

ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ
ЦВЕТНАЯ
МЕТАЛЛУРГИЯ

Том 29, № 4, 2023

Научно-технический журнал
Основан в 1958 г.
Выходит 6 раз в год

IZVESTIYA
NON-FERROUS
METALLURGY

Vol. 29, No. 4, 2023

Scientific and Technical Journal
Founded in 1958
6 Issues per year

ИЗВЕСТИЯ ВУЗОВ ЦВЕТНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

ISSN 0021-3438 (Print)

ISSN 2412-8783 (Online)

Том 29, № 4 2023

Научно-технический журнал

Основан в 1958 г.

Выходит 6 раз в год

<http://cvmet.misis.ru>

Журнал включен в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ для публикации результатов диссертаций на соискание ученых степеней

Журнал включен в базы данных: Russian Science Citation Index (RSCI), Chemical Abstracts (Online), INIS, OCLC ArticleFirst, Ulrich's Periodicals Directory, РИНЦ, БД/РЖ ВИНТИ

Учредитель



ФГАОУ ВО Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Адрес: 119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1

<http://www.misis.ru>

Главный редактор

Евгений Александрович Левашов

д.т.н., академик РАЕН, профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва

Заместитель главного редактора

Владислава Анатольевна Игнаткина

д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва

Редакционная коллегия

Е.В. Агеев — д.т.н., ЮЗГУ, г. Курск
М.В. Ананьев — д.х.н., АО «Гиредмет», г. Москва
Н.А. Белов — д.т.н., проф., НИТУ МИСИС, г. Москва
Е.В. Богатырева — д.т.н., НИТУ МИСИС, г. Москва
Г.М. Вольдман — д.х.н., проф., РТУ (МИТХТ), г. Москва
Ф.В. Гречников — д.т.н., акад. РАН, проф., СНИУ, г. Самара
Д.В. Гундеров — д.ф.-м.н., ИФМК УНЦ РАН, г. Уфа
В.Б. Деев — д.т.н., проф., НИТУ МИСИС, г. Москва
В.М. Денисов — д.х.н., проф., СФУ, г. Красноярск
Д.В. Дробот — д.х.н., проф., РТУ (МИТХТ), г. Москва
Ю.П. Зайков — д.х.н., проф., ИВТЭ УрО РАН, г. Екатеринбург
Р.Х. Залавутдинов — к.ф.-м.н., ИФХЭ РАН, г. Москва
С.В. Мамяченков — д.т.н., проф., УрФУ, г. Екатеринбург
З.А. Мансуров — д.х.н., проф., Институт проблем горения, г. Алматы, Казахстан
Н.В. Немчинова — д.т.н., проф., ИРНТУ, г. Иркутск
К.В. Никитин — д.т.н., проф., СамГТУ, г. Самара
П.В. Поляков — д.х.н., проф., СФУ, г. Красноярск
Е.С. Прусов — к.т.н., доцент, ВлГУ, г. Владимир
В.Н. Рычков — д.х.н., проф., УрФУ, г. Екатеринбург
Г.А. Салищев — д.т.н., проф., НИУ «БелГУ», г. Белгород
В.М. Сизяков — д.т.н., проф., СПГУ, г. Санкт-Петербург

Б.Б. Страумал — д.ф.-м.н., проф., ИФТТ РАН, г. Черноголовка
О.Ю. Ткачева — д.х.н., ИВТЭ УрО РАН, г. Екатеринбург
Б.Б. Хина — д.ф.-м.н., доц., ФТИ НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь
Д.В. Штанский — д.ф.-м.н., проф., НИТУ МИСИС, г. Москва
Abhilash — Dr., Ph.D., CSIR — National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur, India
D.V. Louzguine — Prof., Dr., Tohoku University, Japan
H.A. Oye — Prof., Dr., Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway
D. Sadoway — Prof., Dr., Massachusetts Institute of Technology, Boston, USA
Stopic Srecko — Dr.-Ing. habil., RWTH Aachen University, Aachen, Germany
M. Verhaege — Prof., Dr., University of Gent, Belgium
G. Xanthopoulou — Dr., National Center for Scientific Research «Demokritos», Agia Paraskevi, Attica, Greece
A.L. Yerokhin — Prof., Dr., University of Manchester, United Kingdom
Yücel Onuralp — Prof., Dr., Istanbul Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey
M. Zinigrad — Prof., Dr., Ariel University, Ariel, Israel
A.I. Zouboulis — Prof., Dr., Aristotle University of Thessaloniki, Greece

Редакция журнала

Адрес: 119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1,
НИТУ МИСИС

Тел.: +7 (495) 638-45-35

E-mail: izv.vuz@misis.ru

Свидетельство о регистрации № 015842 от 13.03.1997 г.
Перерегистрация ПИ № ФС77-79229 от 25.09.2020 г.

Подписка: Агентство «Урал-пресс»

Ведущий редактор — О.В. Соснина

Выпускающий редактор — А.А. Кудинова

Дизайн и верстка — Е.А. Легкая

Подписано в печать 21.08.2023. Формат 60×90 1/8.

Бум. офсетная № 1. Печать цифровая. Усл. печ. л. 10,75

Заказ 17948. Цена свободная

Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСИС

119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1. Тел./факс: +7 (499) 236-76-17



© НИТУ МИСИС, Москва, 2023

© «Известия вузов. Цветная металлургия», 2023



Статьи доступны под лицензией Creative Commons Attribution Non-Commercial No Derivatives

IZVESTIYA

NON-FERROUS METALLURGY

ISSN 0021-3438 (Print)

ISSN 2412-8783 (Online)

Vol. 29, No. 4
2023

Scientific and Technical Journal

Founded in 1958

6 Issues per year

<http://cvmet.misis.ru>

Journal is included into the List of the peer-reviewed scientific publications recommended by the Highest Attestation Commission of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation for publishing the results of doctoral and candidate dissertations

Abstracting/Indexing: Russian Science Citation Index (RSCI), Chemical Abstracts (Online), INIS, OCLC ArticleFirst, Ulrich's Periodicals Directory, VINITI Database (Abstract Journal)

Founder



National University of Science and Technology "MISIS"

Address: 4 build. 1 Leninskiy Prospekt, Moscow 119049, Russia

<http://www.misis.ru>

Editor-in-Chief

Evgeny A. Levashov

Prof., Dr. Sci. (Eng.), Acad. of the RAS, NUST MISIS, Moscow, Russia

Deputy Editor

Vladislava A. Ignatkina

Prof., Dr. Sci., NUST MISIS, Moscow, Russia

Editorial Board

Abhilash – Dr., Ph.D., CSIR – National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur, India
E.V. Ageev – Prof., Dr. Sci. (Eng.), SouthWest State University, Kursk, Russia
M.V. Ananyev – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Federal State Research and Development Institute of Rare Metal Industry (JSC "Giredmet"), Moscow, Russia
N.A. Belov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
E.V. Bogatyreva – Prof., Dr. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
V.B. Deev – Prof., Dr. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow, Russia
V.M. Denisov – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Siberian Federal University, Krasnoyarsk, Russia
D.V. Drobot – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Russian Technological University (MITHT), Moscow, Russia
F.V. Grechnikov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Acad. of RAS, Samara National Research University n.a. S.P. Korolev (Samara University), Samara, Russia
D.V. Gunderov – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Institute of Molecule and Crystal Physics Ufa Research Center of the RAS, Ufa, Russia
B.B. Khina – Dr. Sci. (Phys.-Math.), The Physical-Technical Institute of NAS of Belarus, Minsk, Belarus
D.V. Louzguine – Prof., Dr. Sci., Tohoku University, Japan
S.V. Mamyachenkov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia
Z.A. Mansurov – Dr. Sci. (Chem.), Prof., Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan
N.V. Nemchinova – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Irkutsk National Research Technical University, Irkutsk, Russia
K.V. Nikitin – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Samara State Technical University, Samara, Russia
H.A. Oye – Prof., Dr., Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway
P.V. Polyakov – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Siberian Federal University, Krasnoyarsk, Russia

E.S. Prusov – Cand. Sci. (Eng.), Vladimir State University, Vladimir, Russia
V.N. Richkov – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia
D. Sadoway – Prof., Dr., Massachusetts Institute of Technology, Boston, USA
G.A. Salishchev – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Belgorod National Research University, Belgorod, Russia
D.V. Shtansky – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), NUST MISIS, Moscow, Russia
V.M. Sizyakov – Prof., Dr. Sci. (Eng.), Saint-Petersburg Mining University, St. Petersburg, Russia
Stopic Srecko – Dr.-Ing. habil., RWTH Aachen University, Aachen, Germany
B.B. Straumal – Prof., Dr. Sci. (Phys.-Math.), Institute of Solid State Physics of the RAS, Chernogolovka, Moscow region
O.Yu. Tkacheva – Dr. Sci. (Chem.), Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS, Yekaterinburg, Russia
M. Verhaege – Prof., Dr., University of Gent, Belgium
G.M. Vol'dman – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Russian Technological University (MITHT), Moscow, Russia
G. Xanthopoulou – Dr., National Center for Scientific Research "Demokritos", Agia Paraskevi, Attica, Greece
A.L. Yerokhin – Prof., Dr., University of Manchester, United Kingdom
Onuralp Yücel – Prof., Dr., Istanbul Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey
Yu.P. Zaikov – Prof., Dr. Sci. (Chem.), Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the RAS, Yekaterinburg, Russia
R.Kh. Zhalavutdinov – Cand. Sci. (Phys.-Math.), A.N. Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the RAS, Moscow, Russia
M. Zinigrad – Prof., Dr., Ariel University, Ariel, Israel
A.I. Zouboulis – Prof., Dr., Aristotle University of Thessaloniki, Greece

Editorial Staff

Address: NUST MISIS, 4 build. 1 Leninskiy Prospekt, Moscow 119049, Russia

Phone: +7 (495) 638-45-35

E-mail: izv.vuz@misis.ru

Certificate of registration No. 015842 (13.03.1997)

Re-registration PI No. ΦC77-79229 (25.09.2020)

Subscription: Ural-Press Agency

Leading Editor – O.V. Sosnina

Executive Editor – A.A. Kudinova

Layout Designer – E.A. Legkaya

Signed print 21.08.2023. Format 60×90 1/8.

Offset paper No. 1. Digital printing. Quires 10.75

Order 17948. Free price

Printed in the printing house of the MISIS Publish House

4 build. 1 Leninskiy Prospekt, Moscow 119049, Russia. Phone/fax: +7 (499) 236-76-17



© NUST MISIS, Moscow, 2023

© Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy, 2023



Articles are available under Creative Commons Attribution Non-Commercial No Derivatives

Литейное производство

- 5 Варфоломеев М.С., Петров И.А.
Особенности изготовления отливок из алюминиевых сплавов по выжигаемым аддитивным FDM-моделям

Обработка металлов давлением

- 15 Демьяненко Е.Г., Попов И.П., Левагина А.А.
Совершенствование процесса формообразования в условиях плоского напряженного состояния растяжения

Металловедение и термическая обработка

- 24 Ри Х., Ри Э.Х., Ермаков М.А., Ким Е.Д.
Особенности формирования структуры сплавов системы Al–Ni–Zr, полученных при восстановлении оксидных соединений алюмотермией с применением СВС-металлургии
- 35 Шереметьев В.А., Лезин В.Д., Козик М.В., Молчанов С.А.
Совершенствование режима селективного лазерного плавления для изготовления пористых структур из сплава Ti–6Al–4V медицинского назначения
- 48 Лозован А.А., Бецофен С.Я., Ленковец А.С., Шалин А.В., Иванов Н.А.
Исследование влияния условий напыления системой инвертированных магнетронов на текстуру и остаточные напряжения в четырехслойных Ta/W-Ta/W-покрытиях
- 60 Илларионов А.Г., Водолазский Ф.В., Илларионова С.М., Космацкий Я.И., Ширинкина Н.А., Шабанов М.А.
Влияние структурно-фазового состояния на физико-механические свойства горячепрессованных труб из титанового сплава Ti–3Al–2,5V
- 70 Луц А.Р., Шерина Ю.В., Амосов А.П., Качура А.Д.
Жидкофазное получение методом СВС и термическая обработка композитов на основе алюминий-магниевого сплава, упрочненных высокодисперсной фазой карбида титана

Foundry

- 5 Varfolomeev M.S., Petrov I.A.
Consumable additive FDM models in the production of aluminum alloy castings

Pressure treatment of metals

- 15 Demyanenko E.G., Popov I.P., Levagina A.A.
Improving shape formation under conditions of plane tensile stress

Physical metallurgy and heat treatment

- 24 Ri Kh., Ri E.Kh., Ermakov M.A., Kim E.D.
Features of formation of the Al–Ni–Zr system alloy structure obtained by reducing oxide compounds by aluminothermy using SHS metallurgy
- 35 Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A.
Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti–6Al–4V porous structures for medical applications
- 48 Lozovan A.A., Betsofen S.Ya., Lenkovets A.S., Shalin A.V., Ivanov N.A.
Sputtering by inverted magnetrons: influence on the texture and residual stresses in four layer Ta/W-Ta/W coatings
- 60 Illarionov A.G., Vodolazskiy F.V., Illarionova S.M., Kosmatskiy Ya.I., Shirinkina N.A., Shabanov M.A.
Effect of structure and phase composition on the physical and mechanical properties of hot extruded titanium alloy Ti–3Al–2.5V tubes
- 70 Luts A.R., Sherina Yu.V., Amosov A.P., Kachura A.D.
Liquid matrix SHS manufacturing and heat treatment of Al–Mg composites reinforced with fine titanium carbide

УДК 621.74

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-5-14>

Научная статья

Research article



Особенности изготовления отливок из алюминиевых сплавов по выжигаемым аддитивным FDM-моделям

М.С. Варфоломеев, И.А. Петров

Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)
125993, Россия, г. Москва, Волоколамское шоссе, 4

✉ Максим Сергеевич Варфоломеев (varfolom2a@yandex.ru, varfolom2a@rambler.ru)

Аннотация: Приведены результаты исследований, направленные на совершенствование литейной технологии получения опытно-экспериментальных отливок из алюминиевых сплавов методом литья по выжигаемым моделям, изготовленным с применением 3D-печати. Для создания выжигаемых моделей использовали метод осаждения расплавленной нити (FDM – fused deposition modeling), а в качестве материала моделей был выбран биоразлагаемый материал – полилактид (PLA – polylactide). Установлено, что для уменьшения шероховатости выжигаемой PLA-модели необходимо проводить химическую постобработку ее поверхности дихлорметаном. В результате окунания модели в растворитель на 10 с она приобретает гладкую и глянцевую поверхность. Испытания механической прочности PLA-пластин на трехточечный статический изгиб показали, что данный показатель составляет в среднем ~ 45,1 МПа. Термомеханический анализ полилактида выявил, что в процессе нагрева керамической оболочки выше 150 °С полилактидная модель начинает интенсивно расширяться, оказывая существенное давление на керамическую оболочку. Для уменьшения напряжений в процессе удаления полилактидной модели из керамической формы необходимо максимально увеличить время нагрева в интервале температур 150–300 °С, а также целесообразно использовать пустотелые выжигаемые модели отливки со степенью заполнения ячеистой структуры не более 30 %. При этом напряжения в оболочке не будут превышать ее прочность. С помощью термогравиметрического анализа выявлены характерные температурные характеристики термодеструкции PLA-пластика. Установлено, что материал из полилактида полностью выгорает при нагреве до температуры 500 °С, не оставляя после себя остатков золы. Анализ результатов позволил определить технологические режимы выжигания полилактидных моделей из керамических форм. На принтере Picaso 3D Designer (Россия) были напечатаны PLA-модели, которые использовали для получения опытно-экспериментальных отливок из алюминиевых сплавов. Выявлено, что шероховатость поверхности (R_a) отливки, полученной по выжигаемой модели, обработанной дихлорметаном, уменьшается на 81,75 % – с 13,7 до 2,5 мкм.

