

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

На правах рукописи

Халил Асмаа Мостафа Рабие

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ
ПОСЛЕ ПРОЦЕССА ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

Специальность 2.6.1

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук,

Солонин Алексей Николаевич

Москва, 2022

Содержание

Глава 1.....	5
1.1 ВВЕДЕНИЕ	5
1.1.1. Актуальность работы	5
1.1.2. Применение лазерной технологии (сварка, обработка поверхности и аддитивное производство)	6
1.1.3. Ограничения и преимущества	8
1.1.4. Материалы, используемые в лазерной обработке.....	9
1.1.5. Цели работы.....	11
1.1.6. Научная новизна.....	12
1.1.7. Апробация работы.....	13
1.1.8. Структура и объем научного отчета.....	13
1.1.9. Структура диссертационной работы	14
1.2 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	16
1.2.1. Влияние параметров процесса лазерного плавления на формирование микроструктуры	16
1.2.1.1. Влияние мощности и скорости сканирования	17
1.2.2. Особенности структуры изделий, полученных с использованием аддитивных технологий (основные проблемы)	22
1.2.3. Основные дефекты при сварке и плавке алюминиевых сплавов	25
1.2.4. Влияние эффективного интервала кристаллизации на горячеломкость	29
1.2.5. Влияние легирующих элементов на микроструктуру и механические свойства алюминиевых сплавов.....	32
1.2.6. Улучшение алюминиевых сплавов для лазерной обработки	40
1.2.7. Влияние легирующих и модифицирующих элементов на лазерную обработку	40
1.2.8. Алюминиевые сплавы, применяемые в производстве порошков для аддитивных технологий в различных отраслях промышленности	42
1.3 Заключение	49
Глава 2.....	51
Методика проведения экспериментов.....	51
2.1. Материалы	52
2.1.1 Выбор дополнительных легирующих элементов	52
2.2. Подготовка поверхности образцов к лазерной обработке	54
2.3. Лазерная обработка	54
2.4. Микроструктурные исследования	55
2.5. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).....	56
2.6. Термическая обработка сплавов	56

2.7.	Рентгенофазовый анализ (XRD)	57
2.8.	Подогрев образцов во время ПЛП	57
2.9.	Измерение температуры обрабатываемых образцов	57
2.10.	Механические свойства	58
2.10.1	Твердость	58
2.10.2	Испытания на растяжение	59
Глава 3	60
	Выбор дополнительных легирующих элементов для сплавов систем Al-Zn-Mg и Al-Cu-Mg	60
3.1.	Влияние элементов на эффективный интервал кристаллизации	63
3.2.	Влияние дополнительных элементов на исследуемые сплавы в литом состоянии	65
3.2.1	Анализ микроструктуры	65
3.3.	Результаты дифференциальной сканирующей калориметрии	70
3.4.	Механические свойства	70
3.4.1	Испытание на растяжение	70
3.4.2	Твердость	71
3.5.	Влияние лазерной плавки на исследуемые сплавы в литом состоянии	72
3.5.1	Выбор подходящих параметров лазерной обработки плавлением	72
3.5.2	Процесс лазерного плавления литых образцов	75
3.6.	Исследование влияния неравновесных фаз на образование трещин	77
3.7.	Заключение	84
Глава 4	86
	Исследование влияния гомогенизации и дополнительного легирования сплавов на структуру ЗЛП	86
4.1.	Влияние предварительного гомогенизационного отжига на ПЛП	86
4.1.1.	Сплавы 7075	87
4.1.2.	Сплавы 2024	90
4.2.	Оптимизация химического состава	92
4.2.1.	Влияние Zr на ПЛП сплава 7075-TiB	93
4.2.2.	Оптимизация состава сплава 7075-FeNi с помощью Ti, В и Со	97
4.2.3.	Оптимизация состава сплава 7075 за счет использования Si	103
4.2.4.	Сплавы с пониженным содержанием Zn и Mg, модифицированные TiB	113
4.2.4.2.	Влияние гомогенизации	119
4.3.	Заключение	123
Глава 5	128
	Способы оптимизации структуры сплавов после процессов лазерного плавления	128
5.1.	Выбор подходящей температуры нагрева in situ в процессе лазерного плавления ..	129

5.2. Влияние предварительного подогрева на формирование микроструктуры в процессе лазерного плавления.....	131
5.2.1 Сплавы на основе 7075 с ScZr и TiB.....	131
5.2.2 7075-TiB с различной концентрацией Zr.....	134
5.2.3 Сплав 7075-4Si.....	136
5.2.4 Сплавы с низким содержанием Zn и Mg и различным содержанием TiB	138
5.2.5 Сплавы на основе 2024.....	142
5.2.6 Сплавы с высоким содержанием Zn и Mg.....	146
5.3. Постлазерная обработка и упрочнение после старения.....	148
5.4. Использование лазера непрерывного действия	151
5.5. Выводы	155
Выводы по работе.....	160
Список использованных источников.....	162

Глава 1

1.1 ВВЕДЕНИЕ

1.1.1. Актуальность работы

В последнее время бурно развиваются аддитивные технологии получения изделий методом лазерного плавления порошков, в том числе из алюминиевых сплавов. Однако, такие технологии предъявляют повышенные требования к свойствам применяемых для изготовления деталей сплавов. В частности, условия кристаллизации при использовании таких технологий являются более жесткими, чем при традиционном литье, что приводит к развитию кристаллизационных трещин и направленному росту кристаллов. Температура расплава, как правило, сильно превышает температуру ликвидуса, что вызывает испарение легкоплавких компонентов расплава и, как следствие, приводит к несоответствию состава сплава номинальному. С подобными проблемами можно столкнуться и в ряде других технологий использующих энергию лазерного луча для переплава части обрабатываемого материала, таких как сварка, закалка с поверхностным оплавлением и т.д.

В то же время высокая скорость кристаллизации при лазерной обработке сплавов дает дополнительные преимущества, такие как возможность формирования дисперсных структур, образование пересыщенных твердых растворов и метастабильных промежуточных фаз. Эти факторы необходимо учитывать при разработке и адаптации уже существующих сплавов для использования в технологиях лазерного плавления. Высокопрочные термообрабатываемые сплавы на основе систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg являются перспективными, но не нашли широкого применения в аддитивных технологиях. В связи с этим актуальным является поиск решений следующих проблем:

- повышение стойкости сплавов к образованию трещин;
- формирование однородной мелкодисперсной структуры;
- обеспечение необходимого химического состава конечного продукта.

Технологии лазерного плавления являются перспективным направлением в разработке изделий из металлов благодаря ряду преимуществ, таких как возможность изготовления деталей сложной формы с внутренними полостями и тонкими перегородками; значительная экономия материала за счет точного изготовления детали заданной формы по компьютерной модели, что не требует применения последующих обычных операций токарной, фрезерной и обработки резанием; достижение более высокого уровня механических свойств за счет повышенных скоростей охлаждения по сравнению со стандартными технологиями, за счет формирования более дисперсной структуры [1–8].

1.1.2. Применение лазерной технологии (сварка, обработка поверхности и аддитивное производство)

На рисунке 1.1 представлены области применения лазерных технологий [9]. В таких процессах как атомный синтез и разделение изотопов мощность лазера играет важную роль. Зачастую основным факторами, определяющими применение лазеров, являются их низкая расходимость (лазерное шоу, лазерная указка, аудиоплеер), чистота и когерентность их спектра (обнаружение загрязнения, измерение длины/скорости, интерферометрия и т.д.), или же комбинация всех факторов (связь, голография, метрология). В результате было создано множество лазеров, способных создавать широкий диапазон длин волн, энергии, временного/спектрального распределения и эффективности [9]. Продолжающийся рост лазерных технологий в обработке материалов объясняется несколькими уникальными преимуществами лазеров: высокой производительностью, бесконтактной обработкой, более низкими затратами на обработку, повышенным коэффициентом использования материала, пригодностью для автоматизации, исключением операций отделки, улучшенным качеством продукции и небольшой зоной термического влияния.

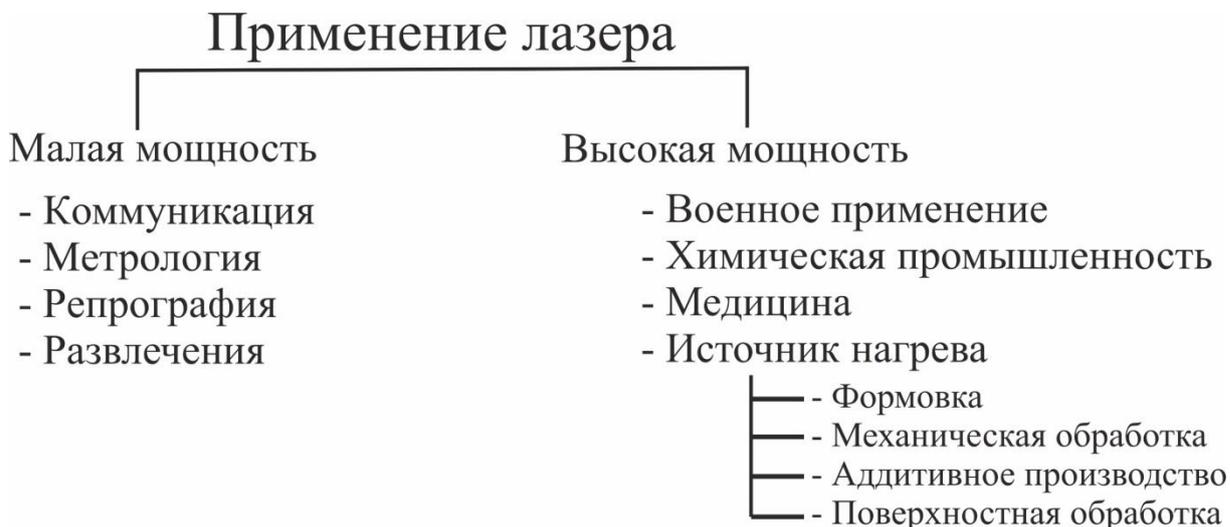


Рисунок.1.1. Основные области применения лазеров [9]

Классификация, основанная на фазовых переходах, является слишком теоретической, чтобы быть понятной для пользователей. С практической точки зрения существует четыре основных категории лазерной обработки материалов: механическая обработка (резка, сверление и т.д.) и соединение (сварка, пайка и поверхностная обработка (обработка ограничивается только приповерхностной областью) [9–11]. На рисунке 1.2 представлена такая классификация в нижней части схемы и приведены сферы применения для каждой категории. Данная классификация основана на общем

представлении сфер применения процессов, использующих лазер, и не является абсолютно точной.

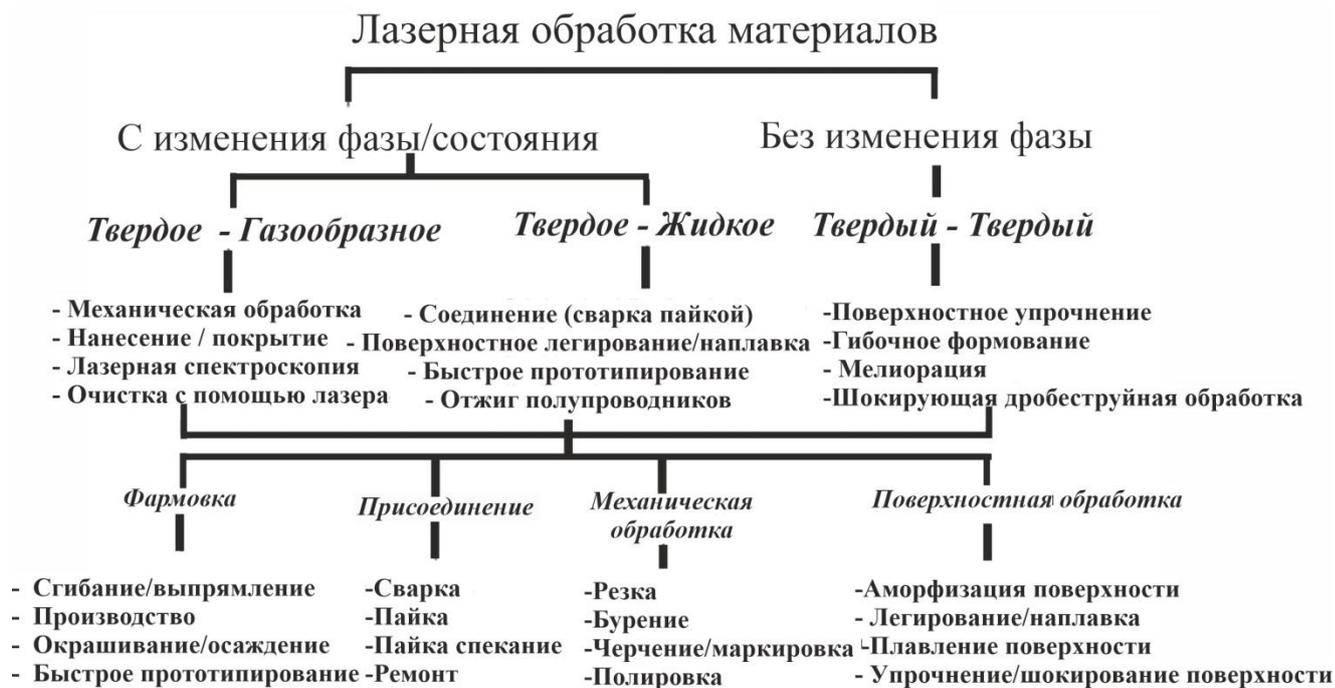


Рисунок 1.2. Классификация процессов лазерной обработки материалов [12]

Зависимость методов лазерной обработки материалов от времени взаимодействия и мощности лазера (плотности мощности) представлена на рисунке 1.3 [9]. Технологические процессы можно разделить на три основных класса: нагревание (без плавления/испарения), плавление (без испарения), и испарение. Время взаимодействия/время импульса и плотность мощности лазера выбираются в каждом случае таким образом, чтобы в обрабатываемом материале проходили необходимые фазовые переходы в зависимости от степени нагрева. Выделяют две степени плотности мощности: низкую и высокую. Низкая удельная мощность лазера позволяет проводить процессы без оплавления поверхности: изгиб, закалку, управление намагниченностью. Высокой удельной мощности, которая предполагает плавление, соответствуют такие процессы как сварка, стеклование, резка, поверхностное плавление, наплавка. При проведении процессов сверления, резки и аналогичных процессов механической обработки удаляют материал в виде пара, следовательно, требуется распределение чрезвычайно высокой плотности мощности в течение очень короткого времени взаимодействия/импульса.

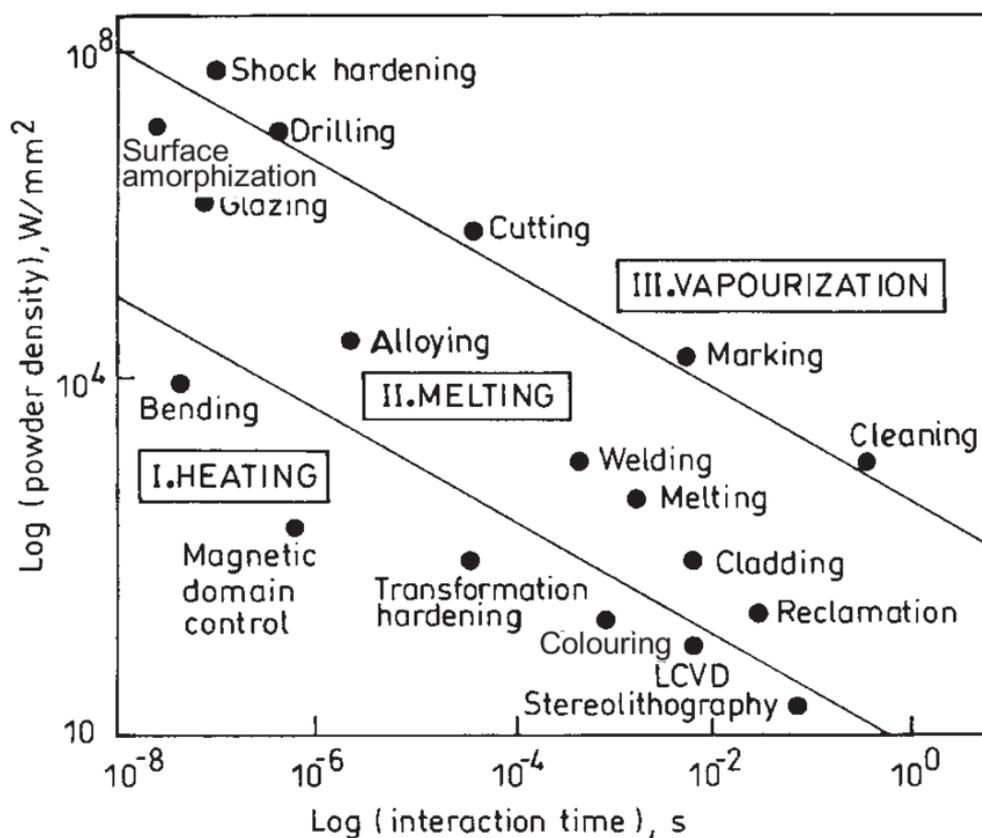


Рисунок 1.3. Схема с точки зрения плотности мощности лазера в зависимости от времени взаимодействия для различных процессов лазерной обработки материалов [12]

Одним из последних применений лазерной обработки является разработка небольших и сложных компонентов путем интеграции лазера с автоматизированным проектированием и этапами позиционирования с компьютерным управлением. Эта технология основана на послойной обработке материала и повторяющемся осаждении, известном как метод аддитивного изготовления произвольной формы.

1.1.3. Ограничения и преимущества

Преимуществом этих методов является изготовление деталей сложной формы с высокой точностью, быстрое время обработки, отсутствие физического инструмента, отсутствие усилия обработки или износа инструмента, экономия материала и расхода энергии и т.д. [12]. С другой стороны, основными препятствиями, которые ограничивают использование лазеров для обработки различных материалов, являются высокие начальные капитальные затраты и затраты на техническое обслуживание, дополнительные комплектующие, а также потребность в квалифицированной рабочей силе и невозможность применения процесса для термочувствительных материалов, например, таких как алюминиевые слоистые материалы со стекловолокном.

Однако особенности, связанные с лазерным излучением, накладывают ряд ограничений на материалы, пригодные для таких технологий. Во-первых, сплавы должны иметь низкую склонность к образованию дефектов при лазерном воздействии (кристаллизационные трещины, поры, оксидные пленки); иметь высокую коррозионную стойкость с учетом условий эксплуатации; иметь стабильные свойства при различных видах нагрузки (статической, динамической).

1.1.4. Материалы, используемые в лазерной обработке

Наиболее распространенными металлами, используемыми в лазерной обработке, являются сплавы на основе железа, титана и никеля [13], благодаря их традиционному применению и простоте обработки. Сплавы на основе железа исследуются с 1993 г. [14] и в настоящее время являются наиболее часто используемыми, поскольку они легко поддаются обработке и имеют низкую стоимость. Сплавы на основе никеля являются основой для многих жаропрочных суперсплавов и по этой причине они предпочтительны в качестве материалов для аэрокосмических двигателей. Сплавы на основе титана широко используются в медицине благодаря их хорошей биосовместимости [13]. Теоретическая плотность этих материалов составляет $4,51 \text{ г} \times \text{см}^{-3}$ у титана, $7,83 \text{ г} \times \text{см}^{-3}$ у железа и $9,81 \text{ г} \times \text{см}^{-3}$ у никеля. Также титановый сплав типа Ti-6Al-4V имеет высокую удельную прочность - $243 \text{ МПа} \times \text{кг} \times \text{м}^{-3}$ и подходит для использования в облегченных конструкциях. Легкие конструкционные металлы, такие как магний с плотностью $1,74 \text{ г} \times \text{см}^{-3}$ и алюминий с плотностью $2,7 \text{ г} \times \text{см}^{-3}$ не получается успешно обработать лазерным плавлением без снижения их механических свойств. Таким образом, существуют серьезные проблемы применения сплавов на основе этих металлов [15].

Были предприняты многочисленные попытки обработки магния и магниевых сплавов [16], однако были достигнуты не большие успехи в разработке сплавов из таких материалов с нужным комплексом свойств [17]. Основной проблемой обработки таких материалов является сильное испарение магния во время обработки. Магний имеет температуру плавления $650 \text{ }^\circ\text{C}$ и относительно низкую температуру кипения $1093 \text{ }^\circ\text{C}$ по сравнению с алюминием, который имеет температуру кипения $2470 \text{ }^\circ\text{C}$ и температуру плавления $660 \text{ }^\circ\text{C}$. Легирование является одним из методов, который можно использовать для устранения такой проблемы [18]. Кроме того, это может увеличить и давление газа, однако чрезмерное испарение Mg все еще остается проблемой и может повлиять на конечные свойства продукта [19].

Одним из наиболее перспективных сплавов для лазерной плавки является алюминий. Некоторые алюминиевые сплавы, особенно легированные Si, а также

сплавы с другими добавками, были тщательно исследованы за последние годы. [20]. Основными ограничениями обработки SLM являются образование оксидов, высокая отражательная способность, плохое смачивание, низкая вязкость расплава и плохая сыпучесть порошка [21]. Для решения этих проблем использовались мощные лазеры для повышения температуры ванны расплава, и таким образом удалось улучшить структуру за счет устранения поверхностных оксидов и улучшения смачивания [3]. В настоящее время обрабатываются различные алюминиевые сплавы. Новой задачей для многих исследователей является попытка обработки алюминиевых сплавов, упрочняемых старением, которые будут использоваться как конструкционный материал в конструкциях с малым весом [20]. Основная проблема всех термоупрочняемых алюминиевых сплавов заключается в том, что они имеют тенденцию к образованию горячих трещин во время кристаллизации и требуют специальной термической обработки для получения необходимой микроструктуры [15]. При СЛП-обработке были зафиксированы сильные кристаллизационные трещины алюминиевых сплавов, и основной целью является выявление причины их образования, а также поиск путей их устранения [22–24].

Технологии лазерной плавки основаны на процессах плавления небольших объемов металла в процессе работы высокоэнергетического источника. За счет использования лазера в качестве источника энергии создается уникальный тепловой режим, характеризующийся малыми объемами ванны расплава и высокими скоростями охлаждения, равными $10^4 - 10^6$ К/с. [25]. Благодаря этому, образующаяся в получаемых изделиях структура, характеризуется высокой дисперсностью твердого раствора и избыточных фаз и, как следствие, более высоким уровнем механических свойств. Однако, как показала практика, структура таких изделий сильно неоднородна по объему: размеры и форма зерен и избыточных фаз могут сильно различаться от слоя к слою. Как правило, он состоит из чередующихся зон столбчатых и равноосных кристаллов [26,27]. Разные размеры и формы структурных составляющих указывают на разные условия кристаллизации малых объемов расплава. Одним из важных преимуществ аддитивных перед традиционными технологиями является управление структурой изделий от слоя к слою. Этому вопросу посвящено большое количество публикаций. Ученые предлагают различные методы, которые в основном сводятся к варьированию технологических параметров процесса, таких как снижение анизотропии структуры за счет чередования пути сканирования лазерного луча от слоя к слою, нагрева подложки для уменьшения градиента температуры на границе расплав/ металл, что уменьшает направленный отвод тепла и, как следствие, количество зон столбчатых

кристаллов [28,29]. Однако, описанные методы не позволяют полностью решить проблему неоднородности микроструктуры.

Таким образом, разработка новых сплавов для аддитивных технологий является актуальной задачей. Наиболее перспективными материалами для аддитивных технологий могут быть сплавы алюминия с переходными металлами и модифицирующими добавками. Однако необходимость получения специальных порошков из экспериментальных сплавов и высокая стоимость 3D-принтеров усложняет процесс разработки таких материалов. В связи с этим актуальной задачей является разработка методики, позволяющей анализировать поведение сплавов в условиях лазерной обработки, а также оценивать склонность сплавов к образованию различных дефектов с минимальными временными и материальными затратами, получая при этом результаты, воспроизводимые в условиях аддитивного производства.

В диссертации предложены различные подходы к управлению микроструктурой для изменения процесса зародышеобразования при кристаллизации высокопрочных алюминиевых сплавов. Подавление эпитаксиального роста кристаллов возможно за счет использования различных модификаторов с целью увеличения зародышей кристаллизации, а также уменьшения трещинообразования при кристаллизации. Целью данной работы является разработка высокопрочного сплава, пригодного для лазерной обработки и аддитивных технологий, с высоким комплексом свойств и высоким качеством без дефектов.

1.1.5. Цели работы.

Работа направлена на разработку решений по управлению кристаллизацией и формированием структуры в процессе лазерного переплава на примере сплавов систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg для снижения их склонности к образованию и развитию трещин, обеспечения перехода от столбчатой к равноосной мелкодисперсной структуре, получению после кристаллизации заданного химического состава сплава.

Для достижения поставленной цели в работе было необходимо решить следующие задачи:

1. Изучить закономерности влияния малых добавок модифицирующих элементов на структурообразование в сплавах на основе систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg в процессе лазерного переплава.

2. Установить влияние температуры предварительного нагрева на структуру сплавов, после обработки лазером.

3. Изучить влияние предварительной гомогенизации на образование и развитие трещин в процессе кристаллизации.

4. Изучить влияние лазерной обработки на изменение химического состава сплава и на основе полученных данных разработать рекомендации по обеспечению требуемого химического состава сплава после обработки.

5. На основе результатов исследования предложить новые составы и способы улучшения технологичности алюминиевых сплавов в процессе лазерного плавления.

1.1.6. Научная новизна

1. Установлено, что легирование Ti, В и/или Sc, Zr сплавов систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg приводит к существенному измельчению зеренной структуры зоны лазерного плавления, повышению ее однородности и подавлению формирования зоны столбчатых кристаллов, что в свою очередь уменьшает количество кристаллизационных и ликвационных трещин. Наибольшая эффективность достигается при использовании высоких концентраций указанных элементов более 2 и 0,4 масс% Ti и В, соответственно, и 0,3 масс. % Sc и 0,5% Zr, что делает сплавы перспективными для аддитивного производства.

2. Показано, что совместное использование подогрева во время поверхностного лазерного плавления, в сочетании с использованием модификаторов зерна (Al) для сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg, позволяет полностью подавить образование зоны столбчатых кристаллов и увеличить трещиностойкость в процессе кристаллизации зон лазерного плавления, за счет выравнивания скоростей зарождения кристаллов (Al) из-за направленного теплоотвода на границе с основным металлом, и гетерогенного зарождения в центре расплавленного объема.

3. Выявлено, что растворение легкоплавких неравновесных фаз в процессе гомогенизационного отжига слитков уменьшает число потенциальных мест для образования трещин и приводит к значительному снижению их числа после лазерного плавления.

Практическая значимость

1. Разработан комплекс решений для получения однородной мелкозернистой структуры в зоне лазерного плавления свободной от трещин: модифицирование сплава добавками иницирующими гетерогенное зарождение кристаллов (Al) – Ti, В и Sc, Zr и эвтектикообразующими элементами Fe, Ni, Si; использование подогрева до температур не ниже 400 °С в процессе поверхностного лазерного плавления; проведение

гомогенизации перед лазерным плавлением; увеличение содержания легкоплавких элементов в сплаве для компенсации их угара в процессе лазерного плавления.

2. Предложены составы новых сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu, обеспечивающих формирование однородной структуры после поверхностного лазерного плавления: 7075-TiB-4Si, 7075-FeNiTiBCo, 7020-3Ti-0.6B, 12Zn2.5Mg1.5Cu-TiB и имеющих перспективы применения в аддитивном производстве.

1.1.7. Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы были представлены и обсуждены на XX Международной научно-технической Уральской школе-семинаре молодых ученых-металлургов, г. Екатеринбург, 3-7 февраля 2020 г.; 10-я международная конференция EEIGM по перспективным исследованиям материалов (2019), Москва, Россия.

Основные результаты диссертации представлены в 4 статьях в авторитетных научных журналах, входящих в перечень ВАК, а также в 2 докладах на российских и международных научных конференциях.

1.1.8. Структура и объем научного отчета

Диссертация состоит из 5 глав, 7 заключения. Работа представлена на 174 страницах машинописного текста, содержит 20 таблицы и 98 рисунка, список использованных источников из 191 наименований.

1.1.9. Структура диссертационной работы

Во введении описаны актуальность решаемой проблемы, сформулированы основные цели и задачи, обоснованы научная новизна и практическая значимость работы. Глава 1 посвящена анализу публикаций по различным применениям лазерных процессов, их преимуществам, ограничениям и наиболее распространенным материалам, используемым для лазерной обработки. Проанализировано влияние параметров процесса и температуры рабочей зоны на формирование структуры алюминиевых сплавов. Также рассмотрено влияние эффективного интервала кристаллизации (ЭИК) на образование кристаллизационных трещин и влияние второстепенных и основных элементов на микроструктуру и механические свойства. Описаны существующие на сегодняшний день технологии аддитивного производства, их особенности, преимущества и недостатки. Кроме того, установлены основные причины образования кристаллизационных трещин, пористости, анизотропии свойств и высоких термических напряжений при аддитивном производстве алюминиевых сплавов, а также основы выбора систем легирования на основе алюминия, предназначенных для аддитивного производства.

В главе 2 проведен анализ литературы и поставлены задачи исследования, выбраны объекты и методы расчетных и экспериментальных исследований. В соответствии с целью исследования были выбраны высокопрочные алюминиевые сплавы (Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg). Также, приведено описание всех экспериментальных методов исследований, такие как плавка и литье, исследование материалов, лазерное плавление и определения свойств материалов для всех исследованных составов.

Все последующие главы посвящены описанию методики экспериментов, а также описанию, анализу и обсуждению полученных результатов. В главе 3 анализируется влияние модифицирующих элементов на эффективный интервал кристаллизации (ЭИК), микроструктуру в литом состоянии и твердость сплавов систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg. Исследованы особенности формирования микроструктуры и дефектов, образующиеся в условиях быстрого затвердевания в ЗЛП. В главе 4 представлены результаты исследования влияния гомогенизационного отжига и дополнительного легирования на повышение характеристик исследуемых сплавов. Представлены некоторые решения для устранения нежелательных проблем, таких как появление столбчатой микроструктуры и растрескивания. Гомогенизационный отжиг сплавов проводили перед процессом лазерного плавления для достижения равномерного распределения легирующих элементов и растворения неравновесных фаз с целью уменьшения их вредного влияния на кристаллизацию после лазерного плавления и

получения однородной и стабильной структуры ЗЛП. В главе 5 представлено описание подходов для оптимизации и совершенствования процесса лазерного плавления, структуры сплава после ПЛП и механических свойств, а также сформулированы основные выводы данной работы, а также показаны возможности дальнейших исследований.

1.2 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.2.1. Влияние параметров процесса лазерного плавления на формирование микроструктуры

Лазерное плавление и аддитивные технологии основаны на высокоэнергетических лазерных или электронных источниках, аналогичных традиционным технологиям сварки плавлением. Благодаря этому, структура изделий, полученных при помощи аддитивных технологий аналогична структуре сварных соединений. [30–32]. Однако, аддитивные технологии обладают важным преимуществом - возможностью послойного управления структурой изделий за счет регулирования условий плавления и кристаллизации ванны расплава. Под параметрами управления структурой при лазерном плавлении чаще всего подразумевают все параметры, оказывающие влияющие на градиент температуры, скорость охлаждения и направление отвода тепла при кристаллизации [32]. К ним относятся скорость сканирования, энергия лазера, размер пятна, размер частиц порошка, скорость подачи порошка (для технологии прямого лазерного плавления), толщина слоя и траектория сканирования [33]. Несколько технологических параметров могут влиять на процесс изготовления и, следовательно, на качество конечного изделия. Среди прочего, такие параметры, как мощность лазера, скорость лазерного сканирования, размер лазерного пятна, расстояние и траектория сканирования, а также толщина слоя, являются наиболее важными факторами, которые сильно влияют на конечный результат [34] (Рисунок 1.4).



Рисунок 1.4. Схема, демонстрирующая наиболее важные параметры процесса СЛП [34].

1.2.1.1. Влияние мощности и скорости сканирования

Соотношение между расстоянием между треками в штриховке, скоростью лазерного сканирования и относительной плотностью образцов СЛП показано на рисунке 1.5 при постоянной мощности лазера около 200 Вт и толщине слоя 40 мкм. Когда скорость сканирования увеличивается во всех четырех случаях, относительная плотность значительно падает. На рисунке 1.6 представлено сравнение микроструктуры поперечного сечения, полученных при разных скоростях сканирования. Это подтверждает результаты на рисунке 1.5, что более высокая скорость сканирования приводит к относительно более низкой плотности. При меньшей скорости сканирования размер дефектов уменьшается, а значит, плотность увеличивается. В дополнение к дефектам кристаллизационные трещины также были получены из-за высокой чувствительности сплавов Al-Cu-Mg к растрескиванию. Это связано с тем, что легирующие элементы в сплаве Al-Cu-Mg (такие как Cu и Mg) приводят к относительно широкому эффективному интервалу кристаллизации (ЭИК) по сравнению с бинарными сплавами и, соответственно, увеличивают потенциально возможное образование трещин. При снижении скорости сканирования с 20 м/мин до 8 м/мин дефекты и микротрещины исчезают, но в микроструктуре по-прежнему обнаруживаются микропустоты. Все это указывает на то, что поведение уплотнения образцов СЛП сильно зависит от используемой энергии [34].

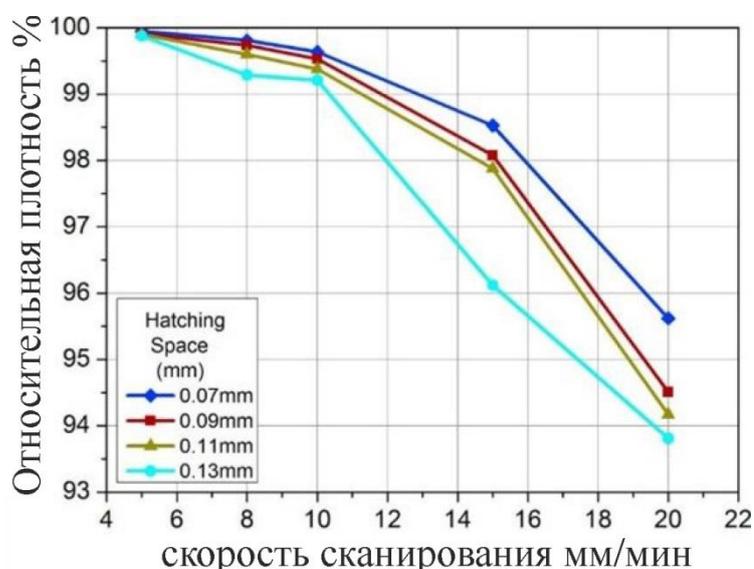


Рисунок 1.5. Влияние скорости сканирования и расстояния между треками в штриховке на относительную плотность при постоянной мощности лазера 200 Вт и толщине слоя 40 мкм[34].

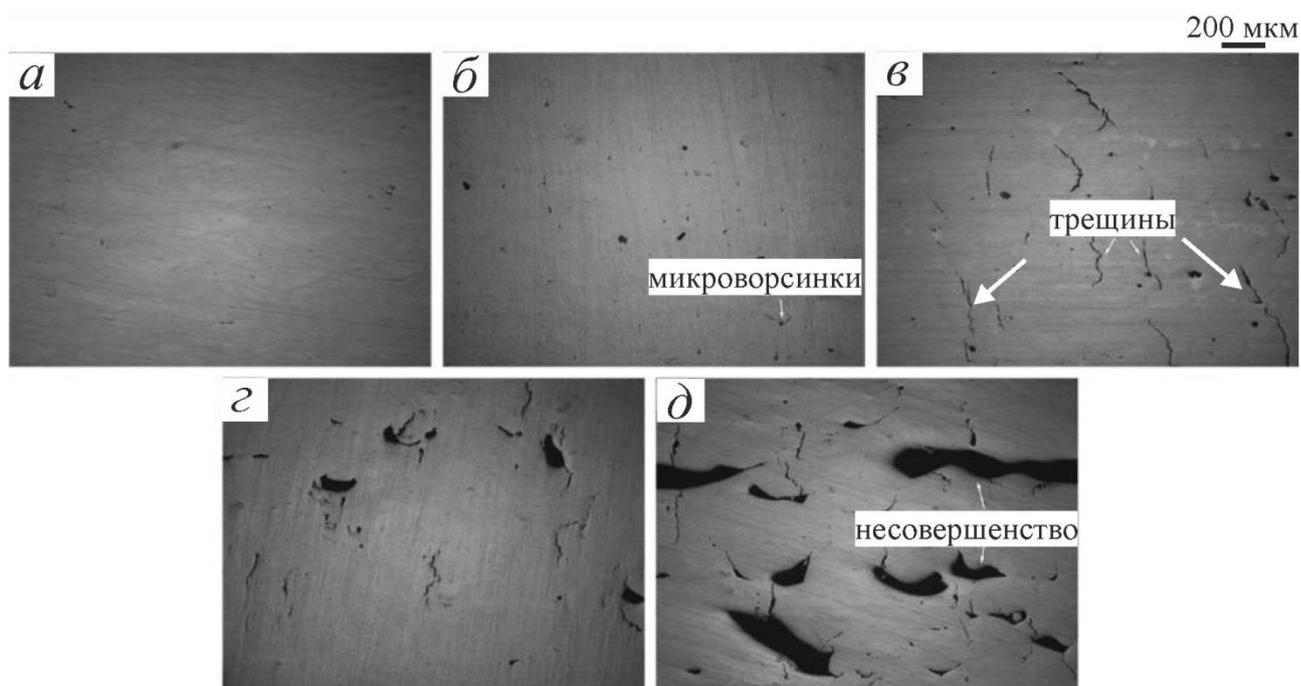


Рисунок 1.6. Поперечные сечения образцов Al–Si–Mg, полученных при различной скорости сканирования: (а) 5 м/мин, (б) 8 м/мин, (в) 10 м/мин, (г) 15 м/мин, и (д) 20 м/мин [34].

Режимы лазерного плавления и аддитивных технологий зависят от соотношения двух параметров: продолжительности взаимодействия и плотности энергии лазерного луча. Плотность энергии является важным параметром, который показывает, сколько энергии необходимо для плавления определенного объема металла и может быть рассчитана по формуле (1) [35–37]:

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

Где: P – мощность лазера, Вт;

u – скорость сканирования, мм/с;

h – шаг сканирования, мм;

d – толщина слоя, мм.

Взаимодействие лазерного луча с металлическим порошком характеризуется градиентом температуры (G), скоростью кристаллизации (R) и скоростью охлаждения в зависимости от температуры во времени. $\frac{dT}{dt} = G \cdot R$ [38]. Параметры G и R оказывают наиболее значительное влияние из-за условий кристаллизации расплава. В [39] отмечается, что увеличение отношения G/R приводит к изменению структуры от дендритного типа к ячеистому, а более высокая скорость охлаждения $G \times R$ способствует большему переохлаждению жидкости, что приводит к образованию более мелких зерен.

Следовательно, морфология и дисперсность микроструктуры зависят от параметров G/R и $G \times R$ [32].

Мощность лазера и скорость сканирования влияют на количество, размер и морфологию пор (рисунок 1.7). На изображениях видно, что при постоянной мощности лазера 200 Вт или 250 Вт постепенно появляются поры неправильной формы. Они формируются, когда мощность лазера и скорость сканирования превышают 300 Вт и 1600 мм/с. Их формирование обусловлено малой энергией лазера, в результате чего не происходит плавления. Низкая скорость сканирования 600 мм/с вызывает типичные поры испарения при мощности 300 Вт и выше из-за избыточного оплавления в процессе сварки. Эти поры имеют диаметр более 100 мкм и почти круглую форму. При скорости потока более 600 мм/с количество и размер этих пор уменьшаются, наблюдаются лишь несколько небольших округлых пор размером менее 100 мкм. В этом диапазоне скоростей сканирования можно получить образцы с высокой степенью консолидации и без значительных дефектов, как показано на рисунок 1.7.

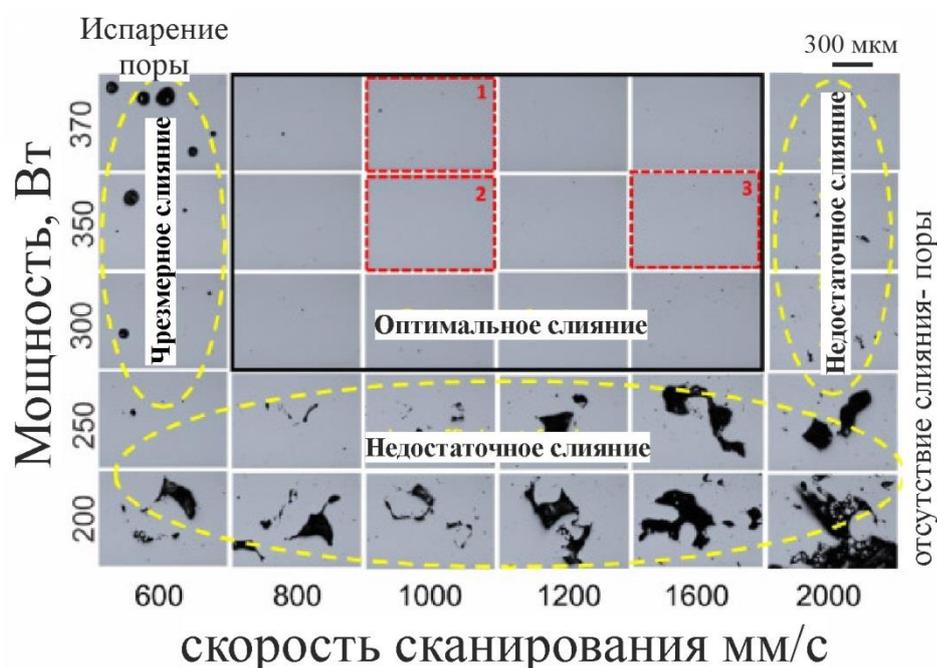


Рисунок 1.7. Изображения микроструктуры образцов $AlMnMgScZr$, демонстрирующие пористость при различной мощности лазера и скорости сканирования. Участок, выделенный сплошной рамкой черного цвета, показывает оптимальное окно обработки. [40]

Анализ условий кристаллизации расплава при селективном лазерном плавлении является сложной задачей. В работах [41–43] описан метод контроля температуры с помощью тонкой термопары, закрепленной на определённом расстоянии от расплава. Данный метод исследования позволяет точно определить температуру нагрева подложки/слоя на различных расстояниях от расплава и получить информацию о величине и направлении отвода тепла. В исследованиях [44–47] для измерения распределения температуры используется метод

инфракрасной термографии. Однако данный метод не позволяет анализировать распределение температуры в объеме. В указанных работах описаны как методы измерения температуры (примеры расчета градиента температуры на границе расплав/твердый металл), так и скорости охлаждения. Однако нет сведений о связи этих данных со структурой конкретных сплавов. На рисунок 1.8 (а,б) показано расчетное распределение температуры для 1-го и 10-го слоев при прямом лазерном спекании порошка стали IN 718 [48]. Разные цвета показывают разную температуру. При лазерной обработке рассеивание тепла осуществляется через подложку/кристаллизовавшийся слой; таким образом, при непрерывном плавлении нескольких слоев рассеивание тепла уменьшается за счет нагрева подложки. На рисунок 1.8 (в) показаны расчетная форма и размер ванны расплава при наплавке 10-го слоя. Внутри ванны расплава максимальная температура находится в центре, а минимальная — на границе раздела расплав/твердый металл. Неоднородное распределение температуры приводит к градиенту поверхностного натяжения. Рисунок 1.8 (д) показывает, что поток расплавленного металла управляется градиентом поверхностного натяжения внутри расплавленной ванны. Возможные варианты кристаллизации подробно обсуждались в статье [36].

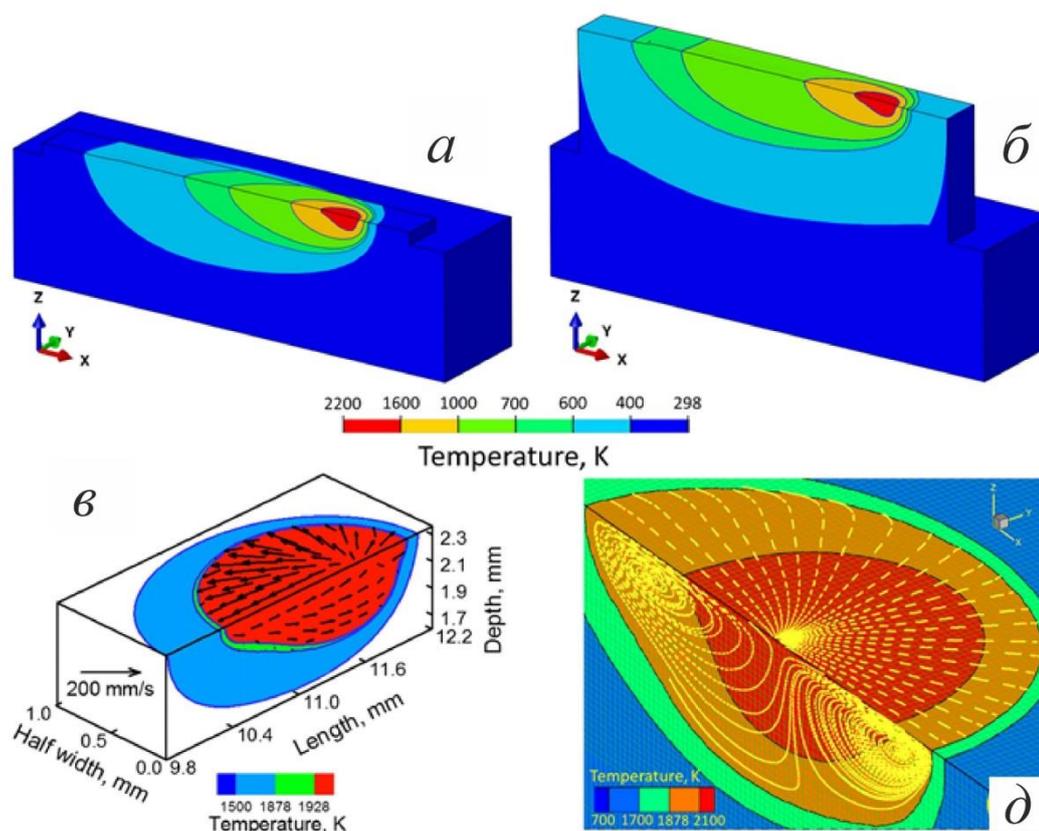


Рисунок 1.8. Распределение температуры при прямом лазерном напылении 1-го (а) и 10-го слоев порошка стали IN 718 (б) на подложку IN 718 при мощности 300 Вт и скорости сканирования 15 мм/с (направление сканирования по оси абсцисс), (в) форма и размер ванны расплава в 10-м слое; и (д) циркуляция расплавленного металла в расплавленной ванне [48].

Как известно, направление роста кристаллов зависит от градиента температуры, влияния геометрии ванны расплава и скорости сварки на образование горячих трещин, вследствие чего структура кристаллов была классифицирована, как представлено на рисунке 1.9. Увеличение скорости сварки изменяет направление роста дендритов к середине ванны расплава. Следовательно, легкоплавкие фазы концентрируются в середине ванны расплава, и склонность к горячему растрескиванию увеличивается. Дальнейшее увеличение скорости сварки приводит к равноосному дендритному росту кристаллов в центре и равномерному распределению легкоплавких фаз, что снижает склонность к образованию горячих трещин [49]. На появление горячих трещин влияют температурные градиенты, геометрия ванны расплава и условия охлаждения. Изменение скорости сварки является не единственным способом управления геометрией ванны расплава и условиями охлаждения.

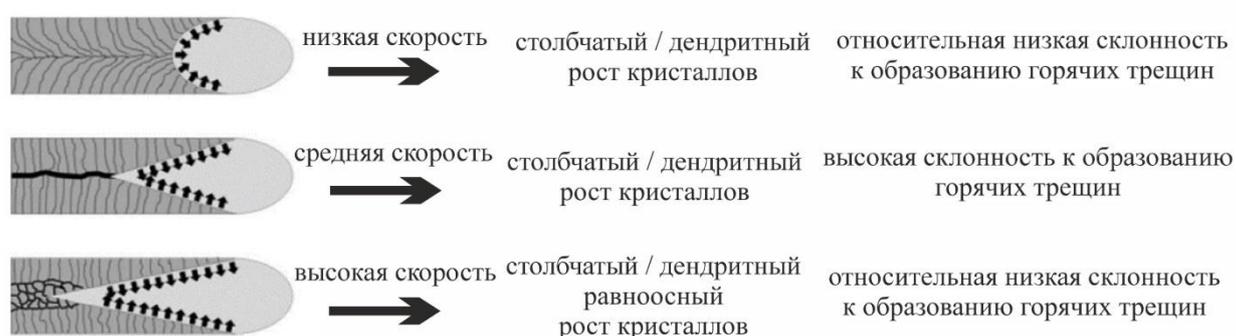


Рисунок 1.9. Связь между скоростью сварки и геометрией сварочной ванны с направлением роста первичных кристаллов и горячеломкостью [49].

1.2.1.2. Влияние температуры платформы

При воздействии лазером на слой порошка происходит его разогрев от поверхности к подложке. На рисунок 1.10 показаны СЭМ-изображения сплава AlMgScZr, полученного при $E = 77$ Дж/мм³. В зоне перекрытия двух дорожек лазерного сканирования формируются мелкие равноосные зерна, а столбчатые зерна растут от дна ванны расплава к ее центру. Частота повторного плавления области перекрытия зависит от метода сканирования и параметров обработки. Мелкие равноосные зерна формируются преимущественно вдоль областей повторного расплавления из-за высокой концентрации зародышей Al₃(Sc, Zr). Положительный градиент температуры от области повторного расплавления к верхней части ванны расплава способствует росту зерен во время кристаллизации [50]. Зерна растут в направлении центра ванны расплава, где больше степень переохлаждения и меньше количество зародышей. В случае если образцы изготавливаются при температуре 35°C и 200°C, количество столбчатых зерен

значительно меньше при 200°C, чем при 35°C. Также стоит отметить, что размер равноосного зерна при использовании температуры 35 °C крупнее (рисунок 1.10а), чем при 200 °C (рисунок 1.10б): средний размер равноосного зерна для образцов, изготовленных при 35 °C, составляет примерно 70 нм, а размер зерна при 200 °C (рисунок 1.10б) равен 1,19 нм. При уменьшении скорости охлаждения и градиента температуры область с равноосными зернами растет при температуре платформы 200 °C. Это дает возможность получить почти полностью равноосную зеренную структуру.

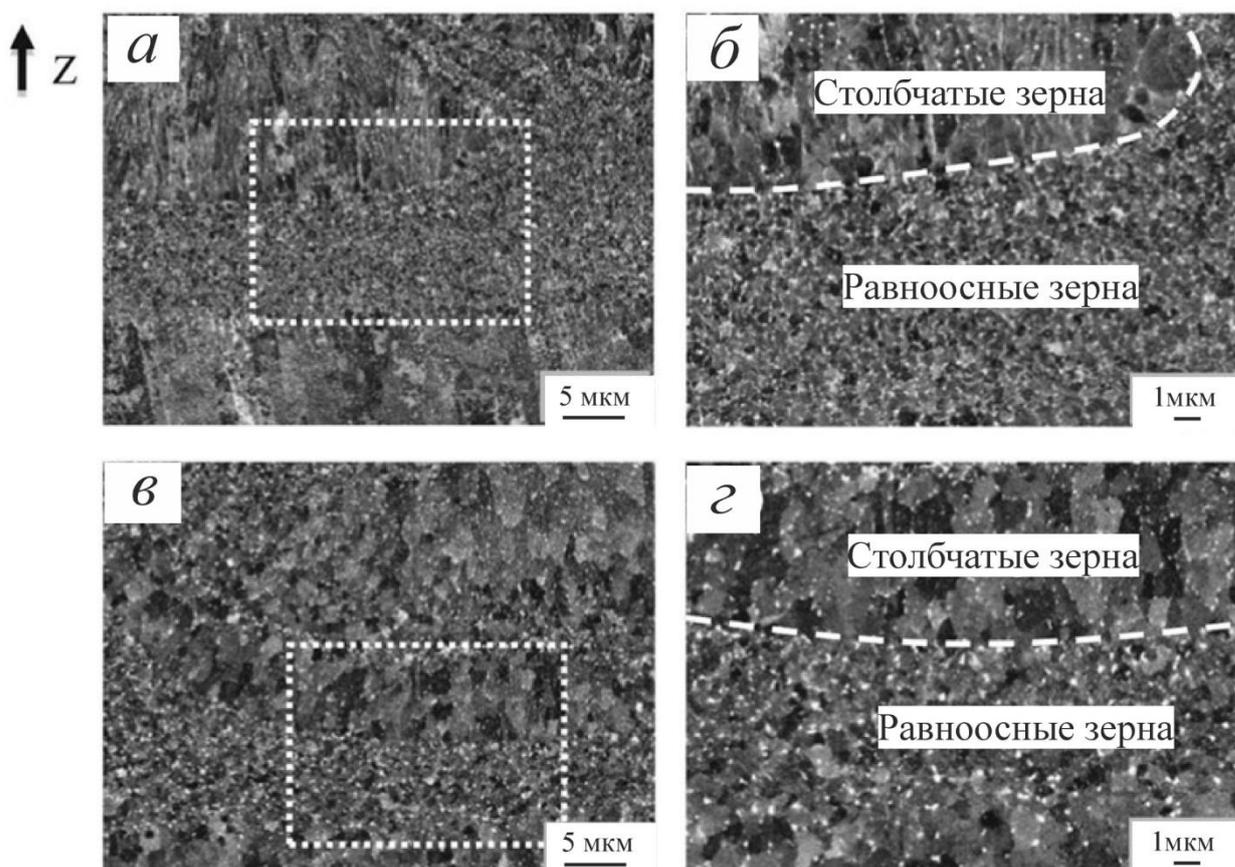


Рисунок 1.10. СЭМ-изображения микроструктуры сплава AlMgScZr в исходном состоянии: (а) и (б) – полученные при нагреве платформы до 35 °C; (в) и (г) изготовлены при температуре платформы 200 °C [50].

1.2.2. Особенности структуры изделий, полученных с использованием аддитивных технологий (основные проблемы)

Одной из критических проблем лазерной плавки является образование неоднородной структуры и, как следствие, появление анизотропии свойств, что наряду с кристаллизационными трещинами и пористостью относится к основным дефектам лазерной плавки [51]. Проблема пористости образцов, полученных методом

селективного лазерного плавления, является предметом большого количества исследований. По форме и размеру пор пористость разделяют на две категории: газовая пористость, являющаяся результатом поглощения газов (N, O или H) расплавом или испарения легирующих элементов (Mg, Zn), и пористость, обусловленная неправильно подобранными параметрами селективного плавления [51]. Установлено, что наиболее существенное влияние на пористость изделий оказывают скорость сканирования лазера и его мощность [52–55]. Большинство исследований посвящено оптимизации параметра плотности энергии в формуле (1). Пористость возникает при низкой плотности энергии из-за неполного расплавления металлов ввиду недостаточной энергии лазерного излучения; газовая пористость возникает при высокой плотности энергии. В этом случае газ в защитной камере захватывается потоком расплавленного металла, либо образуется водород за счет испарения связанной воды из оксидной пленки при плавлении. Поэтому для снижения пористости оптимизируют процесс лазерной плавки для каждого сплава в отдельности с учетом свойств легирующих компонентов, свойств материала и типа защитной атмосферы [56].

Вторым важным дефектом является образование горячих трещин. Причины их возникновения во многом те же, что и при сварке плавлением: широкий эффективный интервал кристаллизации и низкая пластичность в хрупком диапазоне температур. Однако в аддитивных технологиях следует также учитывать наличие жесткого термоцикла с высокими скоростями нагрева и охлаждения, сопровождающегося появлением большого градиента температур и образованием неоднородной структуры. В данном случае негативное влияние может сыграть наличие столбчатых кристаллов в структуре. Причины возникновения горячих трещин более подробно рассмотрены ниже. В исследованиях, посвященных аддитивным технологиям [54,57–59] основной причиной образования горячих трещин является широкий эффективный интервал кристаллизации. Наиболее распространенным способом решения этой проблемы является увеличение количества эвтектики и, как правило, речь идет о добавлении в высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu большего количества легирующих элементов, измельчении зерна, а также переходных элементов, кремния и других [60–62].

Как отмечалось выше, зеренная структура зависит от условий плавления и кристаллизации ванны расплава. Как правило, зарождение твердых фаз происходит на границе расплав/твердый металл с последующим эпитаксиальным ростом. Предпочтительное направление роста кристаллизующихся фаз параллельно теплоотводу; поэтому кристаллы с благоприятной для роста кристаллографической ориентацией

сильно вытянуты в одном направлении и образуют столбчатую структуру [63–65]. В работе [66] описана эволюция морфологии зерен сплава 6082 при затвердевании расплавленной ванны при аргонно-дуговой сварке. При моделировании учитывали теплопередачу, течение жидкого металла в расплавленной ванне и параметры кристаллизации. Рассчитанное отношение локального градиента температуры к скорости кристаллизации использовали для моделирования роста столбчатых и равноосных зерен при затвердевании. Результаты моделирования показывают, что столбчатые зерна формируются при низкой скорости сканирования 2 мм/с. Переход от столбчатого типа кристаллов к равноосному наблюдается при скорости 8-11,5 мм/с. На рисунке 1.11 представлена диаграмма, описывающая влияние градиента температуры G и скорости роста R на микроструктуру алюминиевых сплавов. Микроструктура может быть столбчатой, ячеистой и равноосной.

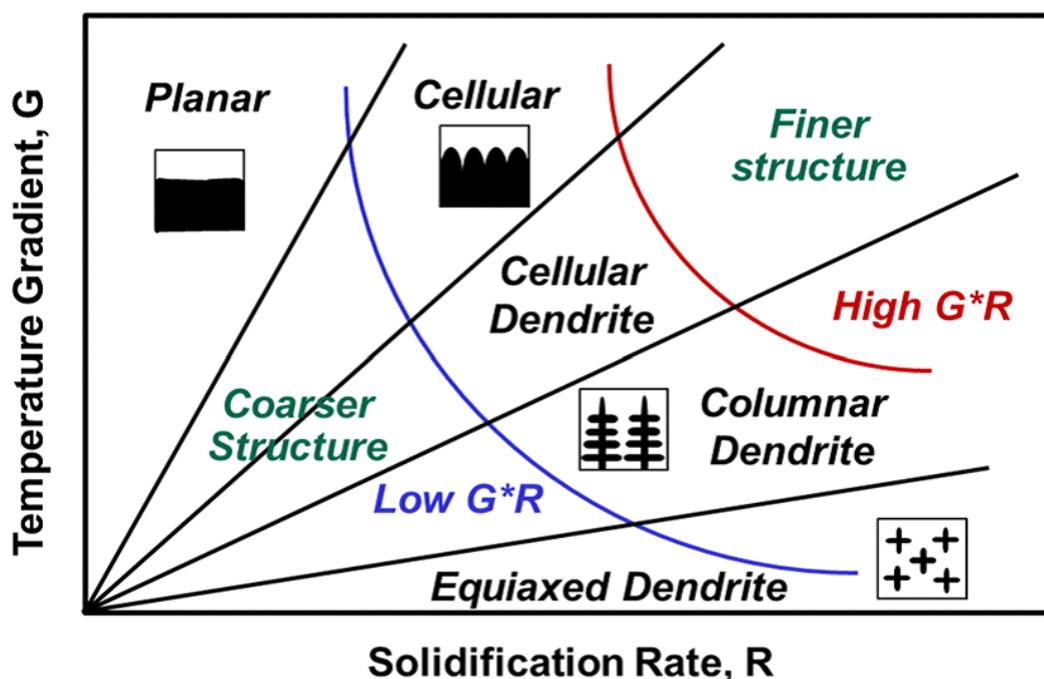


Рисунок 1.11. Влияние градиента температуры G и скорости роста фаз R на морфологию и размер структурных составляющих алюминиевых сплавов [66,67].

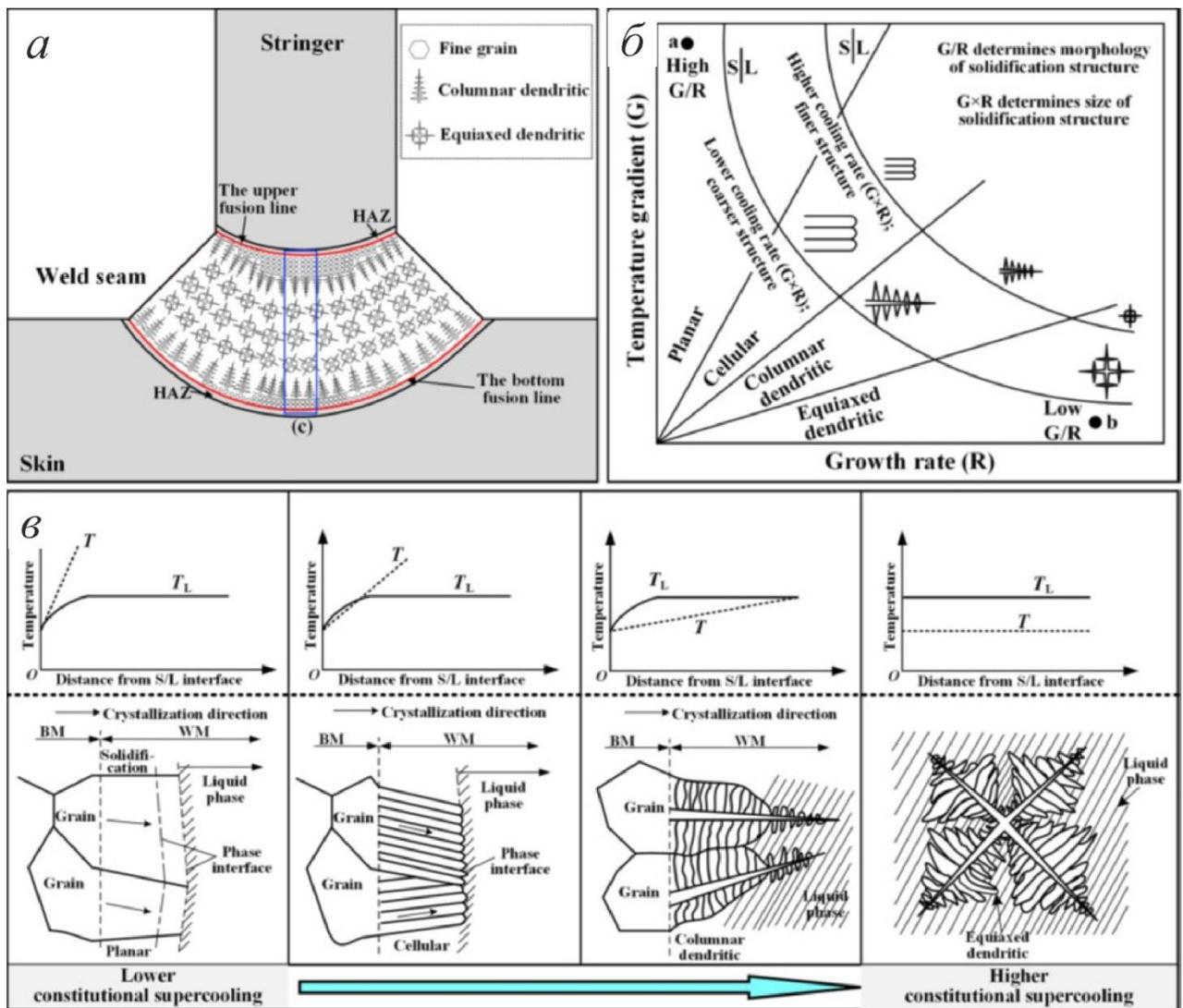


Рисунок 1.12. (а) Схематическая диаграмма распределения зерен по морфологии для T-образного соединения, б) Влияние градиента температуры G и скорости роста R на морфологию и размер зерен в процессе затвердевания, и в) Влияние переохлаждения структуры на морфологию зерна [68]

1.2.3. Основные дефекты при сварке и плавке алюминиевых сплавов

Основными особенностями алюминиевых сплавов при сварке плавлением являются их высокая отражательная способность и высокая теплопроводность. Поэтому для плавления небольших объемов необходимо подать такое количество энергии, чтобы учесть потери на отражение и тепловыделение. Для соединения различных деталей из сплавов на основе алюминия давно известны следующие способы сварки плавлением: кислородно-ацетиленовая, сварка угольным электродом, ручная дуговая сварка плавящимся электродом, автоматическая послойная сварка под флюсом, ручная аргоно-дуговая сварка вольфрамовым электродом, автоматическая сварка вольфрамовым электродом, автоматическая и полуавтоматическая сварка плавящимся и неплавящимся электродом [69].

Все вышеперечисленные способы сварки плавлением алюминиевых сплавов имеют большое количество недостатков и в настоящее время ограничены в применении или не используются. Например, при дуговой сварке алюминиевых сплавов в инертных газах встречаются следующие дефекты: газовая пористость (48%), оксидные пленки (32%), вольфрамовые включения (12%) [70]. Также к основным недостаткам этих способов относятся сильное загрязнение металла шва остатками флюсов, что вызывает коррозию металла; низкая производительность процессов; крупнозернистая структура, полученная при кристаллизации ванны расплава большого объема; высокие требования к подготовке свариваемого металла и присадочного материала [71]. Часть трудностей при дуговой сварке удается преодолеть с помощью особых технологических операций в сложнолегированных присадочных материалах, физического воздействия на ванну расплава, последующей термической обработки и т. д. Все это усложняет и удорожает технологию изготовления изделий [71,72].

Использование лазерного луча для сварки алюминиевых сплавов имеет существенные преимущества по сравнению с дуговой сваркой [72]:

- Высокая концентрация энергии и небольшая область нагрева позволяют получить небольшую ванну расплава по сравнению с дуговой сваркой, что положительно сказывается на характеристиках изделий. Уменьшение размера ванны расплава и получение швов с большим отношением глубины области плавления к ширине позволяют снизить деформацию деталей примерно в 10 раз, что позволяет экономить металл за счет уменьшения размеров допуска. Малый размер расплавленного металла и специфическая форма шва в ряде случаев улучшают условия кристаллизации и, тем самым, свойства сварных соединений.
- Высокая производительность за счет скорости лазера, которая в несколько раз превышает скорость дуговой сварки, экономит время на правку после обработки. Кроме того, можно исключить послесварочную обработку.
- Отсутствие электрода вблизи сварочной ванны защищает обрабатываемую зону от инородных элементов.
- Жесткий термический цикл с высокими скоростями нагрева и охлаждения позволяет значительно сократить околошовную зону, предотвращая фазовые и структурные превращения в околошовной зоне, приводящие к разупрочнению, снижению коррозионной стойкости и т.д. [72].

В статье [72] исследовано влияние теплового воздействия лазерного излучения при сварке термоупрочняемых сплавов АД37, В-1424, В96Ц. После сварки данных материалов

вследствие фазовых и структурных превращений наблюдается их разупрочнение в области шва и околошовной зоне. Оценивались такие параметры, как форма и размер ванны расплава, температура в ближайших к шву точках (околошовной зоне), время пребывания металла в этих точках при заданных температурах, скорость кристаллизации и остывания ванны.

В связи с тем, что лазерная сварка имеет большое количество преимуществ перед другими видами сварки, перечисленными выше, именно лазерное излучение стало использоваться в качестве источника высокой энергии для изготовления различных изделий из алюминиевых, титановых и железных сплавов с помощью аддитивных технологий. Свариваемость алюминиевых сплавов зависит от их склонности к образованию горячих трещин, поэтому не все известные сплавы относятся к группе свариваемых. Склонность алюминиевых сплавов к горячему растрескиванию зависит от величины эффективного интервала кристаллизации (ЭПР) и пластичности в хрупком интервале температур [73].

Таблица 1.1. Общие трудности при плавке, металлургические и технические особенности Al-сплавов [73].

Проблемы	Сплав	Факторы, приводящие к дефекту	Микроструктура	Решение
Горячие трещины	Сплавы с повышенной прочностью (2014, 6061, 7075)	<ul style="list-style-type: none"> • Диапазон температур затвердевания • Первичная фаза • Количество эвтектической жидкости на конечной стадии затвердевания • Зеренная структура 	<ul style="list-style-type: none"> • Грубая столбчатая дендритная структура - повышенная восприимчивость • Тонкая равноосная дендритная структура с достаточным количеством эвтектической жидкости - пониженная восприимчивость 	<ul style="list-style-type: none"> • Контроль соотношения компонентов при растворении • Контроль содержания второстепенных легирующих элементов • Измельчение зерен • Улучшение формы сварочной ванны • Магнитные дугогасящие колебания • Уменьшение деформаций за счет предварительного подогрева
Снижение прочности в зоне термического влияния	Деформируемые и термически упрочняемые сплавы	<ul style="list-style-type: none"> • Увеличение подвода тепла на единицу длины - увеличивает размер зоны термического влияния и время пребывания выше ЭИК 	<ul style="list-style-type: none"> • Деформированные зерна (из-за наклепа) имеют склонность к рекристаллизации и образованию зерен с меньшей прочностью 	<ul style="list-style-type: none"> • Снижение тепловой нагрузки - сварочные процессы, такие как электронная сварка или сварка плавящимся электродом
Ликвационное растрескивание	Сплавы с повышенной прочностью	<ul style="list-style-type: none"> • Широкая зона частичного плавления, высокая теплопроводность и широкий ЭИК. • Большая усадка при затвердевании • Высокое термическое сжатие 	<ul style="list-style-type: none"> • Жидкость по границам зерен 	<ul style="list-style-type: none"> • Соответствующий присадочный материал • Снижение тепловой нагрузки - многопроходная сварка и т.д. • Уменьшение степени удержания • Метод осциллирующей дуги

1.2.4. Влияние эффективного интервала кристаллизации на горячеломкость

При лазерной сварке и плавлении алюминиевых сплавов возможно образование двух видов трещин; в зоне плавления (FZ) могут образовываться трещины кристаллизации, а в зоне частичного плавления (PMZ) – трещины ликвации. На рисунке 1.13 показаны примеры ликвационного растрескивания и кристаллизационного растрескивания в кольцевых накладных швах алюминиевых сплавов. Как видно, кристаллизационные трещины возникают вдоль центральной линии сварного шва, в то время как ликвационное растрескивание происходит вдоль внешней кромки сварного шва. При обработке сплава ванну расплава окружает полутвердый металл [74]. Растрескивание при кристаллизации обусловлено формированием межкристаллитных трещин, как показано на рисунке 1.13а. На поверхности излома часто выявляется дендритная структура затвердевающего металла. Это свидетельствует о том, что формирование горячих трещин при кристаллизации происходит ближе к концу процесса затвердевания, когда дендриты почти полностью превратились в зерна, разделенные небольшим количеством жидкости в виде пленок по границам зерен. На этой стадии металл сварного шва восприимчив к растягивающим напряжениям/деформации, вызывающим образование трещин. Растягивающие напряжения/деформации могут возникать в металле шва, если он не может свободно сжиматься во время охлаждения, как в сильно стесненной заготовке, например, при сварке кольцевой наплавкой (рисунок 1.13). Из-за усадки при затвердевании и термического сжатия металл шва сжимается во время охлаждения [30,74], что приводит к формированию трещин.

