора (Al) в процессе старения, что предотвращает образование крупных упрочняющих выделений, характерных для алюминиевого сплава AA7075 без добавления частиц карбида кремния.

5.5 Анализ механических свойств образцов из композиционного материала AA7075-SiC, полученных методом ХГН, в различных состояниях

Для анализа продолжительности распада пересыщенного алюминиевого твердого раствора (Al) в матричном сплаве AA7075 и композиционном материале с добавлением частиц карбида кремния SiC в исследовании был проведен сравнительный анализ кинетических зависимостей твердости материалов по методу Виккерса от времени старения по режиму T1. Согласно полученным результатам (рис. 69) видно, что наличие армирующих частиц карбида кремния

ускоряют распад алюминиевого твердого раствора и дисперсионное твердение материала достигается уже по истечении 4 часов выдержки.

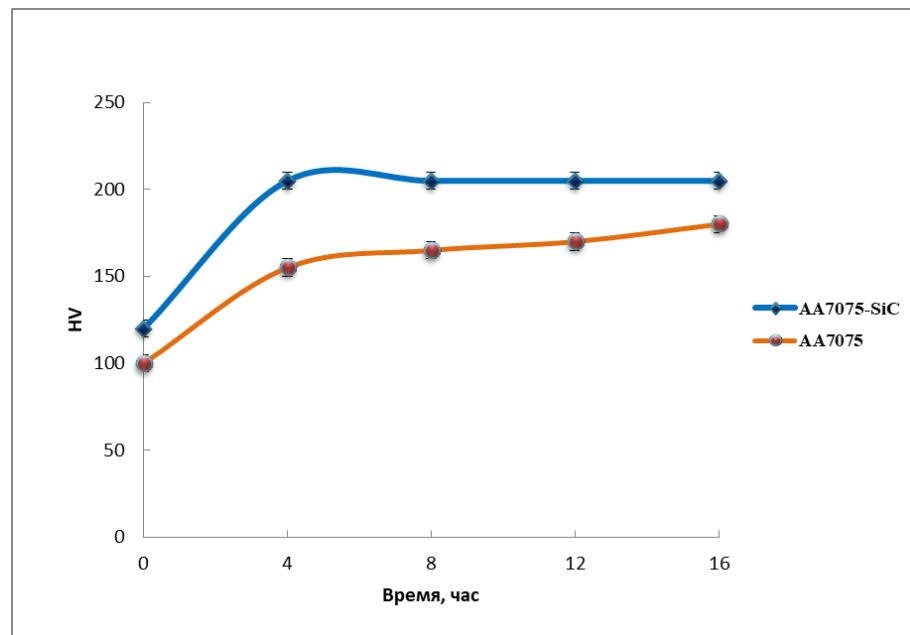


Рисунок 69 – Кинетические зависимости твердости композита AA7075-SiC и сплава AA7075 от времени старения при $T=160^{\circ}\text{C}$

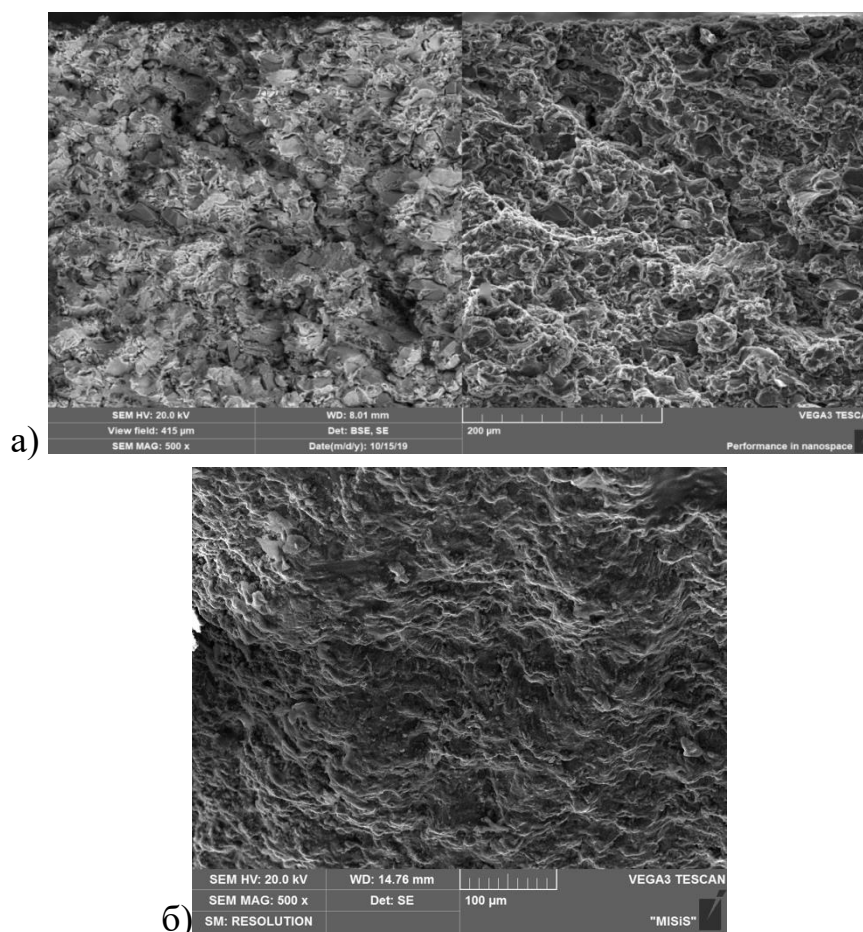
Результаты испытаний на сжатие, проведенных при комнатной температуре, представлены в таблице 14, которые показали, что композиционный материал на основе сплава AA7075 с добавлением частиц карбида кремния имеет более высокие показатели пластичности в сравнении с матричным сплавом AA7075. Данное обстоятельство объясняется тем, что наличие армирующих частиц препятствует образованию крупных зернограницных выделений.

