

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

Кавуси Сиси Али

Аддитивное производство вольфрам-медных мультиматериалов методом селективного
лазерного сплавления с последующей инфильтрацией

Специальность – 2.6.1.

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

PhD, Чернышихин Станислав Викторович

Москва – 2026

Общая характеристика работы

Актуальность работы

В термоядерных установках с магнитным удержанием плазмы типа токамак панели первой стенки и дивертор относятся к компонентам, обращённым к плазме (КОП). Они являются наиболее энергонапряжёнными компонентами. При проектировании КОП необходимо достичь и подтвердить расчётным и/или экспериментальным путём обеспечение необходимого ресурса эксплуатации в условиях воздействия рабочей среды и комплекса нагрузок. Инженерный подход заключается в необходимости обеспечения ресурса и запаса надёжности (запас прочности, запас до кризиса теплообмена и пр.) спроектированной конструкции для всех сценариев эксплуатации (малоцикловая усталость, переходные процессы, нештатные и аварийные ситуации). Таким образом, нагрузки, требования и условия эксплуатации становятся главными «драйверами» при разработке новых конструкций и материалов для КОП. Для эксплуатации в указанных условиях невозможно выбрать единый материал для КОП, так как требования к свойствам конструкции оказываются достаточно противоречивыми. Как правило, КОП имеют многослойную композицию из разнородных материалов, где каждый слой выполняет свою определённую функцию.

В качестве основного материала КОП применяется вольфрам, обладающий уникальным набором физических и механических свойств, но который является труднообрабатываемым материалом, поэтому в настоящий момент КОП представляют собой геометрически простую многослойную композицию, состоящую из облицовки, компенсирующего и теплоотводящего слоев, а также теплоотводящей медной и несущей стальной конструкций. Однако указанный конструктивный подход характеризуется рядом существенных недостатков, к которым относятся: формирование высоких напряжений в поперечном сечении системы W–Cu из-за различия коэффициентов линейного теплового расширения (КТР) материалов, а также относительно низкие механические характеристики соединений, получаемых методом пайки. Кроме того, традиционные многослойные конструкции КОП, основанные на пайке и диффузионном соединении вольфрама, медных сплавов и конструкционных сталей, практически исчерпали потенциал дальнейшего повышения тепловых нагрузок, ресурса и эксплуатационной надёжности. В этих условиях особую актуальность приобретает разработка новых концепций материалов и конструкций КОП, основанных на управлении пространственной архитектурой композитов. Адаптация свойств такого материала для конкретной задачи может быть выполнена путем изменения структурных особенностей, начиная с обычной смеси и спекания и заканчивая сложными объемными структурами. Изготовление сложнопрофильных вольфрамовых структур традиционными методами весьма ограничено из-за высокой твердости и температуры хрупко-вязкого перехода, в связи с этим в основном применяются порошковая металлургия, химическое осаждение из газовой фазы, искровое плазменное спекание и горячее изостатическое прессование. Однако все указанные методы ограничиваются производством деталей простой формы.

Аддитивное производство вошло в ряд отраслей промышленности благодаря своим беспрецедентным возможностям в изготовлении деталей сложной формы и возможности консолидировать труднообрабатываемые материалы. В настоящей работе рассматривается возможность изготовления пористых структур из вольфрама методом селективного лазерного сплавления (СЛС). На следующем этапе исследовали процесс добавления меди в пористые структуры для получения биметаллического композита с помощью инфильтрации.

Таким образом, данная работа направлена на создание и исследование нового класса вольфрам-медных мультиматериалов с упорядоченной пространственной структурой, формируемых методом селективного лазерного сплавления вольфрамовых матриц с последующей инфильтрацией расплавом меди. Предлагаемый подход позволяет

целенаправленно управлять распределением фаз, увеличивать площадь межфазной границы W–Cu и оптимизировать теплоперенос и термомеханический отклик материала.

Актуальность работы обусловлена возможностью принципиального повышения эксплуатационных характеристик материалов для КОП за счёт управления их структурой, а именно: повышения термopрочности и термоциклического ресурса за счёт увеличения площади межфазной границы в мультиматериале вольфрам-медь и оптимизации распределения термических напряжений; повышения эффективности теплоотвода благодаря увеличению доли медной фазы и формированию градиентной пористой структуры, обеспечивающей управляемый теплоперенос; увеличения пластичности мультиматериала по сравнению с монокристаллическим вольфрамом за счёт формирования дискретной медной фазы, способной эффективно релаксировать термические напряжения.

Цель работы

Целью данной работы является разработка гибридной аддитивной технологии производства вольфрам-медных мультиматериалов, которая будет включать синтез пористой вольфрамовой матрицы методом селективного лазерного сплавления с последующей инфильтрацией меди для применений в компонентах, обращенных к плазме. Для достижения поставленной цели в рамках диссертационного исследования были решены следующие **задачи**:

1. Исследование морфологии единичных лазерных проходов, полученных при вариации следующих условий процесса: параметры лазерного излучения (мощность лазера, скорость сканирования), тип подложки (горячекатанная или СЛС синтезированная), порошковый слой (наличие или отсутствие порошка на подложке).

2. Моделирование ванны расплава в процессе СЛС при вариации условий процесса (параметры лазерного излучения и порошковый слой).

3. Оптимизация технологических параметров СЛС для синтеза объемных образцов из порошка чистого вольфрама. Получение пористых вольфрамовых структур с элементарной ячейкой гироида методом СЛС и анализ влияния параметров ячейки на свойства структуры.

4. Исследование оптимальных температурных и временных условий инфильтрации меди в вольфрамовые пористые матрицы в вакуумной атмосфере.

5. Исследование механических свойств различных типов образцов: сплошной вольфрам после СЛС, гироидные структуры из вольфрама после СЛС, вольфрам-медные мультиматериалы после инфильтрации.

6. Исследование теплофизических свойств различных типов образцов: сплошной вольфрам после СЛС и вольфрам-медные мультиматериалы после инфильтрации.

Научная новизна

1. Впервые установлены закономерности влияния параметров лазерного излучения (мощность лазера, скорость сканирования), типа подложки (горячекатанная или СЛС синтезированная), порошкового слоя (наличие или отсутствие порошка вольфрама на подложке) на морфологию ванны расплава вольфрама.

2. Показано, что ширина зоны проплавления в случае вольфрамовой подложки, изготовленной методом СЛС, до 70 % больше по сравнению с горячекатаной вольфрамовой пластиной, что связано с наличием в подложке, изготовленной методом СЛС, микродефектов (пор, дефектов несплавления, горячих трещин), а также более мелким зерном и большей плотностью их границ. Это снижает эффективную теплопроводность материала, что отражается на морфологии ванны расплава и зоне проплавления.

3. Установлено, что добавление порошкового слоя вольфрама увеличивает эффективный коэффициент абсорбции лазерного излучения до двух раз за счет дополнительных переотражений, что увеличивает глубину и ширину проплавления. Однако, данный эффект становится все менее выраженным с ростом линейной плотности

энергии за счет изменения механизма абсорбции лазерной энергии. При низких значениях линейной плотности энергии значительная часть энергии поглощается при отражении между частицами порошка, тогда как при увеличении деформации поверхности ванны расплава превалирует абсорбция энергии за счет переотражений непосредственно в углублении ванны расплава.

4. Экспериментально показано, что после инфильтрации меди в вольфрамовые матрицы механизм разрушения при квазистатическом одноосном сжатии меняется с хрупкого на вязкий за счет капиллярного проникновения меди в микротрещины и поры вольфрамовых каркасов, полученных с помощью СЛС.

5. Установлено, что температуропроводность и предел текучести W-Cu мультиматериалов прямо и обратно пропорционально зависят от размера ячейки гироидной структуры соответственно. Этот эффект объясняется ростом положительных геометрических отклонений с увеличением общей внешней и внутренней площадей поверхности пористой структуры. Зависимость предела текучести выражена более существенно (примерно в 57 раз) по сравнению с зависимостью температуропроводности.

Практическая значимость работы

Разработана гибридная аддитивная технология создания вольфрам-медных мультиматериалов для компонентов, обращенных к плазме с синтезом пористой вольфрамовой структуры на подложке из горячекатанного вольфрама методом селективного лазерного сплавления и последующей инфильтрацией меди в открытую пористую структуру. Полученная технология успешно применена для изготовления макетов компонентов, обращенных к плазме, для проведения дальнейших теплонагруженных испытаний на стенде «Цефей-М» в АО «НИИЭФА» им. Д.В. Ефремова (акт о внедрении приложение А к диссертации).

Основные положения, выносимые на защиту

1. Экспериментальные и расчетные зависимости морфологии единичных лазерных проходов, полученные при вариации следующих условий процесса: параметры лазерного излучения (мощность лазера, скорость сканирования), тип подложки (горячекатанная или СЛС синтезированная), порошковый слой (наличие или отсутствие порошка на подложке).

2. Оптимальные технологические условия синтеза вольфрамовых матриц методом СЛС и оптимальные условия инфильтрации меди в вакуумной среде.

3. Экспериментальные зависимости механических и теплофизических свойств вольфрам-медных мультиматериалов от параметра ячейки гироида вольфрамового каркаса, синтезированного методом СЛС.

4. Методика создания вольфрам-медных мультиматериалов для компонентов, обращенных к плазме с синтезом пористой вольфрамовой структуры на подложке из горячекатанного вольфрама методом селективного лазерного сплавления и последующей инфильтрацией меди в открытую пористую структуру.

Личный вклад автора

В рамках диссертационной работы автором выполнен фундаментальный анализ современной литературы, что позволило разработать детальный план, поставить ключевые задачи и написать обзорную статью. В практической части автор проводил эксперименты по формированию одиночных дорожек на различных подложках, а также моделирование ванны расплава и механических свойств сплошного компонента с последующей валидацией расчетов. Автор самостоятельно осуществил обработку данных, анализ и обобщение полученных результатов, на основе которых были подготовлены рукопись диссертации и автореферат.

Благодарности

Выражаю искреннюю и глубокую благодарность моему научному руководителю, доктору Чернышихину Станиславу Викторовичу, за неоценимое руководство, терпение и поддержку на протяжении всего данного исследования. Также выражаю глубокую признательность и благодарность доктору Лянге Марии Викторовне за большую поддержку в редактировании и оформлении текста диссертации. Совместно с соавторами были изготовлены образцы мультиматериалов (Егоров Владимир Юрьевич, Зотов Борис Олегович, Федоренко Леонид Владимирович), исследованы оптимальные условия инфильтрации меди (Жевненко Сергей Николаевич), а также проведены обсуждения по моделированию ванны расплава (Закиров Андрей Владимирович). Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 26-79-10377, <https://rscf.ru/project/26-79-10377/>.

Степень достоверности результатов

Достоверность результатов исследования подтверждается применением современных методов компьютерного моделирования, экспериментальными исследованиями на опытно-промышленном оборудовании и проведением комплексных испытаний на аналитическом и испытательном оборудовании. Текст диссертации проверен на отсутствие плагиата с помощью программы «Антиплагиат» (<http://antiplagiat.ru>).

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы были представлены на конференции Лучевые Технологии и Применение Лазеров (22–25 сентября 2024г., Санкт-Петербург, Россия).

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 3 статьи в журналах первого квартиля, проиндексированных в базах данных Scopus/Web of Science.

Структура и объем диссертации

Материалы диссертации изложены на 131 страницах машинного текста, включают 62 рисунка, 7 таблиц и библиографический список из 160 наименований. Диссертация состоит из введения, трех глав, выводов, списка литературы и одного приложения.

Основное содержание работы

Во введении обоснована актуальность работы, поставлены цели, задачи и сформулированы основные положения, выносимые на защиту; отмечена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, представлены сведения о структуре, апробации и публикациях данного исследования.

В первой главе представлен обзор современных экспериментальных и теоретических исследований по аддитивному производству мультиматериалов методом СЛС. С помощью стандартных СЛС установок консолидация двух разных материалов возможна лишь с границей раздела перпендикулярной направлению роста и с изменением материала при переходе на следующий слой. Для создания мультиматериалов с полным пространственным контролем в распределении обоих компонентов или с градиентом по составу уже требуется модификация системы подачи порошка. Однако, после довольно сложной модификации системы остается нерешенным вопрос связанный с сепарацией исходных порошков для повторного использования. Кроме того, при получении мультиматериала W-Cu методом СЛС возникают следующие трудности:

- Значительное отличие температур плавления ($T_{m,Cu} = 1083\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{m,W} = 3400\text{ }^{\circ}\text{C}$) не позволяет проводить одновременное плавление W и Cu, поскольку величина энерговклада для плавления вольфрама будет превосходить требуемую для меди;

- Значительное отличие коэффициентов теплового расширения и теплопроводности Cu и W приводит к высокому уровню деформаций и остаточных напряжений на границе раздела фаз и, следовательно, к растрескиванию при кристаллизации.

Для достижения оптимальных свойств изделия на основе мультиматериала с минимальным количеством дефектов на поверхности раздела предпочтительно использовать гибридный метод производства. Указанные трудности могут быть решены при применении комбинации метода СЛС и инфильтрации, а именно:

- Значительное отличие температур плавления позволяет произвести добавление меди методом инфильтрации в каркас вольфрама, полученный методом СЛС. Данный способ не приводит к оплавлению вольфрамовой структуры и искажению структуры вольфрама.

- Хорошая смачиваемость вольфрама расплавом меди позволяет добиться полного проникновения меди в открытые поры каркаса вольфрама;

- Отсутствие хрупких интерметаллидов на границе раздела фаз позволяет получить бездефектную межфазную границу.

В заключительной части раздела подробно описан гибридный метод.

Во второй главе подробно описано экспериментальное исследование по формированию одиночных дорожек при изменении условий лазерного воздействия и типов вольфрамовых подложек. Для обеспечения бездефектного металлургического соединения синтезируемого вольфрамового каркаса с горячекатанной подложкой и оптимальных условий СЛС процесса необходимо исследовать морфологию ванны как на горячекатаной, так и на СЛС-синтезированной подложках. Эксперименты проводились в широком диапазоне параметров лазерного воздействия, а также в условиях наличия и отсутствия порошкового слоя.

Таким образом, были получены одиночные дорожки на вольфрамовой подложке без порошка (Рисунок 1(а), толщина слоя указана в таблице 1 как 0 мкм) и с добавлением слоя вольфрамового порошка (Рисунок 1(б), толщина слоя указана в таблице 1 как 40 мкм). Затем были изготовлены и отшлифованы объемные вольфрамовые подложки толщиной не менее 2 мм. Далее получены аналогичные наборы одиночных дорожек. На рисунке 1(в, г) показана подложка из вольфрама изготовленная методом СЛС до и после лазерного сканирования. В таблице 1 представлено окно параметров процесса СЛС для одиночных дорожек и в таблице 2 представлены обозначения для всех образцов.