На рисунке 1.14 показаны зоны, образующиеся при сварке; граница расплавленной ванны находится при температуре ликвидуса металла шва. Полутвердая зона (mushy zone), состоящая из дендритов (S) и междендритной жидкости, расположена за сварочной ванной (L). FZ или металл сварного шва (WM) представляет собой полностью затвердевший материал. Полутвердая зона, состоящее из частично расплавленных зерен металла (S) и межкристаллитной жидкости (L), находятся по бокам и перед расплавленной ванной. За частично расплавленными зернами на стенках ванны находится полностью затвердевший материал, называемый частично расплавленной зоной (PMZ). Здесь температура выше эвтектической температуры основного металла.

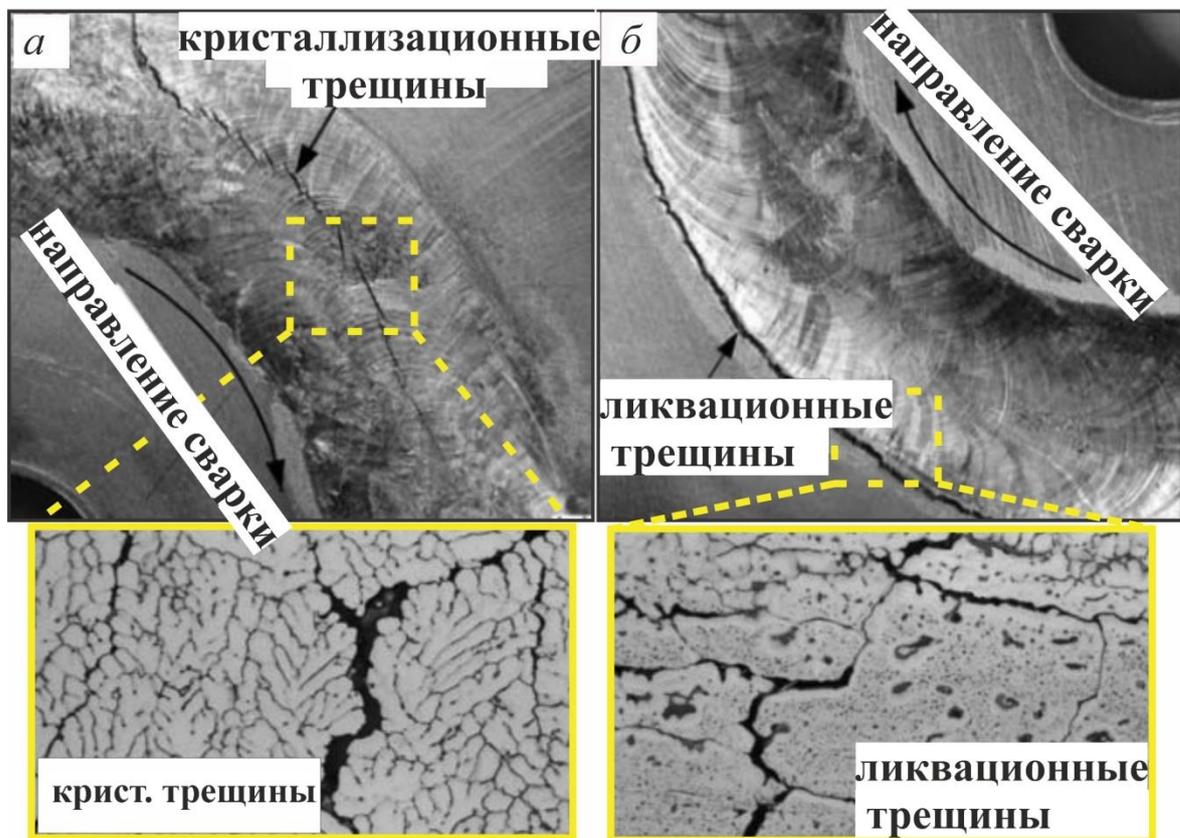


Рисунок 1.13. Изображения микроструктуры (ОМ), показывающие два типа трещин: (а) кристаллизационные трещины; б) ликвационные трещины. [75].

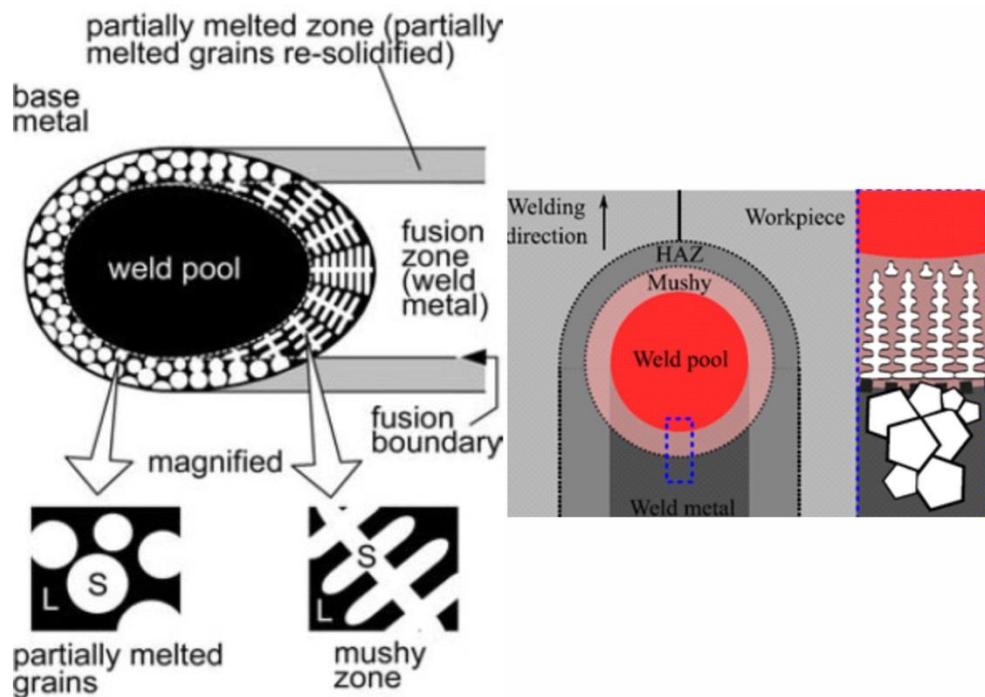


Рисунок 1.14. Схема, демонстрирующая частично расплавленные зерна основного металла и полутвердую зону (*mushy zone*) вокруг сварочной ванны сплава при сварке (например, кольцевой сварке) [74,76].

Эффективный интервал кристаллизации (ЭИК), количество и распределение жидкости на конечной стадии кристаллизации, первично кристаллизующаяся фаза, зернограничное поверхностное натяжение жидкости, пластичность кристаллизующегося металла шва, зеренная структура и склонность к усадке сварного шва— все эти факторы могут оказывать влияние на склонность сварного шва к растрескиванию в процессе кристаллизации. Первые два параметра зависят от микросегрегации в процессе затвердевания. На которую в свою очередь может влиять скорость охлаждения. В некоторых случаях скорость охлаждения также оказывает влияние на первично кристаллизующуюся фазу (например, в случае аустенитной нержавеющей стали). Кристаллизационные трещины Al и его сплавов связаны в первую очередь с содержанием легирующих элементов, так же как и в стальных сплавах, образование трещин при сварке плавлением протекает по тому же принципу в зависимости от состава сплава, что и образование трещин при литье [77]. Величина ЭИК, т. е. интервал между температурой начала линейной усадки и температурой солидуса системы, увеличивается с увеличением содержания второго компонента, проходит через максимум и уменьшается до нуля в эвтектических системах [72]. Взаимосвязь между образованием горячих трещин и химическим составом напряженных отливок из двойных сплавов алюминий-кремний показана на рисунке 1.15. Степень растрескивания достигает максимума примерно при концентрации Si, равной 0,5 %, а затем стремительно уменьшается с увеличением содержания кремния.

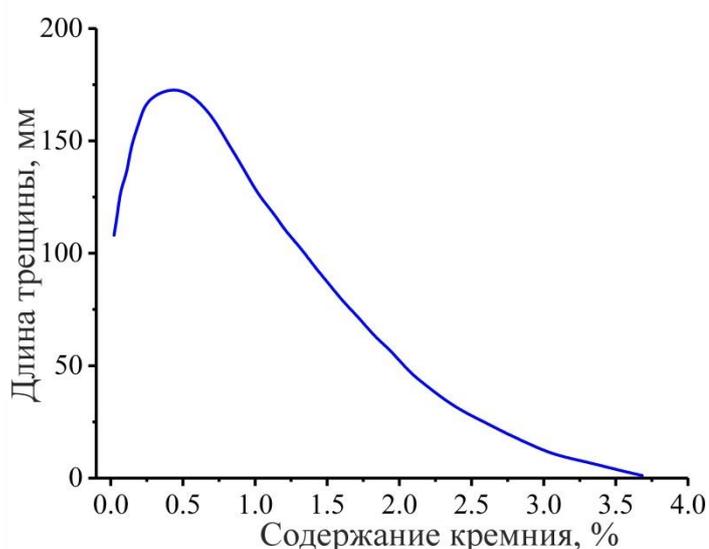


Рисунок 1.15. Зависимость длины трещины от концентрации Si (масс.%) в двойном литейном сплаве системы Al-Si [77].

Было показано, что расплавленные зоны с более мелкими равноосными зернами менее чувствительны к кристаллизационному растрескиванию в алюминиевых сплавах. Мелкие равноосные зерна могут легче деформироваться в соответствии с напряжениями сжатия, таким образом, они более пластичны. Залечивание трещин и подача жидкости также могут быть более эффективными в мелкозернистом сплаве. Кроме того, поскольку зернограничная область значительно больше в мелкозернистом материале, выделения с низкими температурами плавления меньше концентрируются по границам зерен. С другой стороны, на склонность PMZ к ликвационному растрескиванию могут влиять зеренная структура, степень ликвации, усадка металла шва, пластичность в горячем состоянии и уровень ограничения. Степень ликвации в PMZ определяется восприимчивостью материала к ликвации и количеством подведенного тепла. Восприимчивость алюминиевого сплава к ликвации увеличивается по мере увеличения диапазона температур затвердевания и доли жидкости при кристаллизации [30,78]. Сплав 7075, например, расплавляется значительно лучше, чем сплав AA6061, поскольку имеет более широкий ЭИК и большее количество жидкости при кристаллизации [79]. Ликвационное растрескивание можно контролировать, путем выбора металла основы, когда это возможно.

Использование мелкозернистых материалов помогает уменьшать ликвационное растрескивание из-за более низкой концентрации выделений, вызывающих ликвацию, и более высокой пластичности. Литые материалы особенно подвержены ликвационному растрескиванию из-за наличия легкоплавких фаз по границам зерен. Во время сварки в PMZ может произойти сильная ликвация границ зерен, что делает их очень восприимчивыми к ликвационному растрескиванию. Примером являются литая нержавеющая сталь 304 и литая коррозионно-стойкая аустенитная нержавеющая сталь. Ликвационное растрескивание можно уменьшить путем термической обработки отливок перед сваркой с применением гомогенизации. [80].

1.2.5. Влияние легирующих элементов на микроструктуру и механические свойства алюминиевых сплавов

Благодаря превосходному сочетанию механических, физических и трибологических свойств алюминий и его сплавы быстро приобрели промышленное значение. Есть несколько преимуществ использования этих материалов по сравнению с другими [81]. Некоторые из этих преимуществ включают высокую износостойкость, высокую удельную прочность, хорошую жаропрочность и высокую жесткость. Для получения требуемых свойств применяют легирование, термическую обработку и холодную обработку давлением. При

выборе легирующих элементов, следует учитывать их влияние друг на друга и их совместимость между собой. Легирующие элементы можно разделить на второстепенные и основные элементы, модификаторы микроструктуры или примеси; однако элементы-примеси в одних сплавах могут быть основными элементами в других [82].

В данном разделе было проанализировано влияние различных легирующих элементов, таких как основные элементы, элементы-модификаторы микроструктуры, и элементы-примеси, на микроструктуру и механические характеристики алюминиевых сплавов.

1.2.5.1. Влияние основных и второстепенных элементов на алюминиевые сплавы

Многие исследователи изучали влияние никеля (Ni) на жаропрочность алюминиевых сплавов; ими было показано, что Ni можно использовать для повышения жаропрочности литейных и деформируемых сплавов системы Al-(10-16) масс. %Si (вплоть до температуры 600 °F). Наилучшие показатели достигаются за счет производства большого объема и благоприятного распределения алюминидов никеля. Добавление большего количества Si, чем эвтектической концентрации, незначительно повысило жаропрочность, а легирование большей концентрацией Ni, чем эвтектической концентрации, еще сильнее повышало жаропрочность [83]. В алюминии и алюминиевых сплавах основными легирующими элементами обычно являются Mg, Si, Zn и Cu. Большинство алюминиевых литейных сплавов содержат кремний (Si) в качестве основного легирующего элемента. Из-за его малой растворимости в алюминии он осаждается в виде почти чистого Si, который является чрезвычайно твердым и улучшает сопротивление трению сплава [84]. Небольшая усадка и высокая жидкотекучесть обусловлены его низкой плотностью (2,34 г/см³), что позволяет снизить общий вес отливки.

С другой стороны, присутствие Si снижает коэффициент теплового расширения и механическую обрабатываемость сплавов. В зависимости от содержания Si в сплавах системы Al-Si их можно классифицировать на доэвтектические сплавы (менее 12 масс. % Si), эвтектические (от 12 до 13 масс. % Si) и заэвтектические (14-25 масс. % Si) [84,85]. Хотя Si и снижает температуру плавления алюминия, а также улучшает его жидкотекучесть, присутствие только Si в алюминии приводит к получению термически не упрочняемого сплава. В то же время, такой сплав способен к упрочнению при добавке Mg. В результате сплавы серии 4xxx включают в себя термически упрочняемые и термически неупрочняемые сплавы.

Сплавы 4xxx наиболее часто используются для изготовления присадочной проволоки для сварки плавлением и пайки алюминия. Согласно исследованию [86], было обнаружено,

что увеличение концентрации Si приводит к увеличению времени кристаллизации, и снижению температуры ликвидуса на 12%. Повышение предела прочности при растяжении (σ_B) наблюдалось при увеличении содержания Si от 8 до 15 масс. %, σ_B постепенно увеличивается с увеличением содержания Si примерно от 3 до 8 масс.%. Относительное удлинение постепенно увеличивалось с увеличением концентрации Si и достигало максимального значения при 12 масс.% Si. Первичный Si может образовываться в заэвтектическом сплаве при изменении состава эвтектики.

Медь (Cu) влияет на прочность и твердость литейных алюминиевых сплавов и термически упрочняемых и неупрочняемых сплавов при комнатной температуре и повышенных температурах эксплуатации. Легирование медью также может улучшать обрабатываемость сплавов за счет повышения твердости. С другой стороны, Cu обычно снижает коррозионную стойкость алюминия, а в некоторых сплавах также увеличивает склонность к коррозии под напряжением [85]. Было проведено исследование влияния Cu на микроструктуру и свойства сплавов системы Al-Si-Mg. Были исследованы литые алюминиевые сплавы A356 с содержанием 0,2-2,5 масс. % Cu, полученные в разных условиях: после литья в графитовую изложницу, в песок, чугунную и медные формы. Показано, что предел прочности сплава с 1,5 масс. % Cu увеличился при использовании графитовой формы и после термической обработки по режиму T6. Предел прочности увеличивался в результате выделения медьсодержащей фазы в междендритных областях, вызванного увеличением содержания меди. Следовательно, максимальные механические свойства были получены в сплаве с 1,5 масс. % меди, отлитом в графитовую форму [87].

Магний (Mg) значительно повышает прочность алюминиевых сплавов и улучшает их закалочные свойства. Он может обеспечить отличную свариваемость, коррозионную стойкость и прочность [88,89]. Упрочняющая фаза Mg_2Si , обеспечивающая повышение прочности, образуется при одновременном легировании Si и Mg. Влияние легирования Mg на распределение частиц графита в матричных композитах из алюминиевого сплава исследовано авторами Zhengang Liu et al. [90]. В данном исследовании Mg был добавлен к промышленному алюминию в качестве поверхностно-активного вещества для предотвращения образования кластеров частиц. Результаты исследования показали, что содержание графита увеличивается с увеличением концентрации Mg.

Mg увеличивает прочность алюминия за счет твердорастворного упрочнения и увеличения способности к деформационному упрочнению. Сплавы с добавкой Mg являются самыми прочными термически неупрочняемыми алюминиевыми сплавами, поэтому они широко используются в конструкционном строительстве. Добавление Si и Mg к алюминиевым сплавам приводит к образованию силицида магния (Mg_2Si). Более того,

образование этого соединения обеспечивает возможность термообработки сплавов серии бxxx. Во многих исследованиях было проанализировано влияние добавок Zn и Cu на механические свойства алюминиевых сплавов [91]; в данном исследовании авторами было показано что твердость, прочность и предел текучести AA6063 могут быть значительно повышены за счет легирования 14-16 масс. % Zn. Энергия удара значительно возрастает при добавлении Zn более 16 масс. %. При увеличении количества Zn в AA6063 улучшаются следующие свойства, такие как предел текучести, прочность, относительное удлинение и энергия удара. Пластичность зависит от размера частиц Mg_2Si и их распределения в твердом растворе, а также от количества фазы Mg_2Si . Добавление Cu в матрицу алюминия минимизирует выделение других интерметаллидов на поверхности матрицы увеличивает как предел прочности, так и предел текучести. При добавлении 8 масс. % Cu, объемная доля фазы Mg_2Si снижалась с увеличением содержания частиц других интерметаллидов в матрице, что привело к снижению прочности и предела текучести, и увеличению твердости. Добавление Cu в пределах 2-4 масс. % позволило повысить энергию удара и прочность на растяжение без снижения твердости. Влияние легирования Cu и Zn на различные механические свойства сплава AA6063 показано на рисунке 1.16.

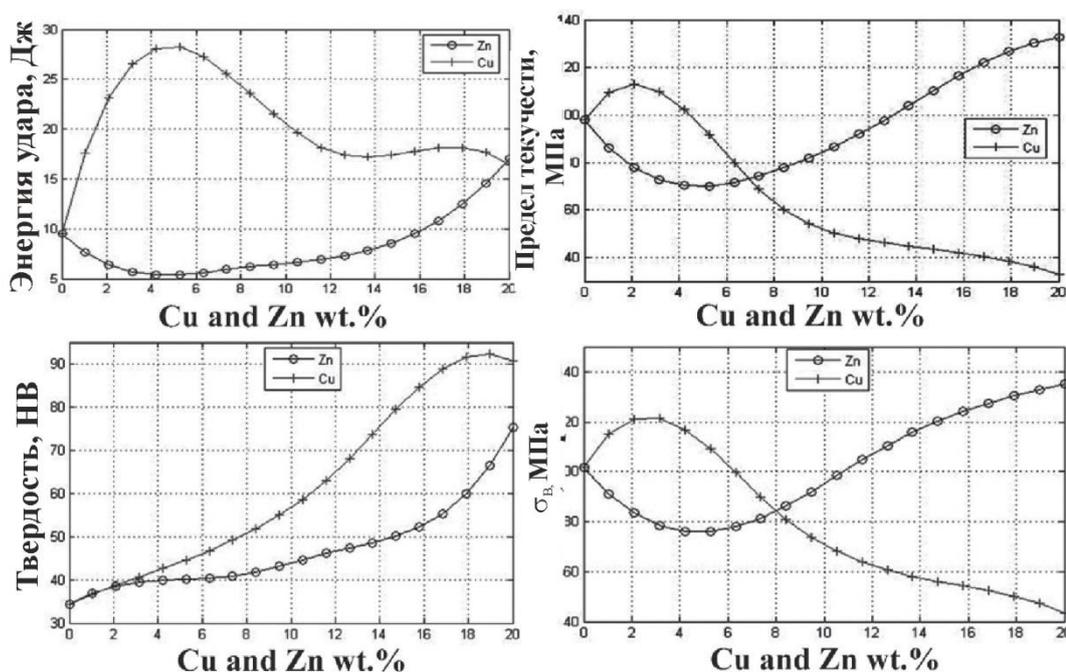


Рисунок 1.16. Механические свойства сплава AA6063 с разными концентрациями Cu и Zn [91].

В работе [92] исследовано влияние добавки марганца (Mn) на механические свойства высокопрочных алюминиевых сплавов (серии 7000). При увеличении содержания Mn в алюминиевых сплавах более чем на 0,5 масс. %, наблюдалось значительное увеличение как

предела прочности, так и предела текучести без снижения пластичности, как показано на рисунке 1.17. Следовательно, легирование марганцем алюминиевых сплавов позволяет повысить усталостные характеристики, коррозионную стойкость и прочность при растяжении.

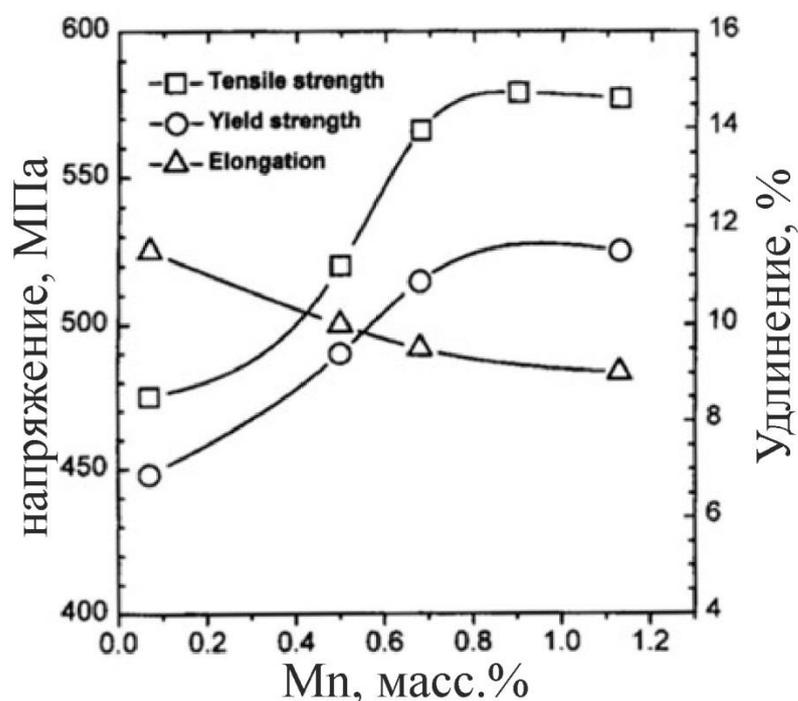


Рисунок 1.17 Влияние содержания Mn на свойства при растяжении алюминиевого сплава серии 7000 [92].

В техническом алюминии хром (Cr) является незначительной примесью. Хром является основным легирующим элементом во многих деформируемых алюминиевых сплавах. Он образует дисперсоиды, которые контролируют рост зерен и препятствуют зарождению дислокаций [93]. Cr может быть добавлен в качестве переходного легирующего элемента в литейные сплавы Al-Si для повышения жаропрочности сплава [94].

Это связано с образованием интерметаллидных соединений с высокой термической стабильностью, таких как фазы α -AlCrSi, α -Al(Cr, Fe)Si и α -Al(Fe, Mn, Cr)Si. В работе [95] авторы исследовали влияние Cr на механические свойства, микроструктуру и жидкотекучесть алюминиевого сплава Al-Si-Zn-Cu-Mg (LM6). Согласно результатам этого исследования, добавление Cr увеличило ударную вязкость алюминиевых сплавов (LM6). Добавление Cr улучшило механические свойства, такие как ударная вязкость и твердость, на 46,8% и 37,9 %, соответственно. Увеличение количества включений или первичных интерметаллидов в расплаве снижает критическую долю твердых частиц у вершины потока, уменьшая длину текучести и время течения. Более высокие концентрации Mn приводят к

более высокой плотности дисперсоидов и, таким образом, к более сильному ингибирующему влиянию на рекристаллизацию [96].

Эффект одновременного легирования алюминиевых сплавов бxxx серии Mn и Cr может заключаться в выделении мелких дисперсоидов фазы α -Al(MnCrFe)Si с высокой плотностью и термической стабильностью в процессе гомогенизации сплавов системы Al-Mg-Si-Cu, содержащих Mn и Cr. Было показано, что Mn оказывает существенное влияние на число и морфологию дисперсоидов. Соотношение сторон и число дисперсоидов в сплавах увеличивались при увеличении содержания Mn. α -дисперсоиды, содержащие Mn и Cr могут эффективно замедлять рекристаллизацию и стабилизировать микроструктуру во время горячей деформации и после термообработки на твердый раствор, так как сдерживают движение дислокаций и миграцию (суб)границ зерен [96].

1.2.5.1 Влияние модификаторов зерна и переходных элементов

За последние несколько десятилетий в промышленности и научных кругах тщательно изучались способы уменьшения размера зерен алюминиевых сплавов с целью разработки эффективных измельчителей зерна и лучшего понимания механизмов измельчения зерна [97–99]. Также обсуждалось, что образование тонкой и равноосной зернистой структуры желательно в процессах литья, потому что это снижает горячее растрескивание, улучшает механические свойства и увеличивает жидкотекучесть для подавления усадочной пористости и обеспечивает более равномерное мелкодисперсное распределение вторичных фаз [100].

Хорошо известно, что добавление микроэлементов в алюминиевые сплавы сильно влияет на процесс выделения дисперсоидов, в том числе на их морфологию, изменяя дисперсность и кристаллическую структуру образующихся выделений. Добавление редкоземельных элементов в алюминиевые сплавы успешно улучшает их микроструктуру и механические свойства [101–103]. Скандий (Sc) является наиболее эффективным элементом для повышения прочности, измельчения зерна, подавления рекристаллизации и термической стабильности за счет образования частиц избыточной фазы Al_3Sc . Согласно Ройсету и др. [104], образование Al_3Sc в виде первичной и вторичной фаз улучшает характеристики сплавов Al со Sc. Первичная фаза Al_3Sc образуется в процессе кристаллизации, что приводит к измельчению зерна [105].

Вторичная фаза Al_3Sc , размером 2-100 нм, образующаяся в процессе термообработки, может обеспечивать значительное дисперсионное твердение и хорошую стойкость к рекристаллизации. Было показано, что измельчение двойных сплавов системы Al-Sc может быть достигнуто только в заэвтектической области при масс.% Sc > 0,55 [106–108]. На рисунке 1.18 показано влияние скандия на сплав Al-4,5 масс.% Cu в доэвтектической области

и в заэвтектической области. Однако из-за высокой стоимости скандия следует, что будут применяться другие более дешевые редкоземельные элементы, для того чтобы уменьшить количество требуемого скандия, что позволит производить более доступные алюминиевые сплавы с превосходными механическими свойствами. Цирконий (Zr), другой эффективный и менее дорогой редкоземельный элемент, является подходящим элементом для частичной замены скандия с целью измельчения зерна и повышения прочности, благодаря образованию частиц Al_3Zr . С другой стороны, сплавы, содержащие Sc, имеют более мелкие зерна, чем сплавы, содержащие Zr, из-за более высокой скорости диффузии у атомов Sc в расплаве, чем у атомов Zr [109–111].

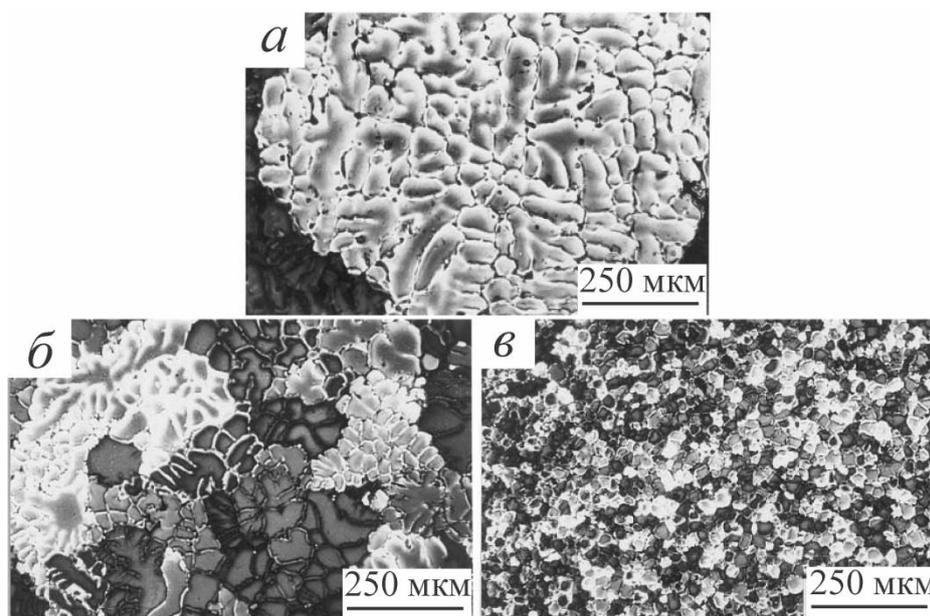


Рисунок 1.18. Микроструктура сплавов после кристаллизации (с высокой скоростью охлаждения): (а) Al-4.5Cu; (б) 4.5Cu+0.3Sc; (в) 4.5Cu+0.8Sc [112].

Другими наиболее распространенными измельчителями зерна для большинства алюминиевых сплавов являются тройные лигатуры Al-Ti-B, что связано с их высокой способностью к зародышеобразованию и широким промышленным применением [113]. Существует два типа механизма измельчения зерен: зародышеобразующий и по принципу растворения. Зародышевый тип связан с гетерогенным зарождением первичных зерен α -Al на нерастворимых подложках, которые действуют как центры зародышеобразования. А второй тип включает роль растворенных элементов в процессе измельчения [99]. На измельчение зерна влияют как зародыши, так и растворенные частицы. Растворенные атомы Ti сегрегируют и предотвращают рост зародышеобразующих частиц, тем самым делая доступным большее количество центров зародышеобразования для зарождения первичных

зерен α -Al [99,114]. Влияние Al-5Ti-1B на зеренную структуру алюминиевого сплава технической чистоты показано на рисунке 1.19.

Кроме того, Ti играет две роли в процессе плавления. Во-первых, создание обогащенной Ti зоны приводит к формированию монослоя Al_3Ti , необходимого для зародышеобразования Al на стабильных подложках TiB_2 . Небольшие однородные и равноосные зерна алюминия образуются из-за комбинации множества эффективных зародышей и ограничения их роста. Избыток Ti оказывает важное влияние на зародышеобразование алюминиевого сплава (монослой Al_3Ti на TiB_2) и рост, даже если он рассматривается только как следовая примесь. Несколько исследований показали, что добавление измельчителей зерна, таких как Al-5Ti-1B, Sc, Zr и комбинация Sc-Zr, способствует формированию мелкозернистой и равноосной структуры, что улучшает механические свойства сплава в литом состоянии [115].

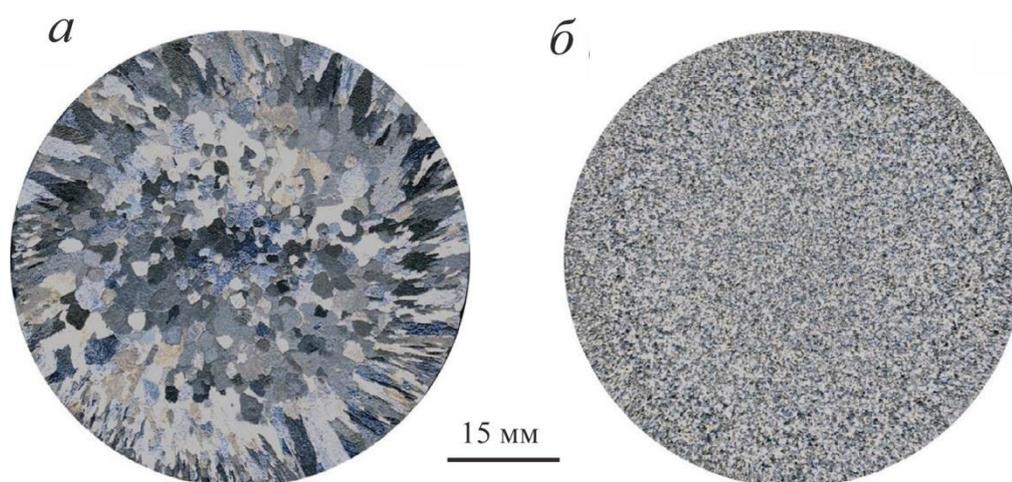


Рисунок 1.19. Макроструктуры алюминия технической чистоты; (а) без добавки измельчителя, и (б) с 0.2% Al-5Ti-1B [116].

Можно сделать вывод, что выбор легирующих элементов зависит от требований к материалам и их эффекта. Si увеличивает жидкотекучесть и снижает температуру плавления, что улучшает литейные свойства алюминиевых сплавов при небольшом увеличении прочности. Mg существенно упрочняет и улучшает деформационное упрочнение алюминиевого сплава. Кроме того, Mg обладает хорошей свариваемостью, коррозионной стойкостью и высокой прочностью. Si сильно влияет на твердость и прочность литейных алюминиевых сплавов, как термически упрочняемых, так и не упрочняемых что улучшает обрабатываемость сплавов за счет увеличения твердости матрицы. Ni повышает жаропрочность и твердость.

1.2.6. Улучшение алюминиевых сплавов для лазерной обработки

Ряд факторов усложняет аддитивные технологии производства алюминиевых сплавов, в том числе плохая сыпучесть порошков, наличие оксидов на поверхности порошков, высокая теплопроводность материала и низкая поглощательная способность алюминиевых сплавов для длин волн, характерных для некоторых лазерных источников [5]. Высокая теплопроводность и низкая поглощающая способность требуют много энергии для плавления порошка, что еще больше усложняет процесс, приводя к испарению легирующих элементов высоким давлением паров, таких как Mg и Zn [117–121].

В аддитивном производстве используются два типа алюминиевых сплавов: высокопрочные и малопрочные. К первой категории относятся литейные сплавы системы Al-Si с высоким содержанием Si, которые обладают отличной жидкотекучестью и усадочными свойствами при затвердевании [62,122]. Установлено, что литые образцы этого сплава имеют аналогичные или более высокие прочностные характеристики, чем Al10SiMg, который является наиболее изученным среди этих сплавов [6,123].

1.2.7. Влияние легирующих и модифицирующих элементов на лазерную обработку

Небольшое количество кремния (Si) может привести к росту зерен в традиционных отливках на 2:3 масс.%. В результате для механических свойств сплавов системы Al-Si часто свойственна анизотропия [124]. Вторая категория сплавов — это дисперсионно-упрочненные алюминиевые сплавы, такие как сплавы 7xxx (AlZnCuMg), 2xxx (AlCuMg) и 6xxx (AlMgSi), обычно используемые в качестве деформируемых сплавов. Они также имеют широкий диапазон температур кристаллизации на заключительных стадиях затвердевания, что делает их более восприимчивыми к горячему растрескиванию во время затвердевания [122,125]. С этой целью возникает необходимость использования лигатур для измельчения зерна.

Кроме того, из-за преимущественного испарения Zn и Mg, полученные 3D-печатью дисперсионно-твердеющие сплавы часто характеризуются разным составом по высоте наплавленного материала. Прочность наплавленного материала может быть значительно увеличена путем простой термической обработки со старением для этих сплавов, что делает их пригодными для аддитивного производства. Чтобы контролировать микроструктуру и конечные свойства полученного материала, было предпринято несколько подходов для улучшения аддитивной обработки алюминиевых сплавов. В частности, в хорошо зарекомендовавшей себя литературе по литью описываются методы измельчения зерна путем модификации состава сплава.

Наиболее распространенным методом измельчения зерна в процессе литья является добавление в расплав лигатуры Al-Ti-B. Это обеспечивает выделение модифицирующих

частиц TiB_2 , которые, как полагают, содержат промежуточный слой Al_3Ti для усиления зародышеобразования [126,127].

В соответствии с успешным использованием лигатуры Al-Ti-B в качестве измельчителя зерна в отливках, их использовали для легирования алюминиевых сплавов в процессах аддитивного производства, и сообщалось о значительном измельчении зерна и сдерживании роста зерен [128–132]. Имеются данные о том, что добавление Zr помогает улучшить полученную микроструктуру алюминиевых сплавов при использовании атомно-слоевого синтеза (АС). В процессе кристаллизации в расплаве сначала образуются частицы фазы Al_3Zr , и эти частицы образуют гетерогенные центры зародышеобразования первичной фазы $\alpha-Al$ [125]. Измельчение зерна также достигается за счет добавления Sc. Подобно Zr, частицы Al_3Sc в расплаве обеспечивают образование гетерогенных центров зародышеобразования для первичного $\alpha-Al$. Дополнительным преимуществом использования добавок Sc в процессах аддитивного производства является то, что возможно достичь более высокого уровня растворимости Sc из-за высокой скорости кристаллизации [133]. На Рисунке 1.20 показаны различия в микроструктуре стандартных сплавов и сплавов, модифицированных различными легирующими элементами. Полученная структура после L-PBF имеет мелкое зерно при отсутствии трещин. Мелкие зерна успешно увеличивают общую площадь границ зерен на единицу объема, упрочняя материал и подавляя образование межкристаллитных трещин [134].

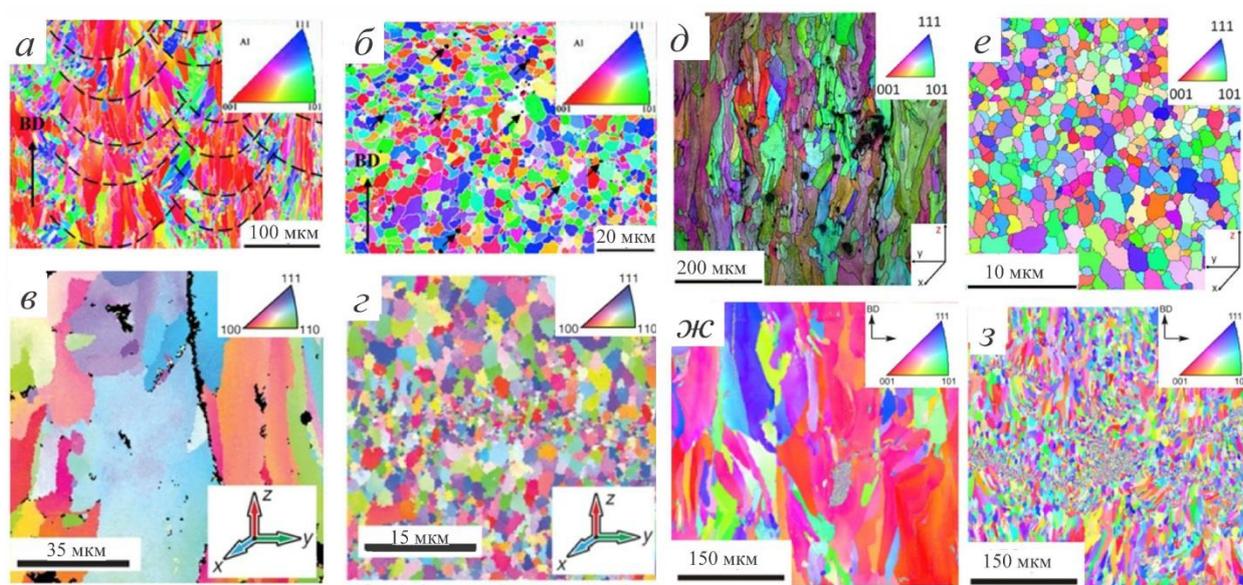


Рисунок 1.20. EBSD карты стандартных алюминиевых сплавов и модифицированных различными легирующими элементами в процессе L-PBF (а) $Al10SiMg$, (б) $TiB_2/Al10SiMg$, [128] (в) $Al7075$, (г) $Zr/Al7075$, [135] (д) $Al-Mg-Zr$, (е) $Sc/Al-Mg-Zr$, [136] (ж) $Al7075$, and (з) $Si/Al7075$ [62].

1.2.8. Алюминиевые сплавы, применяемые в производстве порошков для аддитивных технологий в различных отраслях промышленности

Регулирование микроструктуры в процессе лазерной плавки и аддитивной сварки является одной из самых больших проблем, стоящих перед этими процессами. SLM характеризуется небольшими объемами расплавленного металла, которые подвергаются быстрому охлаждению, обычно из-за очень больших температурных градиентов [137].

Высокие скорости охлаждения являются результатом теплового потока между лазерными дорожками, что приводит к росту более крупных столбчатых зерен [138]. Кроме того, это связано с эпитаксиальным ростом [139,140], приводящим к образованию столбчатых зерен. Для преодоления этих препятствий были предприняты попытки оптимизировать условия аддитивной обработки. К примеру, оптимизация мощности лазера и скорости сканирования может приводить к изменению размера зерен [138–141]. Несмотря на то, что контроль параметров обработки является одним из подходов, есть другой вариант, заключающийся в разработке сплавов, содержащих измельчители зерна, которые позволяют создавать однородные мелкозернистые структуры и способствовать переходу от столбчатого типа структуры к равноосному в условиях быстрого охлаждения в процессе SLM. Например, измельчение зерна путем добавления лигатуры Al-Ti-B до сих пор остается одним из наиболее эффективных путей измельчения зерна, доступных для алюминиевых сплавов на сегодняшний момент [142,143].

1.2.8.1 Сплавы системы Al-Zn-Mg

Термически упрочняемые сплавы системы AlZnMgCu относятся к серии 7xxx алюминиевых деформируемых сплавов [144]. Zn увеличивает склонность к горячему растрескиванию алюминиевых литейных сплавов, а также склонность к коррозионному растрескиванию под напряжением алюминиевых деформируемых сплавов; следовательно, эти последствия ограничивают его применение. Однако легирование Zn деформируемых алюминиевых сплавов позволяет достичь максимальных свойств при растяжении при добавлении других элементов. Добавление Cu к Al, Mg и Zn вместе с небольшими количествами Cr и Mn приводит к получению высокопрочных алюминиевых сплавов.

В системе легирования AlZnMgCu - Zn и Mg контролируют процесс старения. Влияние Cu заключается в увеличении скорости старения за счет образования зародышей фазы CuMgAl₂. Cu также повышает чувствительность к закалке при термообработке этих сплавов и стойкость к коррозии под напряжением. Небольшие добавки Cr и Zr оказывают заметное влияние на механические свойства и коррозионную стойкость деформируемых

сплавов серии 7xxx [145–147]. Помимо своей склонности к образованию очень грубых структурных составляющих с другими примесями или добавками, такими как Mn, Fe и Ti, Sr используется для контроля зеренной структуры, предотвращения роста зерна в сплавах Al-Mg и предотвращения рекристаллизации в сплавах Al-Si-Mg или в сплавах Al-Mg-Zn во время горячей обработки давлением или термической обработки, в то время как Zr используется для повышения температуры рекристаллизации и контроля структуры в деформируемых изделиях Al-Mg-Zn. Наиболее хорошо известными примерами сплавов системы Al-Cu-Mg-Zn являются сплавы 7075 и 7475.

Для повышения технологичности алюминиевых сплавов в лазерной обработке (LMP), контроля микроструктуры и характеристик обрабатываемого материала используются различные подходы, такие как измельчение зерна и контроль скорости кристаллизации [59,62,126]. Было предпринято много попыток разработать сплав без трещин, и обладающий высокими характеристиками; однако при лазерном плавлении происходило образование трещин и пор [18,19]. Кроме того, испарение Zn и Mg в процессе LMP сплава AA7075 часто приводит к изменению состава обрабатываемого материала. Так, в своей работе, Мартин и др. [135] показали, что образование трещин можно устранить путем добавления наночастиц зародышей во время лазерного аддитивного производства с целью контроля затвердевания. Полости и горячие трещины были вызваны усадкой затвердевания междендритной жидкости, оставшейся между дендритными зернами [135]. Равноосные зерна, которые ведут себя как гранулированное твердое вещество с низким сопротивлением, могут уменьшать влияние оставшейся жидкости. Мелкие зерна увеличивают общую площадь границ зерен на единицу объема, что упрочняет материал и устраняет межкристаллитные трещины [134].

Схема контроля образования трещин в процессе кристаллизации зарождением новых зерен с помощью измельчителей зерна показана на рисунке 1.21а. Частицы порошка с наночастицами с соответствующей решеткой (рисунок 1.21б) приводят к гетерогенному зарождению первичных равновесных фаз во время охлаждения ванны расплава. Решающее значение переохлаждения, необходимая для обеспечения равномерного роста, уменьшается за счет обеспечения большой плотности гетерогенных центров зародышеобразования с низким энергетическим барьером перед фронтом затвердевания. Это позволяет получить мелкозернистую равноосную структуру, при формировании которой предотвращается растрескивание и компенсируется деформация в условиях затвердевания. Эта технология позволяет применять аддитивное производство к ранее не воспроизводимым высокоэффективным сплавам, таким как AA6061 или AA7075, с улучшенными свойствами по сравнению с доступными в настоящее время системами сплавов [135].

Полное устранение трещин связано с изменениями микроструктуры, что показано на рисунке 1.22. Образование кристаллизационных трещин многих материалов, может быть теоретически обнаружено по кривым затвердевания (рисунок 1.22а). Для сплавов, склонных к образованию горячих трещин, характерны широкие интервалы кристаллизации между температурами ликвидуса и солидуса и резкое изменение кривой кристаллизации при высоком содержании твердой фазы. Стойкость к горячему растрескиванию может быть повышена за счет снижения разности температур между солидусом и ликвидусом или уменьшения доли твердой фазы. Первичные включения Zr способствуют равноосному росту, что облегчает восприятие деформаций термического сжатия, возникающих при кристаллизации, в результате чего сплав, вопреки общепринятому мнению, обладает высокой устойчивостью к горячим трещинам, по сравнению с Al7075 без Zr. (рисунок 1.22г).

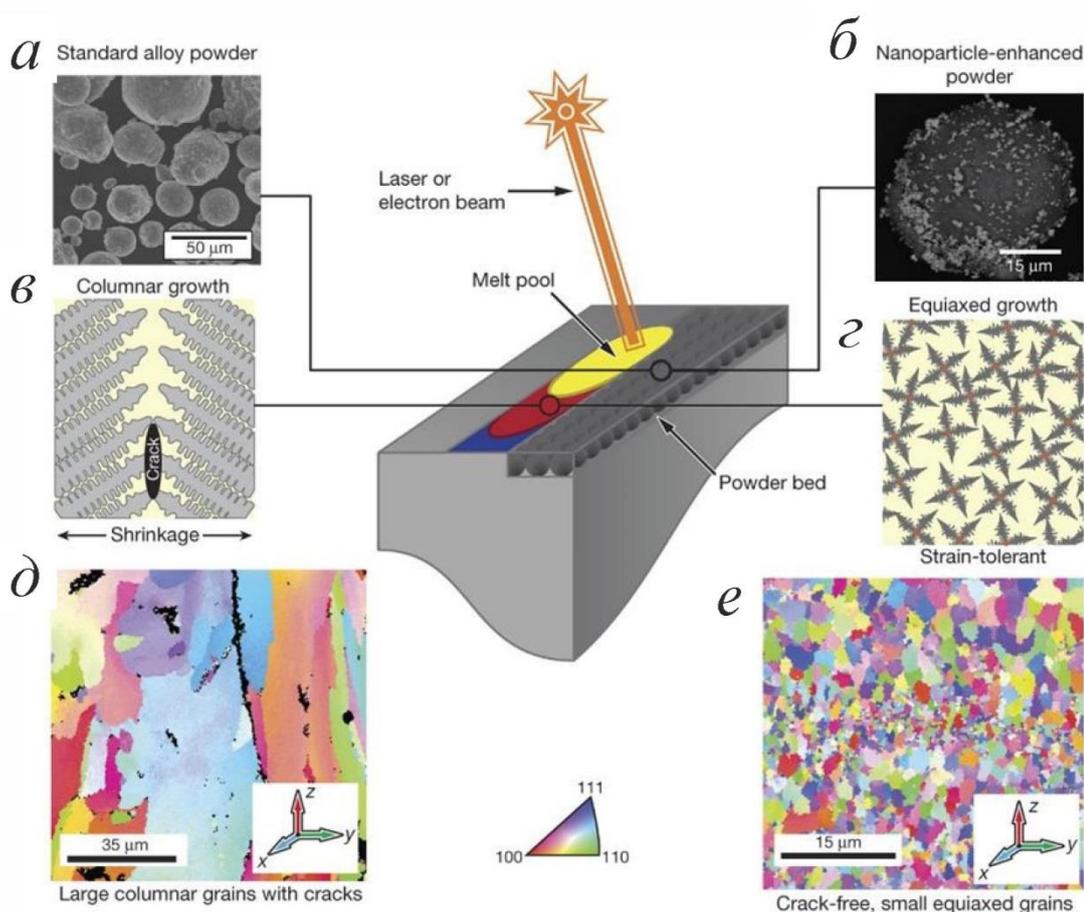


Рисунок 1.21. Центральная схема, представляющая собой обзор процесса аддитивного производства, при котором прямой источник энергии расплавляет слой металлического порошка (желтый), который затвердевает (от красного до синего), сплавляясь с предыдущим слоем металла (серый), (а) Стандартное сырье в виде порошка сплава AA7075, (б) порошок AA7075, функционализированный наночастицами, (в) многие сплавы, включая AA7075, имеют тенденцию к затвердеванию за счет столбчатого роста дендритов, (г) подходящие наночастицы, которые могут вызывать гетерогенное зародышеобразование и способствовать равноосному росту зерен, и (д) сплавы, с недопустимой микроструктурой с крупными зернами и периодическими трещинами [135]

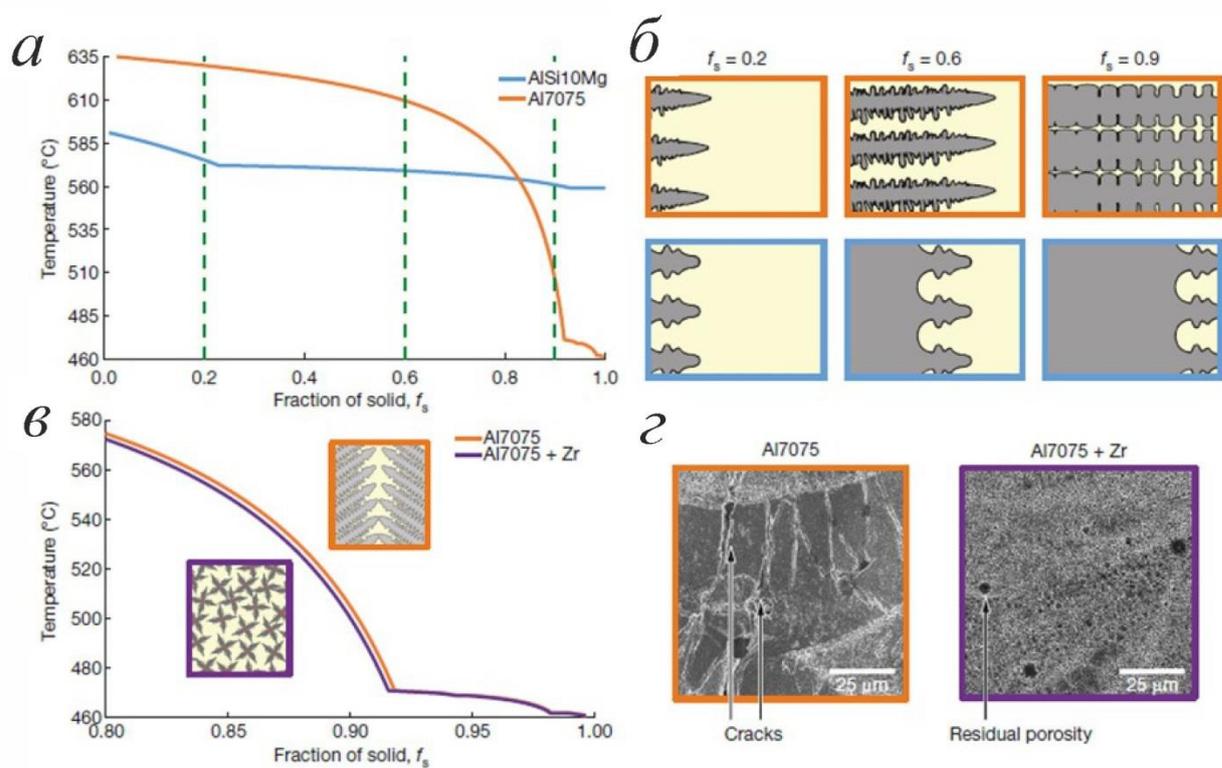


Рисунок 1.22. (а) Кривые затвердевания для сплавов Al7075 и AlSi10Mg, (б) Схематическое изображение верха затвердевания в сплаве Al7075, и низа в AlSi10Mg; Три панели в каждом ряду, соответствующие твердым фракциям, (в) Добавление циркония к сплавам Al7075 (фиолетовый) и (г) СЭМ) изображения микроструктур сплава Al7075 без Zr и с Zr [135]

1.2.8.2. Сплавы на основе системы Al-Cu

Системы Al-Cu и Al-Cu-Mg (2xxx) являются стандартными для давно и широко используемых деформируемых сплавов. Литейные сплавы системы Al-Cu-Mg отсутствуют в российском ГОСТ 1583-93 [148] и не используются в промышленности в качестве литейных. Они доступны по американскому стандарту [149], а их состав очень близок к составу дюралюминия. К литейным сплавам на основе системы Al-Cu относится AA224, а литейный сплав AA206 является американским представителем системы Al-Cu-Mg. Основными легирующими элементами и примесями в сплавах Al-Cu являются Mn, Mg, Ti, Zr, Cr, Fe, Si и Ni. Оптимальная концентрация Cu обычно составляет около 5%, согласно двойной фазовой диаграмме [150], и при нагреве под закалку Cu из фаз кристаллизационного происхождения должна полностью переходить в твердый раствор, однако это не всегда осуществимо при наличии некоторых другие добавок, таких как Ni, Fe и Mn. Марганец вводят в количестве до 1%, чтобы он полностью вошел в состав твердого раствора (Al) в процессе кристаллизации. При нагреве под закалку почти весь марганец выделяется в виде дисперсоидов фазы $Al_{20}Cu_3Mn_2$.

Никель в сплавах системы Al-Cu образует соединения Al_6Cu_3Ni или $Al_3(Ni, Cu)_2$, повышающие жаростойкость, но снижающие концентрацию Cu в алюминиевой матрице, снижая прочностные свойства при комнатной температуре [150]. Магний вводят в американские литейные сплавы обычно в количестве до 2 %, что приводит к образованию фазы S (Al_2CuMg), которая выделяется при неравновесной кристаллизации с составом тройной эвтектики. При последующем старении ее метастабильные модификации значительно повышают прочностные свойства.

Наиболее популярными сплавами системы Al-Cu-Mg, используемыми в аддитивных технологиях, являются деформируемые сплавы серии 2xxx, которые имеют близкий состав с литейным сплавам. На примере сплава AA 2024 было показано, что после селективного лазерного напыления предел прочности этого сплава составляет примерно 400 МПа, в то время как в литом состоянии 185 МПа [151]. Также было показано, что при увеличении плотности энергии более чем на 340 Дж/мм^3 относительная плотность изделий превышает 99,5 %, а микротрещины и дефекты полностью исчезают. Повышение прочности объясняется значительным изменением дисперсности фаз, зерен и твердорастворного упрочнения в процессе SLM (рисунок 1.23).

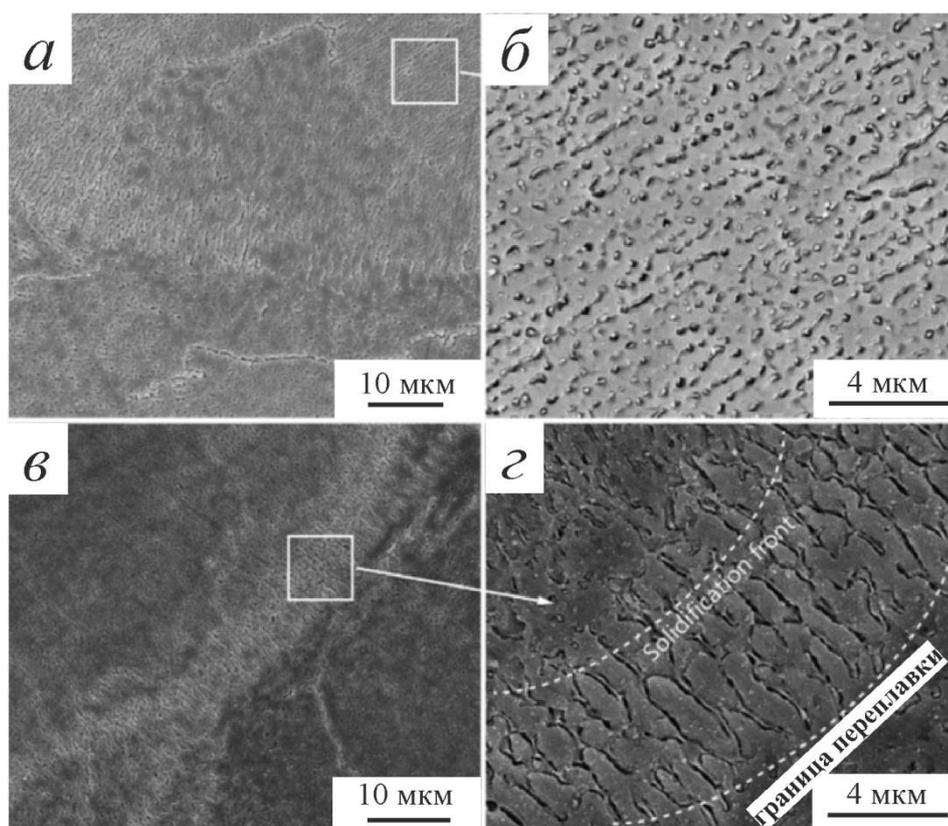


Рисунок 1.23. СЭМ-изображения плотного образца сплава Al–Cu–Mg, полученного SLM: поперечное сечение (а) и (б), вертикальное сечение (в) и (г) [151].

В работе [59] показано, что добавка Zr приводит к формированию ультрамелкозернистой структуры, значительному снижению горячих трещин и повышению предела прочности до 450 МПа. На рисунке 1.24 показаны микроструктуры сплавов Al-Cu-Mg и Al-Cu-Mg-Zr при различных скоростях процесса.

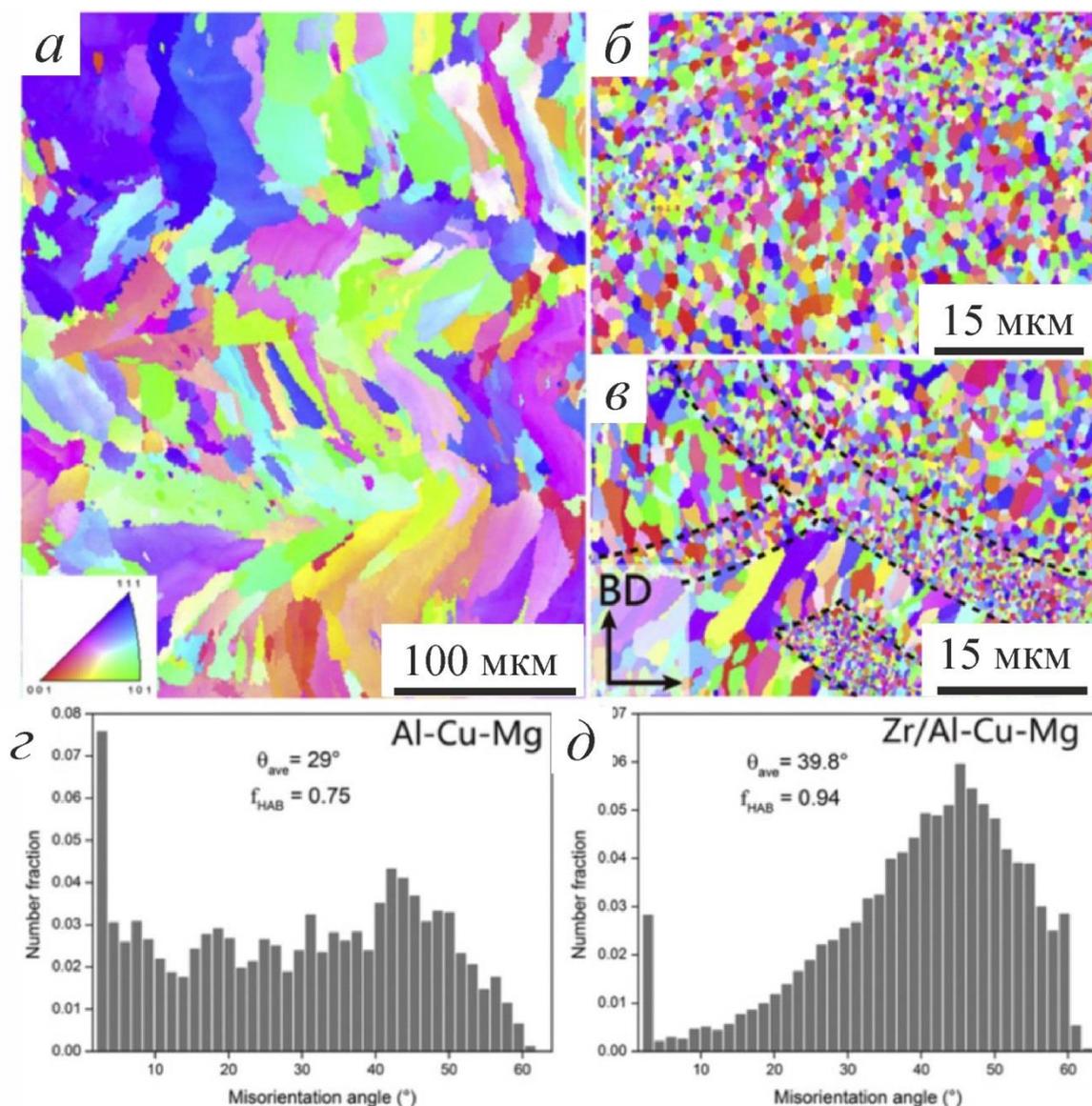


Рисунок 1.24. EBSD-карты образца Al-Cu-Mg, полученного со скоростью $v=5$ м/мин (а), и образца Zr/Al-Cu-Mg при $v=5$ м/мин (б) и $v=15$ м/мин (в), соответственно. (г, д) – распределение углов разориентации [59].

Высокая склонность сплава Al-Cu-Mg к растрескиванию при затвердевании является одной из проблем его использования в лазерных и аддитивных технологиях. Горячие (затвердевающие) трещины возникают во время кристаллизации, когда сплав проходит через диапазон температур, в котором пластичность очень низкая. Растрескивание начинается в этом диапазоне температур, когда термические деформации растяжения превышают предел напряжения, необходимого для возникновения трещины во время затвердевания (рисунок 1.25) [152]. Согласно недавним исследованиям по восприимчивости этого материала к

лазерному растрескиванию, высокие скорости охлаждения и быстрое затвердевание вызывают растрескивание в алюминиевых сплавах.

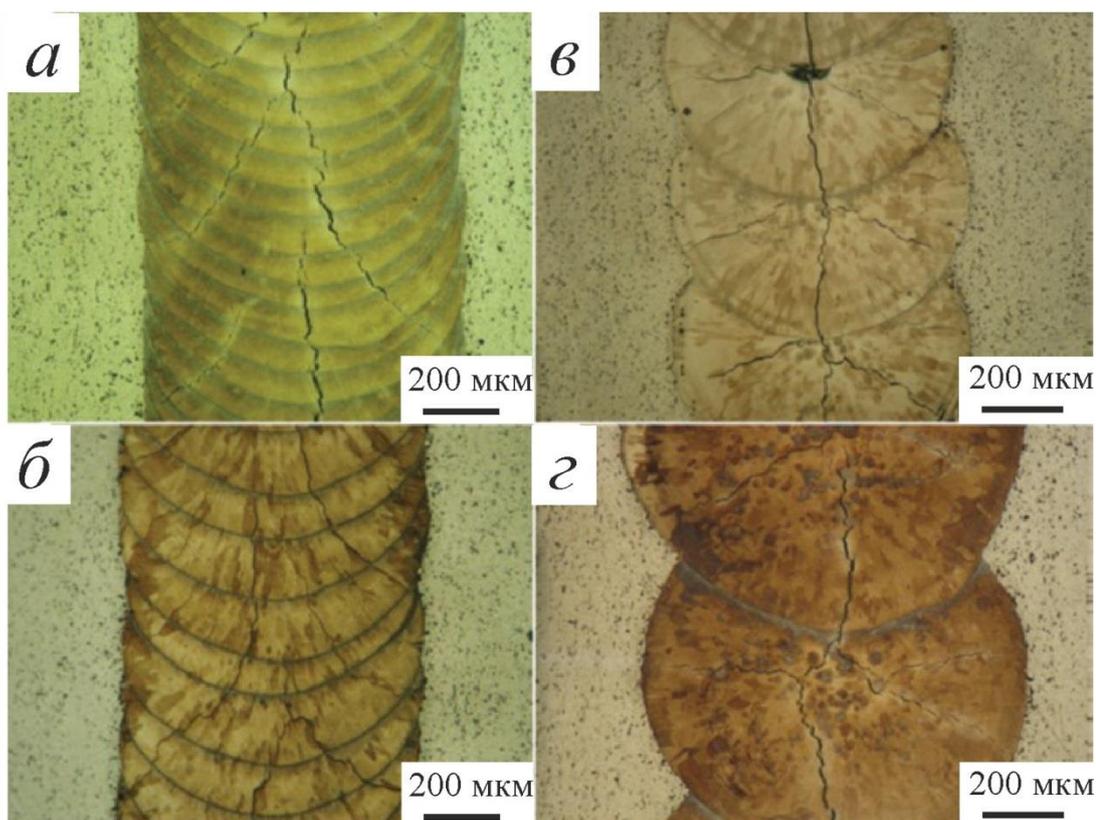


Рисунок 1.25. Оптическая микрофотография поверхностного лазерного плавления AA2024 с различной степенью перекрытия а) 92%, (б) 85%, (в) 55% и (г) 35% перекрытия [152].

Второй способ борьбы с кристаллизационными трещинами для этого сплава заключается в предварительном нагреве образцов перед лазерной обработкой, как показано на рисунке 1.26. Вероятность растрескивания при затвердевании снижается при использовании предварительного нагрева. Предварительно нагретые образцы имеют меньшую склонность к возникновению трещин из-за более низкой скорости наведенной деформации, а не из-за более медленной скорости подачи наполнителя. Поскольку более высокая локальная деформация и более низкие скорости потока жидкости играют наиболее важную роль в распространении трещин, эффективный предварительный нагрев не может остановить распространение трещин по линиям сплавления между импульсами. С другой стороны, расширение предыдущих трещин от ранее нагруженных импульсов может предотвратить возникновение новых трещин в последующих импульсах [153].

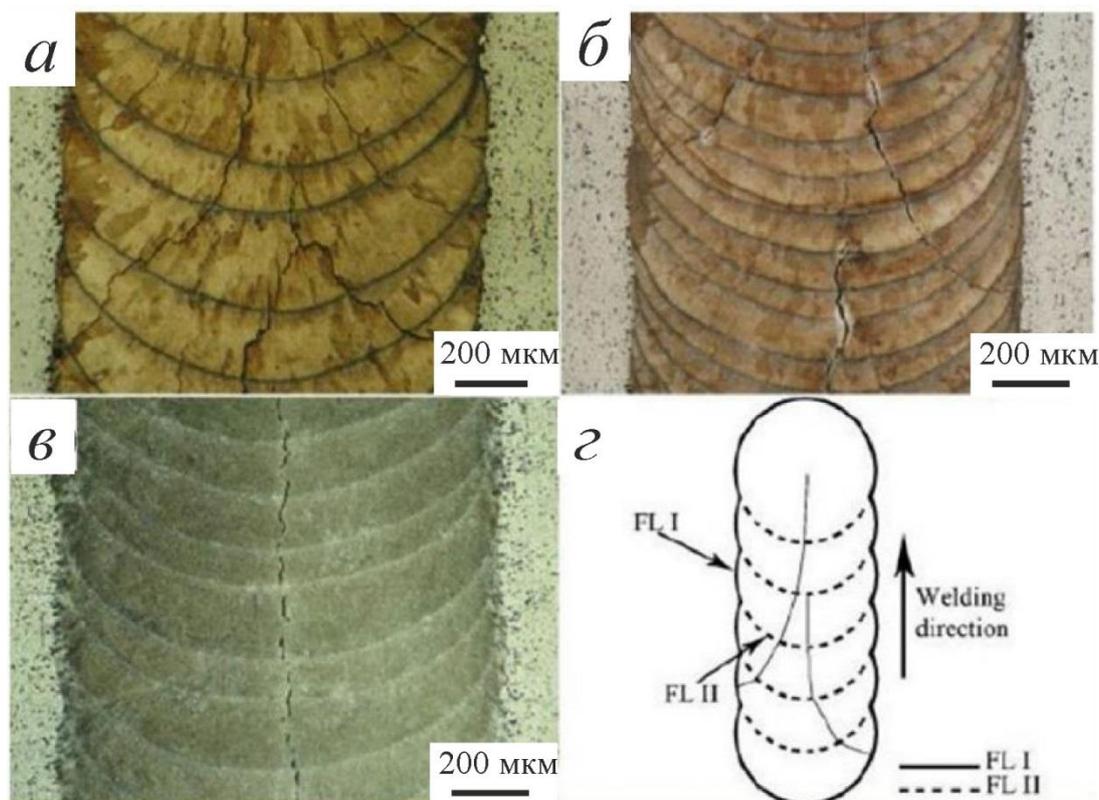


Рисунок 1.26. Оптическая микрофотография (а) без предварительного нагрева образца; (б) с предварительным нагревом до 350°C; (в) до 250°C; (г) схематическая иллюстрация типичной морфологии трещины затвердевания и различных линий сплавления при импульсной лазерной сварке [153]

1.3 Заключение

Для полного понимания свойств алюминиевых сплавов, и их влияния на обработку в процессе лазерной плавки и технологиях SLM был проведен представленный выше литературный обзор. В нем так же приведены свойства алюминиевых сплавов и влияние параметров обработок.

Как обсуждалось во введении, данная работа посвящена исследованию высокопрочных алюминиевых сплавов, обработанных лазерным плавлением, с целью разработать новые сплавы без дефектов и улучшенными механическими свойствами. Существуют очевидные области применения высокопрочных алюминиевых сплавов для SLM, и для этого появляется все больше способов разработки деформируемых сплавов, упрочняемых старением. Однако подходящие сплавы трудно поддаются обработке, поскольку они склонны к растрескиванию. Были также обсуждены наиболее распространенные типы сплавов, упрочняемых старением, с целью правильной оценки потенциальных сплавов.

- Для исследования были выбраны сплавы двух серий AA7xxx и AA2xxx, которые являются наиболее популярными высокопрочными сплавами для

многих областей применения. В литературных источниках ранее было показано, что проведенная обработка этих сплавов не дала хороших результатов.