Таблица 14 - Механические свойства образцов из композиционного материала AA7075-SiC

Материал/Сплав	Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	φ , %
7075+SiC	Исходное	345 ± 5	720 ± 10	15 ± 5
	T	275 ± 5	510 ± 10	15 ± 5
	T1	270 ± 5	635 ± 10	20 ± 5

	ГИП (T1)	280 ± 5	645 ± 10	20 ± 5
7075	T1	205 ± 5	615 ± 10	15 ± 5
ASTM B221 [144]	T1	450	685	10

Согласно проведенному фрактографическому анализу образцов из композиционного материала AA7075-SiC (рис. 70) следует, что наличие армирующих частиц SiC в процессе термической и термомеханической обработки способствует переходу от хрупкого излома к вязкому, соответственно механизм разрушения сменяется с межзеренного на внутризеренный.



а) после ХГН

б) после ХГН+Т1

Рисунок 70 – Фрактограммы изломов образцов AA7075-SiC в различных состояниях, СЭМ

Выводы по главе 5

1. Получен композиционный материал на основе высокопрочного алюминиевого сплава АА7075 с максимальным содержанием карбида кремния до 20-25 % об.
2. В процессе ХГН при формировании композиционного материала происходит частичная фрагментация армирующих частиц.
3. Наличие относительно равномерно распределенных включений карбида кремния SiC в сплавах типа АА 7075, полученных методом ХГН, ускоряет распад алюминиевого твердого раствора в процессе термической обработки и препятствует образованию грубых зернограницных выделений фаз $T(Al_2Mg_3Zn_3)$, $\eta(MgZn_2)$.

ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Установлено, что структура образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН, после горячего изостатического прессования «наследуется» из выращенного образца и применение операции ГИП не приводит к коагуляции и последующему межзеренному росту α и β -фазы.

2. Показано, что уровень механических свойств образцов из сплава ВТ6 ($\sigma_{0,2}=920 \pm 5$ МПа, $\sigma_B=955 \pm 5$ МПа, $\delta=15 \pm 1$ %), полученных методом ХГН, после операции ГИП соответствует требованиям, предъявляемым к сплаву ВТ6 в термообработанном состоянии.

3. Установлено, что применение термической обработки и операции ГИП по режиму 300 °С (3 ч) + 360 °С (4 ч) способствует выделению когерентных матрице наноразмерных фаз $Al_3(Zr,Sc)$, подавляющих процесс рекристаллизации и обеспечивающих дополнительное упрочнение исследуемому материалу.

4. Показано, что наличие относительно равномерно распределенных включений карбида кремния SiC в сплавах типа АА 7075, полученных методом ХГН, ускоряет распад алюминиевого твердого раствора в процессе термической обработки и препятствует образованию грубых зернограницных выделений фаз $T(Al_2Mg_3Zn_3)$, $\eta(MgZn_2)$. Благодаря данным структурным изменениям, повышается уровень механических свойств за счет перехода от межзеренного разрушения к внутризеренному.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Effect of encapsulated hot isostatic pressing on properties of Ti6Al4V deposits produced by cold spray / Petrovskiy P., Travyanov A., Cheverikin V., Cheresheva A., Sova A., Smurov I. // International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2020, Vol. 107, Issue 1-2, P. 437 - 449. DOI: 10.1007/s00170-020-05080-9
2. Microstructure of Al–Mg–Sc–Zr alloy cold spray deposits after heat treatment and hot isostatic pressing / Khomutov M., Cheresheva A., Petrovskiy P., Travyanov A., Smurov I. // Journal of Alloys and Compounds, 2021, 858, 157644. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157644
3. Structure and properties of AA7075-sic composite parts produced by cold spray additive manufacturing / Khomutov M., Spasenko A., Sova A., Petrovskiy P., Cheverikin V., Travyanov A., Smurov I. // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2021, Vol. 116, P. 847 – 861.
4. Влияние горячего изостатического прессования на структуру и свойства изделий из сплава ВТ6, полученных методом холодного газодинамического напыления / А.А. Спасенко, В.В. Чеверикин, П.В. Петровский // Металловедение и термическая обработка металлов, №2, 2021 с. 26-29.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Papyrin A., Kosarev V., Klinkov S., Alkhimov A., Fomin V. Cold Spray Technology // Elsevier Science. – Amsterdam. – 2007.
2. Maev R., Leshchynsky V. Introduction to Low Pressure Gas Dynamic Spray // Physics & Technology. – Wiley-VCH. – Weinheim. – 2008.
3. Assadi H., Gärtner F., Stoltenhoff T., Kreye H. Bonding mechanism in cold gas spraying // Acta Materialia. – 2003. – V. 51. – № 15. – pp. 4379 – 4394.
4. АЛХИМОВ А.П., КЛИНКОВ С.В., КОСАРЕВ В.Ф., ФОМИН В.М. Холодное газодинамическое напыление. – М.: ФИЗМАТЛИТ. – 2010. – с. 536.
5. Смуров И.Ю., Конов С.Г., Котобан Д.В. О внедрении аддитивных технологий и производства в отечественную промышленность: Новости материаловедения // Наука и техника. – 2015. – №2. – с. 11 – 22.
6. Assadi H., Gärtner F., Klassen T., Kreye H. Comment on «Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray» // Scripta Materialia. – 2019. – V. 162. – pp. 512 – 514.
7. Bloese R.E. Spray forming titanium alloys using the cold spray process, Proceedings of ITSC 2005 // Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential, Basel. – 2005.
8. Raoelison R.N., Verdy C., Liao H. Cold gas dynamic spray additive manufacturing today: Deposit possibilities, technological solutions and viable applications: Materials and Design, 2017, Vol. 133, pp. 266 – 287.
9. Luo X., Wei Y., Wang Y., Li C. Microstructure and mechanical property of Ti and Ti-6Al-4V prepared by an in-situ shot peening assisted cold spraying // Materials and Design. – 2015. – V. 85. – pp. 527 – 533.
10. Leyens C., Peters M. Titanium and titanium alloys // Fundamentals and applications. – Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KGaA. – Alemania. – 2003.
11. Cui C., Hu B., Zhao L., Liu S. Titanium alloy production technology, market prospects and industry development // Materials and Design. – 2011. – V. 32. – pp. 1684 – 1691.