(а)



(б)



(в)



(г)

Одиночные дорожки (а) на вольфрамовой подложке, (б) на вольфрамовой подложке с слоем порошка (во время нанесения порошка на подложку и перед печатью), (в) на объемной вольфрамовой СЛС подложке (после шлифования и перед печатью) и (г) на объемной вольфрамовой СЛС подложке со слоем порошка (после печати)

Рисунок 1 – Изображения полученных образцов при разных условиях

Таблица 1 – Окно параметров процесса СЛС для одиночных дорожек

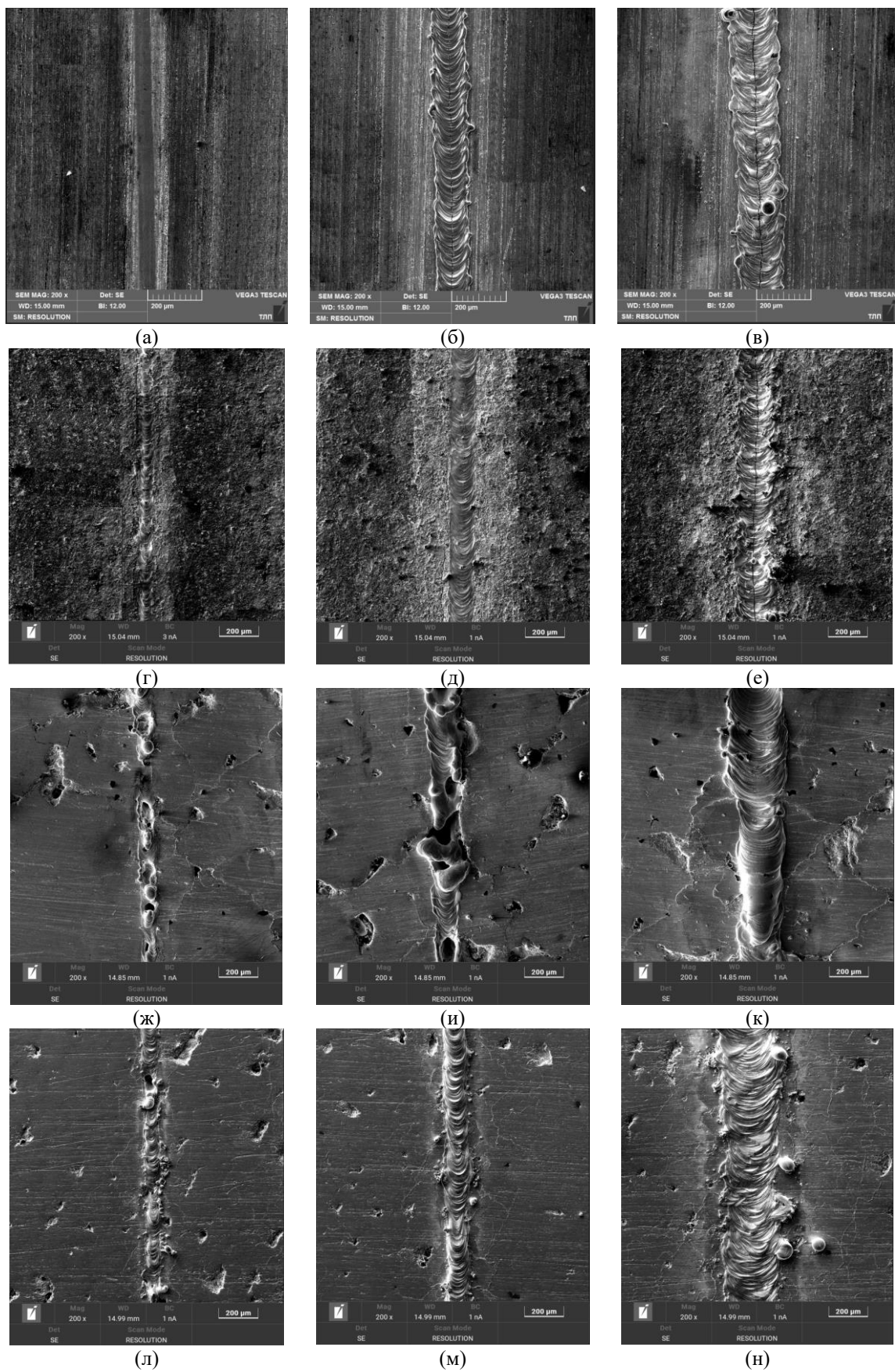
Собственность	Символ / уравнение	Значения / диапазон	Единицы измерения
Мощность лазера	P	250, 350	Вт
Скорость сканирования	v	50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800	мм/с
Толщина слоя	t	0, 40	мкм
Диаметр луча	d	80	мкм
Линейная плотность энергии (ЛПЭ)	$E_l = \frac{P}{V}$	0,31–7,00	Дж/мм

Таблица 2 – Обозначение образцов

Обозначение образца	Тип подложки
W-ГК-0	Дорожки на горячекатаной (ГК) вольфрамовой подложке
W-ГК-40	Дорожки на горячекатаной вольфрамовой подложке со слоем вольфрамового порошка толщиной 40 мкм
W-СЛС-0	Дорожки на вольфрамовой СЛС подложке
W-СЛС-40	Дорожки на вольфрамовой СЛС подложке со слоем вольфрамового порошка толщиной 40 мкм

Морфология дорожек продемонстрировала влияние линейной плотности энергии на непрерывность и однородность дорожек. На рисунке 2 представлены изображения морфологии одиночных дорожек, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). С помощью данных изображений была проведена оценка ширины дорожек, что далее использовалось в качестве количественного критерия. Три примера консолидированных дорожек при разных уровнях ЛПЭ (низкий, средний и высокий) представлены для четырех образцов (Рисунок 2(а-в) W-ГК-0, (г-е) W-ГК-40, (ж-к) W-СЛС-0 и (л-н) W-СЛС-40). Дорожка на рисунке 2(а), является репрезентативным случаем морфологии с низким ЛПЭ (0,31 Дж/мм). Наблюдается минимальное проплавление материала, отсутствует чешуйчатый рисунок формирующийся при пошаговой кристаллизации ванны расплава. Соответственно, в диапазоне значений ЛПЭ от 0,31 до 0,63 Дж/мм при мощности 250 Вт энергии для формирования непрерывных дорожек недостаточно. На рисунке 2(в) приведен пример дорожки с высокой ЛПЭ 7,00 Дж/мм, ширина которой сильно варьируется. На средней дорожке с энергией 0,88 Дж/мм, показан непрерывный и однородный сварной шов на рисунке 2(б). Аналогичная тенденция наблюдалась и для остальных образцов ((г-е) W-ГК-40, (ж-к) W-СЛС-0 и (л-н) W-СЛС-40) при разных уровнях ЛПЭ (низкий, средний и высокий).

Для получения количественного критерия однородности, было рассчитано стандартное отклонение ширины дорожек по результатам пяти измерений для всех образцов. Эти значения представлены на диаграмме (Рисунок 3). На горизонтальной оси диаграммы указаны значения ЛПЭ (Дж/мм), мощности (Вт) и скорости сканирования (мм/с). Например, 0,31 (250-800) означает, что ЛПЭ составляет 0,31 Дж/мм при мощности лазера 250 Вт и скорости сканирования 800 мм/с. В качестве критерия равномерности принято стандартное отклонение не более 20 мкм. Таким образом, приемлемыми диапазонами ЛПЭ оказались: от 0,83 до 2,5 Дж/мм для 250 Вт и от 0,5 до 1,17 Дж/мм для 350 Вт.



(а-в) W-ГК-0, (г-е) W-ГК-40, (ж-к) W-СЛС-0 и (л-н) W-СЛС-40, увеличивающаяся линейная плотность энергии слева направо в каждом ряду: 0,31 Дж/мм (250 Вт - 800 мм/с), 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с), 7 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с)

Рисунок 2 – СЭМ-изображения морфологии одиночных дорожек

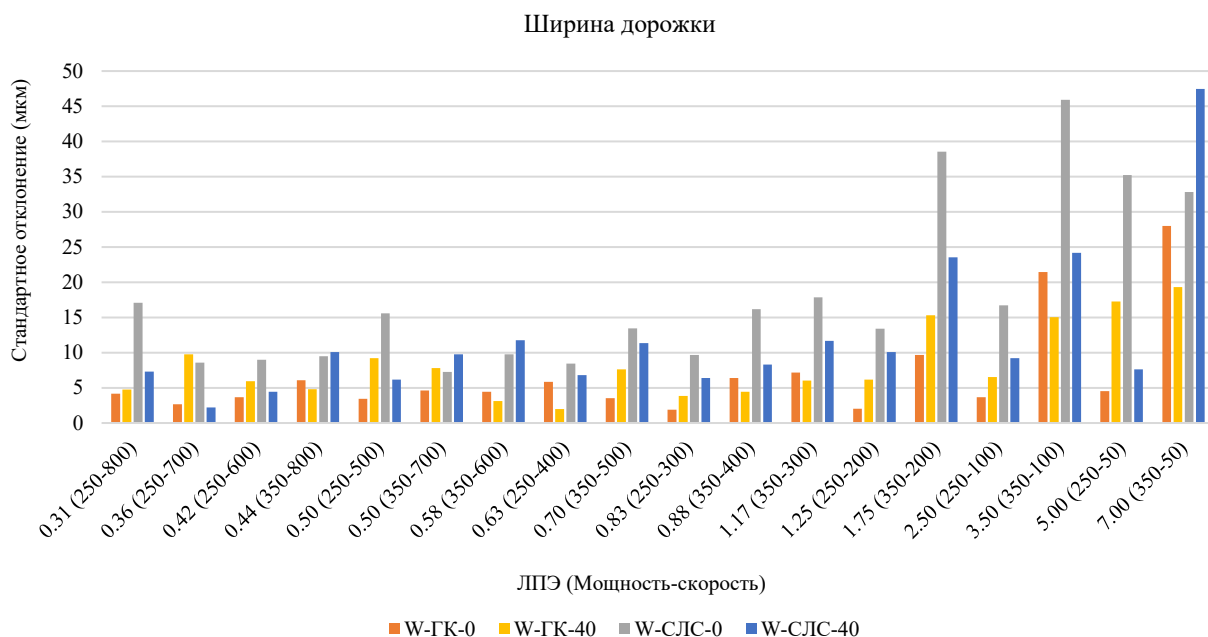


Рисунок 3 – Зависимость стандартного отклонения ширины дорожки от ЛПЭ для всех образцов, единицы измерения: ЛПЭ – Дж/мм, мощность – Вт и скорость сканирования – мм/с

Точечные графики зависимости ширины дорожки от линейной плотности энергии представлены на рисунке 4. Для каждого типа подложки, (а) W-ГК-0, (б) W-ГК-40, (в) W-СЛС-0 и (г) W-СЛС-40, был получен набор кривых для восемнадцати дорожек (девять по 250 Вт и девять по 350 Вт). Каждая точка представляет собой среднее значение по пяти измерениям, также для каждой точки рассчитывалось стандартное отклонение. Было установлено, что логарифмический характер описываемой кривой наилучшим образом соответствует тренду. Из зависимости видно, что ширина дорожки растет с увеличением ЛПЭ и мощности.

На следующем этапе были получены зависимости морфологии ванны расплава при тех же параметрах лазерного воздействия, но для подложки со слоем вольфрамового порошка. На рисунке 5 приведены графики для мощности лазера (а) 250 Вт и (б) 350 Вт. Из чего могут следовать два вывода:

Вывод 1, добавление слоя порошка обеспечивает большую ширину дорожки (см. W-ГК-0 и W-ГК-40 на рисунке 5, а).

Необходимо отметить, что порошок безусловно поглощает определенное количество энергии, но с другой стороны коэффициент абсорбции у порошка выше, чем у плоской подложки из того же материала [1]. Также, порошок имеет меньшую плотность и, следовательно, меньшую теплопроводность, чем тот же сплошной материал [2]. Таким образом, порошок поглощает больше энергии и в то же время обеспечивает меньшее пространственное рассеивание тепла, создавая благоприятные условия для растекания расплава перед затвердеванием. Следовательно, добавление порошка позволяет получить более широкие дорожки.

На рисунке 5(б) показано, что при мощности лазера 350 Вт разница ширины одиночных дорожек для образцов без и с порошком (W-ГК-0 и W-ГК-40) незначительна. Близость значений можно объяснить следующим: при высокой мощности 350 Вт как порошок, так и подложка достигают температуры кипения и режима плавления в форме "замочной скважины" по причине высокой абсорбции лазерной энергии, в то время как эффект поглощения лазера порошком становится незначительным (сравнение поглощения

лазерной энергии при мощностях 250 Вт и 350 Вт, рассчитанные методом моделирования трассировки лазерных лучей, представлены далее на рисунке 10). Эффект насыщения поглощающей способности лазера при высокой мощности был также зафиксирован Траппом в работе [3] с помощью прямых калориметрических измерений.