- Наиболее распространенными структурными дефектами в технологиях лазерной плавки являются пористость, кристаллизация, ликвационные трещины и неоднородная зеренная структура. Пористость зависит от плотности энергии и состава сплава. Кристаллизационные трещины, образующиеся в зоне сплавления, зависят от эффективного интервала кристаллизации и пластичности в хрупком интервале температур. Для уменьшения образования горячих трещин основной металл необходимо нагревать для уменьшения градиента температуры, а также легировать или увеличивать содержание кремния для увеличения количества эвтектических фаз.
- Снижение чувствительности к кристаллизационному растрескиванию может быть достигнуто тремя способами: изменением диапазона затвердевания и характеристик плавления, улучшением зеренной структуры путем добавления большего количества центров зародышеобразования, а также регулированием температурного градиента и скорости охлаждения. Было показано, что добавление Zr, Sc и Si к сплавам AA2xxx, AA7xxx и изменение их химического состава помогает снизить чувствительность к растрескиванию. К примеру, Si улучшает жидкотекучесть расплава, чтобы снизить чувствительность к трещинам и вызывать образование некоторых фаз с целью заполнения трещин, Zr может измельчать зерна.

Глава 2

Методика проведения экспериментов

В этой главе подробно описаны исследуемые материалы и этапы экспериментальной работы, которые представлены на рисунке 2.1.

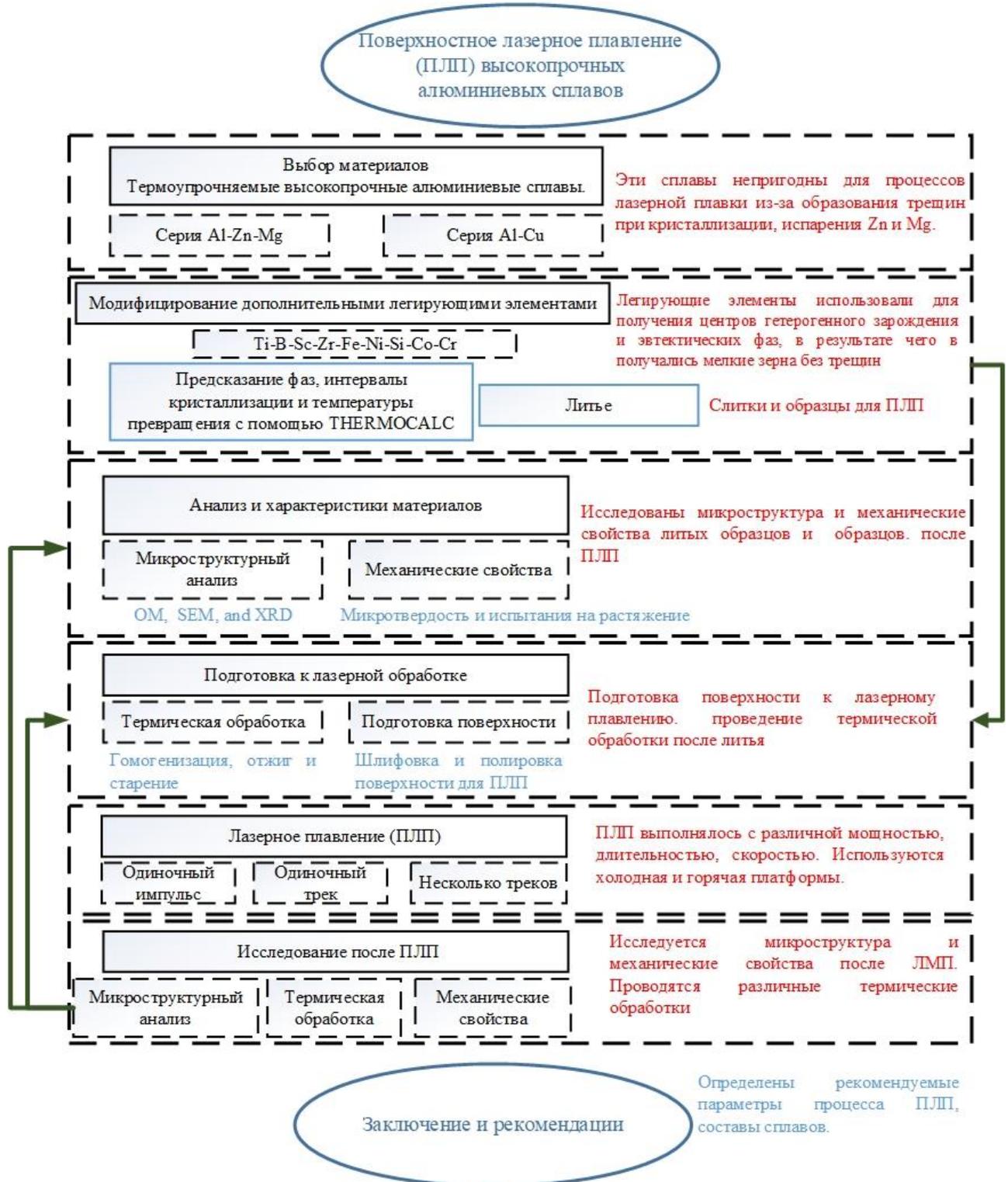


Рисунок 2.1 – Иллюстрация этапов работы и материалов исследования

2.1. Материалы

Материалами исследования в работе выбраны высокопрочные термоупрочяемые сплавы, характеризующиеся высоким уровнем механических свойств. Данные группы сплавов имеют широкое применение во многих отраслях промышленности из-за их хороших свойств в литом и деформируемом состояниях. Основным недостатком применения таких сплавов для использования методов лазерной сварки и аддитивного производства – появление горячих трещин во время высокоинтенсивного лазерного плавления. Эта проблема свойственна для сплавов с широким интервалом температур кристаллизации. Как упоминалось в обзоре литературы (глава 1), модифицирование сплавов дополнительными элементами может минимизировать интервал кристаллизации. Таким образом, основной целью настоящей работы является изучение влияния добавок, режимов термообработки и обработки лазерным плавлением с быстрым затвердеванием на микроструктуру и свойства выбранных сплавов. Для исследования, в качестве базовых, были выбраны сплавы систем Al-Zn-Mg-Cu, Al-Zn-Mg, Al-Cu и Al-Cu-Mg, например, сплавы аналогичные стандартным AA7075 и AA2024. Химический состав базовых исследуемых сплавов имеет в обозначении буквы “st” и представлен в таблице 2.1.

2.1.1 Выбор дополнительных легирующих элементов

Сплавы выбранных систем ограничены для аддитивного производства и применения лазерной сварки из-за неблагоприятной морфологии первичных кристаллов, избыточных фаз и появления горячих трещин. Однако они представляют особый интерес как материалы для аддитивного производства, поскольку относятся к группе высокопрочных сплавов.

Выбор конкретных составов сплавов, их химического состава с учетом содержания элементов-модификаторов был выполнен при помощи программы ThermoCalc™. Программное обеспечение ThermoCalc с базой данных TCAL4 (Thermo-Calc Software, Стокгольм, Швеция) использовали для анализа фазовых диаграмм, образующихся фаз, температур превращения и эффективных интервалов кристаллизации, дающих возможность оценить склонность сплавов к горячему растрескиванию. Подходящие легирующие элементы выбирали в зависимости от результатов расчетов эффективного интервала кристаллизации (ЭИК) и прогноза возможности образования необходимых фаз. Составы исследуемых в данной работе сплавов (стандартные и модифицированные) сведены в таблицу 2.1. Исследуемые сплавы условно разделены на две группы: сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu и системы Al-Cu-Mg. Для сравнения в табл. 2.1 приведены диапазоны составов сплавов B95 и D16, относящихся к указанным системам.

Таблица 2.1. Химический состав экспериментальных сплавов систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg, согласно ЭДА-анализу

No.	Состав сплава	Элементы, масс. %														ЭИК, °C	Тверд ость, HV	Размер зерна, мкм
		Zn	Mg	Cu	Cr	Mn	Sc	Zr	Ti	B	Fe	Ni	Co	Si	Al			
	B95 (ГОСТ 4784-2019)	5 – 7.3	1.8 - 2.8	1.4 - 2	0.1-0.25	0.2-0.6			0.05		0.5	0.1		0.5				
1	7075-st	7.2 ± 0.3	2 ± 0.2	1.4	0.28	0.29	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	150	129 ± 5	272 ± 20
2	7075-ScZr	7.1 ± 0.3	2.4 ± 0.1	1.5	0.29	0.28	0.28	0.41	--	--	--	--	--	--	Bal.	135	142 ± 4	12±1
3	7075-TiB	6.9 ± 0.2	2.2 ± 0.1	1.45	0.27	0.29	--	--	1	0.2	--	--	--	--	Bal.	139	139 ± 5	23±2
4	7075-FeNi	7	2.1	1.3	0.27	0.3	--	--	--	--	0.96	0.98	--	--	Bal.	131	157 ± 9	250±31
5	7075-FeNiCo	7	2.5	1.5	0.3	0.3	--	--	--	--	0.99	1	0.5	--	Bal.	125	190 ± 4	237±74
6	7075-FeNiTiBCo	6.7	1.9	1.3	0.28	0.3	--	--	0.6	0.2	0.92	0.9	0.48	--	Bal.	126	178± 8	29±7
7	7075-TiB-0.1Zr	6.64	2.16	1.2	0.24	0.28	--	0.12	0.42	0.084	--	--	--	--	Bal.	130	122 ± 5	22±1
8	7075-TiB-0.2Zr	6.23	2.16	1.2	0.3	0.25	--	0.25	0.49	0.095	--	--	--	--	Bal.		128 ± 2	23±2
9	7075-TiB-0.5Zr	6.63	2.18	1.2	0.26	0.22	--	0.5	0.49	0.095	--	--	--	--	Bal.		136 ± 2	25±3
10	7075-2Si	7.3	1.8	1.4	0.28	0.3	--	--	--	--	--	--	--	1.8	Bal.	210	135±3	242±90
11	7075-ScZr-2Si	7.1	1.6	1.7	0.3	0.3	0.23	0.44	--	--	--	--	--	1.7	Bal.	215	136±5	12±3
12	7075-TiB-2Si	7	1.81	1.6	0.3	0.3	--	--	1.2	0.51	--	--	--	1.7	Bal.	180	138±4	21±6
13	7075-4Si	6.4	2.2	1.1	0.3	0.23	--	--	--	--	--	--	--	4	Bal.	145	125 ± 3	297±90
14	7075-ScZr-4Si	6.4	1.9	1	0.29	0.3	0.29	0.4	--	--	--	--	--	4.2	Bal.	140	135 ± 4	19±4
15	7075-TiB-4Si	6.7	1.8	1.2	0.26	0.3	--	--	1	0.2	--	--	--	3.9	Bal.	140	131 ± 5	29±8
16	7020-st	4.5	1.43	--	0.27	0.28	--	0.28	--	--	--	--	--	--	Bal.	160	100± 4	188±15
17	7020-0.5Ti-0.1B	4.45	1.36	--	0.3	0.28	--	0.28	0.5	0.1	--	--	--	--	Bal.	120	115 ± 7	19±2
18	7020-2Ti-0.4B	4.41	1.4	--	0.3	0.28	--	0.28	1.81	0.36	--	--	--	--	Bal.		131 ± 3	17±1
19	7020-3Ti-0.6B	4.5	1.4	--	0.3	0.2	--	0.2	2.8	0.56	--	--	--	--	Bal.		145 ± 2	15±1
.	Д16 (ГОСТ 4784-2019)	0.25	1.2-1.8	3.8-4.9	0.1	0.3-0.9	--	--	0.15	--	0.5	--	--	0.5	Bal.			
20	2024-st	--	1.2	4.2	--	1.04	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	117	116± 3	361±66
21	2024-ScZr	--	1.4	3.5	--	0.99	0.27	0.41	--	--	--	--	--	--	Bal.	108	124± 7	26±2
22	2024-TiB	--	1.44	3.9	--	1.08	--	--	1.08	0.21	--	--	--	--	Bal.	105	128 ± 3	23±2
23	2024-Cr	--	1.4	4.09	0.72	0.9	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	104	122±2	118±16
24	2Cu	--	--	2.3	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	77	--	--
25	4Cu	--	--	3.5	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	82	--	--
26	7.5Cu	--	--	7.4	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	57	--	--
27	2.5Zn1Mg1.5Cu	2.5 ± 0.2	1.3	1.5	0.29	0.27	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	160	--	--
28	2.5Zn1Mg1.5Cu-ScZr	2.3 ± 0.1	0.9 ± 0.2	1.47	0.3	0.29	0.23	0.45	--	--	--	--	--	--	Bal.	180	--	--
29	2.5Zn1Mg1.5Cu-TiB	2.4 ± 0.1	1.03±0.02	1.48	0.25	0.24	--	--	1	0.2	--	--	--	--	Bal.	170	--	--
30	12Zn2.5Mg1.5Cu	12.2 ± 0.14	2.5 ± 0.1	1.49	0.28	0.28	--	--	--	--	--	--	--	--	Bal.	140	--	--
31	12Zn2.5Mg1.5Cu-ScZr	12 ± 0.3	2.5 ± 0.1	1.46	0.25	0.3	0.28	0.4	--	--	--	--	--	--	Bal.	126	--	--
32	12Zn2.5Mg1.5Cu-TiB	12.6 ± 0.1	2.3 ± 0.1	1.5	0.27	0.25	--	--	1	0.2	--	--	--	--	Bal.	130	--	--

Для приготовления исследуемых сплавов использовали чистые металлы: алюминий марки А95, чистый цинк (Ц0), чистый магний (Мг95) и лигатуры Al-10% Mn, Al-3,5% Zr, Al-2% Sc, Al-5% Ti-1% В, Al-10% Cr, Al-53,5% Cu, Al-10% Fe, Al-10% Ni и Al-12% Si.

Плавку сплавов проводили в электропечи сопротивления в графитово-шамотных тиглях при температуре 850 °С, за 10-15 минут до разливки; температуру печи снижали до 750-800 °С. В начале расплавляли более тугоплавкие элементы и/или основные элементы, затем добавляли цинк и магний с помощью титанового «колокольчика» для предотвращения угарания. Расплавленные сплавы разливали в водоохлаждаемую медную изложницу с внутренними размерами 65×35×20 мм³, обеспечивающую скорость охлаждения 15 °К/с.

Для определения химического состава слитков использовали энергодисперсионный анализ (ЭДА) (Х-МАХ80, Oxford Instruments) (методика получения образцов и режимы будут подробно описаны в разделе «Микроструктурные исследования»).

2.2. Подготовка поверхности образцов к лазерной обработке

Образцы толщиной 1,5-2 мм для проведения поверхностного лазерного плавления (ПЛП) вырезали из слитков на электроэрозионном станке. Перед лазерной обработкой вырезанные образцы были подготовлены с использованием стандартной процедуры механической шлифовки на бумаге разной дисперсности и полировки на станке Struers LaboPol-5 (Struers APS, Ballerup, Дания), затем обработаны водным раствором 10% NaOH и 15% HNO₃. После удаления оксидной пленки и осветления поверхности проводили промывку в проточной воде и сушку для удаления влаги.

2.3. Лазерная обработка

ПЛП образцов исследуемых сплавов в литом состоянии осуществляли на установке импульсного лазерного плавления (МУЛ-1-М-200; ООО «Латиком», Москва, Россия) с импульсно-периодическим Nd: YAG -лазером с длиной волны излучения 1064 нм. Фокусное расстояние составляло 10 см. В качестве защитной атмосферы использовали аргон высокой чистоты, подаваемый в обрабатываемую зону под давлением 0,6 МПа. Образцы закрепляли с помощью тисков, установленных на столе установки для лазерной сварки. Параметры процесса лазерной обработки были выбраны исходя из их влияния на микроструктуру и характеристики зоны лазерного оплавления. Напряжение питания лазера варьировали от 290 до 350 В (табл. 2.2), длительность импульса — от 10 до 12 мс, скорость перемещения

образцов (скорость сканирования) для треков — 1 мм/с и для одиночных импульсов – 8 мм/с, перекрытие — от 0,15 до 0,3 мм. Поверхность образцов обрабатывали точечными импульсами, дорожками с одинарным, двойным и тройным проходами (треками), квадратами размерами 10×10 и 5×5 мм², как показано на рисунке 2.2. ПЛП квадратных форм проводили при разных температурах: комнатной и с использованием подогреваемой платформы. Температуру контролировали с помощью термопары К-типа. Диапазон температур нагрева платформы составлял от 150 до 450°С.

Таблица 2.2 – Параметры лазерной обработки

Сплав	Напряжение, В	Выдержка, мс	Скорость сканирования, мм/с	Частота, Гц	Перекрытие, мм
7075	300	12	1 - для трека/ 8 - для единичного импульса	5	0.15
7075- TiBZr					
7075-2Si					
7075-4Si					
7020					
7075-FeNi	290	13			
2024	12				
Al-Cu	310	10			

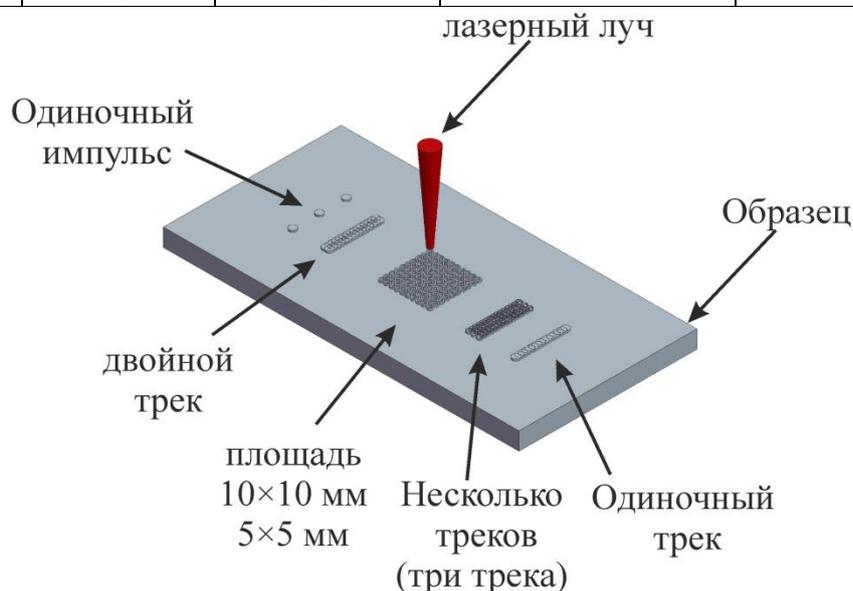


Рисунок 2.2 – Процесс лазерной обработки

2.4. Микроструктурные исследования

Микроструктуру литых образцов и после ПЛП исследовали с помощью оптического/светового микроскопа (ОМ) Axiovert 200 MMAT (Carl Zeiss, Оберкохен, Германия) и сканирующего электронного микроскопа Tescan-VEGA3 (Tescan Brno s.r.o., Кохутовице, Чехия).

Образцы, были механически шлифованы и полированы для анализа микроструктуры с использованием установки Struers-Labopol-5 (Struers APS, Ballerup, Дания). Для фиксации на машине Struers-Labopol-5 небольшие образцы запрессовывали в полимерную цилиндрическую форму с внутренним диаметром 25 мм. Шлифовку проводили на бумаге SiC различной зернистости абразива (180, 360, 800, 1200, 2400 и 4000). Полировку проводили в 20%-ном водном растворе коллоидной суспензии на основе кремнезема. Полированные поверхности подвергали оксидированию при напряжении 20 В в течение 20 с в 10%-ном водном растворе $\text{H}_3\text{BO}_4 + \text{HF}$, для изучения зеренной микроструктуры с помощью поляризованного света в оптическом микроскопе.

Средний размер зерна во всех сплавах измеряли методом случайных секущих по ГОСТ 5639-82. Для расчета использовали не менее 5 секущих на каждой фотографии микроструктуры, суммарно анализировали не менее 300 зерен для каждого состояния.

2.5. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Температуры плавления сплавов определяли методом дифференциального термического анализа на калориметре Setaram Labsys (SETARAM Instrumentation, Caluire, Франция). Испытания проводили в воздушной атмосфере. Использовали небольшие образцы размером $3 \times 3 \times 5$ мм. Погрешность измерения температуры составляла $\pm 1^\circ\text{C}$. Исследования проводили в диапазоне температур 20-1000 $^\circ\text{C}$. Скорость нагрева и охлаждения составляла $5^\circ\text{C}/\text{мин}$.

2.6. Термическая обработка сплавов

Термообработку образцов проводили в электропечи «Nabertherm», погрешность поддержания температуры $\pm 5^\circ\text{C}$. После литья, вырезанные образцы, подвергали гомогенизационному отжигу в соответствии с полученными данными ДСК-анализа. Кроме того, обработанные лазером образцы сплавов Al-Zn-Mg-Cu подвергали закалке в воде, затем искусственному старению при различных температурах и времени. Режимы закалки и старения будут указаны в соответствующих разделах. Литые сплавы системы 7075 гомогенизировали при 460 $^\circ\text{C}$ в течение 3 часов. После ПЛП образцы подвергали закалке в воду после выдержки при 460 $^\circ\text{C}$ в течение 7 ч и старению при 150 $^\circ\text{C}$ в течение разного времени для контроля прокаливаемости сплавов в разных условиях.

Литой сплав Al-Zn-Mg-Cu+4%Si и модифицированные ScZr и TiB гомогенизировали при температуре 500 $^\circ\text{C}$ в течение 6.5 ч. Сплавы Al-Zn-Mg-Cu с разной добавкой TiBZr подвергали гомогенизационному отжигу при 460 $^\circ\text{C}$ в течение 8 ч.

Al-Zn-Mg сплавы (AA7020) с TiB гомогенизировали при температуре 550 °С в течение 2 ч, тогда как сплавы Al-Cu-Mg-Mn (AA2024) – при 480 °С, 20 ч, двойные сплавы Al-Cu – при 510 °С от 1 до 72 ч.

2.7. Рентгенофазовый анализ (XRD)

В данной работе для определения наличия фаз и их состава в исследуемых сплавах использовали рентгенограммы. Образцы анализировали на дифрактометре AXS Bruker с использованием характеристического излучения меди ($\lambda = 0,154051$ нм) в режиме пошаговой съемки, с шагом $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$ и временем экспозиции в каждой точке 4 с. Ускоряющее напряжение 30 кВ, ток 25 мА.

2.8. Подогрев образцов во время ПЛП

Для нагрева основного металла в процессе лазерной обработки использовали внешний нагреватель с тремя режимами работы. Фактические уровни температуры составляли: уровень А – от 105 до 130 °С, уровень В – от 250 до 280 °С и уровень С – от 390 до 430 °С. Во время ПЛП образцы нагревали до разных температур для изменения скорости охлаждения ванны расплава, при этом в процессе лазерной обработки, температура постепенно повышалась. Температуру определяли при помощи термопары, закрепленной на расстоянии 5 мм от обрабатываемой дорожки (рисунок 2.3).

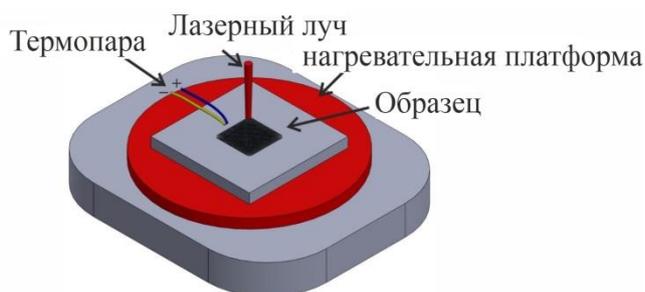


Рисунок 2.3 – Схема проведения лазерной обработки с подогревом подложки для основного металла

2.9. Измерение температуры обрабатываемых образцов

Температуру нагрева основного металла в процессе лазерной обработки определяли термопарой К-типа (хромель-алюмель) с использованием аналого-цифрового преобразователя (АЦП) на частоте 5 кГц. Термопару закрепляли в центре образцов рядом с зоной лазерного плавления (ЗЛП), будь то одиночные, двойные треки или квадраты. Схема крепления термопары показана на рисунке 2.4.

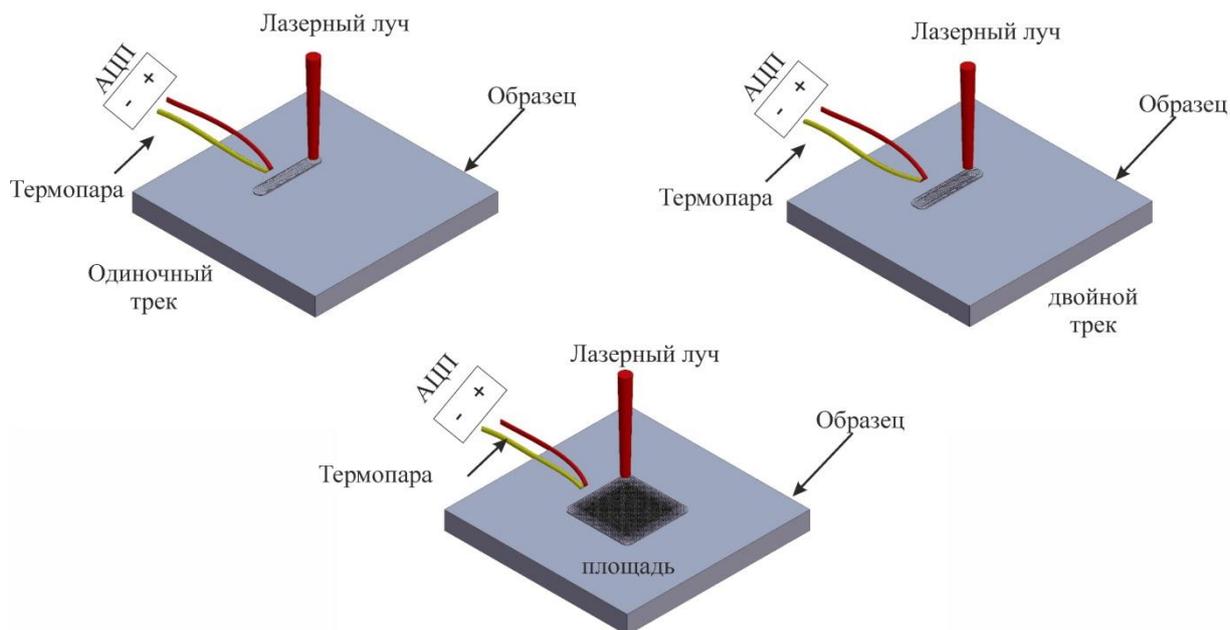


Рисунок 2.4 – Схема крепления термопары при лазерной обработке

2.10. Механические свойства

2.10.1 Твердость

Твердость по Виккерсу измеряли с помощью лабораторного твердомера Вильсона (WOLPERT UN930, Wilson Hardness, Шанхай, Китай) по ГОСТ 2999-75, где индентором является четырехгранная алмазная пирамида с углом при вершине 136° . Каждое вдавливание выполняли при нагрузке 50 Н в течение 15 с. Затем измеряли диагональ отпечатка D , оставшегося на поверхности образца. Значения твердости HV определяли как среднее арифметическое пяти измерений для отожженных и десяти измерений для литых образцов.

Результаты микротвердости получали на твердомере HVD-1000AP (Wolpert Wilson Instruments, Ахен, Германия) с HV5, нагрузкой 500 гс и выдержкой 10 с.

Микротвердость после лазерной обработки измеряли на образцах, предварительно отполированных и протравленных для выявления структуры ЗЛП раствором Келлера в течение 5-10 секунд при комнатной температуре. Использовали микротвердомер по Виккерсу при нагрузке 25 гс и выдержке 15 с. Для каждого образца рассчитывали средние значения микротвердости. Величину доверительного интервала определяли для доверительной вероятности 0,95.

2.10.2 Испытания на растяжение

Механические свойства определяли на плоских образцах толщиной 1 мм стандартным методом испытаний на одноосное растяжение по ГОСТ 1497-84. Испытания проводили на образцах в литом и термообработанном состояниях на универсальной испытательной машине Zwick Z250. Для испытаний использовали образцы с шириной рабочей части 10 мм, толщиной 1 мм и расчетной длиной - 18 мм. Скорость испытания на растяжение составляла 4 мм/мин.

Выбор дополнительных легирующих элементов для сплавов систем Al-Zn-Mg и Al-Cu-Mg

Для исследования были выбраны высокопрочные, термически упрочняемые алюминиевые сплавы Al-Zn-Mg и Al-Cu-Mg. Они широко распространены во многих отраслях промышленности как литые и деформируемые сплавы за счет своих хороших механических и физических свойств [35]. Однако, как уже упоминалось в обзоре литературы (глава 1), существует множество ограничений на использование этих сплавов в процессе лазерной обработки с высокой мощностью, в частности, лазерной сварки, плавления и аддитивного производства. Эти ограничивающие факторы заключаются в образовании дефектов, таких как возникновение горячих трещин, столбчатых зерен и испарении основных элементов (Zn, Mg) в процессе лазерного плавления. Главной причиной этих дефектов является широкий эффективный интервал кристаллизации. Процесс испарения основных элементов приводит к смягчению зоны лазерного плавления (ЗЛП) и снижению механических свойств после процесса лазерного плавления (ПЛП).

Многие технологические факторы влияют на склонность к образованию кристаллизационных трещин (СКТ) во время ПЛП [154]. Основными факторами являются:

1. Эффективный температурный интервал кристаллизации (ЭИК),
2. Первично кристаллизующаяся фаза,
3. Зеренная структура,
4. Поверхностное натяжение жидкости на границе зерен.

Из литературы [155,156] известно, что для улучшения общих характеристик сплава, включая механические свойства и сопротивление горячему растрескиванию, содержание легирующих элементов в сплаве обычно увеличивают [157–159], при этом соотношение Zn/Mg в сплавах 7xxx серии обычно контролируется на уровне около 2,7 для обеспечения хорошей стойкости сплава к коррозионному растрескиванию под напряжением. Но если продолжать увеличивать отношение Zn/Mg в сплаве до более чем 4, в то время как отношение Cu/Mg поддерживать на уровне 0,7, содержание упрочняющей фазы η' (MgZn₂) в сплаве увеличивается, а также повышается прочность сплава. Wen [160] исследовал различные алюминиевые сплавы серии 7xxx с Zn/Mg 4,5 и обнаружил, что чем выше содержание легирующих элементов, тем выше количество упрочняющей фазы в сплаве и тем выше твердость и прочность сплава. При добавлении большого количества легирующих элементов, таких как Zn, Mg и Cu, улучшаются эксплуатационные характеристики.

В начале работы были выбраны сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu (7xxx) с различными концентрациями Zn и Mg в пределах состава сплава 7075. При выборе учитывали рассчитанные с помощью программы Thermocalc значения ЭИК и соотношение Zn/Mg, подходящие составы представлены в табл. 3.1. Хотя сплав Al7.3Zn2.8Mg1.4Cu0.3Cr0.3Mn имеет низкий ESR, но отношение Zn/Mg в нем ниже, и это может отразиться на механических свойствах. Поэтому для сплава 7075 был выбран состав Al(7-7.2) Zn(2-2.1)Mg1.4Cu0.3Cr0.3Mn.

Для сплавов Al-Cu-Mg, (2xxx), был выбран состав из-за его проблем и склонности к образованию кристаллизационных трещин в расплаве металла и ликвационных трещин в БМ при обработке плавлением, как отмечается в литературе.

Таблица 3.1. Значения ЭИК отношения концентраций Zn/Mg сплавов AlZnMgCu

Сплав	ЭИК, °C	Zn/Mg
Al5Zn1.8Mg1.4Cu0.3Cr0.3Mn	155	2.7
Al7.3Zn2.8Mg1.4Cu0.3Cr0.3Mn	140	2.6
Al7Zn2.1Mg1.4Cu0.3Cr0.3Mn	150	3.3
Al7.2Zn2Mg1.4Cu0.3Cr0.3Mn	150	3.6

Добавление модифицирующих и легирующих элементов в эти сплавы необходимо для улучшения комбинации свариваемости, технологичности, жаропрочности, механических характеристик и коррозионной стойкости [161]. Выбор Sc, Zr, Ti, В, Fe и Ni был связан с полученными в работе Логиновой хорошими результатами при лазерном плавлении ее сплавов [162]. В ее работе эти добавки успешно повысили качество различных Al-сплавов. Поэтому использование этих добавок для высокопрочных сплавов (7075 - 2024) было необходимо для уменьшения проблем при лазерном плавлении и для модифицирования зеренной структуры. Основной целью добавления модификаторов зерна является образование алюминидов, которые способствуют гетерогенному зарождению, уменьшают сегрегацию за счет увеличения мест зарождения и изменяют структуру ЗПП от столбчатой до мелкозернистой, что может препятствовать образованию трещин во время лазерного плавления. Также добавление переходных элементов снижает ЭИК, создает больше эвтектических фаз и добавляет больше жидкости на последней стадии затвердевания. Увеличение объемной доли эвтектической фазы считается лучшим способом контроля ЭИК и снижения образования горячих трещин во время быстрой кристаллизации.

Чем меньше размер зерна в сплаве, тем лучше текучесть сплава и тем лучше усадка при охлаждении и затвердевании. В то же время, меньший размер зерна способствует повышению прочности на разрыв и пластичности сплава. Для получения мелкозернистой структуры необходимо контролировать условия затвердевания, чтобы увеличить количество зародышей кристаллов и одновременно подавить рост зерен. Поэтому добавление модификаторов в расплав может эффективно улучшить зеренную структуру сплава [163,164]. Комбинация элементов Sc и Zr является широко используемым модификатором в алюминиевых сплавах 7xxx и 2xxx. В целях измельчения зерна и повышения прочности добавляемое количество Sc должно быть выше 0,55% (эвтектический состав). Эффект измельчения зерна скандием наблюдали при его содержании не менее 0,7 масс.% [110]. Однако высокая цена скандия ограничивает его широкое применение. Очень важно исследовать добавление Sc с другими элементами для снижения стоимости и улучшения механических свойств сплавов. Добавление Sc и Zr в сплавы Al-Zn-Mg значительно повышает прочность сплавов. Наибольшее значение прочности при растяжении было получено при добавлении 0,2Sc/0,4Zr (масс. %) с максимальной плотностью распределения частиц $Al_3(Sc, Zr)$ среди исследуемых сплавов [165]. Поэтому добавление Zr может эффективно снизить стоимость сплавов и повысить их качество.

Тройная лигатура Al-Ti-B широко используется в качестве измельчителя зерна для большинства алюминиевых сплавов [166], поскольку интерметаллические частицы алюминидов $TiAl_3$ и TiB_2 , служащие зародышами, способствуют гетерогенному зарождению первичных зерен α -Al на нерастворимых подложках. Из главы 1 и работы [167], было установлено, что эффект измельчения зерна начинает проявляться при концентрации Ti более 0,15%, и размер зерна может быть значительно уменьшен при увеличении количества добавленного Al_5Ti_1B , представленного содержанием Ti в литом состоянии. С увеличением добавки Ti/B, количество таких частиц также увеличивается, и во время затвердевания они действуют как эффективные центры, что может положительно сказаться во время сварки. Размер и форма зерна после лазерной плавки зависят от количества добавок Ti и B. С увеличением добавки образуется большее количество равноосных зерен, а размер зерен уменьшается до тех пор, пока не будет получен полностью мелкозернистый сварной шов [168]. Таким образом, в данной работе в качестве измельчителя зерна для сплавов AA7075 и AA2024 использовали 0,24%Sc+0,4%Zr и 1%Ti+0,2%B. Точные концентрации (номинальные значения) были выбраны с помощью программы THERMOCALC и приведены в таблице 2.1 (глава 2).

3.1. Влияние элементов на эффективный интервал кристаллизации

В этом разделе были выбраны номинальные значения легирующих элементов и модификаторов путем расчета ЭИК нескольких составов. Расчеты проводили с помощью программы Thermo-Calc. В процессе выбора одновременно учитывали два важных критерия: во-первых, наименьшее значение ЭИК, а во-вторых, использование минимального количества модифицирующих элементов. Целью добавления небольшого количества модификаторов является формирование центров гетерогенного зарождения в процессе кристаллизации после лазерной обработки плавлением, что улучшает структуру обрабатываемой зоны [129,169,170]. Небольшая концентрация модификаторов была экономически оправдана, а также позволяла сохранить принадлежность сплавов к выбранной серии алюминиевых сплавов. Кроме того, увеличение количества легирующих элементов и модификаторов может привести к образованию нежелательных фаз, которые ослабляют структуру. Выбранные концентрации добавляемых элементов и модификаторов представлены в таблице 2.1.

На рисунках 3.1 и 3.2 представлены неравновесные фазовые диаграммы Шейля-Гулливера для исследуемых сплавов. Сплав Al-Zn-Mg-Cu (7075) с высокой концентрацией Zn и Mg имеет широкий интервал кристаллизации, который равен примерно 150°C, как показано на рисунке 3.1*а*. ЭИК немного снизился до 135°C, 139°C и 131°C при добавлении ScZr, TiB и FeNi, соответственно, как показано на рисунке 3.1 (*б,в,г*). Добавление ScZr, TiB и Cr к 2024, как видно из рисунка 3.2 (*а,б,в,г*), снизило ЭИК с 117°C до 108°C, 105°C и 104°C, соответственно.

Можно заметить, что добавление различных модификаторов и эвтектикообразующих элементов несколько снижает ЭИК базовых сплавов 7075 и 2024. Впрочем, добавление этих элементов не привело к значительному снижению ЭИК; однако добавление этих элементов должно улучшить структуру, измельчив ее, и тем самым обеспечив хорошее поведение во время ПЛП (что будет подробно рассмотрено в разделе, посвященном анализу микроструктуры).

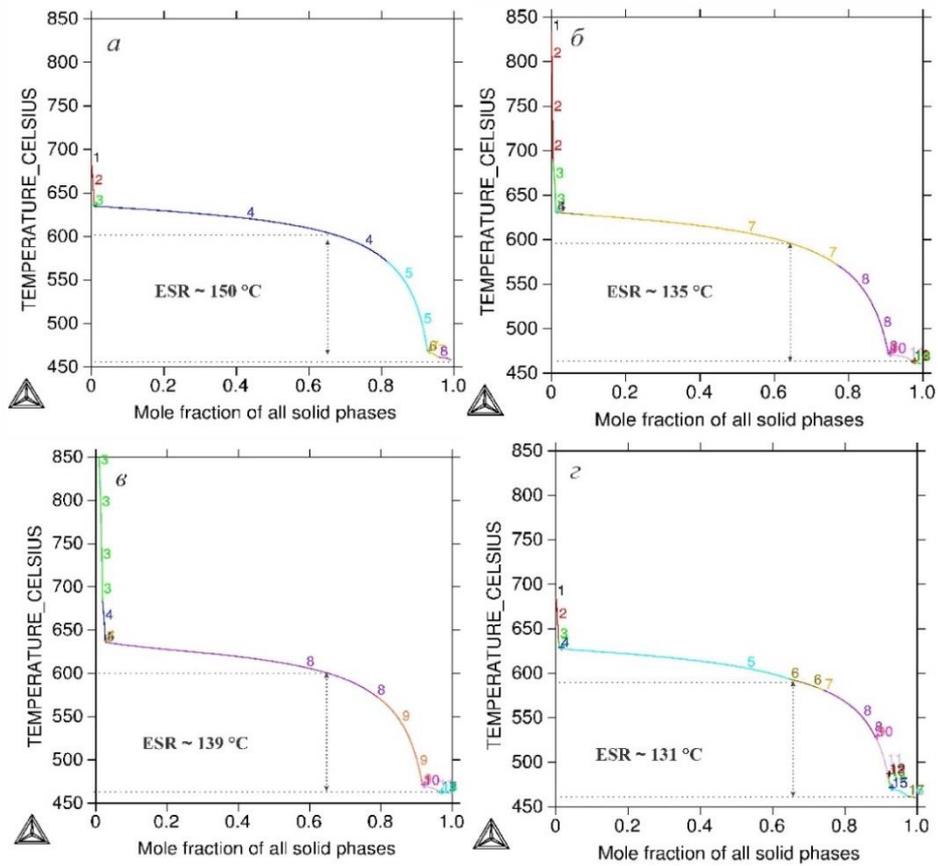


Рисунок 3.1. Диаграммы Scheil–Gulliver сплавов (а) 7075-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) FeNi.

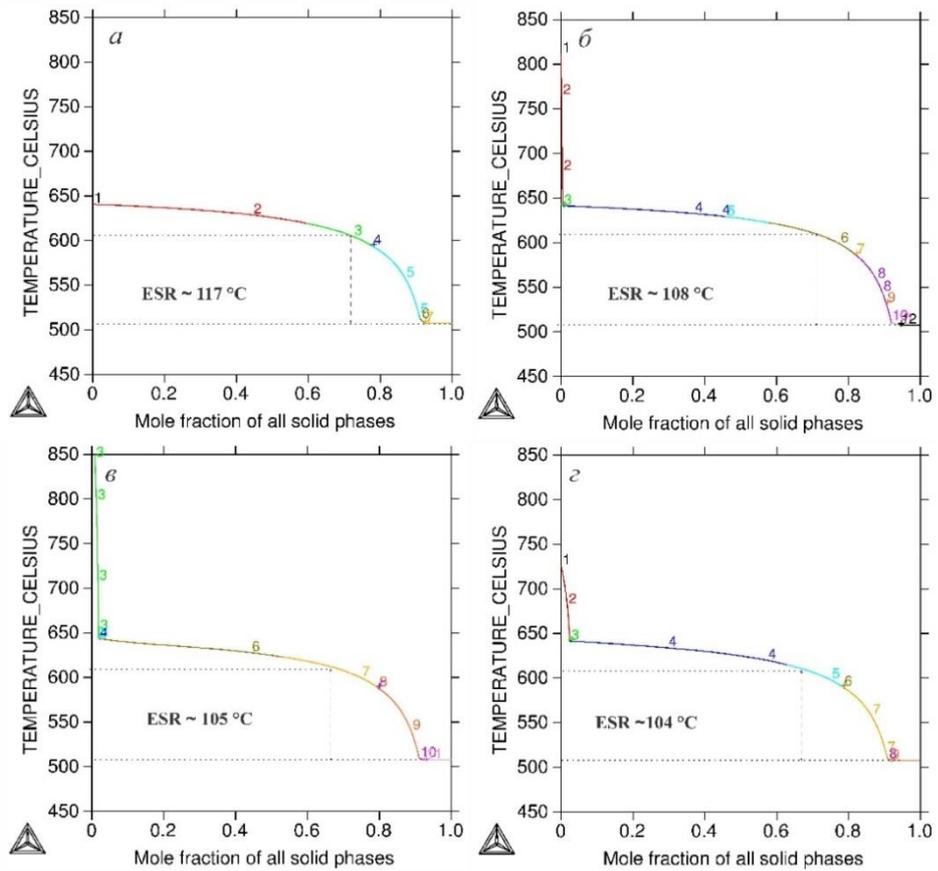


Рисунок 3.2. Диаграммы Scheil–Gulliver сплавов (а) 2024-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) Cr.

3.2. Влияние дополнительных элементов на исследуемые сплавы в литом состоянии.

3.2.1 Анализ микроструктуры

3.2.1.1. Сплавы АА7075

На рисунке 3.3а представлена микроструктура литого сплава 7075-st, который содержит крупные дендриты со средним размером зерна 272 ± 20 мкм (таблица 3.1). Изображения СЭМ и карты распределения элементов в исследуемых сплавах показаны на рисунке 3.4 а-d. Для сплава 7075 (рисунок 3.4а) дендритные ячейки представляют собой Al раствор с небольшим содержанием Zn, Mg, Cu, Cr и Mn. При этом, на границах зерен и в междендритных областях можно заметить присутствие эвтектических неравновесных фаз в виде соединений Mg (Zn, Cu, Al)₂. Добавление 0,28Sc + 0,41Zr изменило крупнозернистую дендритную структуру на предельно мелкозернистую недендритную равноосную структуру, как показано на рисунке 3.3б, со средним размером зерна 12 ± 1 мкм (таблица 3.1). Частицы содержащие Zr и Sc можно наблюдать на рисунке 3.4б. Во время кристаллизации образование этих первичных частиц послужило местами зарождения для Al-матрицы, что привело к образованию мелких зерен.

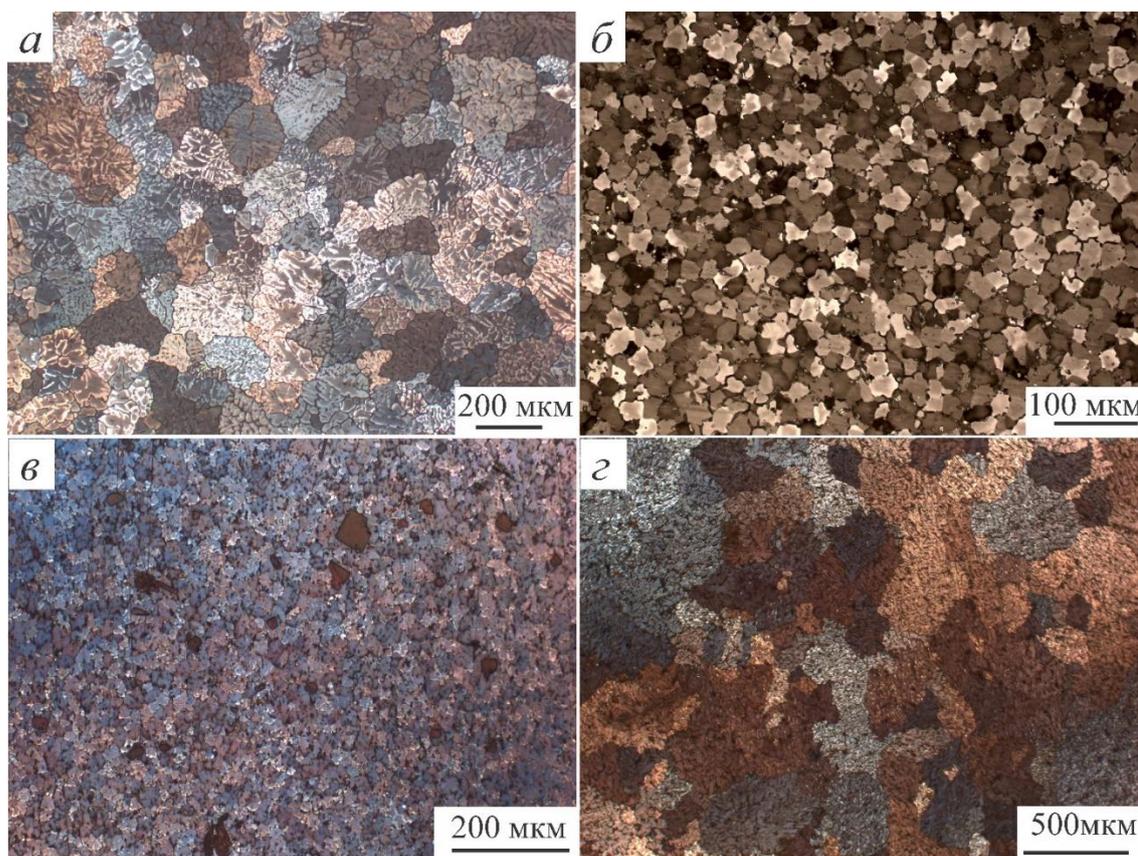


Рисунок 3.3. Микроструктуры (СМ) литых сплавов: (а) 7075-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) FeNi.

Добавление в сплав 1Ti +0,2В (рисунок 3.3с) изменило морфологию структуры на мелкозернистую равноосную со средним размером зерна 23 ± 2 мкм (табл. 3.1) с присутствием растворимых частиц Al_3Ti и нерастворимых частиц TiB_2 . Наличие частиц и распределение фаз показано на рисунке 3.4с.

При добавлении 0,9 Fe+0,9 Ni сформировались крупные дендритные зерна со средним размером 250 ± 31 мкм (Рисунок 3.3d-Таблица 3.1). Наблюдалось образование эвтектических интерметаллических фаз $Al_3(Ni, Fe)$, имеющих крайне неблагоприятную морфологию (близкую к игольчатой структуре), и с наличием низкотемпературно й фазы $Mg(Zn,Cu,Al)_2$ распределенной по границам зерен и в междендритных областях, как показано на Рисунке 3.4d.

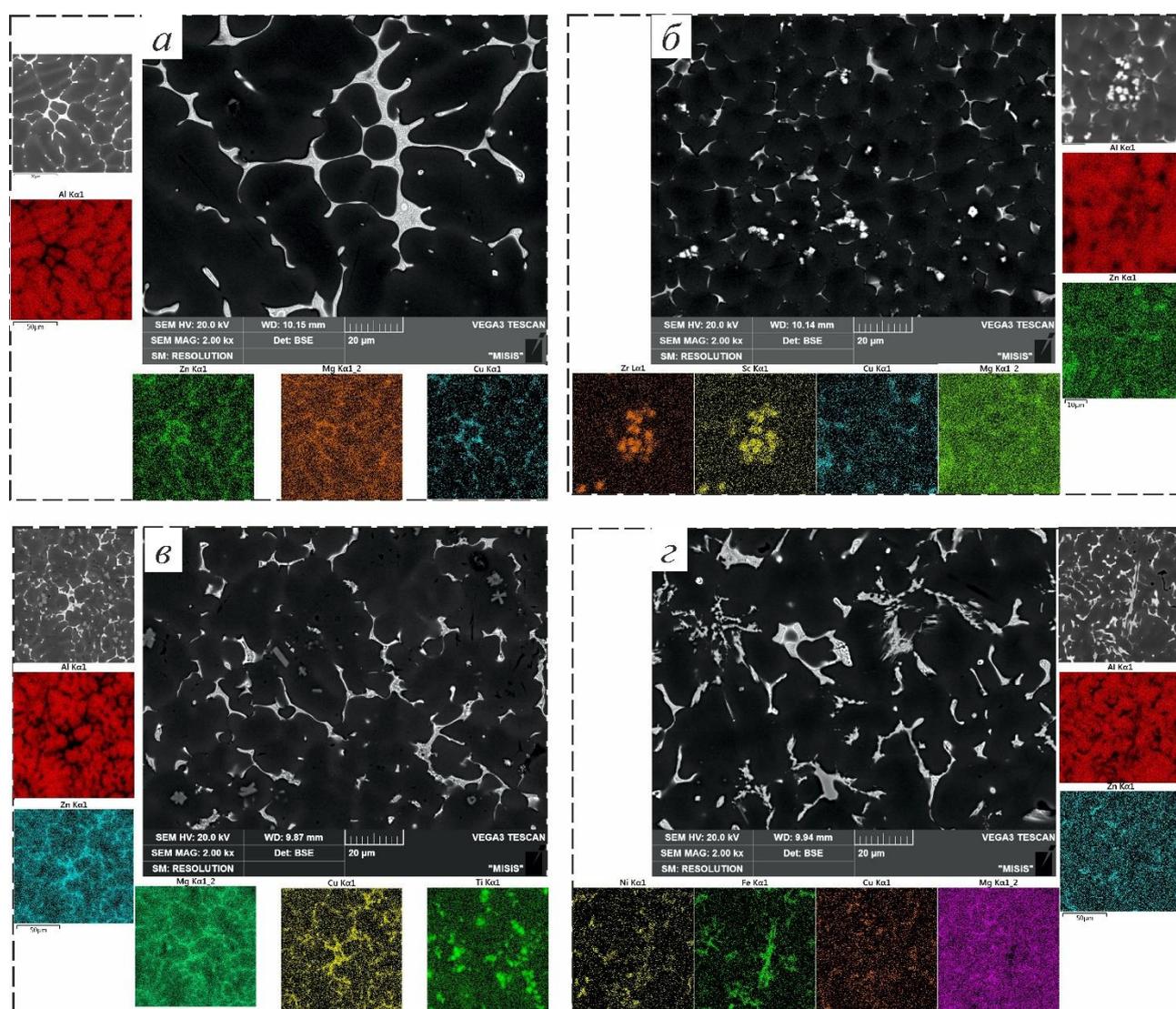


Рисунок 3.4. Микроструктура (СЭМ) и карты распределения элементов для сплавов: (а) 7075-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (z) FeNi.

3.2.1.2. Сплавы AA2024

Модифицирование сплавов Al-Cu-Mg (2024) дополнительными легирующими элементами проводили с целью измельчения зеренной структуры и повышения механических свойств сплава в процессе литья и ППП. На рисунках 3.5 и 3.6 показаны микроструктура и СЭМ-карты сплавов на основе 2024 в литом состоянии. После литья сплав 2024-st обладает крупнозернистой дендритной структурой со средним размером зерна 360 ± 66 мкм (рисунок 3.5а - табл. 3.1). Добавление 0,27Sc + 0,41Zr и 1%Ti+0,2%B к стандартному сплаву изменило морфологию от крупнозернистой дендритной до мелкозернистой равноосной с размером зерен 26 ± 2 мкм и 23 ± 2 мкм, соответственно, как показано на рисунке 3.5б,в и в таблице 3.2. В результате добавления 0,7 Cr наблюдали крупнозернистую дендритную структуру, как показано на рисунке 3.5г, с 3-кратным уменьшением размера зерен по сравнению со стандартным сплавом, равным 118 ± 16 мкм (таблица 3.2).

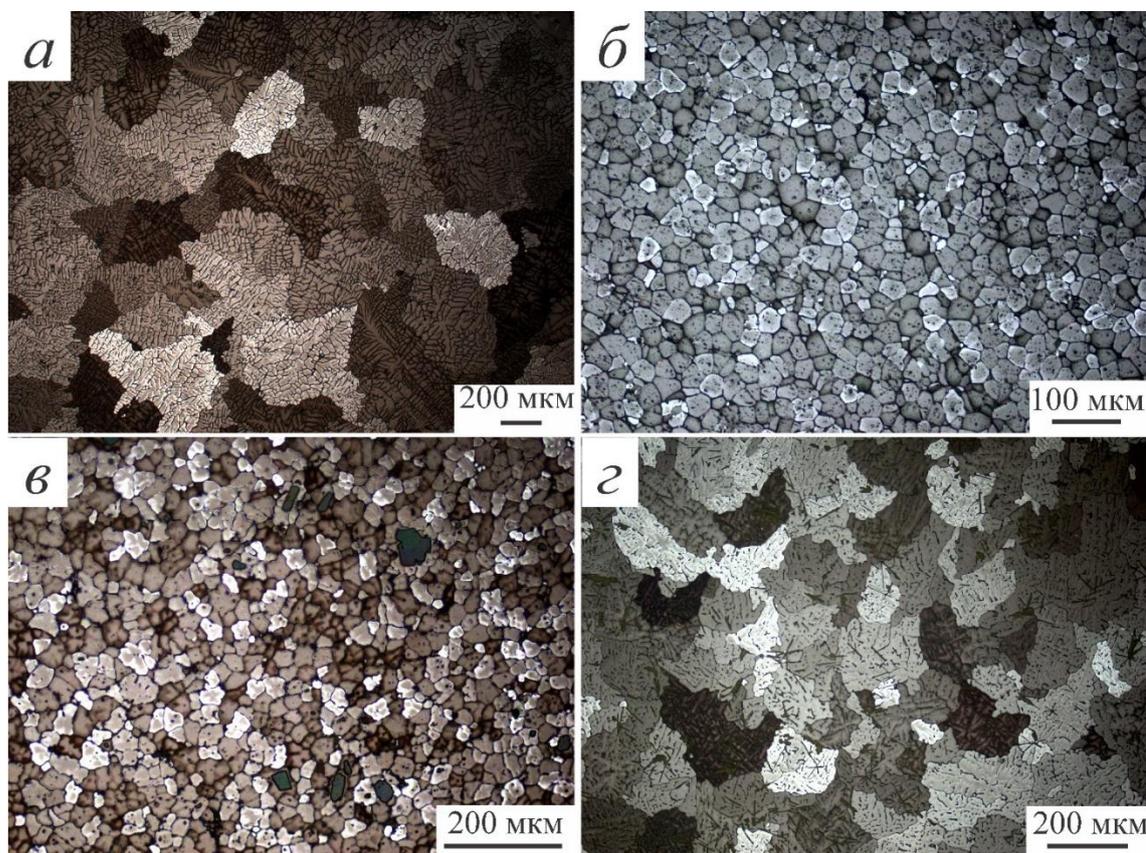


Рисунок 3.5. Микроструктуры (СМ) литых сплавов: (а) 2024-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) Cr.

Микроструктуры и карты распределения элементов представлены на рисунке 3.6 и показывают распределение различных легирующих элементов в стандартном и модифицированном сплавах в литом состоянии. Низкотемпературные эвтектические фазы Al_2Cu можно обнаружить по границам зерен, в междендритных областях и внутри зерен.

Кроме того, вследствие добавления других элементов образуются такие фазы, как $Al_3(Sc, Zr)$, Al_3Ti и Al_7Cr . Можно заметить, что добавление комбинации модификаторов к 7075 и 2024 привело к улучшению структуры и уменьшению размера зерна примерно в 20 и 13,6 раз при использовании ScZr и примерно в 20,2 и 15,8 раз при использовании TiB.

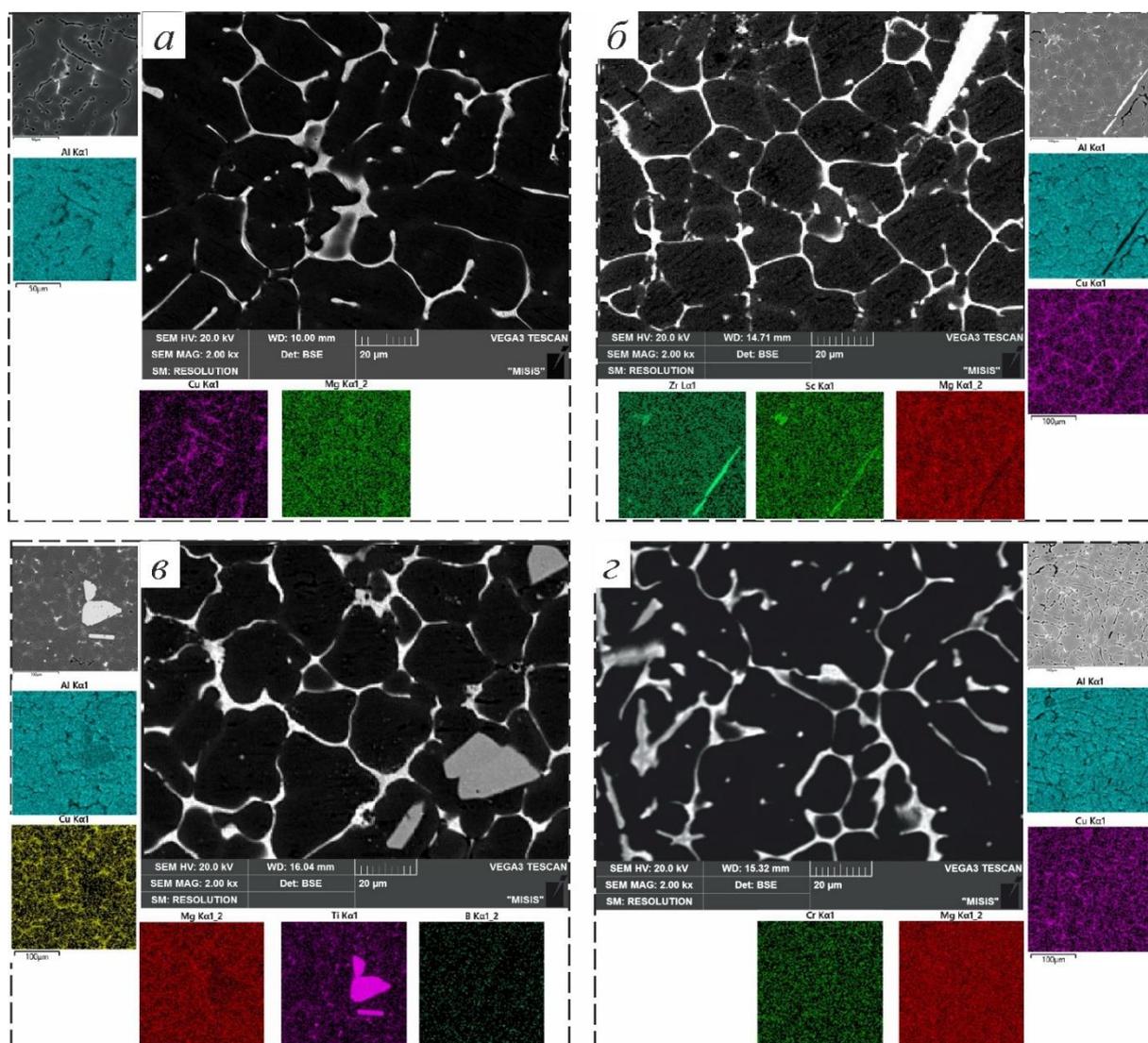


Рисунок 3.6. Микроструктура (СЭМ) и карты распределения элементов для сплавов: (а) 2024-ст с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) Cr.

Морфология, размер и частота зерен играют значительную роль в показателях материала в ходе различных процессов. На рисунках 3.7 и 3.8 показана частота (распределение) размеров зерен исследуемых сплавов. Было замечено, что в случае добавок ScZr и TiB распределение зерен более узкое (рисунок 3.7 б,в), чем у других сплавов. Узкое нормальное распределение зерен подтверждает образование равноосных однородных зерен. Стандартные сплавы 7075 и 2024 имеют неоднородные крупные зерна, что приводит к широкому нормальному распределению зерен.

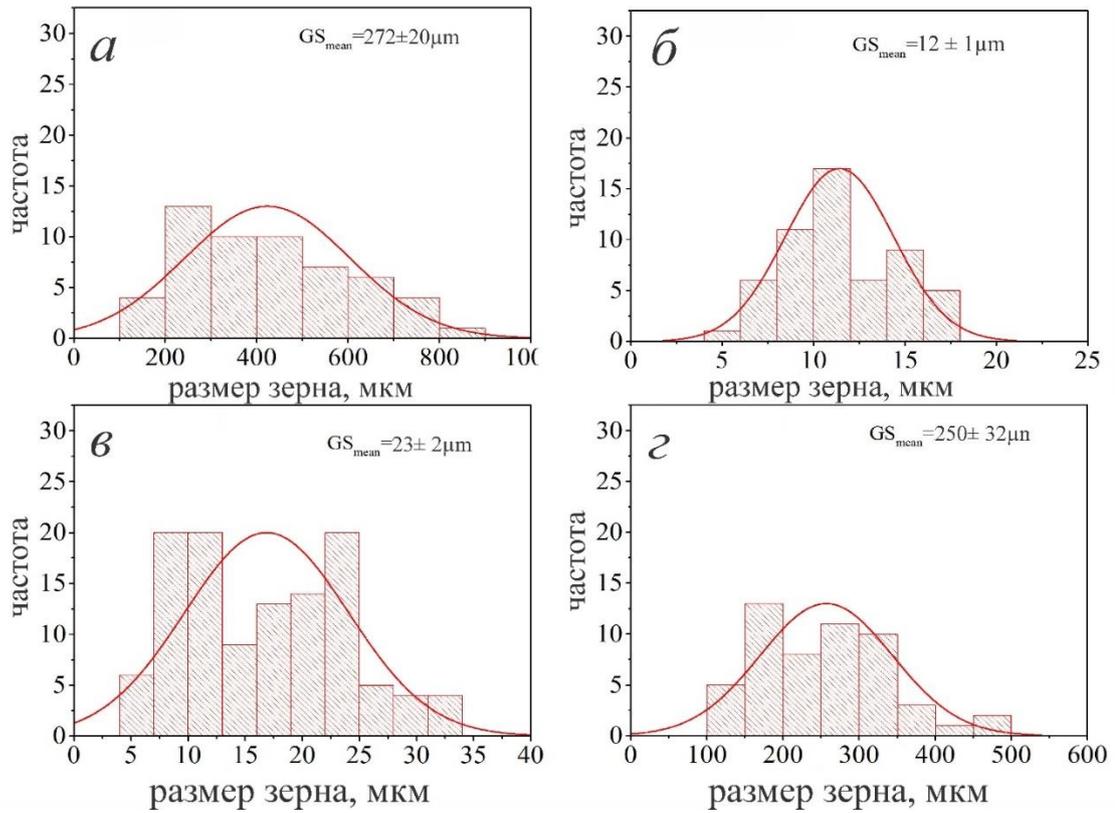


Рисунок 3.7. Распределение размеров зерен литых сплавов: (а) 7075-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) FeNi

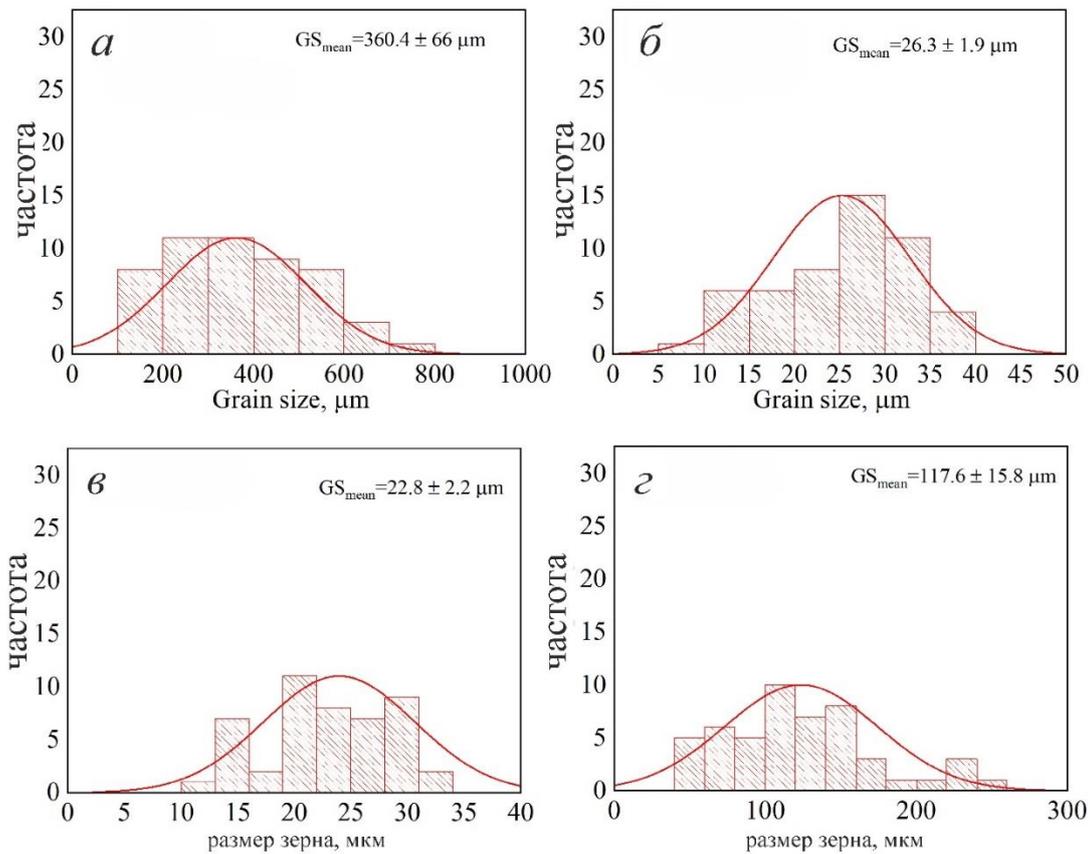


Рисунок 3.8. Распределение размеров зерен литых сплавов: (а) 2024-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, and (г) Cr

Таблица 3.2 Размер зерен исследуемых сплавов в литом состоянии.

Сплав	Средний размер зерна, мкм	Сплав	Средний размер зерна, мкм
7075-st	272 ± 20	2024-st	360 ± 65
7075-ScZr	12 ± 1	2024-ScZr	26 ± 2
7075-TiB	23 ± 2	2024-TiB	23 ± 2
77075-FeNi	250 ± 32	2024-Cr	118 ± 16

3.3. Результаты дифференциальной сканирующей калориметрии

ДСК анализ использовали для определения температуры оплавления неравновесных фаз для выбора подходящей температуры гомогенизационного отжига и предотвращения возникновения очагов плавления. Температура гомогенизации для стандартных и модифицированных сплавов типа 7075 не должна превышать 472 °С. Температура для сплавов типа 2024 не должна превышать 498 °С, как показано на рисунках 3.9 а,б. Эти значения были определены по появлению первого пика (пика плавления неравновесных фаз или низкотемпературных фаз) в процессе нагрева для каждого сплава.

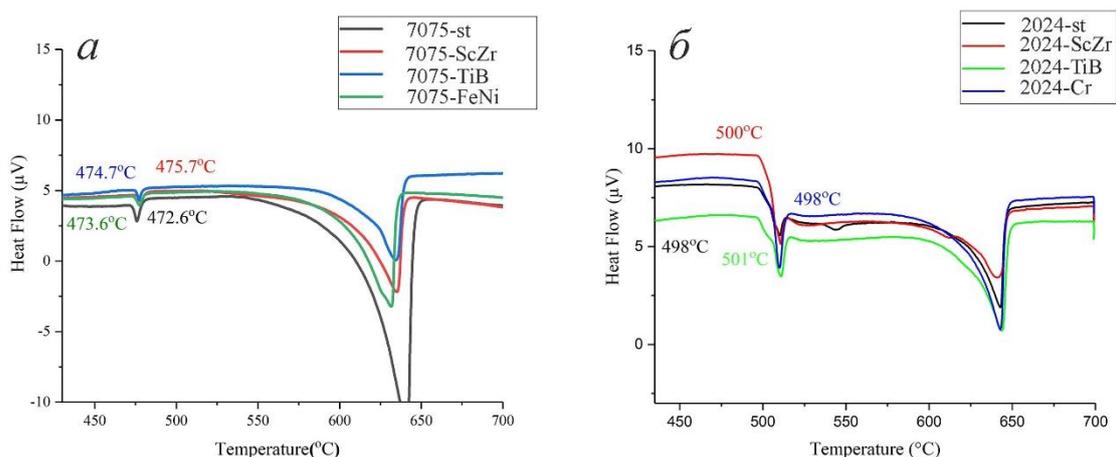


Рисунок 3.9. Результаты ДСК исследуемых сплавов в литом состоянии: (а) сплавы на основе 7075, и (б) сплавы на основе 2024

3.4. Механические свойства

3.4.1 Испытание на растяжение

Хорошо известно, что механические свойства металлов обычно связаны с характеристиками микроструктуры. Предел прочности при растяжении (σ_b) и удлинение (δ) литого сплава 7075 приведены в таблице 3.3. Предел прочности сплава 7075-st составляет

около 159 ± 25 МПа, а пластичность - $1,9 \pm 0,7$ %. Значения σ_b литых сплавов с добавлением легирующих элементов были выше, чем у стандартного сплава, благодаря улучшенной структуре. Добавление ScZr повысило прочность и пластичность в 1,7 раза и на 4,2 %, что связано с наличием частиц, содержащих Sc и Zr. Эти частицы способствуют формированию измельченной микроструктуры, вызывая тем самым значительное упрочнение. При добавлении TiB, в результате измельчения зерна за счет наличия Al_3Ti и TiB_2 в качестве мест зарождения, увеличились σ_b и пластичность в 1,8 раза и 3,3 % соответственно. Можно обобщить, что модифицирующие элементы оказывают влияние на высокое значение σ_b за счет измельчения зерна и образования частиц, препятствующих перемещению дислокаций и повышающих прочность. Добавление FeNi увеличило σ_b и удлинение в 2,1 раза и 1,5 % соответственно, что объясняется образованием интерметаллидов $Al_3(Ni, Fe)$ в результате эвтектической реакции. Незначительное влияние на удлинение объясняется неблагоприятной морфологией фаз, близкой к игольчатой структуре. Полученные результаты показали, что добавление рассматриваемых элементов способствовало увеличению и улучшению механических свойств стандартного сплава.