12. Kim Y., Kim E., Song Y., Lee S., Kwon Y. Microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed Ti-6Al-4V // Alloy J Alloy Compd. – 2014.
13. Croteau J., Griffiths S., Rossell M., Leinenbach C., Kenel C., Jansen V., D.N. Seidman, Dunand D., Vo N. Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting // Acta Materialia. – 2018. – V. 153. – pp. 35 – 44.
14. Churyumov A., Pozdniakov A., Prosviryakov A., Loginova I., K. Daubarayte D., Ryabov D., Korolev V., Solonin A., Pavlov M., Valchuk S. Microstructure and mechanical properties of a novel selective laser melted Al-Mg alloy with low Sc content // Mater. Res. Express 6. – 2019.
15. Pradhan S., Ghosh S., Barman T., Sahoo P. Tribological Behavior of Al-SiC Metal Matrix Composite Under Dry // Aqueous and Alkaline Medium. Silicon. – 2017. – V. 9. – pp. 923 – 931.
16. UNS R56400
17. Cao K., Yu M., Liang C., Chen H. Quantitative determination of SiC particles distribution of cold sprayed Al5056/SiC composite coatings // Surf Eng. – 2020. – V. 36. – pp. 1040 – 1048.
18. Ding W., Cheng Y., Chen T. Research Status and Application Prospect of Aluminum Matrix Composites // Res Appl Mater Sci. – 2020. – V. 2.
19. Shockley J., Descartes S., Vo P., Irissou E., Chromik R. The influence of Al₂O₃ particle morphology on the coating formation and dry sliding wear behavior of cold sprayed Al-Al₂O₃ composites // Surf Coat Technol. – 2015. – V. 270. – pp. 324 – 333.
20. Jain P., Baredar P., Soni S. Development of silicon carbide particle reinforced aluminium 6101 metal matrix composite using two-step stir casting // In Materials Today: Proceedings. Elsevier Ltd. – 2020. – pp. 3521 – 3525.
21. Suryanarayanan K., Praveen R., Srinivasan R. Silicon carbide reinforced aluminum metal matrix composites for aerospace applications // A literature review. International Journal of Innovative Research in Science. Eng Technol. – 2013. – V. 2. – pp. 6336 – 6344.

22. Cao K., Yu M., Liang C., Chen H. Quantitative determination of SiC particles distribution of cold sprayed Al5056/SiC composite coatings // *Surf Eng.* – 2020. – V. 36. – pp. 1040 – 1048.
23. Torres B., Rodrigo P., Campo M., Ureña A., Rams J. Oxyacetylene flame thermal spray of Al/SiC composites with high fraction of reinforcements // *J Therm Spray Technol.* – 2009. – V. 18. – pp. 642 – 651.
24. Sova A., Grigoriev S., Okunkova A., Smurov I. Potential of cold gas dynamic spray as additive manufacturing technology // *International Journal of Advanced Manufacturing Technology.* – 2013. – V. 69. – pp. 2269 – 2278.
25. Rokni M., Widener C., Crawford G. Microstructural evolution of 7075 Al gas atomised powder and high-pressure cold sprayed deposition // *Surf Coat Technol.* – 2014. – V. 251. – pp. 254 – 263.
26. Frazier W. Metal Additive Manufacturing: A Review // *Journal of Materials Engineering and Performance.* – 2014. – V. 23 (6). – p. 1917 – 1928.
27. Nannan G., Ming C., LEU C. Additive manufacturing: technology, applications and research needs // *Front. Mech. Eng.* – 2013. – V. 8 (3). – p. 215 – 243.
28. Jyun-Rong Z., Yee-Ting L., Wen-Hsin H., An-Shik Y. Determination of melt pool dimensions using DOE-FEM and RSM with process window during SLM of Ti₆Al₄V powder // *Optics and Laser Technology.* – 2018. – V. 103. – pp. 59 – 76.
29. Gasser A., Backes G., Kelbassa I., Weisheit A., Wissenbach K. Laser additive manufacturing: laser metal deposition (LMD) and selective laser melting (SLM) in turbo-engine applications // *Laser Material Processing.* – 2010. – V. 2. – pp. 58 – 63.
30. Gu D., Meiners W., Wissenbach K., Poprawe R. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms // *International Materials Reviews.* – 2013. – V. 57 (3). – pp. 133 – 164.
31. Зленко М.А., Попович А.А., И.Н. Мутылина. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб: Изд-во СПбГПУ. – 2013. – с. 22.
32. Alkhimov A., Papyrin A., Kosarev V. US Patent 5 302 414. – 1994.