Ключевые слова: литье по выжигаемым моделям, полилактид, 3D-печать, метод осаждения расплавленной нити, алюминиевые сплавы, шероховатость поверхности.

Для цитирования: Варфоломеев М.С., Петров И.А. Особенности изготовления отливок из алюминиевых сплавов по выжигаемым аддитивным FDM-моделям. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):5–14. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-5-14>

Consumable additive FDM models in the production of aluminum alloy castings

M.S. Varfolomeev, I.A. Petrov

Moscow Aviation Institute (National Research University)
4 Volokolamskoe shosse, Moscow 125993, Russia

✉ Maksim S. Varfolomeev (varfolom2a@yandex.ru, varfolom2a@rambler.ru)

Abstract: This article describes the results of a study aimed at improving production technology of experimental castings from aluminum alloys by investment casting using models produced by 3D printing. The consumable models were produced using fused deposition

modeling (FDM). Biodegradable polylactide (PLA) was used as a material for the models. In order to decrease the surface roughness of consumable PLA model, chemical post-treatment by dichloromethane needs to be performed. After immersion of the model into the solvent for 10s, its surface becomes smooth and glossy. Three-point static bending tests of PLA plates demonstrated a mechanical strength of average ~45.1 MPa. A thermomechanical analysis of polylactide demonstrated that in the course of heating of ceramic shell in excess of 150 °C, the polylactide model begins to expand intensively by exerting significant pressure on the ceramic shell. In order to decrease stress during the removal of polylactide model from ceramic mold, the heating time in the range of 150–300 °C needs to be heated to a maximum. The use of hollow consumable casting models with a cellular structure not higher than 30 % is also sensible. The stresses on the shell will not exceed its strength. Characteristic temperature properties of PLA plastic thermal destruction were detected using thermogravimetric analysis. Polylactide was established to completely burn out upon heating to 500 °C leaving no ash residue. Analysis of the results identified the burning modes of polylactide models from ceramic molds. Using a Picaso 3D Designer printer (Russia), the PLA models were printed used for production of experimental castings from aluminum alloys. It was revealed that the surface roughness (R_a) of a casting produced using a consumable model treated by dichloromethane decreases by 81.75 %: from 13.7 to 2.5 μm .

Keywords: investment casting, polylactide, 3D printing, fused deposition modeling (FDM), aluminum alloys, surface roughness.

For citation: Varfolomeev M.S., Petrov I.A. Consumable additive FDM models in the production of aluminum alloy castings. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):5–14. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-5-14>

Введение

Литье по выплавляемым/выжигаемым моделям — это традиционная технология производства высокоточных изделий. С помощью этого метода литья можно получать детали сложнейшей формы с тонкими стенками и высокой чистотой поверхности. Качество литых изделий по выплавляемым/выжигаемым моделям заметно превосходит другие способы литья, поэтому этот метод применяется в различных областях.

Основная проблема при единичном и мелкосерийном производствах изделий — высокие затраты на изготовление оснастки. Для традиционного изготовления керамической формы необходимо использовать выплавляемую/выжигаемую модель, которую получают в пресс-формах. Этот производственный процесс изготовления пресс-формы очень сложен, а стоимость изготовления такой оснастки чрезвычайно высока. Решается данная проблема путем интеграции в литейное производство современных аддитивных методов 3D-печати [1; 2]. Это относительно новая производственная технология, которая стала интенсивно развиваться и применяться в различных областях, в том числе и в литейном производстве [3–5]. Прямое выращивание выжигаемых моделей не только рентабельно для мелкосерийного и опытного производств, но также способно создавать очень сложные геометрические формы, которые было бы чрезвычайно сложно или слишком дорого получать традиционным способом [6].

Процесс изготовления выжигаемой модели с помощью 3D-печати позволяет снизить стоимость и время изготовления отливки и получать изделия сложной геометрии по сравнению с обычным

процессом литья по выплавляемым/выжигаемым моделям [7–9]. Эти преимущества нивелируются ступенчатостью поверхности модели, связанной с особенностью 3D-печати, которая отрицательно влияет на шероховатость поверхности и допуски на размеры отливок.

На сегодня самым доступным и распространенным методом 3D-печати является технология послойного наплавления разогретой полимерной нити (FDM — fused deposition modeling) [10]. Этот метод заключается в послойном нанесении расплавленного полимера с помощью экструдера. По сравнению с другими аддитивными процессами изготовления выжигаемых моделей, такими как стереолитография (SLA — stereolithography) и цифровая светодиодная проекция (DLP — direct light processing), 3D-печать методом FDM является одним из наиболее дешевых благодаря низкой цене на оборудование и расходные материалы, что обеспечивает его более широкую доступность [11].

Основными материалами, используемыми в 3D-печати FDM-методом, являются термопластики: акрилонитрилбутадиенстирол (ABS) [12,13], полилактид (PLA) [13,14], полиамид (PA) [15], полиэтилентерефталат-гликоль (PETG) [16], полиэфирэфиркетон (PEEK) [17], поликарбонат (PC) [18] и др.

В качестве альтернативы полимерам на нефтяной основе (ABS, PA, PETG, PEEK, PC) широкое применение во многих отраслях промышленности нашел биоразлагаемый биополимер — полилактид (PLA) на основе крахмала и полимолочной кислоты, который изготавливается из полностью возобновляемых природных материалов.

Полилактид представляет собой полностью биоразлагаемый термопластичный полиэфир — полимер молочной кислоты, полученной в процессе переработки кукурузы, крахмала, целлюлозы, сахарного тростника. Нетоксичность материала позволяет проводить процесс печати даже в плохо проветриваемых помещениях. Продукты термодеструкции полилактида считаются безвредными, а его горение происходит довольно медленно. Благодаря своей экологичности, биосовместимости, биоразлагаемости, возобновляемости, высокой жесткости и прочности на растяжение, а также легкости обработки использование PLA в мире растет. В этой связи ряд авторов рассматривают возможность его применения для изготовления выжигаемых моделей [19–22].

Основной целью работы было изучение технологических возможностей применения 3D-печати для быстрого производства выжигаемых моделей из полилактида с последующим изготовлением опытно-экспериментальных литых изделий из алюминиевых сплавов.

Материалы и методика исследований

Для изготовления выжигаемых моделей использовали метод осаждения расплавленной нити (FDM), в качестве материала моделей выбран полилактид (PLA). Катушка нити PLA диаметром 1,75 мм была предоставлена коммерческим производителем нитей для 3D-печати «Bestfilament» (Россия). Опытно-экспериментальные выжигаемые модели отливок и модели для механических испытаний изготавливали на принтере Picaso 3D Designer X (Россия) со степенью заполнения ячеистой структуры 30 %. Использовали сопло принтера диаметром 0,5 мм. Толщина наносимого слоя составляла 0,2 мм. Температуры печати и платформы во время процесса поддерживались на уровне 200 °C и 75 °C соответственно. Скорость печати — 20 мм/с. Для полировки поверхности PLA-моделей применяли дихлорметан. Модели отливок окунали на 5, 10 и 15 с непосредственно в растворитель.

Механические испытания на трехточечный изгиб PLA-образцов размерами 40×20×5 мм проводили на машине Instron 5982 (США). Скорость перемещения траверсы составляла 1 мм/мин, расстояние между опорами — 30 мм, количество испытанных образцов — 10 шт.

Керамические формы изготавливали по традиционной технологии литья по выплавляемым

моделям путем послойного нанесения на модельный блок керамической суспензии, состоящей из этилсиликатного связующего ЭТС-40 и наполнителя (пылевидного кварца), с последующей обсыпкой каждого слоя зернистым кварцем фракцией 0,2 мм. Всего было нанесено 5 слоев.

Прокалку керамических опытно-экспериментальных форм осуществляли в опорном наполнителе в электропечи сопротивления при $t = 900$ °C в атмосфере воздуха (длительность нагрева 5 ч) и выдержкой при этой температуре в течение 2 ч. Заливку керамических форм осуществляли алюминиевым сплавом АК7ч, химический состав которого следующий, мас. %: Al — основа, Si — 7,21, Mg — 0,36, Fe — 0,147, Cu — 0,011, Mn — 0,0026, что соответствует ГОСТ 1583-93.

Плавку сплава АК7ч массой 800 г проводили в муфельной электрической печи сопротивления СНОЛ-1,6.2,5.1/11-ИЗ. Предварительно осуществляли дегазацию расплава с помощью его продувки инертным газом (аргоном).

Расплав модифицировали стандартным флюсом состава 25%NaF + 62,5%NaCl + 12,5%KCl при температуре 740–750 °C. На поверхность расплава его засыпали ровным слоем в количестве 1,5 % от массы плавки. После выдержки в течение 10 мин при данной температуре флюс тщательно замешивали вглубь расплава. Спустя 15 мин после выстаивания расплава производили его заливку при $t = 710\div720$ °C в подогретые до 350 °C прокаленные керамические формы.

Опытно-экспериментальные отливки из сплава АК7ч подвергали термообработке согласно ГОСТ 1583-93 по режиму Т5 (закалка в воде при температуре 535 ± 5 °C в течение 4 ч, затем старение в течение 3 ч при 415 ± 5 °C).

Термогравиметрический (TGA) и дифференциальный термический (SDTA) анализы проводили на приборе TGA/SDTA 851 («Mettler Toledo», Швейцария) со скоростью нагрева 10 °C/мин до 1100 °C в атмосфере воздуха.

Термомеханический анализ (ТМА) пластика выполняли с использованием анализатора TMA/SDTA 840 («Mettler Toledo») в интервале $t = 20\div350$ °C.

Шероховатость (R_a) поверхности отливок на участке размером 50×50 мкм анализировали с помощью оптического профилометра MicroXAM-100 («KLA-Tencor Corp.», США). Для оценки шероховатости поверхности изделий были отобраны по 2 отливки (с обработкой дихлорметаном и без нее), на каждом образце исследовали по 3 области — в

каждой по 4 измерения. Статистический анализ полученных результатов осуществляли с применением компьютерной программы Statistica 10.

Результаты и их обсуждение

Основными направлениями работы были изучение возможности использования PLA-пластика в качестве материала для изготовления опытно-экспериментальных моделей в литье по выжигаемым моделям, а также определение температурных характеристик модельного материала.

Методами TGA и SDTA были исследованы термохимические превращения полилактида до 1100 °С, результаты которых представлены на рис. 1. Согласно кривой TGA при $t = 30\div 300$ °С каких-либо изменений не зафиксировано и масса образца практически не изменилась (потеря составила всего 1,09 %).

Термогравиметрические исследования показали, что основная потеря массы вещества происходит при повышении температуры до 390 °С и составляет 96,98 %, при этом на кривой SDTA наблюдается экзотермический эффект. При $t = 300\div 390$ °С происходит активная термодеструкция полимера (масса образца падает с 98,91 до 3,02 %). Полное выжигание полилактида происходит при $t \sim 500$ °С, при этом он полностью вы-

горает, не оставляя после себя остатков золы. Дальнейший его нагрев до 1100 °С практически не вызывает никаких изменений. Масса образца уходит в минус. Связано это прежде всего с удалением остаточной влаги из пористого керамического тигля в результате нагрева до 1100 °С.

По результатам термогравиметрического исследования можно сделать вывод, что образцы из PLA-пластика при нагреве выше 500 °С обладают нулевой зольностью. Стоит отметить, что зольность (твердый остаток) выжигаемой модели при прокатке керамических форм — это очень важный параметр, который должен быть минимальным или полностью отсутствовать. Повышенная зольность приводит к образованию остатков золы после прокаливания в теле оболочки, снижающих качество получаемых в них литых изделий.

Изучение термодеструкции модельного материала позволило определить температурные и временные параметры процесса удаления (выжигания) полилактида из керамической формы: температура выжигания — более 500 °С, длительность — не менее 1 ч.

Стоит отметить, что основной причиной разрушения керамической формы при выжигании полимерной модели является различие коэффициентов расширения керамики и полилактида. Для установления термомеханических характе-