Таблица 3.3. Результаты испытания на одноосное растяжение сплавов на основе 7075

Сплав	σ_b , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	Удлинение, %
7075-st	159 ± 26	132 ± 22	1.9 ± 0.7
7075-ScZr	269 ± 30	224 ± 20	8 ± 5
7075-TiB	281 ± 18	240 ± 13	6.2 ± 2.2
7075-FeNi	335 ± 18	273 ± 22	2.9 ± 1.1

3.4.2 Твердость

Результаты измерения твердости по Виккерсу литых сплавов типа 7075 и 2024 приведены в таблице 3.3. Твердость стандартного сплава 7075 составляет 129 ± 5 HV. Добавление ScZr и Ti B увеличило твердость до 142 ± 4 HV и 139 ± 5 HV, соответственно, из-за эффекта измельчения зерна. Добавление Fe и Ni увеличивает твердость до 157 ± 9 HV из-за фазы Al_3Ni . В сплаве 2024 значение твердости литого стандартного сплава составляет 116 ± 3 HV (табл. 3.4). Добавление ScZr и TiB увеличивает значения твердости до 124 ± 7 HV и 128 ± 3 HV, соответственно, из-за измельчения зерна и присутствия фаз $Al_3(Zr, Sc)$ и Al_3Ti и нерастворимых частиц TiB_2 . Добавление Cr незначительно увеличивает твердость до 122 ± 2 HV, что связано с измельчением микроструктуры и образованием интерметаллидов Al_7Cr .

Таблица 3.4 Твердость исследуемых сплавов в литом состоянии.

Сплав	HV	Сплав	HV
7075-st	129 ± 5	2024-st	116 ± 3
7075-ScZr	142 ± 4	2024-ScZr	124 ± 7
7075-TiB	139 ± 5	2024-TiB	128 ± 3
7075-FeNi	157 ± 9	2024-Cr	122 ± 2

3.5. Влияние лазерной плавки на исследуемые сплавы в литом состоянии

3.5.1 Выбор подходящих параметров лазерной обработки плавлением

3.5.1.1. Сплавы 7075

Параметры обработки при лазерной плавке являются наиболее критическим фактором, влияющим на качество и свойства ЗЛП [171]. Параметры лазерной обработки в основном включают скорость лазера, мощность, поток защитного газа, фокусное расстояние, частоту и перекрытие [172]. Изменение мощности и длительности лазерного излучения использовали для выбора подходящих параметров лазерного плавления исследуемых сплавов в литом состоянии. Для сплавов 7075 использовали импульсный лазер с напряжением 300, 320, 340 и 360 В и длительностью 10, 12 и 14 мс. На рисунке 3.10 показано влияние напряжения импульсного лазера и длительности импульса на качество (форму и размер) ЗЛП стандартного сплава 7075. При увеличении мощности лазера и длительности импульса глубина ЗЛП увеличивалась, а количество дефектов возрастало; таким образом, ЗЛП становилась некачественной. Полученные дефекты представляют собой большое количество горячих трещин, неполное сплавление и пористость. Для последующего исследования этого сплава приемлемыми параметрами являются напряжение лазера 300 В и время воздействия 10 или 12 мс.

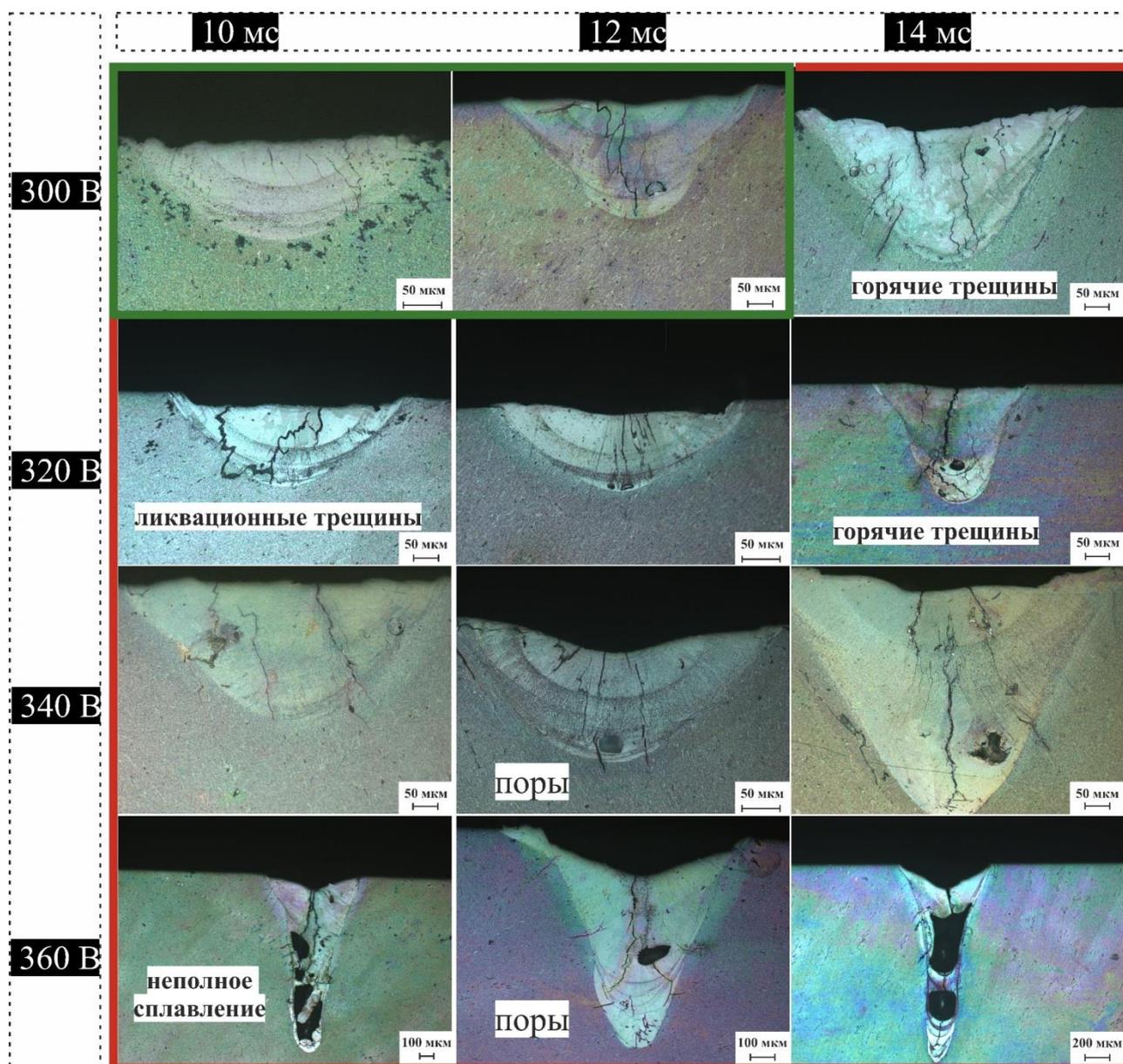


Рисунок 3.10. Микроструктура (СМ, поляризованный свет) ЗЛП сплава 7075-st после лазерной обработки с различными режимами.

3.5.1.2. Сплавы AA2024

Для определения наилучших параметров лазерной обработки для плавления сплава 2024 были сделаны лазерные треки с напряжением 290, 300, 325 и 340 В, длительностью 12 и 14 мс и скоростью лазера 1 мм/сек и перекрытием 0,15 мм. На рисунке 3.11 показано влияние напряжения импульсного лазера и длительности импульса на качество (форму и размер) зоны лазерного плавления сплава AA2024. Можно заметить, что трещины (показаны белыми стрелками) и поры увеличиваются при увеличении напряжения и длительности импульса; таким образом, ЗЛП становится нестабильной с низкими свойствами. Прямая связь между образованием пор и увеличением мощности лазера обсуждалась в работах [173,174].

Подходящими параметрами с низким уровнем дефектов для плавления 2024-st являются 290 В и 12 мсек, как показано на рисунке 3.11.

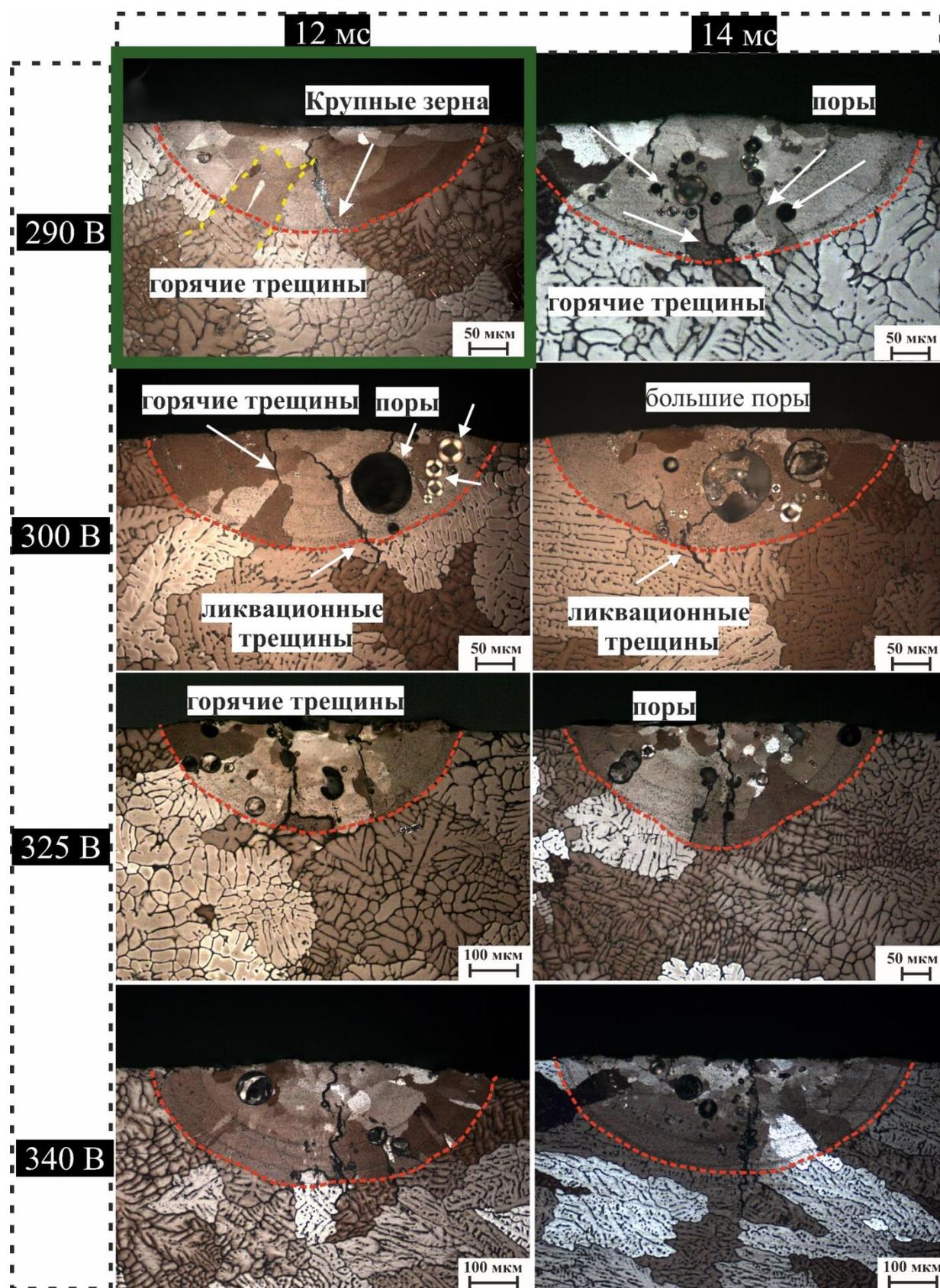


Рисунок 3.11. Микроструктура (СМ, поляризованный свет) ЗЛП сплава 2024 st после лазерной обработки с различными режимами.

3.5.2 Процесс лазерного плавления литых образцов

3.5.2.1. Сплавы 7075

В сплаве 7075-ст и сплаве с FeNi ЗЛП содержат глубокие кристаллизационные и ликвационные трещины (рисунок 3.12 а-г). Ликвационные трещины зарождаются на границах между ЗЛП и БМ. По предварительным данным, это связано с наличием неравновесных эвтектических фаз в междендритных пространствах в БМ. Тем более что, как оказалось, неравновесных фаз в БМ много. Как известно, образование трещин происходит из-за термомеханических условий и особенностей кристаллизации. Трещины при кристаллизации возникают, когда растягивающие термомеханические напряжения в материале вызывают отрыв соседних дендритов или ячеек дендритов друг от друга вблизи основания дендритов вследствие термического сжатия недавно затвердевшего металла [1].

С другой стороны, модифицированные сплавы с ScZr и TiB имеют меньшее количество трещин в ЗЛП из-за влияния Sc, Zr, Ti и B на количество центров зарождения во время быстрого затвердевания. Однако небольшое количество ликвационных трещин, все еще наблюдаемых на границах ЗЛП, образовалось из-за наличия неравновесных фаз в БМ.

Количество и распределение жидкости на последней стадии кристаллизации, структура зерна, поверхностное натяжение зернограничной жидкости, первично кристаллизующаяся фаза и пластичность застывающего расплава влияют на склонность к образованию трещин.

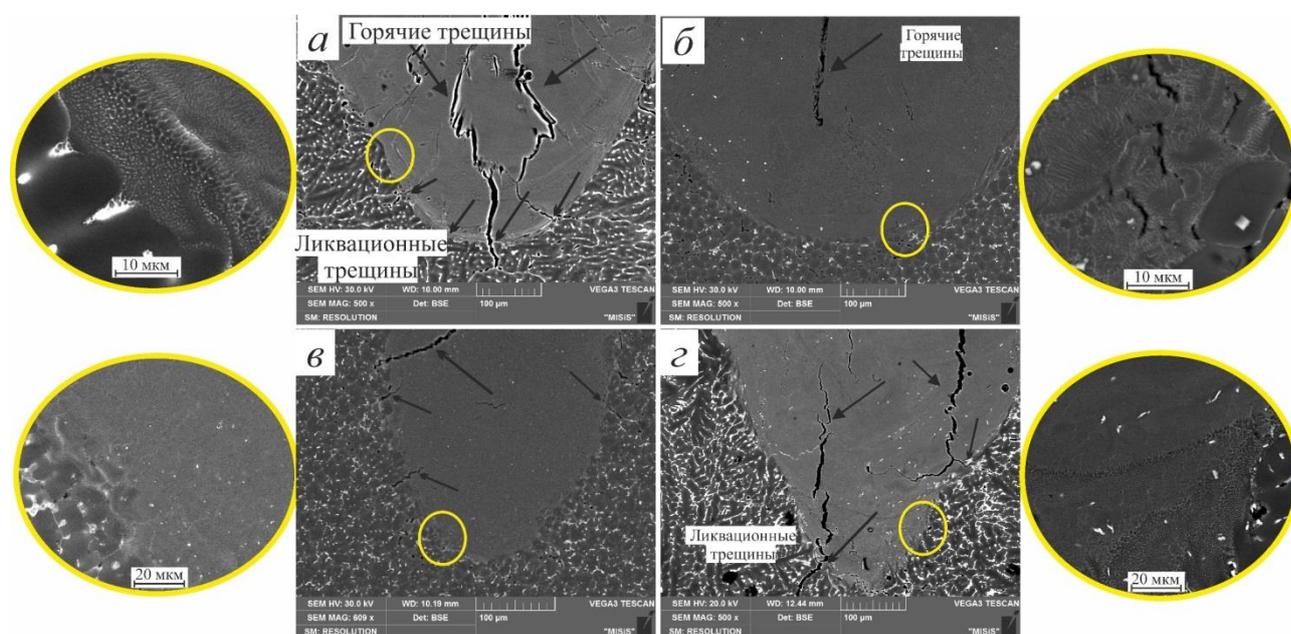


Рисунок 3.12. Микроструктура (СЭМ) поперечного сечения ЗЛП полученных при 300 В и 12 мс на образцах литых сплавов: (а) 7075 -ст с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) FeNi.

3.5.2.2. Сплавы 2024

Треки лазерного плавления сплавов типа 2024-st были выполнены с напряжением 290 В, длительностью 12 мс, скоростью лазера 1 мм/сек и перекрытием 0,15 мм. На рисунке 3.13 показаны полученные ЗЛП сплава 2024-st и модифицированных сплавов. Структура ЗЛП 2024-st состоит из крупных зерен, закристаллизовавшихся в расплаве, и зерен эпитаксиально растущих на подложке из крупных зерен БМ, с кристаллизационными и ликвационными трещинами, инициированными из БМ и мелкими порами. Добавление ScZr и TiB изменило структуру ЗЛП. Структура ЗЛП 2024-ScZr была разделена на столбчатые зерна на границе, ориентированные в направлении, обратном направлению теплового потока, и мелкие равноосные зерна в центре. Образование ликвационных трещин начинается в БМ и распространяется вдоль границ столбчатых зерен. В сплаве 2024-TiB - Ti и B оказывают значительное влияние на ЗЛП, структура которой трансформировалась в ультрамелкие равноосные зерна из-за гетерогенного зарождения во время быстрого затвердевания (рисунок 3.13в). В свою очередь, структура ЗЛП сплава 2024- Cr имеет незначительные отличия от стандартного сплава, которые заключаются в образовании крупных равноосных зерен в верхней области ЗЛП с образованием ликвационных и кристаллизационных трещин (рисунок 3.13г).

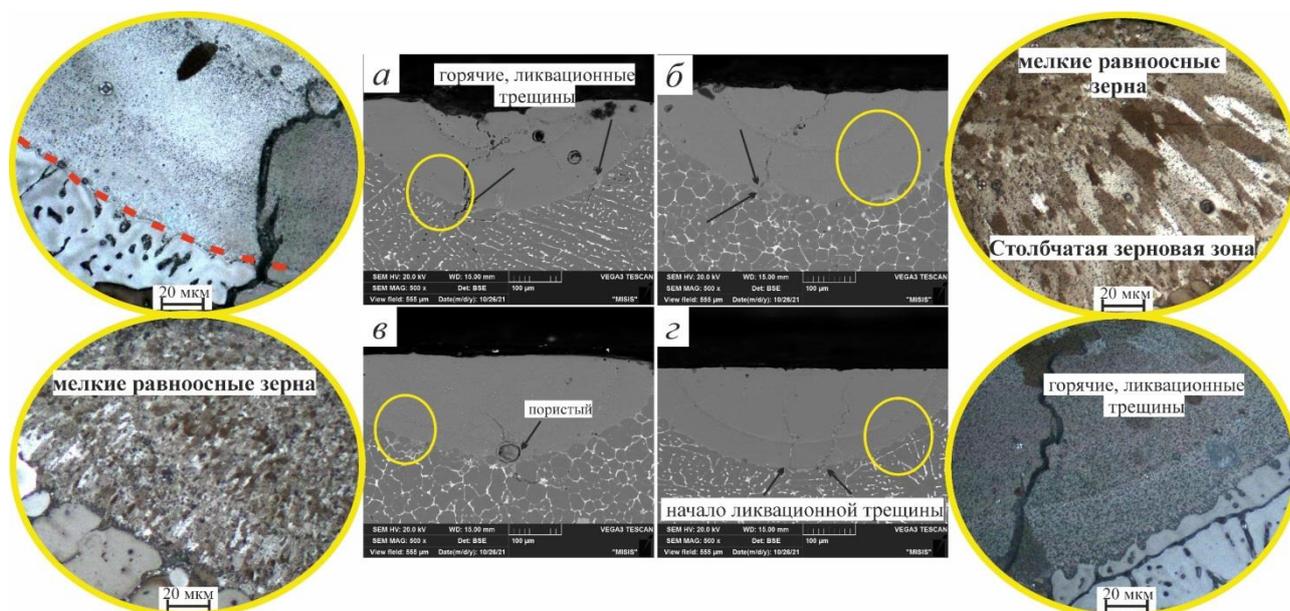


Рисунок 3.13 Микроструктура (СЭМ) поперечного сечения ЗЛП полученных при 290 В и 12 мс на образцах литых сплавов: (а) 2024-st с модифицирующими добавками (б) ScZr, (в) TiB, и (г) Cr.

3.6. Исследование влияния неравновесных фаз на образование трещин

На рисунках 3.12 и 3.14 можно видеть, что ликвационные трещины растут от границ зерен БМ. На этих границах присутствовали неравновесные фазы. Следовательно, неравновесные фазы являются одним из критических факторов для образования трещин во время лазерного плавления. Поэтому гомогенизационный отжиг и растворение этих фаз перед лазерным плавлением могут уменьшить количество трещин.

В качестве модели для облегчения понимания этого эффекта были выбраны бинарные сплавы Al-Cu с различным содержанием Cu, поскольку они содержат фазу θ (Al_2Cu), входящую в состав легкоплавкой эвтектики. В системах Al-Cu большая часть Al_2Cu выделяется на границах зерен α -Al. Более мелкие зерна α -Al уменьшают расстояние между частицами Al_2Cu , сокращая время, необходимое для гомогенизации, из-за уменьшения расстояния диффузии. Согласно исследованию [175], более высокая скорость охлаждения во время литья может влиять на размер зерна, расстояние между вторичными дендритами, объемную долю и ширину эвтектических фаз. В таблице 2.1 в главе 2 приведены составы трех изученных бинарных сплавов Al-Cu. Сплавы были выплавлены и подвергнуты длительному охлаждению в печи, тем самым обеспечили низкую скорость кристаллизации.

Для сплава 4Cu в литом состоянии получены микроstructures, показанные на рисунке 3.14 *a*, которые имеют крупнозернистую дендритную структуру. В этом сплаве много нерастворенной фазы $CuAl_2$ эвтектического происхождения. Для растворения неравновесных фаз, находящихся по границам зерен, сплав 4Cu подвергали гомогенизационному отжигу в течение разного времени. Подходящая температура гомогенизации для этого сплава составила 510 °C, что было определено по результатам анализа ДСК (рисунок 3.15).

Анализ ДСК проводили после каждого времени гомогенизации для проверки наличия пиков от нерастворившихся фаз. Хотя анализ ДСК показал, что через 20 ч пики исчезли, оптические микрофотографии выявили наличие фаз в некоторых зонах (рисунок 3.14 *e-z*). Можно сделать вывод, что при увеличении времени гомогенизации границы зерен становятся более четкими, а на границах зерен остается меньше фаз, что указывает на то, что большая часть θ (Al_2Cu) перешла в матрицу α -Al и растворилась в ней.

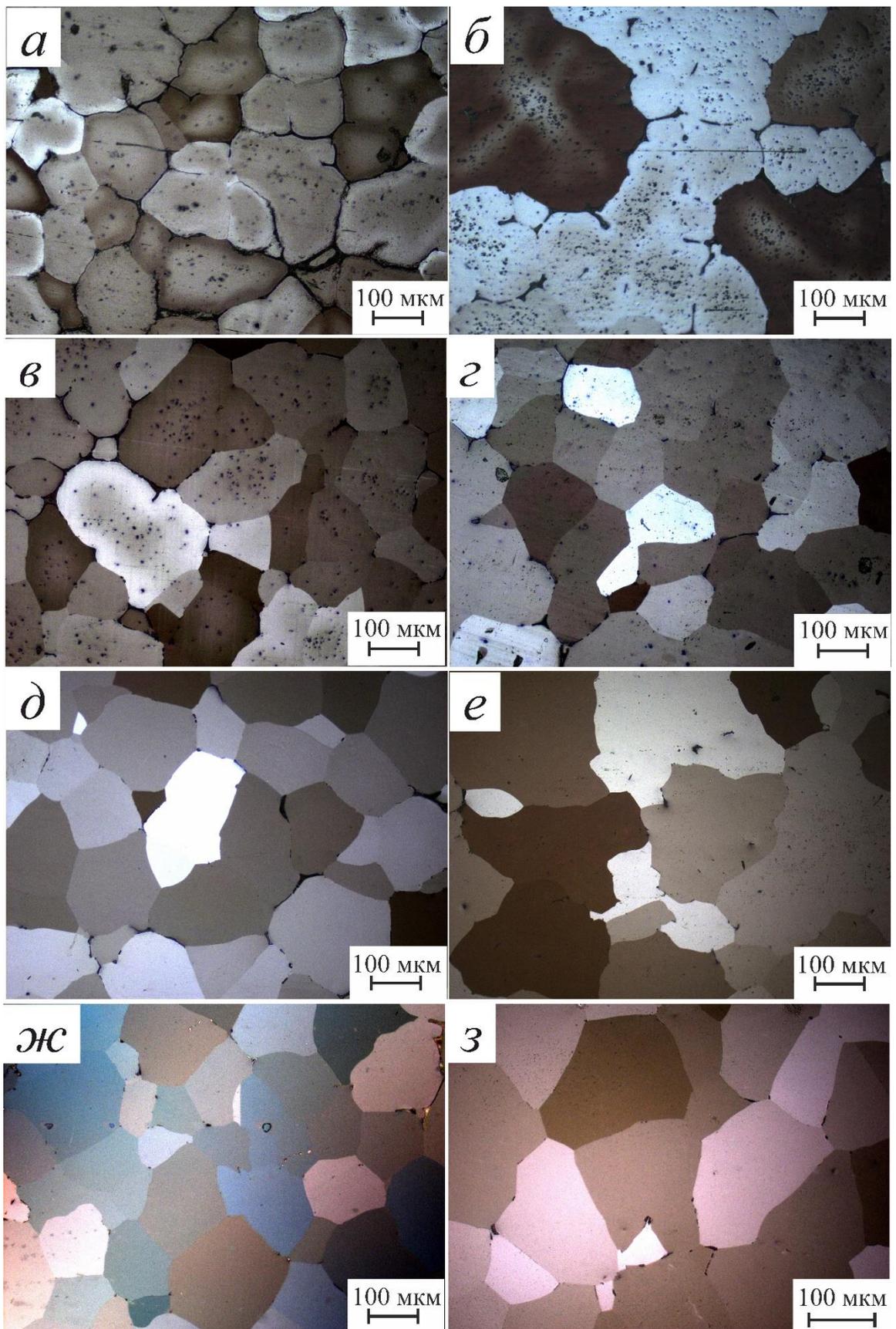


Рисунок 3.14 Микроструктуры (СМ) БМ сплава 4Сi в разных состояниях: (а) литое, и гомогенизированное при 510 °С в течение: (б) 1 ч, (в) 2 ч, (г) 8 ч, (д) 10 ч, (е) 20 ч, (ж) 24 ч, (з) 72 ч

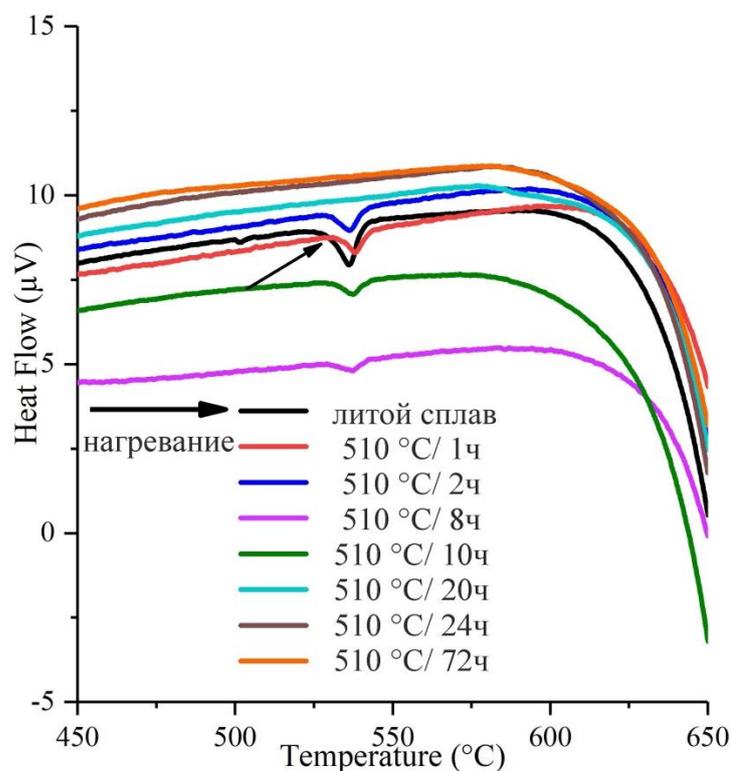


Рисунок 3.15 Результаты ДСК для сплава 4Cu в литом и гомогенизированном разное время состояниях.

Лазерные треки на образцах сплава 4Cu были проплавлены с напряжением 310 В, 10 мсек, 1 мм/сек и 0,15 мм. ЗЛП литого сплава 4Cu показали высокую склонность к образованию трещин и имели много ликвационных трещин, возникших из-за расположенных на границах зерен фаз θ (Al_2Cu) эвтектического происхождения (рисунок 3.16 а). После проведения предварительного отжига перед лазерной плавкой при 510 °C в течение 1 и 2 ч в ЗЛП все еще имеется множество трещин одинакового размера. После проведения гомогенизации при 510 °C в течение 8 ч фаза Al_2Cu начала немного растворяться внутри матрицы Al, и в ЗЛП наблюдались небольшие изменения на некоторых границах зерен, по которым не образовывались трещины, как показано на рисунке 3.16 г. После лазерной плавки гомогенизированных в течение 10 ч образцов количество и размер трещин уменьшилось, многие границы зерен были свободными от Al_2Cu , и поэтому трещины на них не образовывались, как показано на рисунке 3.16 д-з. После гомогенизации в течение 20 и 24 ч количество трещин значительно уменьшилось из-за растворения основной причины возникновения трещин (фазы Al_2Cu) и укрупнения зерен при длительной гомогенизации.

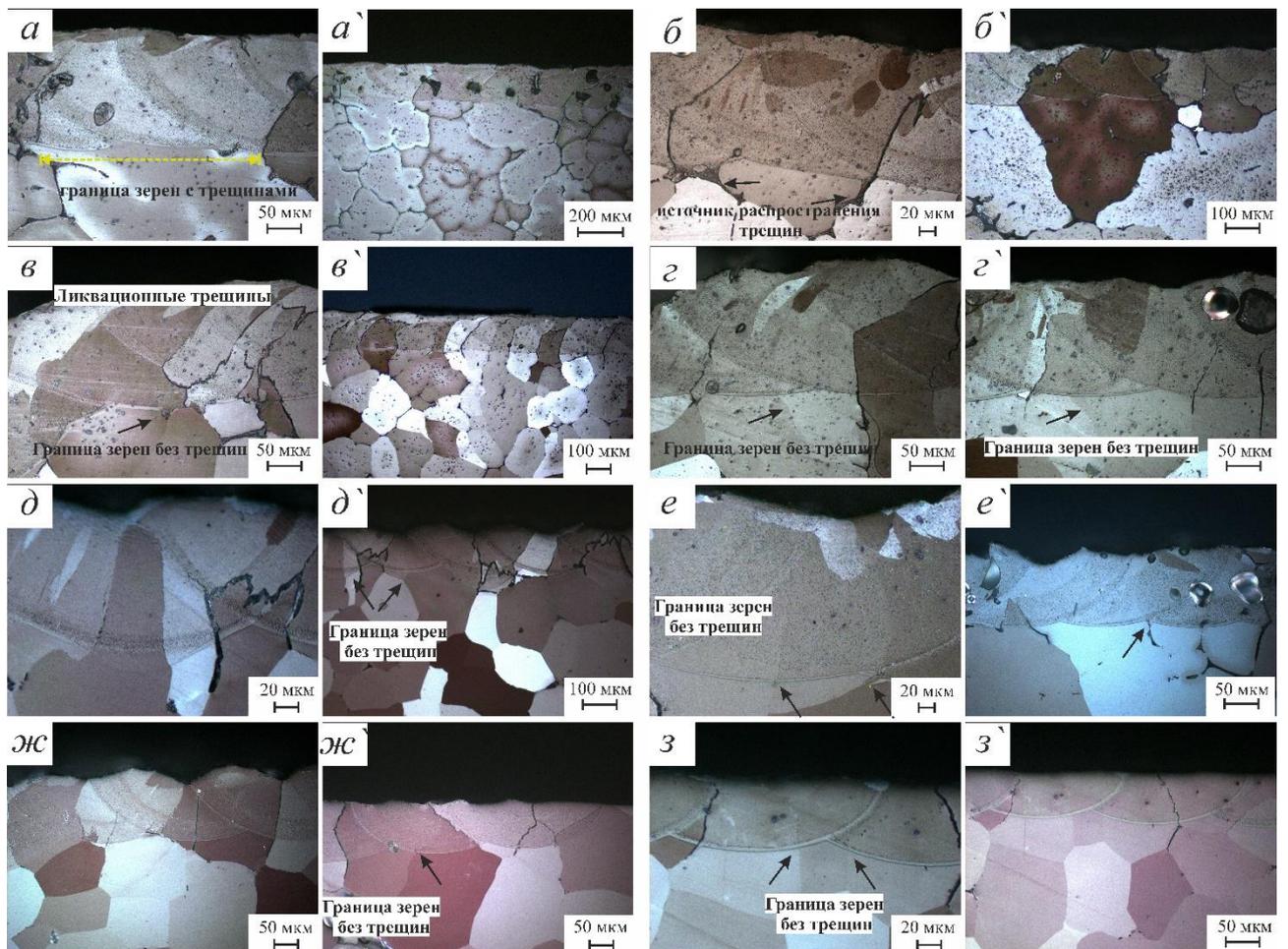


Рисунок 3.16 Микроструктуры (СМ) ЗЛП (поперечного сечения вдоль трека) сплава 4Cu в разных состояниях: (а,а') литое, и гомогенизированное при 510 °С в течение: (б,б') 1ч, (в,в') 2ч, (z,z') 8ч, (д,д') 10ч, (е,е') 20ч, (ж,ж') 24ч, and (z,z') 72ч.

Для более глубокого понимания влияния фазы Al_2Cu на отобразование трещин был получен двойной сплав Al-Cu с пониженной концентрацией Cu (Al- 2,3 Cu) при медленном охлаждении в печи. Количество образовавшейся θ -фазы в этом сплаве было меньше, чем в сплаве 4Cu (подтверждено СЭМ-анализом). Был проведен анализ ДСК этого сплава (рисунок 3.17), и первый пик во время нагрева (плавление θ -фазы) появился при температуре 545 °С; таким образом, температура гомогенизации, использованная в данном исследовании, составила 510 °С. Гомогенизационный отжиг проводили при трех различных временах 1, 7 и 20 часов, после чего пики исчезли, что связано с растворением θ -фазы в Al-матрице.

Для лазерного плавления треков всех образцов, литых и гомогенизированных, использовали следующие режимы - 310 В, 10 мсек, 1 мм/сек и 0,15 мм. В ЗЛП литого образца было замечено несколько мелких трещин, которые зародились на границах зерен БМ и не распространились вдоль ЗЛП, как это было в сплаве 4Cu (рисунок 3.16 а,а'). Это может

быть связано с меньшим количеством фаз с низкой температурой плавления (θ -фазы), что означает отсутствие возможности образовывать больше трещин (рисунок 3.17 а).

ЗЛП во всех гомогенизированных образцах имели структуру без трещин, на границах зерен ЗЛП не было обнаружено зарождения трещин, как показано на рисунке 3.17 б-г. При увеличении времени гомогенизации вся θ -фаза растворилась в Al-матрице, и зерна стали более крупными, что отразилось на структуре ЗЛП.

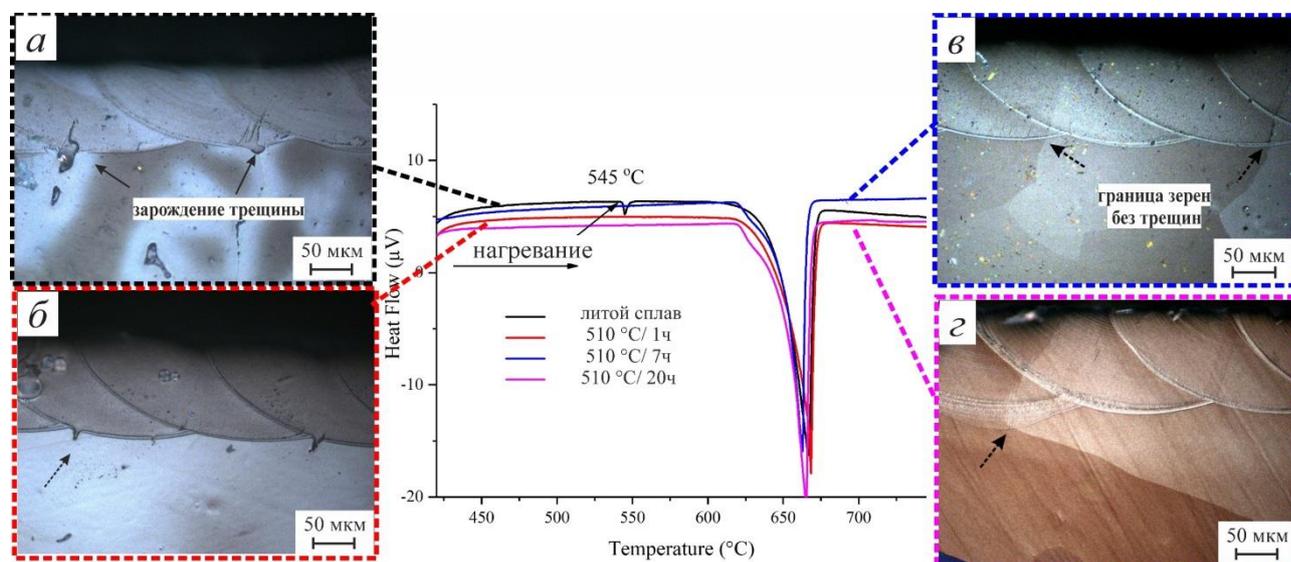


Рисунок 3.17 Результаты ДСК и микроструктуры (СМ) ЗЛП (поперечного сечения вдоль трека) сплава 2Cu в разных состояниях: (а) литое, и гомогенизированное при 510 °С в течение: (б) 1ч, (в) 7ч, (г) 20ч.

В заключение, аналогичным способом был получен двойной сплав с высокой концентрацией Cu (Al-7,5 Cu). В ЗЛП в литом и в гомогенизированных сплавах 7,5Cu наблюдалась оптимальная структура без трещин, во время ПЛП не возникло ликвационных и кристаллизационных трещин.

Как показано на рисунке 3.18а, ЗЛП литого образца содержит крупные зерна, закристаллизованные эпитаксиально из БМ без каких-либо трещин из-за явления обратного заполнения (как показано на рисунке высокого разрешения на рисунке 3.18а'), которое обусловлено высоким содержанием меди. ЗЛП гомогенизированных образцов были такими же, как ЗЛП литого образца, и можно наблюдать эффект обратного заполнения на границах, уменьшающий количество трещин (рисунок 3.18 б, б', в и в').

Увеличение концентрации Cu поддерживает явление обратного заполнения. Сплав 7,5Cu относится к доэвтектическим сплавам. θ фаза присутствует как по границам зерен, так и внутри зерна. Во время лазерного плавления по достижении эвтектической температуры θ -

фазы реагируют с окружающей α фазой, образуя эвтектическую жидкость. Затем выше эвтектической температуры эвтектическая жидкость растворяет окружающую α фазу, объем увеличивается, и она становится доэвтектической. При кристаллизации сначала кристаллизуется обедненная Cu фаза, а затем богатая Cu эвтектическая жидкость заполняет все открытые каналы и трещины и застывает.

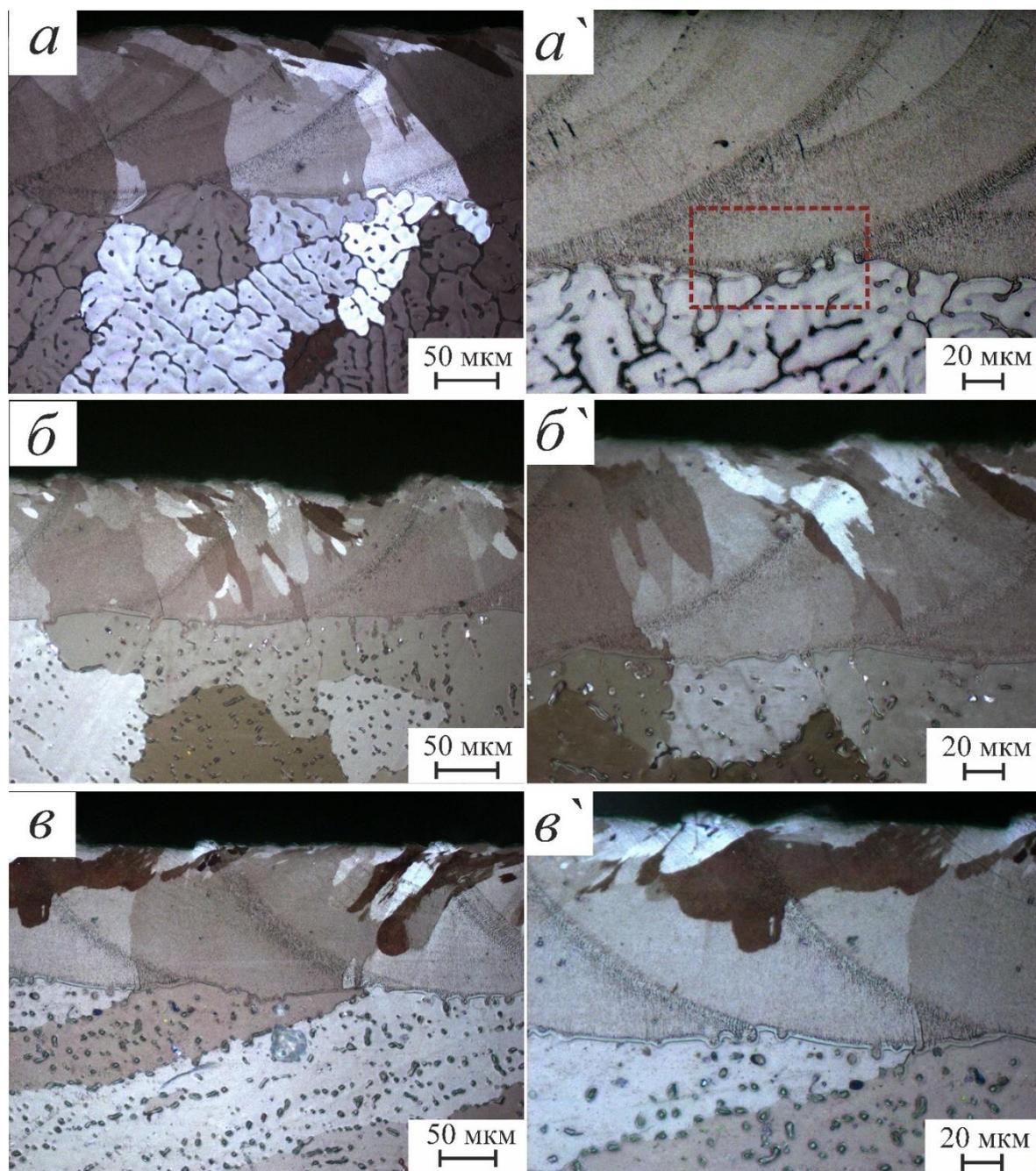


Рисунок 3.18 Микроструктуры (СМ) ЗЛП (поперечного сечения вдоль трека) сплава 7.5Cu в разных состояниях: (а,а') литое, и гомогенизированное при 510 °С в течение: (б,б') 3ч, и (в,в') 6ч.

На рисунке 3.19 представлена качественная зависимость склонности к растрескиванию при лазерной плавке от содержания меди в двойной системе Al-Cu. При

низком содержании меди склонность к растрескиванию в ЗЛП низкая (рисунок 5.19а). Увеличение содержания Cu до 4 % повышает склонность к растрескиванию из-за большого количества неравновесной фазы эвтектического происхождения (θ -фазы). Склонность к растрескиванию значительно снижается при увеличении содержания Cu до 7,5 масс.% из-за наличия большого количества равновесной эвтектики, которая действует как присадочный металл (наполнитель) во время кристаллизации после ПЛП. Эти результаты согласуются с данными, приведенными в [75,176].

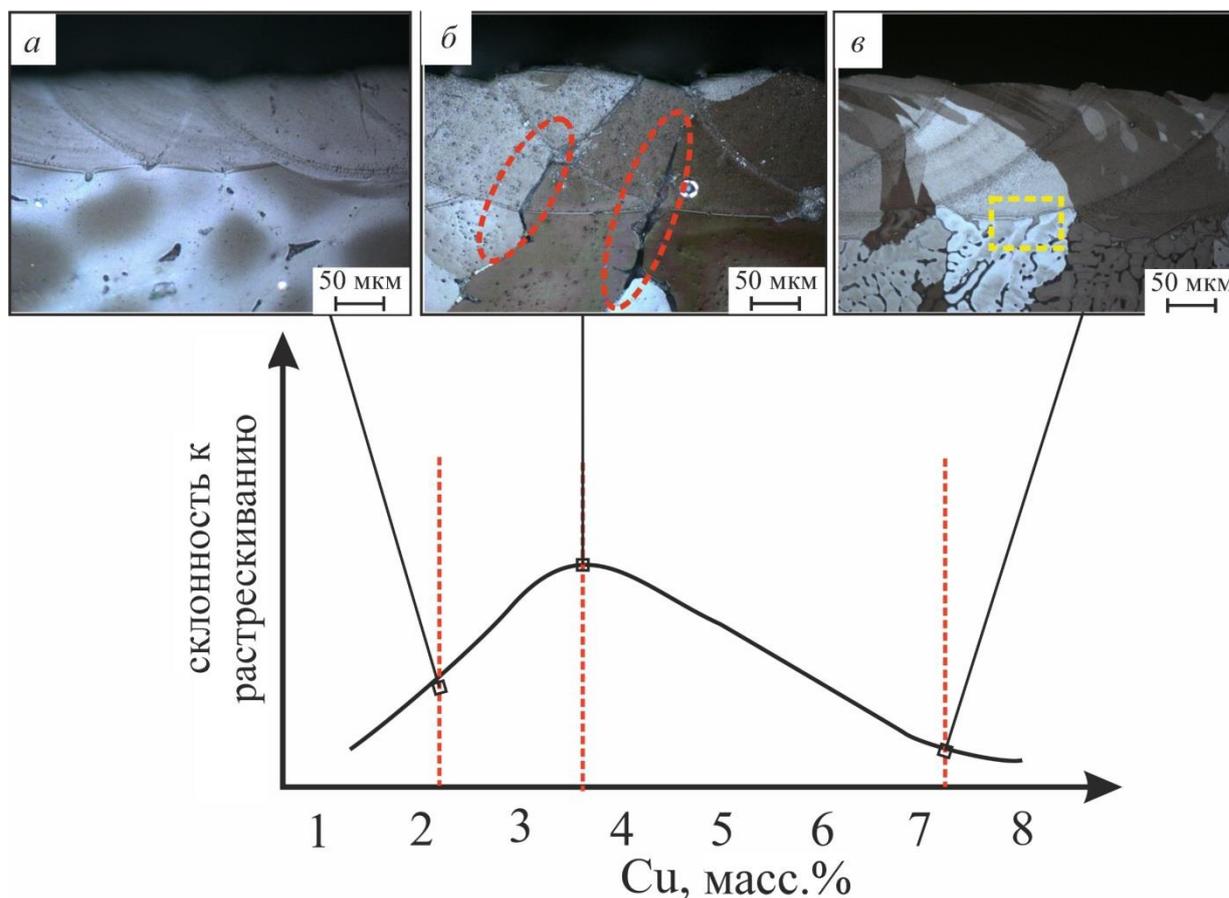


Рисунок 3.19 Зависимость склонности к растрескиванию при лазерной плавке от содержания меди в двойной системе Al-Cu: (а) 2Cu, (б) 4Cu, and (в) 7.5Cu.

Можно сделать вывод, что на микроструктуру и качество ЗЛП могут влиять многие факторы, такие как состав сплава, зеренная структура, температура процесса и исходное состояние обрабатываемого сплава (литое или гомогенизированное).

Выбор состава сплава очень важен и имеет решающее значение для получения сплава, который может подвергаться модифицированию и выдерживать высокотемпературную обработку без образования дефектов, таких как, кристаллизационных трещин, пор и неоднородной структуры.

Таким образом, выбор высокопрочного сплава Al-Zn-Mg для ПЛП представляет собой сложную задачу из-за таких проблем, как широкий интервал кристаллизации, высокая склонность к растрескиванию, смягчение обрабатываемой области из-за сильного испарения Zn и Mg при лазерном плавлении.

В следующих главах будет рассмотрено несколько подходов к решению данных проблем: добавление модифицирующих и переходных элементов, оптимизация состава сплава, термообработка перед лазерным плавлением (растворение низкотемпературных эвтектических фаз и гомогенизация зеренной структуры) и использование подогрева во время лазерной обработки.

3.7. Заключение

Приведенные выше результаты и выводы можно обобщить следующим образом;

1. Согласно расчетным данным в программе Thermo-calc, модифицирование сплавов AA7075 и AA2024 модификаторами и легирующими элементами позволяет снизить ЭИК.

2. Добавление 0,27Sc+ 0,41Zr и 1Ti+0,2В к сплавам 7075 и 2024 снижает ЭИК, улучшает зеренную структуру и повышает твердость сплавов в литом состоянии. Более того, перечисленные модификаторы изменили морфологию ЗЛП в лучшую сторону по сравнению со стандартными сплавами.

3. В ЗЛП стандартных сплавов AA7075 и AA2024 (без каких-либо добавок) и модифицированных сплавов с FeNi (7075-FeNi) и Cr (2024-Cr) наблюдали большое количество ликвационных и кристаллизационных трещин, соответственно. Эти трещины образовались в БМ из-за плавления присутствующих там низкотемпературных эвтектических фаз и стали расти через ЗЛП, что повлияло на ее качество.

4. Модифицированные сплавы с ScZr и TiB для обеих систем продемонстрировали меньшее количество трещин в ЗЛП, чем стандартные сплавы, из-за изменения морфологии структуры и наличия гетерогенных центров зарождения во время кристаллизации. Кроме того, присутствие Ti и В в сплавах подавляет образование столбчатых зерен.

5. Низкотемпературные (неравновесные) фазы являются одним из критических факторов, ответственных за образование трещин при лазерном

плавлении. В качестве модели для понимания этого эффекта были выбраны простые двойные сплавы Al-Cu, поскольку они содержат низкотемпературную эвтектическую фазу θ (Al_2Cu). Можно резюмировать, что при низком содержании Cu склонность к растрескиванию в ЗЛП низкая из-за малого количества θ -фазы. Увеличение содержания Cu до 4% повышает склонность к растрескиванию из-за большого количества неравновесной θ -фазы с низкой температурой плавления. Склонность к растрескиванию может быть существенно уменьшена при увеличении содержания Cu до 7,5 масс. % из-за образования большого количества равновесных эвтектических фаз, которые действуют как металл-наполнитель во время кристаллизации после ПЛП, залечивая образовавшиеся трещины.

6. Гомогенизационный отжиг может быть использован для обеспечения качества структуры ЗЛП и контроля образования ликвационных и кристаллизационных трещин за счет растворения неравновесных фаз.

Глава 4

Исследование влияния гомогенизации и дополнительного легирования сплавов на структуру ЗЛП

Одним из основных требований к лазерному плавлению и аддитивным технологиям является минимизация дефектов в структуре обрабатываемых изделий. Как уже говорилось во вводной главе, наиболее распространенными дефектами в изделиях лазерного плавления и АТ являются пористость, кристаллизационные трещины и анизотропия свойств. Оптимизация технологических параметров, таких как скорость перемещения (скорость сканирования) лазерного луча, мощность лазера, перекрытие дорожек, температура предварительного нагрева подложки и траектория лазерного луча [137,177], может уменьшить количество дефектов, но не устраняет их полностью. Поэтому необходимо найти новые эффективные методы управления процессами структурообразования в алюминиевых сплавах в условиях лазерной обработки.

В данной главе изучается влияние гомогенизационного отжига и других методов улучшения структуры исследуемых сплавов. Представлены некоторые эффективные способы устранения недостатков, таких как формирование столбчатой микроструктуры и образование трещин.

4.1. Влияние предварительного гомогенизационного отжига на ПЛП

Перед процессом лазерной плавки был проведен гомогенизационный отжиг сплавов для достижения однородности состава и растворения неравновесных фаз с целью снижения их вредного воздействия для лучшего лазерного плавления и получения однородной и стабильной структуры ЗЛП, как уже обсуждалось ранее в гл. 3. На рисунке 4.1 схематически показано влияние гомогенизации перед процессом лазерной плавки на микроструктуру ЗЛП.

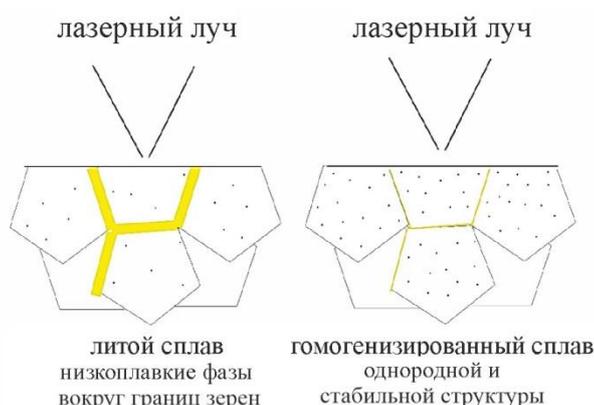


Рисунок 4.1. Схема влияния гомогенизации перед процессом лазерной плавки на микроструктуру ЗЛП.

4.1.1. Сплавы 7075

По данным ДСК анализа, подходящая температура гомогенизации для исследуемых сплавов 7075 составляет 460°C. Согласно данным [178,179], продолжительность гомогенизационного отжига сплава AA7075 составляет 3 ч. Гомогенизированные образцы были подвергнуты лазерному плавлению с длинными треками при 300 В, 12 мс, скорости лазера 1 мм/сек и перекрытии 0,15 мм, как указано в таблице 2.2 в гл. 2.

Плп гомогенизированных образцов привело к значительным изменениям в микроструктуре ЗЛП по сравнению с литыми образцами. Количество образовавшихся трещин в стандартном сплаве уменьшилось (рисунок 4.2 а). Структура ЗЛП имеет крупные зерна, которые, предположительно, образуются в результате эпитаксиальной кристаллизации в БМ и роста в направлении центра зоны расплавления с образованием ликвационных трещин, начинающихся в центре ЗЛП и распространяющихся вдоль зерен. Такой тип кристаллизации повышает склонность к образованию трещин в процессе лазерного плавления. Более того, вблизи краев и случайных местах ЗЛП на микроструктурах (СЭМ) были обнаружены светлые зоны микронеоднородностей (отмечены желтыми стрелками на рисунок 4.2 в). Неравномерное распределение легирующих элементов показано на рисунок 4.3а.

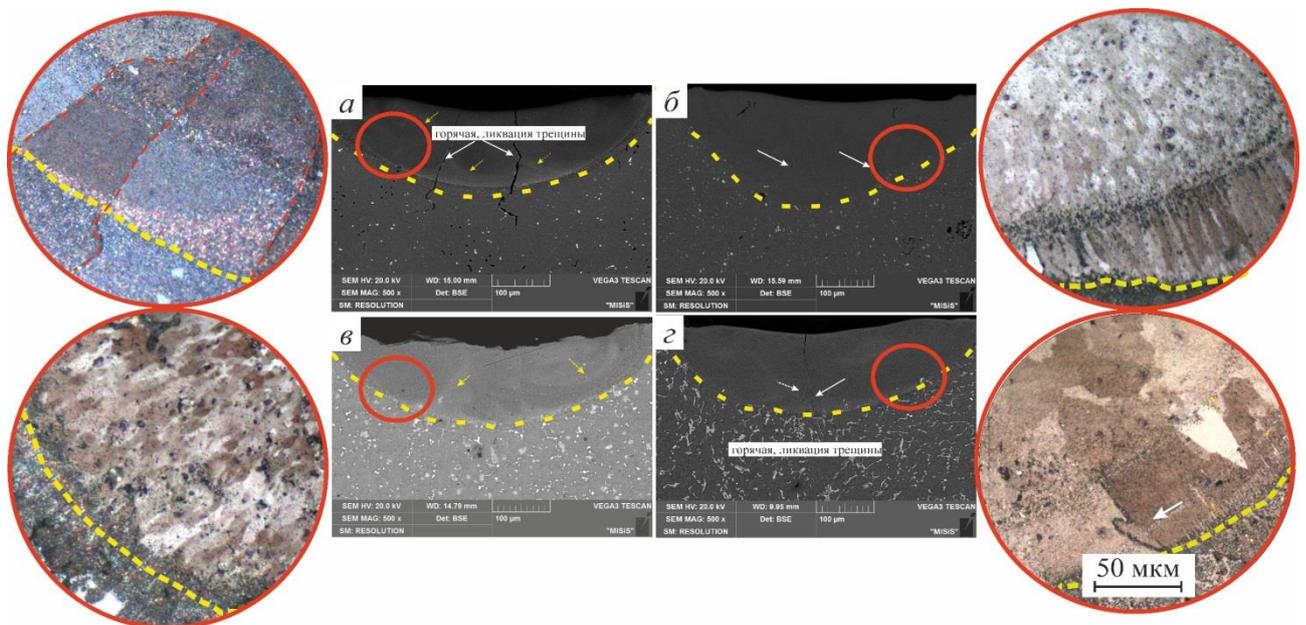


Рисунок 4.2. Микроструктура (СЭМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированных сплавов: (а) 7075-st и с модифицирующими добавками: (б) ScZr, (в) TiB, и (г) FeNi.

Согласно результатам исследования распределения элементов, ЗЛП имеют неравновесное содержание элементов из-за испарения Mg и Zn в процессе лазерной плавки. Снижение содержания Zn и Mg в ЗЛП по сравнению с БМ составило 2,9 масс.% и 1 масс.%, соответственно. Таким образом, это может привести к ухудшению свойств ЗЛП.

Добавление ScZr оказало значительное влияние на структуру ЗЛП гомогенизированных образцов, в результате чего было подавлено крупнозернистое строение, а ЗЛП разделилась на зону столбчатых зерен и мелких равноосных зерен. Столбчатые зерна образовались вдоль границы расплавленного объема и росли эпитаксиально в направлении, противоположном направлению теплового потока, а в центре ЗЛП образовались мелкие равноосные зерна. Мелкие равноосные зерна могут быть связаны с присутствием частиц $Al_3(Sc,Zr)$, которые способствуют гетерогенному зарождению Al матрицы во время кристаллизации (рисунок 4.2б). Анализ распределения элементов показал, что концентрация Zn снизилась в ЗЛП на 2,6 масс.% по сравнению с БМ. Однако концентрация Mg существенно не изменилась, и имеет равномерное распределение по БМ и ЗЛП с уменьшением примерно на 0,5 масс.%.

В сплаве с TiB структура ЗЛП приобрела ультратонкую и однородную структуру в дополнение к очень тонкому столбчатому зерну на границе (рисунок 4.2в) из-за влияния Ti и B на процесс гетерогенного зарождения, что в конечном итоге предотвращает образование трещин в процессе лазерной плавки. Распределение элементов внутри ЗЛП было более равномерным в отличие от стандартного сплава. Количество испарившихся Zn и Mg значительно уменьшилось; содержание испарившегося Zn составило около 1%, а содержание Mg в ЗЛП не изменилось (рисунок 4.3в).

В сплаве 7075-FeNi не было выявлено особых отличий структуры ЗЛП от стандартного сплава, за исключением образования равноосных зерен в центре ЗЛП на последней стадии кристаллизации (рисунок 4.2г). Крупные зерна эпитаксиально росли от границы БМ по направлению к центру зоны воздействия лазера в дополнении к образованию крупных равноосных зерен в центре ЗЛП и присутствию кристаллизационных трещин. Fe и Ni не являются модифицирующими элементами во время кристаллизации. Было обнаружено сильное испарение и ликвация Zn и Mg. Количество испарившихся Zn и Mg составило около 3,65 масс.% и 0,5 масс.%, соответственно (рисунок 4.3г). Несмотря на большое количество испарившегося Zn и Mg, наблюдается равномерное распределение этих элементов в ЗЛП,

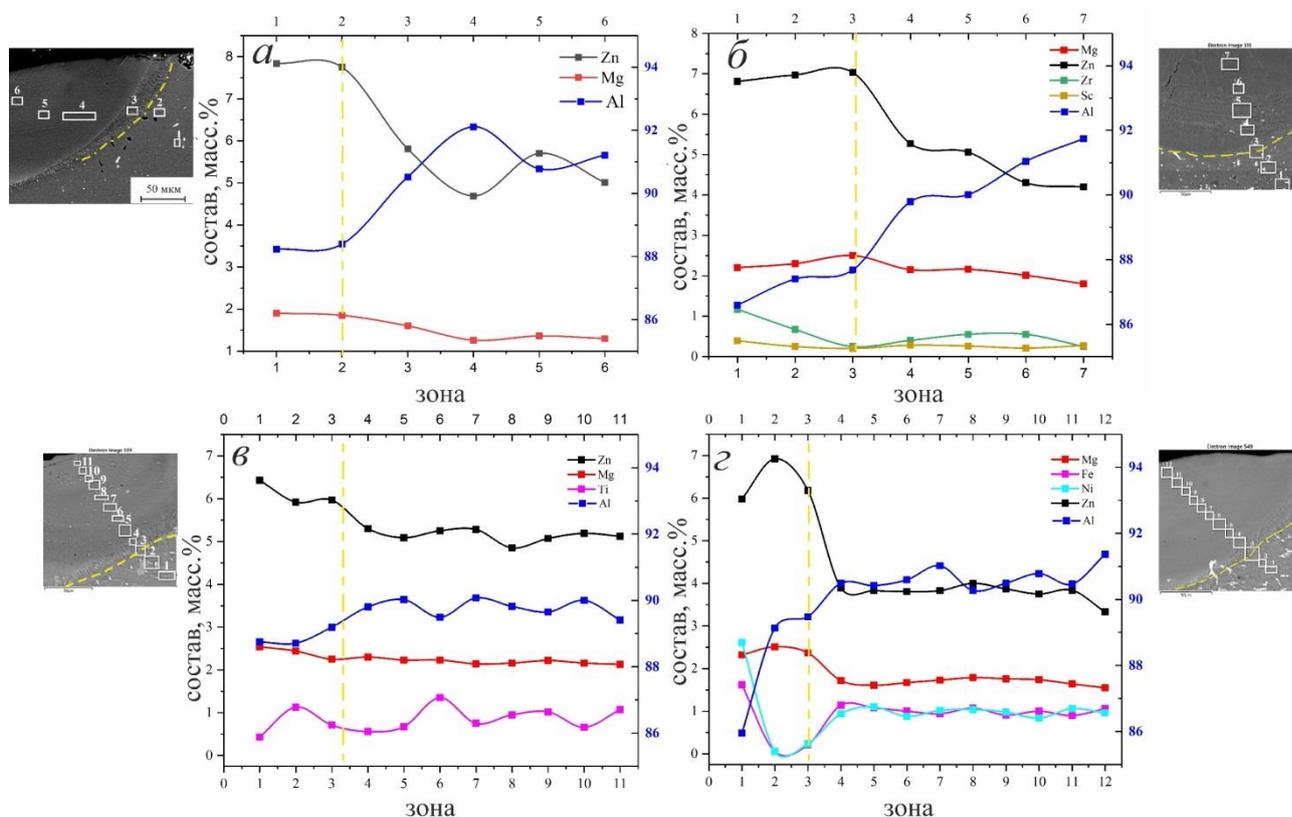


Рисунок 4.3. Распределение химических элементов вдоль ЗПП гомогенизированных сплавов: (а) 7075-ст и с модифицирующими добавками: (б) ScZr, (в) TiB, и (г) FeNi.

Для оценки влияния всех факторов и параметров (к примеру, добавления различных модификаторов и гомогенизационного отжига) на механические свойства после ППП использовали значение твердости. Значения твердости ЗПП приведены в таблице 4.1.

Твердость ЗПП гомогенизированных и модифицированных сплавов имеет те же значения, что и твердость БМ в литом состоянии, и выше, чем твердость 7075-ст в литом БМ.

Таблице 4.1. Твердость ЗПП и БМ гомогенизированных и литых сплавов на основе 7075.

Сплав	Твердость HV ЗПП гомогенизированных сплавов	Твердость HV ЗПП литых сплавов	Твердость HV литого БМ
7075-standard	120 ± 4	106 ± 10	129 ± 5
7075-ScZr	144 ± 3	130 ± 5	142 ± 4
7075-TiB	131 ± 5	120 ± 6	139 ± 5
7075-FeNi	158 ± 4	135 ± 5	157 ± 9

4.1.2. Сплавы 2024

Для сплавов AA2024 гомогенизационный отжиг проводили перед лазерной плавкой при 480 °С в течение 10 ч, чтобы растворить большое количество неравновесных фаз θ - Al_2Cu . После ПЛП сплава 2024-ст все еще присутствовало большое количество ликвационных трещин, образовавшихся из-за наличия по границам зерен БМ нерастворившихся остатков фаз после гомогенизации в течение 10 ч (рисунок 4.4). Таким образом, для растворения большого количества неравновесных фаз требуется более длительное время выдержки.

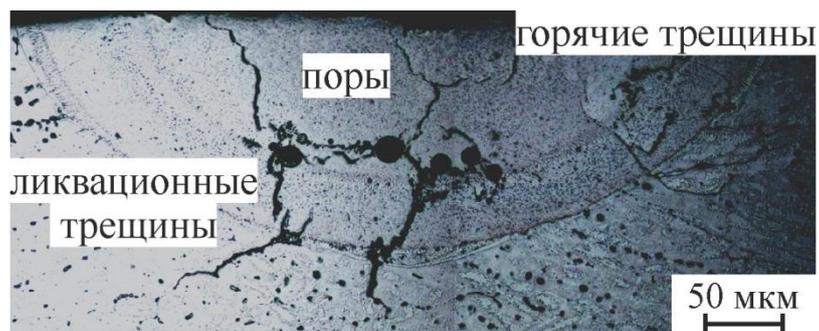


Рисунок 4.4. Микроструктура (СМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированного (480 °С, 10 ч) сплава 2024-ст

Поэтому время гомогенизации было увеличено до 20 ч, после чего треки лазерного плавления обрабатывали при 290 В, 12 мсек, 1 мм/сек и 0,2 мм (табл. 2.2). Гомогенизированные в течение 20 ч образцы имели лучшую структуру ЗЛП, чем литые образцы и образцы, гомогенизированные в течение 10 ч. В стандартном сплаве AA2024 и модифицированном сплаве с добавлением Sc после гомогенизации в течение 20 ч, структуры ЗЛП гомогенизированных образцов имеют схожую морфологию с ЗЛП литых образцов (рисунок 3.12), но количество и размер трещин значительно уменьшились, хотя они все еще присутствовали как показано на рис. 4.5(a,г). Более того, модифицированные сплавы с ScZr и TiV имели свободные от трещин ЗЛП с более совершенной структурой (рис. 4.5 б,в). На границе ЗЛП сплава со ScZr имеется зона ультрамелких зерен, далее зона тонких столбчатых зерен и мелких равноосных зерен, сформированных в центре ЗЛП за счет эффекта гетерогенного зарождения из-за $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$. Все зерна были ориентированы в направлении, противоположном направлению теплового потока. Также, ЗЛП сплава, модифицированного Ti+V, имеет тонкие столбчатые зерна на границе и ультрамелкие зерна в центре из-за эффекта гетерогенного зарождения, обеспечиваемого частицами Al_3Ti .

Из анализа распределения элементов по БМ и ЗЛП на рисунке 4.6 видно, что снижение концентрации Mg в ЗЛП было одинаковым для всех сплавов, примерно на 0,7-0,8 масс.% из-за испарения Mg во время лазерной обработки. Другие элементы были равномерно распределены в ЗЛП.