33. Raoelison R., Verdy C., Liao H. Cold gas dynamic spray additive manufacturing today: Deposit possibilities, technological solutions and viable applications // *Materials and Design*. – 2017. – Vol. 133. – pp. 266 – 287.
34. Blose R., Walker B., Walker R., Froes S. New opportunities to use cold spray process for applying additive features to titanium alloys // *Metal Powder Report*. – 2006. – V. 61(9). – pp. 30 – 37.
35. Grujicic M., Saylor J., Beasley D., DeRosset W., Helfritsch D. // *Appl. Surf. Sci.* – 2003. – V. 219 (3). – p. 211.
36. Буздыгар Т.В., Каширин А.И., Ключев О.Ф., Портнягин Ю.И. Способ получения покрытий. Патент РФ № 2038411. – 1993.
37. Jodoin B., Therm J. // *Spray Technol.* – 2002. – V. 11 (4). – p. 496.
38. K. Binder, J. Gottschalk, M. Kollenda, F. Gartner, T. Klassen. Influence of impact angle and gas temperature on mechanical properties of titanium cold spray deposits // *J. Therm. Spray Technol.* – 2011. – V. 20(1–2). – p 234 – 242.
39. H. Zhou, C. Li, G. Ji, S. Fu, H. Yang, X. Luo, G. Yang and C. Li. Local microstructure inhomogeneity and gas temperature effect in in-situ shot-peening assisted cold-sprayed Ti-6Al-4V coating // *J. Alloys Compd.* – 2018. – V. 766. – p 694 – 704.
40. J. Lee, S. Shin, H.J. Kim and C. Lee, Effect of gas temperature on critical velocity and deposition characteristics in kinetic spraying // *Appl. Surf. Sci.* – 2007. – V. 253 (7) . – p 3512 – 3520.
41. Shukla V., Elliot G., Kear B. Nanopowder deposition by supersonic rectangular jet impingement // *Journal of Thermal Spray Technology*. – 2000. – V. 9. – №. 3. – pp. 394 – 398.
42. Mondoux J., Jodoin B., Ajdelsztain L., Schoenung J., Kim G. Nanostructured aluminium coatings produced using Cold Spraying technology: Thermal Spray Solutions. Advances in Technology and Application // *Verband Fur Schweißen and verwandte Verfahren DVS-Verlag GmbH*. – Dusseldorf. – 2004.
43. Champagne V. The cold spray materials deposition process // *Fundamentals and applications*. – 2007. – pp. 1 – 362.

44. Jodoin B., Raletz F., Vardelle M. Cold spray flow modeling and validation: Proc. Of Thermal spray conf // Thermal spray connects: Explore its surfacing potential. – Basel. – Switzerland. – 2005. – Ed. E. Lugscheider. – pp. 165 – 169.
45. Raletz F., Vardelle M., Ezo'o G. Fast determination of particle critical velocity in cold spraying: Proc. Of Thermal spray conf // Thermal spray connects: Explore its surfacing potential. – Basel. – Switzerland. – 2005. – Ed. E. Lugscheider. – pp. 684 – 692.
46. Jodoin B., Richer P., Berube G., Ajdelsztajn L., Yandouzi M., Erdi A. Pulsed-cold gas dynamic spraying process: development and capabilities // Proc. ITSC. – 2007. – ASM Int. – Materials Park. – Ohio. – USA.
47. Rokni M., Widener C., Crawford G. // Surf. Coat. Technol. – 2014. – V. 251. – pp. 254 – 263.
48. M. Roper C., Heczal A., Bhattiprol V.S., Kolonits T., Gubicza J., Brewer N. Effect of laser heating on microstructure and deposition properties of cold sprayed SS304L // Materialia. – 2022. – V. 22. – 101372.
49. Li W., Jiang R., Huang C., Zhang Z., Feng Y. Effect of cold sprayed Al coating on mechanical property and corrosion behavior of friction stir welded AA2024-T351 joint // Materials & Design. – 2015. – V. 65. – pp. 757-761.
50. Pattison J., Celotto S., Morgan R., Bray M., O'Neill W. Cold gas dynamic manufacturing: a nonthermal approach to freeform fabrication // Int J Mach Tools Manuf. – 2007. – V. 47 (3–4). – pp. 627 – 634.
51. Grigoriev S., Okunkova A., Sova A., Bertrand P., Smurov I. Cold spraying: from process fundamentals towards advanced applications // Surf Coat Technol. – 2015. – V. 268. – pp. 77 – 84.
52. Kay C., Karthikeyan J. High Pressure Cold Spray Principles and Applications, 1st ed., ASM International // Materials Park. – 2016. – p. 30048.
53. ГОСТ 25849-83 (СТ СЭВ 3623-82). Порошки металлические. Метод определения формы частиц. - М.: Издательство стандартов, 1983.
54. Thomas P., Sova A., Robe H., Robin V., Zedan Y., Bocher P., Feulvarch E. Friction stir processing of austenitic stainless steel cold spray coating deposited on 304L

stainless steel substrate: Feasibility study // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology . – 2021. – V.115. – pp. pages 2379–2393.