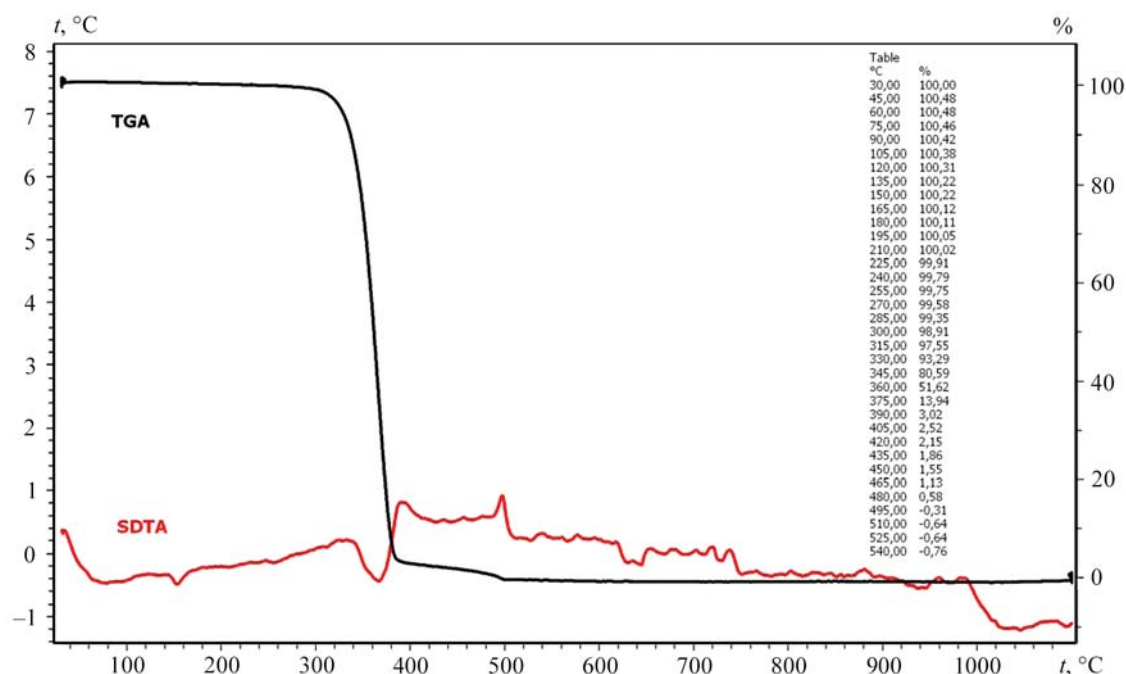


Рис. 1. Кривые TGA (черная) и SDTA (красная) полилактида

Fig. 1. TGA (black) and SDTA (red) curves of polylactide

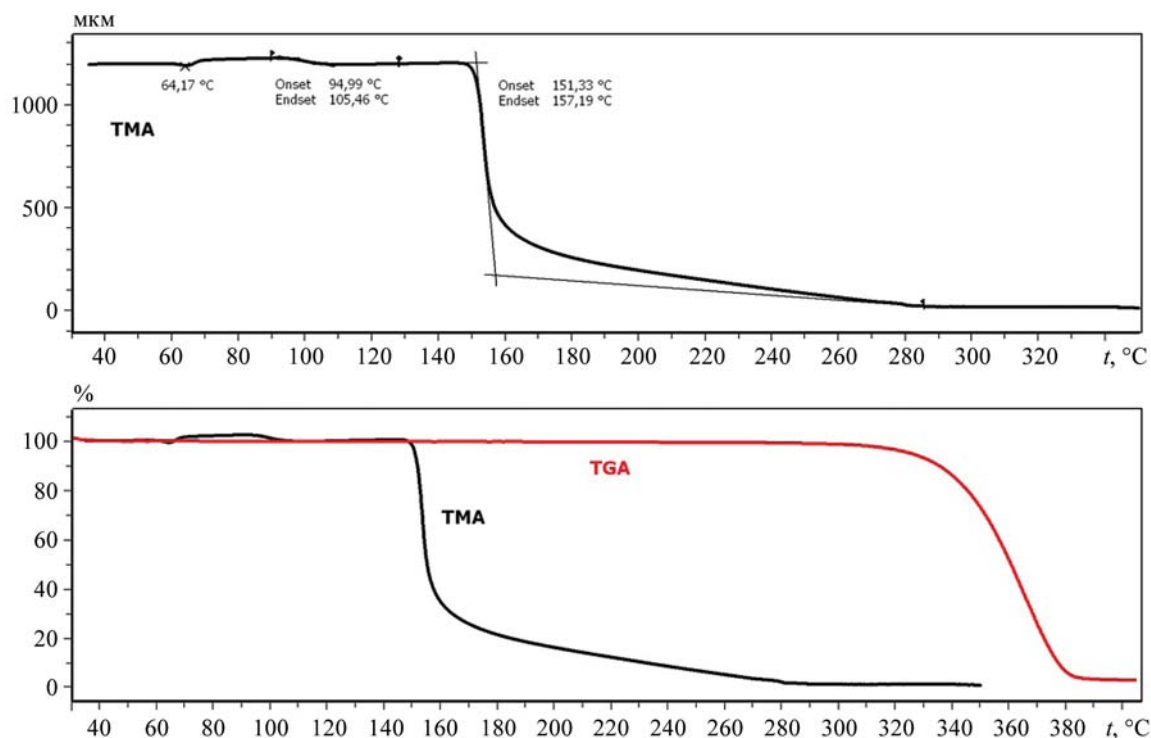


Рис. 2. Кривые TMA и TGA полилактида

Fig. 2. TMA and TGA curves of polylactide

ристик пластика был проведен TMA полилактида в интервале температур 20–350 °C (рис. 2). Как видно из представленных данных, в диапазоне $t = 20 \div 150$ °C каких-либо существенных изменений не зафиксировано. Активное расширение полилактида начинается при температуре выше 150 °C, что свидетельствует о начале плавления PLA-пластика.

В процессе нагрева керамической оболочки выше 150 °C полилактидная модель начинает интенсивно расширяться, оказывая существенное давление на керамическую оболочку. Поэтому для уменьшения напряжений в процессе удаления полилактидной модели из керамической формы необходимо максимально увеличить интервал времени нагрева в диапазоне $t = 150 \div 300$ °C, а также целесообразно использовать пустотелые выжигаемые модели отливки со степенью заполнения ячеистой структуры не более 30 %. При этом напряжения в оболочке не будут превышать ее прочность.

Применение технологии послойного наплавления полимерной нити для изготовления точных выжигаемых моделей ограничено ввиду высокой шероховатости поверхности и неточных размеров. Это связано с особенностями технологии их изготовления. При 3D-печати изделия в вертикальном

направлении на его поверхности образуется гофрированная структура (так называемый эффект лестницы) [23; 24].

Таким образом, для улучшения качества поверхности необходимы некоторые операции последующей постобработки [25–27]. В настоящее время для достижения гладкой поверхности изделий используют два основных подхода: химическое или механическое сглаживание [28–30]. Последний способ является малоэффективным при получении моделей со сложной геометрической поверхностью и развитой структурой. Химический метод сглаживания поверхности легколетучими растворителями является более эффективным.

В настоящей работе для уменьшения шероховатости поверхности выжигаемых моделей из PLA (рис. 3, а) использовали растворитель дихлорметан (CH_2Cl_2) [31]. Согласно проведенным исследованиям выдержка модели в дихлорметане в течение 10 с приводит к сглаживанию ее поверхности (рис. 3, в). При меньшей продолжительности выдержки в растворителе эффект лестницы частично сохраняется (рис. 3, б), а при большей — происходит вздутие поверхности модели (рис. 3, г).

Таким образом, благодаря такой простой, быстрой и экономичной химической обработке мо-

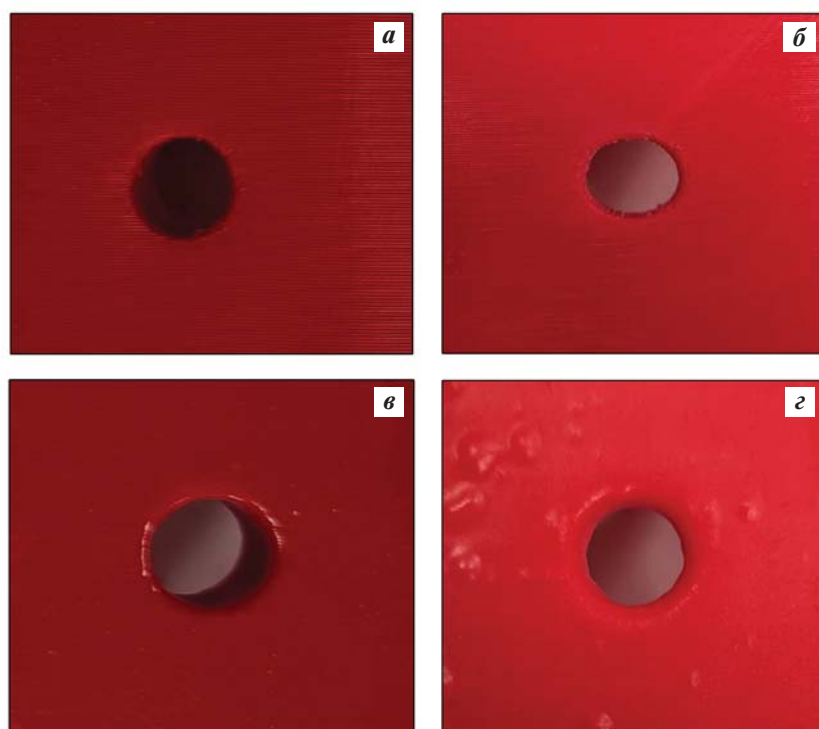


Рис. 3. Внешний вид поверхности выжигаемой PLA-модели

a — после 3D-печати; *б–г* — после обработки дихлорметаном в течение 5 с (*б*), 10 с (*в*) и 15 с (*г*)

Fig. 3. External view of surface of consumable PLA model

a — after 3D printing; *б–г* — after processing by dichloromethane for 5 s (*б*), 10 s (*в*) and 15 s (*г*)

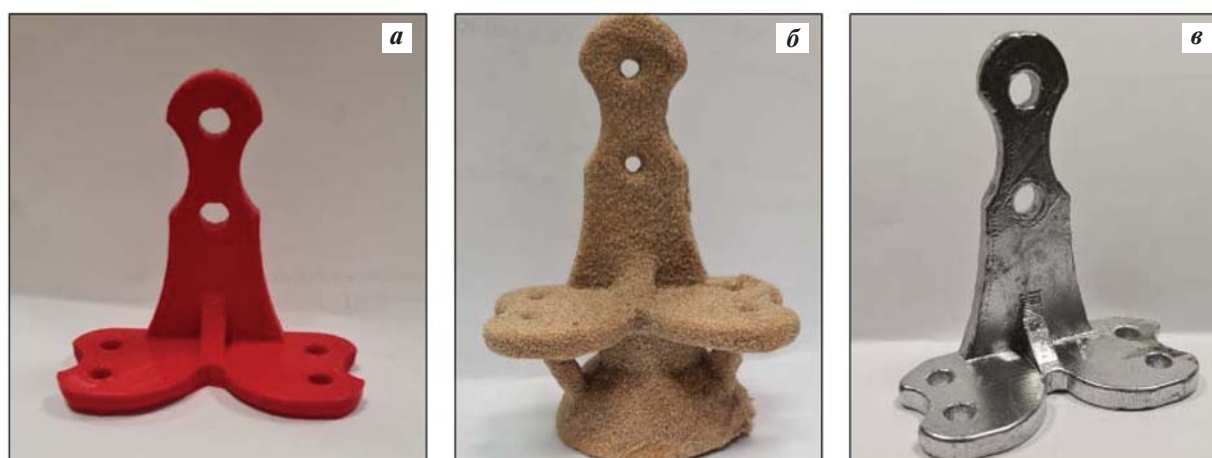


Рис. 4. Опытная PLA-модель (*a*), она же с нанесенным слоем керамики (*б*) и готовая алюминиевая отливка (*в*)

Fig. 4. Experimental PLA model (*a*), applied ceramic layer (*б*), and final aluminum casting (*в*)

дель приобретает гладкую и глянцевую поверхность, что позволяет снизить затраты на рабочую силу и режущий инструмент.

Исследования механической прочности PLA-пластин на трехточечный статический изгиб показали, что данный показатель составляет в среднем ~45,1 МПа. Для литейных выжигаемых моделей это

является довольно высоким результатом. Соответственно, в процессе эксплуатации (к примеру, на участке нанесения суспензии или при транспортировке модельных блоков) вероятность их случайной поломки или образования вмятин довольно низкая.

По результатам проведенных исследований на принтере Picaso 3D Designer X («Picaso 3D», Рос-



Рис. 5. Внешний вид отливки, полученной по выжигаемой необработанной модели (а) и после ее выдержки в дихлорметане (б)

Fig. 5. External view of casting produced using non-processed model (a) and after its holding in dichloromethane (b)

сия) были изготовлены опытно-экспериментальные модели из PLA-полимера (рис. 4, а). Для формирования керамической оболочки использовали кварцевую керамику на гидролизованном этилсиликатном связующем (рис. 4, б). На примере изготовления отливки типа «кронштейн» из сплава АК7ч показана возможность получения годных алюминиевых литых изделий (рис. 4, в).

Сравнительный анализ поверхности опытных отливок показал, что благодаря химической обработке выжигаемой модели дихлорметаном литое изделие приобретает гладкую поверхность (рис. 5).

Для оценки качества поверхности отливок с помощью лазерного оптического профилометра измеряли их шероховатость и сравнивали между собой. На рис. 6 представлены микрофотографии, а также 2D- и 3D-рельеф поверхности отливок. Изображения отливок выполнены в одинаковом масштабе. Замеры их шероховатости (R_a) осуществлялись в нескольких местах, указанных на рис. 5.

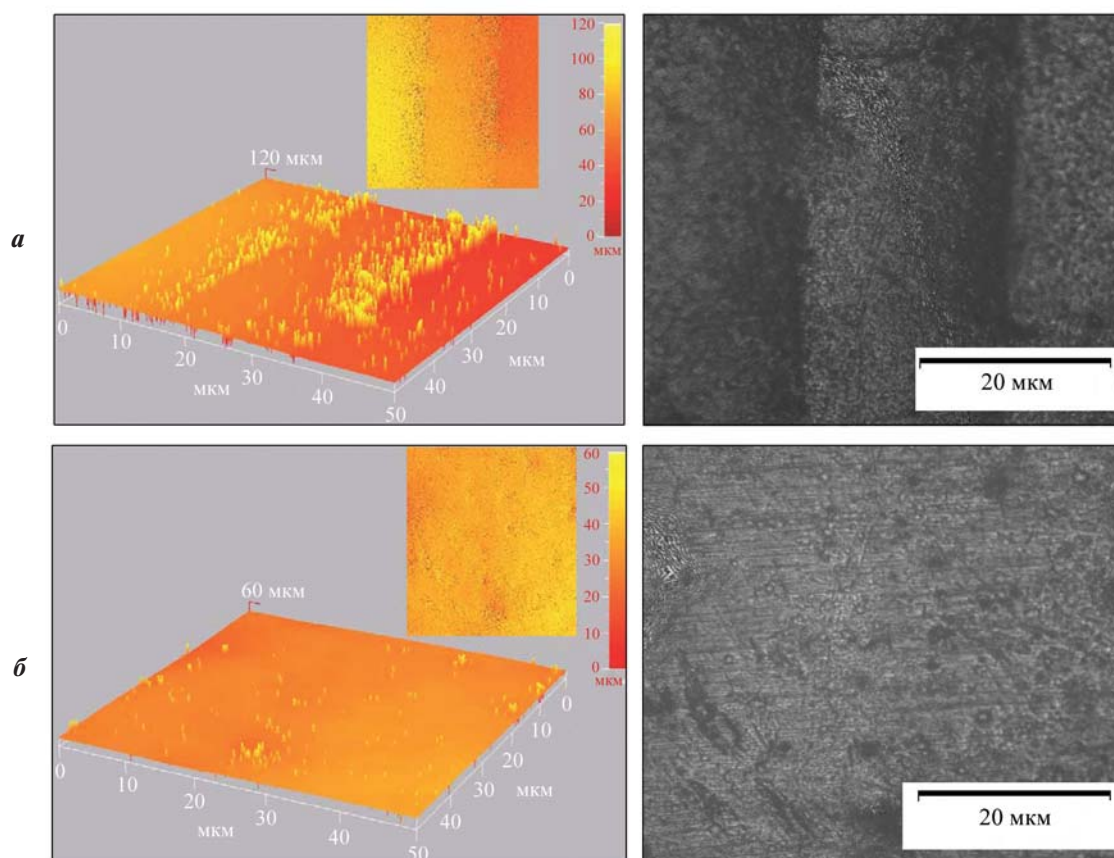


Рис. 6. Микрофотографии 2D- (справа) и 3D-изображения (слева) поверхности отливок, полученных по выжигаемым PLA-моделям, без обработки (а) и после выдержки в дихлорметане (б)

Fig. 6. Micro images 2D (on the right) and 3D (on the left), of surface of castings produced using consumable PLA models, without processing (a) and after holding in dichloromethane (b)

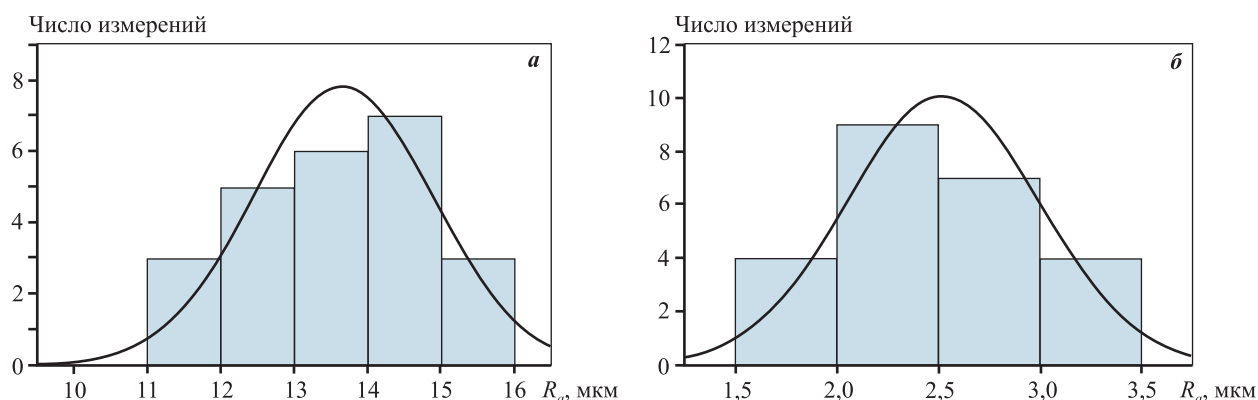


Рис. 7. Гистограммы распределения значений шероховатости (R_a) поверхности отливки, полученной по необработанной модели (**а**) и после ее обработки дихлорметаном (**б**)

Fig. 7. Distribution histograms of surface roughness (R_a) of casting produced using non-processed model (**a**) and after its processing by dichloromethane (**b**)

Как показано на рис. 6, шероховатость образцов значительно снизилась за счет использования химической постобработки выжигаемых моделей парами дихлорметана. На изображениях поверхности отливок, полученных по выжигаемым PLA-моделям и обработанным дихлорметаном, линии поверхности между соседними слоями отсутствуют (см. рис. 6, б). Наблюдается заметное уменьшение шероховатости и исключается эффект лестницы.