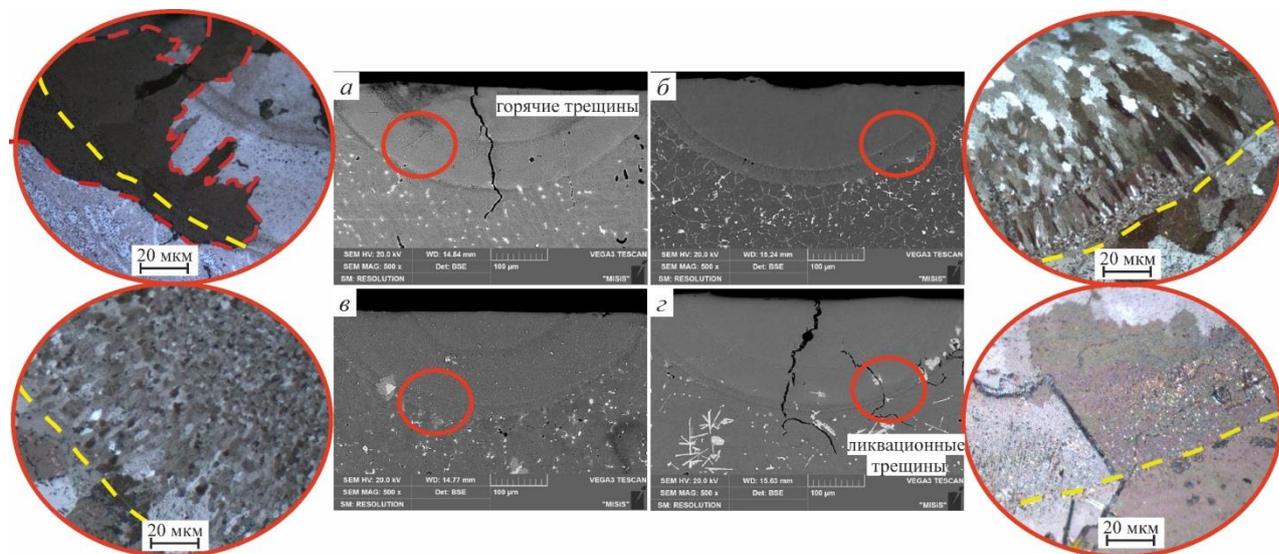


Рисунок 4.5. Микроструктура (СМ и СЭМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированных (480 °С, 20 ч) сплавов: (а) 2024-ст и с модифицирующими добавками: (б) ScZr, (в) TiB, и (z) Cr

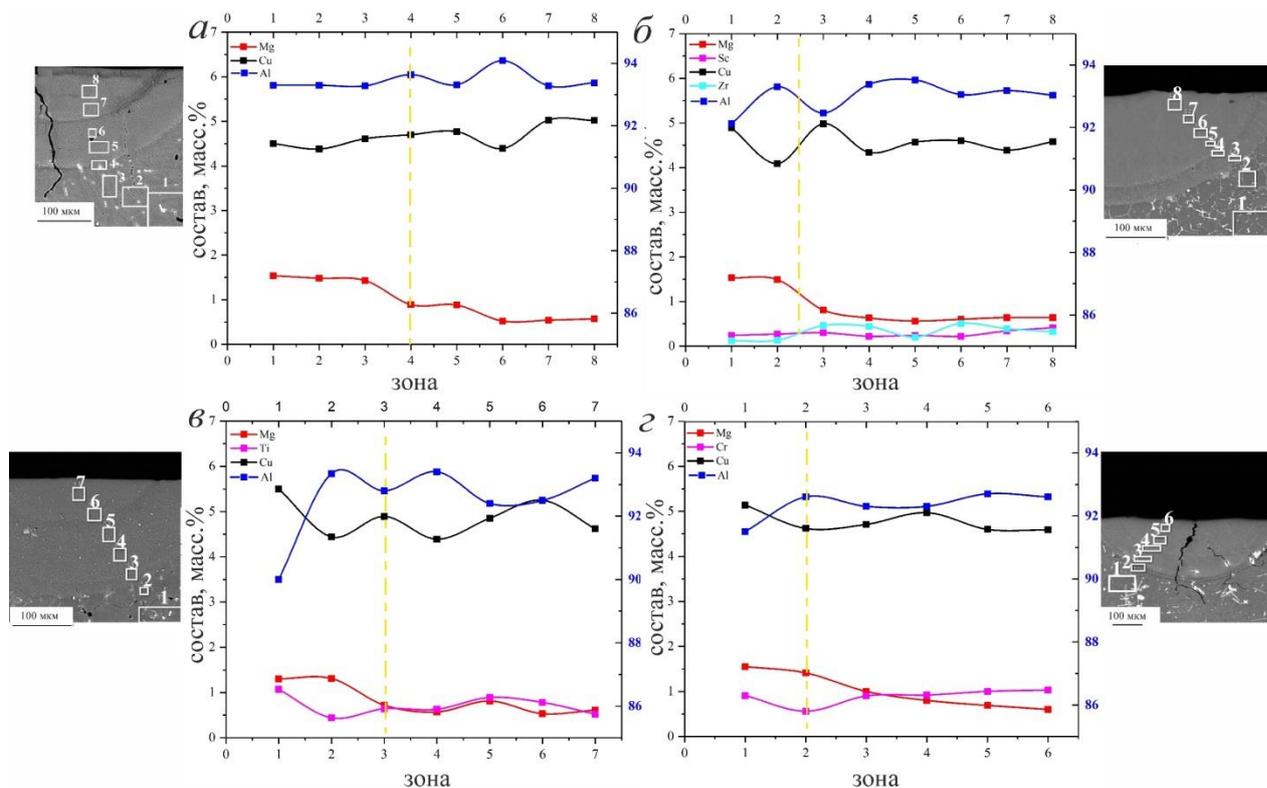


Рисунок 4.6. Распределение легирующих элементов в ЗЛП гомогенизированных (480 °С, 20 ч) сплавов: (а) 2024-ст и с модифицирующими добавками: (б) ScZr, (в) TiB, и (z) Cr

Значения твердости ЗЛП гомогенизированных при 480 °С / 20 ч сплавов 2024 приведены в табл. 4.2. Твердость ЗЛП стандартного сплава составила 106 ± 2 HV. Это можно объяснить испарением Mg. Тем не менее, ЗЛП модифицированных сплавов с ScZr и TiB продемонстрировали большие значения твердости - 150 ± 4 HV и 150 ± 5 HV, соответственно, благодаря действию модифицирующих элементов, которые изменили структуру и обеспечили отсутствие трещин. Хотя в ЗЛП сплава 2024-Cr имелись трещины, его твердость была выше по сравнению с ЗЛП стандартного сплава AA2024 (табл.4.2).

Таблица 4.2 Твердость ЗЛП гомогенизированных (480 °С, 20 ч) сплавов на основе 2024

Сплав	Твердость HV ЗЛП гомогенизированных сплавов
2024-st	106 ± 2
2024-ScZr	150 ± 4
2024-TiB	150 ± 5
2024-Cr	130 ± 2

4.2. Оптимизация химического состава

Полученные результаты показали, что хотя добавление TiB и ScZr оказывает существенное положительное влияние на структуру ЗЛП сплава 7075, в нем все еще присутствуют элементы неблагоприятной морфологии, такие как столбчатые зерна, способствующие распространению трещин. Кроме того, добавление FeNi оказывает значительное положительное влияние на твердость ЗЛП, но не препятствует образованию трещин и испарению основных легирующих элементов. Таким образом, легирование этих сплавов дополнительными элементами может привести к получению качественной ЗЛП с улучшенными свойствами.

Для повышения технологичности сплавов Al в условиях ПЛП и обеспечения возможности управлять микроструктурой и свойствами обрабатываемого материала используются различные подходы, такие как измельчение зерна и управление скоростью затвердевания [59,62,180]. Мартин и др. [135] показали, что образование трещин может быть решено путем добавления наночастиц нуклеатов во время лазерного аддитивного производства для управления процессом кристаллизации. Снизить негативное влияние остаточной (междендритной) жидкости можно путем получения равноосных зерен, которые ведут себя как гранулированные твердые частицы с малым сопротивлением усадке, а также

путем увеличения количества мелких зерен, которые максимизируют общую площадь границ зерен на единицу объема, укрепляют материал и устраняют межкристаллитные трещины [134].

С учетом сделанного выше обзора, в этом разделе рассматривается возможность улучшения и оптимизации структуры и твердости сплавов 7075 путем комбинирования различных легирующих элементов, например, путем добавления различных долей Zr в сплав 7075-TiB (сплав 7-9, табл. 2. 1), добавление Co и комбинации TiBCo к сплаву 7075-FeNi (сплав 5-6, Таблица 2.1), добавление 2 и 4 масс.% Si в комбинации с TiB и ScZr к сплаву 7075-st (сплавы 10-15, Таблица 2.1) и изменения концентрации Zn и Mg с добавлением различных концентраций TiB (сплавы 16-20, Таблица 2.1).

4.2.1. Влияние Zr на ПЛП сплава 7075-TiB

4.2.1.1. Литое состояние

Добавление комбинации Ti, В и Zr к стандартному сплаву изменило структуру до мелкозернистой равноосной со значительным уменьшением размера зерна (рисунок 4.9). Изменение микроструктуры связано с образованием первичных частиц Al_3Zr или Al_3Ti , которые могут действовать как места зарождения зерен во время кристаллизации. Размер зерна в основном определяется гетерогенным зарождением твердых частиц и последующим ростом зародышей во время кристаллизации [125].

В сплав 7075-TiB было добавлено различное содержание Zr. При увеличении содержания Zr на 0,1- 0,2 и 0,5 масс.% не было обнаружено значительного изменения размера зерна, но зеренная структура стала более однородной, как показано на Рисунке 4.7 $a^{\prime\prime}$, $b^{\prime\prime}$, $v^{\prime\prime}$. Увеличение количества Zr привело к образованию избыточных фаз Al_3Zr (Рисунок 4.7 a , b , v), что было также подтверждено многими [125,181].

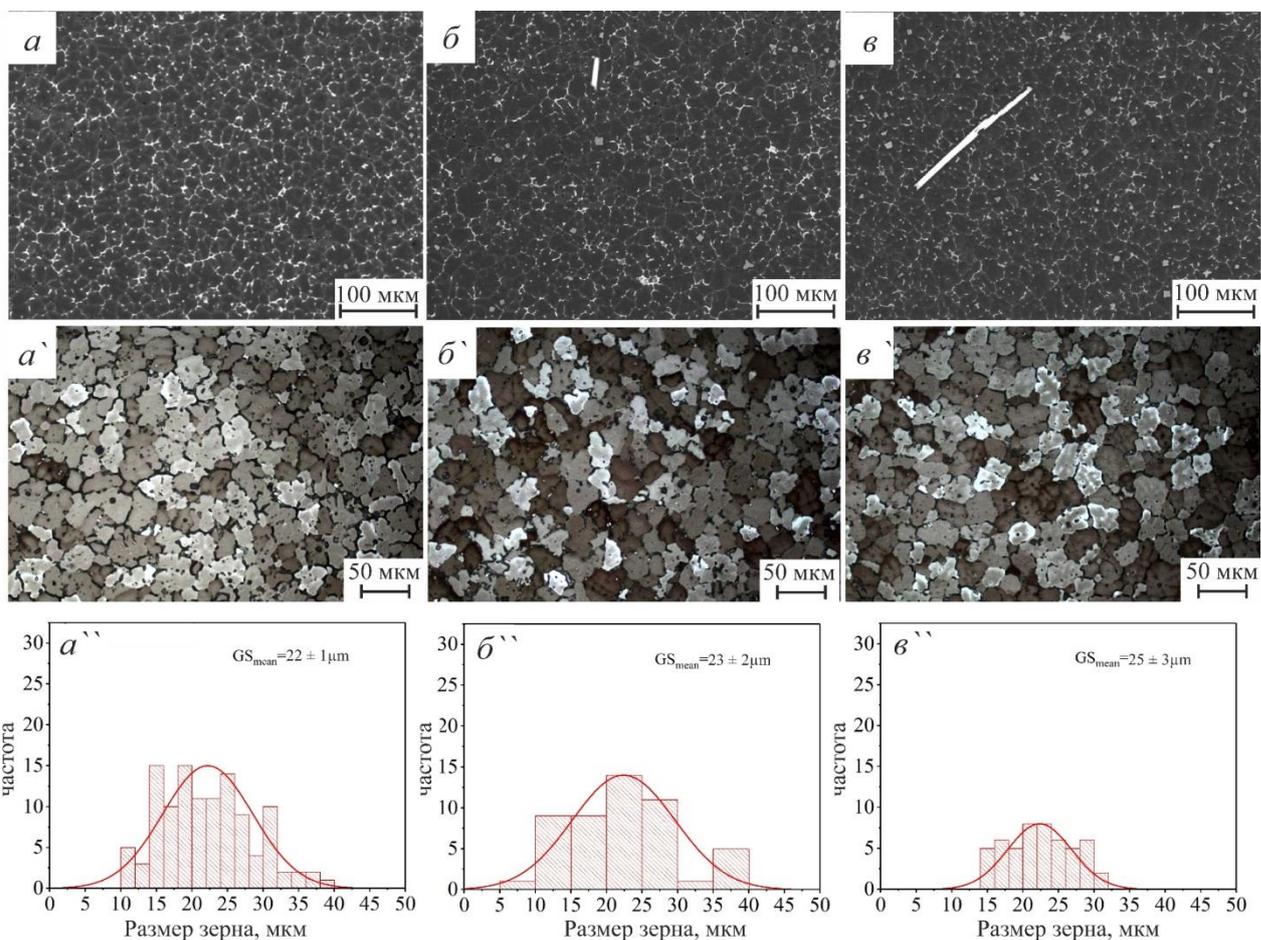


Рисунок. 4.7. Микроструктура (СЭМ, СМ) и распределение размеров зерна Al литых сплавов 7075-TiB с добавками Zr; (а, а', а'') 7075-TiB 0.1Zr, (б, б', б'') 7075-TiB 0.2Zr, и (в, в', в'') 7075-TiB 0.5Zr

Треки лазерного плавления получали с использованием параметров лазерной обработки, указанных в таблице 2.2. Структура, полученная после ПЛП литого и модифицированного сплавов с 0,1%Zr, состоит из крупных столбчатых зерен с кристаллизационной трещиной в центре ЗЛП (рисунок 4.8а). Источником образования трещины являются неравновесные фазы вокруг зерен в БМ.

Увеличение содержания Zr до 0,2% приводит к разделению ЗЛП на столбчатые зерна вблизи границы и крупные равноосные зерна в центре (рисунок 4.8б). В сплаве с 0,5% Zr зона столбчатых зерен вблизи границы уменьшилась, а зерна в центре ЗЛП стали мелкими равноосными зернами (рисунок 4.8в).

Также можно отметить, что при лазерной плавке сплавов в литом состоянии наблюдали неоднородность зерен в ЗЛП и множество дефектов из-за наличия неравновесных эвтектических фаз между зернами в БМ. Хотя кристаллизационные трещины и процесс образования столбчатых зерен не были устранены, количество их уменьшалось по мере

увеличения содержания Zr, что объясняется влиянием комбинации этих модификаторов на зеренную структуру БМ и ЗЛП.

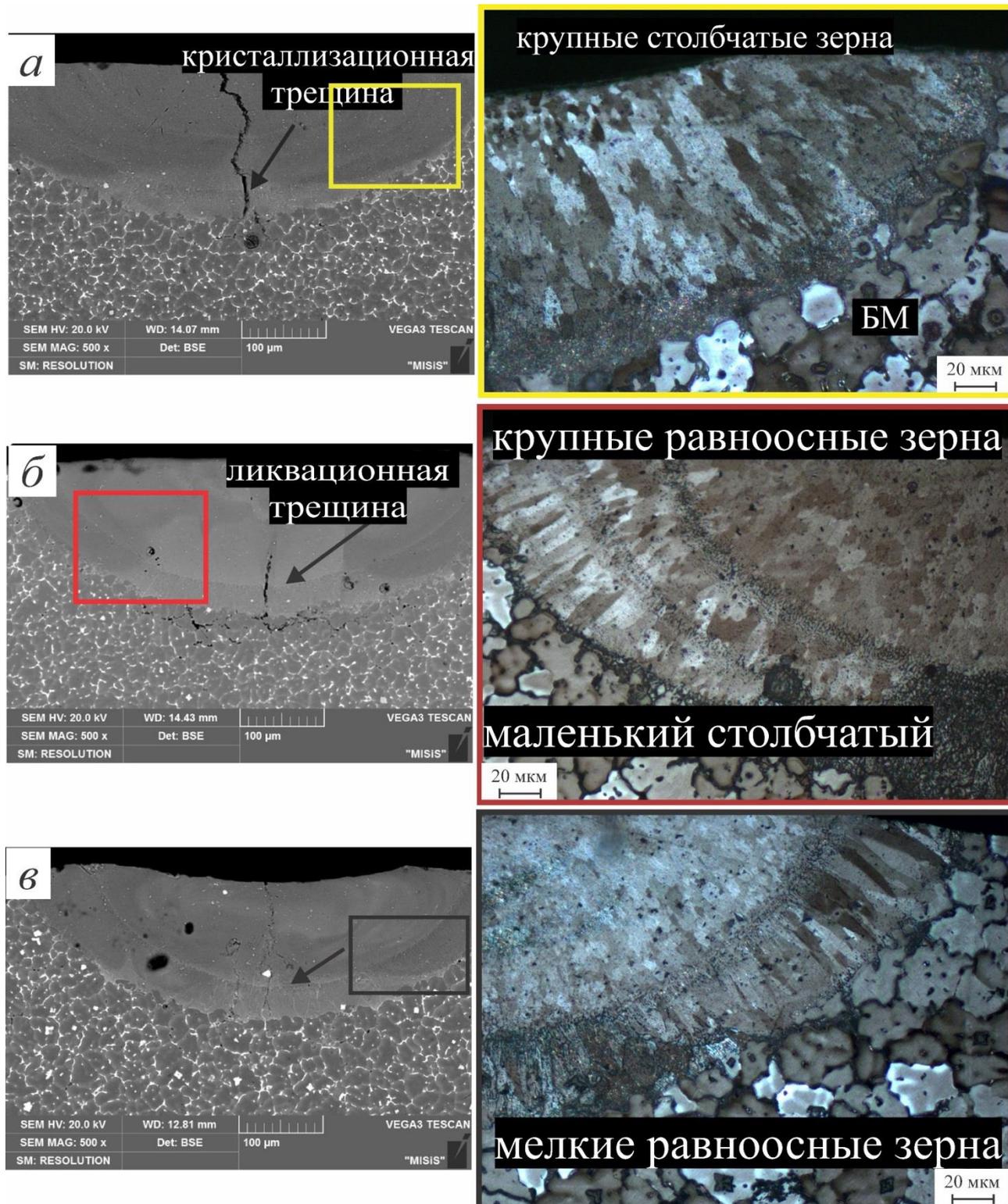


Рисунок. 4.8 Микроструктура (СЭМ и СМ) поперечного сечения ЗЛП литых сплавов 7075-TiB с добавками Zr; (а, а') 7075-TiB 0.1Zr, (б, б') 7075-TiB 0.2Zr, и (в, в') 7075-TiB 0.5Zr

4.2.1.2. Влияние гомогенизационного отжига на структуру ЗЛП

В соответствии с результатами ДСК анализа, образцы были гомогенизированы при 460°C в течение 8 ч для растворения вышеназванных фаз и равномерного распределения элементов в структуре.

Треки обрабатывали с напряжением 300 В, 12 мс, 1 мм/сек и перекрытием 0,15 мм (параметры указаны в таблице 2.2). Полученные ЗЛП гомогенизированных образцов имели более однородную структуру, чем ЗЛП литых образцов (рисунок 4.9 *а,б*) - очень мелкие зерна на границе БМ, затем зона мелких столбчатых зерен и мелкие равноосные зерна в центре. Увеличение содержания Zr до 0,5 масс.% привело к подавлению зоны столбчатых зерен, и ЗЛП стала состоять из мелких зерен на границе и мелких равноосных в центре, как показано на рисунке 4.9 *в*. Все зерна кристаллизовались в направлении движения лазера. Кроме того, не было трещин, образовавшихся на БМ, но присутствовала трещина по центру лазерного трека, образовавшаяся на последней стадии кристаллизации.

Добавление комбинации Ti, В и Zr и гомогенизационный отжиг перед лазерной плавкой позволили устранить дефекты структуры за счет подавления столбчатых зерен и обеспечения однородной зеренной структуры ЗЛП, но наличие трещины вдоль центра лазерного трека все еще остается проблемой, влияющей на качество и свойства ЗЛП. Решение этой проблемы будет описано далее.



Рисунок. 4.9 Микроструктура (СМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированных сплавов 7075-TiB с добавками Zr: (*а,а'*) 7075-TiB 0.1Zr, (*б, б'*) 7075-TiB 0.2Zr, и (*в, в'*) 7075-TiB 0.5Zr

4.2.1.3. Результаты измерения твердости

Изменение структуры после литья, при увеличении концентрации Zr на 0,12-0,25 и 0,5%, привело к увеличению твердости БМ. При добавлении 0,1% Zr твердость БМ составляла 122 ± 5 HV. Более того, она увеличилась до 128 ± 2 и 136 ± 2 HV при добавлении 0,2-0,5 масс.% Zr, соответственно, как показано в таблице 4.3. Твердость увеличилась из-за измельчения зерна и образования $Al_3(Zr, Ti)$ и нерастворимого TiB_2 . В целом, после ПЛП

наблюдается небольшое снижение твердости ЗЛП по сравнению с БМ из-за испарения Zn и Mg и появления дефектов во время лазерного плавления. Однако, благодаря действию модифицирующих элементов и структуре ЗЛП, твердость стала равной 81 ± 5 HV, 92 ± 5 HV и 99 ± 4 HV при содержании 0,1, 0,2 и 0,5 масс.% Zr, соответственно. Гомогенизационный отжиг при $460^\circ\text{C} / 8$ ч значительно повысил твердость как БМ, так и ЗЛП. Это может быть связано с присутствием Zr. Твердость увеличивалась с увеличением содержания Zr из-за образования $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Ti})$ и улучшения структуры.

Таблица 4.3. Твердость литых и гомогенизированных образцов БМ и ЗЛП сплавов 7075-TiB с добавками Zr

Сплав	Твердость литых образцов, HV		Твердость гомогенизированных $460^\circ\text{C}/8\text{ч}$ образцов, HV	
	БМ	ЗЛП	БМ	ЗЛП
7075-TiB+0.1Zr	122 ± 5	81 ± 5	163 ± 3	140 ± 9
7075-TiB+0.2Zr	128 ± 2	92 ± 5	164 ± 3	160 ± 6
7075-TiB+0.5Zr	136 ± 2	99 ± 4	178 ± 3	162 ± 12

4.2.2. Оптимизация состава сплава 7075-FeNi с помощью Ti, B и Co

Исследование процесса лазерного плавления сплава 7075-FeNi в литом и гомогенизированном состоянии показало высокие значения твердости в ЗЛП, несмотря на многочисленные дефекты, такие как кристаллизационные трещины и крупнозернистая структура. Поэтому целью данного раздела является сохранение данных свойств при одновременной оптимизации зеренной структуры с целью применения в лазерном плавлении и аддитивном производстве. Это может быть достигнуто путем добавления большего количества переходных и модифицирующих элементов для снижения ЭИК, устранения образования трещин, увеличения количества мест зарождения, а также модификации структуры зерна.

В данном исследовании Co был выбран для добавления в сплав 7075-FeNi, из-за высокой температуры плавления [182]. Было обнаружено, что фазы, содержащие Co и Ni плюс Fe, более устойчивы к огрублению, чем фазы, содержащие Cr, Ti и Zr. Кроме того, благодаря дешевизне переходных металлов, таких как Ni и Co, им уделяется больше внимания.

4.2.2.1. Исследование модифицированных базовых сплавов

В этом разделе в сплав 7075-FeNi с химическим составом, указанным в таблице 2.1, были добавлены Co и комбинация Co и TiB. Эффективный интервал кристаллизации ЭИК для сплава 7075-FeNi составлял 131 °С, добавление 0,5 Co снизило ЭИК до 125 °С, а для комбинации 0,5 Co+ 0,5Ti+0,1B - до 126 °С, как показано на рисунке 4.10 а,б,в.

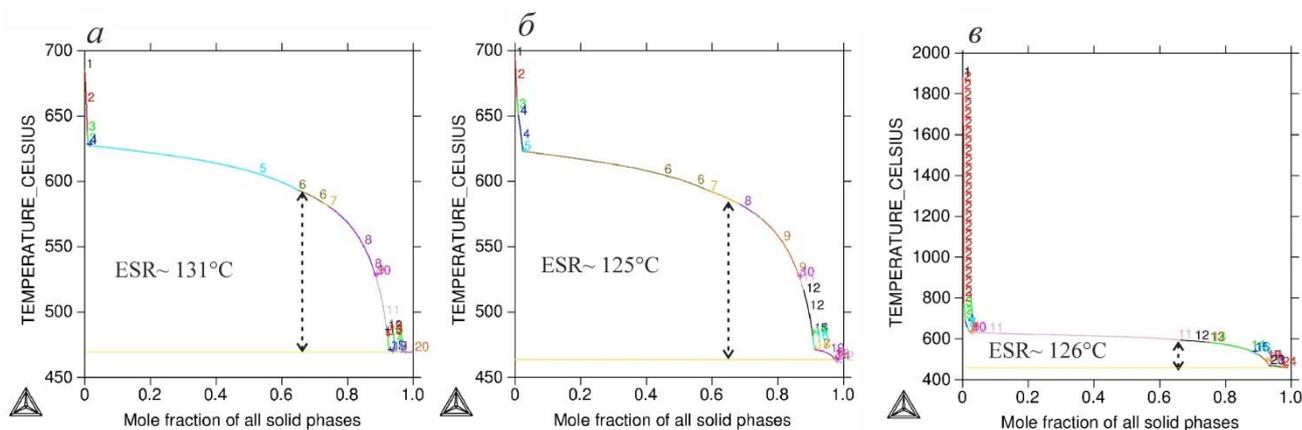


Рисунок 4.10 Кривые Шейля полученные расчетом в ThermoCalc для сплавов (а)7075-FeNi, (б) 7075-FeNiCo, и (в) 7075-FeNiTiBCo.

При добавлении Co в сплав 7075-FeNi в микроструктуре наблюдали крупные дендриты со средним размером зерна 237 ± 74 мкм и неоднородным распределением зерен по размерам, как показано на рисунке 4.11 а, а'. Добавление комбинации TiBCo изменило морфологию сплава 7075-FeNi и привело к образованию однородных равноосных зерен со средним размером зерна 29 ± 7 мкм, как показано на рисунке 4.11 б, б'. Изменение формы и равномерности распределения зерен сильно влияет на морфологию ЗЛП в ходе процесса лазерной плавки. В промежутках между зернами и между дендритами существует множество неравновесных эвтектических фаз с низкой температурой плавления. Гомогенизационный отжиг является эффективной и необходимой операцией для растворения этих фаз и улучшения структуры зерен и распределения химических элементов для более качественного лазерного плавления.

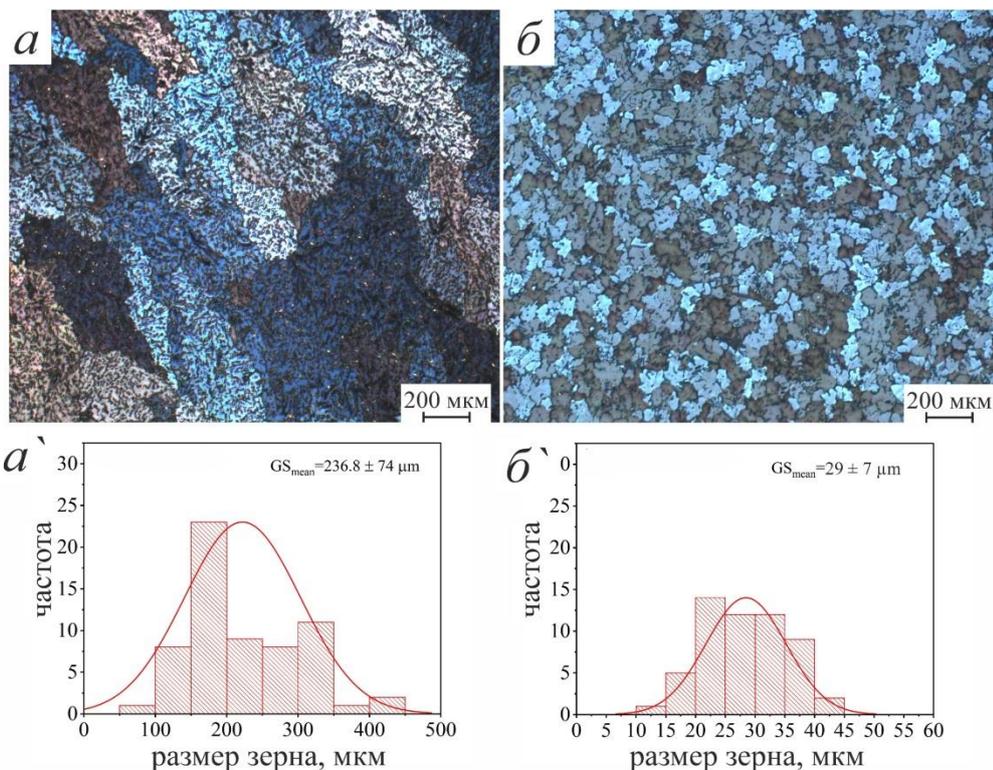


Рисунок 4.11. Микроструктура (СЭМ) и распределение размеров зерна Al литых сплавов (а,а') 7075-FeNiCo, и (б,б') 7075-FeNiTiBCo.

В соответствии с результатами ДСК анализа, сплавы были гомогенизированы при 460°C в течение 3 и 6 ч. На рисунке 4.12 показаны СЭМ изображения гомогенизированных в течение 3 и 6 ч сплавов. Отмечается, что после 6 ч количество дендритных структур, значительно уменьшается, а количество эвтектических и вторичных фаз становится меньше, но не исчезает полностью.

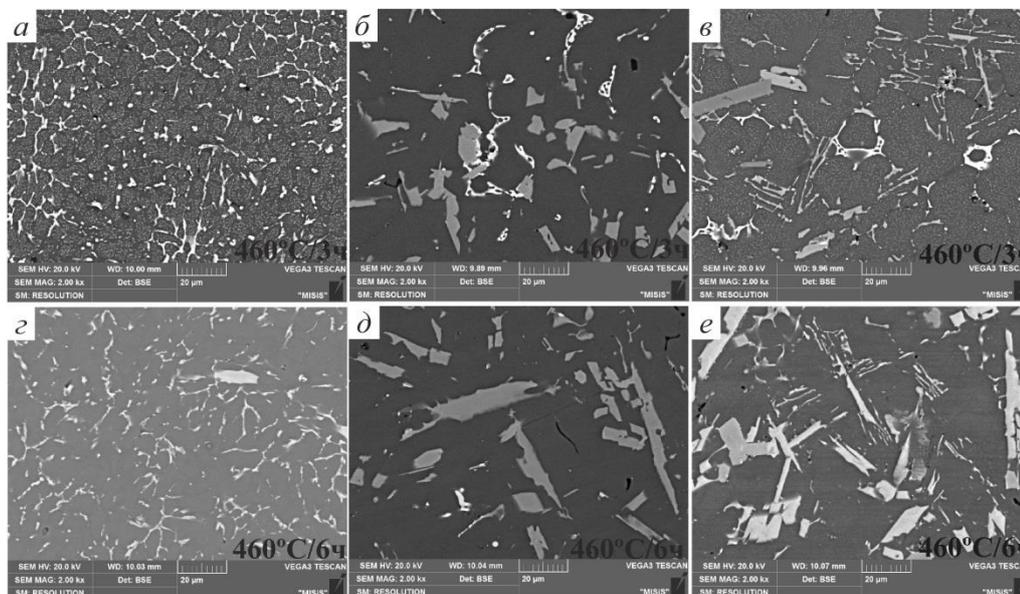


Рисунок 4.12 Микроструктура (СЭМ) гомогенизированных (460°C, 3 и 6 ч) сплавов: (а,з) 7075-FeNi, (б,д) 7075-FeNiCo и (в,е) 7075-FeNiTiBCo;
 - (а, б, в) 460°C/ 3ч
 - (з, д, е) 460°C/6ч

В литом состоянии твердость сплава 7075-FeNi составляла 157 ± 9 HV и увеличивалась до 190 ± 4 HV и 178 ± 8 HV при добавлении Co и TiBCo, соответственно. Это увеличение связано с плохой растворимостью Co и Ni в Al и образованием интерметаллидов, богатых Co и Ni-, а также с эффектом измельчения зерна под действием Ti и В. После 6 ч гомогенизационного отжига твердость стала равна 185 ± 4 HV, 167 ± 5 HV и 182 ± 2 HV, как указано в таблице 4.4.

Таблица 4.4 Твердость литых и гомогенизированных образцов БМ сплавов AA7075 с добавками FeNi

Сплав	Твердость литых образцов, HV	Твердость гомогенизированных 460°C/6ч образцов
7075-FeNi	157 ± 9	185 ± 4
7075-FeNiCo	190 ± 4	167 ± 5
7075-FeNiTiBCo	178 ± 8	182 ± 2

4.2.2.2. Лазерное плавление гомогенизированных образцов

Гомогенизированные при 460°C в течение 3 и 6 ч образцы подвергали лазерному плавлению в виде треков с использованием напряжения лазера 290 В, длительности импульса 13 мс, скорости 1 мм/сек и перекрытия 0,15 мм (табл. 2.2). Полученные ЗЛП гомогенизированных в течение 3 ч образцов сплавов представлены на рисунке 4.13 (а-в). В ЗЛП сплавов 7075-FeNi и 7075-FeNiCo образовались горячие трещины; эти трещины были инициированы в БМ. В микроструктурах ЗЛП наблюдали формирование зоны с зернами эпитаксиального роста от БМ по направлению к центру, затем - крупных равноосных зерен. Наблюдается неоднородность в распределении зерен, как показано на рисунке 4.13 а, б.

Присутствие комбинации TiВ и Co в 7075-FeNi изменило морфологию ЗЛП, которая стала состоять из мелких столбчатых зерен, мелких равноосных зерен без каких-либо трещин, как показано на рисунке 4.13 в-в).

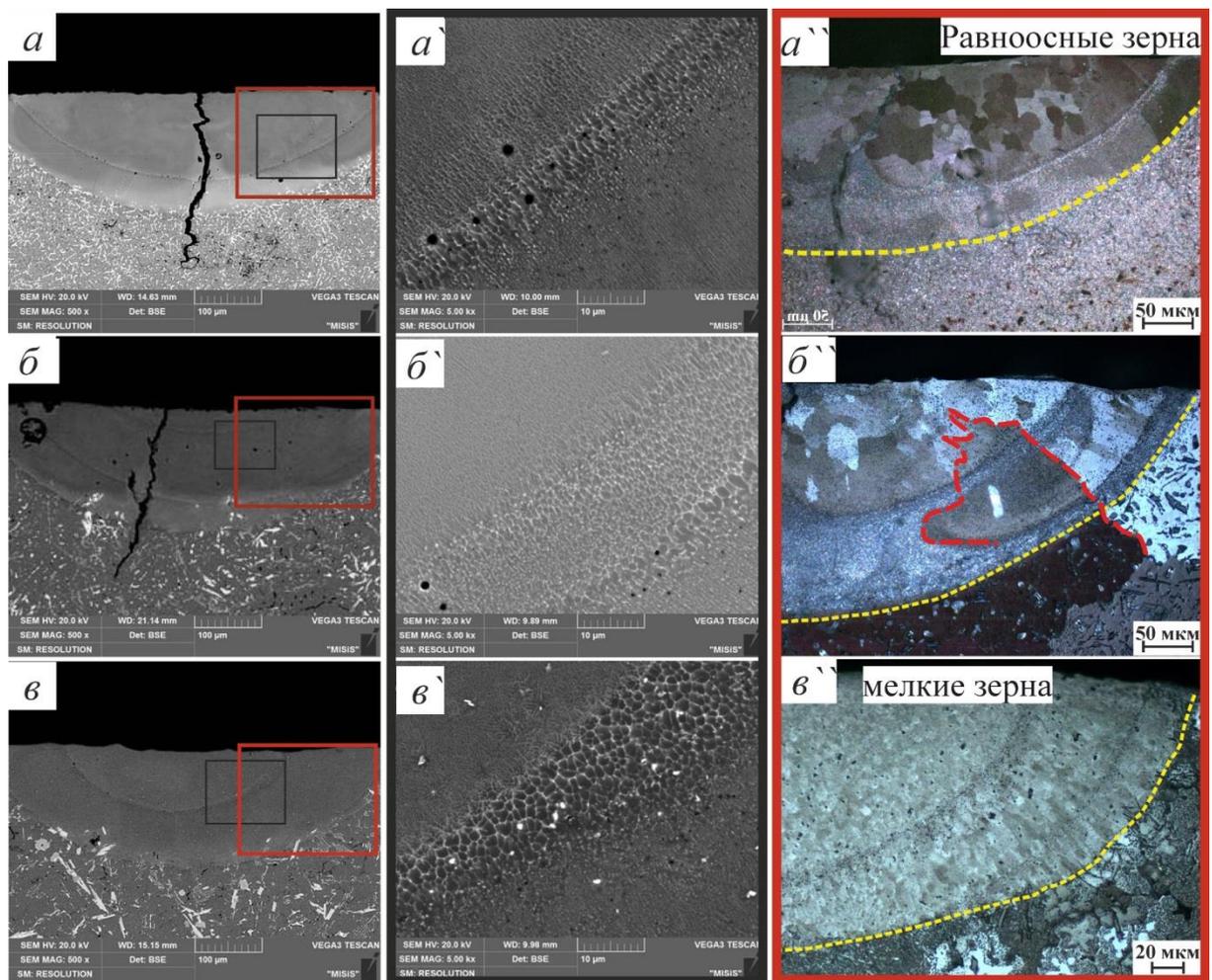


Рисунок 4.13 Микроструктура (СЭМ и СМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированных 460°C , 3 ч сплавов: (а, а', а'') 7075-FeNi, (б, б', б'') 7075-FeNiCo, and (с, с', с'') 7075-FeNiTiBCo.

ЗЛП гомогенизированных в течение 6 ч образцов имели лучшую структуру, при этом в сплаве 7075-FeNi по-прежнему наблюдается образование трещин, но структура стала однородной с появлением мелких зерен на границе, как показано на рисунке 4.14 (а-а''). В сплаве 7075-FeNiCo структура состояла из крупных зерен без трещин, а на границе присутствовала зона очень мелкого зерна (рисунок 4.14 б-б''). Наконец, сплав 7075-FeNiTiBCo обладал превосходной морфологией с однородными и очень мелкими зернами, а зона столбчатых зерен была подавлена, как показано на рисунке 4.14 в-в''

Распределение химических элементов в БМ и ЗЛП гомогенизированных в течение 6 ч сплавов показано на рисунке 4.15 а-в. Zn и Mg в ЗЛП продемонстрировали сильное испарение, при котором Zn снизился на 4,5, 3,9, 3,9 масс.% по сравнению с БМ для 7075-FeNi, 7075-FeNiCo и 7075-FeNiTiBCo, соответственно. Кроме того, количество испаряющегося Mg составляло около 1,1 масс.% для всех сплавов. Из рисунка 4.15 а видно, что испарение Zn и Mg повлияло на распределение элементов в ЗЛП в сплаве 7075-FeNi. Добавление Co немного выровняло распределение элементов в ЗЛП (Рисунок 4.15

б). Как видно из рисунка 4.15 в, наличие Ti и В увеличило равномерность распределения элементов в ЗЛП, из-за измельчения зерен.

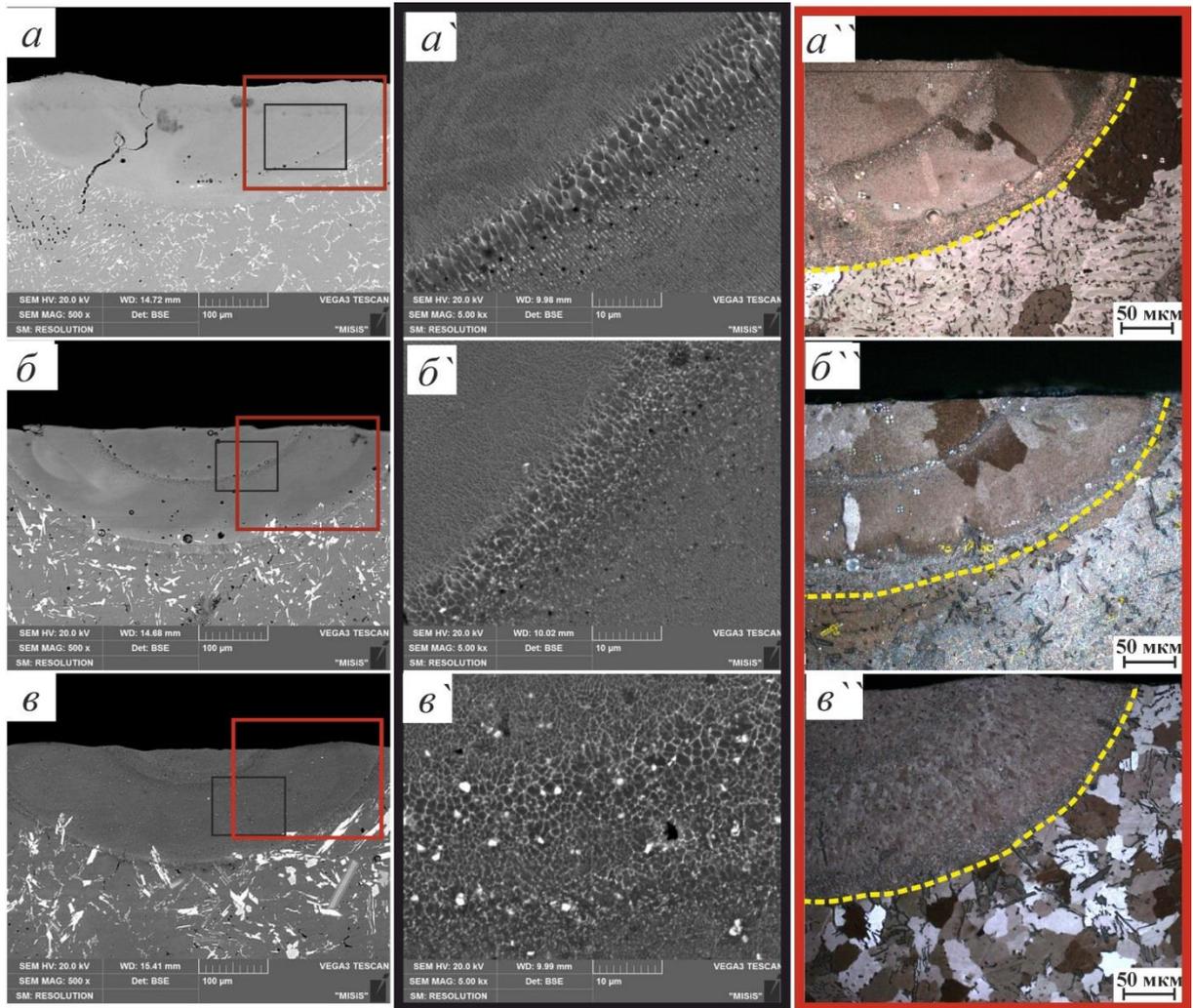


Рисунок 4.14 Микроструктура (СЭМ и СМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированных 460°С, б ч сплавов: (а, а', а'') 7075-FeNi, (б, б', б'') 7075-FeNiCo, and (в, в', в'') 7075-FeNiTiBCo.

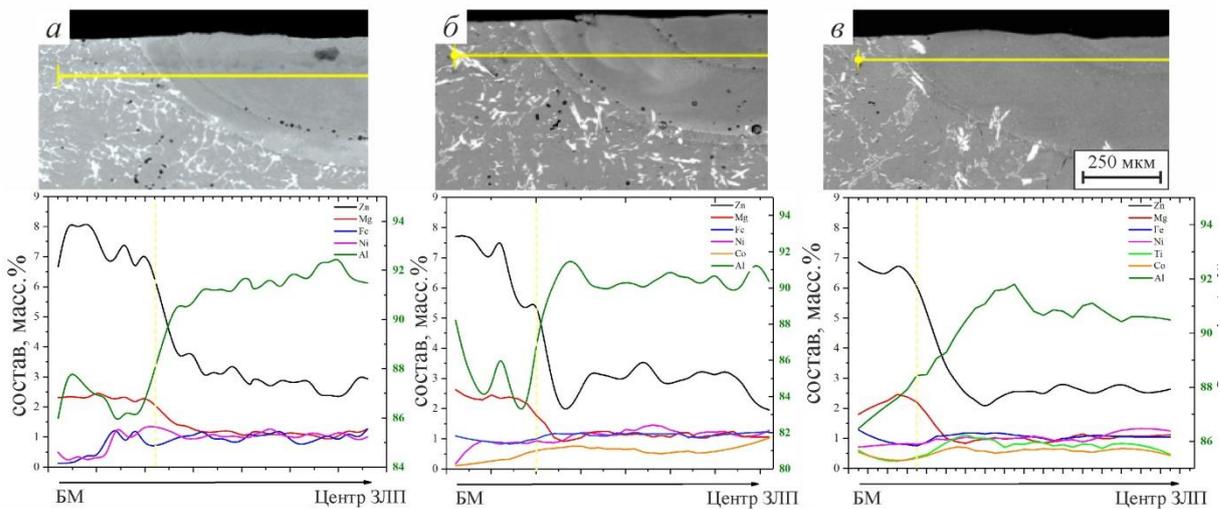


Рисунок 4.15. Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП гомогенизированных (460 °С, б ч) сплавов: (а) 7075-FeNi, (б) 7075-FeNiCo, and (в) 7075-FeNiTiBCo.

Твердость ЗЛП гомогенизированных в течение 3 ч образцов увеличилась в сплавах 7075-FeNiCo и 7075-FeNiTiBCo до 197 ± 6 HV, 177 ± 10 HV, соответственно, по сравнению со сплавом 7075-FeNi, где твердость составила 122 ± 4 HV. Более того, твердость в ЗЛП гомогенизированных в течение 6 ч образцов достигла самых высоких значений, но они все же считаются более низкими по сравнению с твердостью БМ. Значения твердости гомогенизированных образцов в течение 3 и 6 ч приведены в таблице 4.5. Несмотря на хорошую структуру ЗЛП и полное отсутствие трещин, низкие значения твердости можно объяснить значительным испарением Zn и Mg.

Таблица 4.5 Твердость ЗЛП гомогенизированных сплавов на основе AA7075 с добавками FeNi

Сплав	Твердость гомогенизированных 460°C/3ч образцов, HV	Твердость гомогенизированных 460°C/6ч образцов, HV
7075-FeNi	122 ± 4	149 ± 6
7075-FeNiCo	197 ± 6	170 ± 3
7075-FeNiTiBCo	177 ± 10	158 ± 4

4.2.3. Оптимизация состава сплава 7075 за счет использования Si

4.2.3.1. Сплавы с добавлением 1,8% Si

Из анализа литературы следует, что Si снижает температуру плавления алюминия и повышает его текучесть в процессе литья. Кроме того, хорошо известно, что Si снижает усадку при кристаллизации и коэффициент теплового расширения. Более того, Si имеет ограниченную растворимость в Al. Таким образом, он присутствует в сплаве в основном в виде чистых частиц с высоким коэффициентом поглощения лазерного излучения (почти 70%) [183]. Si добавляют изначально для обеспечения дополнительного количества жидкости, чтобы снизить склонность к образованию трещин и уменьшить усадку при кристаллизации, что хорошо видно на примере сплавов Al с высоким содержанием Si, таких как сплавы Al-Si и AlSi10Mg, которые могут быть успешно использованы в аддитивном производстве [62,184,185]. В результате различные промышленные алюминиевые сплавы успешно используются в методах АП, в основном это сплавы Al-Si, близкие по составу к эвтектике, такие как AlSi10Mg, Al-12Si, A357 и A356.

В связи с этим, в сплав AA7075 и модифицированные сплавы с ScZr и TiB было решено добавить небольшое количество Si (2% масс.), но фактически было получено 1,8 масс.% Si. На рисунке 4.18 показан анализ микроструктуры литых сплавов с добавлением 1,8 % Si. В целом, добавление 1,8 % Si к стандартному сплаву 7075-st уменьшает средний

размер зерна в 2 раза (рисунок 4.16 *a-в* и рисунок 3.5 *a, 3.7a*). Средний размер зерна в литом состоянии модифицированных сплавов 7075 с ScZr/TiB и 1,8%Si незначительно отличается от сплавов без Si (рисунок 4.16 *б-в* и рисунок 3.5 *б-в, 3.7б-в*).

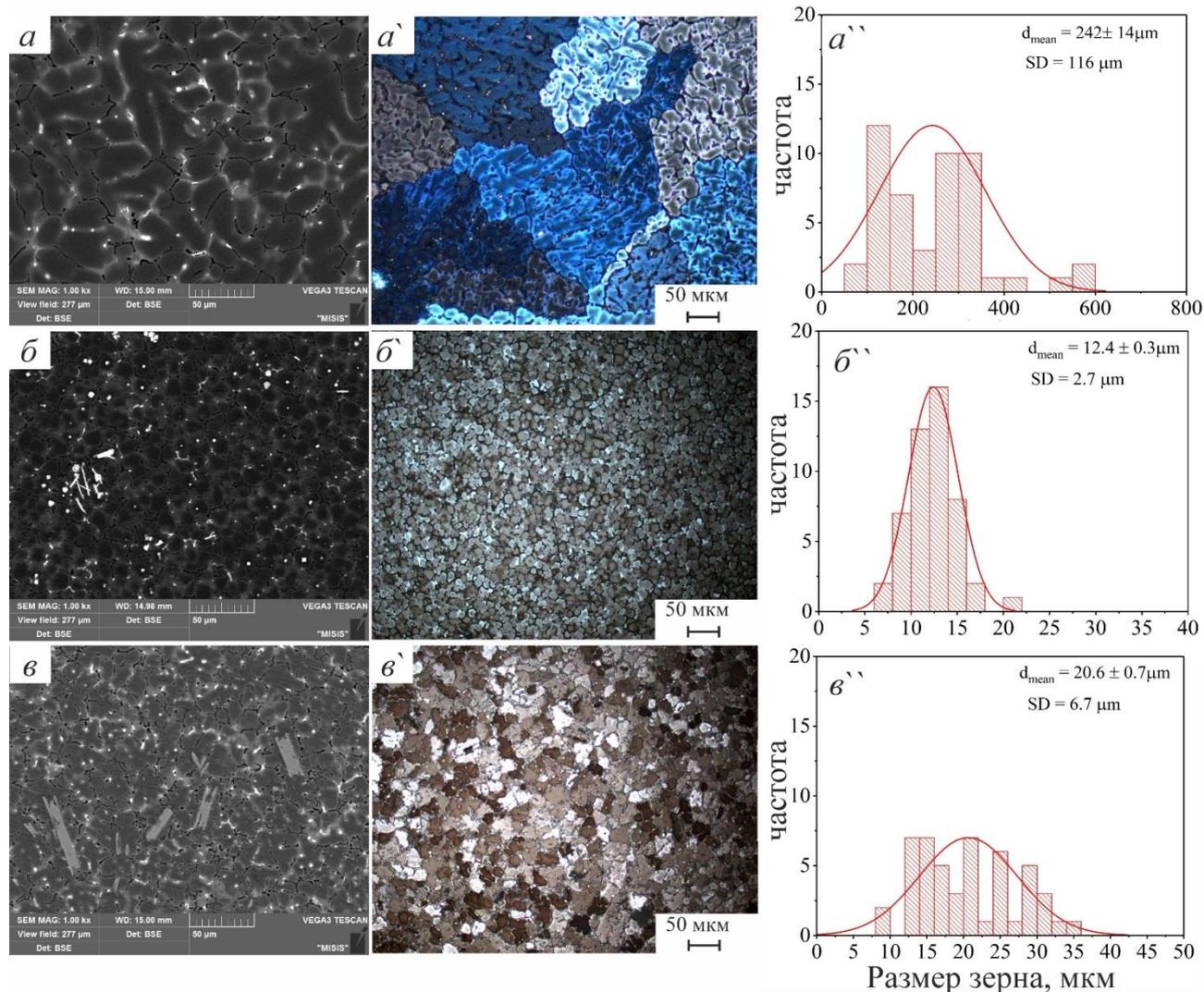


Рисунок 4.16. Микроструктура (СЭМ, СМ) и распределение размеров зерна Al литых сплавов 7075 с добавками: (*a-a''*) 1.8Si, (*б-б''*) ScZr+1.8Si, и (*в-в''*) TiB+1.8Si.

Литые и гомогенизированные образцы были подвергнуты лазерному плавлению с напряжением 300 В, 12 мс, 1 мм/сек и 0,15 мм. На рисунке 4.19 показана микроструктура поверхности образцов после процесса лазерного плавления сплавов 7075, модифицированных ScZr/TiB и 2%Si в литом и гомогенизированном (500 °C/3,5 часа) состояниях. Видно, что все образцы после ПЛП литых сплавов имеют непрерывные трещины вдоль трека оплавления (рисунок 4.17 *a, б, в*). Для гомогенизированных образцов трещины уменьшились для стандартного сплава и сильно уменьшились для сплава, модифицированного TiB + 2Si (рисунок 4.17 *в, в'*). Модифицированный сплав ScZr + 2Si в литом и гомогенизированном состоянии имеет четкую картину развития трещин (рисунок

4.17 б,б'). Микроструктура ЗЛП сплавов, модифицированных 2%Si, и их аналогов без Si практически одинакова. Полученные результаты могут быть объяснены недостаточным количеством Si. Поэтому было использовано большее количество Si, 4%Si (следующий раздел).

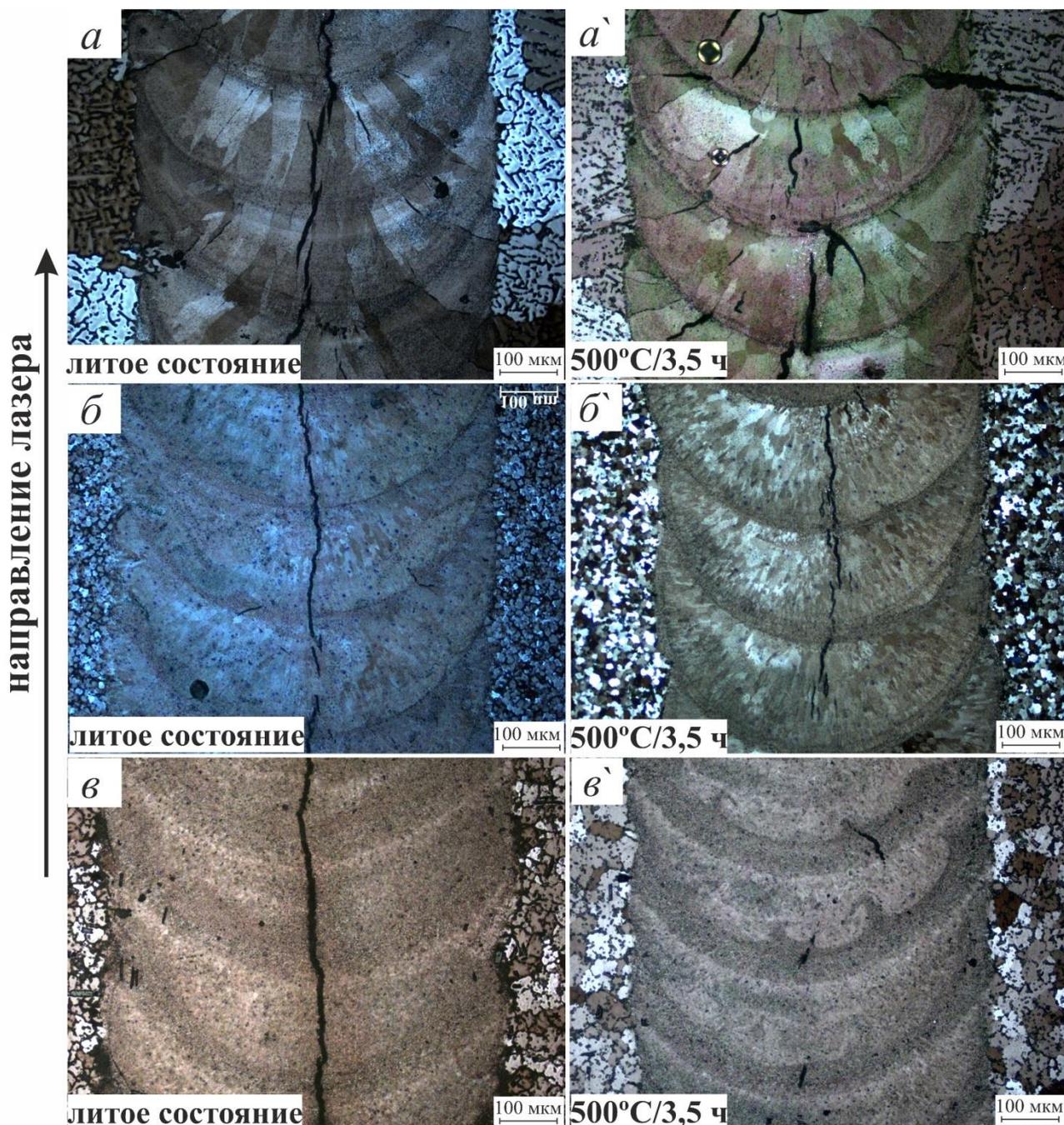


Рисунок 4.17. Микроструктура (СМ) ЗЛП трека (вид сверху) сплавов (а,а') 7075-2Si, (б,б') 7075-ScZr-2Si, (в,в') 7075-TiB-2S - (а,б,в) в литом состоянии; (а',б',в') гомогенизированном (500 °C/3.5ч) состоянии.

4.2.3.2. Сплавы с добавлением 4% Si

На рисунке 4.18 показана неравновесная диаграмма Шейля, полученная с помощью базы данных Thermo-Calc для исследуемых сплавов. Рисунок 4.18 показывает, что

добавление 4% масс. Si в сплав 7075 снижает ЭИК по сравнению со стандартным сплавом 7075. В целом, согласно рассчитанным кривым кристаллизации, добавление 4% масс. Si уменьшает разницу между температурами солидуса и ликвидуса. Добавление 0,29Sc+ 0,4Zr и 1Ti+ 0,2В оказывает незначительное влияние на кривые кристаллизации (рисунок 4.18 б,в).

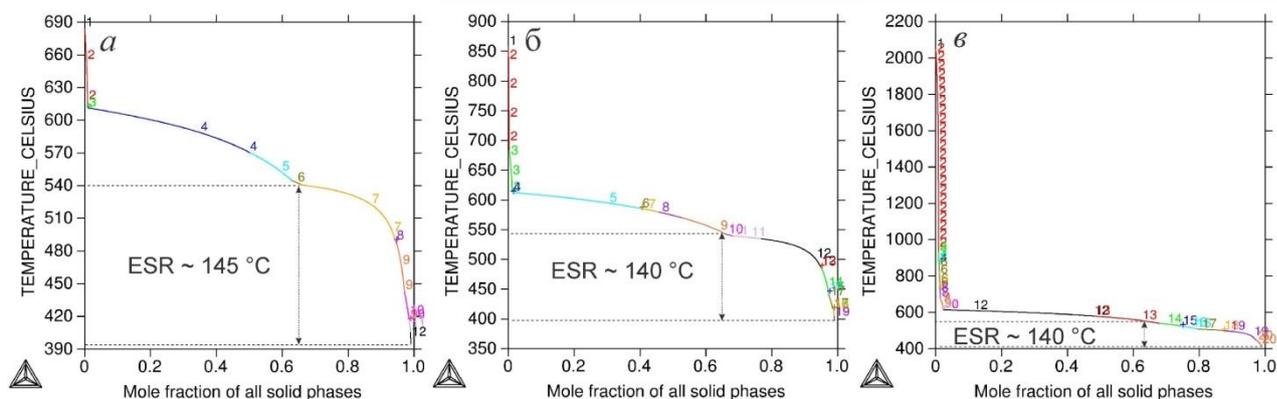


Рисунок 4.18 Кривые Шейля полученные расчетом в Thermocalc для сплавов: (а) 7075-4Si, (б) 7075-ScZr -4Si, (с) 7075-TiB-4Si

Микроструктура сплава 7075- 4Si содержит первичные дендриты Al твердого раствора, с крупнозернистой дендритной структурой (Рисунок 4.19 а,а'). Присутствие ScZr изменило структуру на очень мелкую недендритную структуру за счет действия первичной фазы $Al_3(Sc, Zr)$ (рисунок 4.19 б,б'). Также присутствие TiB в сплаве привело к образованию однородных и мелких дендритных зерен за счет Al_3Ti и TiB_2 , которые являются потенциальными центрами для зарождения первичной фазы Al (рисунок 4.19 в,в').

Морфология, однородность зерен оказывают значительное влияние на характеристики материала при различных процессах, особенно в случае ПЛП. Распределение частоты размеров зерен исследуемых сплавов показано на рисунке 4.19 а'',б'',в''. Было замечено, что нормальное распределение зерен было более узким при добавлении ScZr и TiB. Узкое распределение зерен подтверждает наличие равноосных однородных зерен. В литом сплаве 7075-4Si зерна не являются равноосными, что приводит к широкому распределению размеров зерен. Размер зерна в 7075-4Si составляет 297 ± 90 мкм и 19 ± 4 мкм в 7075-ScZr-4Si, и около 29 ± 8 мкм в 7075-TiB-4Si.

Согласно результатам СЭМ-анализа рисунок 4.19 а,б,в, светлые зоны представляют собой эвтектические фазы, а темные зоны - первичный твердый раствор. В сплаве 7075-4Si присутствуют дендритные ячейки твердого раствора Al с небольшим количеством Cu, Mg, Si, Cr, Mn и Zn. Однако можно заметить, что в междендритных участках образовались интерметаллические фазы. Кроме твердого раствора Al и первичного Si, образовались фазы Al_2Cu , $MgZn_2$ и Mg_2Zn_{11} (согласно данным СЭМ и расчетам в Thermocalc). Добавление Sc+Zr

к 7075-4Si может привести к образованию частиц первичного алюминиды $Al_3(Sc, Zr)$ и эвтектических фаз, содержащих Si, Mg, Cu, Mn и Zn в междендритных областях. Добавление Ti+ В привело к однородному распределению жидкой фазы с нерастворимыми частицами TiB_2 и растворимым Al_3Ti , что привело к изменению зеренной структуры. Наличие неравновесных фаз в междендритных участках и вокруг зёрен вследствие неравновесной кристаллизации во время литья привело к неоднородному распределению химических элементов и зеренной структуре. Гомогенизационная обработка может устранить неоднородность химического состава и микроструктуры внутри слитка [186]. Растворимые частицы интерметаллидов могут растворяться в матрице во время гомогенизации, образуя насыщенное большинством элементов зерно.

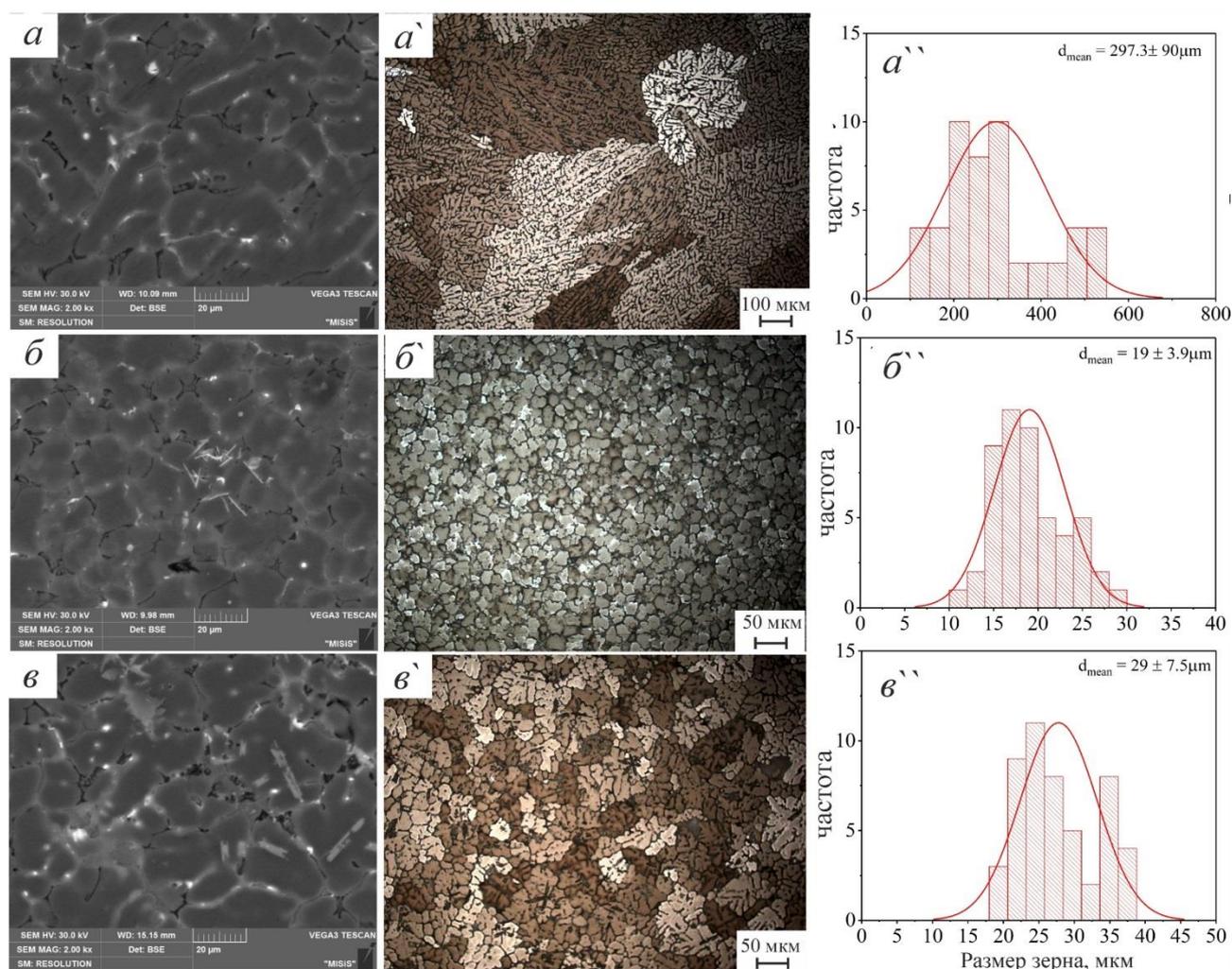


Рисунок 4.19. Микроструктура (СЭМ, СМ) и распределение размеров зерна Al литых сплавов: (а-а'') 7075-4Si, (б-б'') 7075-ScZr-4Si, (в-в'') 7075-TiB-4Si.

На основе анализа ДСК исследуемых сплавов была выбрана подходящая температура гомогенизации. Кривые ДСК литых сплавов показаны на рисунке 4.20. Кривые ДСК показывают температуру растворения низкотемпературных эвтектических фаз при 523 °С в сплаве 7075-4Si и 7075-ScZr-4Si и 521 °С в сплаве 7075-TiB-4Si. Таким

образом, температура гомогенизации не должна превышать эти температуры. В связи с этим для процесса отжига этих сплавов была выбрана температура гомогенизации 500 °С. Время выдержки было определено равным 6,5 ч.

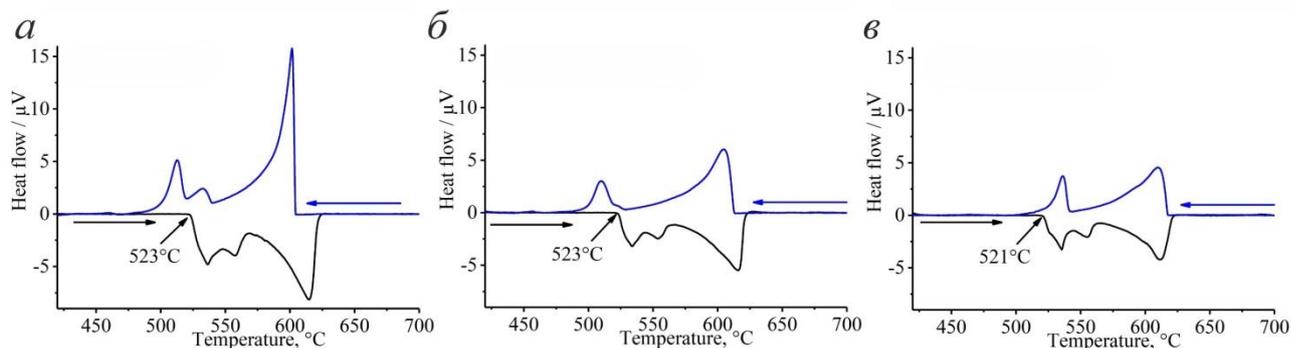


Рисунок 4.20 Результаты анализа ДСК сплавов: (а) 7075-4Si, (б) 7075-ScZr-4Si, (в) 7075-TiB-4Si.

Гомогенизационный отжиг растворяет большое количество фаз с низкой температурой плавления, в результате чего образуются однородные и полностью насыщенные всеми элементами зерна для осуществления процесса лазерной плавки. Микроструктуры СЭМ и СМ модифицированных сплавов после гомогенизационного отжига при 500 °С в течение 6,5 ч показаны на рисунке 4.21. Границы зерен стали заметно четче и тоньше, большинство фаз растворилось, а дендритная структура исчезла. Распределение вторых фаз по границам зерен стало прерывистым. При этом наблюдалось небольшое количество дендритных фаз, а между ними все еще существовали интерметаллические фазы.

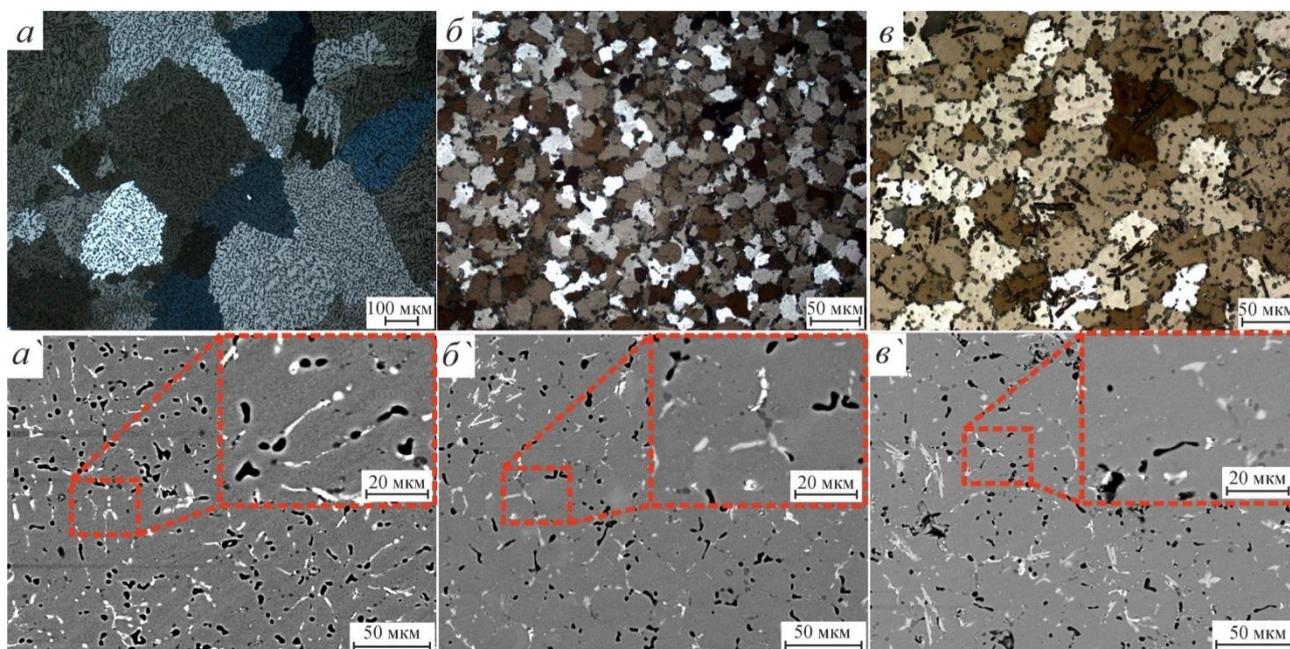


Рисунок 4.21 Микроструктура (СЭМ и СМ) гомогенизированных 500°С, 6,5 ч сплавов: (а,а') 7075-4Si, (б,б') 7075-ScZr-4Si, (в,в') 7075-TiB-4Si.

ЗЛП литого сплава 7075-4Si имеет крупные зерна вблизи границ, закристаллизованные из расплава и выросшие на подложке из зерен БМ и крупные столбчатые зерна, сформированные в центре трека и расположенные по направлению лазерного плавления, рисунок 4.23а. Крупные зерна с однородной структурой были получены при лазерном плавлении гомогенизированных образцов, рисунок 4.23а'. В сплаве 7075-ScZr-4Si, в литом и гомогенизированном образцах, структура трансформировалась в столбчатые зерна в направлении лазера; единственным отличием была однородность в ЗЛП, рисунок 4.22 б,б'. Присутствие Ti и В изменило характер кристаллизации, и крупные и столбчатые зерна были подавлены. Более того, благодаря дополнительным центрам зарождения во время кристаллизации структура ЗЛП была мелкозернистой, однородной и равноосной. Основным отличием между результатами лазерного плавления литых и гомогенизированных образцов является однородность зерен внутри ЗЛП, рисунок 4.22 в,в'.

В целом, можно заметить, что добавление Si с высоким содержанием, 4 масс. %, значительно уменьшает количество трещин при кристаллизации во время лазерного плавления.