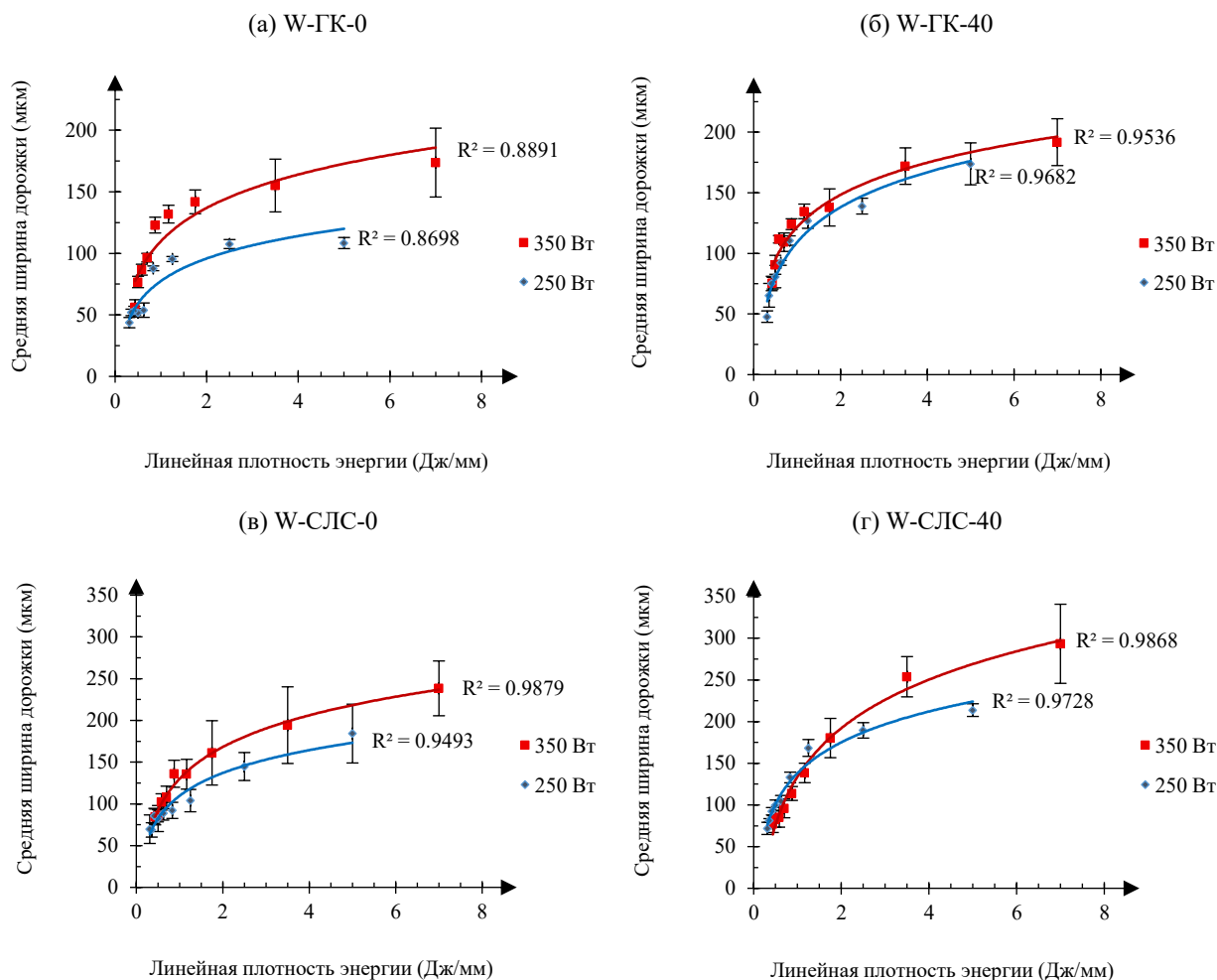


Рисунок 4 – Экспериментальная зависимость ширины дорожки от ЛПЭ

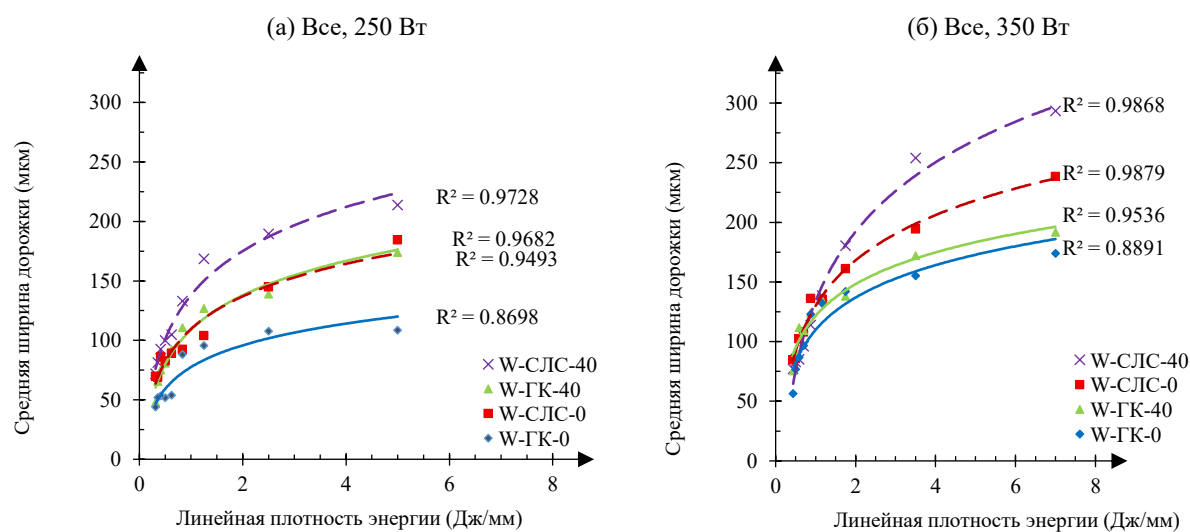


Рисунок 5 – Сравнение ширины дорожки с линейной плотностью энергии для различных типов подложки, на основе проведённых экспериментов

С другой стороны, при лазерном сканировании подложки W-СЛС-40, практически во всех случаях одиночные дорожки получаются более широкими. В силу структурных различий (у подложек W-СЛС и W-ГК) не наблюдается тренд по изменению ширины дорожек при росте мощности как в случае подложек W-ГК-0 и W-ГК-40. Внутренние дефекты, вызываемые СЛС консолидацией, такие как пористость, микротрещины и более высокая плотность границ зерен (более высокая скорость охлаждения СЛС приводит к образованию более мелких зерен) приводят к снижению эффективной теплопроводности материала [4]. Таким образом, как при низкой, так и при высокой мощности лазера подложка W-СЛС обеспечивает слабое рассеивание тепла, и, следовательно, увеличение мощности лазера напрямую влияет на размер ванны расплава.

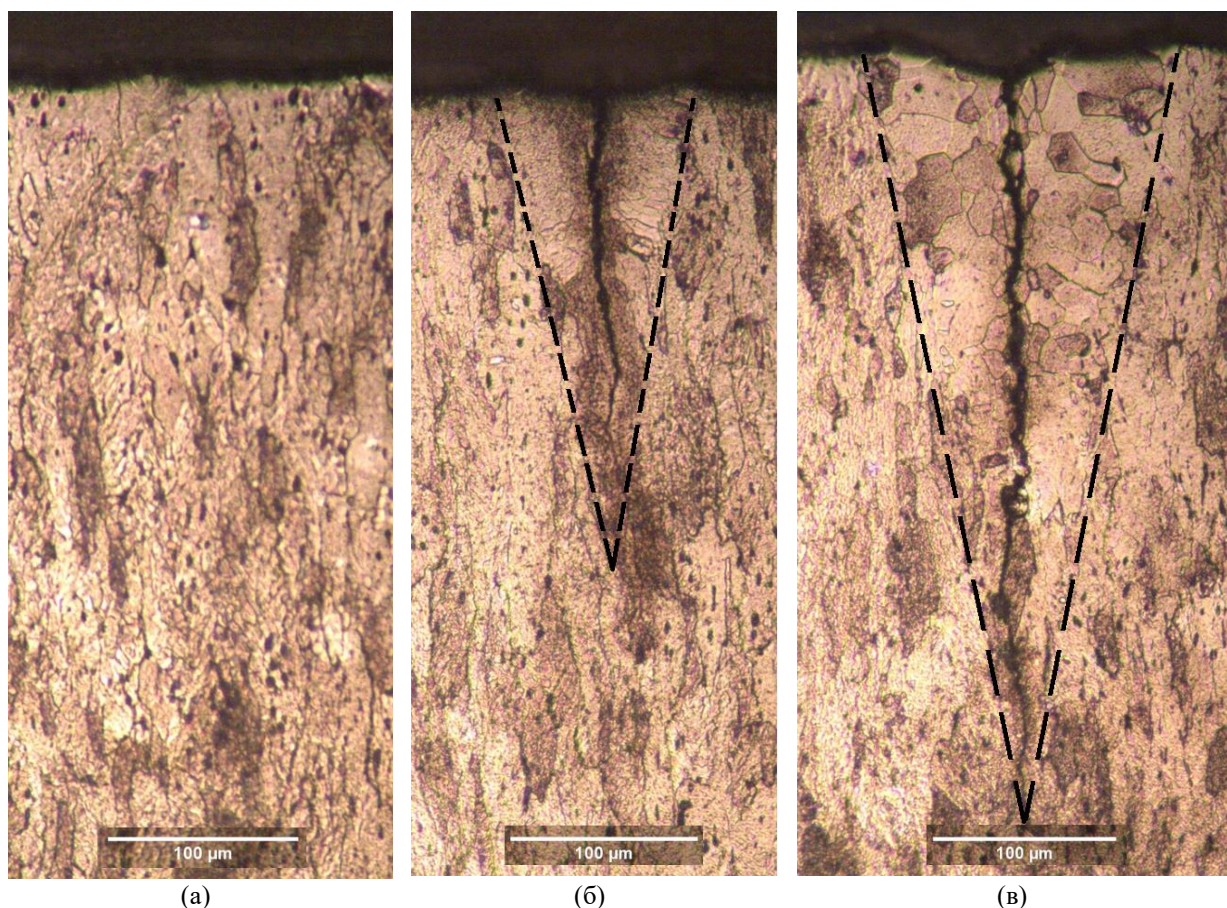
Вывод 2, тип подложки с точки зрения методов производства также следует рассматривать как отдельный фактор, влияющий на морфологию ванны расплава. Как показано на рисунке 5(а, б), подложка W-СЛС всегда обеспечивает бóльшую ширину дорожки по сравнению с W-ГК.

Основной причиной увеличения ширины дорожек является наличие большего количества границ зерен, микротрещин и микропористостей в направлении отвода тепла у СЛС по сравнению с горячекатаным металлом, что может ухудшить теплопроводность. Это утверждение согласуется с результатами измерения теплопроводности чистого вольфрама, выполненного Ванг и соавторами [4], в которых они зафиксировали на 23 % более высокое значение для горячекатаного листа по сравнению с листом, изготовленным методом СЛС. Более того, в этом исследовании температуропроводность (α) составила 38,92 мм²/с, а массовая плотность – 18,5 г/см³ для подложки, имеющей относительную плотность 96,7 % и изготовленной методом СЛС. Используя теплоемкость (C_p) вольфрама, равную 131,28 (Дж/кгК), согласно литературным данным [5], была рассчитана теплопроводность ($k = \alpha \rho C_p$), равная 94,53 (Вт/мК), что представляет собой гораздо большую разницу (92,5 %) между теплопроводностью W-ГК (по данным Ванг и др. [4]) и W-СЛС. Таким образом, подложка W-СЛС, имеющая меньшую теплопроводность, приводит к образованию ванны расплава большего объема, что приводит к образованию более крупных дорожек по сравнению с подложкой W-ГК. Как следствие более низкой теплопроводности, в зоне взаимодействия лазера возникает более высокая пиковая температура, что может привести к усилению конвекционных потоков наружу. Кроме того, неравномерная теплопроводность ввиду локальных микродефектов может усилить градиент температуры. Таким образом, еще одной причиной увеличения ширины дорожки может быть усиление эффекта Марангони при использовании подложки W-СЛС. Число Марангони рассчитывается с использованием следующего выражения [6]:

$$M_n = - \frac{\partial \gamma}{\partial T} \frac{w \Delta T}{\mu \alpha} \quad (1)$$

Где γ – поверхностное натяжение, w - характерный размер ванны расплава, ΔT – разница между пиковой температурой ванны расплава и температурой солидуса материала, μ – вязкость расплавленного металла и α – коэффициент температуропроводности, который прямо пропорционален теплопроводности. Как указано в формуле (1), увеличение температурного градиента и уменьшение теплопроводности приводят к увеличению абсолютного значения числа Марангони и усилению конвекционных потоков. Ожидается, что эффект конвекционных потоков будет выше при больших энергозатратах, где имеются большие скопления расплава. Следует отметить, что для снижения присущей СЛС шероховатости и ее влияния на результаты подложка W-СЛС была отшлифована наждачной бумагой зернистости Р320. Измерения параметра Ra показывают, что значения составили $1,28 \pm 0,26$ мкм для подложки W-ГК и $0,35 \pm 0,05$ мкм для шлифованной W-СЛС.

Измерение глубины дорожки является нетривиальной задачей, в связи со сложностью определения границы зоны переплавления (при ЛПЭ менее 0,63 Дж/мм). На рисунке 6 представлены изображения поперечных сечений после электрохимического травления для трех значений ЛПЭ для образца W-ГК-0. При низком уровне ЛПЭ (0,31 Дж/мм) на рисунке 6(а) границы дорожки не различимы. При умеренной ЛПЭ (0,88 Дж/мм), на изображении (рисунок 6, б) отчетливо наблюдается дорожка с трещиной в центре, что является характерным дефектом при изготовлении вольфрама методом СЛС и обусловлено высокой температурой хрупко-вязкого перехода [7]. При увеличении ЛПЭ до 7 Дж/мм (Рисунок 6, в) дорожка достигает максимальной глубины. Сводные результаты измерений в сравнении с данными численного моделирования представлены на рисунке 13.

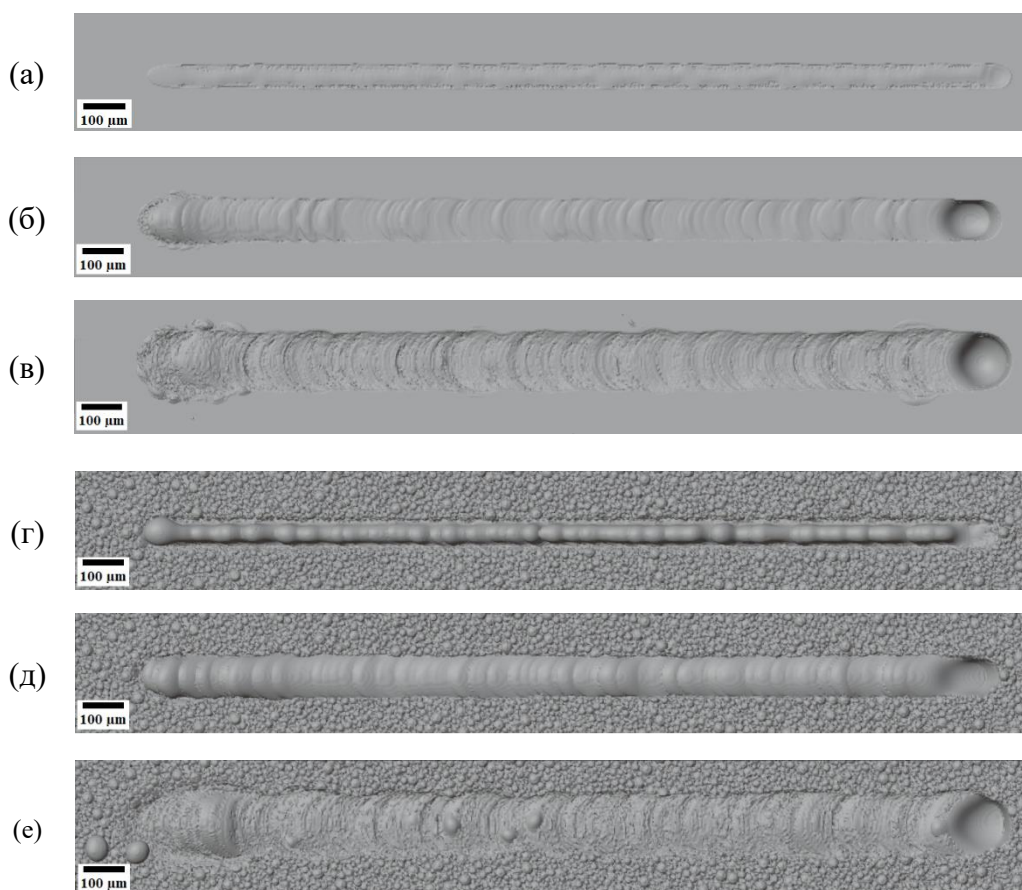


(а) 0,31 Дж/мм (250 Вт - 800 мм/с), (б) 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и (в) 7 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с), полученный с помощью оптической микроскопии с 200-кратным увеличением
Рисунок 6 – Поперечное сечение дорожки при различных значениях ЛПЭ

Как было показано, при низкой плотности энергии проплавление не удавалось обнаружить с помощью микроскопических исследований для W-ГК-0. Кроме того, для других образцов (W-ГК-40, W-СЛС-0 и W-СЛС-40) определение глубины дорожки было затруднено. В связи с этим, дополнительно к эксперименту проводили моделирование одиночных дорожек, которое также позволяет лучше понять механизм формирования ванны расплава и избежать перехода в режим "замочной скважины" при котором формируется значительная пористость.