Значения шероховатости поверхности отливок, полученных по моделям до и после химической обработки, приведены рис. 7. Проверка нормальности распределения количественных показателей Колмогорова—Смирнова и Шапиро—Уилка показала адекватные результаты. Средние значения R_a уменьшаются с 13,7 до 2,5 мкм. У отливки, полученной по обработанной дихлорметаном выжигаемой модели, величина R_a составляет от 1,8 до 3,5 мкм, т.е. качество поверхности значительно улучшилось — шероховатость уменьшилась на 81,75 %.

Заключение

Настоящая исследовательская работа посвящена изучению технологических параметров применения 3D-печати для быстрого производства выжигаемых моделей из PLA-пластика с последующим изготовлением опытно-экспериментальных литых изделий из алюминиевых сплавов. Исследованы механические свойства и зольность выжигаемых образцов из полилактида, проведены термомеханический и термогравиметрический

анализы полимера, по результатам которых сделаны следующие основные выводы.

1. Прочность на статический изгиб напечатанных на 3D-принтере выжигаемых PLA-моделей составила ~45,1 МПа.

2. С помощью термогравиметрического анализа выявлены температурные характеристики термодеструкции PLA-полимера. Установлено, что материал из полилактида полностью выгорает при нагреве до температуры 500 °С, не оставляя после себя остатков золы.

3. В процессе нагрева керамической оболочки выше 150 °С полилактидная модель начинает интенсивно расширяться. С целью уменьшения напряжений в процессе ее выжигания необходимо максимально увеличить время нагрева в интервале температур 150—300 °С, а также целесообразно использовать пустотелые выжигаемые модели со степенью заполнения ячеистой структуры не более 30 %. При этом напряжения в оболочке не будут превышать ее прочность.

4. Для уменьшения шероховатости поверхности выжигаемых PLA-моделей необходимо использовать химическую постобработку. Лучшим растворителем для сглаживания слоев поверхности моделей является дихлорметан. В результате окунания модели в растворитель на 10 с модель приобретает гладкую и глянцевую поверхность.

5. Полученные результаты исследований технологических параметров были использованы и опробованы в лабораторных условиях, что позволило получить годные опытно-экспериментальные отливки типа «кронштейн» из алюминиевых

сплавов. Обнаружено, что у отливок, изготовленных с использованием выжигаемых моделей, обработанных дихлорметаном, достигается уменьшение шероховатости R_a с 13,7 до 2,5 мкм и исключается эффект лестницы.

Список литературы/References

1. Rosochowski A., Matuszak A. Rapid tooling: The state of the art. *Journal of Materials Processing Technology*. 2000;106(1-3):191–198. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(00\)00613-0](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(00)00613-0)
2. Harun W. S. W., Safian S., Idris M. H. Evaluation of ABS patterns produced from FDM for investment casting process. *WIT Transactions on Engineering Sciences*. 2009;64(3):319–328. <https://doi.org/10.2495/MC090301>
3. Bassoli E., Gatto A., Iuliano L., Violante M. 3D Printing technique applied to rapid casting. *Rapid Prototyping Journal*. 2007;13(3):148–155. <https://doi.org/10.1108/13552540710750898>
4. Choe C.M., Yang W.C., Kim U.H., Ri B.G., Om M.S. Manufacture of centrifugal compressor impeller using FDM and investment casting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2022;118:173–181. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-07894-7>
5. Gao M., Li L., Wang Q., Ma Z., Li X., Liu Z. Integration of additive manufacturing in casting: Advances, challenges, and prospects. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*. 2022;9:305–322. <https://doi.org/10.1007/s40684-021-00323-w>
6. Kumar P., Ahuja I.P.S., Singh R. Application of fusion deposition modelling for rapid investment casting. A review. *International Journal of Materials Engineering Innovation*. 2012;3(3–4):204–227. <https://doi.org/10.1504/IJMATEI.2012.049254>
7. Kumar P., Singh R., Ahuja I.P.S. Investigations for mechanical properties of hybrid investment casting: A case study. *Materials Science Forum*. 2015;808:89–95. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.808.89>
8. Kumar P., Singh R., Ahuja I.P.S. A framework for developing a hybrid investment casting process. *Asian Review of Mechanical Engineering*. 2013;2(2):49–55. <https://doi.org/10.51983/arme-2013.2.2.2346>
9. Badanova N., Perveen A., Talamona D. Concise review on pattern making process in rapid investment casting: Technology, materials & numerical modelling aspect. *Advances in Materials and Processing Technologies*. 2022;8:966–978. <https://doi.org/10.1080/2374068X.2021.1959113>
10. Vyavahare S., Teraiya S., Panghal D., Kumar S. Fused deposition modelling: a review. *Rapid Prototyping Journal*. 2020;26(1):176–201. <https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2019-0106>
11. Bakar N.S.A., Alkahari M.R., Boejang H. Analysis on fused deposition modelling performance. *Journal of Zhejiang University: Science A*. 2010;11(12):972–977. <https://doi.org/10.1631/jzus.A1001365>
12. Raney K., Lani E., Kalla D.K. Experimental characterization of the tensile strength of ABS parts manufactured by fused deposition modeling process. *Materials Today: Proceedings*. 2017;4:7956–7961. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.07.132>
13. Milde J., Hrušický R., Zaujec R., Morovic L., Görög A. Research of ABS and PLA materials in the process of fused deposition modeling method. In: *28th DAAAM International Symposium on Intelligent Manufacturing and Automation*. Vienna, Austria, 2017. Vol. 28. P. 812–820. <https://doi.org/10.2507/28th.daaam.proceedings.114>
14. Hanon M.M., Marczis R., Zsidai L. Influence of the 3D printing process settings on tensile strength of PLA and HT-PLA. *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*. 2020;65(1):38–46. <https://doi.org/10.3311/PPme.13683>
15. Knoop F., Schoeppner V. Mechanical and thermal properties of FDM parts manufactured with Polyamide 12. In: *26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin, 2015. P. 935–948.
16. Szykiedans K., Credo W., Osiński D. Selected mechanical properties of PETG 3-D prints. *Procedia Engineering*. 2017;177:455–461. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.02.245>
17. Xiaoyong S., Liangcheng C., Honglin M., Peng G., Zhanwei B., Cheng L. Experimental analysis of high temperature PEEK materials on 3D printing test. In: *9th International Conference on Measuring Technology and Mechatronics Automation (ICMTMA)* (14–15 Jan. 2017). Changsha, China, 2017. P. 13–16. <https://doi.org/10.1109/ICMTMA.2017.0012>
18. Domingo-Espin M., Puigoriol-Forcada J.M., Garcia-Granada A.A., Llumà J., Borros S., Reyes G. Mechanical property characterization and simulation of fused deposition modeling polycarbonate parts. *Materials & Design*. 2015;83:670–677. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.074>
19. Nguyen T.T., Tran V.T., Pham T.H.N., Nguyen V.-T., Thanh N.C., Thi H.M.N., Duy N.V.A., Thanh D.N., Nguyen V.T.T. Influences of material selection, infill ratio, and layer height in the 3D printing cavity process on the surface roughness of printed patterns and casted products in investment casting. *Micromachines*. 2023;14:395. <https://doi.org/10.3390/mi14020395>
20. Gallien F., Gass V., Mortensen A. Investment casting of periodic aluminum cellular structures using slurry-cast table salt moulds. *Materials & Design*. 2022;215:110488. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110488>
21. Ukey K., Hiremath S., Majumder H. Investigation of investment casting pattern using fused deposition modeling. *Engineering Science & Technology*. 2021;2:201–207. <https://doi.org/10.37256/est.222021904>
22. Никитин К.В., Тукабайов Б.Н., Дьячков В.Н., Никитин В.И., Деев В.Б., Баранов А.Ю. Совершенствование процесса литья в керамические формы за счет применения аддитивных технологий при изготов-

- лении модельных комплектов. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2021;27(5):58–66.
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2021-5-58-66>
- Nikitin K.V., Tukabayov B.N., D'yachkov V.N., Nikitin V.I., Deev V.B., Barinov A.Y. Improving the casting process in ceramic forms using additive technologies in manufacturing model kits. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2021;62(6):675–681.
<https://doi.org/10.3103/S106782122106016X>
23. Alsoufi M.S., Abdulrhman E.E. How surface roughness performance of printed parts manufactured by desktop FDM 3D printer with PLA+ is influenced by measuring direction. *American Journal of Mechanical Engineering*. 2017;5(5):211–23.
<https://doi.org/10.12691/ajme-5-5-4>
24. Caputo M., Rashwan O., Waryoba D., McDade K. Surface texture and thermo-mechanical properties of material extruded and ironed polylactic acid. *Additive Manufacturing*. 2022;59:103084.
<https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103084>
25. Kumar P., Ahuja I.S., Singh, R. Effect of process parameters on surface roughness of hybrid investment casting. *Progress in Additive Manufacturing*. 2016;1:45–53.
<https://doi.org/10.1007/s40964-016-0004-9>
26. Taşcıoğlu E., Kıtay Ö., Keskin A.Ö., Kaynak Y. Effect of printing parameters and post-process on surface roughness and dimensional deviation of PLA parts fabricated by extrusion-based 3D printing. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*. 2022;44(139).
<https://doi.org/10.1007/s40430-022-03429-7>
27. Garg P.K., Singh R., Ahuja I., Multi-objective optimization of dimensional accuracy, surface roughness and hardness of hybrid investment cast components. *Rapid Prototyping Journal*. 2017;23(5):845–857.
<https://doi.org/10.1108/RPJ-10-2015-0149>
28. Panda S.S., Chabra R., Kapil S., Patel V. Chemical vapour treatment for enhancing the surface finish of PLA object produced by fused deposition method using the Taguchi optimization method. *SN Applied Sciences*. 2020;2(916):1–13. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-2740-1>
29. Tiwary V.K., Arunkumar P., Deshpande A.S., Rangaswamy N. Surface enhancement of FDM patterns to be used in rapid investment casting for making medical implants. *Rapid Prototyping Journal*. 2019;25(5):904–914.
<https://doi.org/10.1108/RPJ-07-2018-0176>
30. Hashmi A.W., Mali H.S., Meena A. A comprehensive review on surface quality improvement methods for additively manufactured parts. *Rapid Prototyping Journal*. 2022;29(3):504–557.
<https://doi.org/10.1108/RPJ-06-2021-0133>
31. Jin Y., Wan Y., Liu Z. Surface polish of PLA parts in FDM using dichloromethane vapour. In: *The 3rd International Conference on Mechatronics and Mechanical Engineering (ICMME 2016)* (MATEC Web of Conferences). 2016. Vol. 95. P. 05001.
<https://doi.org/10.1051/mateconf/20179505001>

Информация об авторах

Максим Сергеевич Варфоломеев – к.т.н., доцент кафедры 1101, Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет) (МАИ (НИУ)).
<http://orcid.org/0000-0003-2164-6428>
 E-mail: varfolom2a@yandex.ru, varfolom2a@rambler.ru

Игорь Алексеевич Петров – к.т.н., доцент кафедры 1101, МАИ (НИУ).
<http://orcid.org/0000-0001-6393-1900>
 E-mail: petrovia2@mai.ru

Information about the authors

Maksim S. Varfolomeev – Cand. Sci. (Eng.), Assistant Professor, Department 1101, Moscow Aviation Institute (National Research University) (MAI (NRU)).
<http://orcid.org/0000-0003-2164-6428>
 E-mail: varfolom2a@yandex.ru, varfolom2a@rambler.ru

Igor' A. Petrov – Cand. Sci. (Eng.), Assistant Professor, Department 1101, MAI (NRU).
<http://orcid.org/0000-0001-6393-1900>
 E-mail: petrovia2@mai.ru

Вклад авторов

М.С. Варфоломеев – определение цели работы, проведение экспериментов, написание текста статьи.

И.А. Петров – испытания образцов на прочность, измерение шероховатости поверхности, участие в обсуждении результатов.

Contribution of the authors

M.S. Varfolomeev – determined the research objectives, conducted experiments, wrote the manuscript.

I.A. Petrov – tested the samples for strength, measured the surface roughness, participated in the discussion of the results.

Статья поступила в редакцию 21.03.2023, доработана 23.05.2023, подписана в печать 25.05.2023

The article was submitted 21.03.2023, revised 23.05.2023, accepted for publication 25.05.2023

УДК 621.983.3

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-15-23>

Научная статья

Research article



Совершенствование процесса формообразования в условиях плоского напряженного состояния растяжения

Е.Г. Демьяненко, И.П. Попов, А.А. Левагина

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34

✉ Алина Александровна Левагина (aline.levagina@yandex.ru)

Аннотация: В ракетно-космической и авиационной технике активно применяются тонкостенные осесимметричные детали усеченной сужающейся формы, изготовленные из листовых заготовок. Совершенствование процессов их формообразования, в основе которых направленное изменение толщины материала с целью получения деталей с минимальной разнотолщи́нностью, позволит обеспечить ведущие позиции предприятий авиационной и космической отраслей промышленности, а также гарантирует снижение трудозатрат. Данная работа посвящена исследованию возможности получения тонкостенных осесимметричных деталей усеченной сужающейся формы одним из способов листовой штамповки в условиях плоского напряженного состояния растяжения (отбортовкой). Выявлен механизм и проведен анализ напряженно-деформированного состояния заготовки в процессе формоизменения с учетом выражения минимизации между заданной и технологически возможной толщинами. Разработана математическая модель рассматриваемого способа формообразования, основанного на процессе отбортовки. Теоретические исследования основывались на положениях теории пластического деформирования листовых материалов путем совместного решения приближенных дифференциальных уравнений равновесия сил, уравнений связи, условия пластичности и основных определяющих соотношений при заданных начальных и граничных условиях. С целью исключения ошибок при проектировании инструмента для перспективной реализации способа на изготовленной штамповой оснастке, а также для подтверждения теоретических выводов по выбору технологических параметров и достижения минимальной разнотолщи́нности проведено моделирование процесса отбортовки в программном комплексе LS-DYNA с исходными данными конической заготовки из стали 12X18H10T: угол конусности $16,4^\circ$, толщина $S_{\text{заг}} = 0,3$ мм. Представлены этапы компьютерного моделирования с указанием основных параметров процесса, таких как модель материала, механические характеристики материала заготовки, тип элементов, кинематические нагрузки, условия контактного взаимодействия элементов между собой и т.д.

Ключевые слова: отбортовка, толщина, тонкостенная, минимизация, формообразование, процесс, инженерный метод, напряжения, LS-DYNA, моделирование.

Для цитирования: Демьяненко Е.Г., Попов И.П., Левагина А.А. Совершенствование процесса формообразования в условиях плоского напряженного состояния растяжения. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):15–23.