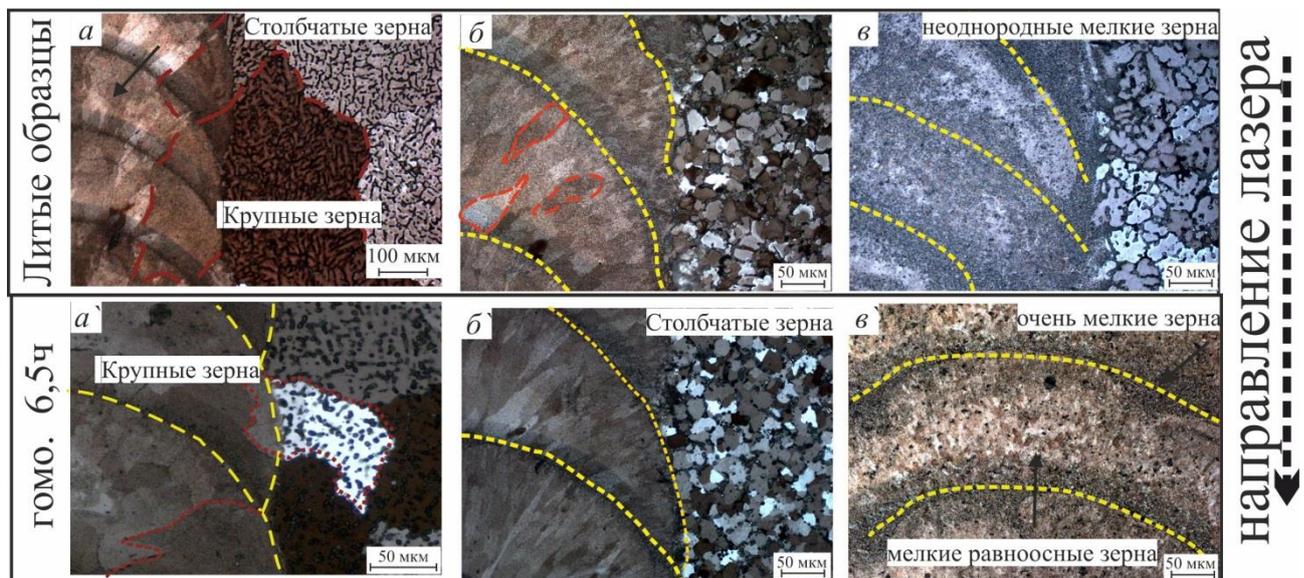


Рисунок 4.22 Микроструктура (СМ) ЗЛП трека (вид сверху) сплавов: (а,а') 7075-4Si, (б,б') 7075-ScZr-4Si, (в,в') 7075-TiB-4Si.
- (а,б,в) в литом состоянии; (а',б',в') гомогенизированном (500 °С/6.5ч) состоянии.

В литых образцах по результатам СЭМ-анализа ЗЛП наблюдается бездефектная структура, но с неоднородным распределением элементов, таких как Si, Cu, Zn и Mg из-за особенностей зеренной структуры ЗЛП, а также испарения Zn и Mg во время лазерной

обработки (рисунок 4.23а), что также повлияло на процесс кристаллизации, как показано на рисунке 4.23. Присутствие модифицирующих элементов положительно повлияло на процесс кристаллизации во время лазерной плавки, на количество испарившихся Zn и Mg и на распределение элементов внутри расплава из-за большего количества центров зарождения, таких как $Al_3(Sc, Zr)$ и TiB_2 (рисунок 4.23 б,в). Однако неоднородность распределения элементов и интерметаллические фазы в основном сплаве могут влиять на конечные свойства и структуру ЗЛП.

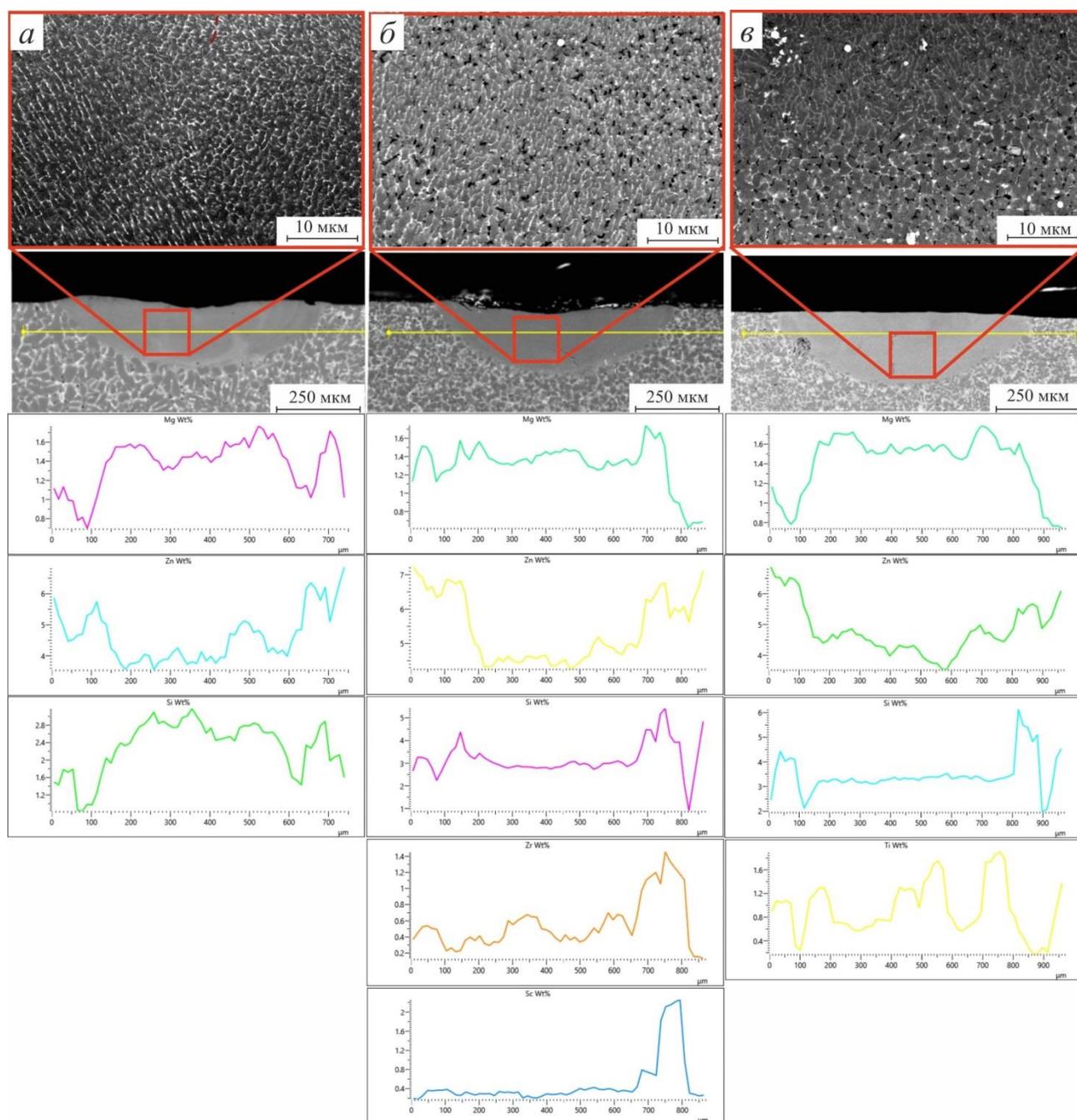


Рисунок 4.23 Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП литых сплавов: (а) 7075-4Si, (б) 7075-ScZr-4Si, (в) 7075-TiB-4Si.

По сравнению с ЗЛП литых образцов, характер структуры гомогенизированных образцов стал более однородным (рисунок 4.24).

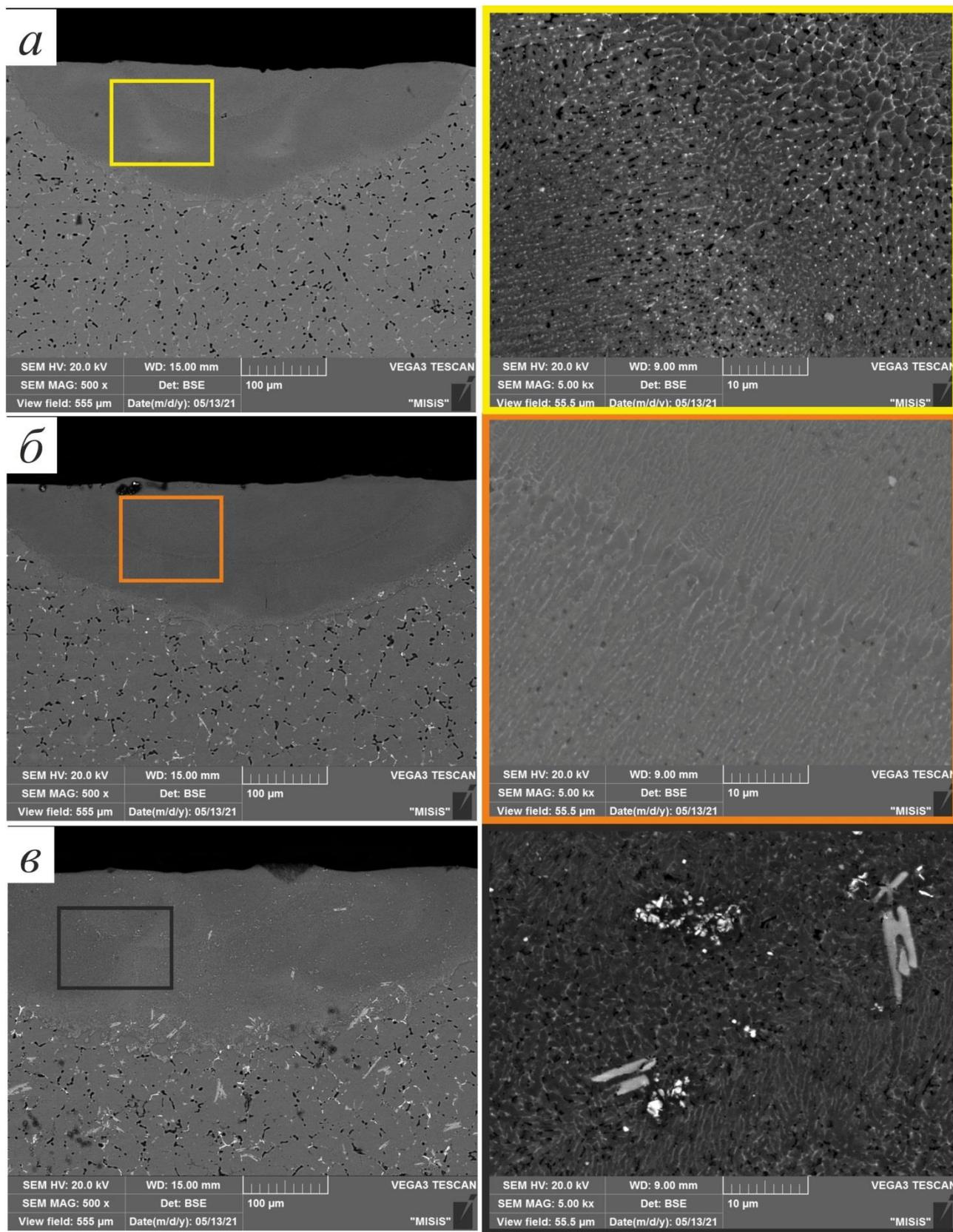


Рисунок 4.24 Микроструктура (СЭМ) поперечного сечения ЗЛП гомогенизированных 460°C, 6.5 ч сплавов: (а) 7075-4Si, (б) 7075-ScZr-4Si, (в) 7075-TiB-4Si

Изменение распределения элементов вдоль ЗЛП и БМ вследствие испарения Zn и Mg вызывает неравномерность в распределении других элементов (Рисунок 4.25). Несмотря на испарение Zn и Mg, обнаружены светлые участки, которые изображены на рисунке 4.25, было установлено, что это области, богатые Zn и Mg, а темные участки лишены этих элементов, что приводит к диспропорциям в распределении элементов в пределах ЗЛП, как представлено на рисунке 4.25 а. Испарение Zn и Mg в сплаве 7075-4Si составило около 2,9 масс.% и 0,57 масс.%, соответственно. В сплаве с 7075-ScZr-4Si (рисунок 4.25 б) испарение составило 2,5 масс.% и 0,45 масс.% для Zn и Mg с равномерным распределением всех элементов вдоль ЗЛП. Наконец, сплав 7075-TiB-4Si (рисунок 4.25 в) показал более низкое значение степени испарения на 1,9 масс.% и 0,25 масс.% для Zn и Mg, соответственно, и их распределение было равномерным вдоль ЗЛП.

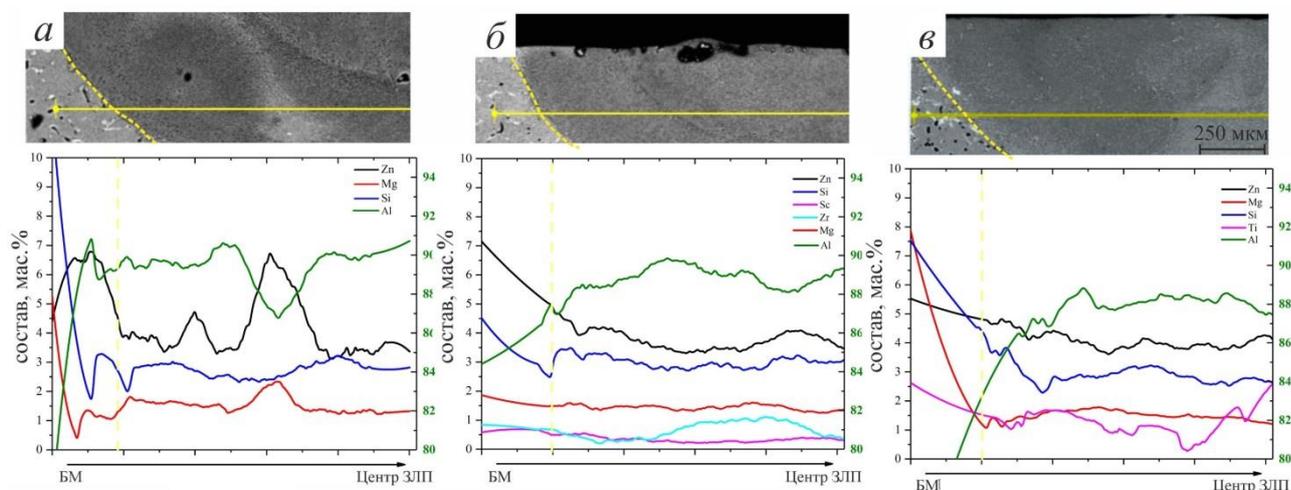


Рисунок 4.25. Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП гомогенизированных 460°C, 6.5 ч сплавов: (а) 7075-4Si, (б) 7075-ScZr-4Si, (в) 7075-TiB-4Si.

Значения твердости БМ и ЗЛП сплавов типа 7075 в литом и гомогенизированном состоянии приведены в таблице 4.6. Твердость литого сплава 7075 с добавлением 4%Si составляла 125 ± 3 HV, а при добавлении ScZr и TiB твердость БМ увеличилась до 135 ± 3 и 131 ± 5 HV, соответственно. После гомогенизации при 500 °C в течение 6,5 ч для всех сплавов твердость основного металла снизилась до 123, 118 и 111 HV для 7075-4Si, 7075-ScZr-4Si и 7075-TiB-4Si, соответственно, из-за растворения низкотемпературных интерметаллидных фаз во время гомогенизации.

После лазерного плавления твердость ЗЛП в литых и гомогенизированных образцах увеличилась по сравнению с БМ во всех состояниях. В образце 7075-4Si твердость ЗЛП в

литом образце изменилась незначительно и составила 126 ± 4 HV, а твердость ЗЛП в гомогенизированных образцах увеличилась до 131 ± 4 HV. В сплаве 7075- ScZr-4Si твердость увеличилась по сравнению с БМ до 142 ± 5 и 129 ± 6 HV в литом и гомогенизированном состояниях.

После добавления Ti и V твердость увеличилась до 134 ± 4 HV и 154 ± 5 HV в литом и гомогенизированном состояниях, соответственно.

Таблица 4.6. Твердость литых и гомогенизированных образцов БМ и ЗЛП сплавов AA7075c добавкой 4Si

Сплав	Твердость литых образцов, HV		Твердость гомогенизированных 500°C/6.5ч образцов, HV	
	БМ	ЗЛП	БМ	ЗЛП
7075-4Si	125 ± 3	126 ± 4	123 ± 5	131 ± 4
7075-ScZr-4Si	135 ± 3	142 ± 9	118 ± 4	129 ± 6
7075-TiV-4Si	131 ± 5	134 ± 4	111 ± 8	154 ± 10

4.2.4. Сплавы с пониженным содержанием Zn и Mg, модифицированные TiV

4.2.4.1. Литое состояние

Целью данного исследования является проверка применимости сплава на основе Al-Zn-Mg с пониженным содержанием Zn и Mg (7020) для ПЛП и АП путем предотвращения образования кристаллизационных трещин и нежелательного смягчения ЗЛП. Кроме того, в исследовании изучено влияние модификаторов Ti+V с разным количеством на микроструктуру, механические свойства и распределение химических элементов в ЗЛП. Алюминиевый сплав 7020 более пригоден для сварки, чем другие алюминиевые сплавы с эффектом старения [187]. Сплавы Al-Zn-Mg имеют высокую чувствительность к горячему растрескиванию [187]. Ли и др. [188] описали процесс растрескивания при кристаллизации во время лазерной и высокотемпературной обработки сплавов Al-Zn-Mg. Управление трещинообразованием при кристаллизации является важной задачей при применении данных сплавов в условиях высоких температур. Типичным способом снижения чувствительности к растрескиванию при кристаллизации является измельчение зерна путем добавления различных легирующих элементов и изменения параметров процесса для улучшения механических свойств обрабатываемых зон [187,189].

В связи с этим в сплав на основе Al-Zn-Mg, 7020, были добавлены $xTi+yV$ ($x=0,5-2,8$ мас. %, $y=0,1-0,56$ мас. %), чтобы сделать его более пригодным для процесса лазерного

плавания. В разделе анализируется влияние Ti и В на склонность сплава АА7020 к образованию горячих трещин в процессе лазерной плавки. Стандартный сплав 7020 был модифицирован 0,5Ti-0,1В, 2Ti-0,4В и 3Ti-0,6В. На рисунке 4.26 показана микроструктура литого стандартного сплава 7020 и модифицированного сплава с Ti-В. Сплав 7020-st имеет крупные зерна и первичные дендриты Al твердого раствора с небольшим количеством элементов Zn, Mg, Mn и Cr. Также видно образование эвтектических фаз в междендритных областях (светлые точки на рисунке 4.26 *a*). Добавление комбинации Ti и В в качестве модификатора в сплав 7020 привело к изменению крупнозернистых дендритов в предельно мелкую недендритную структуру из-за образования частиц $Al_3(Ti, Zr)$ в качестве измельчителя зерна при наличии частиц TiB_2 (рисунок 4.26 *б, б'*). По мере увеличения процентного содержания модификатора TiВ количество и размер частиц $Al_3(Ti, Zr)$ и TiB_2 увеличивались (рисунок 4.26 *в-г*).

На рисунке 4.26 (*а'', б'', в'', г''*) показано распределение зерен по размерам для литого сплава 7020-st и сплавов, модифицированных Ti-В. Средний размер зерна в литом сплаве 7020-st составил 188 ± 15 мкм со стандартным отклонением (СО) 100 мкм (рисунок 4.26 *а''*). Высокое значение СО указывает на неоднородность размера зерна стандартного сплава. Увеличение концентрации TiВ уменьшило размер зерна до 19 ± 2 , 17 ± 1 и 15 ± 1 мкм. Значение СО также уменьшилось со 100 мкм в стандартном сплаве 7020 до 6, 5 и 4 мкм, соответственно, для модифицированных сплавов, что свидетельствует о равномерности размера зерна относительно среднего значения.

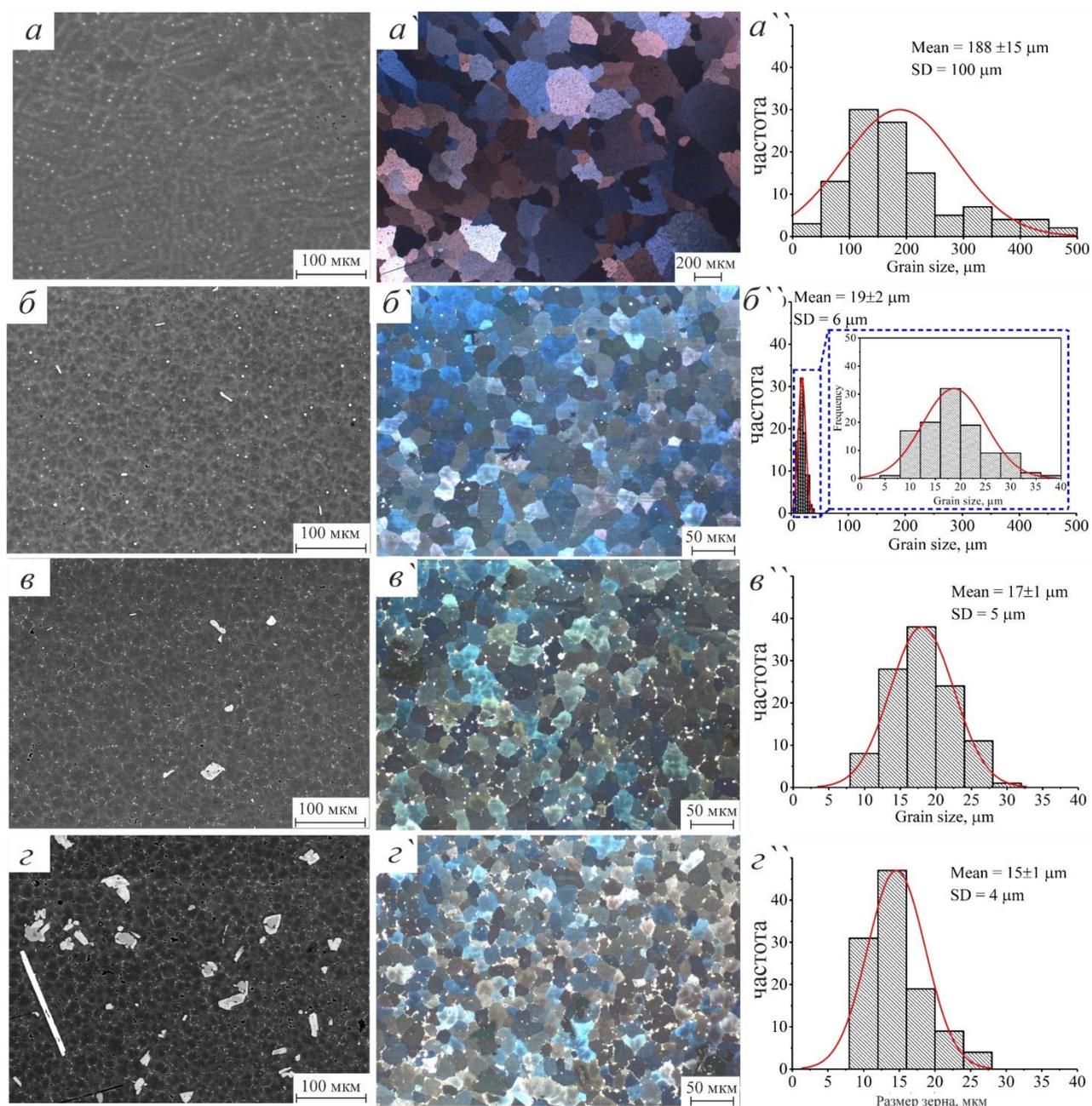


Рисунок 4.26. Микроструктура (СЭМ, СМ) и распределение размеров зерна Al литых сплавов (а-а'') 7020-st, (б-б'') 7020-0.5Ti-0.1B, (в-в'') 7020-2Ti-0.4B, (г-г'') 7020-3Ti-0.6B.

На рисунке 4.27 а,б показаны фазовые области, предсказанные с помощью программного пакета ThermoCalc. В сплаве 7020-st происходит образование первичных частиц Al_3Zr в диапазоне температур 750-700°C. При добавлении Ti-B в стандартный сплав, первичные частицы TiB_2 и $Al_3(Ti, Zr)$ появляются в диапазоне температур 1900 - 850°C. Наличие множества дисперсных частиц за счет увеличения содержания Ti+B способствует равномерному распределению жидкости между первичными кристаллами Al и изменяет структуру во время кристаллизации. Это приводит к снижению склонности к образованию трещин. В то же время, это привело к снижению значения эффективного интервала

кристаллизации (ЭИК) примерно на 40 °С.

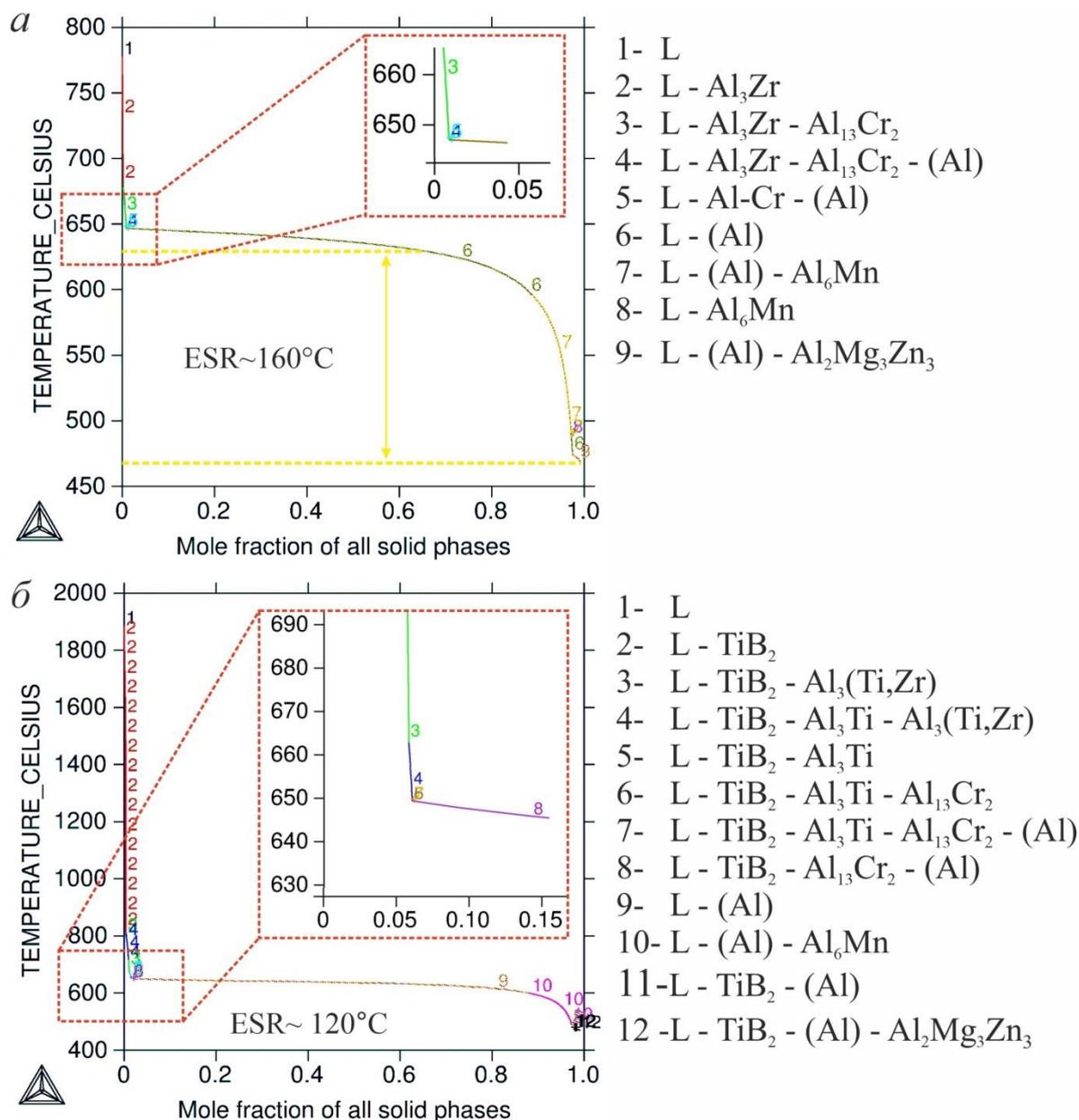


Рисунок 4.27. Кривые Шейля полученные расчетом в *Thermocalc* для сплавов: (а) 7020-st, (б) 7020-3Ti-0.6B

ПлП проводили по режиму 290 В, 12 мсек, 1 мм/сек и 0,15 мм (табл. 2.1). В сплаве 7020-st новые зерна кристаллизовались из расплава и росли на подложке из зерен БМ в виде крупных столбчатых зерен. Крупные кристаллы имели ту же ориентацию и размер, что и исходный слой, но их форма отличалась из-за направленного теплового потока, что показано на рисунок 4.28. Также было выявлено присутствие кристаллизационных трещин. Трещины образовались и развивались по границам зерен во время кристаллизации.

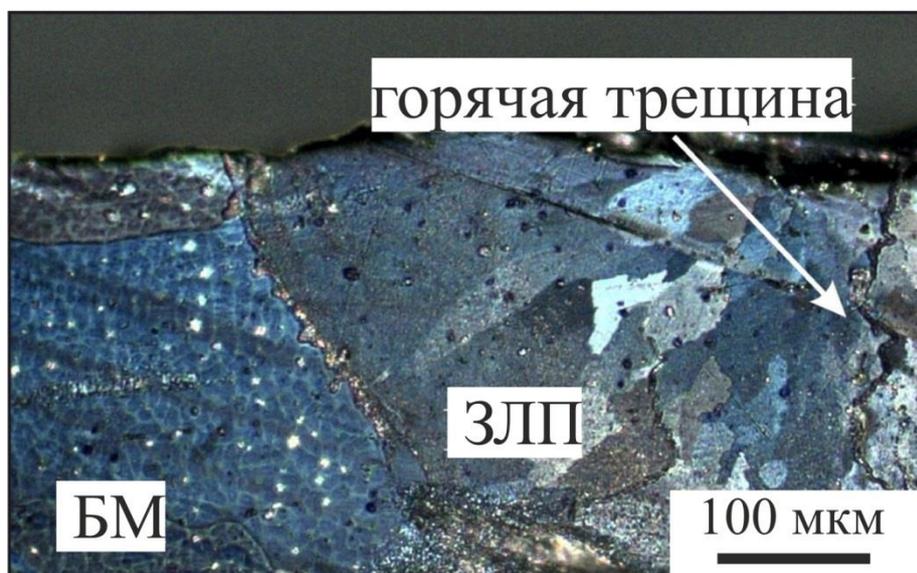


Рисунок 4.28. Микроструктура (СМ) ЗЛП сплава 7020-st

После лазерной плавки сплава 7020 с добавлением Ti и V (до 0,5%) полученная структура состояла из мелких столбчатых и равноосных зерен, кристаллизационные трещины не были обнаружены (рисунок 4.29). Когда содержание Ti и V превысило 1%, зона столбчатых зерен исчезла. ЗЛП состояла из мелкодисперсных равноосных зерен и микроскопических частиц TiV_2 , которые выступали в качестве центров зарождения во время быстрой кристаллизации. Более того, по мере увеличения процентного содержания Ti и V, количество фаз $Al_3(Ti, Zr)$ и TiV_2 также увеличивалось (см. светлые фазы), как показано на рисунке 4.29 а-в.

После процесса лазерного плавления в центре ЗЛП видны равноосные зерна, а при увеличении процентного содержания Ti-V размер зерен в ЗЛП уменьшился, как показано на рисунке 4.29 а-в, из-за большого количества центров зарождения. Кроме того, высокая скорость охлаждения небольшой расплавленной зоны может усилить процесс измельчения.

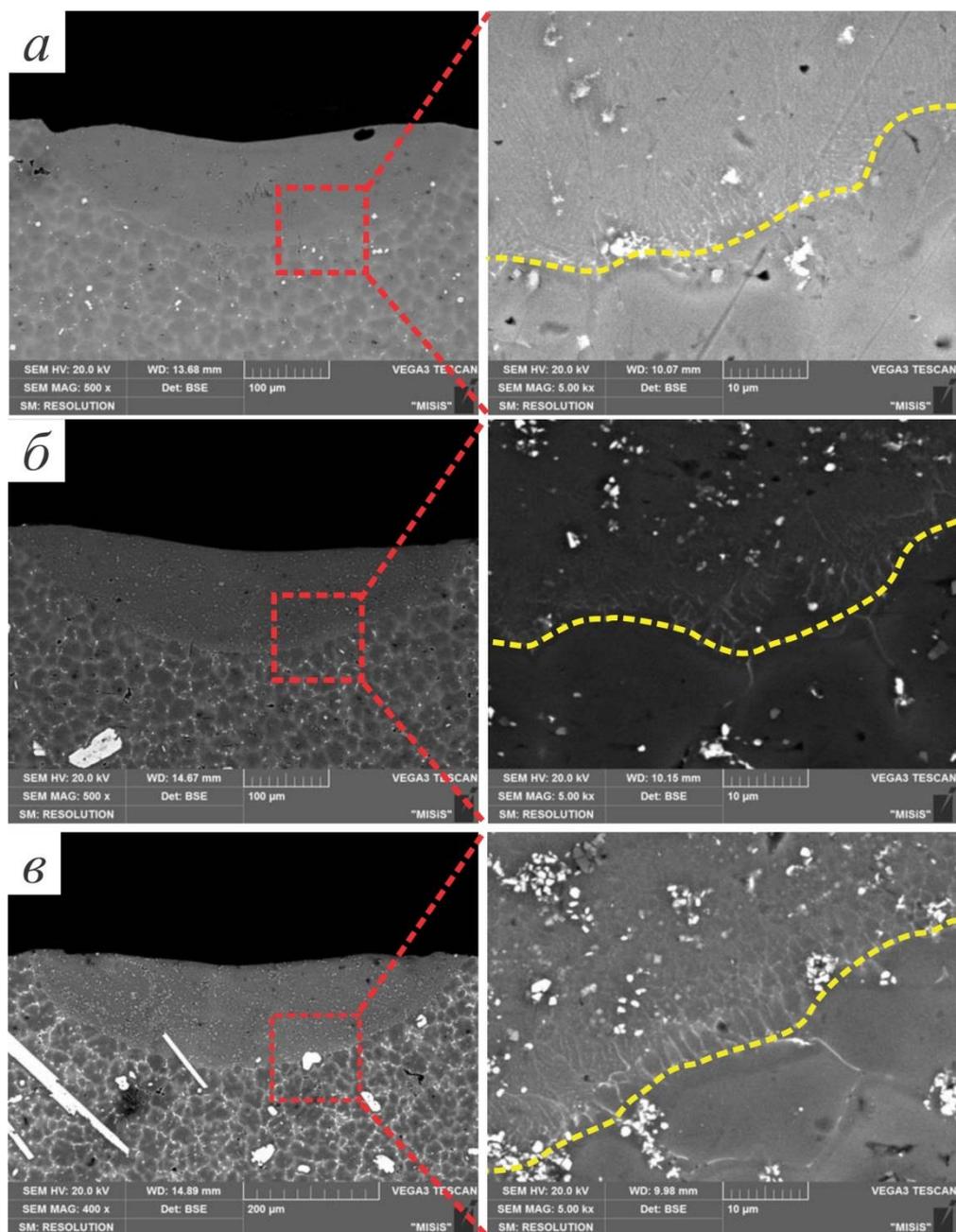


Рисунок 4.29. Микроструктура (СЭМ) поперечного сечения ЗЛП литых сплавов 7020-ст с добавками: (а) 0,5Ti+0,1В, (б) 2Ti-0,4В, (в) 3Ti-0,6В.

Как показано на рисунке 4.30, распределение химических элементов в ЗЛП и БМ изменилось из-за испарения Zn и Mg, что вызвало неравномерность в распределении других элементов. Испарение Zn и Mg в сплаве 7020-ст составляло около 2,15 масс.% и 0,48 масс.%, соответственно. При добавлении 0,5Ti+0,1В (рисунок 4.30 б) уровень испарения уменьшается до 2% и 0,46% для Zn и Mg. При увеличении концентрации Ti+V происходит постепенное снижение испарения Zn и Mg до 1,83 масс.% и 0,3 масс.% для 7020-2Ti-0,4В, и 1,1 масс.% и 0,1 масс.% для 7020-3Ti-0,6В (рисунок 4.30 в,г).

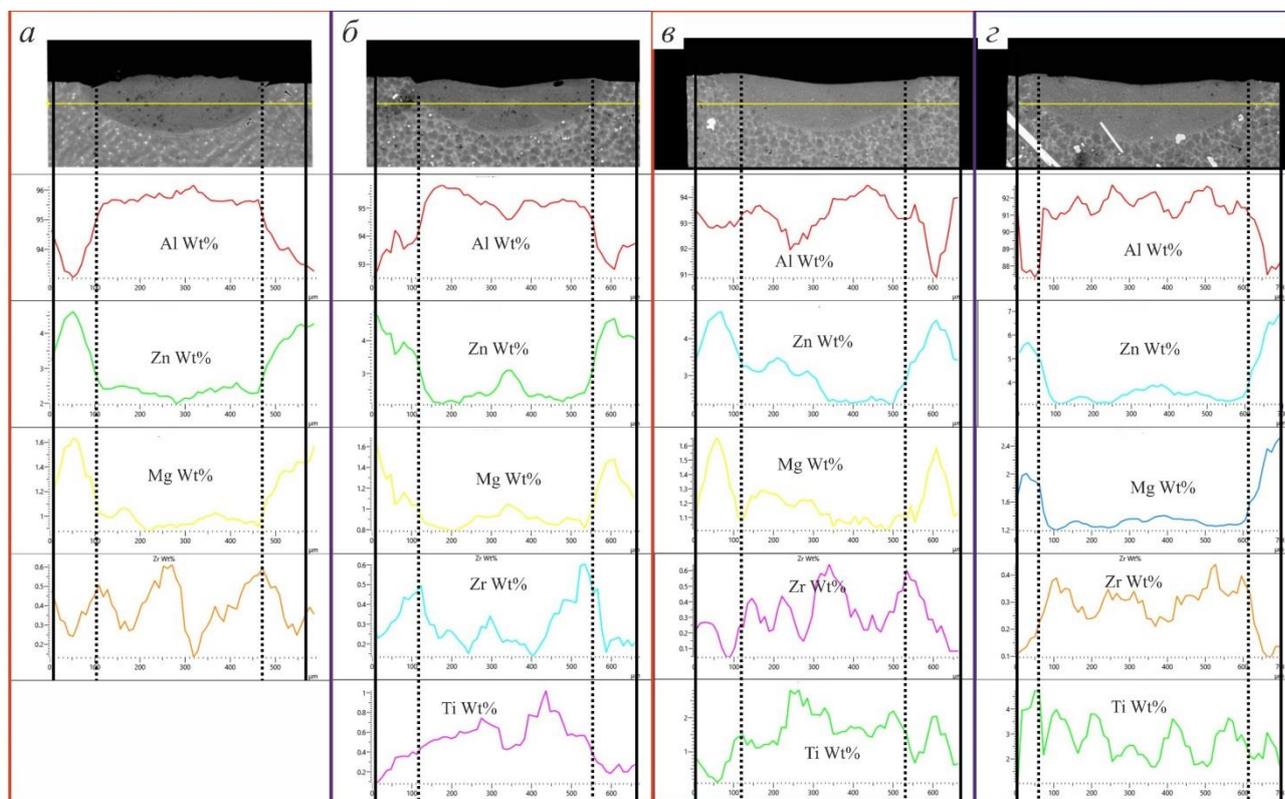


Рисунок 4.30. Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗПП литых сплавов: (а) 7020-ст с добавками (б) 0.5Ti+0.1 В, (в) 2Ti-0.4В, (z) 3Ti-0.6В.

4.2.4.2. Влияние гомогенизации

По данным ДСК анализа (Рисунок 4.31), подходящая температура для растворения неравновесных фаз (низкотемпературных фаз) и гомогенизации зеренной структуры составляла около 550-580 °С. Исследуемые сплавы были гомогенизированы при 550°С в течение 2 ч для растворения фаз с низкой температурой плавления и получения однородных и полностью насыщенных всеми элементами зерен для проведения процесса лазерной плавки.

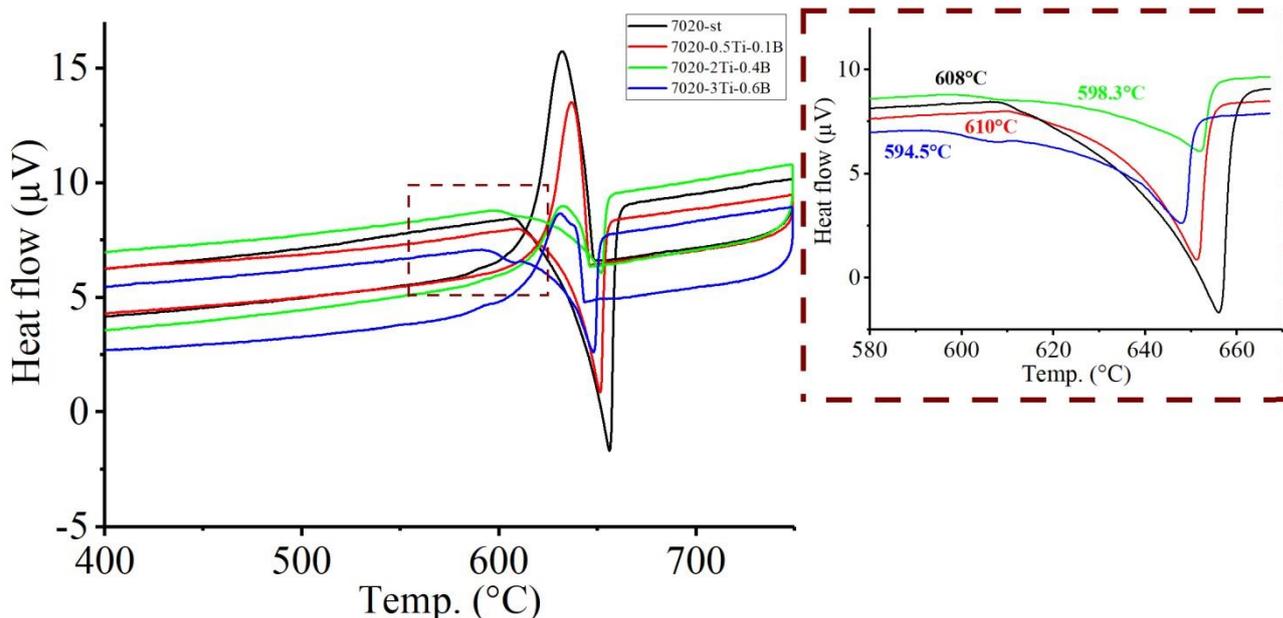


Рисунок 4.31. Результаты анализа ДСК сплавов на базе 7020-st

При тех же параметрах, который использовали для литых образцов (табл. 2.2) был проведен процесс лазерного плавления для гомогенизированных образцов сплава 7020-st и модифицированных сплавов. Микроструктуры поперечного сечения и поверхности ЗЛП трека представлены на рисунке 4.32. ЗЛП сплава 7020-st состоит из столбчатых зерен, расположенных в направлении движения лазера, как показано на рисунке 4.32 *a, a'*. Добавление 0,5Ti + 0,1B к 7020-st уменьшает площадь столбчатых зерен, и новые равноосные зерна появляются в середине ЗЛП, а во время движения лазера сначала кристаллизуются столбчатые зерна на границе и в зоне перекрытия, а затем равноосные зерна (рисунок 4.32 *б, б'*). При увеличении количества Ti, столбчатые зерна подавляются с образованием ультрамелких зерен из-за эффекта измельчения зерна. ЗЛП сплава 7020-2Ti-0.4B имеет небольшие тонкие столбчатые зерна на границе с ультрамелкими зернами в центре (рисунок 4.32 *в, в'*). В сплаве 7020-3Ti-0.6B столбчатые зерна были полностью подавлены и заменены ультрамелкими зернами (рисунок 4.32 *г, г'*).

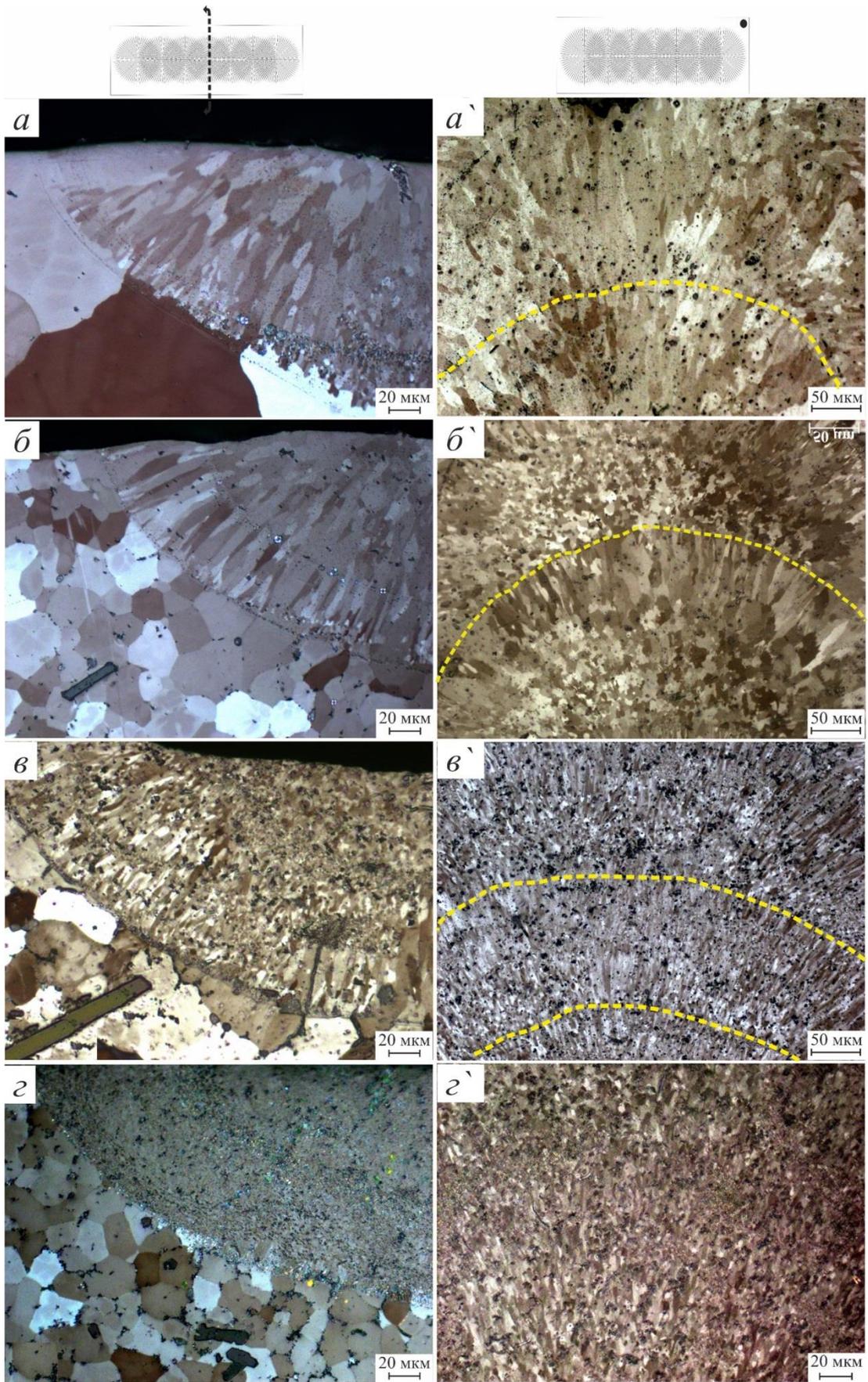


Рисунок 4.32. Микроструктура (СМ) ЗЛП гомогенизированных 550 °С/ 2ч сплавов (а, а') 7020-st и с добавками: (б, б') 0.5Ti-0.1В, (в, в') 2Ti-0.4В, (z, z') 3Ti-0.6В.
 -(а, б, в, z) поперечное сечение, (а', б', в', z') вид сверху.

Были проведены исследования распределения легирующих элементов в процессе лазерной плавки исследуемых сплавов, результаты которых показаны на рисунке 4.33. Наблюдалось значительное снижение концентрации Zn и Mg в БМ и ЗЛП из-за испарения этих элементов в процессе воздействия лазера. Испарение основных элементов влияет на стабильность и однородность ЗЛП, как показано на рисунке 4.33 а. При добавлении 0,5Ti наблюдается небольшая неоднородность ЗЛП (рисунок 4.33 б). Некоторые пики были обнаружены из-за присутствия $Al_3(Ti, Zr)$ и TiB_2 . В 7020-2Ti-0,4В и 7020-3Ti-0,6В (более 1% Ti) количество пиков Ti и Zr увеличилось из-за большого количества образовавшихся фаз, которые, как видно, распределены более равномерно, что сделало ЗЛП более стабильной. Это можно легко заметить по уровням Zr, Ti на рисунке 4.33 в,г. Количество испарившихся Zn и Mg в этих сплавах было таким же, как и в ЗЛП литых образцов.

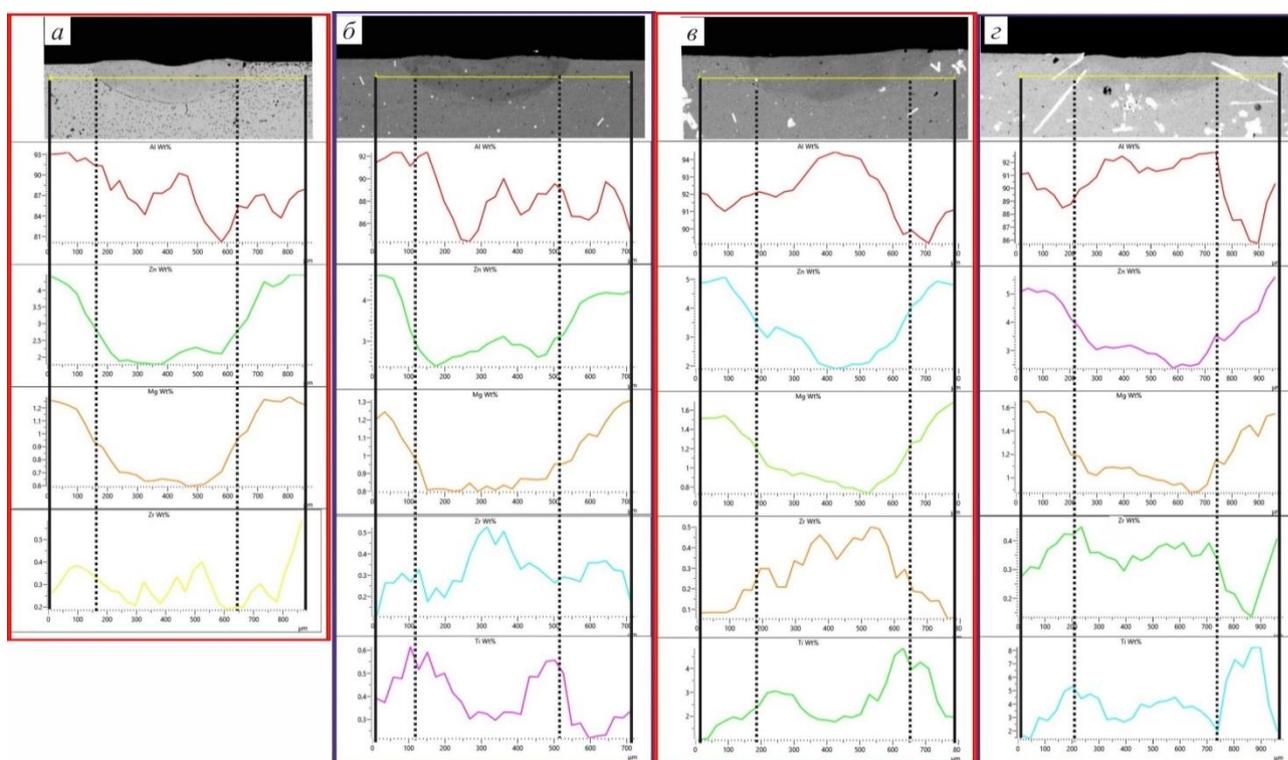


Рисунок 4.33. Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП гомогенизированных сплавов (а) 7020-st и с добавками: (б) 0.5Ti-0.1В, (в) 2Ti-0.4В, (г) 3Ti-0.6В.

В таблице 4.7 приведены значения твердости по Виккерсу для БМ и ЗЛП сплава AA7020 и модифицированных сплавов с Ti+В. В литых сплавах значение твердости увеличивалось при увеличении количества Ti и В. В сплаве 7020-st твердость составляла 100

± 4 HV, и она увеличилась до 115 ± 7 , 131 ± 3 и 145 ± 2 HV при добавлении 0,5Ti-0,1В, 2Ti-0,4В и 3Ti-0,6В, соответственно.

Твердость увеличивалась при увеличении процентного содержания Ti и В за счет улучшения структуры и равномерного распределения элементов. После ПЛП твердость ЗЛП упала по сравнению с твердостью БМ. Снижение твердости после лазерного плавления объясняется испарением Zn и Mg в процессе воздействия высокой мощности лазера. Аналогичный эффект воздействия Ti+В на твердость основного металла наблюдался и в ЗЛП. Среднее значение твердости ЗЛП сплава 7020-st составило 60 ± 4 HV, а сплава с 0,5Ti-0,1В - 83 ± 2 HV. Твердость сплава 7020-3Ti-0,6В после лазерной плавки была близка к твердости БМ 7020-st.

Table 4.7. Твердость литых и гомогенизированных образцов БМ и ЗЛП сплавов AA7020

Сплав	БМ _{литой}	ЗЛП _{литой}	БМ _{гомо, 550°C/2ч}	ЗЛП _{гомо, 550°C/2ч}
7020-st	100 ± 4	60 ± 4	78 ± 4	83 ± 5
7020-0.5Ti-0.1В	115 ± 7	83 ± 2.3	85 ± 6	86 ± 8
7020-2Ti-0.4В	131 ± 3	88 ± 2	99 ± 2	87 ± 4
7020-3Ti-0.6В	145 ± 2	100 ± 4	116 ± 3	97 ± 2

4.3. Заключение

Полученные результаты можно обобщить следующим образом;

1. В процессе лазерного плавления гомогенизированных образцов выявлено улучшение микроструктуры по сравнению с литыми образцами за счет растворения неравновесных фаз и выравнивания структуры зерен за счет насыщения их всеми элементами.

2. Исследования ЗЛП образцов гомогенизированного при 460°C/ 3 ч сплава 7075-st и модифицированных сплавов показали:

- Гомогенизированные сплавы 7075-st и 7075-FeNi имели меньше кристаллизационных трещин, чем литые образцы с крупнозернистой структурой.
- Добавление ScZr и TiВ привело к изменению структуры сплава 7075 при отсутствии трещин, где при добавлении ScZr структура ЗЛП состоит из зоны столбчатых зерен на границе с равноосными зернами в центре, а ЗЛП сплава 7075-TiВ состоит из ультрамелких и однородных зерен с небольшими тонкими столбчатыми зернами на границе.

- Присутствие TiB уменьшило количество испарившихся Zn и Mg и обеспечило равномерность распределения элементов вдоль ЗЛП за счет образования центров кристаллизации, и как следствие гетерогенного зарождения во время быстрой кристаллизации.

- Твердость ЗЛП сплава 7075 и модифицированных сплавов после гомогенизации при 460°C/ 3 ч сравнима с твердостью ЗЛП литого сплава 7075-st.

3. Исследования ЗЛП гомогенизированных при 480°C/ 20 ч. сплава 2024-st и модифицированных сплавов показали:

- В сплаве 2024-st и модифицированном сплаве с Cr, структуры ЗЛП гомогенизированных образцов имеют ту же морфологию, что и ЗЛП литых образцов, но количество и размер трещин были значительно уменьшены. Модифицированные сплавы с ScZr и TiB имели более совершенную структуру ЗЛП без трещин. ЗЛП сплава ScZr имеет зону ультрамелких зерен, состоящую из измельченных зерен на границе с БМ, зону тонких столбчатых зерен и зону мелких равноосных зерен, сформированных в центре ЗЛП. Более того, из-за гетерогенного зарождения, ЗЛП с TiB имеет тонкие столбчатые зерна на границе и ультрамелкие зерна в центре.

- Снижение концентрации Mg в ЗЛП было одинаковым для всех сплавов, примерно на 0,7-0,8 масс.% из-за испарения Mg во время лазерной обработки. Другие элементы были равномерно распределены в ЗЛП.

- Твердость ЗЛП сплава 2024-st составила 106 ± 2 HV; Сплавы с ScZr и TiB показали высокие значения твердости 149 ± 4 HV и 149 ± 5 HV, соответственно, благодаря модифицирующим элементам, которые позволили избежать образования трещин. Хотя в ЗЛП сплава 2024-Cr присутствовали трещины, ее твердость увеличилась по сравнению со сплавом 2024-st до 130 ± 2 HV.

4. Оптимизация химического состава сплавов 7075 использовалась для повышения технологичности сплавов 7075 в процессе ПЛП и контроля микроструктуры и характеристик обрабатываемого материала с помощью различных подходов, таких как измельчение зерен и контроль скорости кристаллизации:

а. В сплав 7075-TiB было добавлено различное количество Zr. Структура БМ изменилась до мелкозернистой равноосной структуры со значительным уменьшением размера зерна.

- При увеличении процентного содержания Zr от 0,1 до 0,5 мас.% не наблюдается значительного изменения размера зерна, но структура зерна стала более однородной с размером 22 ± 1 мкм, 23 ± 2 мкм и 25 ± 3 мкм, соответственно.

- Треки лазерного плавления были получены на литых и гомогенизированных в течение 8 ч образцах; гомогенизированные образцы демонстрировали более однородную структуру ЗЛП, чем ЗЛП литых образцов; присутствие комбинации Ti, В и Zr способствует решению проблемы дефектности структуры путем подавления зоны столбчатых зерен и роста однородности зеренной структуры ЗЛП. При увеличении содержания Zr до 0,5 мас.% столбчатая зона исчезла. Тем не менее, наличие трещины вдоль центра лазерного трека по-прежнему является серьезным недостатком, влияющим на качество и свойства ЗЛП.

- Гомогенизационный отжиг при 460°C в течение 8 ч значительно повысил твердость как БМ, так и ЗЛП. Это может быть связано с присутствием Zr. Твердость увеличивалась с увеличением содержания Zr из-за образования Al_3Zr и структурных изменений.

b. Добавление 0,5% Co и комбинации 0,5% Co и 0,5%Ti+0,1%B к 7075-FeNi.

- Добавление Co привело к появлению крупных дендритов со средним размером зерна 237 ± 74 мкм и неоднородным распределением размера зерна. Добавление комбинации CoTiB изменило морфологию 7075-FeNi до однородных равноосных зерен со средним размером 29 ± 7 мкм.

- Полученные ЗЛП гомогенизированных в течение 3 ч образцов сплавов выявили наличие горячих трещин в ЗЛП сплавов 7075-FeNi и 7075-FeNiCo; эти трещины зародились на БМ. Комбинация TiBCo изменила морфологию ЗЛП, разделив ее на зону мелких столбчатых зерен и мелких равноосных зерен без трещин.

- ЗЛП образцов, гомогенизированных в течение 6 ч, демонстрировали лучшую структуру, тогда как в сплаве 7075-FeNi все еще образовывались трещины, но структура стала однородной с появлением мелких зерен на границе. В 7075-FeNiCo наблюдали структуру без трещин с крупными зернами в центре и зоной ультрамелких зерен на границе БМ. Наконец, в 7075-FeNiTiBCo наблюдали превосходную морфологию с однородными и ультрамелкими зернами, а столбчатые зерна были подавлены.

- Твердость ЗЛП гомогенизированных в течение 3 ч образцов увеличилась в 7075-FeNiCo и 7075-FeNiTiBCo до 197 ± 6 HV и 177 ± 10 HV, соответственно, по сравнению со сплавом с FeNi - 122 ± 4 HV. Более того, твердость в ЗЛП гомогенизированных в течение 6 ч образцов достигла самых высоких значений, но по сравнению с твердостью БМ они считаются

пониженными. Несмотря на превосходную структуру ЗЛП с полным отсутствием трещин, низкие значения твердости связаны с большим количеством испарившихся Zn и Mg.

с. Добавление 4%Si в сплав 7075 привело к значительному улучшению качества ЗЛП, в то время как использование небольшого количества Si (2%) оказало незначительное влияние на структуру ЗЛП после ПЛП.

- В ЗЛП литых образцов 7075-4Si наблюдали крупные зерна вблизи краев, кристаллизовавшиеся из расплава. Они выросли на подложке из крупных зерен БМ с образованием крупных столбчатых зерен в центре дорожки, расположенной в направлении лазерного плавления. В сплаве 7075-ScZr-4Si структура перешла в столбчатые зерна, но разных размеров, из-за неравномерного распределения элементов литых образцов. В 7075-TiB-4Si присутствие Ti и B изменило характер кристаллизации, и зоны столбчатых зерен исчезли.

- ЗЛП гомогенизированных в течение 6,5 ч образцов из сплава 7075-4Si состояла из однородной структуры, вместо зоны столбчатых зерен образовались крупные равноосные зерна в центре трека. В образцах сплава 7075-ScZr-4Si структура стала более однородной, но в виде столбчатых зерен, растущих в направлении лазерной обработки. Для сплава 7075-TiB-4Si все зерна внутри ЗЛП были ультрамелкими и равноосными из-за наличия большого числа центров зарождения во время кристаллизации. В целом, значения твердости БМ и ЗЛП были увеличены при добавлении 4%Si по сравнению с теми же сплавами без Si. ПЛП не привело к смягчению ЗЛП литых образцов, наоборот, твердость несколько увеличилась, а твердость БМ гомогенизированных образцов уменьшилась. ЗЛП гомогенизированных образцов имели более высокую твердость по сравнению с литыми.

- Наконец, добавление 4Si с комбинацией TiB и ScZr в сплав 7075 и гомогенизационный отжиг значительно повысили твердость основного сплава и ЗЛП.

d. Уменьшение содержания Zn и Mg (при использовании алюминиевых сплавов 7020) и модифицирование различными значениями TiB позволило получить ЗЛП без дефектов.

- После процесса ПЛП измельчение зерна в ЗЛП увеличилось при добавлении 1,8-2,8% Ti и 0,36-0,56% B. Во время быстрой кристаллизации произошло распределение гетерогенных участков зарождения и подавление роста столбчатых зерен, в результате чего при увеличении количества Ti-B выше 0,5%Ti-0,1%B были получены измельченные равноосные зерна. Более того, благодаря модификатору Ti-B были устранены трещины при кристаллизации и достигнуто равномерное распределение элементов. Основным механизмом

снижения склонности к образованию кристаллизационных трещин было присутствие множества центров зарождения, тугоплавких частиц TiB_2 , а также равномерное распределение жидкости в ЗЛП.

- Увеличение твердости также наблюдалось после ПЛП за счет добавления в БМ модификатора Ti-B. В БМ добавление 3Ti-0,6 В увеличило твердость со 100 ± 4 HV до 145 ± 2 HV из-за уменьшения среднего размера зерна и образования избыточной дисперсной фазы $Al_3(Ti, Zr)$. При этом твердость ЗЛП была ниже, чем твердость, полученная в БМ, из-за испарения Zn и Mg при высокой мощности лазера.

- Модифицированный сплав 7020 может быть успешно использован для технологий ПЛП и АТ с добавлением Ti-B более 0,5%Ti и 0,1%B для устранения кристаллизационных трещин и подавления нежелательного образования столбчатых зерен в ЗЛП.

5. Добавление комбинации FeNiTiVCo в сплав 7075 улучшило структуру и свойства ЗЛП. Добавление 4Si к 7075-st, 7075-ScZr и 7075-TiV успешно улучшает ЗЛП при отсутствии трещин и обеспечивает хорошую твердость. Можно сделать вывод, что добавление ScZr и TiV успешно улучшило сплавы 7075 и 2024, а гомогенизационный отжиг имеет положительный эффект на предотвращение образования трещин.

Глава 5

Способы оптимизации структуры сплавов после процессов лазерного плавления

В ходе исследований в главах 3 и 4 было обнаружено значительное количество дефектов, образующихся в структуре сплавов после проведения лазерного плавления из-за быстрой кристаллизации и наличия высокого температурного градиента. Хотя изменение состава сплавов путем добавления модифицирующих и переходных элементов и гомогенизационный отжиг перед лазерной плавкой позволили устранить некоторые дефекты, по-прежнему сохранились серьезные проблемы, влияющие на качество и свойства ЗЛП, в частности, такие как:

- трещины при затвердевании, которые образуются на последней стадии кристаллизации,
- смягчение ЗЛП из-за испарения Zn и Mg,
- столбчатое строение зерен и эпитаксиальный рост при кристаллизации.

Высокопрочные сплавы Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg, упрочняемые в процессе термической обработки, обладают значительными возможностями для достижения высоких механических свойств. Однако их технологичность часто ограничена из-за явления горячего растрескивания, возникающего на последних стадиях быстрого кристаллизации, вызванной применением лазера высокой мощности [62].

Высокий термический градиент и высокая скорость охлаждения как правило приводят к эпитаксиальному росту, а локальный переплав ранее закристаллизовавшегося материала может уничтожить потенциально равноосные зерна, образовавшиеся в верхней части расплава. Соответственно, столбчатые зерна часто наблюдаются в готовых изделиях, которые могут подвергаться горячему трещинообразованию, сегрегации растворенных веществ и обладать аннизотропными механическими свойствами [190]. Изменить зеренную структуру деталей, полученных аддитивными технологиями за счет термомеханической обработки не просто и зачастую нецелесообразно, поэтому лучшим решением является стимулирование образования мелких, равноосных зерен во время кристаллизации.

В этой главе исследование направлено на определение подходящих условий для нагрева *in situ* и последующей термической обработки и старения с учетом специфики формируемых микроструктур.

5.1. Выбор подходящей температуры нагрева *in situ* в процессе лазерного плавления

В данном эксперименте во время лазерной плавки (с параметрами 300 В, 0,15 мм, 1 мм/сек, 12 мс) трека сплава 7075-ScZr гомогенизированного 460 °С/3ч была использована платформа с нагревателем с тремя уровнями температуры для подогрева образцов во время ПЛП. Реальные значения температуры использованного нагревателя составили: уровень А от 105 до 130 °С, уровень В от 250 до 280 °С и уровень С от 390 до 430 °С. Во время ПЛП БМ нагревали до разных температур, чтобы изменить скорость охлаждения расплава, причем после начала работы лазера температура БМ постепенно повышалась. Температуру регистрировали с помощью термопары, закрепленной на расстоянии 5 мм от обрабатываемой ЗЛП (схема процесса была показана на рисунке 2.4 главы 2). На рисунке 5.1 показаны структуры ЗЛП треков при подогреве, а на графике - изменение температуры БМ от момента его разогрева и начала процесса плавления до момента завершения формирования трека.

Когда начинается лазерное плавление, температура БМ постепенно повышается. Таким образом, температура БМ всегда будет ниже в начальной точке и выше в конце. Таким образом, структура первого и последнего трека будет получена при различных скоростях охлаждения, а различные температурные градиенты будут определять условия кристаллизации.

Для данного исследования были выбраны центр и край лазерного трека (рис. 5.1 б-г). При повышении температуры БМ разница температур между БМ и расплавом уменьшается и снижается скорость охлаждения, что влияет на структуру и на появление трещин.

При низкой температуре 180 °С (помечено буквой б) микроструктура разделяется на столбчатые зерна, кристаллизующиеся в направлении движения лазера, и небольшую тонкую зону мелких зерен в зоне перекрытия. Кристаллизационные трещины вдоль столбчатых зерен в центре лазерного трека образуются на последней стадии затвердевания, а ликвационные трещины на границе БМ образуются из-за разницы температур. При повышении температуры БМ до 240 °С (отмечено символом в) кристаллизационные трещины исчезли, но ликвационные трещины на границе БМ все еще присутствовали; структура трека стала более совершенной за счет появления в области перекрытия широкого слоя ультрамелких зерен и комбинации равноосных и столбчатых зерен в центре.

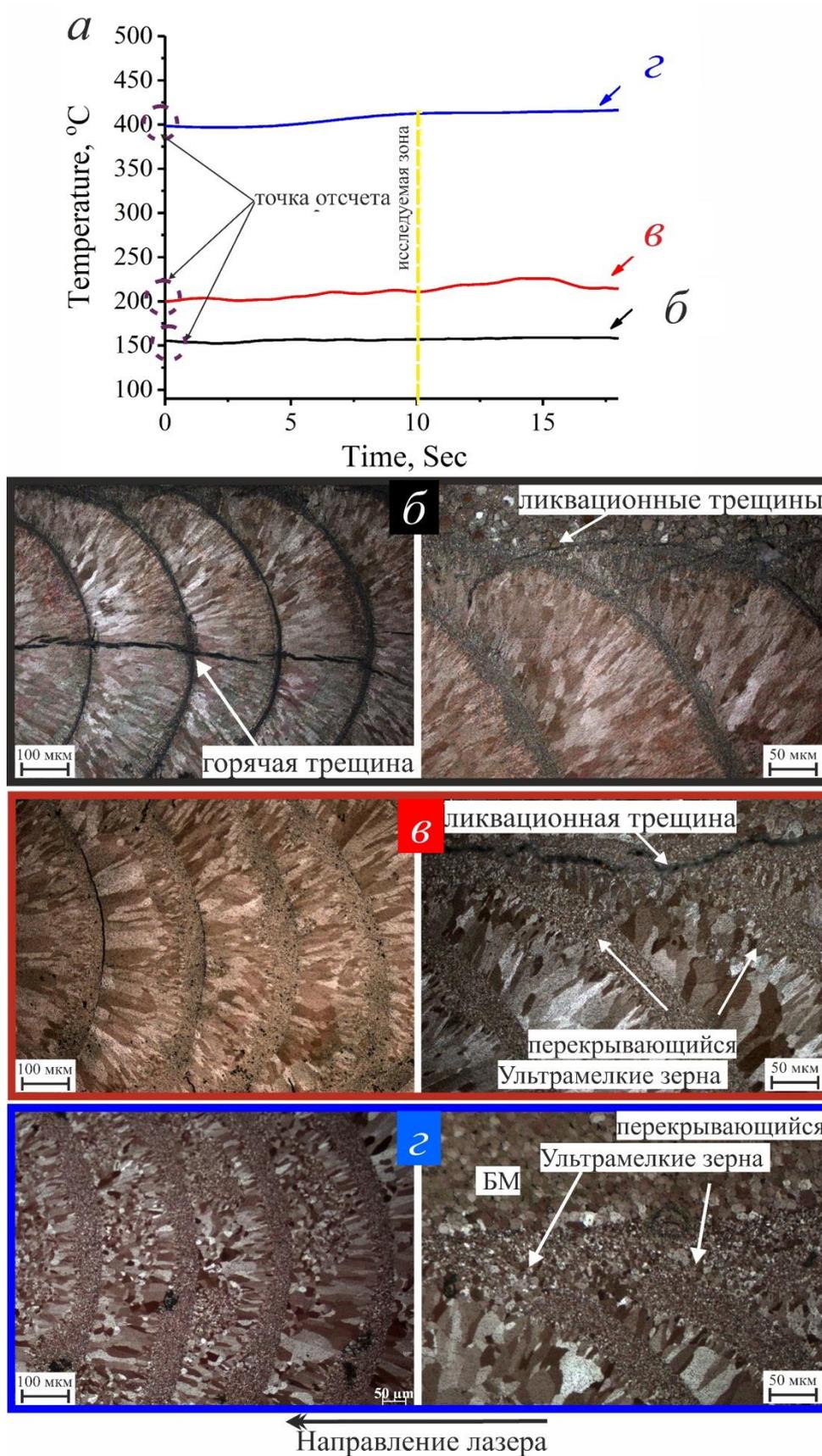


Рисунок 5.1 (а) Зависимость изменения температуры подложки от времени ПЛП (б-г) Микроструктура (СМ) ЗЛП (вид сверху) гомогенизированного 460 °С/3ч сплава 7075-ScZr после ПЛП при температурах: (б) 180°С, (в) 240 °С, (г) 400 °С.