Для моделирования использовано специализированное программное обеспечение на основе гидродинамического решателя (KISSAM, Россия), разработанное для процессов СЛС. На рисунке 7 представлена визуализация 3D-модели единичной дорожки, полученная при различных уровнях ЛПЭ: (а) низкая, (б) умеренная и (в) высокая. Это позволяет выявить различия между единичными дорожками и визуально сравнить их с фотографиями,

полученными в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) (Рисунок 2, а-е). При низкой ЛПЭ образуется узкая дорожка с плоским профилем, как показано на рисунке 7(а). При умеренной ЛПЭ образуется дорожка большей ширины с характерным чешуйчатым рельефом, обусловленным последовательной кристаллизацией расплавленной ванны (Рисунок 7, б). В случае высокой ЛПЭ наблюдается образование чрезмерно широкой и глубокой дорожки с неоднородной структурой, содержащей многочисленные поры и капли (Рисунок 7, в). На рисунке 7(г-ж) показаны аналогичные дорожки, сформированные на слое порошка с одинаковым направлением. Отличие заметно при низкой ЛПЭ: дорожка получается менее ровной и однородной (Рисунок 7, г).



W-ГК-0: (а) 0,31 Дж/мм (250 Вт - 800 мм/с), (б) 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и (в) 7 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с), и W-ГК-40: (г) 0,31 Дж/мм (250 Вт - 800 мм/с), (д) 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и (е) 7 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с)

Рисунок 7 – Трехмерный вид моделируемых дорожек

Для визуализации глубины и пористости дорожек, а также формы и размеров ванны расплава во время консолидации были получены сечения с рассчитанными изотермическими поверхностями одиночных дорожек для идентичных параметров лазерного воздействия. На рисунках 8(а-в) представлены результаты моделирования на подложке (W-ГК-0), а на рисунках 8(г-е) показаны дорожки, сформированные на слое порошка (W-ГК-40). При низкой плотности энергии лазера (ЛПЭ) в небольшой плоской ванне расплава формируется плоская узкая дорожка малой глубины (Рисунок 8, а). При умеренной ЛПЭ образуется более глубокая и широкая ванна расплава (Рисунок 8, б) со незначительной пористостью. Наконец, при высокой ЛПЭ (7 Дж/мм) в объемной ванне расплава формируется очень широкая и глубокая неоднородная дорожка с выраженной пористостью и разбрызгиванием (Рисунок 8, в). В глубине дорожки наблюдаются крупные поры, что, связано с режимом «замочной скважины», возникающим при высокой мощности

лазера, что согласуется с эмпирическим критерием, основанным на соотношении сторон лазерной дорожки ($C_{гш}$). В случае, когда зона теплового воздействия незначительна [8]:

$$C_{гш} = \frac{h_t + d_t}{w_t} \quad (2)$$

Где h_t и d_t – высота и глубина дорожки, а W_t – ширина дорожки. При $C_{гш} > 0,8$ вероятность образования пористости замочной скважины увеличивается. При высокой ЛПЭ (7 Дж/мм), показанной на рисунке 8(в) и (е), $C_{гш}$ значительно превышает допустимые значения (2,9 и 2,5 соответственно).

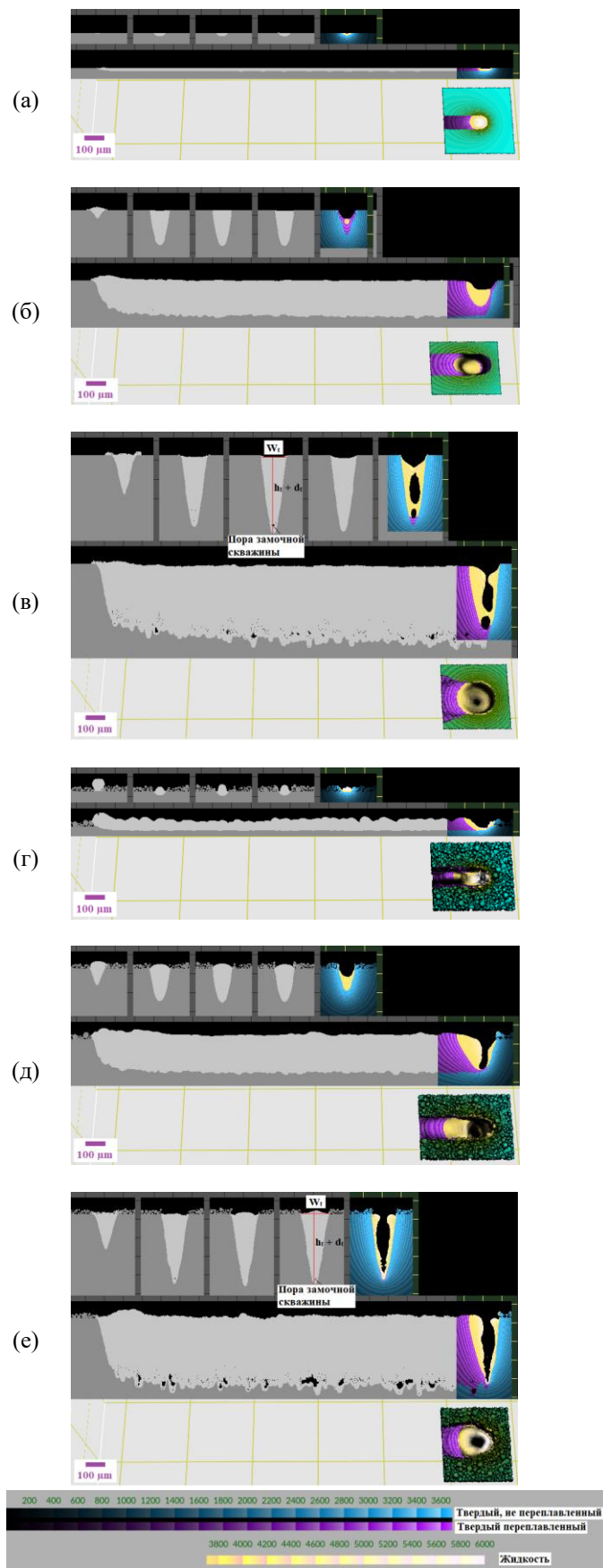
Стоит подчеркнуть, что при увеличении ЛПЭ до 7 Дж/мм ванна расплава характеризуется узкой формой и преимущественно вертикальным ростом. Это обусловлено высокой температурой плавления вольфрама, значительной энтальпией плавления, а также высокой вязкостью и поверхностным натяжением расплавленного вольфрама, ограничивающими текучесть и объем ванны расплава. На рисунке 8(г-е) представлены аналогичные дорожки, сформированные на слое порошка. Заметно выделяется дорожка с низкой ЛПЭ, верхняя поверхность которой менее однородна (Рисунок 8г).

Оценка влияния типа подложки проводилась на основании результатов моделирования ширины дорожек. На рисунке 9 видно, что при нанесении одного слоя порошка на подложку ширина дорожек увеличивается. При высокой мощности лазера в 350 Вт эффект от наличия порошка на подложке уменьшается по сравнению с низкой мощностью в 250 Вт за счет превалирования другого механизма абсорбции лазерной энергии при высоком значении мощности лазера.

Для оценки влияния наличия порошка на поглощение лазерной энергии, по результатам моделирования были построены диаграммы абсорбции энергии, показанные на рисунке 10. Как предполагалось выше и как видно на рисунке 10(а), при добавлении слоя порошка толщиной 40 мкм для получения дорожки с ЛПЭ 0,83 Дж/мм (250 Вт - 300 мм/с) поглощение энергии увеличивается примерно в два раза. Однако при высокой ЛПЭ, равной 5,00 Дж/мм и низкой скорости сканирования (250 Вт - 50 мм/с) подложка и порошок способны поглощать почти одинаковое количество энергии лазера. При этом, когда мощность достигает 350 Вт, наличие порошка не оказывает влияния, согласно рисунку 10(в, г), что соответствует ЛПЭ 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и 7,00 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с). Таким образом, при высокой мощности как подложка, так и порошок поглощают одинаковое количество лазерной энергии вследствие насыщения эффективного коэффициента абсорбции.

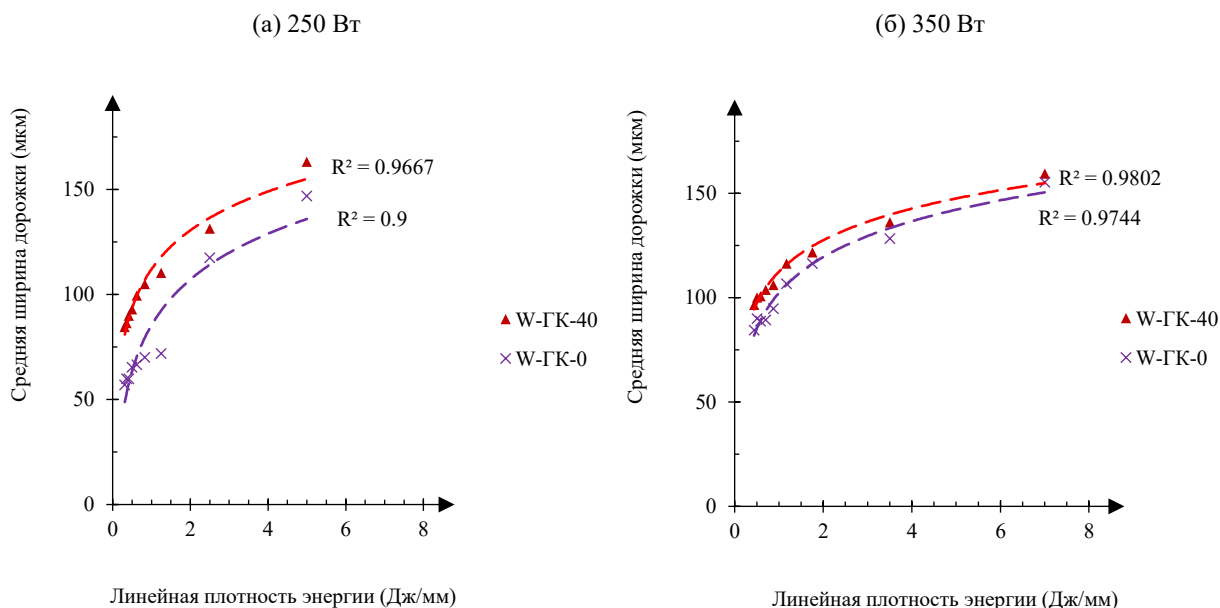
На рисунке 11 приведены зависимости глубины дорожки от ЛПЭ для мощностей (а) 250 Вт и (б) 350 Вт для образцов W-ГК-0 и W-ГК-40. Похожая тенденция отмечается при проведении подобного сравнительного анализа относительно глубины дорожки (как показано на рисунке 9, для ширины дорожки). Однако наблюдается различие: увеличение мощности лазера оказывает большее влияние на глубину лазерной дорожки, чем на её ширину.

На рисунке 12 показано сравнение результатов симуляции и экспериментального измерения ширины для образцов W-ГК-0 (а, б) и W-ГК-40 (в, г). Графики для рассчитанных результатов носят логарифмический характер и близки к экспериментальным, наблюдается сходимость более 72 % для всех дорожек. Следует отметить, что в данной модели не учитываются внутренние дефекты подложки, напряжения при затвердевании, а также несферичность частиц порошка.



W-ГК-0: (а) 0,31 Дж/мм (250 Вт - 800 мм/с), (б) 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и (в) 7 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с), и W-ГК-40: (г) 0,31 Дж/мм (250 Вт - 800 мм/с), (д) 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и (е) 7 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с)

Рисунок 8 – Моделирование 2D тепловизионного вида дорожек



(а) 250 Вт, (б) 350 Вт

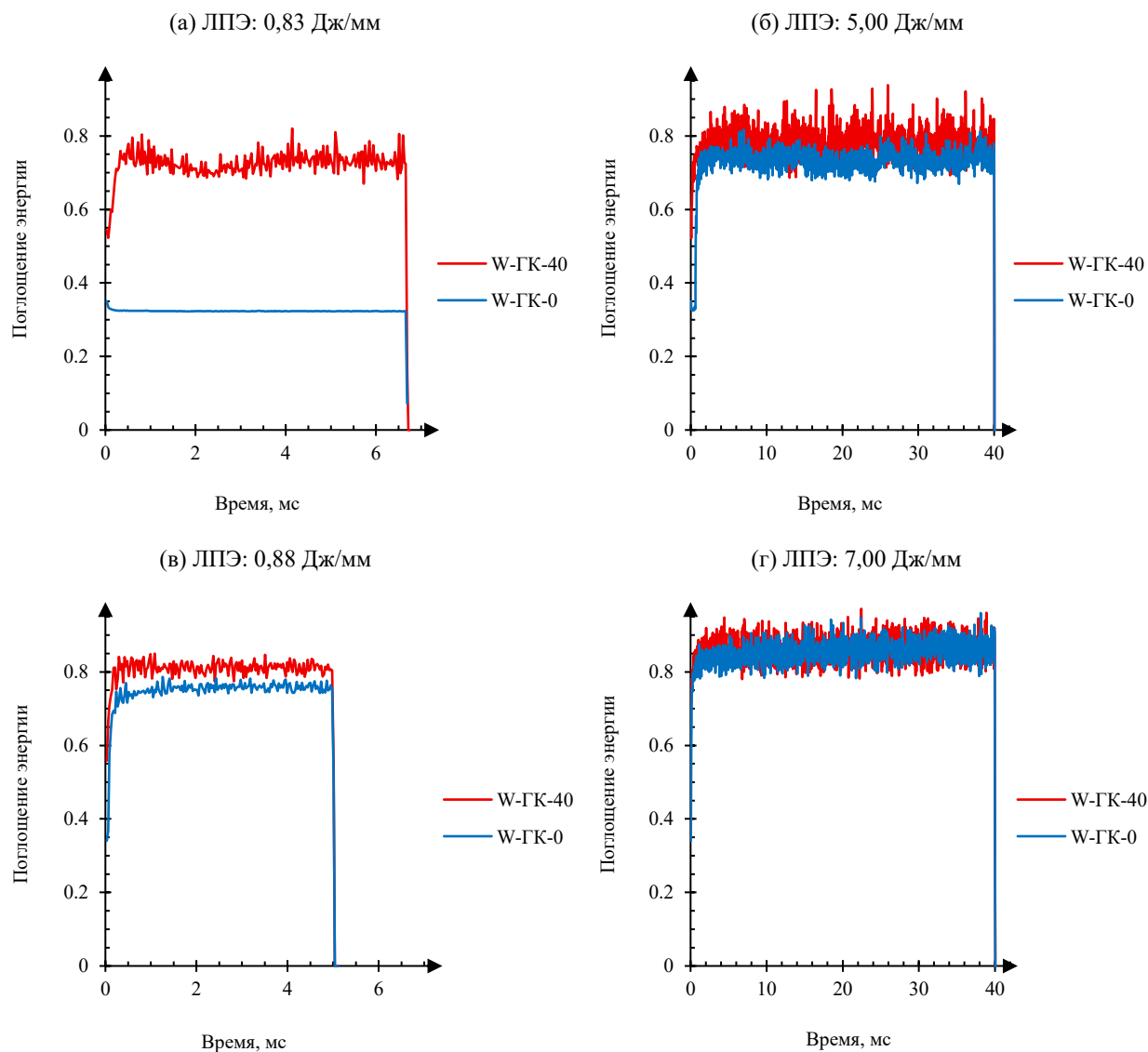
Рисунок 9 – Результаты моделирования средней ширины дорожки в зависимости от величины ЛПЭ

На рисунке 13 представлены результаты экспериментального исследования и моделирования глубины дорожки для образца W-ГК-0. Линии тренда для результатов расчета и эксперимента практически совпадают, сходимость более 88 %. Стоит обратить внимание на то, что моделирование может использоваться для прогнозирования глубины дорожки даже при низкой ЛПЭ, то есть, в случаях, когда трудно определить область проплавления на фотографиях поперечного сечения, как, например, на рисунке 6(а). Экспериментальное измерение глубины показывает нулевое значение при низких ЛПЭ ($\leq 0,63$ Дж/мм). Что говорит о том, что создание достаточно глубокой ванны расплава посредством лазера с отчетливо наблюдаемой морфологией зерен на микроструктуре невозможно. В то же время моделирование показывает, что ожидаемая глубина расплава при данных ЛПЭ очень мала (≤ 25 мкм). Полученная сходимость (ширины и глубины дорожки) подтверждает возможность использования модели для сокращения количества экспериментов, что может быть использовано для определения оптимальных параметров печати для обоих типов подложек.