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-15-23>

Improving shape formation under conditions of plane tensile stress

E.G. Demyanenko, I.P. Popov, A.A. Levagina

Samara National Research University
34 Moscovskoe shosse, Samara 443086, Russia

✉ Alina A. Levagina (aline.levagina@yandex.ru)

Abstract: Thin-walled axisymmetric truncated parts made of sheet billets are actively used in rocket and aerospace engineering. Improvement to their shape formation, based on directed material thickness change will ensure the production of parts with minimum thickness variation. This will also enable aviation and space industry enterprises to attain leading positions, as well as reduce labor costs. This work studies the

possibility of obtaining thin-walled axisymmetric parts of truncated tapered shape using one of the methods of sheet metal stamping under flat tensile stress conditions (flanging). The mechanism was identified and the analysis of the stress-strain state of the billet during deformation was carried out. This takes into account the minimizing of the difference between the specified and technologically possible thicknesses. A mathematical model was developed to consider the shaping method based on the process of flanging. Theoretical studies were based on the principles of the plastic deformation theory of sheet materials. This was achieved by the following factors: approximate differential equations of force equilibrium; equations of constraint; plasticity conditions; and fundamental constitutive relations under given initial and boundary conditions. The process of flanging was simulated using the LS-DYNA software package with the following initial data of a conical billet made of 12Kh18N10T steel: cone angle 16.4° , thickness $S_{\text{billet}} = 0.3$ mm. The aim was to eliminate errors in designing a tool for future implementation of the method on a manufactured die tooling, as well as to confirm the theoretical conclusions on the selection of technological parameters and achieve minimal thickness variation. The steps of computer modeling are presented, indicating the main process parameters such as material model, mechanical characteristics of the workpiece material, type of elements, kinematic loads, conditions of contact interaction of elements with each other, etc.

Keywords: flanging, thickness, thin-walled, minimization, shape formation, process, engineering method, stresses, LS-DYNA, simulation.

For citation: Demyanenko E.G., Popov I.P., Levagina A.A. Improving shape formation under conditions of plane tensile stress. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):15–23. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-15-23>

Введение

Обшивки отсеков, обтекателей, топливные баки различных форм и размеров, баллоны хранения газов, сопловые оболочки, оболочки камер сгорания двигателей и другие детали, применяемые в ракетно-космической и авиационной индустрии, должны обеспечивать заданные эксплуатационные характеристики, а также удовлетворять конструкторским требованиям, которые определяют технологическую возможность их изготовления [1–4]. Известные способы формообразования [5–7] таких деталей не в полной степени обеспечивают получение необходимой и равномерно распределенной их толщины (например, при многократной вытяжке разнотолщинность может достигать 80 %), что влечет за собой увеличение числа технологических переходов, снижение коэффициента использования материала из-за последующей механической обработки и общее повышение издержек производства. Сопутствующими проблемами при этом являются гофрообразование (локальная потеря устойчивости деформирования) и ухудшение качества поверхности.

Чтобы избежать проявления дефектов [8–10] у тонкостенных деталей с отношением заданной толщины заготовки к ее большему диаметру $S_{\text{зад}}/D < 0,08$, формообразование проводится в условиях напряженного состояния, близкого к плоскому напряженному состоянию растяжения, например с использованием процессов отбортовки и формовки. Кроме того, важно разрабатывать процесс таким образом, чтобы толщина заготовки изменялась в направлении, связанном с заданной толщиной детали. Для этого в реальных процессах деформирования становится важным обеспечить минимальную разнотолщинность детали, которая

определяется как выражение минимизации в виде интегральной квадратичной разницы между заданной и технологически возможной толщинами.

В связи с этим цель настоящей работы состояла в разработке методики получения деталей заданной толщины из конической заготовки путем отбортовки.

Теоретические исследования процесса отбортовки для получения тонкостенных осесимметричных деталей усеченной сужающейся формы

В работе отражены результаты исследования только для относительно невысоких деталей (отношения высоты к большему диаметру $H/D \approx 1$ и диаметра к относительной кривизне $D/R_p < 0,045$). Рассмотрим способ изготовления подобных тонкостенных осесимметричных деталей усеченной сужающейся формы с минимальной разнотолщинностью из конической заготовки на основе процесса отбортовки. При этом используем теорию пластического деформирования листовых материалов с учетом анизотропии механических свойств исходной заготовки и оценку условий устойчивого формообразования при плоском напряженном состоянии растяжения. При минимизации выражения разницы между заданной и технически возможной толщинами расширяются возможности анализа процессов. На рис. 1 представлена схема устройства, поясняющая способ отбортовки детали из конической заготовки.

Коническая заготовка 4 зажимается между матрицей 3 и прижимом 2, обеспечивая неподвижную часть фланца заготовки под прижимом во время формообразования. Так, например, при опуска-

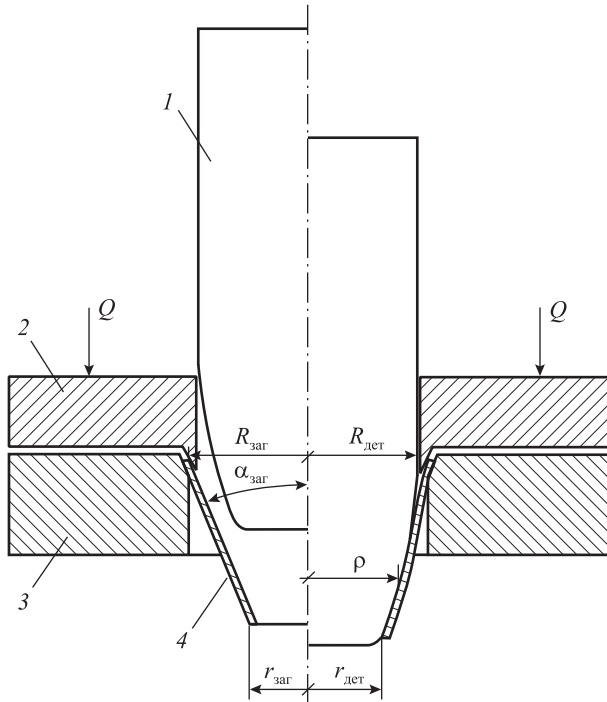


Рис. 1. Геометрическая схема формообразования

1 – пуансон, 2 – прижим, 3 – матрица, 4 – заготовка/деталь
 $R_{\text{заг}}$ и $R_{\text{дет}}$ – наибольшие радиусы заготовки и детали, мм;
 $\alpha_{\text{заг}}$ – угол конусности заготовки, град; $r_{\text{заг}}$ и $r_{\text{дет}}$ – наименьшие радиусы заготовки и детали, мм; Q – усилие и направление прижима, Н; ρ – текущий радиус детали, мм

Fig. 1. Geometric layout of shape formation

1 – punch, 2 – blank holder, 3 – mold, 4 – workpiece/part
 R_{billet} and R_{part} are the major radii of billet and part, mm;
 α_{billet} is the billet cone angle, deg.; r_{billet} and r_{part} are the minor radii of billet and part, mm; Q is the force and direction of clamping, N;
 ρ – is the current radius of part, mm

нии пуансона 1 вниз, за счет разной конфигурации геометрии пуансона и заготовки, в первую очередь происходят касание и деформирование заготовки в элементах меньшего диаметра. По мере опускания пуансона элементы заготовки с координатами большего диаметра вступают в зону очага деформации. Процесс прекращается в момент начала пластической деформации кромки заготовки.

За счет размеров и геометрии пуансона и заготовки возможно регулировать толщину последней по длине образующей и в результате получать деталь с толщиной, либо близкой к постоянной, с минимальной разнотолщинностью, либо с переменной (монотонной), близкой к заданной, и также с минимальной разнотолщинностью (с ее уменьшением от элементов кромки малого диаметра к элементам с большего диаметра, и наоборот). Основными факторами, влияющими на описанное выше распределение толщины стенки

детали, являются угол наклона образующей конической заготовки, трение, механические свойства заготовки (например, коэффициент анизотропии трансверсально-изотропного тела) [11].

Направленное изменение толщины заготовки к заданной толщине детали возможно путем варьирования постоянных в процессе технологических параметров [12] (размеров заготовки, геометрии инструмента, коэффициента трения, граничных условий, показателей механических свойств и т.д.) и требует аналитически [13–15] представленного и решенного выражения минимальной разнотолщинности [16–18]:

$$\iint_F (S_{\text{зад}} - S_T)^2 dF \rightarrow \min, \quad (1)$$

где $S_{\text{зад}}$ – заданная толщина детали, мм; S_T – технологически возможная толщина, которая получается после формообразования заготовки, мм; F – площадь детали по срединной поверхности, мм².

Математическое условие достижения заданного распределения постоянной толщины стенки детали для реализации предложенного способа запишем в виде

$$\int_{r_{\text{дет}}}^1 \left[(\bar{S}_{\text{зад}} - 1) - Q \left(1 - \frac{\bar{r}_{\text{заг}}}{\bar{\rho}} \right) \right]^2 d\rho \rightarrow \min, \quad (2)$$

где $\bar{S}_{\text{зад}} = S_{\text{зад}}/S_{\text{заг}}$, $\bar{r}_{\text{заг}} = r_{\text{заг}}/R_{\text{дет}}$ и $\bar{\rho} = \rho/R_{\text{дет}}$.

Обозначим величину Q :

$$Q = (1 - \mu) [(1 + \bar{\sigma}_{\rho k}) / (\mu \bar{\sigma}_{\rho k} - 1)] = \text{const}, \quad (3)$$

где $\bar{\sigma}_{\rho k} = \sigma_{\rho} / \sigma_{\theta}$ – соотношение напряжений, которое определяется инженерным методом с использованием уравнения равновесия в полярной системе координат [19]. Для случая формообразования заготовки при допущении, что дополнительное давление $q = 0$, оно примет вид

$$\rho \frac{d\sigma_{\rho}}{d\rho} + d\sigma_{\rho} - d\sigma_{\theta} - \frac{f\rho}{\sin \alpha_0} \left(\frac{\sigma_{\rho}}{R_{\rho}} + \frac{\sigma_{\theta}}{R_{\theta}} \right) = 0,$$

где R_{ρ} и R_{θ} – радиусы детали в меридиональном и тангенциальном направлениях; σ_{ρ} и σ_{θ} – напряжения в меридиональном и тангенциальном направлениях, Па; f – коэффициент трения на внутренней поверхности заготовки; α_0 – угол наклона образующей детали к оси, град.

Запишем условие пластичности при отбортовке:

$$\beta \sigma_s = \sigma_{\theta}, \quad (4)$$

где $\beta = 2 / \sqrt{7 - 6\mu}$ – коэффициент, определяющий

напряженно-деформированное состояние процесса с учетом анизотропии механических свойств исходной заготовки [20].

При геометрическом соотношении $\rho = R_\theta \cos \alpha$ и допущении $\sigma_\rho / R_\rho = 0$ запишем уравнение равновесия:

$$\bar{\rho} \frac{d\sigma_\rho}{d\bar{\rho}} + \sigma_\rho - \beta \sigma_s (1 + f \operatorname{ctg} \alpha) = 0, \quad (5)$$

где α — угол наклона касательной к оси детали, проведенной в средней части очага деформации, град.

Считая, что на соотношение напряжений $\sigma_\rho / \sigma_\theta$, как показано в работе [19], упрочнение [21–23] и изменение толщины не оказывают влияния, можно найти напряжения σ_ρ в заготовке при граничных условиях: $\sigma_\rho = 0$, $\bar{\rho} = \bar{r}_{\text{дет}}$ и $\bar{\rho} = \rho / R_{\text{дет}}$.

Будем считать, что напряжение в очаге деформации постоянно и равно среднему интегральному значению. Его величину определим по известной формуле [19] с учетом, что меридиональное напряжение равно

$$\sigma_\rho = \beta (1 + f \operatorname{ctg} \alpha) (1 - \bar{r}_{\text{дет}} / \bar{\rho}), \quad (6)$$

тогда среднее интегральное значение

$$\bar{\sigma}_{\rho k} = \frac{\sigma_{\rho k}}{\sigma_\theta} = \frac{(1 + f \operatorname{ctg} \alpha) \int_{\bar{r}_{\text{дет}}}^1 (1 - \bar{r}_{\text{дет}} / \bar{\rho}) d\bar{\rho}}{1 - \bar{r}_{\text{дет}}}. \quad (7)$$

После алгебраических преобразований получим

$$\bar{\sigma}_{\rho k} = (1 + f \operatorname{ctg} \alpha) \frac{1 - \bar{r}_{\text{дет}} (1 - \ln \bar{r}_{\text{дет}})}{1 - \bar{r}_{\text{дет}}}. \quad (8)$$

Далее необходимо определить соотношение $\bar{r}_{\text{заг}} / \bar{\rho}$. Примем следующее допущение:

$$\bar{r}_{\text{заг}} = a + b\bar{\rho}. \quad (9)$$

При $\bar{\rho} = \rho / R_{\text{дет}}$ и $\bar{r}_{\text{заг}} = r_{\text{заг}} / R_{\text{дет}} = 1$ выражение (7) запишется в виде

$$\bar{b} = 1 - \bar{a}. \quad (10)$$

С учетом (10) уравнение (9) будет представлено в следующей форме:

$$\bar{r}_{\text{заг}} = \bar{a} + (1 - \bar{a})\bar{\rho} = \bar{a}(1 - \bar{\rho}) + \bar{\rho}. \quad (11)$$

Проведем минимизацию для случая изменения заданной толщины детали: ее уменьшения от большего диаметра. При такой схеме отбортовки (рис. 1) определяющая зависимость заданной толщины описывается формулой

$$\bar{S}_{\text{зад}} = 1 - [m / (1 - \bar{r}_{\text{дет}})] (1 - \bar{\rho}), \quad (12)$$

где $m = 1 - S_{\text{зад}} / S_{\text{заг}} < 1$.

Запишем условие минимизации (2) с учетом (12):

$$\int_{\bar{r}_{\text{дет}}}^1 \left[-\frac{m}{1 - \bar{r}_{\text{дет}}} (1 - \bar{\rho}) + Q \left(1 - \frac{\bar{r}_{\text{заг}}}{\bar{\rho}} \right) \right]^2 d\bar{\rho} \rightarrow \min. \quad (13)$$

Выражение (14) с учетом (11) примет вид

$$\int_{\bar{r}_{\text{дет}}}^1 \left[-\frac{m}{1 - \bar{r}_{\text{дет}}} (1 - \bar{\rho}) + Q \bar{a} \left(\frac{1}{\bar{\rho}} - 1 \right) \right]^2 d\bar{\rho} \rightarrow \min. \quad (14)$$

Варьируя по $\bar{a}$ и взяв производную, получим следующее выражение:

$$\bar{a} = \frac{\frac{m}{1 - \bar{r}_{\text{дет}}} \int_{\bar{r}_{\text{дет}}}^1 \left[(1 - \bar{\rho}) \left(\frac{1}{\bar{\rho}} - 1 \right) \right] d\bar{\rho}}{\left[Q \int_{\bar{r}_{\text{дет}}}^1 \left(\frac{1}{\bar{\rho}} - 1 \right)^2 d\bar{\rho} \right]}. \quad (15)$$

После интегрирования оно примет вид

$$\bar{a} = \frac{-\frac{m}{1 - \bar{r}_{\text{дет}}} \left[-\ln \bar{r}_{\text{дет}} - 2(1 - \bar{r}_{\text{дет}}) + 0,5 - \frac{\bar{r}_{\text{дет}}^2}{2} \right]}{Q(1/\bar{r}_{\text{дет}} + 2 \ln \bar{r}_{\text{дет}} - \bar{r}_{\text{дет}})}. \quad (16)$$

Определим относительную технологически возможную толщину детали по формуле

$$\bar{S}_T = 1 + Q(1 - \bar{r}_{\text{заг}} / \rho). \quad (17)$$

С использованием формул (3), (9), (12) и (16) получены значения $m = 0,1$, $\bar{\sigma}_{\rho k} = 0,3311$, $Q = -0,7976$, $a = -0,1497$ и построено распределение технологически возможной и заданной толщин выпуклой детали со следующими параметрами: больший радиус $R_{\text{дет}} = 22,35$ мм; меньший — $r_{\text{дет}} = 11,05$ мм; радиус кривизны детали в меридиональном направлении $R_\rho = 1000$ мм. Деталь получена из заготовки с углом конусности $\alpha_{\text{заг}} = 16,4^\circ$ при формообразовании с коэффициентом трения на внутренней поверхности заготовки $f = 0,05$ и с учетом коэффициента анизотропии трансверсально-изотропного тела $\mu = 0,5$.