55. S. V. Klinkov, V. F. Kosarev, A. V. Smirnov, et al. Cold spraying of coatings from ball milled bronze and stainless steel powders // AIP Conference Proceedings. – 2021. – V. 2351(1). – 030071.

56. Stoltenhoff T., Borchers C., Gartner F., Kreye H. Microstructures and Key Properties of Cold-Sprayed and Thermally Sprayed Copper Coatings // Surf. Coat. Technol. – 2006. – V. 200. – pp. 4947 – 4960.

57. Lee H., Jung S., Lee S., Ko K. Fabrication of Cold Sprayed Al-Intermetallic Compounds Coatings by Post Annealing // Mater. Sci. Eng. A. – 2006. – V. 433. – pp 139 – 143.

58. Li C., Li W., Liao H. Effect of Annealing Treatment on the Microstructure and Properties of Cold-Sprayed Cu Coating // J. Therm. Spray Technol. – 2006. – V. 15. – pp. 206 – 211.

59. Li W., Guo X., Verdy C., Dembinski L., Liao H., Coddet C. Improvement of Microstructure and Property of Cold-Sprayed $\text{Cu}_4\text{Cr}_2\text{Nb}$ Alloy by Heat Treatment // Scr. Mater. – 2006. – V. 55. – pp. 327 – 330.

60. Hengyong B., Mohammed Y., Chen L., Bertrand J. Effect of heat treatment on the intermetallic layer of cold sprayed aluminum coatings on magnesium alloy // Journal of Thermal Spray Technology. – 2012. – V. 21(3-4)

61. Troy Y., Ansell J., Andy N. Mechanical Behavior of Annealed Cold Sprayed Cu-Ni Coatings Adrian Chua Chanman Park // J Therm Spray Tech. – 2021. – V. 30. – pp. 2050 – 2068.

62. Xiang Q., Ji-qiang W., Naeem ul H., Lawrence G., Jing-xuan Z., Tian-ying X. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of A380 Aluminum Alloy Deposited by Cold Spray // Journal of Thermal Spray Technology. – 2017. – V. 26. – pp. 1898–1907.

63. Magdi F., Saden H., Xiao-Bo Chen, Stefan Gulizia, Alejandro Vargas-Uscategui, Ivan S. Influence of Gas Temperature and Heat Treatment on Microstructure

and Properties of Cold Sprayed Commercially Pure Titanium // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2022.

64. F. Weng, C. Chen, H. Yu, Research status of laser cladding on titanium and its alloys: a review // *Mater. Des.* – 2014. – V. 58. – pp. 412 – 425.

65. A. Azarniya, X.G. Colera, M.J. Mirzaali, S. Sovizi, F. Bartolomeu, M. St Węglowski k, W.W. Wits, C.Y. Yap, J. Ahn, G. Miranda, F.S. Silva, H.R. Madaah Hosseini, S. Ramakrishna, A.A. Zadpoor, Additive manufacturing of Ti–6Al–4V parts through laser metal deposition (LMD): process, microstructure, and mechanical properties // *J. Alloys Compd.* – 2019. – V. 804. – pp. 163 – 191.

66. V. Luzin, K. Spencer, M.-X. Zhang, Residual stress and thermo-mechanical properties of cold spray metal coatings // *Acta Mater.* – 2011. – V. 59. – pp. 1259–1270.

67. T. Suhonen, T. Varis, S. Dosta, M. Torrell, J.M. Guilemany, Residual stress development in cold sprayed Al, Cu and Ti coatings // *Acta Mater.* – 2013. – V. 61. – pp. 6329 – 6337.

68. J. Washburn, A.E. Gorum, Growth of slip bands and the nucleation of cracks in magnesium oxide // *Mem. Sci. Rev. Met.* – 1960. – V. 57.

69. P. Cavaliere, A. Silvello, Processing conditions affecting residual stresses and fatigue properties of cold spray deposits // *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* – 2015. – V. 81. – pp. 1857 – 1862.

70. R. Singh, S. Schrufer, S. Wilson, J. Gibmeier, R. Vassen, Influence of coating thickness on residual stress and adhesion-strength of cold-sprayed Inconel 718 coatings // *Surf. Coating. Technol.* – 2018. – V. 350, pp. 64 – 73.

71. A. Moridi, S.M. Hassani-Gangaraj, S. Vezzú, L. Trsko, M. Guagliano, Fatigue behavior of cold spray coatings: the effect of conventional and severe shot peening as pre-/post-treatment // *Surf. Coating. Technol.* – 2015. – V. 283. – pp. 247 – 254.

72. P. Cavaliere, A. Silvello, N. Cinca, H. Canales, S. Dosta, I. Garcia Cano, J.M. Guilemany, Microstructural and fatigue behavior of cold sprayed Ni-based superalloys coatings // *Surf. Coating. Technol.* – 2017. – V. 324. – pp. 390 – 402.