На основании поперечных сечений дорожек были определены глубина дорожки и сформированные дефекты. Высокая температура хрупко-вязкого перехода вольфрама приводит к образованию горячих трещин, как показано на рисунке 6 (б, в). Для качественного металлургического контакта синтезированной структуры с подложкой необходимо иметь достаточную глубину проплавления при минимальном размере трещины. В связи с этим, были построены графики зависимости глубины дорожки от линейной плотности энергии, и значения плотностей энергии, которые не смогли обеспечить достаточное проплавление, были удалены из диапазона. Таким образом, диапазон ЛПЭ обновлен как показано в таблице 3.

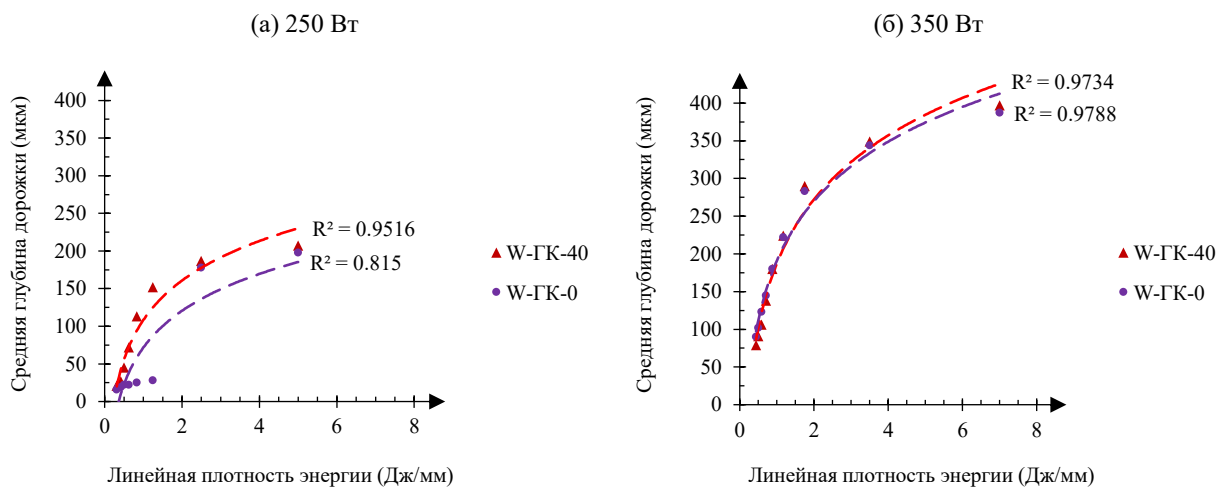
Таблица 3 – Оптимальное окно параметров процесса, определенное по одиночным дорожкам

Мощность (Вт)	Скорость (мм/с)		
	ЛПЭ (дж/мм)		
250	100	200	300
	2,5	1,25	0,83
350	300	400	500
	1,17	0,88	0,7



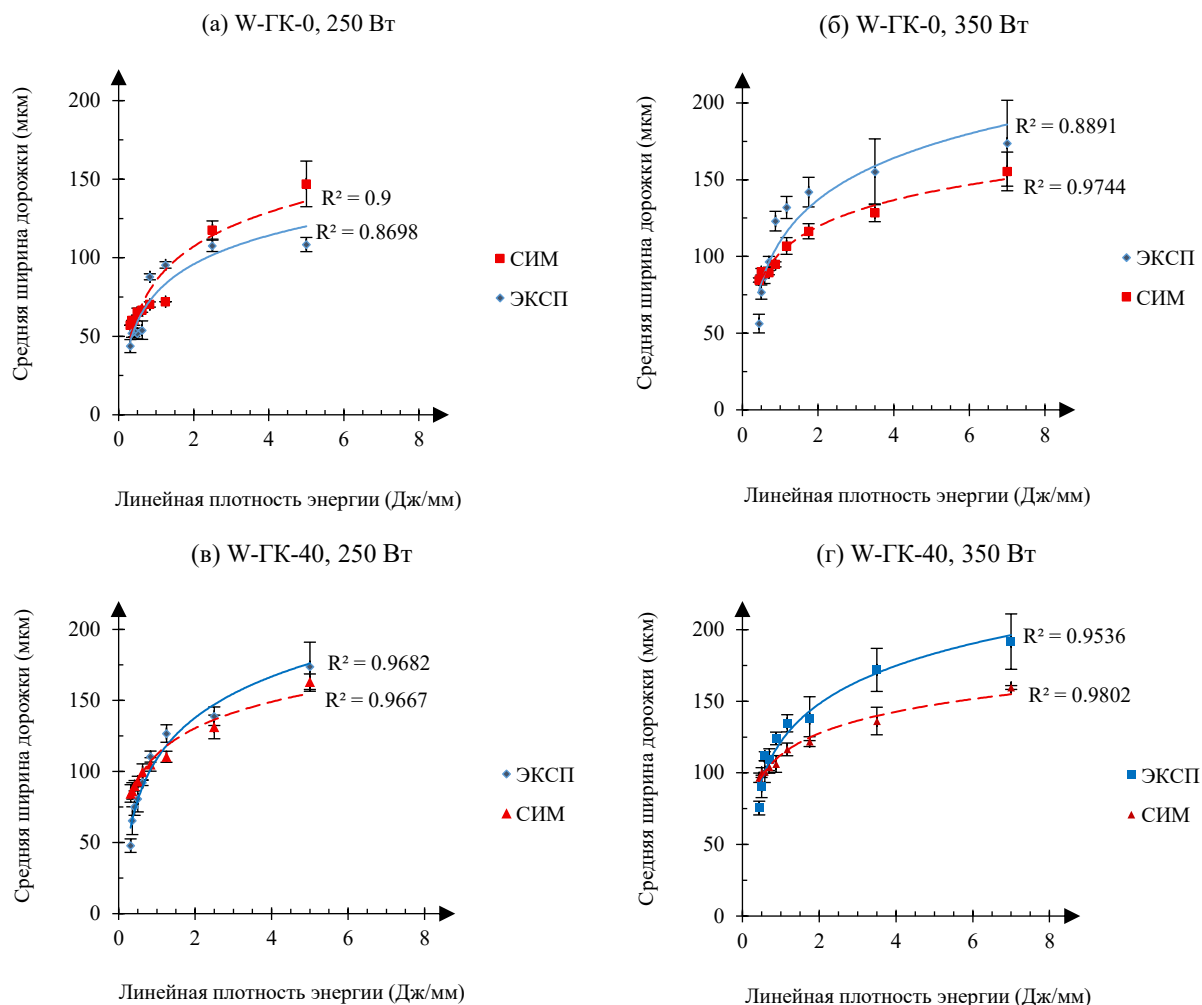
(а) 0,83 Дж/мм (250 Вт - 300 мм/с), (б) 5,00 Дж/мм (250 Вт - 50 мм/с), (в) 0,88 Дж/мм (350 Вт - 400 мм/с) и (г) 7,00 Дж/мм (350 Вт - 50 мм/с)

Рисунок 10 – Результаты моделирования временной зависимости энергопоглощения

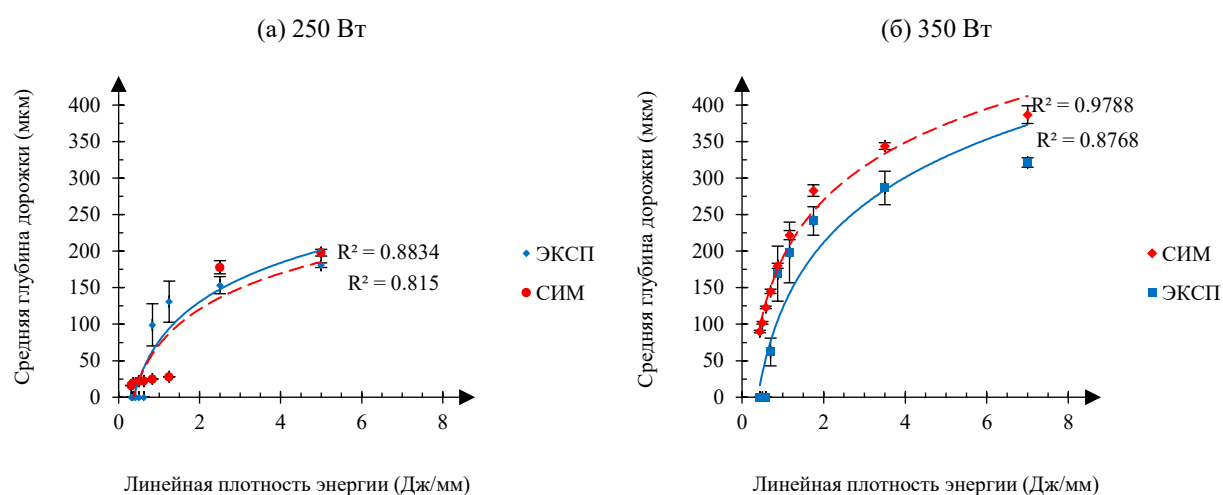


(а) 250 Вт, (б) 350 Вт

Рисунок 11 – Результаты моделирования глубины дорожки в зависимости от ЛПЭ для образцов W-ГК-0 и W-ГК-40



W-ГК-0: (а) 250 Вт, (б) 350 Вт; W-ГК-40: (в) 250 Вт и (г) 350 Вт
Рисунок 12 – Зависимость ширины дорожки от ЛПЭ, полученная экспериментальным путем (ЭКСП) и симуляцией (СИМ)



(а) 250 Вт и (б) 350 Вт
Рисунок 13 – Зависимость средней глубины дорожки от ЛПЭ для W-ГК-0, сравнение результатов экспериментов (ЭКСП) с результатами симуляции (СИМ)

В третьей главе обсуждаются результаты экспериментальных и расчетных данных для объемных вольфрамовых и мультиматериальных вольфрам-медных компонентов. Подробное исследование одиночных дорожек позволило определить оптимальные скорость и мощность лазерного сканирования. Печать объемных образцов вольфрама с помощью СЛС, и расчёт их относительной плотности позволил определить оптимальное расстояние между векторами сканирования (h). Для более быстрой и энергоэффективной печати была выбрана мощность 350 Вт. Окна параметров процесса СЛС, использованные в настоящей работе, приведены в таблице 4. Диапазон, приведенный в таблице 3 (одиночные дорожки), был дополнен двумя скоростями сканирования — 100 и 200 мм/с).

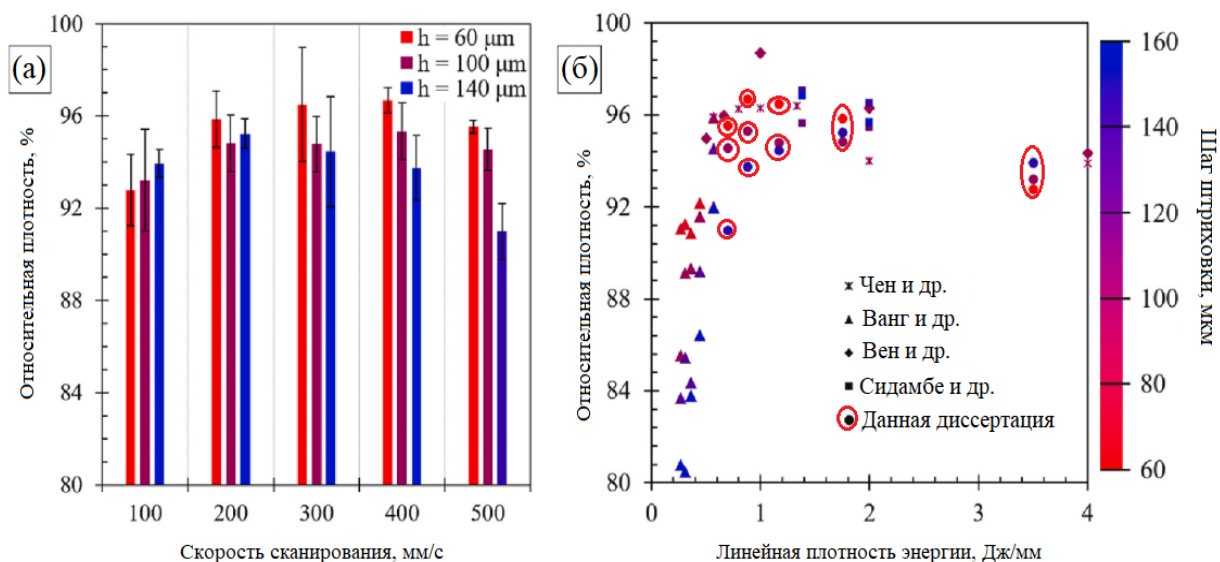
Таблица 4 – Окно параметров процесса СЛС для сплошных образцов

Параметр процесса	Символ / уравнение	Значение / диапазон	Единица измерения
Мощность лазера	P	350	Вт
Скорость сканирования	V	100, 200, 300, 400, 500	мм/с
Шаг штриховки	h	60, 100, 140	мкм
Толщина слоя	t	20	мкм
Диаметр луча	d	80	мкм
Линейная плотность энергии (ЛПЭ)	$E_L = \frac{P}{V}$	0,7 – 3,5	Дж/мм
Объемная плотность энергии (ОПЭ)	$E_V = \frac{P}{Vht}$	250,0 – 2916,7	Дж/мм ³

Образцы сплошных цилиндров с диаметром основания 6 мм были изготовлены на стальной подложке в диапазоне технологических параметров, приведенном в таблице 4. Полученные зависимости относительной плотности (ОП) от скорости сканирования представлены на рисунке 14(а) для каждого шага штриховки. Измерения плотности проводились методом гидростатического взвешивания (метод Архимеда). Незначительное снижение ОП наблюдалось при скорости сканирования 100 мм/с для всех трех уровней h . При скорости сканирования 100-200 мм/с разницы в ОП при различных значениях шага штриховки не наблюдается. Однако можно увидеть, что увеличение шага штриховки (100 и 140 мкм) приводит к значительному снижению плотности на 400-500 мм/с.