Полученные данные позволили построить распределение относительной технологически возможной толщины детали вдоль очага деформации согласно предложенной методике (рис. 2).

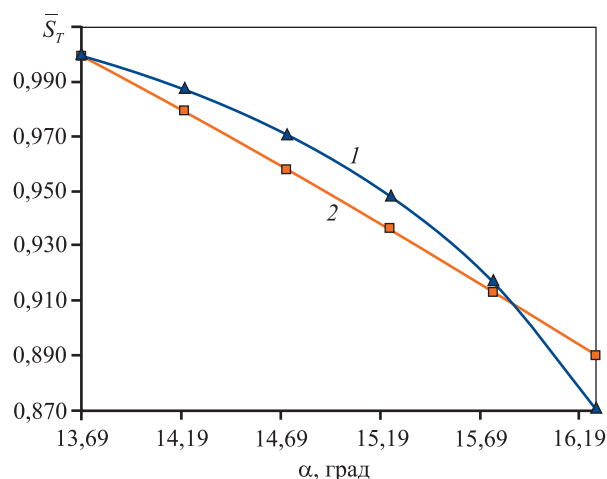


Рис. 2. Распределение относительной технологически возможной при $f=0,05$ и $\mu=0,5$ (1) и относительной заданной (2) толщин тонкостенной выпуклой детали

Fig. 2. Distribution of relative technologically possible at $f=0.05$ and $\mu=0.5$ (1) and relative preset (2) thickness of a thin-walled convex part

Моделирование процесса формообразования в программном комплексе LS-DYNA

С целью исключения ошибок при проектировании инструмента для перспективной реализации способа на изготовленной штамповой оснастке [24] применим метод моделирования формообразования в специализированных конечно-элементных программных комплексах. Для расчета технологических процессов используются различные программы, такие как LS-DYNA, ANSYS, Abaqus, QFORM, DEFORM и др. Несмотря на то, что исследованию пластического течения посвящено немало научной литературы, теоретические формулы могут быть выведены только для относительно простых процессов (гибки, вытяжки, осадки) и с существенными допущениями, а также заготовок простой формы (круглой, цилиндрической, квадратной). Однако при использовании заготовок сложной формы и разработке более совершенных технологий обработки металлов давлением (ОМД) такие формулы дают значительную погрешность, а приближенные методы сложны в освоении и поиске решения.

Решением указанной проблемы может быть применение программ, основанных на методе конечных элементов, например ANSYS/LS-DYNA, являющейся одной из лучших в своей области. Она предназначена для расчетов быстротекущих и динамических процессов и, кроме того, идеально

подходит для решения задач ОМД, включая холодную листовую штамповку. Программа позволяет выявить опасные зоны и участки модели, в которых возможно разрушение, и определить все необходимые параметры:

- напряженно-деформируемое состояние заготовки и инструмента в любой точке и в любой момент времени;
- энергетические параметры процесса;
- величины усилий и моментов, нормальных и касательных сил;
- контактные параметры;
- многое другое, что необходимо для понимания процессов, происходящих в заготовке.

В наши дни существует широкий выбор программ моделирования различных сценариев [25–31], которые успешно применяются в различных сферах машиностроения.

Необходимость решения поставленных задач именно в системе LS-DYNA объясняется в том числе возможностью расчета тонкостенных оболочек. Кинематическая схема моделируемого процесса изображена на рис. 3.

Геометрия заготовки и инструмента (прижим, матрица, пуансон) проектировалась в системе трехмерного моделирования АСКОН «Компас-3D»

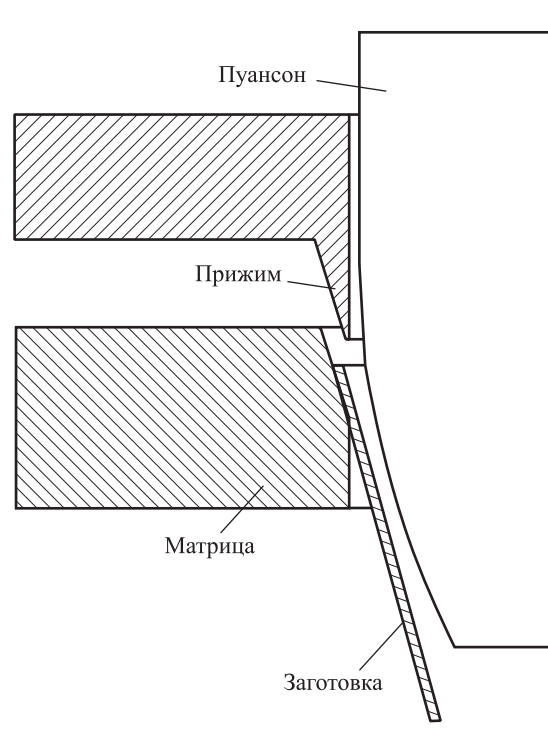


Рис. 3. Кинематическая схема процесса отбортовки

Fig. 3. Kinematic diagram of flanging

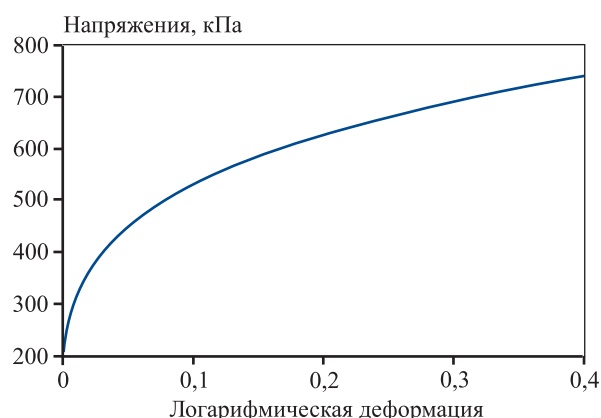


Рис. 4. Экспериментальная кривая упрочнения стали 12X18N10T

Fig. 4. Experimental hardening curve of 12Kh18N10T steel

[32] и экспортировалась в распространенном формате обмена данными между CAD/CAE приложениями — Iges. Непосредственно в ANSYS/LS-DYNA пуансону, матрице и заготовке был присвоен тип элемента — Shell, оболочечный элемент. Для узлов фланца заготовки было задано ограничение BOUNDARY_SPC, запрещающее перемещение по осям и вращение вокруг них. Команда выполняет функции прижима и матрицы. Задются граничные условия и ограничения степеней свободы пуансона, благодаря которым инструмент перемещается только по оси OZ . Коэффициент трения между пуансоном и заготовкой был равен 0,05. После позиционирования объектов по оси OZ для них строились правильная (четырёхугольная) сетка конечных элементов с длиной ребра 1 мм для заготовки и смешанная сетка с длиной ребра 2 мм для пуансона. В качестве модели материала пуансона и заготовки были выбраны жесткая модель MAT_RIGID и поперечно-анизотропная — MAT_TRANSVERSELY_ANISOTROPIC_ELASTIC_PLASTIC соответственно.

Для задания свойств [33] материала заготовки (12X18N10T) была введена экспериментальная кривая упрочнения данной конструкционной стали, полученная при испытании на простое растяжение (рис. 4).

Результаты

Для описания свойств материала тонкостенной заготовки толщиной $S_{\text{заг}} = 0,3$ мм из стали 12X18N10T были введены следующие параметры:

- плотность стали — $7\,920 \text{ кг/мм}^3$;
- модуль упругости — 198 ГПа ;

- коэффициент Пуассона — 0,29;
- коэффициент, учитывающий анизотропию трансверсально-изотропного материала заготовки — 0,5.

Результаты моделирования представлены на рис. 5.

Для сравнительного анализа результатов моделирования выберем точки вдоль образующей осесимметричной детали (рис. 6) и построим зависимость, отражающую значения толщины в этих точках (рис. 7). Для наглядности добавим на график относительную заданную толщину детали, что позволит сделать вывод о полученном минимальном отклонении толщины детали от заданной, не превышающей 2,0 %.

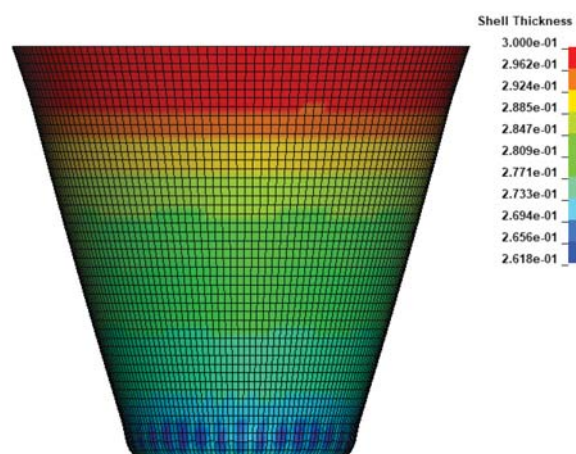


Рис. 5. Распределение толщины (мм) стенки осесимметричной детали

Fig. 5. Distribution of wall thickness (mm) of an axisymmetric part

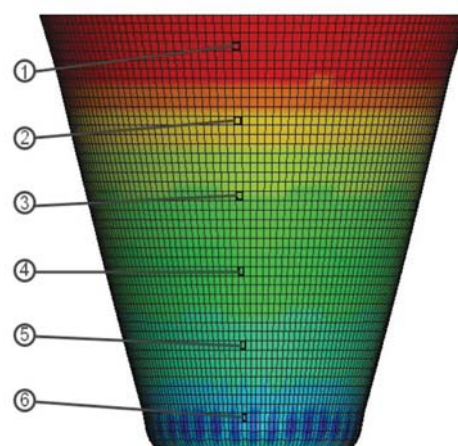


Рис. 6. Выбор точек по образующей осесимметричной детали

Fig. 6. Selection of points along the generatrix of an axisymmetric part

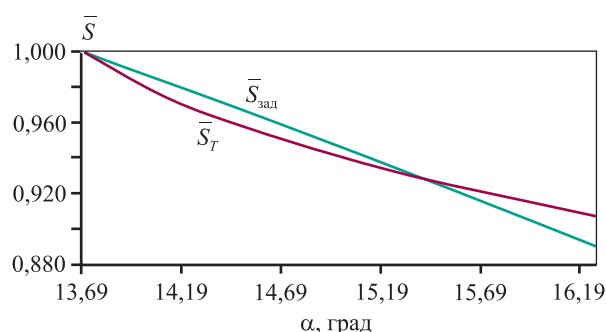


Рис. 7. Распределение относительных значений технологически возможной толщины (по результатам моделирования) и заданной толщины тонкостенной выпуклой детали

Fig. 7. Distribution of relative technologically possible thickness according to the results of simulation and relative preset thickness of a thin-walled convex part

Выводы

По результатам исследования были сделаны следующие выводы.

1. Максимальное расхождение данных моделирования и теоретических не превышает 1,5 %. Минимальная разнотолщинность наблюдается при угле пуансона 15,36°, а максимальная — при 16,79° (см. рис. 7).

2. Сравнение результатов моделирования и теоретических исследований по предложенной методике указывает на их удовлетворительное согласование.

3. Было достигнуто необходимое распределение толщины (см. рис. 6): ее уменьшение от больших радиусов к меньшим с минимальным отклонением от заданного значения.

Список литературы/References

- Shanmuganatan S.P., Kumar V.S.S. Experimental investigation and finite element modeling on profile forming of conical component using Al 3003 (O) alloy. *Materials & Design*. 2012;36:564–569. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.11.066>
- Bambach M., Voswinckel H., Hirt G. A new process design for performing hole-flanging operations by incremental sheet forming. *Procedia Engineering*. 2014;81:2305–2310. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.10.325>
- Попов В.Г., Ярославцев Н.Л. Жидкостные ракетные двигатели. М.: МАТИ, 2001. 171 с.
- Rezchikov A.F., Kochetkov A.V., Zakharov O.V. Mathematical models for estimating the degree of influence of major factors on performance and accuracy of coordinate measuring machines. *MATEC Web Conf*. 2017;129:01054. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201712901054>
- Cao T., Lu B., Ou H., Long H., Chen J. Investigation on a new hole-flanging approach by incremental sheet forming through a featured tool. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2016;110:1–17. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2016.08.003>
- Григорьев А.В., Карачунский А.Д., Шингель Е.Г., Михайлов А.А. Способ изготовления полых осесимметричных изделий с фланцем: Авт. св-во 1636089 (СССР). 1991.
- Романовский В.П. Справочник по холодной штамповке. 6-е изд. Л.: Машиностроение, 1979. 520 с.
- You D., Cai D., Wang Y., Zhou F., Ruan Z. Novel hydromechanical reverse drawing method for thin-walled aluminum alloy sheet forming. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2022; 120(5):3741–3756. <https://doi.org/10.1007/s00170-022-08936-4>
- Чумадин А.С., Ершов В.И., Ковалев А.Д., Дебердеев Е.М. Способ изготовления тонкостенных оболочек: Авт. св-во 1465152 (СССР). 1989.
- Яковлев С.С., Ремнев К.С. Складкообразование при вытяжке осесимметричных деталей из анизотропного материала. *Известия высших учебных заведений. Машиностроение*. 2014;9:39–47. <https://doi.org/10.18698/0536-1044-2014-9-39-47>
- Yakovlev S.S., Remnev K.S. Folding when drawing axisymmetric parts from anisotropic material. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Mashinostroenie*. 2014;9: 39–47. (In Russ.). <https://doi.org/10.18698/0536-1044-2014-9-39-47>
- Song Y., Dai D., Geng P., Hua L. Formability of aluminum alloy thin-walled cylinder parts by servo hot stamping. *Procedia Engineering*. 2017;207:741–746. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.822>
- Frącz W., Stachowicz F., Trzepieciński T. Investigations of thickness distribution in hole expanding of thin steel sheets. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 2012;3:279–283. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2012.06.006>
- Непершин Р.И. Вытяжка тонкостенной конической оболочки из плоской заготовки. *Механика твердого тела*. 2010;1:139–153.
Nepershin R.I. Thin-walled conical shell drawing from a plane blank. *Mechanics of solids*. 2010;45:111–122. <https://doi.org/10.3103/S0025654410010140>
- Wankhede P., Narayanaswamy N. G., Suresh K., Priyadarshini A. A portable device for single point strain analysis in sheet metal forming processes. *HardwareX*. 2022: e00371. <https://doi.org/10.1016/j.ohx.2022.e00371>