73. Ayan Bhowmik, Adrian Wei-Yee Tan, Wen Sun, Zhai Wei, Iulian Marinescu, Erjia L. On the heat-treatment induced evolution of residual stress and remarkable enhancement of adhesion strength of cold sprayed Ti-6Al-4V coatings // *Results in Materials*. – 2020. – V. 7. – 100119.
74. Roncery L., Lopez-Galilea I., Ruttart B., Huth S., Theisen W. Influence of temperature, pressure, and cooling rate during hot isostatic pressing on the microstructure of an SX Ni-base superalloy // *Mater Des*. – 2016. – V. 97. – pp. 544 – 552.
75. Bor H., Hsu C., Wei C. Influence of hot isostatic pressing on the fracture transitions in the fine grain MAR-M247 superalloys // *Mater Chem Phys*. – 2004. – V. 84 (2) . – pp. 284 – 290.
76. Hrabe N., Gnäupel-Herold T., Quinn T. Fatigue properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated via electron beam melting (EBM): effects of internal defects and residual stress // *Int J Fatigue*. – 2017. – V. 94. – pp. 202 – 210.
77. Mower T., Long M. Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials // *Mater Sci Eng A*. – 2016. – V. 651. – pp. 198 – 213.
78. Loh NL, Sia KY (1992) An overview of hot isostatic pressing // *J Mater Process Technol*. – V. 30(1). – pp. 45 – 65.
79. Bocanegra-Bernal M. Hot isostatic pressing (HIP) technology and its applications to metals and ceramics // *J Mater Sci*. – 2004. – V. 39 (21). – pp. 6399–6420.
80. P. Petrovskiy, M. Khomutov V. Cheverikin, A. Travyanov a, A. Sova, I. Smurov. Influence of hot isostatic pressing on the properties of 316L stainless steel, Al-Mg-Sc-Zr alloy, titanium and Ti6Al4V cold spray deposits // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. V. 405. – 126736.
81. P. Petrovskiy, A. Sova, M. Doubenskaia, I. Smurov. Influence of hot isostatic pressing on structure and properties of titanium cold-spray deposits // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2019. – V. 102. – pp. 819–827.

82. Leyens C., Peters M. Titanium and titanium alloys// Fundamentals and applications. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KGaA. – Alemania. – 2003.
83. Flodin A., Andersson M., Miedzinski A. Full density powder metal components through hot isostatic pressing // Metal Powder Rep. – 2017. – V. 72. – pp. 107 – 110.
84. Cui C., Hu B., Zhao L., Liu S. Titanium alloy production technology, market prospects and industry development // Mater Des. – 2011. – V. 32. – pp. 1684 – 1691.
85. Dutta B., Froes F. The additive manufacturing (AM) of titanium alloys, Titanium powder metallurgy // Elsevier. – 2015. – pp. 447 – 468.
86. Moridi A., Hassani-Gangaraj S., Guagliano M., Dao M. Cold spray coating: review of material systems and future perspectives // Surf. Eng. – 2014. – V. 30 (6). – pp. 369 – 395.
87. Rokni M., Widener C., Crawford G., West M. An investigation into microstructure and mechanical properties of cold sprayed 7075 Al deposition // Mater. Sci. Eng., A. – 2015. – V. 625. – pp. 19 – 27.
88. Assadi H., Kreye H., Gartner F., Klassen T. Cold spraying – A materials perspective // Acta Mater. – 2016. – V. 116. – pp. 382 – 407.
89. Gartner F., Stoltenhoff T., Voyer J., Kreye H., Riekehr S., Kocak M. Mechanical properties of cold-sprayed and thermally sprayed copper coatings // Surf. Coat. Technol. – 2006. – V. 200 (24). – pp. 6770 – 6782.
90. Phani P., Rao D., Joshi S., Sundararajan G. Effect of process parameters and heat treatments on properties of cold sprayed copper coatings // J. Therm. Spray Technol. – 2007. – V. 16 (3). – pp. 425 – 434.
91. Borchers C., Gartner F., Stoltenhoff T., Kreye H. Microstructural bonding features of cold sprayed face centered cubic metals // J. Appl. Phys. – 2004. – V. 96 (8). – pp. 4288 – 4292.
92. Goldbaum D., Shockley J., Chromik R., Rezaeian A., Yue S., Legoux J.-G., Irissou E. The effect of deposition conditions on adhesion strength of Ti and

Ti₆Al₄V cold spray splats // J. Therm. Spray Technol. – 2012. – V. 21 (2). – pp. 288 – 303.

93. Vidaller M., List A., Gaertner F., Klassen T., Dosta S., Guilemany J. Single impact bonding of cold sprayed Ti₆Al₄V powders on different substrates // J. Therm. Spray Technol. – 2015. – V. 24 (4). – pp. 644 – 658.

94. Tan A., Sun W., Bhowmik A., Lek J., Marinescu I., Li F., Khun N., Dong Z., Liu E. Effect of coating thickness on microstructure, mechanical properties and fracture behaviour of cold sprayed Ti₆Al₄V coatings on Ti₆Al₄V substrates // Surf. Coat. Technol. – 2018. – V. 349. – pp. 303 – 317.

95. Tan A., Sun W., Phang Y., Dai M., Marinescu I., Dong Z., Liu E. Effects of traverse scanning speed of spray nozzle on the microstructure and mechanical properties of cold-sprayed Ti₆Al₄V coatings // J. Therm. Spray Technol. – 2017. – V. 26 (7). – pp. 1484 – 1497.

96. Vo P., Irissou E., Legoux J.-G., Yue S. Mechanical and microstructural characterization of cold-sprayed Ti₆Al₄V after heat treatment // J. Therm. Spray Technol. – 2013. – V. 22 (6). – pp. 954 – 964.