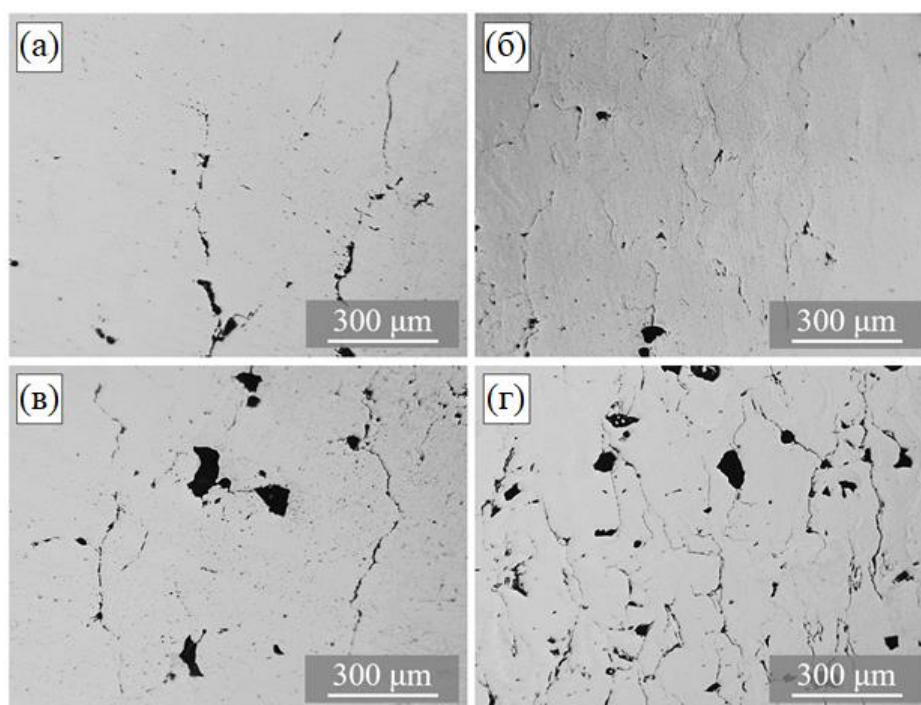
Во-первых, оптимальное значение шага штриховки должно обеспечивать достаточное перекрытие соседних дорожек. Во-вторых, ширина ванны расплава зависит от ЛПЭ, следовательно, оптимальное значение шага штриховки зависит от скорости сканирования. Таким образом, увеличение шага штриховки приводит к несплавлению в областях между соседними дорожками при низкой ЛПЭ. Наибольшая пористость в 9,0 %, была измерена для образца, изготовленного со скоростью сканирования 500 мм/с и шагом штриховки 140 мкм. Сочетание скорости сканирования 400 мм/с, шага штриховки 60 мкм в сочетании с мощностью лазера 350 Вт позволило получить самый высокий показатель ОП – 96,7 %.

На рисунке 14(б) представлены результаты измерения ОП в сравнении с литературными данными. Было показано, что при меньших ЛПЭ (менее ~1,2 Дж/мм) уменьшение значения h приводит к увеличению ОП. Это связано с нестабильностью ванны расплава, связанной с недостаточной энергией лазера, и, следовательно, с более высокой вероятностью генерации несплавления. Для ЛПЭ ~1,2 Дж/мм, заметной зависимости не обнаружено. Результаты анализа подтверждают необходимость оптимизации значения шага штриховки для различных значений ЛПЭ. Можно заметить, что при умеренной ЛПЭ равной 0,7-1,0 Дж/мм и шаге штриховки менее 100 мкм чистый W консолидируется с более высокой ОП.



(а) зависимость ОП от скорости сканирования при различных шагах штриховки, (б) зависимость относительной плотности от ЛПЭ. Чен и др. [9], Ванг и др. [10], Вен и др. [11] и Сидамбе и др. [12]
Рисунок 14 – Относительная плотность, измеренная методом Архимеда

Ниже приведены изображения оптической микроскопии для сплошных образцов вольфрама, полученных с помощью СЛС при скорости сканирования в 200, 400 и 500 мм/с и расстояниях между векторами сканирования в 60, 100 и 140 мкм (рисунок 15). Наблюдаемые микротрещины на образцах, особенно вблизи поверхности, могут привести к значительному снижению механических свойств.



(а) $V = 200 \text{ мм/с}$, $h = 60 \text{ мкм}$, (б) $V = 400 \text{ мм/с}$, $h = 60 \text{ мкм}$, (в) $V = 500 \text{ мм/с}$, $h = 100 \text{ мкм}$, (г) $V = 500 \text{ мм/с}$, $h = 140 \text{ мкм}$

Рисунок 15 – Изображения оптической микроскопии образцов полированного вольфрама, полученных при помощи СЛС

Пористые структуры на основе гироидов были спроектированы при помощи ПО nTopology (версия 5.9.2, США). Поверхность гироида описывается уравнением (3):

$$\sin\left(\frac{2\pi}{L}x\right)\cos\left(\frac{2\pi}{L}y\right) + \sin\left(\frac{2\pi}{L}z\right)\cos\left(\frac{2\pi}{L}x\right) + \sin\left(\frac{2\pi}{L}y\right)\cos\left(\frac{2\pi}{L}z\right) = t \quad (3)$$

Где L – размер элементарной ячейки, а константа t определяет одно- и двустороннее смещение от изоповерхности. В этом исследовании использовались скелетные структуры с размером элементарной ячейки $L = [2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0]$ мм. В диссертации приняты обозначения образцов: W2.0 для вольфрамовой гироидной структуры с размером элементарной ячейки 2,0 мм или W-Cu3.5 для мультиматериала W-Cu с $L = 3,5$ мм. Для всех размеров элементарной ячейки смещение от изоповерхности равно нулю, следовательно, содержание каждого компонента в 3D-моделях составляет 50 об. %. Элементарные ячейки гироидов были распределены в кубической объемной решетке, а затем соединены в цилиндр диаметром 12,6 мм и высотой 10 мм для получения желаемого цилиндрического каркаса гироидной структуры. Изометрия образцов показана на рисунке 16.

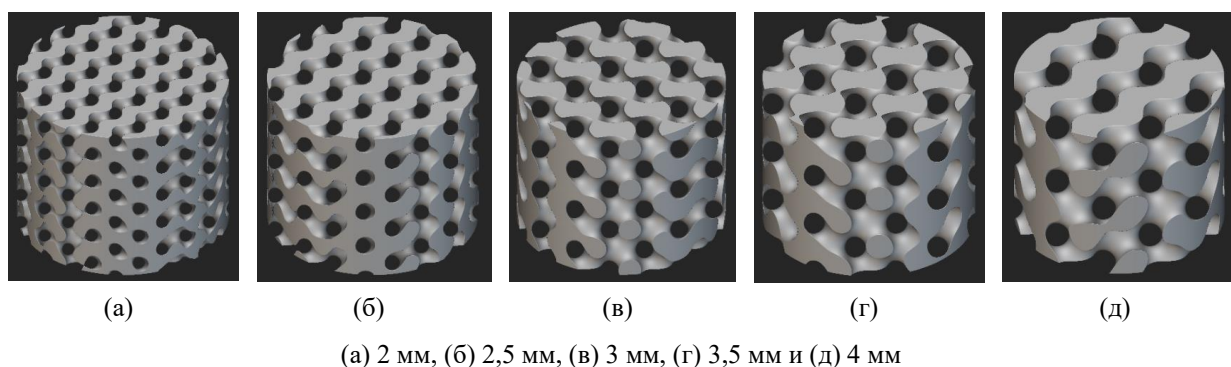
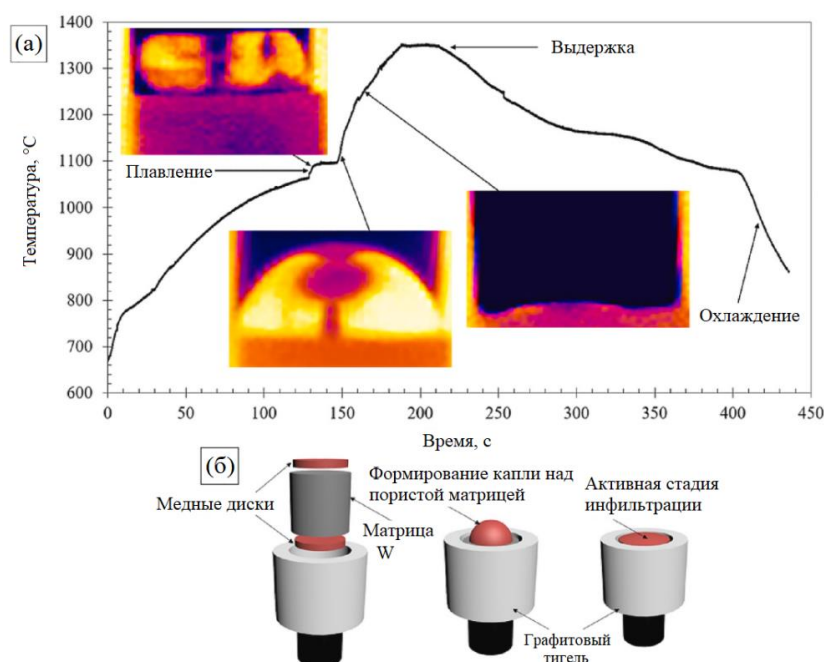


Рисунок 16 – Изометрия 3D-модели с разными размерами элементарной ячейки в ПО nTopology

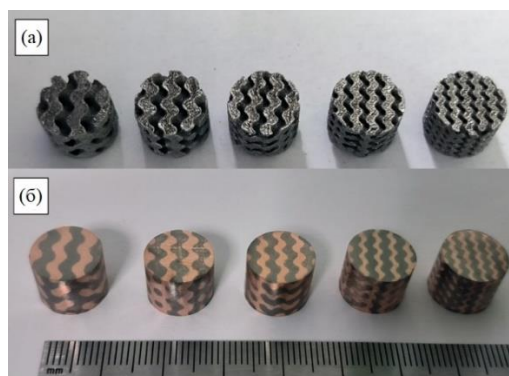
На следующем этапе были получены образцы гироидов из вольфрама и вольфрамомедного мультиматериала с использованием оптимальных режимов печати ($P = 350$ W, $V = 400$ мм/с, $h = 60$ мкм и $t = 20$ мкм). Гироиды из вольфрама помещали между двумя медными дисками внутри графитового тигля и нагревали под контролем тепловизионной камеры. На рисунке 17(а) показан процесс пропитки вольфрамовой матрицы с одновременным измерением температуры. При нагревании меди до температуры плавления, на графике было отмечено появление плато. Сразу после расплавления на вольфрамовой матрице образовалась крупная капля с углом смачивания $\sim 90^\circ$, как схематично показано на рисунке 17(б). Подобные высокие углы указывают на неподходящие условия смачивания, в результате чего при данной температуре не наблюдалось инфильтрации.

При повышении температуры выше 1250°C угол смачивания уменьшается, и наблюдается активное проникновение расплава в пористую структуру (Рисунок 17, б). Таким образом, минимальная температура для пропитки образцов вольфрамового гироида составила 1250°C . Для обеспечения бездефектной инфильтрации в небольшие пустоты и для уменьшения поверхностного натяжения расплава температура пропитки была дополнительно увеличена (Рисунок 17, а). Таким образом, были достигнуты оптимальные условия инфильтрации при температуре 1350°C с последующей выдержкой. Затем образец постепенно охлаждался и извлекался из графитового тигля.



(а) температурная зависимость расплава меди с соответствующей тепловизионной съемкой, (б) схематичное изображение стадий инфильтрации
Рисунок 17 – Мониторинг процесса инфильтрации

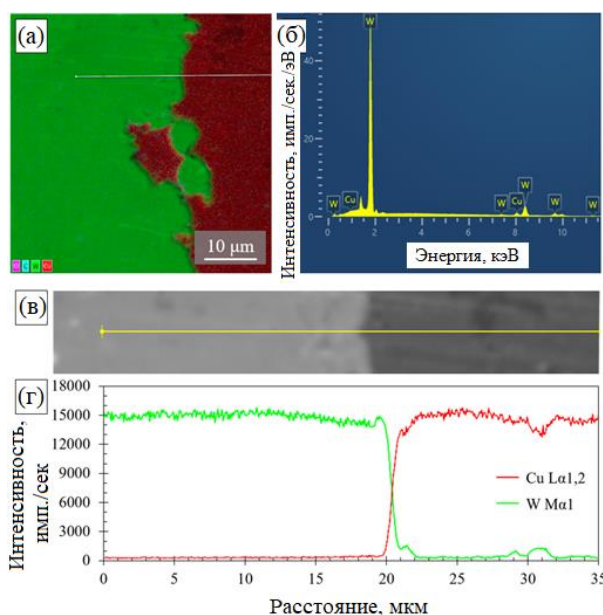
Образцы исходной гироидной структуры и полученные W-Cu мультиматериалы после процесса инфильтрации показаны на рисунке 18. Полости и макродефекты на поверхностях образцов не наблюдались. Стоит отметить, что для производства W-Cu мультиматериала потенциально можно использовать элементарные ячейки меньшего размера. Наиболее ограничивающим фактором в выборе размера пор будет возможность удаления порошка, а не ограничения по инфильтрации.



(а) гироидная структура до инфильтрации и (б) мультиматериал W-Cu после инфильтрации
Рисунок 18 – Полученные образцы

СЭМ-изображение с химическим картированием, полученное для поперечного сечения образца после инфильтрации гироидной структуры, показано на рисунке 19(а). На границе раздела W-Cu наблюдались спечённые и частично расплавленные округлые частицы. Следовательно, морфология поверхности вольфрамовой матрицы обладает повышенной шероховатостью и небольшими полостями. Полное заполнение микропор медью косвенно указывает на угол смачивания, близкий к нулю, т.е. на хорошую смачиваемость вольфрама расплавом меди. Спектры по всей площади, представленные на рисунке 19(б), содержат только вольфрам, медь и небольшое количество кислорода (других примесей обнаружено не было). Анализ при помощи метода энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) вдоль линии, перпендикулярной границе раздела

вольфрам-медь (Рисунок 19, в), показал, что переходная зона составляет около 2 мкм (переход в области 20-22 мкм, Рисунок 19, г). Это соответствует пространственному пределу определения химического состава методом ЭДС и указывает на отсутствие растворения или диффузии между твердым вольфрамом и жидкой медью в течение времени взаимодействия (около 1-3 минут).