15. Dou W., Xu Z., Han Y., Huang F. A ductile fracture model incorporating stress state effect. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2022; 107965. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2022.107965>
16. Демьяненко Е.Г., Попов И.П. Проектирование технологических процессов формообразования тонкостенных осесимметричных деталей летательных аппаратов: Учебное пособие. Самара: Изд-во СГАУ, 2014. 144 с.
17. Демьяненко Е.Г., Попов И.П. Технология листовой штамповки. Часть 1. Способы деформирования, основанные на процессах формовки, отбортовки и вытяжки тонкостенных осесимметричных деталей. Самара: Изд-во СГАУ, 2013. 112 с.
18. Попов И.П. Направленное изменение толщины листовой заготовки в процессах пластического деформирования: Учебное пособие. Самара: Изд-во СГАУ, 2006. 74 с.
19. Сторожев М.В., Попов Е.А. Теория обработки металлов давлением. М.: Машиностроение, 1971. 424 с.
20. Гречников Ф.В. Деформирование анизотропных материалов. М.: Машиностроение, 1998. 448 с.
21. Дмитриев А.М., Воронцов А.Л. Аппроксимация кривых упрочнения металлов. *Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением*. 2004;(1):23–26. Dmitriev A.M., Vorontsov A.L. Approximation of metal hardening curves. *Kuznechno-shtampovochnoe proizvodstvo. Obrabotka materialov davleniem*. 2004;(1):23–26. (In Russ.).
22. Лысов М.И., Закиров И.М. Пластическое формообразование тонкостенных деталей авиатехники. М.: Машиностроение, 1983. 176 с.
23. Лысов М.И., Соснов Н.В. Формообразование деталей гибкой. М.: Машиностроение, 2001. 388 с.
24. Takuda H., Tanaka Y., Hatta N. Finite element analysis of forming limit in bore expanding of aluminium alloy sheets. *Archive of Applied Mechanics*. 1998;68(7):566–576. <https://doi.org/10.1007/s004190050187>
25. Гун Г.Я. Математическое моделирование процессов обработки металлов давлением. М.: Металлургия, 1983. 352 с.
26. Radonjic R., Liewald M. New process design for reduction of springback by forming with alternating blank draw-in. *Procedia Manufacturing*. 2019;29:217–224. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.02.129>
27. Guan Y., Li C., Guo S., Lin P. A novel combined process of flaring-upsetting for forming end flanges on thin-walled tubes. *Journal of Manufacturing Processes*. 2022;84:927–936. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.10.051>
28. Dewang Y., Purohit R., Tenguria N. A study on sheet metal hole-flanging process. *Materials Today: Proceedings*. 2017;4(4):5421–5428. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.05.053>
29. Синь Л., Евсюков С.А., Чжунци Ю. Исследования процесса вытяжки в коническую матрицу. *Известия Тульского государственного университета. Технические науки*. 2019;9:513–520. Sin' L., Evsiukov S.A., Zhongqi Yu. Studies of the process of drawing into a conical matrix. *Izvestiia Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Tekhnicheskie nauki*. 2019; 9:513–520. (In Russ.).
30. Кухарь В.Д., Малышев А.Н., Бессмертная Ю.В. Вытяжка низких прямоугольных коробок из профильных заготовок. *Черные металлы*. 2019;1:39–42. Kukhar' V.D., Malyshev A.N., Bessmertnaia Yu.V. Extraction of low rectangular boxes from profile blanks. *Chernye metally*. 2019;1:39–42. (In Russ.).
31. Сосенушкин Е.Н., Кадымов В.А., Яновская Е.А., Татаринцев А.А., Сосенушкин А.Е. К вопросу о моделировании напряженно-деформированного состояния при обработке материалов давлением. *Известия ТулГУ. Технические науки*. 2017;11(1):82–100. Sosenushkin E.N., Kadymov V.A., Ianovskaia E.A., Tatarintsev A.A., Sosenushkin A.E. On the issue of modeling the stress-strain state in the processing of materials by pressure. *Izvestiia TulGU. Tekhnicheskie nauki*. 2017;11(1):82–100. (In Russ.).
32. Большаков В.П., Чагина А.В. 3D-моделирование в КОМПАС-3D версий V17 и выше: Учебное пособие для вузов. СПб: Питер, 2021. 256 с.
33. Шинкин В.Н. Прямая и обратная нелинейная аппроксимация зоны упрочнения стали. *Черные металлы*. 2019; (3): 32–37. Shinkin V.N. Direct and inverse nonlinear approximation of the hardening zone of steel. *Chernye metally*: 2019;(3): 32–37.

Информация об авторах

Елена Геннадьевна Демьяненко — д.т.н., профессор кафедры обработки металлов давлением, вед. науч. сотрудник научно-исследовательской лаборатории пластического деформирования специальных материалов (НИЛ-37), Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва.

<https://orcid.org/0000-0003-2518-9762>

E-mail: e-dem@mail.ru

Игорь Петрович Попов — д.т.н., профессор кафедры обработки металлов давлением, вед. науч. сотрудник НИЛ-37, Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва.

<https://orcid.org/0000-0001-6497-0004>

E-mail: igr_popov@mail.ru

Алина Александровна Левагина — лаборант НИЛ-37, Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва.

<https://orcid.org/0000-0002-7270-6008>

E-mail: aline.levagina@yandex.ru

Information about the authors

Elena G. Demyanenko — Dr. Sci. (Eng.), Professor, Department of Metal Forming, Leading Researcher of the Research Laboratory of Plastic Deformation of Special Material (RL-37), Samara National Research University.

<https://orcid.org/0000-0003-2518-9762>

E-mail: e-dem@mail.ru

Igor P. Popov — Dr. Sci. (Eng.), Professor, Department of Metal Forming, Leading Researcher of RL-37, Samara National Research University.

<https://orcid.org/0000-0001-6497-0004>

E-mail: igr_popov@mail.ru

Alina A. Levagina — Laboratory Assistant of RL-37, Samara National Research University.

<https://orcid.org/0000-0002-7270-6008>

E-mail: aline.levagina@yandex.ru

Вклад авторов

Е.Г. Демьяненко — научное руководство, подготовка текста, проведение экспериментов, формулировка выводов.

И.П. Попов — формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, корректировка выводов, проведение расчетов.

А.А. Левагина — проведение математического моделирования, проектирование оснастки, подготовка текста статьи.

Contribution of the authors

E.G. Demyanenko — scientific guidance, wrote the manuscript, conducted experiments, formulated the conclusions.

I.P. Popov — formulated the main concept, set the goal and objectives of the study, revised the conclusions, performed the calculations.

A.A. Levagina — mathematical simulation, tooling design, wrote the manuscript.

Статья поступила в редакцию 14.04.2023, доработана 12.05.2023, подписана в печать 15.05.2023

The article was submitted 14.04.2023, revised 12.05.2023, accepted for publication 15.05.2023

УДК 669.1

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-24-34>

Научная статья

Research article



Особенности формирования структуры сплавов системы Al–Ni–Zr, полученных при восстановлении оксидных соединений алюмотермией с применением СВС-металлургии

Х. Ри, Э.Х. Ри, М.А. Ермаков, Е.Д. Ким

Тихоокеанский государственный университет
680035, Россия, г. Хабаровск, ул. Тихоокеанская, 136

✉ Евгений Давидович Ким (jenya_1992g@mail.ru)

Аннотация: Настоящая работа посвящена установлению закономерности влияния добавки циркония в количестве 2,21, 3,29, 3,69 и 6,92 мас.% на структурообразование, характер распределения элементов и микротвердость структурных составляющих в сплавах системы Al–Ni–Zr, полученных алюмотермией с применением СВС-металлургии. Установлены и научно обоснованы закономерности формирования структурных составляющих и их микротвердости от содержания циркония в сплавах Al–Ni (50 мас.% Ni). Методами электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа элементов идентифицированы структурные составляющие. Структура исходного сплава состоит из алюминидов никеля Al_3Ni_2 (β' -фаза) и Al_3Ni . Легирование сплава цирконием в количестве 2,21 мас.% приводит к кристаллизации циркониевого алюминида никеля $Al_2(Ni,Zr)$. При дальнейшем увеличении содержания циркония (более 2,21 мас.%) кристаллизуются комплексно-легированные интерметаллидные соединения – алюминиды Zr, W, Si и циркониды Ni. Установлена закономерность снижения растворимости Ni в алюминидах никеля Al_3Ni_2 и Al_3Ni и их микротвердости по мере увеличения содержания циркония от 2,21 до 6,92 мас.% в сплавах Al–Ni–Zr. В алюминиде никеля с цирконием $Al_2(Ni,Zr)$ это способствует уменьшению растворимости Ni, Al и повышению концентраций Si и Zr. Легирование сплава Al–Ni цирконием в количестве более 2,21 мас.% способствует повышению твердости (HRA), несмотря на снижение микротвердости металлической основы (Al_3Ni_2 , Al_3Ni и $Al_2(Ni,Zr)$). Основной причиной повышения твердости сплавов Al–Ni–Zr является кристаллизация комплексно-легированных интерметаллидов – алюминидов Zr, W, Si и цирконидов никеля, обладающих, вероятно, повышенной микротвердостью. Таким образом, легирование сплава Al–Ni цирконием позволяет получить пластичную металлическую основу из алюминидов никеля Al_3Ni_2 , Al_3Ni и $Al_2(Ni,Zr)$ и высокотвердые комплексно-легированные интерметаллиды.

Ключевые слова: сплав Al–Ni, сплав Al–Ni–Zr, структурообразование, микрорентгеноспектральный анализ, микротвердость, твердость, алюминиды никеля, СВС-металлургия.

Благодарности: Исследования проводились в ЦКП «Прикладное материаловедение» ФГБОУ ВО «Тихоокеанский государственный университет» при финансовой поддержке Министерства науки и образования Российской Федерации в рамках НИР № АААА-А20-120021490002-1 государственной регистрации государственного задания.

Для цитирования: Ри Х., Ри Э.Х., Ермаков М.А., Ким Е.Д. Особенности формирования структуры сплавов системы Al–Ni–Zr, полученных при восстановлении оксидных соединений алюмотермией с применением СВС-металлургии. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):24–34. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-24-34>

Features of formation of the Al–Ni–Zr system alloy structure obtained by reducing oxide compounds by aluminothermy using SHS metallurgy

Kh. Ri, E.Kh. Ri, M.A. Ermakov, E.D. Kim

Pacific National University
136 Tikhookeanskaya Str., Khabarovsk 680035, Russia

✉ Evgeniy D. Kim (jenya_1992g@mail.ru)

Abstract: This work is focused on establishing the regularity of the effect of zirconium (2.21; 3.29; 3.69 and 6.92 wt.% Zr) on structure formation, the nature of distribution of elements and the microhardness of structural components in the Al–Ni–Zr system alloys obtained by

© 2023 г. Х. Ри, Э.Х. Ри, М.А. Ермаков, Е.Д. Ким

aluminothermy using the SHS metallurgy. Regularities of the formation of structural components and their microhardness depending on the content of zirconium in Al–Ni alloys (50 wt.%) have been identified and scientifically substantiated. Structural components were identified by the methods of electromicroscopic studies and X-ray microanalysis of elements. The structure of the initial alloy consists of Al_3Ni_2 (β' -phase) and Al_3Ni nickel aluminides. Zirconium doping of the alloy in the amount of 2.21 wt.% leads to crystallization of zirconium nickel aluminide $\text{Al}_2(\text{Ni,Zr})$. With further increase in the content of zirconium (more than 2.21 wt.% Zr), complex alloyed intermetallic compounds crystallize – Zr, W, Si aluminides and Ni zirconides. A regularity was established in the decrease of the solubility of nickel in nickel aluminides Al_3Ni_2 and Al_3Ni and their microhardness as the zirconium content increases in the Al–Ni–Zr alloys from 2.21 to 6.92 wt.%. In nickel aluminide with zirconium $\text{Al}_2(\text{Ni,Zr})$, this contributes to a decrease in the solubility of Ni, Al and increase in the concentration of Si and Zr. Zirconium doping of the Al–Ni alloy in the amount over 2.21 wt.% contributes to an increase in hardness (*HRA*), despite a decrease in the microhardness of the metal base (Al_3Ni_2 , Al_3Ni and $\text{Al}_2(\text{Ni,Zr})$). The main reason for increasing the hardness of the Al–Ni–Zr alloys is the crystallization of complex-alloyed intermetallides – Zr, W, Si aluminides and nickel zirconide, which probably have an increased microhardness. Thus, zirconium doping of the Al–Ni alloy makes it possible to obtain a plastic metal base from nickel aluminides Al_3Ni_2 , Al_3Ni and $\text{Al}_2(\text{Ni,Zr})$ and complex-alloyed intermetallides with high hardness.

Keywords: Al–Ni alloy, Al–Ni–Zr alloy, structure formation, X-ray spectral microanalysis, microhardness, hardness, nickel aluminides, SHS metallurgy.

Acknowledgments: The research was carried out at the Center for Collective Use “Applied Materials Science” of the Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “Pacific National University” with the financial support of the Ministry of Science and Education of the Russian Federation within the framework of research work No. AAAA-A20-120021490002-1 state registration of the state task.

For citation: Ri Kh., Ri E.Kh., Ermakov M.A., Kim E.D. Features of formation of the Al–Ni–Zr system alloy structure obtained by reducing oxide compounds by aluminothermy using SHS metallurgy. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):24–34. (In Russ.).

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-24-34>

Введение

Высокие стойкость к окислению и теплопроводность алюминиды никеля сыграли роль при его выборе в качестве материала для эксплуатации при высоких температурах, особенно в аэрокосмической, автомобильной и энергетической отраслях [1; 2]. В связи с недавними исследованиями по экономии топлива низкая плотность этого интерметаллида является огромным дополнительным преимуществом. Интерметаллическая структура NiAl способствует структурной стабильности даже при критически более высоких температурах, которые имеют важное инженерное значение. Это стало возможным благодаря особой фазе структуры B2, которая сохраняется даже до температуры плавления, что делает ее идеально подходящей для высокотемпературных конструкционных применений [3]. К сожалению, основным препятствием для разнообразной применимости этого интерметаллида являются плохие механические свойства при комнатной температуре, особенно его пластичность и вязкость при разрушении. Были выявлены нехватка систем скольжения и сложность их передачи через границы зерен как единственные «виновники» хрупкости NiAl [4].

На протяжении многих лет и в настоящее время изучаются различные подходы к улучшению ограничений этого интерметаллида, чтобы максимально использовать его многофункциональность. Исследователи включали пластичные фазы в хрупкую систему, использовали пути направленного

затвердевания, уточняли размеры зерен, изучали термическую обработку, добавляли редкоземельные металлы и даже недавно интегрировали наноструктуры в матрицы NiAl [5–10]. Но в анализируемых работах нет информации по легированию сплавов системы Ni–Al редкими металлами, такими как Sc и Zr.

Между тем при старении в алюминиевых сплавах, легированных Sc, наблюдалось образование когерентных осадков L_{12} . [11; 12], которые продемонстрировали высокую термическую стабильность, что дает возможность использования сплавов Al с Sc при более высоких температурах. При этом в структуре не выявлено нежелательное огрубление фаз, что благотворно сказывается на увеличении прочности при комнатной температуре и температурах термообработки. Цирконий, имея более низкий коэффициент диффузии, чем скандий, также образует метастабильный когерентный осадок L_{12} . Недостатком использования Zr является еще меньшая максимальная растворимость в Al, чем Sc, — всего 0,078 ат.% [12], что ограничивает использование этих легирующих элементов при реализации традиционной технологии производства NiAl.

Решением проблемы получения NiAl может являться перспективная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), имеющая ряд экономических преимуществ [13]. Данный процесс позволяет формировать ар-

мирующие фазы в матричном сплаве. Метод используется для синтеза алюминидов никеля, являющихся металлической матрицей в современных функциональных материалах. Благодаря высокой температуре эндогенных процессов появляется возможность получения по короткой схеме литых композитных сплавов [14–21].