97. Li W., Zhang C., Guo X., Xu J., Li C., Liao H., Coddet C., Khor K. Ti and Ti-6Al-4V coatings by cold spraying and microstructure modification by heat treatment // Adv. Eng. Mater. – 2007. – V. 9 (5). – pp. 418 – 423.

98. Luo X., Wei Y., Wang Y., Li C. Microstructure and mechanical property of Ti and Ti-6Al-4V prepared by an in-situ shot peening assisted cold spraying // Mater. Des. – 2015. – V. 85. – pp. 527 – 533.

99. M. Garrido, P. Sirvent and P. Poza, Evaluation of mechanical properties of Ti₆Al₄V cold sprayed coatings // Surf. Eng. – 2018. – Vol. 34 (5). – pp. 399 – 406.

100. Boruah D., Robinson B., London T., Wu H., Villiers-Lovelock H., McNutt P., Dore M., Zhang X. Experimental evaluation of interfacial adhesion strength of cold sprayed Ti₆Al₄V thick coatings using an adhesive-free test method // Surf. Coat. Technol. – 2020. – V. 381. – pp. 125 – 130.

101. Bhattiprolu V., Johnson K., Ozdemir O., Crawford G. Influence of feedstock powder and cold spray processing parameters on microstructure and

mechanical properties of Ti-6Al-4V cold spray depositions // *Surf. Coat. Technol.* – 2018. – V. 335. – pp. 1 – 12.

102. Kyle W. Johnson, Grant A. Crawford, Venkata Satish Bhattiprolu. Influence of Powder Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Cold Sprayed Ti-6Al-4V // *Journal of Thermal Spray Technology.* – 2021. – V. 30. – pp. 2050-2068.

103. Li Y., Zhang C., Liao H., Coddet C. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of cold sprayed Ti coatings with relatively large powder particles // *Journal of Coatings Technology and Research.* – 2009. – V. 6. – pp. 401-406.

104. Gustmann T., Neves A., Kuhn U., Gargarrella P., Kiminami C., Bolfarini, J. Eckert C., Pauly S. Influence of processing parameters on the fabrication of a Cu-Al-Ni-Mn shape-memory alloy by selective laser melting // *Addit. Manuf.* – 2016. – V. 11. – pp. 23 – 31.

105. Rao J., Zhang Y., Fang X., Chen Y., Wu X., Davies C. The origins for tensile properties of selective laser melted aluminium alloy A357 // *Addit. Manuf.* – 2017. – V. 17. – pp. 113 – 122.

106. Kang N., Coddet P., Chen C., Wang Y., Liao H., Coddet C. Microstructure and wear behavior of in-situ hypereutectic Al–high Si alloys produced by selective laser melting // *Mater. Des.* – 2016. – V. 99. – pp. 120 – 126.

107. Read N., Wang W., Essa K., Attallah M. Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: process optimisation and mechanical properties development // *Mater. Des.* – V. 65. – pp. 417 – 424.

108. Li X., O'Donnell K., Sercombe T. Selective laser melting of Al-12Si alloy: enhanced densification via powder drying // *Addit. Manuf.* – V. 10. – pp. 10 – 14.

109. Zolotarevskiy V., Dobrojinskaja R., Cheverikin V. Evolution of structure and mechanical properties of Al –4.7Mg – 0.32 Mn – 0.21 Sc – 0.09 Zr alloy sheets after accumulated deformation during rolling // *Phys. Met. Metallogr.* – 2016. – V. 117 (11). – pp. 1163 – 1169.

110. Rometsch P., Zhong H., Nairn K., Jarvis T., Wu X. Characterization of a laser-fabricated hypereutectic Al-Sc alloy bar // *Scripta Mater.* – 2014. – V. 87. – pp. 13 – 16.
111. Buranova Y., Kulitskiy V., Peterlechner M., Mogucheva A., Kaibyshev R., Divinski S., Wilde G., $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ -based precipitates in Al-Mg alloy: effect of severe deformation // *Acta Mater.* – 2017. – V. 124. – pp. 210 – 224.
112. Spierings A., Dawson K., Heeling T., Uggowitzer P., Schaublin R., Palm F., Wegener K. Microstructural Features of Sc-And Zr-Modified Al-Mg // *Alloys Processed by Selective Laser Melting.* –2016.
113. A.B. Spierings, K. Dawson b, T. Heeling c, P.J. Uggowitzer d, R. Schäublin, F. Palme, K.Wegener. Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting // *Materials & Design.* – 2017. – V. 115. – pp. 52-63.
114. Spierings A., Dawson K., Voegtlin M., Palm F., Uggowitzer P. Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminium using selective laser melting // *CIRP Ann. Manuf. Technol.* – 2016. – V. 2.
115. Palm F., Schmidtke K. Exceptional grain refinement in directly built up Sc-modified AlMg alloys is promising a quantum leap in ultimate light weight design // *Proceedings of the 9th International Conference Trends in Welding Research.* – 2012. – Chicago.
116. Ruidi Li, Hui Chena, Hongbin Zhu, MinboWang, Chao Chen, Tiechui Yuana. Effect of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of Al-3.02Mg-0.2Sc-0.1Zr alloy printed by selective laser melting // *Materials & Design.* – V. 168. – 107668.
117. Joseph R. Croteau, Seth Griffiths, Marta D. Rossell, Christian Leinenbach, Christoph Kenel, Vincent Jansen, David N. Seidman, David C. Dunand, Nhon Q. Vo. Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting // *Acta Materialia.* – 2018. – V. 153. – pp. 35 – 44.
118. Zou Y., Qin W., Irissou E., G. Legoux J., Yue S., A. Szpunar J. // *Scr.Mater.* – 2009. – V. 61. – pp. 899 – 902.