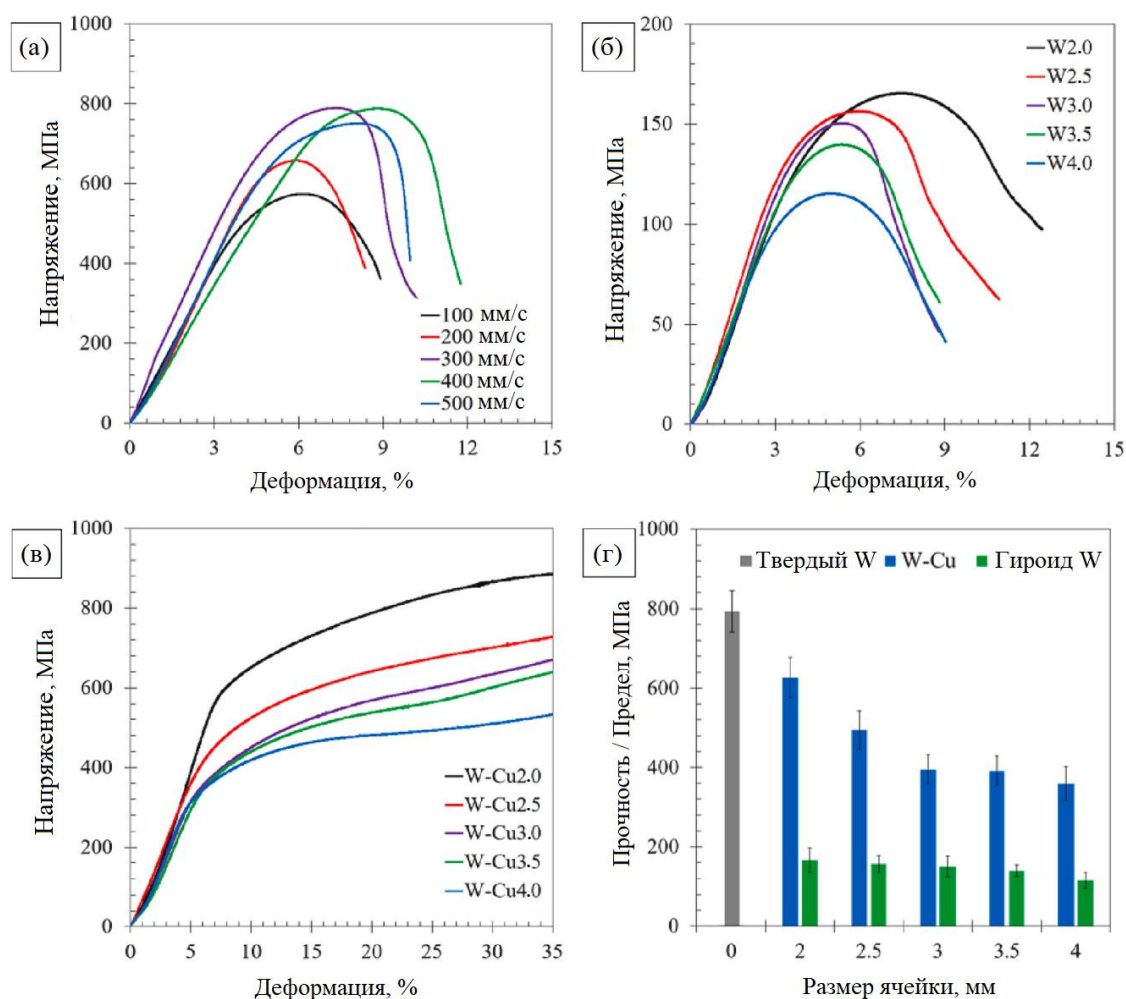
(а) химическое картирование, (б) спектры ЭДС по площади, (в) вектор для анализа ЭДС границы раздела W-Cu и (г) распределение интенсивности по меди (красная линия) и вольфраму (зеленая линия), микрон
Рисунок 19 – Поперечное сечение вблизи границы раздела фаз W-Cu

На следующем этапе проводились механические и теплофизические испытания образцов. На рисунке 20 представлены результаты квазистатических испытаний на одноосное сжатие для всех типов образцов. На рисунке 20(а) показана зависимость прочности на сжатие от деформации для твердых образцов W, изготовленных при $P = 350$ Вт, $t = 20$ мкм и $h = 60$ мкм. Изменение максимальных значений у кривых на графике говорит о высокой чувствительности предела прочности к скорости сканирования, которая, в свою очередь, определяет изменение передаваемой лазерной энергии. Образец, изготовленный со $V = 100$ мм/с, показал самый низкий предел прочности на сжатие ($\sigma_{в.сж}$). По мере увеличения скорости сканирования от 100 мм/с до 300 мм/с $\sigma_{в.сж}$ постепенно повышался до 787 МПа. Максимальный $\sigma_{в.сж}$, равный 789 МПа, был измерен для твердого образца, полученного при скорости сканирования 400 мм/с. После дальнейшего увеличения скорости сканирования $\sigma_{в.сж}$ был незначительно снижен до 751 МПа. Полученные результаты согласуются с полученными данными по плотности и содержанию дефектов. Таким образом, использование умеренной ЛПЭ (0,7-1,0 Дж/мм) привело к более высокому значению $\sigma_{в.сж}$. Исходя из полученных результатов, для консолидации пористых структур на основе гироидной структуры была использована скорость сканирования 400 мм/с. Поскольку образцы, полученные при скорости сканирования 300 и 400 мм/с, имеют незначительную разницу в механических свойствах, было выбрано более высокое значение скорости сканирования вследствие потенциально более высокой скорости выращивания.

Как показано на рисунке 20(б), гироидные структуры с упорядоченной пористостью имели меньшую прочность. Однако на рисунке 20(г) показано, что падение $\sigma_{в.сж}$ для гироидных структур W составило $\sim 80\%$ по сравнению с твердыми образцами. Данное снижение прочности пористой структуры вполне ожидаемо и обусловлено уменьшением объема материала. Зависимости напряжения от деформации, полученные для образцов W-Cu, показаны на рисунке 20(в). Образцы, пропитанные медью не разрушались

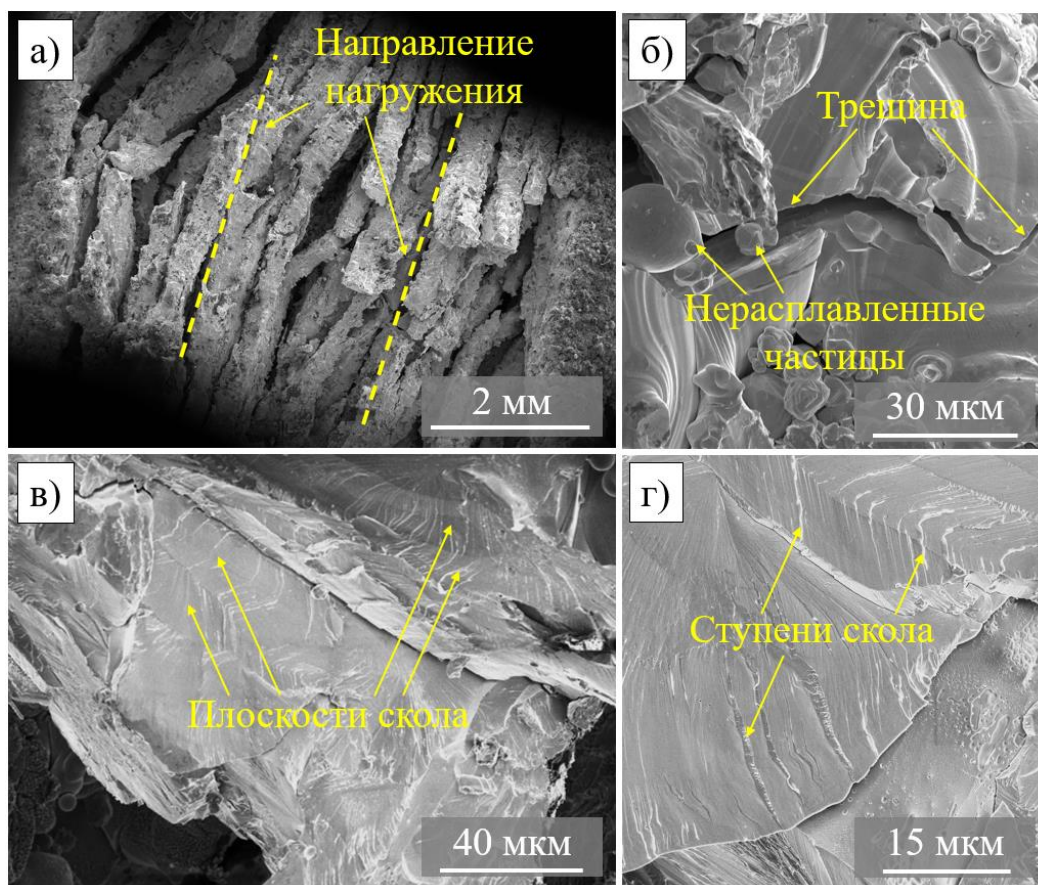
при деформации в 35 %. Графики отображали типичное реологическое устойчивое состояние динамического сжатия до тех пор, пока испытания не были остановлены вручную. Высокая пластичность медного домена в каркасе предотвращала хрупкое разрушение мультиматериалов W-Cu при комнатных температурах. В связи с этим для сравнения используются значения предела текучести (σ_T). Образцы W-Cu показали значительное увеличение (более чем в 3 раза) σ_T по сравнению с $\sigma_{в.сж}$ W-гироидных матриц.

На рисунке 21 показана морфология разрушения образцов чистого вольфрама. Эффект осевого расщепления, присущий некоторым хрупким материалам, виден на твердом образце W при малом увеличении (Рисунок 21, а). Как обсуждалось ранее, микротрещины неизбежны при производстве чистого вольфрама методом СЛС. С точки зрения механизмов разрушения, эти трещины классифицируются как первичные трещины. Во время механических испытаний вторичные трещины образуются вдоль приложенной нагрузки. Согласно работе [13], ширина расщепленных сегментов определяется расстоянием между вторичными трещинами. На рисунке 21(б) показана поверхность разрушения вольфрамовой гироидной структуры с развитой трещиной вдоль дефектов несплавления, также видны нерасплавленные частицы. На рисунке 21(в) и (г) показано, что морфология поверхности после разрушения состоит из плоскостей и ступеней скола. Таким образом, для образцов из чистого вольфрама наблюдается типичное хрупкое разрушение с расщеплением материала в направлении нагружения.



Зависимость напряжение-деформация для (а) твердых образцов W, изготовленных с различной скоростью сканирования и $h = 60$ мкм, (б) гироидных матриц с различным размером элементарной ячейки, (в) W-Cu с различным размером элементарной ячейки, и предел текучести для (г) W-Cu, предел прочности для твердых и гироидных образцов W

Рисунок 20 – Результаты механических испытаний при сжатии

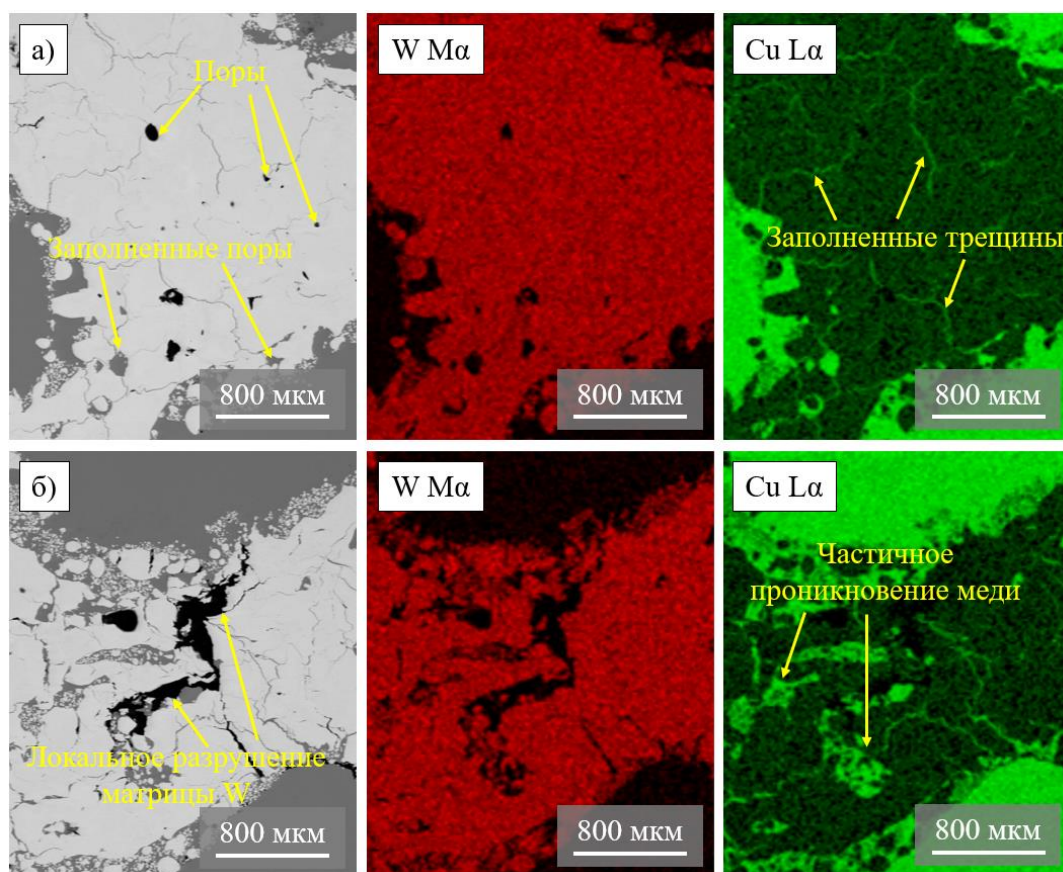


(а) твердый образец вольфрама, (б) вольфрамовый каркас, (в) морфология поверхности трещины и (г) увеличение поверхности трещины

Рисунок 21 – СЭМ-изображения поверхностей излома

На рисунке 22(а) показано, что элементы структур на основе гироидов содержат поры и микротрещины. Поры в объемной области стенок были вблизи поверхности заполнены медью, как обсуждалось ранее. Полученный результат косвенно указывает на отсутствие достаточной перколяции в дефектную пористую систему. Однако химическое картирование выявило присутствие меди в микротрещинах стенок. Были сформулированы следующие причины этого эффекта. В отличие от закрытых пор, микротрещины могут образовываться на поверхности W-матрицы. В связи с этим медь имеет тенденцию проникать в каналы микронного размера из-за повышенной капиллярной силы [14]. Капиллярный механизм не предполагает существенного массопереноса; следовательно, поры, связанные с инфильтрированными трещинами, были пустыми. При этом заполнение микротрещин может улучшить пластичность.

После 35 % деформации в мультиматериалах W-Cu наблюдались макротрещины при сохранении непрерывной структуры. Макротрещины и неоднородности преимущественно появлялись в областях вольфрамовой матрицы (Рисунок 22, б). Одним из основных результатов получения мультиматериала W-Cu можно назвать изменение механизма разрушения с хрупкого (для чистого W) на вязкий. Кроме того, было обнаружено, что трещины в матрице W были заполнены медью во время пластической деформации (Рисунок 22, б), что повышает пластичность мультиматериалов W-Cu и обеспечивает более высокую стабильность образцов.



(а) до испытания на сжатие, (б) после испытания на сжатие
Рисунок 22 – СЭМ-изображения с соответствующим химическим отображением ЭДС для поперечных сечений мультиматериала W-Cu

Далее проводилось исследование коэффициентов температуропроводности образцов вольфрама и вольфрам-меди методом вспышки (Рисунок 23). На рисунке 24 представлены температурные зависимости α для сплошных вольфрамовых образцов и W-Cu мультиматериалов, измеренные методом вспышки. Коэффициент температуропроводности W-Cu мультиматериалов во всем диапазоне температур выше, чем для сплошных вольфрамовых образцов. Небольшое отличие между графиками W-Cu указывает на зависимость α от размера элементарной ячейки гироида. Этот эффект объясняется обнаруженной обратной зависимостью геометрического отклонения от размера элементарной ячейки (площади поверхности). Увеличение объема W привело к уменьшению объема для инфильтрации. Таким образом, образцы с меньшими размерами элементарных ячеек, несмотря на схожесть исходной конструкции, обладают более низкими значениями α по причине уменьшения содержания меди. Разница в коэффициенте температуропроводности между образцами W-Cu соответствует относительному отклонению значений плотности (2-7 %).