При использовании высокой температуры, когда температура в центре трека составляла около 400 °С (отмечено ε), трещин не наблюдалось, а структура трансформировалась в ультрамелкие зерна в зоне перекрытия и мелкие равноосные зерна в центре за счет образования кристаллов фазы Al_3Zr , которые выступают в качестве центров кристаллизации твердого раствора алюминия. Исчезновение трещин при высокотемпературном предварительном нагреве связано с уменьшением термических напряжений, переохлаждения и подавлением формирования столбчатых зерен, которые усиливают образование и распространение трещин. Таким образом, подходящей температурой нагревательной платформы для достижения максимальных преимуществ и улучшения обрабатываемых сплавов является уровень С с диапазоном температур от 390 до 430 °С.

5.2. Влияние предварительного подогрева на формирование микроструктуры в процессе лазерного плавления

5.2.1 Сплавы на основе 7075 с ScZr и TiB

В этом эксперименте сплавы 7075 гомогенизированные 460 °С/3ч были подвергнуты лазерному плавлению на площади 10×10 мм с перекрытием 0,2 мм, мощностью 300 В и длительностью 12 мс (указано в главе 2). Лазерное плавление проводили при нормальных условиях (комнатная температура) и с использованием подогрева образцов во время лазерного плавления; температуру измеряли термопарой, расположенной на расстоянии 5 мм от расплавляемой области. Температура БМ во время лазерного плавления представлена на рисунке 5.2а; исследуемые зоны были выделены на графике.

Во время ПЛП при нормальных условиях (комнатная температура), как показано на рисунках 5.2 *а, в, д*, структура 7075 состояла из крупных зерен, закристаллизованных в направлении движения лазера, с большим количеством горячих трещин вдоль этих зерен (рисунок 5.2а). Добавление Sc и Zr изменило структуру до очень мелких зерен в местах перекрытий, столбчатых зерен в направлении движения лазера, а в центре образовались равноосные зерна (рисунок 5.2д). Как было отмечено ранее, образование сверхмелких зерен на границе ограничивает распространение трещин. Анализ ЗЛП 7075-TiB (рисунок 5.2д) выявил ультрамелкие зерна на границе перекрытий и мелкие равноосные зерна в центре. Зафиксированная температура БМ в исследуемых структурах составила около 60 °С. При проведении ПЛП и изменении температуры БМ структура первой дорожки формировалась при высоком переохлаждении, в то время как структура других дорожек формировалась при низком переохлаждении. Однако, несмотря на разницу температур, микроструктура первой, центральной и последней дорожек мало отличается.

С использованием нагрева при температуре около 400 °С структура сплава 7075-st (рисунок 5.2б) имеет столбчатые зерна, закристаллизованные эпитаксиально в направлении движения лазера, с наличием кристаллизационных трещин, но в меньших количествах, чем без нагрева. ЗЛП сплава 7075-ScZr (рисунок 5.2в) имеет зону перекрытия с ультрамелкими и мелкими столбчатыми зернами. Столбчатые зерна уменьшаются в размерах и превращаются в равноосные зерна в конце зоны лазерного плавления из-за уменьшения разницы температур между БМ и ЗЛП. Более того, ЗЛП 7075-TiB (рисунок 5.2е) состоит из ультрамелких зерен без каких-либо перекрытий (переплавленных зон), что главным образом объясняется гетерогенным зарождением, вызываемым совместным действием Al_3Ti и TiB_2 .

Как показано на рисунке 5.2, в микроструктуре сплавов, полученных без предварительного нагрева, четко видны границы расплава. Эти зоны расплава становятся видимыми из-за разницы в размерах кристаллов на границе и внутри зоны расплава. Этот эффект может быть усилен за счет выделения частиц в зоне термического воздействия на границе каждой зоны расплава. В основном это частицы $MgZn_2$, которые образуются при температуре ниже 300°С для данного сплава [62]. Однако при температуре предварительного нагрева 400°С Zn и Mg полностью растворяются в алюминиевой матрице, что предотвращает образование частиц $MgZn_2$ на границе зоны расплава. В результате границы между БМ и ЗЛП исчезают, и формируется более однородная микроструктура.

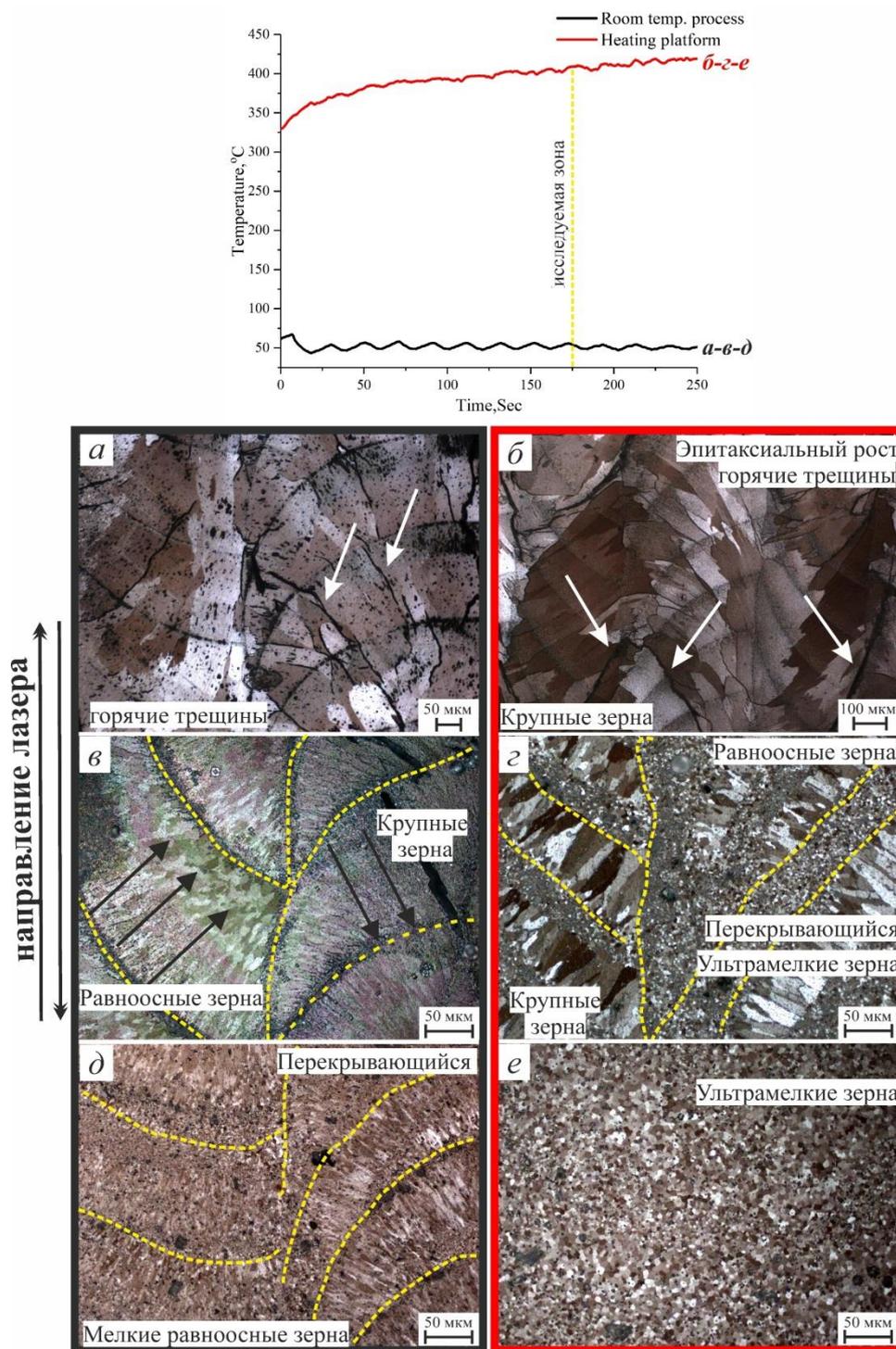


Рисунок 5.2 Микроструктура (СМ) ЗЛП (вид сверху) гомогенизированных 460 °С/3ч сплавов: (а,б) 7075-st., (в,г) 7075- ScZr, (д,е) 7075-TiB, после ПЛП при температурах (а,в,д) 60 °С – без предварительного нагрева, (б,г,е) 400 °С – с предварительным нагревом.

После решения проблем появления кристаллизационных трещин и эпитаксиального образования зерен столбчатой формы с помощью нагрева, осталась еще одна актуальная проблема: смягчение ЗЛП вследствие испарения Zn и Mg. Среднее значение содержания химических элементов внутри расплавленного участка при комнатной температуре и в условиях нагрева представлено в таблице 5.1. Если сравнить его с химическим составом БМ в главе 2 (Таблица 2.1), можно обнаружить, что состав ЗЛП относится к совершенно другой

категории сплавов Al-Zn-Mg, а не к 7075, и выходит за пределы высокопрочного сплава, что отражается на его твердости и способности к старению.

Таблица 5.1 Средний химический состав ЗЛП, масс.%

Сплав	Zn	Mg	Cu	Cr	Mn	Sc	Zr	Ti	B	Al
7075-st	2.4	1	1.4	0.3	0.3	-	-	-	-	Осн.
7075-ScZr	2.5	1	1.4	0.25	0.28	0.24	0.4	-	-	Осн.
7075-TiB	2.8	1.3	1.4	0.25	0.3	-	-	1	0.2	Осн.

5.2.2 7075-TiB с различной концентрацией Zr

Как представлено в главе 4 на рисунке 4.9, добавление в сплав Ti, B и Zr в сочетании с предварительной гомогенизацией перед лазерным плавлением позволило решить проблему структуры за счет подавления столбчатых зерен и улучшения однородности зеренной структуры ЗЛП, но наличие трещин по центру лазерного трека все еще остается существенным недостатком, влияющим на качество и свойства ЗЛП. Решение этой проблемы будет осуществляться в ходе данного эксперимента.

В ходе этого эксперимента использовали нагрев платформы с уровнем С во время лазерного плавления треков образцов, гомогенизированных при 460 °С / 8 ч. ПЛП треков проводили при напряжении 300 В, длительности 12 мс, скорости 1 мм/сек и перекрытии 0,15 мм. Зафиксированная температура БМ в исследованных участках составляла 430 °С. В целом, как показано на рисунке 5.3 *а-в*`, столбчатые зерна и кристаллизационные трещины отсутствуют в ЗЛП всех сплавов. В 7075-TiB с 0,12Zr структура ЗЛП стала состоять из мелких равноосных зерен с различными размерами и ориентацией, распределенных в направлении лазерного излучения (рисунок 5.3 *а,а*`). В сплаве с 0,2Zr структура стала слегка однороднее (рисунок 5.3 *б,б*`), так как область расплава разделилась на ультрамелкие зерна по границам (в зоне перекрытия) и мелкие равноосные зерна между ними. При увеличении Zr до 0,5% ЗЛП становится однородной, появляются мелкие зерна в дополнение к ультрамелким, а границы или перекрытия исчезают (рисунок 5.3 *в,в*`). Можно отметить, что уменьшение градиента температуры во время кристаллизации расплава под воздействием лазера привело к уменьшению размера равноосных зерен от линии сплавления к центральной линии.

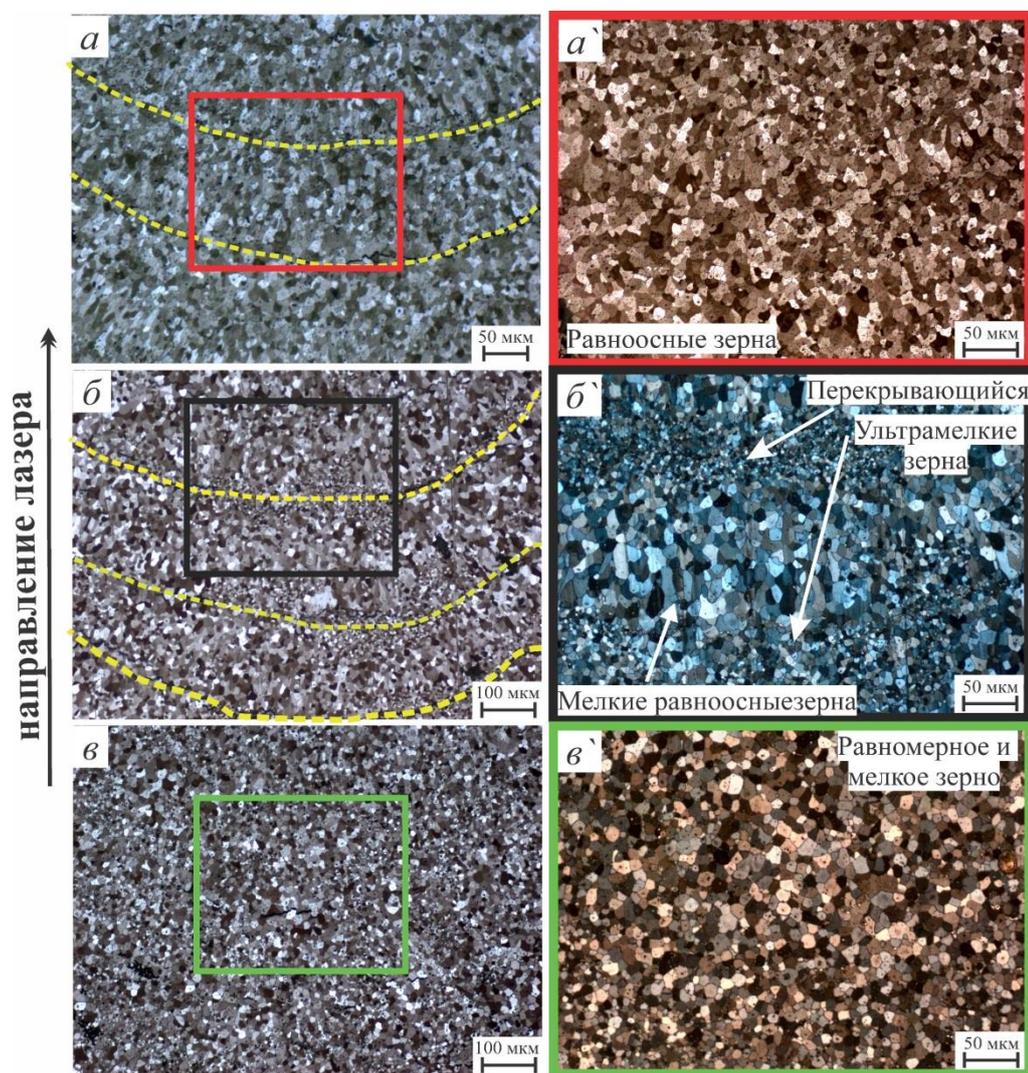


Рисунок 5.3 Микроструктура (СМ) ЗЛП (вид сверху) гомогенизированных $460\text{ }^{\circ}\text{C}/8\text{ч}$ сплавов: 7075-TiVc добавками (а,а') 0.1%Zr, (бб,б') 0.2%Zr, (в,в') 0.5%Zr, с подогревом до $430\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Из таблицы 5.2 видно, что применение в процессе лазерного плавления нагрева влияет на твердость ЗЛП по сравнению с твердостью литого БМ и ЗЛП, полученной в нормальных условиях, как указано в Таблице 4.4. Совместное использование нагрева и увеличения концентрации Zr повысило твердость ЗЛП. При использовании нагрева платформы твердость ЗЛП всех модифицированных сплавов с 0,12, 0,25 и 0,5 % Zr увеличилась в 1,25 и 1,1 раза по сравнению с твердостью литого БМ и ЗЛП в нормальных условиях, соответственно. Это увеличение объясняется изменением скорости охлаждения и высоким содержанием модифицирующих элементов Ti, V и Zr. Созданная низкая скорость охлаждения благодаря использованию нагрева платформы во время лазерной плавки уменьшила градиент температуры между БМ и расплавом, устранила дефекты кристаллизации, в частности, горячие трещины, и улучшила микроструктуру ЗЛП за счет

подавления образования дендритных и столбчатых зерен. Кроме того, модифицирующие элементы получили достаточно времени для формирования однородных и мелких зерен.

Таблица 5.2 Значения твердости ЗЛП гомогенизированных (460 °С/8ч) сплавов 7075-TiB с добавкой Zr с подогревом 430 °С

Сплав	Твердость HV ЗЛП гомогенизированных сплавов
7075-TiB+0.1Zr	151 ± 5
7075-TiB+0.2Zr	161 ± 4
7075-TiB+0.5Zr	171 ± 4

5.2.3 Сплав 7075-4Si

Как показано в главе 4, добавление 4%Si в 7075-st и сплавы, модифицированные ScZr и TiB, позволило добиться значительного эффекта, в результате которого полностью исчезли кристаллизационные трещины и увеличилась твердость ЗЛП после ПЛП, что особенно заметно после гомогенизации при 500 °С /6,5ч. Однако в структуре ЗЛП присутствовали крупные, столбчатые и неоднородные зерна (рисунок 4.22 и рисунок 4.24), что может ухудшить их свойства. Благодаря добавлению Si удалось эффективно устранить проблему растрескивания и улучшить механические свойства за счет наличия дополнительной жидкой фазы. В ходе исследования для управления и улучшения структуры ЗЛП к образцам БМ во время ПЛП применили нагрев на платформе с уровнем С.

Гомогенизированные образцы 7075- 4Si и модифицированные сплавы нагревали во время ПЛП. Средняя температура БМ во время исследования составляла около 480 °С. Длинные треки обрабатывали при напряжении 300 В, длительности 12 мс, скорости сканирования 1 мм/с и перекрытии 0,15 мм.

Структура ЗЛП сплава 7075-4Si состоит из столбчатых зерен образованных за счет эпитаксиального роста в направлении движения лазера, как показано на рисунке 5.4 *a, a'*. В случае сплава с ScZr можно четко выделить две различные зоны: ультрамелкие зерна в зоне перекрытия и мелкие столбчатые и крупные равноосные зерна между ними (рисунок 5.4 *б, б'*). Вследствие чрезвычайно высокой концентрации зародышей на основе частиц Al₃(Sc, Zr), формируются мелкие равноосные зерна, расположенные преимущественно вдоль участков переплава. Во время кристаллизации зерна более склонны расти вдоль положительного градиента температуры от края расплава к центру расплава. Поэтому столбчатые зерна формируются и растут по направлению к центру расплава, где термическая история такова, что присутствуют менее мощные зародыши. Структура ЗЛП 7075-4Si с TiB

стала более измельченной и однородной, с ультра мелкими зернами в зоне перекрытия (переплавленной зоне) из-за высокой концентрации частиц Al_3Ti и мелкими равноосными зернами в центре (рисунок 5.4 в, в').

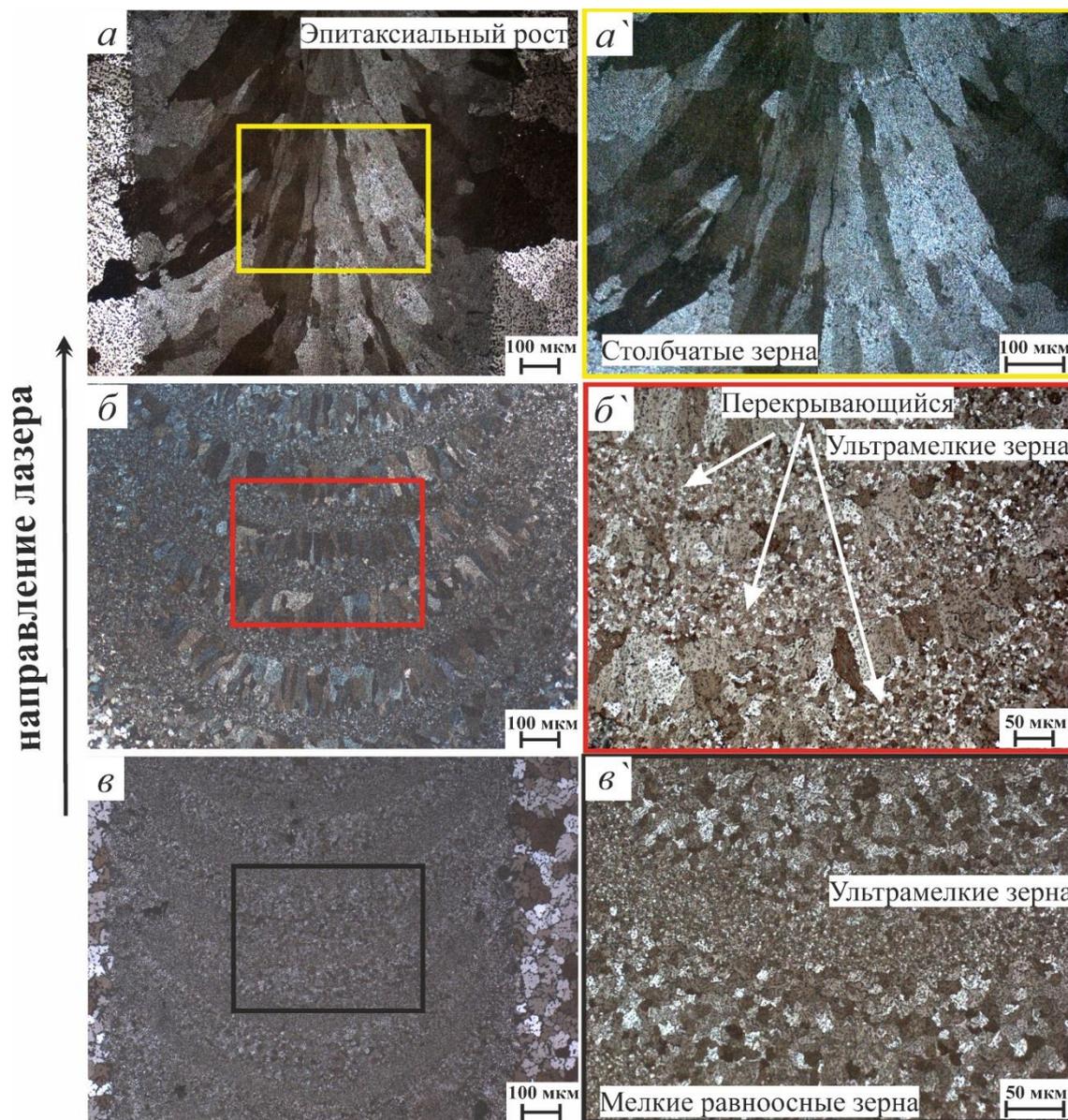


Рисунок 5.4 Микроструктура (СМ) ЗЛП (вид сверху) полученных с подогревом до $480\text{ }^{\circ}\text{C}$ гомогенизированных $500\text{ }^{\circ}\text{C}/6.5\text{ч}$ сплавов: (а, а') 7075-4Si, (б, б') 7075-ScZr-4Si, and (в, в') 7075-TiB-4Si.

Твердость ЗЛП сплавов, полученных при нагреве, уменьшилась примерно до 0,85 от твердости ЗЛП, обработанных при комнатной температуре. Это снижение связано со смягчением и ростом зерен, происходящими в БМ в процессе нагрева. Однако ЗЛП достигли более высокой твердости, чем БМ, при использовании нагрева благодаря модифицированию и однородности структуры, как указано в таблице 5.3.

Таблица 5.3. Значения твердости ЗЛП и БМ гомогенизированных (500 °С/6.5ч) сплавов 7075-4Si с подогревом 480 °С

Сплав	Твердость HV гомогенизированных сплавов	
	БМ	ЗЛП
7075- 4Si	101 ±11	112 ±8
7075- ScZr-4Si	107 ±5	116 ±5
7075- TiB 4Si	107 ± 4	136 ±4

5.2.4 Сплавы с низким содержанием Zn и Mg и различным содержанием TiB

Согласно результатам исследований, описанных в главе 4, в результате оптимизации химического состава путем снижения содержания Zn и Mg в сплаве 7020 и модифицирования его различным количеством TiB была получена ЗЛП свободная от дефектов, что позволяет успешно использовать этот сплав для метода ПЛП и АТ при добавлении более 0,5%Ti и 0,1%B. Таким образом, были устранены кристаллизационные трещины и подавлено образование нежелательных столбчатых зерен в ЗЛП.

В ходе данного эксперимента гомогенизированные 550 °С/ 2 ч 7020-st и модифицированные сплавы были обработаны лазерным излучением в квадрате 10×10 мм с перекрытием 0,2 мм, мощностью 300 В и длительностью 12 мс при нормальных условиях и с использованием нагрева. Зафиксированная температура БМ при нормальных условиях составляла около 60 °С, а при использовании нагрева - около 420 °С. Целью использования нагревательной платформы в данных сплавах было улучшение структурной морфологии ЗЛП за счет уменьшения градиента температуры и скорости охлаждения.

На рисунке 5.5 а-г` показана разница между структурой ЗЛП при лазерном плавлении при комнатной температуре и с использованием нагрева. ЗЛП сплава 7020-st и модифицированных сплавов, обработанных при комнатной температуре, содержат неоднородные зерна, в то время как рассмотренный в главе 4 сплав 7020-st имеет столбчатые зерна, растущие эпитаксиально в направлении движения лазера (рисунок 5.5 а). Добавление 0,5% Ti B снижает размер столбчатых зерен, появляются равноосные зерна, в отличие от ПЛП без подогрева (рисунок 5.5 б). При увеличении количества Ti до 2Ti-0,4B, структура ЗЛП трансформировалась в мелкие тонкие столбчатые зерна на границе с ультрамелкими зернами в центре, усиливая эффект измельчения зерна (рисунок 5.5 в). В 7020-3Ti-0.6B столбчатые зерна были подавлены и заменены полностью очень мелкими зернами (рисунок

5.5 з). Однако морфология ЗЛП была неоднородной из-за быстрого затвердевания, большого градиента температуры и испарения Zn и Mg.

Применение нагрева с температурой около 420 °С изменило ЗЛП, привело к повышению однородности закристаллизованных зерен и усилило эффект измельчения. ЗЛП 7020-st содержала однородные столбчатые зерна, которые были немного больше, по сравнению с процессом при комнатной температуре, как показано на рисунке 4.5 а`. Использование нагрева для модифицированных сплавов с Ti и В усилило процесс формирования мелких равноосных зерен при полном отсутствии столбчатых зерен, которые появляются при быстром охлаждении при комнатной температуре. Увеличение концентрации Ti и В и нагрев значительно улучшили ЗЛП, и она стала состоять из однородных зерен, разделенных на мелкие и ультрамелкие равноосные зерна. По мере увеличения процентного содержания Ti+В, ЗЛП становится более однородной, а размеры зерен уменьшаются и становятся ультрамелкими, как показано на рисунке 5.5 в`, з`.

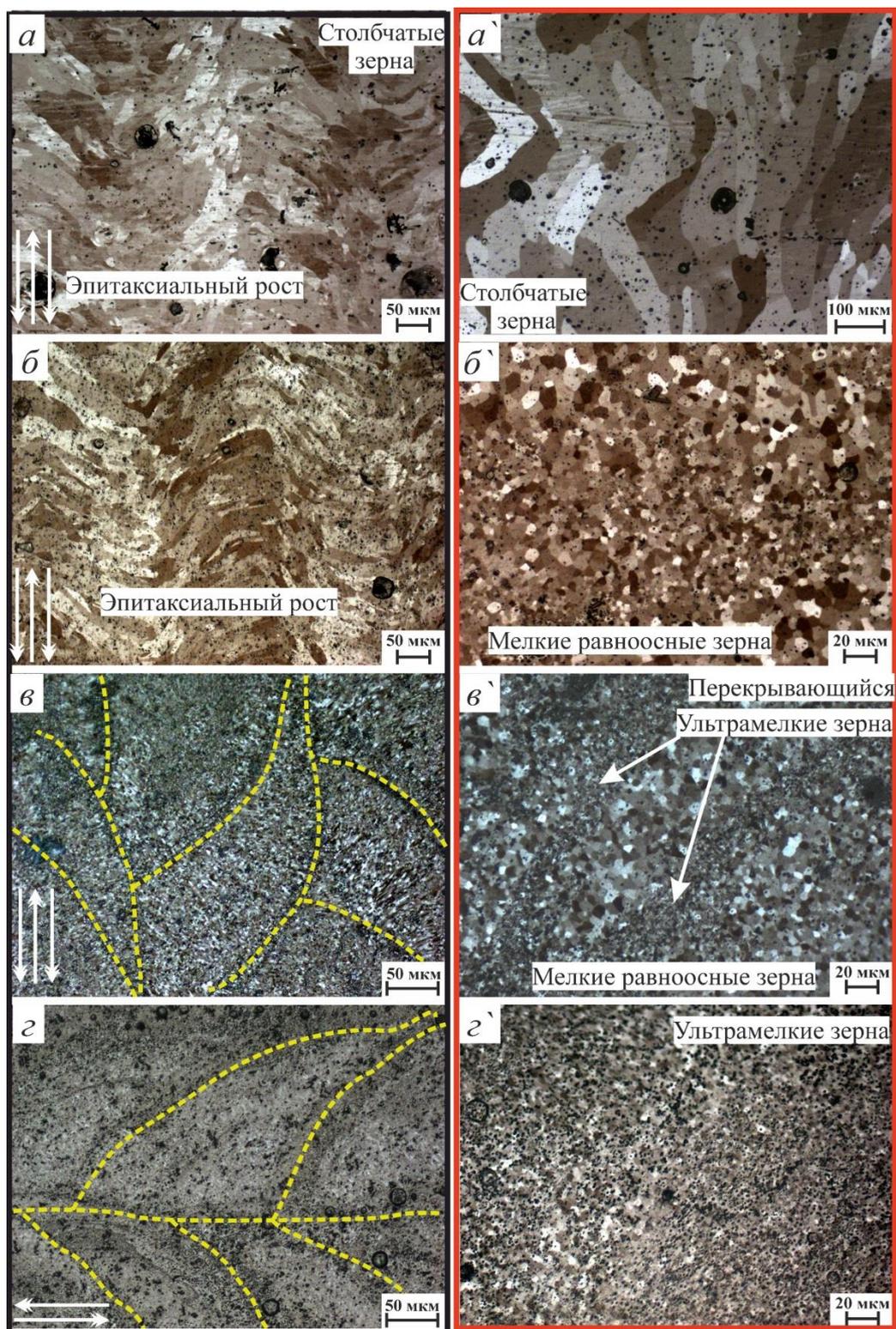


Рисунок 5.5 Микроструктура (СМ) ЗЛП (вид сверху, обрабатываемая область - квадрат) гомогенизированных $550\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ч}$ сплавов (а,а') 7020-st; (б,б') 7020-0.5Ti+0.1B, (в,в') 7020-2Ti-0.4B, (z,z') 7020-3Ti-0.6B.

- (а,б,в,z) ЗЛП без подогрева, температура около $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в черной рамке),
 - (а',б',в',z') ЗЛП с подогревом до $420\text{ }^{\circ}\text{C}$ (красная рамка).

Анализ распределения элементов в одиночных треках, полученных лазерной обработкой с использованием нагревательной платформы для сплавов 7020 и

модифицированных сплавов, показан на рисунке 5.6 *а-г*. Распределение элементов можно сравнить с данными при лазерной обработке при нормальных условиях, показанными на рисунке 4.33 (гл. 4).

При использовании нагревательной платформы испарение Zn и Mg в ЗЛП сплава 7020-st составило приблизительно 0,64 масс.% и 0,24 масс.%, а для 7020-0,5Ti0,1В - приблизительно 0,56 масс.% и 0,24 масс.%. Рисунок 5.6 *а, б* демонстрирует равномерное распределение остальных элементов вдоль ЗЛП. Более того, величина испарения в сплавах с более высокими концентрациями Ti и В снизилась до 0,5 масс.% и 0,1 масс.% для Zn и Mg, соответственно, а остальные элементы более равномерно распределены вдоль ЗЛП (рисунок 5.6 *в, г*). Можно заметить, что использование нагревательной платформы для этих сплавов положительно влияет на величину испарения Zn и Mg по сравнению с результатами при нормальных условиях без подогрева.

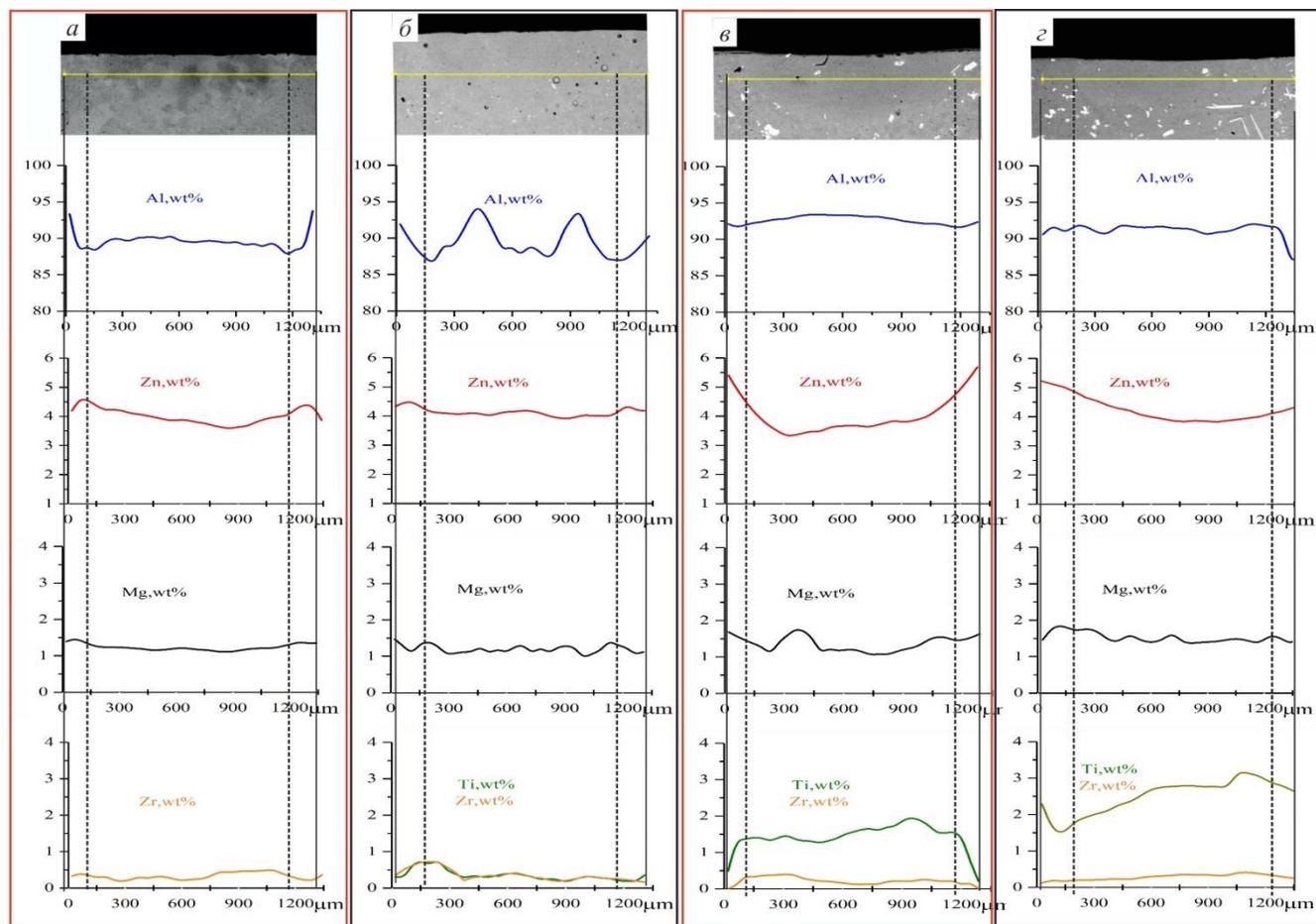


Рисунок 5.6, Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП гомогенизированных 550 °С/2ч сплавов (а) 7020-st; (б) 7020-0.5Ti+0.1В, (в) 7020-2Ti-0.4В, и (г) 7020-3Ti-0.6В. с подогревом до 420 °С.

Использование нагревательной платформы позволило повысить твердость ЗЛП всех сплавов по сравнению с литым БМ 7020-st, и ЗЛП, обработанными при комнатной температуре (табл. 4.7). Использование нагревательной платформы во время лазерной плавки улучшило зеренную структуру, подавило нежелательную структуру и столбчатые зерна, а также снизило количество испаряющегося Zn и Mg, что отразилось на твердости ЗЛП. С увеличением концентрации TiB твердость увеличивалась из-за увеличения эффекта измельчения структуры и более равномерного распределения элементов и выделений, как показано в следующей таблице (Таблица 5.4).

Таблица 5.4. Значения твердости ЗЛП гомогенизированных 550 °С/2.5ч сплавов 7020 с подогревом 420 °С

сплав	Твердость HV ЗЛП гомогенизированных сплавов
7020	90 ± 7
7020-0.5Ti-0.1B	105 ± 4
7020-2Ti-0.4B	123 ± 3
7020-3Ti-0.6B	128 ± 6

5.2.5 Сплавы на основе 2024

Из предыдущей главы следует, что гомогенизированные в течение 20 ч образцы из стандартного сплава 2024 и модифицированного сплава с Cr имели ЗЛП со структурой аналогичной по морфологии ЗЛП литых образцов, но количество и размер трещин были значительно уменьшены, хотя все еще присутствовали. Более того, модифицированные сплавы с ScZr и TiB обладали ЗЛП без трещин с модифицированной структурой. В данном разделе гомогенизированные в течение 20 ч сплавы были подвергнуты лазерной обработке с использованием нагревательной платформы с температурой на уровне С для снижения количества внутренних напряжений и улучшения морфологии ЗЛП.

Измененная температура БМ во время плавления составляла 440 °С, а лазерные треки наплавливались с теми же параметрами, что и при нормальном процессе. 2024-st и 2024-Cr имеют одинаковую структуру; крупные зерна на границах растут эпитаксиально из БМ, а равноосные зерна в центре ЗЛП. Кроме того, не было выявлено устранения кристаллизационных трещин, зарождающихся по границам зерен БМ, как показано на рисунок 5.7 а, б.

ЗЛП 2024-ScZr делится на зону ультрамелких зерен на границе, равноосных зерен и ультрамелких зерен на последнем этапе кристаллизации. Образование ультрамелких зерен на границах ограничивает распространение трещины из БМ, как показано на рисунке 5.7 в. Более того, ЗЛП 2024-TiV имеет полностью однородные и очень мелкие равноосные зерна, как показано на рисунке 5.7 г.

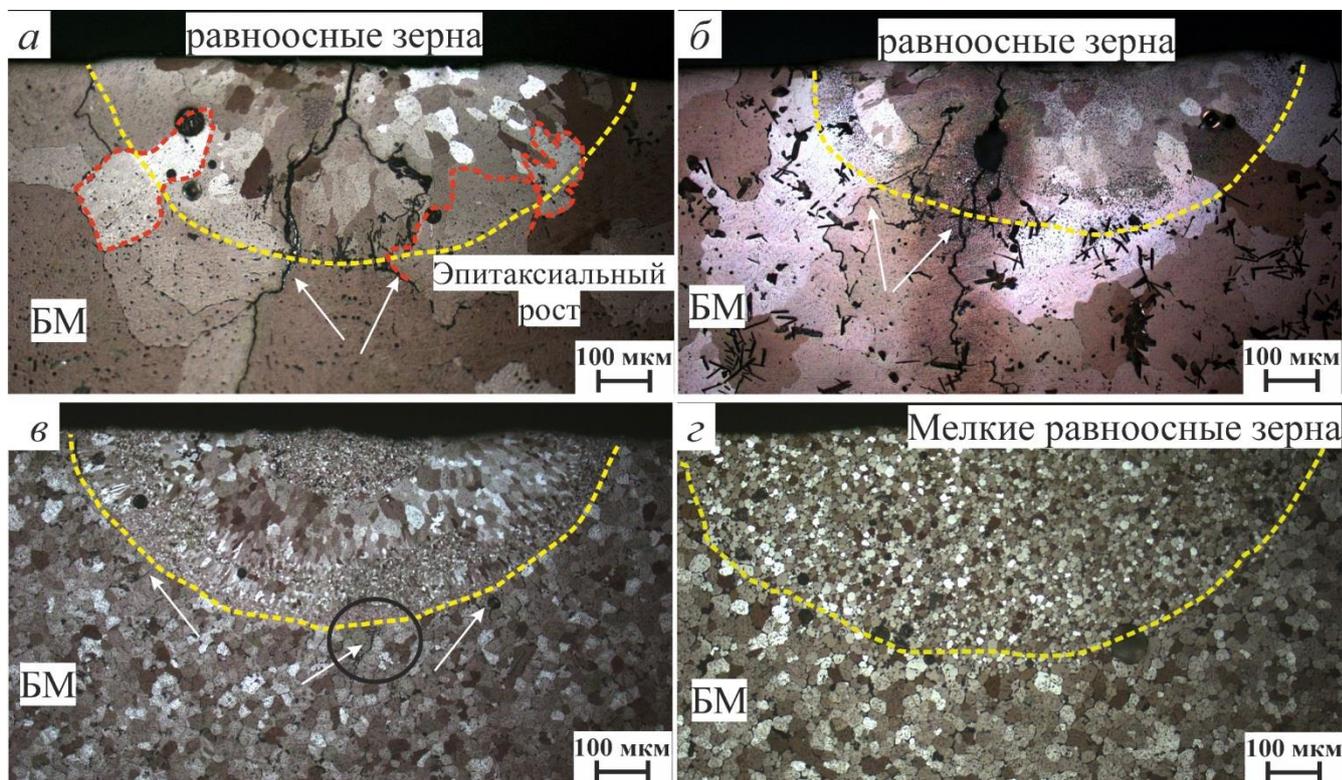


Рисунок 5.7 Микроструктура (СМ) поперечного сечения (поперек трека) ЗЛП гомогенизированных 480 °C/20 ч сплавов; (а) 2024-st, (б) с Cr, (в) с ScZr, (г) с TiV с подогревом до 440 °C

Структуры ЗЛП 2024- ScZr и TiV были изучены в продольном направлении (параллельно лазерному треку) при нормальных условиях и посл ПЛП на нагревательной платформе для сравнения формирования структуры в зонах перекрытия и переплавки (Рисунок 5.8). Изменения в структуре можно легко обнаружить, поскольку во время обработки при комнатной температуре ЗЛП 2024-ScZr (рисунок 5.8 а) имеет ультрамелкие зерна на границах между расплавом и БМ, при этом структура вдоль трека представляет собой столбчатые зерна с крупными равноосными зернами в верхней части лазерного трека, и все зерна были кристаллизованы в направлении движения лазера. Напротив, никаких столбчатых зерен не было обнаружено при нагреве платформы и вместо них образовались равноосные зерна с ультрамелкими зернами на границах и в зонах переплава (рисунок 5.8 б)

вследствие чрезвычайно высокой концентрации зародышей на основе $Al_3(Sc, Zr)$ оптимальных размеров в указанных областях переплава. В ЗЛП 2024-TiV при комнатной температуре наблюдали тонкие столбчатые зерна, закристаллизованные в направлении движения лазера, и ультрамелкие зерна в зонах перекрытия и переплава (рисунок 5.8 в). Структура ЗЛП полностью изменилась при использовании нагревательной платформы и стала очень мелкозернистой и однородной без каких-либо границ зон перекрытия или переплавки благодаря двойному воздействию эффекта измельчения и нагревательной платформы, как показано на рисунок 5.8 г.

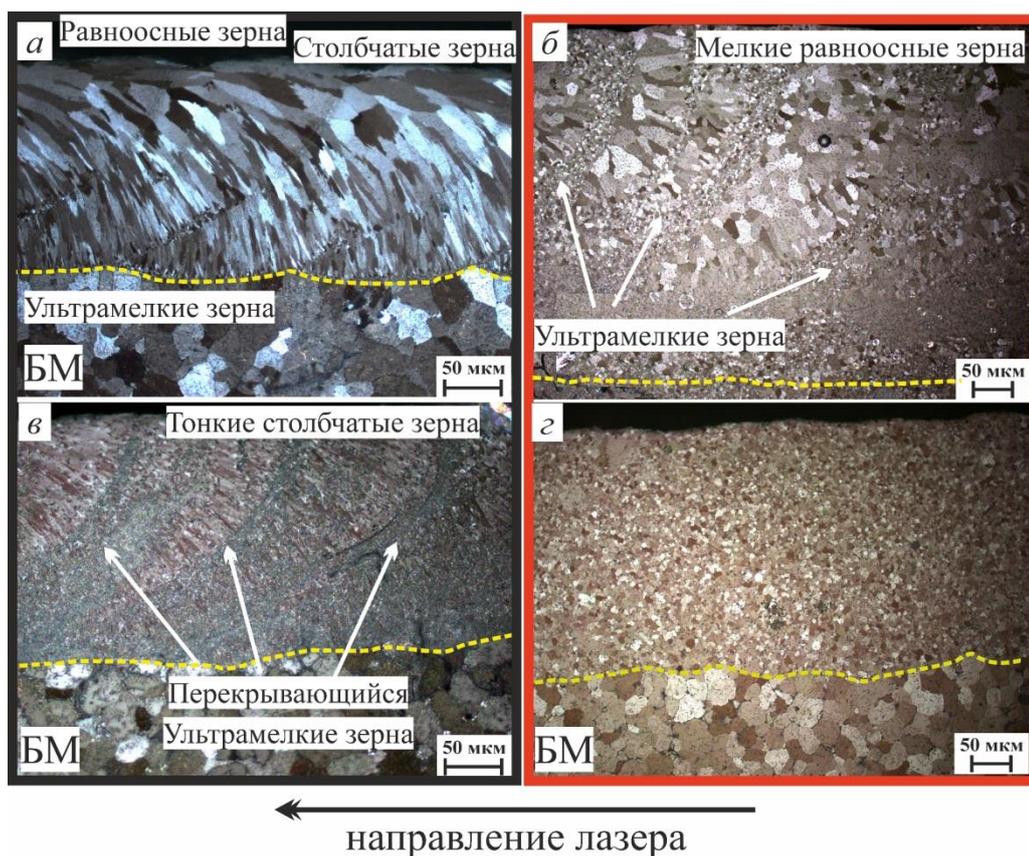


Рисунок 5.8 Микроструктура (СМ) поперечного сечения (вдоль трека) ЗЛП гомогенизированных ($480\text{ }^{\circ}\text{C}/20\text{ч}$) сплавов; (а,б) 2024-ScZr, and (в,г) 2024-TiV. (а,в) ПЛП без подогрева, температура около $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в черной рамке), and (б,г) ПЛП с подогревом до $440\text{ }^{\circ}\text{C}$ (красная рамка).

Применение нагревательной платформы позволило улучшить структуру и однородность зерен и снизить степень испарения Mg во время лазерной обработки по сравнению с ЗЛП, обработанной при комнатной температуре (Рисунок 4.6 гла. 4). Распределение легирующих элементов по БМ и ЗЛП показано на рисунке 5.9. Как было описано в предыдущей главе, присутствие модифицирующих элементов может привести к равномерному распределению

элементов вдоль ЗЛП, а степень испарения Mg составляла около 0,7-0,8 масс.%. Исследование показало, что испарение Mg внутри ЗЛП при использовании нагревательной платформы не превышает 0,4 масс.%, что означает, что ЗЛП остаются в пределах химического состава 2024 и могут сохранять свои механические свойства.

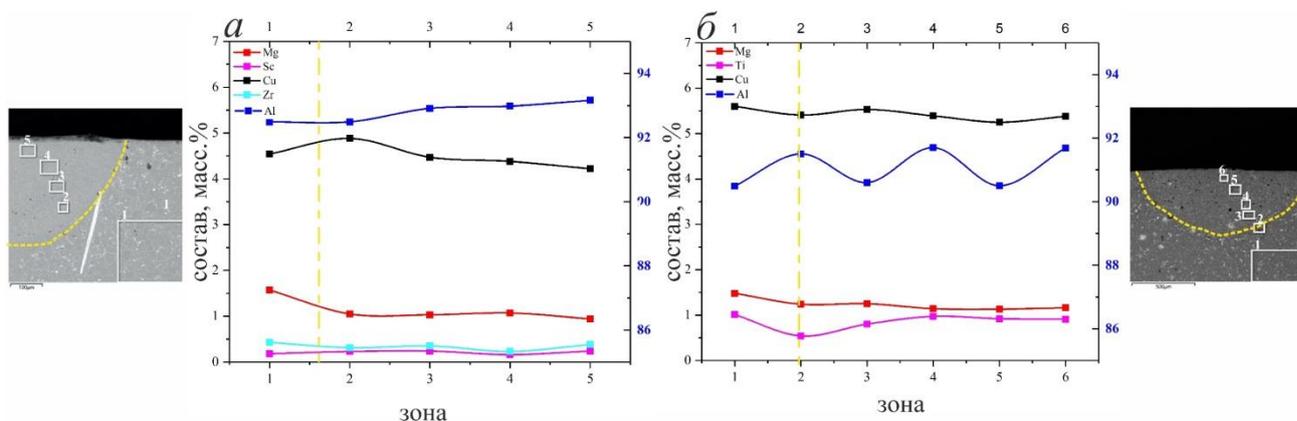


Рисунок 5.9. Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП гомогенизированных 480 °С/20ч сплавов: (а) 2024-ScZr, (б) 2024-TiV ПЛП с подогревом до 420 °С

Как было показано в предыдущих главах, добавление ScZr, TiV и Cr в сплав 2024 повышает твердость как литого БМ, так и ЗЛП в гомогенизированном состоянии. Помимо модифицирующих элементов, важную роль в повышении твердости ЗЛП сыграло использование нагревательной платформы, благодаря чему твердость увеличилась в 1,43, 1,03, 1,13 и 1,21 раза для AA2024-st и сплавов, модифицированных ScZr, TiV и Cr, соответственно (табл. 5.5) по сравнению с твердостью ЗЛП в нормальных условиях. Хотя у 2024-st и 2024-Cr имеются кристаллизационные трещины в ЗЛП при использовании нагревательной платформы, твердость ЗЛП имеет высокие значения из-за изменения морфологии структуры и условий кристаллизации.

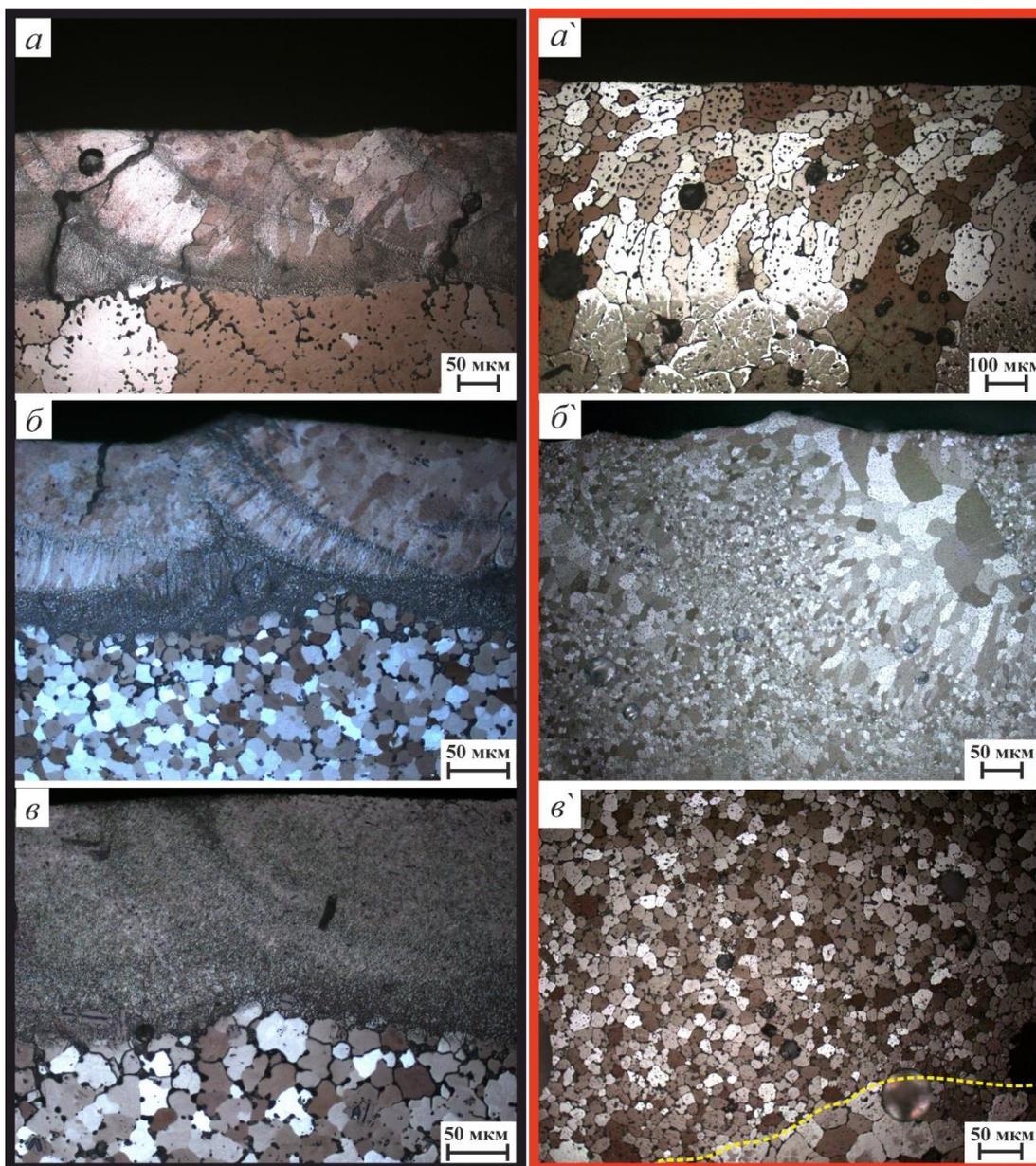
Таблица 5.5. Значения твердости ЗЛП гомогенизированных 480 °С / 20 ч сплавов 2024 с подогревом 420 °С

сплав	Твердость HV ЗЛП гомогенизированных сплавов
2024-st	153 ±4
2024-ScZr	154 ±4
2024-TiV	169 ± 5
2024-Cr	158 ±5

5.2.6 Сплавы с высоким содержанием Zn и Mg

В ходе этого эксперимента для проведения лазерной плавки были получены сплавы с высокой концентрацией Zn и Mg, химический состав которых указан в таблице 2.8 главы 2. Эти сплавы были разработаны как модель для получения ЗЛП с тем же химическим составом, что и 7075, причем была рассчитана величина изменения состава сплавов 7075 во время ПЛП с последующим прибавлением ее к стандартному 7075. Таким образом, был получен новый сплав с высоким содержанием Zn и Mg, который после лазерной плавки превратился в 7075. Этот способ является одним из решений, которые могут быть предприняты для получения лазерной плавкой высокопрочных сплавов без потери основных элементов и обладающих высокими механическими свойствами со способностью к старению. В соответствии с анализом ДСК, сплавы были гомогенизированы при 460 °С / 7 ч. Обработку лазером поверхности 5 × 5 мм проводили при напряжении 300 В, 12 мс, 0,15 мм и 1 мм/сек в двух условиях; нормальном при комнатной температуре и с использованием нагревательной платформы на уровне С.

На рисунке 5.10 приведено сравнение структур ЗЛП полученных при комнатной температуре и на нагревательной платформе при температуре около 420 °С. При комнатной температуре формирование структуры ЗЛП сплавов не отличалось от ЗЛП их аналогов из сплава 7075, но количество трещин в сплаве *a* (12Zn2.5Mg1.5Cu) уменьшилось (рисунок 5.10 *a, б, в*). При использовании нагревательной платформы удалось получить ЗЛП сплава 12Zn2.5Mg1.5Cu без трещин, без столбчатых зерен, где микроструктура состояла из крупных зерен, кристаллизующихся эпитаксиально из БМ, и равноосных зерен с наличием мелких пор, образовавшихся в процессе. Более того, ЗЛП сплава 12Zn2.5Mg1.5Cu-ScZr имеет модифицированную структуру из ультрамелких зерен в переплавленных зонах и равноосных зерен в центре (рисунок 5.10 *б`*). Наконец, ЗЛП сплава с TiB (рисунок 5.10 *в`*) состоит из очень мелких и однородных зерен.

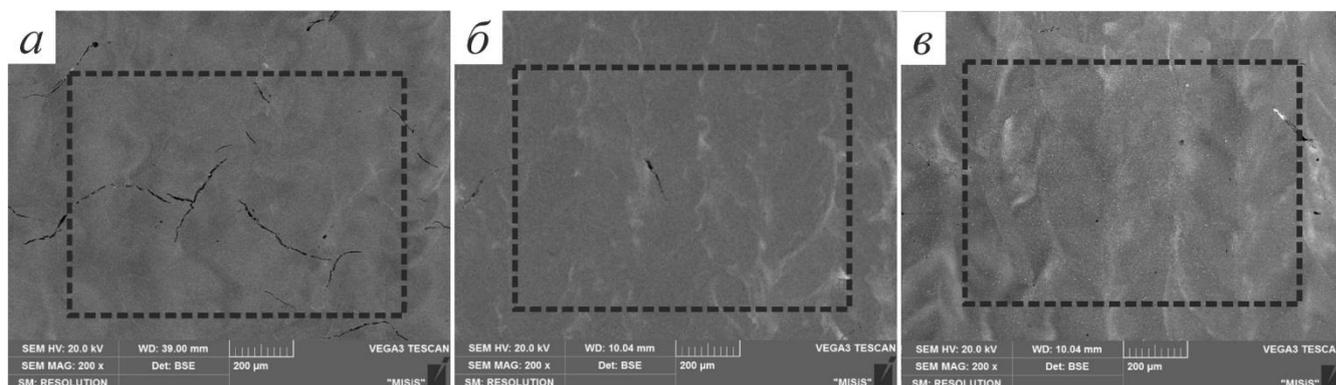


Направление лазера →

Рисунок 5.10 Микроструктура (СМ) (поперечное сечение, обрабатываемая область – квадрат) в ЗЛП гомогенизированных (460 °С/7ч) сплавов; (а,а') 12Zn2.5Mg1.5Cu, (б,б') 12Zn2.5Mg1.5Cu-ScZr, and (в,в') 12Zn2.5Mg1.5Cu-TiB. (а,б,в) ПЛП без подогрева, температура около 60°С (в черной рамке), (а',б') ПЛП с подогревом до 420 °С (красная рамка).

На рисунке 5.11 показаны фотографии СЭМ и данные о химическом составе ЛМЗ сплавов с высоким содержанием Zn и Mg. В ЗЛП сплава *a* наблюдалось небольшое количество трещин по сравнению с ЗЛП сплава 7075-st, как показано на рисунке 5.11 *a*. ЗЛП модифицированных сплавов с ScZr и TiB отличались отсутствием трещин, как показано на рисунках 5.11 *б,в*. Более того, средний химический состав внутри ЗЛП этих сплавов после испарения Zn и Mg находился в пределах стандартных границ химического состава сплава 7075 (см. главу 2).

Этот эксперимент показывает, что полученные ЗЛП из высокопрочного сплава 7075, модифицированного ScZr и TiB, не имеют дефектов, таких как нежелательная структура и горячие трещины, но обладают тонкой и однородной морфологией и способны к старению и повышению механических свойств.



ЗЛП										
сплав	Химический состав, масс. %									
	Zn	Mg	Cu	Cr	Mn	Sc	Zr	Ti	B	Al
<i>а</i>	5.84	2.1	1.5	0.25	0.28					Bal.
<i>б</i>	6	2.1	1.5	0.28	0.23	0.23	0.4			Bal.
<i>в</i>	6.5	2.3	1.5	0.29	0.24			1	0.2	Bal.

Рисунок 5.11 Микроструктура (СЭМ) (вид сверху, обрабатываемая область - квадрат) Средний химический состав в ЗЛП гомогенизированных 460 °С/7ч сплавов; (а) 12Zn2.5Mg1.5Cu, (б) 12Zn2.5Mg1.5Cu-ScZr, (в) 12Zn2.5Mg1.5Cu- TiB, ПЛП без подогрева, температура около 60°С

5.3. Постлазерная обработка и упрочнение после старения

В процессе лазерной обработки сплавов 7075 возникает серьезная проблема испарения основных элементов (Zn и Mg). Из-за повышенной температуры, возникающей в результате ПЛП, кроме плавления происходит значительное испарение металла во время процесса. В результате этого значительно различаются составы БМ и полученной ЗЛП. После лазерной обработки сплава 7075 в результате изменения состава образовалась более тонкая микроструктура с уменьшенным количеством Mg-Zn выделений вследствие испарения. Причем снижение относительного содержания Zn и Mg преципитатов может ухудшить качество и твердость ЗЛП.

Эта часть разделена на два раздела; первый раздел посвящен полученным ЗЛП из 7075-st и модифицированным сплавам с ScZr и TiB. Они были выбраны для изучения их способности к старению и сравнения с реальными сплавами с аналогичным химическим составом. Таким образом, новые сплавы с низкой концентрацией Zn и Mg были изготовлены в соответствии с фактическим химическим составом ЗЛП, для сравнения и

проверки их способности к старению. Химический состав этих сплавов приведен в таблице 2.1 и назван Сплав 27,28, и 29.

В этом эксперименте сплавы 7075, гомогенизированные 460°C/ 3 ч, подвергали лазерной обработке с прежними параметрами при нормальных условиях и с использованием нагревательной платформы, затем проводили закалку при температуре 460°C/ 2 ч, закалку и искусственное старение при различных температурах 0,5, 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10 и 12 ч для сравнения с новыми литыми сплавами с низким содержанием Zn и Mg, применяя ту же обработку. Химический состав сплавов в данном эксперименте был одинаковым и находился в пределах нормы. Основное различие между тремя сплавами связано с условиями кристаллизации. Где: *BM*: литые сплавы (27,28, и 29), *LMZ RT*: ЗЛП, полученная при лазерной плавке сплавов 7075 при комнатной температуре с быстрой кристаллизацией, и *LMZ HP*: ЗЛП, полученная при лазерной плавке сплавов 7075 с использованием нагревательной платформы с низкой скоростью охлаждения.

Как известно, упрочнение при старении вызвано выделением метастабильной фазы $MgZn_2$, а последовательность перехода фаз из пересыщенного твердого раствора (SSSS) в равновесную фазу $\eta(MgZn_2)$ в сплавах Al-Zn-Mg-Cu широко известна [191]. Из-за испарения большого количества Zn и Mg во время лазерной обработки, прокаливается все три сплава была очень низкой при любых условиях. Для упрочнения этих сплавов оказалось недостаточно Zn и Mg. Хотя количество выделяющихся преципитатов уменьшилось после лазерной обработки, измельченная микроструктура позволила получить очень высокую микротвердость и восстановить прокаливается, что хорошо видно на примере модифицированных сплавов с ScZr и TiB, как показано на рисунке 5.12 а-в.

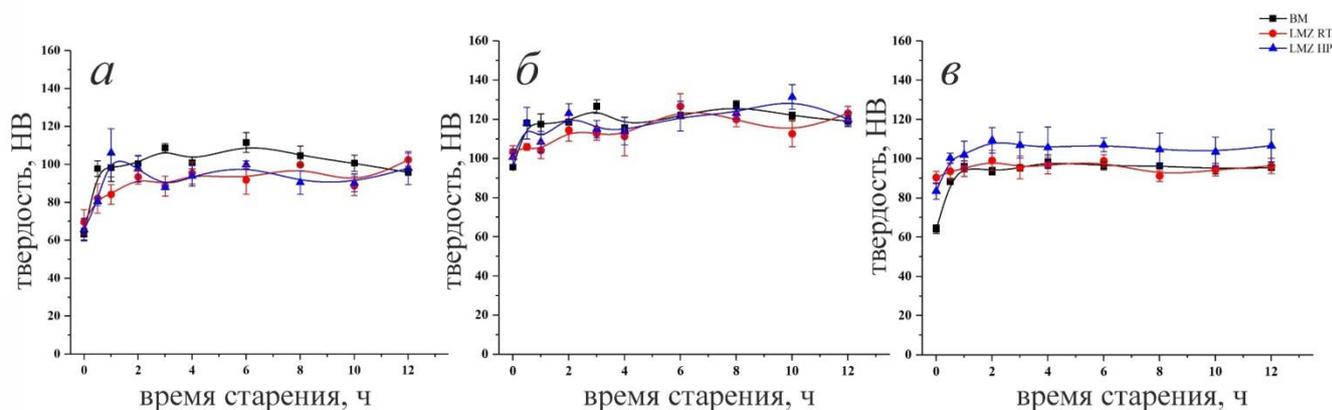


Рисунок 5.12 Зависимость твердости от времени старения сплавов с низким содержанием Zn и Mg: (a) 2.5Zn1Mg1.5Cu, (b) 2.5Zn1Mg1.5Cu-ScZr, (c) 2.5Zn1Mg1.5Cu-TiB.
Примечание: *BM*: 2.5Zn1Mg1.5Cu в литом состоянии, *LMZ RT*: ЗЛП полученная ПЛП сплавов 7075 при комнатной температуре; *LMZ HP* ЗЛП полученная ПЛП сплавов 7075 с предварительным нагревом.

Во втором разделе исследована прокаливаемость ЗЛП, полученных на сплавах с высоким содержанием Zn и Mg, и проведено их сравнение с БМ из сплавов 7075 с тем же химическим составом (Химический состав этих сплавов приведен в таблице 2.1 и назван Сплав 30, 31, и 32). В этом эксперименте гомогенизированные 460 °С/ 7 ч сплавы (12Zn2.5Mg1.5Cu, 12Zn2.5Mg1.5Cu-ScZr, и 12Zn2.5Mg1.5Cu-TiB) были обработаны лазером с теми же параметрами в нормальных условиях и с использованием нагревательной платформы, затем была проведена закалка раствора при температуре 460°С/ 2 ч и последующее искусственное старение при различных температурах 0,5, 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10 и 12 ч с целью сравнения с литыми сплавами 7075 при использовании аналогичной термообработки. Где: *BM*: литые сплавы (7075-st, 7075-ScZr, 7075-TiB), *LMZ RT*: ЗЛП, полученная при лазерной обработке сплавов 12Zn2.5Mg1.5Cu при комнатной температуре и быстрой кристаллизацией, и *LMZ HP*: ЗЛП, полученная при лазерной обработке сплавов с высоким содержанием Zn и Mg с использованием нагревательной платформы и низкой скоростью охлаждения.

В первом сплаве с составом 7075-st (рисунок 5.13 а) ЗЛП продемонстрировали меньшее упрочнение во время старения, чем БМ, из-за наличия дефектов кристаллизации в результате лазерной обработки, при этом максимум для всех режимов был достигнут после 4 часов. В случае сплавов 7075-ScZr твердость со временем постепенно увеличивалась, а твердость ЗЛП с нагревательной платформой имела наибольшие значения по сравнению с другими режимами из-за различий в характере выделения частиц $Al_3(Sc, Zr)$ и измельчения структуры (рисунок 5.13 б). Помимо этого, сплавы 7075-TiB показали высокую прокаливаемость как в случае БМ, так и в случае ЗЛП с нагревом на платформе из-за наличия большого количества частиц precipитатов и мелкозернистой и однородной структуры (рисунок 5.13 в).

Эти сплавы отличаются от сплавов первого раздела тем, что имеют высокую концентрацию Zn и Mg, и во время искусственного старения образовалось много метастабильных фаз $MgZn_2$, а твердость постепенно увеличивалась, как показано на рисунке 5.13. Таким образом, материал обладает хорошей способностью упрочняться после закалки и старения.

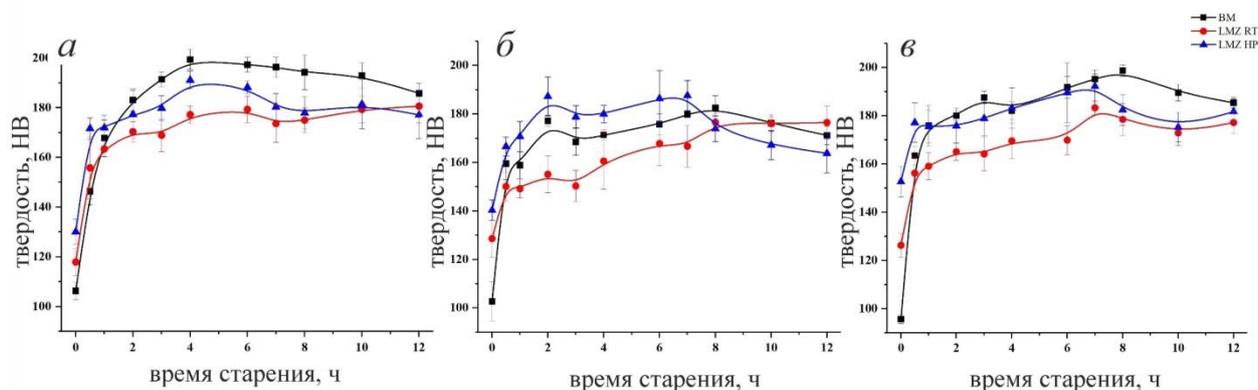


Рисунок 5.13 Зависимость твердости от времени старения сплавов с высоким содержанием Zn и Mg: (а) 12Zn2.5Mg1.5Cu, (б) 12Zn2.5Mg1.5Cu-ScZr, (в) 12Zn2.5Mg1.5Cu-TiB.

Примечание: BM: сплавы (7075-st, 7075-ScZr, 7075-TiB) в литом состоянии, LMZ RT: ЗЛП полученная ПЛП сплавов 12Zn2.5Mg1.5Cu при комнатной температуре; LMZ HP ЗЛП полученная ПЛП сплавов 12Zn2.5Mg1.5Cu с предварительным нагревом.