119. Zou Y., Goldbaum D., Szpunar J., Yue S. // *Scr. Mater.* – 2010. – V. 62. – pp. 395 – 398.
120. Assadi H., Gärtner F., Stoltenhoff T., Kreye H. // *Acta Mater.* – 2003. – V. 51. – pp. 4379 – 4394.
121. Bae G., Xiong Y., Kumar S., Kang K., Lee C. // *Acta Mater.* – 2008. – V. 56. – pp. 4858 – 4868.
122. Kim K., Watanabe M., Kawakita J., Kuroda S. // *Scr. Mater.* – 2008. – V. 59. – pp. 768 – 771.
123. Schmidt T., Gärtner F., Assadi H., Kreye H. // *Acta Mater.* – 2006. – V. 54. – pp. 729 – 742.
124. Rokni M., Widener C., Crawford G. Microstructural evolution of 7075 Al gas atomized powder and high-pressure cold sprayed deposition // *Surface and Coatings Technology.* – 2014. – V. 251. – pp. 254-263.
125. Tsaknopoulos K., Walde C., Champagne V., Cote D. Gas-atomized Al 6061 powder: phase identification and evolution during thermal treatment // *JOM.* – 2019. – V. 71. – pp. 435–443.
126. Rokni M., Widener C., Champagne V. Microstructural evolution of 6061 aluminum gas-atomized powder and high-pressure cold sprayed deposition // *J. Therm. Spray Technol.* – 2014. – V. 23. – pp. 514 – 524.
127. W. Caitlin, K. Tsaknopoulos, V. Champagne, D. Cote. Phase Transformations in Thermally Treated Gas-Atomized Al 7075 Powder // *Metallography, Microstructure, and Analysis.* – 2020. – V. 9. – pp. 419-427.
128. Rokni M., Widener C., Champagne V., Crawford G., Nutt S. The effects of heat treatment on 7075 Al cold spray deposits // *Surface and Coatings Technology.* – 2017. – V. 310. – pp. 278-285.
129. Huang L., Geng L. Discontinuously Reinforced Titanium Matrix Composites // *Microstructure Design and Property Optimization* – 2017. – 178 p.
130. Dasgupta R. Aluminium alloy-based metal matrix composites // *A potential material for wear resistant applications ISRN metallurgy.* – 2012. <https://doi.org/10.5402/2012/594573>

131. Gopalakrishnan S., Murugan N. Production and wear characterisation of AA 6061 matrix titanium carbide particulate reinforced composite by enhanced stir casting method // Compos. Part B. – 2012. – V. 43. – pp. 302 – 308.
132. Torres B., Garrido M., Rico A., Rodrigo P., Campo M., Rams J. Wear behaviour of thermal spray Al/SiCp coatings // Wear. – 2010. – V. 268. – pp. 828 – 836.
133. Murthy H., Singh S. Influence of TiC particulate reinforcement on the corrosion behaviour of Al 6061 metal matrix composites // Adv. Mater. Lett. – V. 205. – pp. 633 – 640.
134. Kamaal S., James W., Tanvir H., Adam T. Heat-treatment and mechanical properties of cold-sprayed high strength Al alloys from satellited feedstocks // Surface and Coatings Technology. – 2019. V. 374. – pp. 21-31.
135. ГОСТ 20899-98 (ИСО 4490-78). Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). – М.: Изд-во стандартов. – 2001.
136. ГОСТ 19440-94. Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки. Часть 2. Метод волюмометра Скотта. – М.: Изд-во стандартов. – 1996.
137. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. – М.: МИСИС.– 1998.
138. ГОСТ 25.503-97 Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытания на сжатие. – М.: Стандартиформ, 2005.
139. ГОСТ 1497–84 Металлы. Методы испытания на растяжение. – Переизд. Февраль 1997 с изм. 1, 2, 3 – М.: Изд-во стандартов, 1997.
140. ГОСТ 2999-75 (СТ СЭВ 470-77). Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу. –М.: Издательство стандартов, 1987.
141. ГОСТ 22178-76 Листы из титана и титановых сплавов. Технические условия. - М: Стандартиформ. – 2005.

142. Hao Tang, Yaoxiang Geng, Jinjie Luo, Junhua Xu, Hongbo Ju & Lihua Yu. Mechanical Properties of High Mg-Content Al-Mg-Sc-Zr Alloy Fabricated by Selective Laser Melting // Metals and Materials International. – 2021. – V. 27. – pp. p.2592-2599
143. Klinkov S., Kosarev V. Cold spraying activation using an abrasive admixture // J Therm Spray Technol. – 2012. – V. 21. – pp. 1046 – 1053.
144. He L., Hassani M. A Review of the Mechanical and Tribological Behavior of Cold Spray Metal Matrix Composites // J Therm Spray Technol. – 2020. – V. 29. – pp. 1565 – 1608.
145. ASTM B221. Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Extruded Bars, Rods, Wire, Profiles, and Tubes // ASTM International. – 2021.