Подводя итог полученным результатам, можно сделать вывод, что образец с наименьшим размером ячейки (2 мм) обладал более высокими механическими свойствами и несколько меньшей температуропроводностью, и наоборот для больших размеров ячейки. Следует отметить, что повышение предела текучести является более значимым фактором нежели снижение коэффициента температуропроводности. Следовательно, для дальнейшего проектирования функциональных деталей из W-Cu мультиматериалов рекомендуется использовать элементарную ячейку меньшего размера.

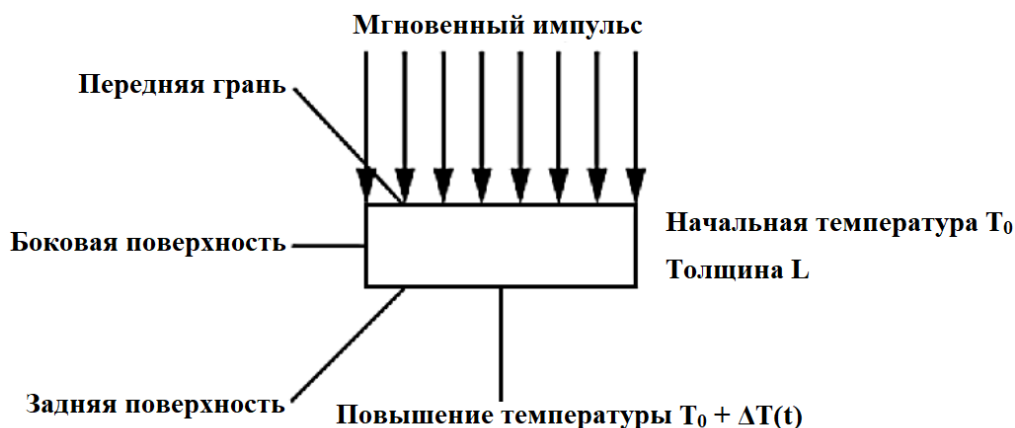


Рисунок 23 – Схема метода вспышки (стандарт ASTM E1461) [15]

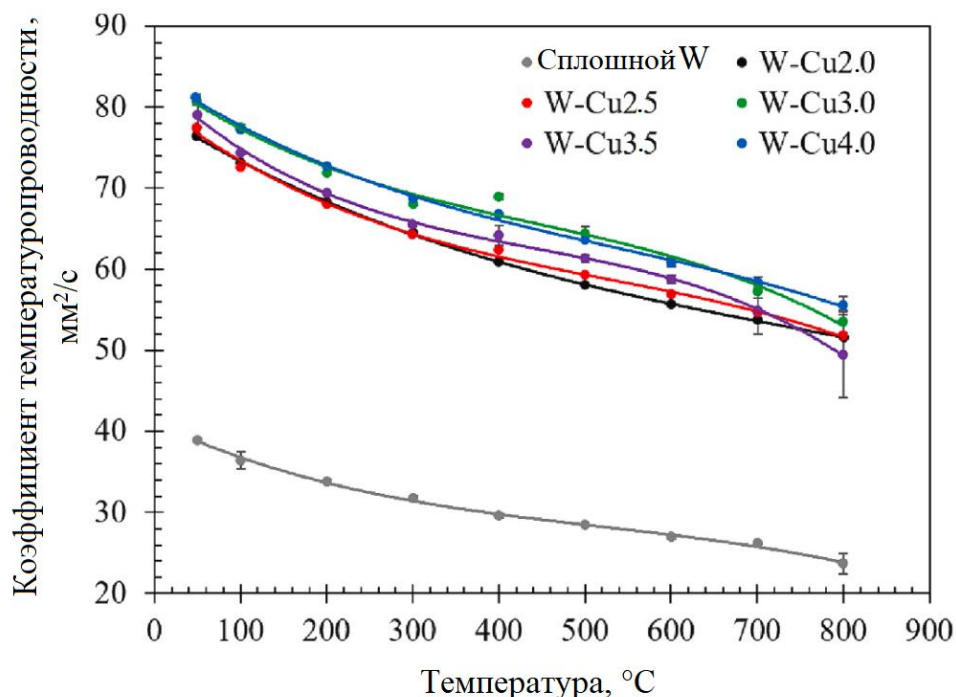


Рисунок 24 – Температурные зависимости коэффициента температуропроводности для сплошного W и мультиматериалов W-Cu после инфильтрации

Моделирование теплофизических свойств на основе метода вспышки реализовывалось с помощью ПО Comsol Multiphysics для идентичных образцов. По результатам моделирования были определены температурные зависимости температуропроводности. Данные характеристики являются крайне важными для эксплуатации материалов в качестве КОП. На рисунке 25 представлено сравнение результатов расчетов методом конечных элементов (МКЭ) с экспериментальными данными (ЭКСП). Как для W, так и для W-Cu данные МКЭ существенно отличаются от эксперимента, при этом для W отличие между результатами больше, чем для W-Cu.

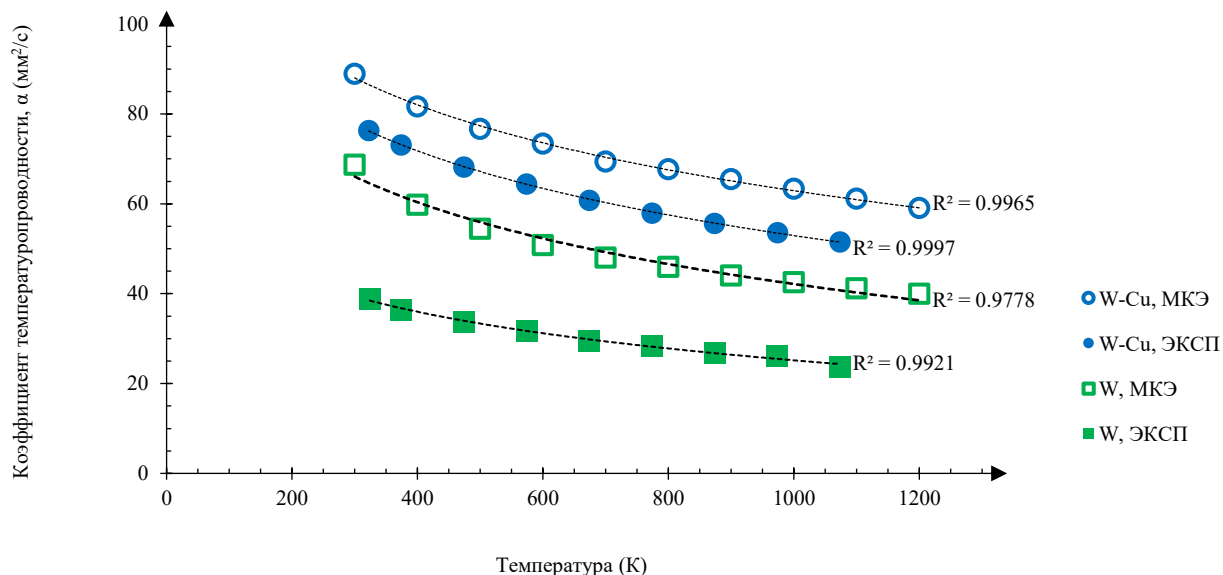


Рисунок 25 – Температурные зависимости коэффициентов температуропроводности, полученные экспериментально и с помощью метода конечных элементов

Основная причина наблюдаемого расхождения относится к дефектам (пористость и микротрещины), которые формируются в процессе СЛС. Ванг и др. [4] выявили, что температуропроводность подложки, полученной методом СЛС, обладает коэффициентом температуропроводности меньшим на 23 % в сравнении с горячекатаным листом.

Выводы

1. Установлено, что линейная плотность энергии (ЛПЭ) в диапазоне от 0,83 до 2,50 Дж/мм является оптимальной для лазерного сплавления при мощности лазера 250 Вт, в то время как при 350 Вт диапазон ЛПЭ смещается: от 0,5 до 1,17 Дж/мм. При данных энерговкладах синтезируются непрерывные однородные дорожки, а эффект каплеобразования практически отсутствует. Необходимо отметить, что ширина зоны проплавления до 70 % больше в случае вольфрамовой подложки, что связано с наличием в подложке, изготовленной методом СЛС, микродефектов (пор, дефектов несплавления, горячих трещин), а также более мелким зерном и большей плотностью их границ. Это снижает эффективную теплопроводность материала, что отражается на морфологии ванны расплава и зоне проплавления.

2. Моделирование формирования ванны расплава на подложке с порошком вольфрама и без него показало, что добавление порошкового слоя увеличивает эффективный коэффициент абсорбции лазерного излучения до двух раз за счет дополнительных переотражений. Как следствие глубина и ширина переплавления значительно увеличиваются, что хорошо согласуется с экспериментальными данными (> 72 %). Однако, данный эффект становится все менее выраженным с ростом ЛПЭ за счет изменения механизма абсорбции лазерной энергии. При низких ЛПЭ значительная часть энергии поглощается при отражении между частицами порошка, тогда как при увеличении деформации поверхности ванны расплава превалирует абсорбция энергии за счет переотражений непосредственно в углублении ванны расплава.

3. Относительная плотность в 96,7 % была достигнута для сплошных образцов из чистого вольфрама при оптимальных условиях СЛС: $P = 350$ Вт, $V = 400$ мм/с, $h = 60$ мкм, $t = 20$ мкм. Микротрещины присутствовали во всех проанализированных образцах из-за высоких остаточных напряжений. Самые низкие скорости сканирования (100-200 мм/с) приводили к уменьшению количества дефектов недостаточного сплавления; однако более крупные микротрещины снижали предел прочности при сжатии ($\sigma_{в.сж}$). Умеренная скорость

сканирования в 400 мм/с позволила получить наиболее высокие механические свойства сплошных образцов вольфрама ($\sigma_{в.сж} = 789$ МПа).

4. Тепловизионный мониторинг процесса инфильтрации меди в вакуумной среде показал, что вблизи температуры плавления медь имеет высокий краевой угол смачивания вольфрамовых матриц что не позволяет расплаву заполнить пористую структуру. Оптимальные условия инфильтрации были достигнуты при температуре 1350 °С с короткой выдержкой (2 минуты). Было продемонстрировано отсутствие дефектов на интерфейсе вольфрам-медь и полное заполнение гироидной структуры расплавом меди.

5. В ходе механических испытаний на сжатие продемонстрировано изменение механизма разрушения с хрупкого (сплошной вольфрам и пористые структуры) на вязкий (W-Cu мультиматериалы). Показано, что предел текучести W-Cu мультиматериалов значительно выше, чем предел прочности у исходных вольфрамовых матриц с гироидной структурой. Установлено, что предел текучести W-Cu образцов зависит от размера ячейки гироидной структуры обратно пропорционально. Самый высокий предел текучести в 626 МПа, наблюдался для образца W-Cu с наименьшим размером элементарной ячейки в 2 мм.

6. Показано, что инфильтрация меди приводит к увеличению температуропроводности (с 39 до 79 мм²/с при стандартных условиях) по сравнению со сплошным вольфрамом. Установлено, что температуропроводность имеет обратно пропорциональную зависимость от размера ячейки гироидной структуры. Этот эффект также объясняется ростом положительных геометрических отклонений с увеличением общей внешней и внутренней площадей поверхности пористой структуры. Зависимость предела текучести выражена более существенно (примерно в 57 раз) по сравнению с зависимостью температуропроводности.

Список публикаций по диссертационной работе

1. **Kavousi Sisi, A.**, Fedorenko, L., Egorov, V., Zotov, B., Utyaganova, V., Lyange, M., Urzhumtsev, A., Zakirov, A., Chernyshikhin, S., A new approach for single track consolidation analysis in laser powder bed fusion of pure tungsten. *Journal of Alloys and Compounds*, 2026. 1062..

2. **Kavousi Sisi, A.**, Ozherelkov, D., Chernyshikhin, S., Pelevin, I., Kharitonova, N. & Gromov, A., Functionally graded multi-materials by laser powder bed fusion: a review on experimental studies. *Progress in Additive Manufacturing*, 2025. 10(4): p. 1843–1912.

3. Chernyshikhin, S.V., Zhevnenko, S.N., Suvorova, V.S., Pelevin, I.A., Zotov, B.O., Fedorenko, L.V., Egorov, V.Y., **Kavousi Sisi, A.**, Piskarev, P.Y., Ruzanov, V.V. & Gromov, A.A., Mechanical and thermal properties of Gyroid-based W Cu composites produced via laser powder bed fusion assisted by infiltration. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2024. 122.

Список использованных источников

1. Qin, Y., et al., *Light absorption of W-Cu powders in laser powder bed fusion*. *Optics & Laser Technology*, 2023. **162**.
2. Wei, L.C., et al., *Thermal conductivity of metal powders for powder bed additive manufacturing*. *Additive Manufacturing*, 2018. **21**: p. 201–208.
3. Trapp, J., et al., *In situ absorptivity measurements of metallic powders during laser powder-bed fusion additive manufacturing*. *Applied Materials Today*, 2017. **9**: p. 341–349.
4. Wang, C., et al., *Microstructures, Thermal and Mechanical Properties of Pure Tungsten—A Comparison Between Selective Laser Melting and Hot Rolling*. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2022. **35**(1).

5. Tolias, P. and E.M. Team, *Analytical expressions for thermophysical properties of solid and liquid tungsten relevant for fusion applications*. Nuclear materials and energy, 2017. **13**: p. 42–57.
6. Nikam, S.H., J. Quinn, and S. McFadden, *A simplified thermal approximation method to include the effects of Marangoni convection in the melt pools of processes that involve moving point heat sources*. Numerical Heat Transfer, Part A: Applications, 2021. **79**(7): p. 537–552.
7. Li, K.-L., et al., *A review of tungsten fabricated via laser powder bed fusion*. Tungsten, 2021. **3**(2): p. 218–233.
8. Mohan Krishna Sai, M. and A. Mandal, *Prediction of laser process parameters for diverse melting regimes in laser powder bed fusion process through normalized enthalpy framework*. Optics & Laser Technology, 2025. **192**.
9. Chen, J., et al., *The effect of hot isostatic pressing on thermal conductivity of additively manufactured pure tungsten*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2020. **87**: p. 105135.
10. Wang, D., et al., *Dense Pure Tungsten Fabricated by Selective Laser Melting*. Applied Sciences, 2017. **7**(4): p. 430.
11. Wen, S., et al., *High-density tungsten fabricated by selective laser melting: Densification, microstructure, mechanical and thermal performance*. Optics & Laser Technology, 2019. **116**: p. 128–138.
12. Sidambe, A.T., et al., *Effect of processing parameters on the densification, microstructure and crystallographic texture during the laser powder bed fusion of pure tungsten*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2019. **78**: p. 254–263.
13. Renshaw, C.E. and E.M. Schulson, *Universal behaviour in compressive failure of brittle materials*. Nature, 2001. **412**(6850): p. 897–900.
14. Duan, L., et al., *Thermal properties of W–Cu composites manufactured by copper infiltration into tungsten fiber matrix*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2014. **46**: p. 96–100.
15. *Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method*. 2022, ASTM International: United States. p. 11.