5.4.Использование лазера непрерывного действия

5.4.1 Лазерное плавление сплавов 7075

Был проведен процесс непрерывного лазерного плавления (НЛП) с напряжением 300 В и скоростью 0,1 м/с. После проведения НЛП на 7075-st и модифицированных сплавах 7075, структуры всех исследуемых сплавов были лучше, чем структуры, полученные в процессе ИЛП (рисунок 5.14). В ЗЛП модифицированных сплавов наблюдали тонкие и однородные структуры без кристаллизационных трещин. В микроструктуре ЗЛП 7075-st (рисунок 5.14 а) была обнаружена одна тонкая трещина и видны светлые области, что свидетельствует о неоднородности распределения элементов. В 7075-ScZr (рисунок 5.14 б) микроструктура ЗЛП стала однородной и мелкозернистой. На границах образовались мелкие зерна, расположенные в направлении, противоположном направлению лазерного теплового потока. В 7075-TiB (рисунок 5.14 в) микроструктура тонкая из-за влияния Al_3Ti и микроскопических частиц TiB_2 , которые действуют как центры зарождения во время быстрой кристаллизации. Микроструктура 7075-FeNi (рисунок 5.14 г) представляет собой структуру без трещин.

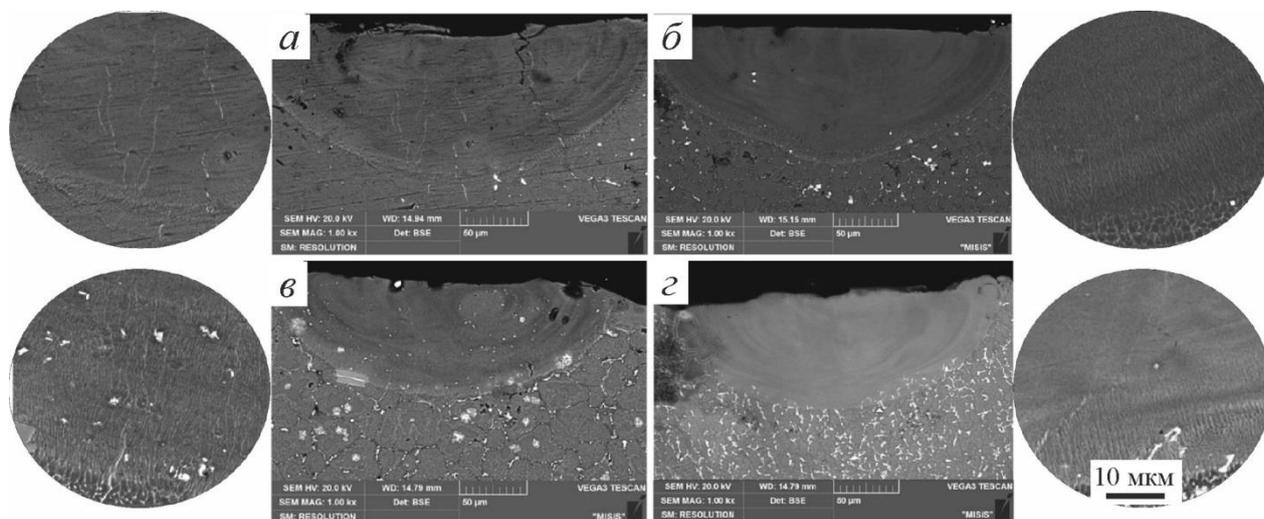


Рисунок 5.14 Микроструктура (СЭМ) поперечного сечения ЗЛП после НЛП гомогенизированных 480 °С/3ч сплавов (а) 7075-st; (б) 7075-ScZr, (в) 7075-TiB, (г) 7075-FeNi

Характеристики распределения элементов в ЗЛП исследуемых сплавах, полученных НЛП, оказались более совершенными (рисунок 5.15) по сравнению с результатами, полученных ИЛП. Количество испарившихся Zn и Mg в ЗЛП уменьшилось, и элементы стали распределены более равномерно. В стандартном сплаве среднее количество испарившихся Zn и Mg составляло около 1,5 и 0,3 масс.%, соответственно, с небольшим неравномерным распределением Zn и более равномерным распределением Mg вдоль ЗЛП. В случае модифицированных сплавов с TiB и ScZr наблюдались некоторые пики, обусловленные присутствием частиц TiB_2 и $Al_3(Sc, Zr)$, которые также способствовали более равномерному распределению элементов вдоль ЗЛП. В модифицированных сплавах с ScZr и TiB было зафиксировано испарение Zn около 1,7 и 0,85 масс.%, соответственно, со слегка неравномерным распределением, и с небольшим снижением концентрации Mg в ЗЛП, которое не превышало 0,1 масс.%. В 7075-FeNi происходит небольшое испарение Zn и Mg на 1,2 и 0,27 масс.% соответственно, как показано на рисунке 5.15 г.

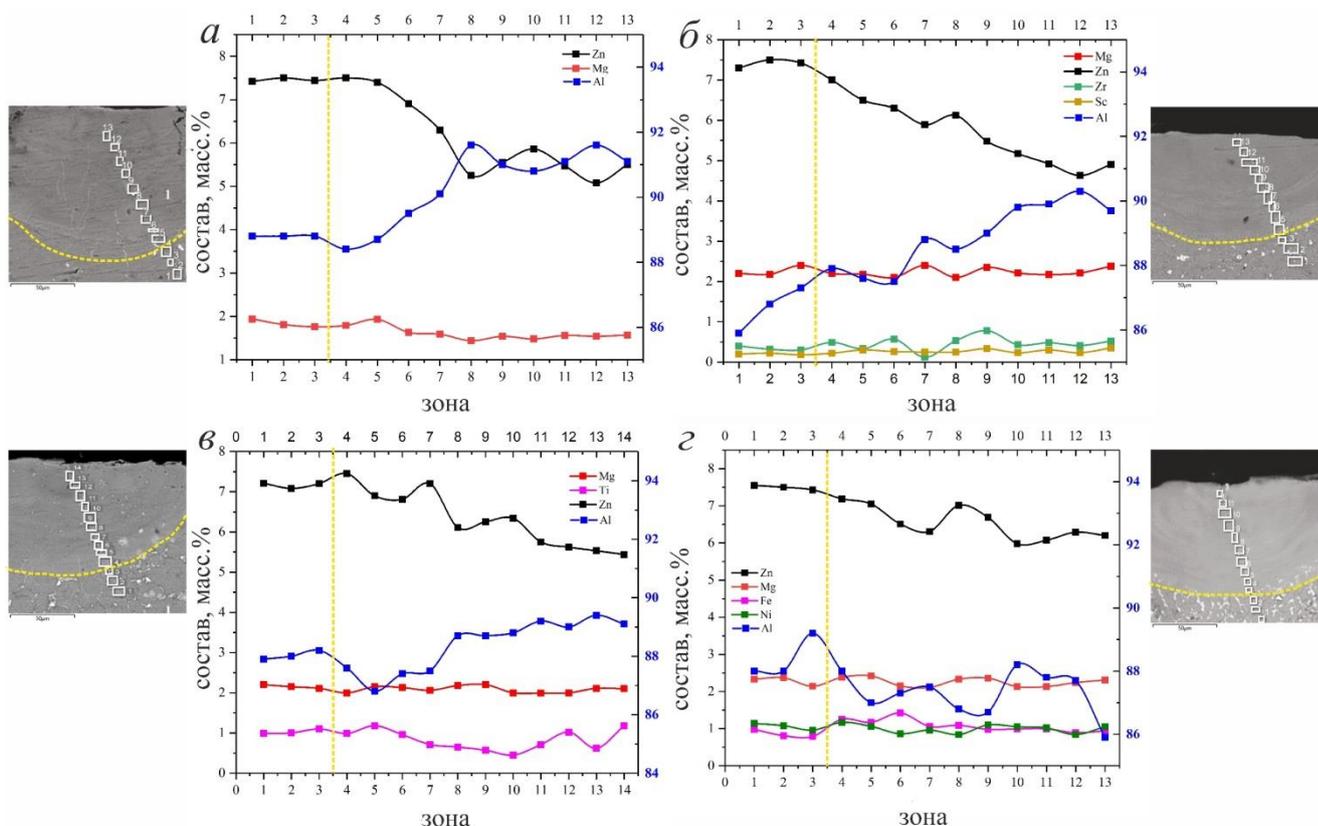


Рисунок 5.15 Микроструктура (СЭМ) и распределение легирующих элементов в ЗЛП после НЛП гомогенизированных 480 °С/3ч сплавов (а) 7075-st; (б) 7075-ScZr, (в) 7075-TiB, (г) 7075-FeNi

5.4.2 Твердость ЗЛП

Значения твердости по Виккерсу БМ и ЗЛП после процесса НЛП представлены в таблице 5.6. ЗЛП в сплаве 7075-st и модифицированном сплаве с TiB показали самые высокие значения микротвердости 190 ± 4 HV и 192 ± 8 HV, соответственно. В модифицированном сплаве с ScZr твердость ЗЛП составила 180 ± 5 HV. Кроме того, твердость ЗЛП сплава 7075-FeNi составила 168 ± 5 HV. Из результатов видно, что твердость ЗЛП всех сплавов выше, чем у БМ, благодаря измельчению образовавшейся структуры, равномерному распределению элементов в ЗЛП без сильного испарения основных элементов, а также влиянию модифицирующих элементов и гетерогенному зарождению в процессе быстрой кристаллизации.

Таким образом, процесс НЛП позволяет улучшить структуру ЗЛП и уменьшить испарение основных элементов, что имеет влияние на показатели твердости стандартного и модифицированного сплавов.

Таблица 5.6, Значения твердости ЗЛП и БМ гомогенизированных 460 °С/ 3ч сплавов 7075 после процесса НЛП.

Сплав	Твердость HV ЗЛП гомогенизированных сплавов
7075-st	190 ± 4
7075-ScZr	180 ± 5
7075-TiB	192 ± 8
7075-FeNi	168 ± 5

В заключении этого раздела рассмотрена зависимость склонности к образованию трещин от содержания Zn в масс.%, представленная на рисунке 5.16. Во время нормального процесса наблюдалась высокая склонность к образованию трещин в сплаве AA7075 со средним содержанием Zn 7%, который имел множество ликвационных и кристаллизационных трещин, образовавшихся вдоль трека лазерной плавки (рисунок 5.16 б1). При снижении концентрации Zn до 4,5% (7020) склонность к образованию трещин значительно снизилась (рисунок 5.16 а1). В сплаве с высокой концентрацией Zn около 12% количество трещин значительно уменьшилось (Рисунок 5.16 в1) до уровня сплава 7075.

При использовании нагревательной платформы склонность к образованию трещин для всех сплавов заметно снизилась из-за снижения градиента температур и скорости охлаждения, но в сплаве AA7075 все еще встречаются трещины (рисунок 5.16 б2), в отличие от других сплавов (рисунок 5.16 а2, в2). Сочетание нагревательной платформы с модифицированием сплава Ti+B позволило добиться отсутствия трещин в ЗЛП и получить очень мелкие и однородные зерна (рисунок 5.16 а3, б3 в3) это может быть связано с лучшим распределением температуры и распределением множества участков зарождения, которые позволили измельчить зеренную структуру.

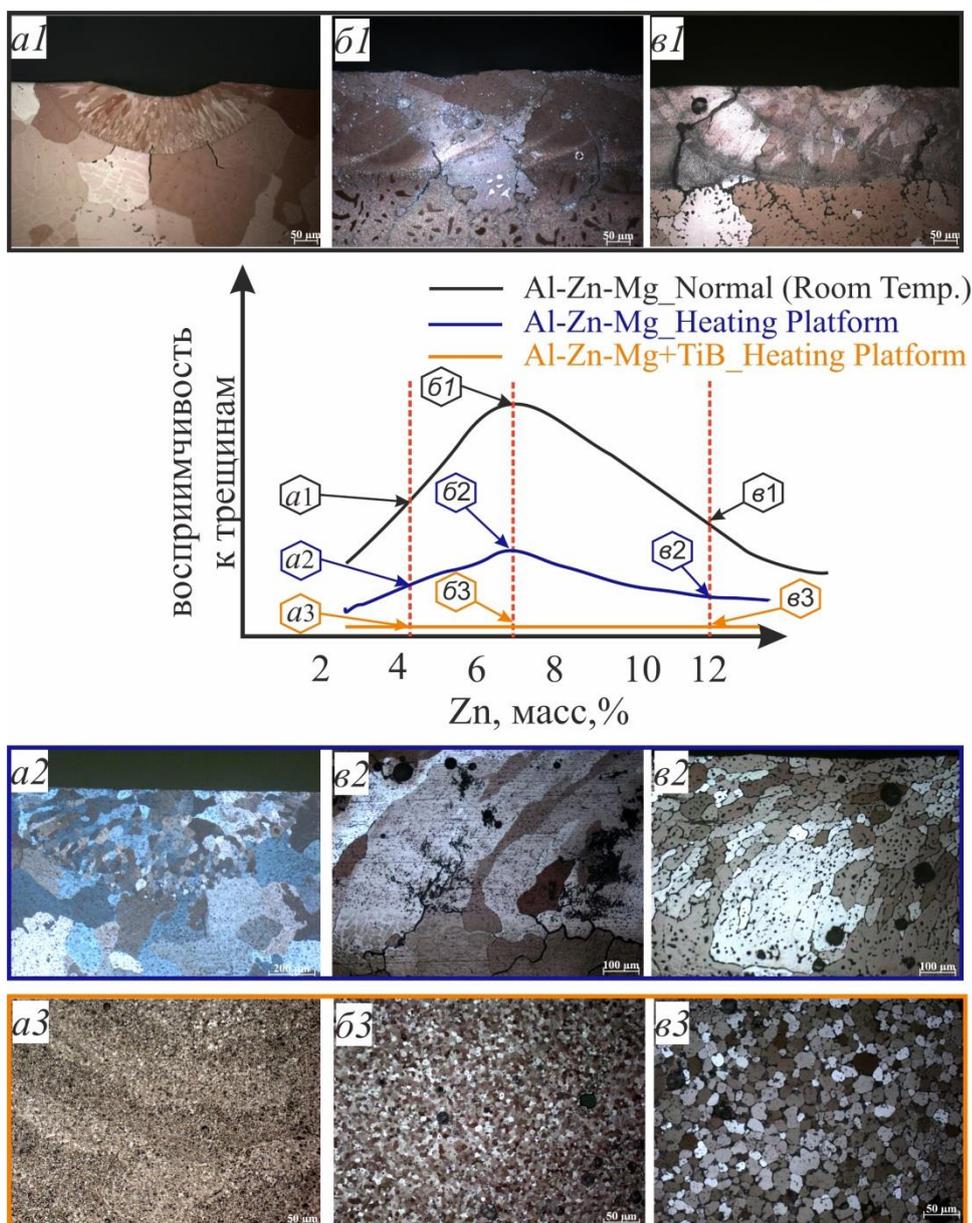


Рисунок 5.16 Зависимость восприимчивости к образованию трещин во время ПЛП от содержания Zn в сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu: (a1, a2) 7020-st, (b1, b2) 7075-st, (c1, c2) 12Zn2.5Mg1.5Cu, (a3) a1+TiB, (b3) b1+TiB, (c3) c1+TiB. (a1, a2, a3): ПЛП при комнатной температуре, (a2, b2, c2, a3, b3, c3): ПЛП с подогревом.

5.5. Выводы

В данной главе было показано улучшение качества микроструктуры после проведения лазерной обработки за счет снижения температурного градиента между БМ и расплавом. Эффект был достигнут путем нагрева обрабатываемых образцов во время ПЛП. Применение нагрева во время ПЛП влияет на термическую историю материала, а также на микроструктуру. Такое влияние не одинаково для всех материалов, поскольку зависит от температур фазовых превращений и точек плавления материалов. Если фазовые превращения происходят при температуре ниже температуры предварительного нагрева, то в зависимости от ее значения можно получить существенные изменения. Кроме того, для

упрочнения сплавов была проведена термическая обработка ЗЛП. Были сделаны следующие выводы:

- 1- Во время лазерной обработки гомогенизированного при температуре 460 °С/3ч сплава 7075-ScZr использовали нагрев до температур около 160, 215 и 400 °С. При температуре 160 °С, наблюдали кристаллизационные трещины вдоль столбчатых зерен в центре лазерного трека, образовавшиеся на последней стадии кристаллизации, а на границе раздела были обнаружены ликвационные трещины. При повышении температуры до 215°С кристаллизационные трещины исчезли, но ликвационные трещины на границе раздела все еще присутствовали. Повышение температуры привело к увеличению толщины слоя ультрамелких зерен в зоне перекрытия. Температура 400 °С была наиболее оптимальной, при которой не наблюдали образования трещин, а структура стала ультрамелкой в зоне переплава, с мелкими равноосными зернами в центре и мелкими столбчатыми зернами, поэтому данную температуру использовали для других сплавов.
- 2- Использование нагрева для стандартного без каких-либо модификаторов сплава 7075 уменьшило количество кристаллизационных трещин по сравнению с ЗЛП без нагрева. Однако, возникали столбчатые зерна, закристаллизованные эпитаксиально в направлении движения лазера. В случае 7075-TiV ЗЛП целиком состояла из ультрамелких зерен без каких-либо перекрытий, что в основном связано с гетерогенным зарождением, которому способствовала комбинация Al_3Ti и TiV_2 . Основной проблемой при этом являлось сильное испарение Zn и Mg во время ПЛП, из-за чего полученные ЗЛП относятся к совершенно иной группе сплавов Al-Zn-Mg, а не к 7075.
- 3- Было изучено влияние нагрева сплавов 7075-0.5Ti+0.1V с различным процентным содержанием Zr на микроструктуру и твердость ЗЛП. Было обнаружено, что при низком содержании Zr, 0,12%, структура ЗЛП превращается в мелкие равноосные зерна случайно ориентированные относительно направления движения лазера. Увеличение содержания Zr до 0,25% привело к образованию чуть более однородной структуры ЗЛП, разделенной на ультрамелкие зерна на границах (зона перекрытия) и мелкие равноосные зерна между ними. При более высоком процентном содержании Zr, 0,5%, ЗЛП стала однородной, кроме ультрамелких зерен появились мелкие зерна, а границы или перекрытия исчезли, что можно объяснить образованием множества центров зарождения $Al_3(Zr,Ti)$. Более того, увеличение содержания Zr и использование нагрева привело к повышению твердости ЗЛП по сравнению с твердостью литого БМ и ЗЛП, полученной в нормальных условиях.

- 4- Использование нагрева около 480°C во время ПЛП гомогенизированных сплавов 7075, модифицированных 4% Si, позволило достичь значительного результата, при котором кристаллизационные трещины полностью исчезли. В ЗЛП сплава 7075-4Si наблюдали столбчатые зерна, кристаллизующиеся в направлении движения лазера. В случае сплава AA7075- ScZr-4Si микроструктура характеризуется ультрамелкими зернами в зоне перекрытия и мелкими столбчатыми и крупными равноосными зернами между ними. Из-за чрезвычайно высокой концентрации зародышей оптимального размера на основе $Al_3(Sc, Zr)$ в областях переплава, мелкие равноосные зерна формируются преимущественно вдоль этих зон переплава. ЗЛП из 7075 TiB-4Si стала более мелкозернистой и однородной, содержащей ультрамелкие зерна в зонах перекрытия (зонах переплава) из-за высокой концентрации частиц Al_3Ti и мелкие равноосные зерна в центре. Твердость ЗЛП сплавов 7075, модифицированных 4% Si, полученных на нагревательной платформе, уменьшилась по сравнению с ЗЛП, обработанными при комнатной температуре.
- 5- Нагрев до 420 °С гомогенизированных сплавов с низким содержанием Zn и Mg (7020), модифицированных различным количеством TiBZr, привел к тому, что в случае 7020-st в ЗЛП наблюдали равномерные однородные столбчатые зерна, которые были несколько крупнее, чем в случае процесса протекающего при комнатной температуре. Благодаря комбинации нагрева и присутствия Ti и B в сплаве произошло образование мелких равноосных зерен без каких-либо столбчатых зерен. Увеличение процентного содержания Ti и B до 2,8% и 0,56% соответственно привело к тому, что ЗЛП стали более однородными, а размеры зерен уменьшились и стали ультрамелкими. Более того, использование нагревательной платформы для этих сплавов, особенно с высокими концентрациями Ti и B, уменьшило количество испарившихся Zn и Mg по сравнению с результатами при нормальных условиях. Что касается твердости, то увеличение содержания Ti и B с использованием нагревательной платформы повысило значения твердости по сравнению с твердостью БМ.
- 6- Использование нагрева при 440 °С для 2024-st и модифицированных сплавов привело к схожей микроструктуре у сплавов 2024- st и 2024-Cr, а именно: крупные зерна на границах выросшие эпитаксиально из БМ, равноосные зерна в центре ЗЛП, и трещины кристаллизации, идущие от границ зерен БМ. В случае 2024- ScZr, ЗЛП была разделена на зону ультрамелких зерен на границе, равноосных зерен и ультрамелких зерен на последней стадии затвердевания. Образование ультрамелких зерен на границах ограничивало распространение трещины от БМ. В сплаве 2024-TiB

ЗЛП состояла из совершенно однородных и очень мелких равноосных зерен как в направлении, перпендикулярном, так и параллельном лазерному треку. Более того, благодаря нагреву платформы не только улучшилась структура и однородность зерна, но и снизилось испарение Mg во время лазерной обработки по сравнению с ЗЛП, обработанной при комнатной температуре. Что касается твердости ЗЛП с использованием нагревательной платформы, то значения твердости близки для всех сплавов, однако немного выше, в случае сплава с TiB - 169 HV.

- 7- Были рассчитаны потери от испарения Zn и Mg и проведена их компенсация при изготовлении новых сплавов с высоким содержанием Zn и Mg. После применения ПЛП, химический состав ЗЛП был таким же, как и для сплава 7075. Применение нагрева при 420 °С для сплава с высоким содержанием Zn и Mg привело к получению ЗЛП со структурой без трещин, без столбчатых зерен, где микроструктура разделилась на крупные зерна, кристаллизованные эпитаксиально из БМ, и равноосные зерна с наличием мелких пор, образовавшихся в процессе. ЗЛП сплава с ScZr имеет модифицированную структуру, состоящую из ультрамелких зерен в зонах повторного расплавления и равноосных зерен в центре. В случае сплава с TiB, ЗЛП имела очень мелкие и однородные зерна. Следует отметить, что средний химический состав внутри ЗЛП этих сплавов после испарения Zn и Mg находился в пределах установленных границ химического состава сплавов 7075.
- 8- Из-за испарения большого количества Zn и Mg во время лазерной плавки сплавов 7075, в стандартных и модифицированных сплавах прокаливаемость была очень низкой при любых режимах. Для упрочнения этих сплавов недостаточно Zn и Mg. Несмотря на то, что после обработки лазерным плавлением количество precipитатов уменьшилось, измельченная микроструктура позволила получить оптимальную микротвердость, что хорошо видно на примере модифицированных сплавов с ScZr и TiB. Для получения ЗЛП с высокой прочностью и со способностью к закалке необходимо учитывать количество испаряющихся Zn и Mg во время лазерной обработки.
- 9- Непрерывное лазерное плавление сплавов 7075 было использовано в качестве имитации аддитивного производства; в исследовании изучается влияние легирующих элементов и НЛП на микроструктуру литого сплава 7075. По сравнению с импульсным лазерным плавлением, микроструктура сплавов, обработанных НЛП, была более совершенной без образования кристаллизационных трещин и с уменьшенным эффектом испарения. Распределение элементов было более равномерным во время кристаллизации, что повлияло на качество ЗЛП, увеличив

твердость этой зоны по сравнению с БМ. Сплавы 7075-ScZr и 7075-FeNi показали более высокие значения твердости, чем другие сплавы. Твердость ЗЛП всех сплавов выше, чем БМ, за счет измельчения полученной структуры, распределения элементов в ЗЛП при отсутствии сильного испарения основных компонентов, а также влияния модифицирующих элементов и гетерогенного зарождения при быстром затвердевании. Таким образом, непрерывное лазерное плавление успешно улучшило структуру ЗЛП и уменьшило количество испарения основных элементов, что отразилось на значениях твердости стандартного и модифицированного сплавов.

Выводы по работе

1. Показано, что добавки Sc, Zr, а также Ti, В эффективно измельчают зерно (Al) в сплавах на базе сплавов 7075 и 2024 как в литом состоянии, так и после ПЛП, уменьшая его размер в 15–30 раз. Структура ЗЛП состоит из ультрамелких зерен на границе БМ, столбчатых зерен и равноосных зерен в центре зоны. Соотношение между объемом каждой из зон и размер зерен зависит от содержания модифицирующих элементов. Однако во всем диапазоне изученных концентраций Sc, Zr и Ti, в структуре ЗЛП литых сплавов присутствуют ликвационные и кристаллизационные трещины и зона столбчатых кристаллов.
2. Показано, что гомогенизация сплавов перед ПЛП способствует уменьшению количества трещин в структуре ЗЛП, а в сочетании с действием легирующих элементов, измельчающих зерно (Al), позволяет полностью избежать их появления.
3. Совместное использование разных модифицирующих добавок или эвтектикообразующих элементов позволяет подавить образование зоны столбчатых зерен и сформировать однородную мелкозернистую структуру ЗЛП. Эффективность данного подхода была показана на примере добавления различного содержания Zr к 37075-TiB (сплавы 7-9, табл.1), добавления Co и TiB-Co к 47075-FeNi (сплавы 5, 6, табл.1), добавления Si в сочетании с TiB и ScZr к 17075-stand (сплавы 10-15, табл.1).
4. На примере сплавов на базе 7075, 7020, 2024 показано, что использование подогрева до 390-430 °С во время ПЛП в сочетании с использованием модификаторов зерна (Al) позволяет улучшить структуру ЗЛП, подавляя рост столбчатых зерен, предотвращая образование трещин, а также несколько снижая количество испарившихся Zn и Mg
5. Показано, что в процессе ПЛП происходит снижение концентрации легкоплавких Zn и Mg. Измельчение зерна (Al) и проведение ПЛП с подогревом приводит к небольшому снижению потерь этих элементов.
6. На примере сплава 12Zn2.5Mg1.5Cu показано, что увеличение концентрации Zn и Mg позволяет получить после испарения некоторого количества Zn и Mg средний химический состав аналогичный составу сплава AA7075. Такой прием позволяет эффективно проводить последующую закалку и старение ЗЛП с достижением значений твердости близких к сплаву AA7075.
7. Построена полуколичественная зависимость восприимчивости сплавов к образованию трещин во время ПЛП от содержания Cu для сплавов системы Al-Cu и Zn для сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu. Показана эффективность совместного использования

модификаторов (Al), добавок увеличивающих долю жидкой фазы в конце кристаллизации, проведения ПЛП с подогревом до температур не ниже 400 °С, гомогенизации перед лазерным плавлением для повышения трещиностойкости и однородности структуры ЗЛП.

Список использованных источников

- [1] J. Zhang, D. Weckman, N. Zhou, Effects of Temporal Pulse Shaping on Cracking Susceptibility of 6061-T6 Aluminum Nd : YAG Laser Welds, *Weld. J.* 87 (2008) 18–30.
- [2] W.E. King, A.T. Anderson, R.M. Ferencz, N.E. Hodge, C. Kamath, S.A. Khairallah, A.M. Rubenchik, Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges, *Appl. Phys. Rev.* 2 (2015) 41304. <https://doi.org/10.1063/1.4937809>.
- [3] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, J. Bültmann, High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts, *Phys. Procedia.* 12 (2011) 271–278. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.035>.
- [4] D.E. Cooper, M. Stanford, K.A. Kibble, G.J. Gibbons, Additive Manufacturing for product improvement at Red Bull Technology, *Mater. Des.* 41 (2012) 226–230. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.05.017>.
- [5] E. Louvis, P. Fox, C.J. Sutcliffe, Selective laser melting of aluminium components, *J. Mater. Process. Technol.* 211 (2011) 275–284. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.09.019>.
- [6] E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, D. Buchbinder, Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior, *Mater. Des.* 34 (2012) 159–169. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.067>.
- [7] S. Kenzari, D. Bonina, J.-M. Dubois, V. Fournée, Additive manufacturing of lightweight, fully Al-based components using quasicrystals, *J. Mater. Process. Technol.* 214 (2014) 3108–3111. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.07.011>.
- [8] X.P. Li, C.W. Kang, H. Huang, L.C. Zhang, T.B. Sercombe, Selective laser melting of an Al86Ni6Y4.5Co2La1.5 metallic glass: Processing, microstructure evolution and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 606 (2014) 370–379. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.097>.
- [9] W. Steen, J. Mazumder, *Laser Material Processing*, Springer-Verlag London, London, 2010. <https://doi.org/10.1007/978-1-84996-062-5>.
- [10] N.N. Rykalin, A. Uglov, A. Kokora, *Laser machining and welding*, Mir Publishers Moscow, 1978.
- [11] J.H. Perepezko, W.J. Boettinger, Surface alloying by ion, electron and laser beams (eds) LE Rehn, ST Picraux, H Wiedersich (Metals Park. Ohio ASM) P. 51 (1987).
- [12] J. MAJUMDAR, I. Manna, *Laser Processing of Materials*, SADHANA. 28 (2003) 495–562. <https://doi.org/10.1007/BF02706446>.
- [13] C.Y. Yap, C.K. Chua, Z.L. Dong, Z.H. Liu, D.Q. Zhang, L.E. Loh, S.L. Sing, Review of selective laser melting: Materials and applications, *Appl. Phys. Rev.* 2 (2015). <https://doi.org/10.1063/1.4935926>.
- [14] W.T. Carter, M.G. Jones, Direct Laser Sintering of Metals, *Proceeding SFF Symp.* (1993) 51–9.
- [15] I.J. Polmear, *Light Alloys From Traditional Alloys to Nanocrystals*, 4th ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 2005. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-075066371-7/50005-0>.
- [16] C.C. Ng, M.M. Savalani, H.C. Man, I. Gibson, Layer manufacturing of magnesium and its

- alloy structures for future applications, *Virtual Phys. Prototyp.* 5 (2010) 13–19.
<https://doi.org/10.1080/17452751003718629>.
- [17] B. Zhang, H. Liao, C. Coddet, Effects of processing parameters on properties of selective laser melting Mg–9%Al powder mixture, *Mater. Des.* 34 (2012) 753–758.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.06.061>.
- [18] K. Wei, M. Gao, Z. Wang, X. Zeng, Effect of energy input on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted AZ91D magnesium alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 611 (2014) 212–222. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.05.092>.
- [19] V. Manakari, G. Parande, M. Gupta, Selective Laser Melting of Magnesium and Magnesium Alloy Powders: A Review, *Met.* 7 (2017). <https://doi.org/10.3390/met7010002>.
- [20] A.B. Spierings, K. Dawson, K. Kern, F. Palm, K. Wegener, SLM-processed Sc- and Zr-modified Al-Mg alloy: Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment, *Mater. Sci. Eng. A.* 701 (2017) 264–273. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.089>.
- [21] N.T. Aboulkhair, N.M. Everitt, I. Maskery, I. Ashcroft, C. Tuck, Selective laser melting of aluminum alloys, *MRS Bull.* 42 (2017) 311–319. <https://doi.org/10.1557/mrs.2017.63>.
- [22] B.A. Fulcher, D.K. Leigh, T.J. Watt, Comparison of ALSI10MG and AL 6061 processed through DMLS, 25th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. � An Addit. Manuf. Conf. SFF 2014. (2014) 404–419.
- [23] D. Koutny, D. Palousek, O. Koukal, T. Zikmund, L. Pantelejev, F. Dokoupil, Processing of High Strength Al-Cu alloy Using 400W Selective Laser Melting – Initial Study, *Lasers Manuf. Conf.* 2015. (2015).
- [24] T. Qi, H. Zhu, J. Yin, B. Chen, Z. Hu, X. Zeng, POROSITY DEVELOPMENT AND CRACKING BEHAVIOR OF Al-Zn-Mg-Cu ALLOYS FABRICATED BY SELECTIVE LASER MELTING, in: *Proc. 28th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp.*, 2017: p. 28.
- [25] T. Amine, J.W. Newkirk, F. Liou, Investigation of effect of process parameters on multilayer builds by direct metal deposition, *Appl. Therm. Eng.* 73 (2014) 500–511.
<https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.08.005>.
- [26] A. Yadollahi, N. Shamsaei, S. Thompson, D. Seely, Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A.* (2015).
- [27] L. Parimi, R. Aswathanarayan, D. Clark, M. Attallah, Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718, *Mater. Charact.* 89 (2014).
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.12.012>.
- [28] S. Bhattacharya, G. Dinda, A. Dasgupta, J. Mazumder, A comparative study of microstructure and mechanical behavior of CO₂ and diode laser deposited Cu–38Ni alloy, *J. Mater. Sci.* 49 (2014). <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7883-7>.
- [29] G. Dinda, A. Dasgupta, S. Bhattacharya, H. Natu, B. Dutta, J. Mazumder, Microstructural Characterization of Laser-Deposited Al 4047 Alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 44 (2012).
<https://doi.org/10.1007/s11661-012-1560-3>.
- [30] P. Ramakrishnan, *Welding Metallurgy*, *Indian Weld. J.* 4 (1972) 89.
<https://doi.org/10.22486/iwj.v4i3.150243>.
- [31] J.C. Lippold, *Welding Metallurgy and Weldability*, 2014.
<https://doi.org/10.1002/9781118960332>.

- [32] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties, *Prog. Mater. Sci.* 92 (2018) 112–224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
- [33] L.N. Carter, C. Martin, P.J. Withers, M.M. Attallah, The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy, *J. Alloys Compd.* 615 (2014) 338–347. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.06.172>.
- [34] Z. Wang, R. Ummethala, N. Singh, S. Tang, C. Suryanarayana, J. Eckert, K.G. Prashanth, Selective laser melting of aluminum and its alloys, *Materials (Basel)*. 13 (2020) 1–67. <https://doi.org/10.3390/ma13204564>.
- [35] E.O. Olakanmi, R.F. Cochrane, K.W. Dalgarno, A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties, *Prog. Mater. Sci.* 74 (2015) 401–477. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002>.
- [36] T.G. Spears, S.A. Gold, In-process sensing in selective laser melting (SLM) additive manufacturing, *Integr. Mater. Manuf. Innov.* 5 (2016) 16–40. <https://doi.org/10.1186/s40192-016-0045-4>.
- [37] N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attallah, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development, *Mater. Des.* 65 (2015) 417–424. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.044>.
- [38] F.C.B. Terry, “Many hands make light work,” *Notes Queries*. s6-VIII (1883) 347. <https://doi.org/10.1093/nq/s6-VIII.201.347-e>.
- [39] B. Basu, A.W. Date, Rapid solidification following laser melting of pure metals-I. Study of flow field and role of convection, *Int. J. Heat Mass Transf.* 35 (1992) 1049–1058. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(92\)90165-O](https://doi.org/10.1016/0017-9310(92)90165-O).
- [40] D. Bayoumy, D. Schliephake, S. Dietrich, X.H. Wu, Y.M. Zhu, A.J. Huang, Intensive processing optimization for achieving strong and ductile Al-Mn-Mg-Sc-Zr alloy produced by selective laser melting, *Mater. Des.* 198 (2021) 15–17. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109317>.
- [41] T. Amine, J. Newkirk, F. Liou, Investigation of effect of process parameters on multilayer builds by direct metal deposition, *Appl. Therm. Eng.* 73 (2014) 498–509. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2014.08.005>.
- [42] Y.P. Hu, C.W. Chen, K. Mukherjee, Measurement of temperature distributions during laser cladding process, *J. Laser Appl.* 12 (2000) 126–130. <https://doi.org/10.2351/1.521921>.
- [43] B. Zhang, L. Dembinski, C. Coddet, The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder, *Mater. Sci. Eng. A.* 584 (2013) 21–31. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.055>.
- [44] J.A. Benda, Temperature-Controlled Selective Laser Sintering, (n.d.) 277–284.
- [45] M. Doubenskaia, M. Pavlov, Y. Chivel, Optical System for On-Line Monitoring and Temperature Control in Selective Laser Melting Technology, *Key Eng. Mater. - KEY ENG MAT.* 437 (2010) 458–461. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.437.458>.
- [46] Y. Gao, J. Xing, J. Zhang, N. Luo, H. Zheng, Research on measurement method of selective laser sintering (SLS) transient temperature, *Optik (Stuttg)*. 119 (2008) 618–623. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2007.01.010>.

- [47] D. Hu, R. Kovacevic, Sensing, modeling and control for laser-based additive manufacturing, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 43 (2003) 51–60. [https://doi.org/10.1016/S0890-6955\(02\)00163-3](https://doi.org/10.1016/S0890-6955(02)00163-3).
- [48] T. Mukherjee, W. Zhang, T. Debroy, An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing, *Comput. Mater. Sci.* 126 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2016.10.003>.
- [49] S. Katayama, Solidification phenomena of weld metals (1st report). Characteristic solidification morphologies, microstructures and solidification theory, *Weld. Int.* 14 (2000) 939–951. <https://doi.org/10.1080/09507110009549297>.
- [50] Y. Shi, K. Yang, S.K. Kairy, F. Palm, X. Wu, P.A. Rometsch, Effect of platform temperature on the porosity, microstructure and mechanical properties of an Al–Mg–Sc–Zr alloy fabricated by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 732 (2018) 41–52. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.049>.
- [51] C. Galy, E. Le Guen, E. Lacoste, C. Arvieu, Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences, *Addit. Manuf.* 22 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.005>.
- [52] T. Kimura, T. Nakamoto, Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting, *Mater. Des.* 89 (2016) 1294–1301. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.065>.
- [53] K. Karami, A. Blok, L. Weber, S.M. Ahmadi, R. Petrov, K. Nikolic, E. V. Borisov, S. Leeflang, C. Ayas, A.A. Zadpoor, M. Mehdipour, E. Reinton, V.A. Popovich, Continuous and pulsed selective laser melting of Ti6Al4V lattice structures: Effect of post-processing on microstructural anisotropy and fatigue behaviour, *Addit. Manuf.* 36 (2020) 101433. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101433>.
- [54] M. Karg, B. Ahuja, S. Kuryntsev, A. Gorunow, M. Schmidt, Processability of high-strength Aluminium-Copper alloys AW-2022 and AW-2024 by Laser Beam Melting in Powder Bed (LBM), 2014. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.11672.85763>.
- [55] K. Kempen, L. Thijs, E. Yasa, M. Badrossamay, J.-P. Kruth, Process Optimization and Microstructural Analysis for Selective Laser Melting of AlSi10Mg, 2011.
- [56] C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Formation and reduction of hydrogen porosity during Selective Laser Melting of AlSi10Mg, *J. Mater. Process. Technol.* 221 (2015). <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.02.013>.
- [57] X. Cao, B. Wallace, C. Poon, J.-P. Immarigeon, Research and Progress in Laser Welding of Wrought Aluminum Alloys. I. Laser Welding Processes, *Mater. Manuf. Process.* 18 (2003). <https://doi.org/10.1081/AMP-120017586>.
- [58] T. Delgado, L. Gonza, F.J. Botana, J.M. Sa, Applied Surface Science Laser welding of aluminium alloys 5083 and 6082 under conduction regime, 255 (2009) 9512–9521. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2009.07.081>.
- [59] H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, J. Yin, Z. Hu, X. Zeng, Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy, *Scr. Mater.* 134 (2017) 6–10. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.02.036>.
- [60] D.G. Eskin, L. Katgerman, A Quest for a New Hot Tearing Criterion, (2007). <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9169-7>.
- [61] G.K. Sigworth, Hot Tearing of Metals, (2002) 1–10.

- [62] M.L. Montero Sistiaga, R. Mertens, B. Vrancken, X. Wang, B. Van Hooreweder, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 238 (2016) 437–445. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.08.003>.
- [63] H.L. Wei, J.W. Elmer, T. DebRoy, Three-dimensional modeling of grain structure evolution during welding of an aluminum alloy, *Acta Mater.* 126 (2017) 413–425. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.073>.
- [64] A. Yadollahi, N. Shamsaei, M. Scott, D. Seely, Author 's Accepted Manuscript, *Mater. Sci. Eng. A.* (2015). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.056>.
- [65] H. Wei, J. Mazumder, T. Debroy, Evolution of solidification texture during additive manufacturing, *Sci. Rep.* 5 (2015) 16446. <https://doi.org/10.1038/srep16446>.
- [66] H.L. Wei, J.W. Elmer, T. Debroy, Acta Materialia Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy, *Acta Mater.* 115 (2016) 123–131. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.05.057>.
- [67] Y. Lee, M. Nordin, S.S. Babu, D.F. Farson, Effect of fluid convection on dendrite arm spacing in laser deposition, *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* 45 (2014) 1520–1529. <https://doi.org/10.1007/s11663-014-0054-7>.
- [68] S. Chen, X. Zhan, Y. Zhao, Y. Wu, D. Liu, Influence of Laser Power on Grain Size and Tensile Strength of 5A90 Al–Li Alloy T-joint Fabricated by Dual Laser-Beam Bilateral Synchronous Welding, *Met. Mater. Int.* 27 (2021) 1671–1685. <https://doi.org/10.1007/s12540-019-00538-2>.
- [69] R. Rajan, P. Kah, B. Mvola, J. Martikainen, TRENDS IN ALUMINIUM ALLOY DEVELOPMENT AND THEIR JOINING METHODS, (2016).
- [70] A.A.Y. Al-qenaai, *Fusion Welding Techniques*, 6 (2016) 78–83.
- [71] В.К.П. И.И. Новиков, В.С. Золоторевский, No Title, *Металловедение*,. (2009) 496.
- [72] А. Назначения, Лазерная Сварка Алюминиевых Сплавов Авиационного Назначения, *Инженерный Журнал Наука И Инновации*. (2012) 34–50.
- [73] P. Kah, R. Rajan, J. Martikainen, R. Suoranta, Investigation of weld defects in friction-stir welding and fusion welding of aluminium alloys, *Int. J. Mech. Mater. Eng.* 10 (2015) 0–10. <https://doi.org/10.1186/s40712-015-0053-8>.
- [74] S. Kou, Solidification and liquation cracking issues in welding, *Jom.* 55 (2003) 37–42. <https://doi.org/10.1007/s11837-003-0137-4>.
- [75] C. Huang, S. Kou, Liquation cracking in full-penetration Al-Cu welds, *Weld. J. (Miami, Fla.)*. 83 (2004) 50/S-58/S.
- [76] A. Ramirez, J. Graciano-Uribe, D. Hincapie, E. Torres, Segregation effect on solidification cracking in spot welding of the 6xxx aluminum, *Eng. Trans.* 68 (2020) 417–431. <https://doi.org/10.24423/EngTrans.1185.20201120>.
- [77] A. Thus, *metals* 10.1, (n.d.) 353–398. <https://doi.org/10.1533/9781845694869.353>.
- [78] S. Kou, *Welding metallurgy*, New Jersey, USA. (2003) 431–446.
- [79] C. Huang, G. Cao, S. Kou, Liquation cracking in partial penetration aluminium welds: Assessing tendencies to liquate, crack and backfill, *Sci. Technol. Weld. Join.* 9 (2004) 149–157. <https://doi.org/10.1179/136217104225017071>.

- [80] American welding society, *Welding Handbook-Materials and applications*, 1991.
- [81] S. Das, D.P. Mondal, S. Sawla, N. Ramakrishnan, Synergic effect of reinforcement and heat treatment on the two body abrasive wear of an Al-Si alloy under varying loads and abrasive sizes, *Wear*. 264 (2008) 47–59. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2007.01.039>.
- [82] R.S. Rana, R. Purohit, S. Das, Reviews on the influences of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of aluminum alloys and aluminum alloy composites, *Int. J. Sci. Res. Publ.* 2 (2012) 1–7.
- [83] J.E. Hanafee, Effect of Nickel on Hot Hardness of Aluminum-Silicon Alloys, *Mater. Sci.* 71 (n.d.) 514–520.
- [84] Z. Qian, X. Liu, D. Zhao, G. Zhang, Effects of trace Mn addition on the elevated temperature tensile strength and microstructure of a low-iron Al–Si piston alloy, *Mater. Lett.* 62 (2008) 2146–2149. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.11.035>.
- [85] L. Lasa, J.M. Rodriguez-Ibabe, Wear behaviour of eutectic and hypereutectic Al-Si-Cu-Mg casting alloys tested against a composite brake pad, *Mater. Sci. Eng. A.* 363 (2003) 193–202. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00633-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00633-6).
- [86] G.T. Abdel-Jaber, A.M. Omran, K.A. Khalil, M. Fujii, M. Seki, A. Yoshida, An investigation into solidification and mechanical properties behavior of Al-Si casting alloys, *Int. J. Mech. Mech. Eng.* 10 (2010) 34–41.
- [87] S.G. Shabestari, H. Moemeni, Effect of copper and solidification conditions on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Mg alloys, *J. Mater. Process. Technol.* 153–154 (2004) 193–198. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.302>.
- [88] L.F. Mondolfo, *Aluminum Alloys: Structure and Properties*, Elsevier Science, 2013. <https://books.google.ru/books?id=Xf4kBQAAQBAJ>.
- [89] G. FitzGerald, Corrosion of Aluminium and Its Alloys, *Anti-Corrosion Methods Mater.* 6 (1959) 185–188. <https://doi.org/10.1108/eb019594>.
- [90] Z. Liu, G. Zu, H. Luo, Y. Liu, G. Yao, Influence of Mg addition on graphite particle distribution in the Al alloy matrix composites, *J. Mater. Sci. Technol.* 26 (2010) 244–250. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60041-2](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60041-2).
- [91] S.O. Adeosun, S.A. Balogun, L.O. Osoba, W.A. Ayoola, & A.M. Oladoye, Effect of Cu and Zn Addition on the Mechanical Properties of Structural Aluminum Alloy, *J. Mod. Manuf. Technol.* 3 (2020) 103–110.
- [92] S.W. Nam, D.H. Lee, The effect of Mn on the mechanical behavior of Al alloys, *Met. Mater. Int.* 6 (2000) 13–16. <https://doi.org/10.1007/BF03026339>.
- [93] ASM International, *ASM Handbook Set*, ASM Int. (1990) 1328.
- [94] Y.H. Cho, D.H. Joo, C.H. Kim, H.C. Lee, The Effect of Alloy Addition on the High Temperature Properties of Over-Aged Al-Si(CuNiMg) Cast Alloys, *Mater. Sci. Forum.* 519–521 (2006) 461–466. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.519-521.461>.
- [95] R. Ahmad, The Effect of Chromium Addition on Fluidity, Microstructure and Mechanical Properties of Aluminium LM6 Cast Alloy, *Int. J. Mater. Sci. Res.* 1 (2018) 32–35. <https://doi.org/10.18689/ijmsr-1000105>.
- [96] G.W. Zhang, H. Nagaumi, Y. Han, Y. Xu, C.M. Parish, T.G. Zhai, Effects of Mn and Cr additions on the recrystallization behavior of Al-Mg-Si-Cu alloys, *Mater. Sci. Forum.* 877 (2017) 172–179. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.877.172>.

- [97] T.E. Quested, A.L. Greer, Grain refinement of Al alloys: Mechanisms determining as-cast grain size in directional solidification, *Acta Mater.* 53 (2005) 4643–4653. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.06.018>.
- [98] T.E. Quested, A.L. Greer, Athermal heterogeneous nucleation of solidification, *Acta Mater.* 53 (2005) 2683–2692. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.02.028>.
- [99] M. Easton, D. Stjohn, Grain refinement of aluminum alloys: Part I. The nucleant and solute paradigms - a review of the literature, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 30 (1999) 1613–1623. <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0098-5>.
- [100] M.C. Flemings, Solidification processing, *Metall. Trans.* 5 (1974) 2121–2134. <https://doi.org/10.1007/BF02643923>.
- [101] S. V. Senkova, O.N. Senkov, D.B. Miracle, Cryogenic and elevated temperature strengths of an Al-Zn-mg-Cu alloy modified with Sc and Zr, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 37 (2006) 3569–3575. <https://doi.org/10.1007/s11661-006-1051-5>.
- [102] Y. Deng, Z. Yin, K. Zhao, J. Duan, Z. He, Effects of Sc and Zr microalloying additions on the microstructure and mechanical properties of new Al–Zn–Mg alloys, *J. Alloys Compd.* 530 (2012) 71–80. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.03.108>.
- [103] Y. Deng, Z. Yin, J. Duan, K. Zhao, B. Tang, Z. He, Evolution of microstructure and properties in a new type 2 mm Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloy sheet, *J. Alloys Compd.* 517 (2012) 118–126. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.12.049>.
- [104] J. Røyset, N. Ryum, Scandium in aluminium alloys, *Int. Mater. Rev.* 50 (2005) 19–44. <https://doi.org/10.1179/174328005X14311>.
- [105] J.H. Li, M. Wiessner, M. Albu, S. Wurster, B. Sartory, F. Hofer, P. Schumacher, Correlative characterization of primary Al₃(Sc,Zr) phase in an Al-Zn-Mg based alloy, *Mater. Charact.* 102 (2015) 62–70. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.01.018>.
- [106] J. Wloka, S. Virtanen, Influence of scandium on the pitting behaviour of Al-Zn-Mg-Cu alloys, *Acta Mater.* 55 (2007) 6666–6672. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.08.021>.
- [107] K.H. Chen, H.C. Fang, Z. Zhang, X. Chen, G. Liu, Effect of of Yb, Cr and Zr additions on recrystallization and corrosion resistance of Al-Zn-Mg-Cu alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 497 (2008) 426–431. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.07.028>.
- [108] P. Bai, X. Hou, X. Zhang, C. Zhao, Y. Xing, Microstructure and mechanical properties of a large billet of spray formed Al-Zn-Mg-Cu alloy with high Zn content, *Mater. Sci. Eng. A.* 508 (2009) 23–27. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.12.010>.
- [109] L.L. Rokhlin, T. V. Dobatkina, N.R. Bochvar, E. V. Lysova, Investigation of phase equilibria in alloys of the Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc system, *J. Alloys Compd.* 367 (2004) 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2003.08.003>.
- [110] S. Costa, H. Puga, J. Barbosa, A.M.P. Pinto, The effect of Sc additions on the microstructure and age hardening behaviour of as cast Al-Sc alloys, *Mater. Des.* 42 (2012) 347–352. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.019>.
- [111] W.C. Hu, Y. Liu, D.J. Li, X.Q. Zeng, C.S. Xu, Mechanical and thermodynamic properties of Al₃Sc and Al₃Li precipitates in Al-Li-Sc alloys from first-principles calculations, *Phys. B Condens. Matter.* 427 (2013) 85–90. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2013.06.038>.
- [112] A.F. Norman, P.B. Prangnell, R.S. McEwen, The solidification behaviour of dilute aluminium–scandium alloys, *Acta Mater.* 46 (1998) 5715–5732.

[https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00257-2](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00257-2).

- [113] M.A. Easton, D.H. Stjohn, A model of grain refinement incorporating alloy constitution and potency of heterogeneous nucleant particles, *Acta Mater.* 49 (2001) 1867–1878.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00368-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00368-2).
- [114] A.B. Pattnaik, S. Das, B.B. Jha, N. Prasanth, Effect of Al-5Ti-1B grain refiner on the microstructure, mechanical properties and acoustic emission characteristics of Al5052 aluminium alloy, *J. Mater. Res. Technol.* 4 (2015) 171–179.
<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2014.10.017>.
- [115] O. Fakhraei, M. Emamy, H. Farhangi, The effect of Al-5Ti-1B grain refiner on the structure and tensile properties of Al-20%Mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 560 (2013) 148–153.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.050>.
- [116] Z. Fan, Y. Wang, Y. Zhang, T. Qin, X.R. Zhou, G.E. Thompson, T. Pennycook, T. Hashimoto, Grain refining mechanism in the Al/Al-Ti-B system, *Acta Mater.* 84 (2015) 292–304. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.10.055>.
- [117] P. Wang, H.C. Li, K.G. Prashanth, J. Eckert, S. Scudino, Selective laser melting of Al-Zn-Mg-Cu: Heat treatment, microstructure and mechanical properties, *J. Alloys Compd.* 707 (2017) 287–290. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.11.210>.
- [118] T. Qi, H. Zhu, H. Zhang, J. Yin, L. Ke, X. Zeng, Selective laser melting of Al7050 powder: Melting mode transition and comparison of the characteristics between the keyhole and conduction mode, *Mater. Des.* 135 (2017) 257–266.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.09.014>.
- [119] N. Kaufmann, M. Imran, T.M. Wischeropp, C. Emmelmann, S. Siddique, F. Walther, Influence of process parameters on the quality of aluminium alloy en AW 7075 using Selective Laser Melting (SLM), *Phys. Procedia.* 83 (2016) 918–926.
<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.096>.
- [120] J. Gu, J. Bai, J. Ding, S. Williams, L. Wang, K. Liu, Design and cracking susceptibility of additively manufactured Al-Cu-Mg alloys with tandem wires and pulsed arc, *J. Mater. Process. Technol.* 262 (2018) 210–220.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.06.030>.
- [121] N.T. Aboulkhair, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, R. Hague, 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting, *Prog. Mater. Sci.* 106 (2019) 100578.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>.
- [122] R. Casati, M. Coduri, M. Riccio, A. Rizzi, M. Vedani, Development of a high strength Al-Zn-Si-Mg-Cu alloy for selective laser melting, *J. Alloys Compd.* 801 (2019) 243–253.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.123>.
- [123] N. Takata, H. Kodaira, K. Sekizawa, A. Suzuki, M. Kobashi, Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments, *Mater. Sci. Eng. A.* 704 (2017) 218–228. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.029>.
- [124] Y.C. Lee, A.K. Dahle, D.H. StJohn, J.E.C. Hutt, The effect of grain refinement and silicon content on grain formation in hypoeutectic Al-Si alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 259 (1999) 43–52. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00884-3](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00884-3).
- [125] F. Wang, D. Qiu, Z.-L. Liu, J.A. Taylor, M.A. Easton, M.-X. Zhang, The grain refinement mechanism of cast aluminium by zirconium, *Acta Mater.* 61 (2013) 5636–5645.

- <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.05.044>.
- [126] Z. Fan, F. Gao, L. Zhou, S.Z. Lu, A new concept for growth restriction during solidification, *Acta Mater.* 152 (2018) 248–257.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.04.045>.
- [127] F. Wang, Z. Liu, D. Qiu, J.A. Taylor, M.A. Easton, M.-X. Zhang, Revisiting the role of peritectics in grain refinement of Al alloys, *Acta Mater.* 61 (2013) 360–370.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.075>.
- [128] Y.K. Xiao, Z.Y. Bian, Y. Wu, G. Ji, Y.Q. Li, M.J. Li, Q. Lian, Z. Chen, A. Addad, H.W. Wang, Effect of nano-TiB₂ particles on the anisotropy in an AlSi10Mg alloy processed by selective laser melting, *J. Alloys Compd.* 798 (2019) 644–655.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.279>.
- [129] X. Wen, Q. Wang, Q. Mu, N. Kang, S. Sui, H. Yang, X. Lin, W. Huang, Laser solid forming additive manufacturing TiB₂ reinforced 2024Al composite: Microstructure and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 745 (2019) 319–325.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.072>.
- [130] P. Wang, C. Gammer, F. Brenne, T. Niendorf, J. Eckert, S. Scudino, A heat treatable TiB₂/Al-3.5Cu-1.5Mg-1Si composite fabricated by selective laser melting: Microstructure, heat treatment and mechanical properties, *Compos. Part B Eng.* 147 (2018) 162–168.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.04.026>.
- [131] D. Carluccio, M.J. Bermingham, Y. Zhang, D.H. StJohn, K. Yang, P.A. Rometsch, X. Wu, M.S. Dargusch, Grain refinement of laser remelted Al-7Si and 6061 aluminium alloys with Tibor® and scandium additions, *J. Manuf. Process.* 35 (2018) 715–720.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.08.030>.
- [132] Q. Tan, J. Zhang, N. Mo, Z. Fan, Y. Yin, M. Bermingham, Y. Liu, H. Huang, M.-X. Zhang, A novel method to 3D-print fine-grained AlSi10Mg alloy with isotropic properties via inoculation with LaB₆ nanoparticles, *Addit. Manuf.* 32 (2020) 101034.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.101034>.
- [133] Y. Shi, P. Rometsch, K. Yang, F. Palm, X. Wu, Characterisation of a novel Sc and Zr modified Al–Mg alloy fabricated by selective laser melting, *Mater. Lett.* 196 (2017) 347–350. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.03.089>.
- [134] E.A. Jägle, Z. Sheng, L. Wu, L. Lu, J. Risse, A. Weisheit, D. Raabe, Precipitation Reactions in Age-Hardenable Alloys During Laser Additive Manufacturing, *Jom.* 68 (2016) 943–949.
<https://doi.org/10.1007/s11837-015-1764-2>.
- [135] J.H. Martin, B.D. Yahata, J.M. Hundley, J.A. Mayer, T.A. Schaedler, T.M. Pollock, 3D printing of high-strength aluminium alloys, *Nature.* 549 (2017) 365–369.
<https://doi.org/10.1038/nature23894>.
- [136] K. V Yang, Y. Shi, F. Palm, X. Wu, P. Rometsch, Columnar to equiaxed transition in Al–Mg(-Sc)-Zr alloys produced by selective laser melting, *Scr. Mater.* 145 (2018) 113–117.
<https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.10.021>.
- [137] L. Thijs, K. Kempen, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, *Acta Mater.* 61 (2013) 1809–1819. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.052>.
- [138] S. Siddique, M. Imran, E. Wycisk, C. Emmelmann, F. Walther, Influence of process-induced microstructure and imperfections on mechanical properties of AlSi12 processed by selective

- laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 221 (2015) 205–213. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.02.023>.
- [139] R. Mertens, S. Clijsters, K. Kempen, J.P. Kruth, Optimization of Scan Strategies in Selective Laser Melting of Aluminum Parts with Downfacing Areas, *J. Manuf. Sci. Eng. Trans. ASME.* 136 (2014). <https://doi.org/10.1115/1.4028620>.
- [140] W.C. Huang, C.S. Chuang, C.C. Lin, C.H. Wu, D.Y. Lin, S.H. Liu, W.P. Tseng, J. Bin Horng, Microstructure-controllable laser additive manufacturing process for metal products, *Phys. Procedia.* 56 (2014) 58–63. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2014.08.096>.
- [141] N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attallah, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development, *Mater. Des.* 65 (2015) 417–424. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.044>.
- [142] M. Easton, M. Qian, A. Prasad, D.H. StJohn, Recent advances in grain refinement of light metals and alloys, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 20 (2015). <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2015.10.001>.
- [143] M. Easton, D.H. StJohn, A. Prasad, Grain refinement of aluminium alloys: Recent developments in predicting the as-cast grain size of alloys refined by Al-Ti-B master alloys, *TMS Light Met.* (2014) 939–944.
- [144] J.R. Davis, *Aluminum and Aluminum Alloys*, (2001) 351–416. <https://doi.org/10.1361/autb2001p351>.
- [145] J.H. Sokolowski, M.B. Djurdjevic, C.A. Kierkus, D.O. Northwood, Improvement of 319 aluminum alloy casting durability by high temperature solution treatment, 109 (2001) 174–180.
- [146] J.H. Sokolowski, X. Sun, G. Byczynski, D. Northwood, The removal of copper-phase segregation and the subsequent improvement in mechanical properties of cast 319 aluminium alloys by a two-stage solution heat treatment, (2019). [https://doi.org/10.1016/0924-0136\(95\)01995-Q](https://doi.org/10.1016/0924-0136(95)01995-Q).
- [147] M. Yıldırım, D. Özyürek, The effects of Mg amount on the microstructure and mechanical properties of Al – Si – Mg alloys, 51 (2013) 767–774. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.04.089>.
- [148] No Title, ГОСТ 1583-93. Сплавы Алюминиевые Литейные ТУ- Минск ИПК Издательство Стандартов. – 2000. (n.d.).
- [149] The Aluminium Association, International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys With Support for On-line Access From: Aluminum Extruders Council Use of the Information, Alum. Assoc. Arlington, Virginia. (2015) 31. [https://www.aluminum.org/sites/default/files/Teal Sheets.pdf](https://www.aluminum.org/sites/default/files/Teal%20Sheets.pdf).
- [150] Б.Н.А. Золоторевский В.С., *Металловедение литейных алюминиевых сплавов –М.: МИСиС.* –, (2005) 376.
- [151] H. Zhang, H. Zhu, T. Qi, Z. Hu, X. Zeng, Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 656 (2016) 47–54. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.101>.
- [152] M. Sheikhi, F.M. Ghaini, M.J. Torkamany, J. Sabbaghzadeh, Characterisation of solidification cracking in pulsed Nd:YAG laser welding of 2024 aluminium alloy, *Sci. Technol. Weld. Join.* 14 (2009) 161–165. <https://doi.org/10.1179/136217108X386554>.

- [153] M. Sheikhi, F. Malek Ghaini, H. Assadi, Solidification crack initiation and propagation in pulsed laser welding of wrought heat treatable aluminium alloy, *Sci. Technol. Weld. Join.* 19 (2014) 250–255. <https://doi.org/10.1179/1362171813Y.0000000190>.
- [154] S. Edition, WELDING, n.d.
- [155] W. Cui, L. Xiao, W. Liu, G. Wu, X. Wang, Z. Li, Effect of Zn addition on microstructure and mechanical properties of Mg-9Gd-3Y-0.5Zr alloy, *J. Mater. Res.* 33 (2018) 733–744. <https://doi.org/10.1557/jmr.2017.458>.
- [156] Y. Li, Z.R. Zhang, Z.Y. Zhao, H.X. Li, L. Katgerman, J.S. Zhang, L.Z. Zhuang, Effect of Main Elements (Zn, Mg, and Cu) on Hot Tearing Susceptibility During Direct-Chill Casting of 7xxx Aluminum Alloys, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 50 (2019) 3603–3616. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05268-z>.
- [157] J. Zuo, L. Hou, J. Shi, H. Cui, L. Zhuang, J. Zhang, Effect of deformation induced precipitation on dynamic aging process and improvement of mechanical/corrosion properties AA7055 aluminum alloy, *J. Alloys Compd.* 708 (2017) 1131–1140. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.03.091>.
- [158] H. Zhao, B. Gault, D. Ponge, D. Raabe, F. De Geuser, Parameter free quantitative analysis of atom probe data by correlation functions: Application to the precipitation in Al-Zn-Mg-Cu, *Scr. Mater.* 154 (2018) 106–110. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.05.024>.
- [159] D. Gildemeister, Effects of Microstructure on Hot Cracking Behavior in Al-Zn-Mg-Cu Alloys, *Miner. Met. Mater. Ser. Part F4* (2018) 1097–1104. https://doi.org/10.1007/978-3-319-72284-9_143.
- [160] K. Wen, Y. Fan, G. Wang, L. Jin, X. Li, Z. Li, Y. Zhang, B. Xiong, Aging behavior and precipitate characterization of a high Zn-containing Al-Zn-Mg-Cu alloy with various tempers, *Mater. Des.* 101 (2016) 16–23. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.150>.
- [161] X. Wang, G. Chen, B. Li, L. Wu, D. Jiang, Effects of Sc, Zr and Ti on the microstructure and properties of Al alloys with high Mg content, *Rare Met.* 29 (2010) 66–71. <https://doi.org/10.1007/s12598-010-0012-8>.
- [162] И. Логинова, Исследование формирования структуры в процессе лазерной обработки алюминиевых сплавов, предназначенных для аддитивных технологий, Диссертации. 8 (2019) 55. <https://misis.ru/science/dissertations/2019/3453/>.
- [163] M. Zhang, T. Liu, C. He, J. Ding, E. Liu, C. Shi, J. Li, N. Zhao, Evolution of microstructure and properties of Al-Zn-Mg-Cu-Sc-Zr alloy during aging treatment, *J. Alloys Compd.* 658 (2016) 946–951. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.10.296>.
- [164] B. Li, Q. Pan, X. Huang, Z. Yin, Microstructures and properties of Al-Zn-Mg-Mn alloy with trace amounts of Sc and Zr, *Mater. Sci. Eng. A.* 616 (2014) 219–228. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.024>.
- [165] G. Li, N. Zhao, T. Liu, J. Li, C. He, C. Shi, E. Liu, J. Sha, Effect of Sc/Zr ratio on the microstructure and mechanical properties of new type of Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 617 (2014) 219–227. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.041>.
- [166] P. Schempp, C. Schwenk, M. Rethmeier, C.E. Cross, Weld metal grain refinement of aluminium alloy 5083 through controlled additions of Ti and B, *Mater. Test.* 53 (2011) 604–609. <https://doi.org/10.3139/120.110265>.
- [167] M. Zhu, G. Yang, L. Yao, S. Cheng, Y. Zhou, Influence of Al-Ti-B addition on the microstructure and mechanical properties of A356 alloys, *Rare Met.* 28 (2009) 181–186.

<https://doi.org/10.1007/s12598-009-0036-0>.

- [168] Z. Tang, T. Seefeld, F. Vollertsen, Grain Refinement by Laser Welding of AA 5083 with Addition of Ti/B, *Phys. Procedia*. 12 (2011) 123–133.
<https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.016>.
- [169] X. Nie, H. Zhang, H. Zhu, Z. Hu, L. Ke, X. Zeng, Effect of Zr content on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Zr modified Al-4.24Cu-1.97Mg-0.56Mn alloys, *J. Alloys Compd.* 764 (2018) 977–986.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.032>.
- [170] A.L. Greer, Overview: Application of heterogeneous nucleation in grain-refining of metals, *J. Chem. Phys.* 145 (2016). <https://doi.org/10.1063/1.4968846>.
- [171] M. Harooni, B. Carlson, R. Kovacevic, Effect of process parameters on the weld quality in laser welding of AZ31B magnesium alloy in lap joint configuration, *ICALEO 2013 - 32nd Int. Congr. Appl. Lasers Electro-Optics*. (2013) 509–519. <https://doi.org/10.2351/1.5062923>.
- [172] C. Lehner, G. Reinhart, L. Schaller, Welding of die-casted magnesium alloys on production machines, in: *Int. Congr. Appl. Lasers Electro-Optics*, Laser Institute of America, 1998: pp. F18–F27. <https://doi.org/10.2351/1.5059169>.
- [173] J. Xu, Y. Rong, Y. Huang, P. Wang, C. Wang, Keyhole-induced porosity formation during laser welding, *J. Mater. Process. Technol.* 252 (2018) 720–727.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.10.038>.
- [174] Q. Wu, R.S. Xiao, J.L. Zou, J.J. Xu, Weld formation mechanism during fiber laser welding of aluminum alloys with focus rotation and vertical oscillation, *J. Manuf. Process.* 36 (2018) 149–154. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.10.004>.
- [175] C. He, W. Yu, Y. Li, Z. Wang, D. Wu, G. Xu, Relationship between cooling rate, microstructure evolution, and performance improvement of an Al-Cu alloy prepared using different methods, *Mater. Res. Express.* 7 (2020). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/abc4f9>.
- [176] J. Campbell, *Complete casting handbook: metal casting processes, metallurgy, techniques and design*, Butterworth-Heinemann, 2015.
- [177] W. Liu, J.N. DuPont, Effects of melt-pool geometry on crystal growth and microstructure development in laser surface-melted superalloy single crystals. Mathematical modeling of single-crystal growth in a melt pool (part I), *Acta Mater.* 52 (2004) 4833–4847.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.041>.
- [178] Jinfeng Leng, B. Ren, H. Wu, R. Wang, Y. Dong, Effect of Minor Sc and Zr Addition on the Microstructure of 7075 Aluminum Alloy during Homogenization Treatment Process, *Phys. Met. Metallogr.* 122 (2021) 1482+.
<https://link.gale.com/apps/doc/A693866290/AONE?u=anon~e2712b08&sid=googleScholar&xid=10b84a43>.
- [179] A. Woźnicki, B. Leszczyńska-madej, G. Włoch, J. Grzyb, J. Madura, D. Leśniak, Homogenization of 7075 and 7049 aluminium alloys intended for extrusion welding, *Metals (Basel)*. 11 (2021) 1–16. <https://doi.org/10.3390/met11020338>.
- [180] X. Nie, H. Zhang, H. Zhu, Z. Hu, L. Ke, X. Zeng, Effect of Zr content on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted Zr modified Al-4.24Cu-1.97Mg-0.56Mn alloys, *J. Alloys Compd.* 764 (2018) 977–986.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.032>.
- [181] L. Zhang, D.G. Eskin, L. Katgerman, Influence of ultrasonic melt treatment on the formation

- of primary intermetallics and related grain refinement in aluminum alloys, *J. Mater. Sci.* 46 (2011) 5252–5259. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5463-2>.
- [182] T. Osada, Y. Gu, N. Nagashima, Y. Yuan, T. Yokokawa, H. Harada, Optimum microstructure combination for maximizing tensile strength in a polycrystalline superalloy with a two-phase structure, *Acta Mater.* 61 (2013) 1820–1829. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.004>.
- [183] T.B. Sercombe, X. Li, Selective laser melting of aluminium and aluminium metal matrix composites: review, *Mater. Technol.* 31 (2016) 1–9. <https://doi.org/10.1179/1753555715Y.0000000078>.
- [184] Y. Otani, S. Sasaki, Effects of the addition of silicon to 7075 aluminum alloy on microstructure, mechanical properties, and selective laser melting processability, *Mater. Sci. Eng. A.* 777 (2020) 139079. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139079>.
- [185] A. Aversa, G. Marchese, D. Manfredi, M. Lorusso, F. Calignano, S. Biamino, M. Lombardi, P. Fino, M. Pavese, Laser powder bed fusion of a high strength Al-Si-Zn-Mg-Cu alloy, *Metals (Basel)*. 8 (2018) 1–12. <https://doi.org/10.3390/met8050300>.
- [186] C. Li, G. Huang, L. Cao, F. Guo, L. Lin, Effect of two-stage homogenization heat treatment on microstructure and mechanical properties of aa2060 alloy, *Crystals*. 11 (2021) 1–16. <https://doi.org/10.3390/cryst11010040>.
- [187] A.M. Khalil, I.S. Loginova, A.N. Solonin, A.O. Mosleh, Controlling liquation behavior and solidification cracks by continuous laser melting process of AA-7075 aluminum alloy, *Mater. Lett.* 277 (2020) 128364. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128364>.
- [188] C.H. Lee, S.W. Kim, E.P. Yoon, Electron beam welding characteristics of high strength aluminium alloys for express train applications, *Sci. Technol. Weld. Join.* 5 (2000) 277–283. <https://doi.org/10.1179/136217100101538326>.
- [189] A.O. Mosleh, A.M. Khalil, I.S. Loginova, A.N. Solonin, Influence of Adding Modifying Elements and Homogenization Annealing on Laser Melting Process of the Modified AlZnMgCu with 4%Si Alloys, *Materials (Basel)*. 14 (2021) 6154. <https://doi.org/10.3390/ma14206154>.
- [190] Y. Kok, X.P. Tan, P. Wang, M.L.S. Nai, N.H. Loh, E. Liu, S.B. Tor, Anisotropy and heterogeneity of microstructure and mechanical properties in metal additive manufacturing: A critical review, *Mater. Des.* 139 (2018) 565–586. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.021>.
- [191] M.L. Montero-Sistiaga, R. Mertens, B. Vrancken, X. Wang, B. Van Hooreweder, J.-P. Kruth, J. Van Humbeeck, Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 238 (2016) 437–445. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.08.003>.