Использование высокотемпературных процессов восстановления оксидов тугоплавких металлов представляется экономически целесообразным [21–24]. Настоящее исследование является продолжением работы [22], где содержание Zr в сплаве Al–Ni–Zr варьировалось от 0 до 3,52 мас.%.

Таким образом, задачей настоящей работы являлось получение легированных цирконием алюминидов никеля при их синтезе из оксидных соединений никеля и бадделеитового концентрата Дальневосточного региона методом СВС-металлургии, а также исследование влияния циркония на структурообразование, ликвационные процессы и микротвердость структурных составляющих сплава системы Al–Ni–Zr.

Методики и материалы

Исходными веществами для шихты служили:

- NiO (99,5 мас.%, ТУ 6-09-3642-74, ОСЧ 10-2);
- бадделеитовый концентрат (табл. 1);
- кальций фтористый CaF_2 (98,0 мас.%, ТУ 2621-007-69886968-2015 с изм.1);
- NaNO_3 (ХЧ, ГОСТ 4168-79);
- порошок алюминия (98,0 мас.%, ПА-4, ГОСТ 6058-73).

Состав шихты в долевых частях был следующим: $\text{Al} : \text{NiO} : \text{CaF}_2 : \text{NaNO}_3 : \text{ZrSiO}_4 = 10 : 10 : 12 : 6 : X$, где $X = 1,5, 2,0, 2,5$ и $8,0$ долевых частей ZrSiO_4 .

Металлотермическую плавку проводили в жаропрочных металлических тиглях, футерованных огнеупорным материалом. Шихту готовили смешиванием навески массой 50 г с размольными шарами $\varnothing 40$ мм в планетарной мельнице Pulverisette 3 («Fritsch», Германия), представляющей собой герметичную емкость объемом 0,5 л, при скорости 500 об./мин в течение 15–20 мин. Эксперимент

проводили на открытом воздухе. Шихту поджигали при насыпной массе после вибрационного уплотнения. Реакцию инициировали электрозапалом сверху. Далее реакция протекала без внешнего подогрева. В результате плавки образовывались 2 слоя продуктов в виде металлической и шлаковой фаз, разделенных за счет гравитационного разделения и наличия в составе шихты фтористого кальция, выступающего в качестве флюса.

Для определения закономерности и усреднения полученных результатов проводили по 5 плавов на каждую концентрацию бадделеитового концентрата.

В рамках данной работы использовали образцы с размерами исследуемой поверхности порядка $1,5 \text{ см}^2$ и высотой от 5 до 10 мм. Маркировку осуществляли перманентным маркером. Для исследования равномерности распределения элементов по объему проводили обработку поверхности поперечного разреза. Фиксировали образцы путем горячей заливки в сплав Розе. Использовали абразивное шлифование при помощи шлифовальных шкурок на вращающемся круге с уменьшением размера зерна после каждой обработки.

Для обеспечения более высокого качества исследуемой поверхности применяли абразивную полировку при помощи фетровой ткани на вращающемся круге и абразивных паст на основе оксида хрома с различным размером абразивных частиц — от 9 до 1 мкм. Для удаления продуктов полировки и других загрязнений с поверхности образцов применяли ультразвуковую чистку в среде ацетона.

Использованы следующие современные методы исследования:

- рентгенофазовый анализ сплавов с помощью дифрактометра ДРОН-7;
- микрорентгеноспектральный анализ для определения содержания элементов в различных структурных составляющих сплавов — на аналитическом исследовательском комплексе на базе FE-SEM SU-70 («Hitachi», Япония) с энергодисперсионной (Thermo Scientific Ultra Dry) и волновой (Thermo Scientific Magna Ray) приставками;

Таблица 1. Состав бадделеитового концентрата, мас.%

Table 1. Composition of baddeleyite concentrate, wt. %

ZrO ₂	CaO	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	TiO ₂	WO ₃	Примеси
72,83	0,86	10,28	0,89	10,19	0,25	2,35	1,35

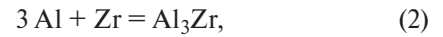
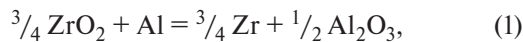
— испытания на микротвердость (H_{50}) по стандартной методике на приборе HNV-G21DT («Shimadzu», Япония);

— оценка пористости методом гидростатического взвешивания на аналитических весах AUW-220D («Shimadzu», Япония);

— испытания на твердость HRA по стандартной методике на твердомере Металаб 100 (Россия).

Основные результаты и их обсуждение

Синтез сплава протекает через стадию восстановления исходных оксидов циркония и никеля, сопровождается формированием интерметаллидов и суммарно, с определенной долей приближения, может быть представлен следующими уравнениями химических реакций [13]:



Значения энергии Гиббса составляют $\Delta G_{1000\text{K}} = -39$ кДж/моль у реакции (1), -28 кДж/моль (2), -105 кДж/моль (3) и -254 кДж/моль (4).

Исследовалось влияние переменного содержания циркония на структурообразование, характер распределения элементов в структурных составляющих сплава Al–Ni (50 мас.% Ni), полученного методом СВС-металлургии. Во всех синтезированных слитках на вертикальных срезах в нижней половине наблюдалась плотная структура без пор, в верхней половине пористость составляла порядка 20 %.

Дифрактограммы всех сплавов (рис. 1) имеют одинаковый характер и набор пиков. Разница за-

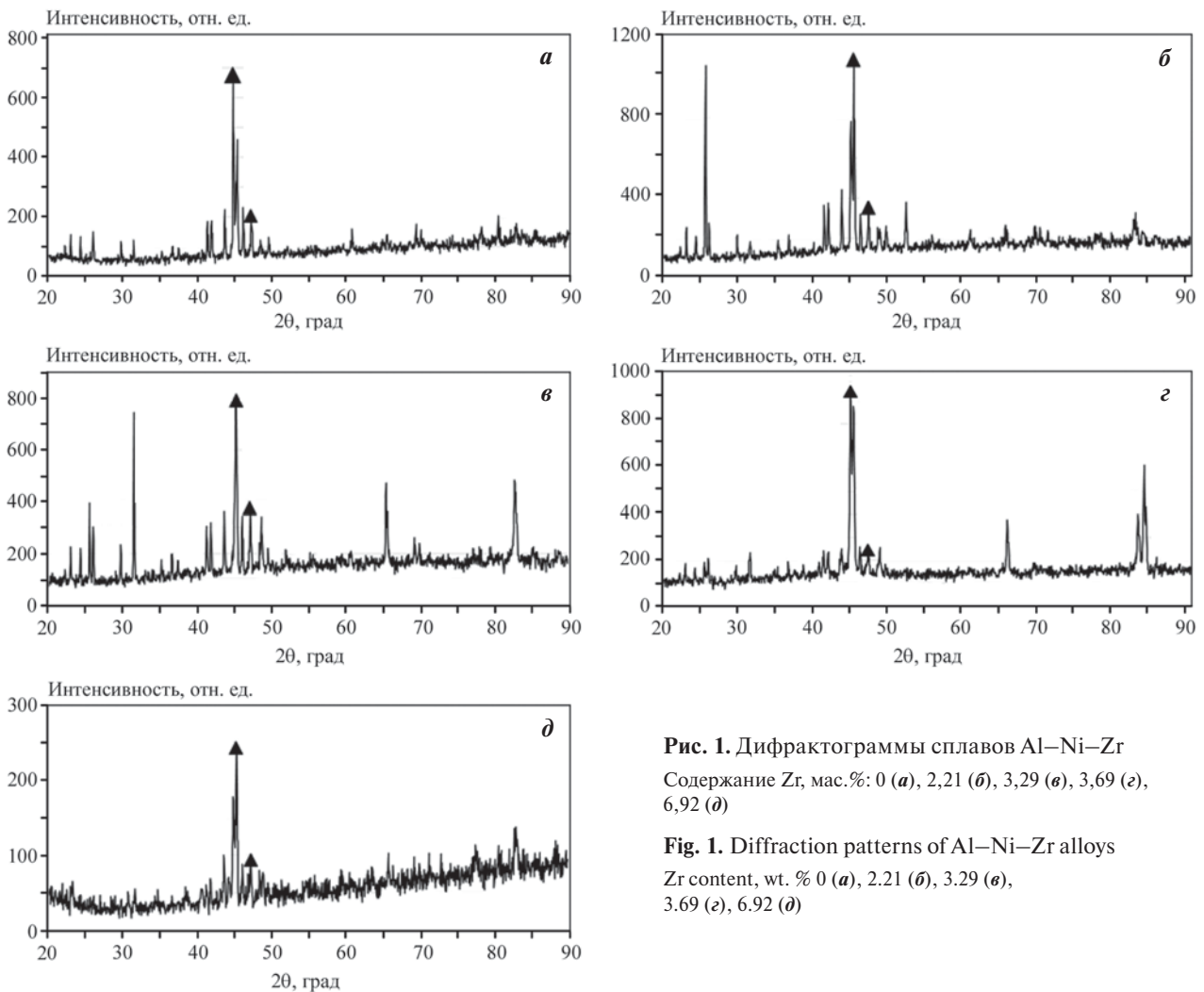
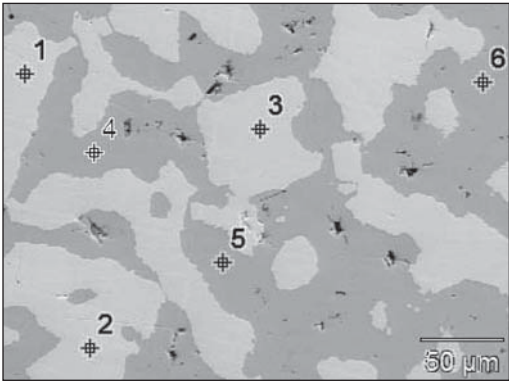


Рис. 1. Дифрактограммы сплавов Al–Ni–Zr

Содержание Zr, мас. %: 0 (а), 2,21 (б), 3,29 (в), 3,69 (г), 6,92 (д)

Fig. 1. Diffraction patterns of Al–Ni–Zr alloys

Zr content, wt. % 0 (a), 2.21 (b), 3.29 (v), 3.69 (g), 6.92 (d)



Точки анализа элементов	Структурные составляющие	Содержание, ат.%	
		Al	Ni
1–3	Al ₃ Ni ₂	61,15	38,85
		Al _{61,15} Ni _{38,85} = Al _{1,57} Ni = Al _{3,14} Ni ₂ ≈ Al ₃ Ni ₂	
4–6	Al ₃ Ni	74,56	25,44
		Al _{74,56} Ni _{25,44} = Al _{2,43} Ni ≈ Al ₃ Ni	

Рис. 2. Микроструктура и распределение элементов в структурных составляющих сплава Al–Ni

Fig. 2. Microstructure and element distribution in structural components of the Al–Ni alloy

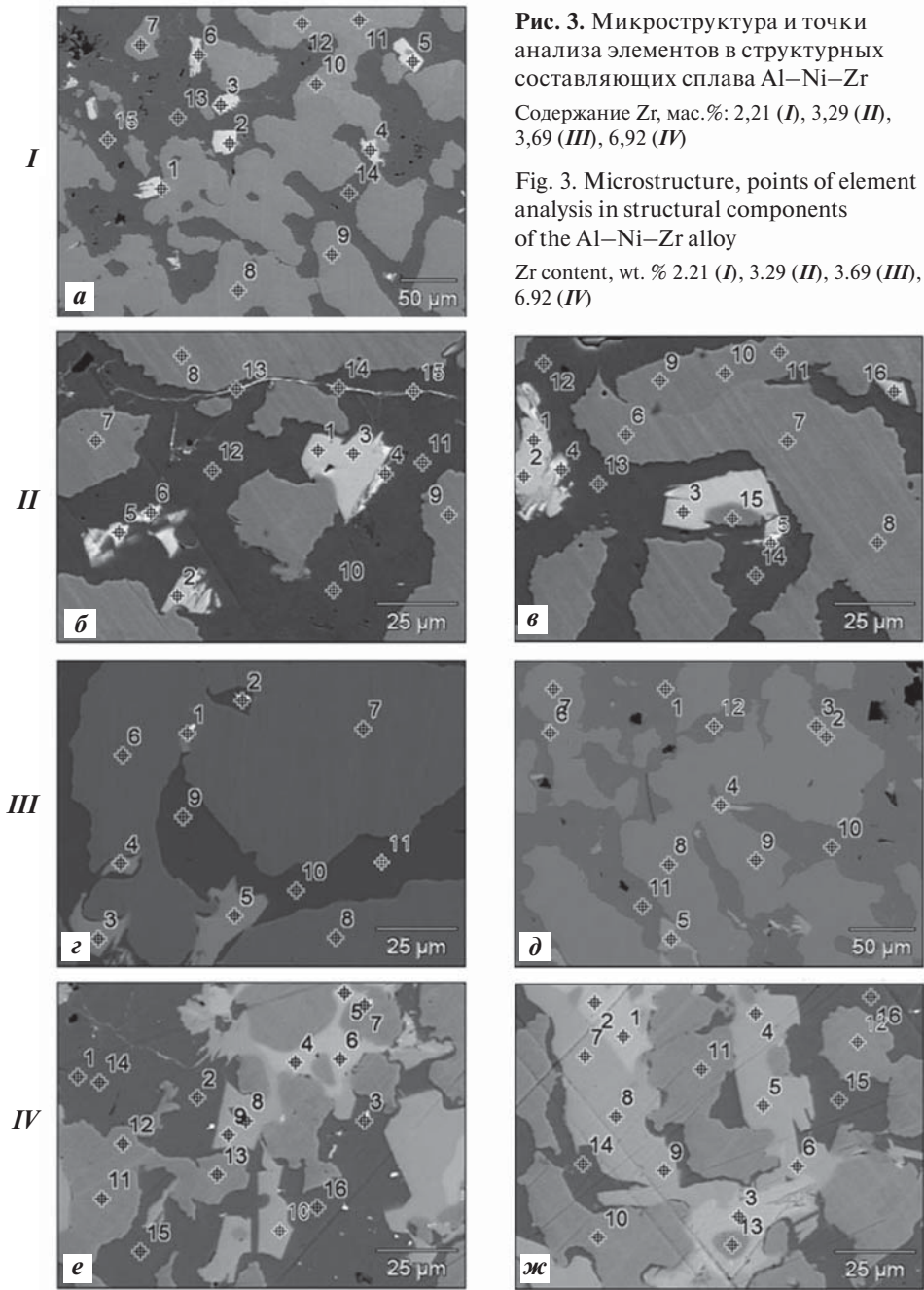


Рис. 3. Микроструктура и точки анализа элементов в структурных составляющих сплава Al–Ni–Zr

Содержание Zr, мас. %: 2,21 (I), 3,29 (II), 3,69 (III), 6,92 (IV)

Fig. 3. Microstructure, points of element analysis in structural components of the Al–Ni–Zr alloy

Zr content, wt. % 2.21 (I), 3.29 (II), 3.69 (III), 6.92 (IV)

Таблица 2. Влияние добавки циркония на содержание элементов (ат. %) в структурных составляющих сплава Al–Ni и их распределение

Table 2. Effect of zirconium additive on the content of elements (at. %) in structural components of the Al–Ni alloy and their distribution

Рисунок	Zr, мас. %	Al ₃ Ni ₂ или β'-фаза	Al ₃ Ni	Al ₂ (Ni, Zr)	Al ₂ (Ni, Zr, V, Hf, Ti)	Al ₃ (Zr, Ni, W, V, Ti, Fe)	Zr ₄ (Al, Ni, Hf, Ti)	Zr ₃ (Al, Ni, Hf, Ti)	Al(Si, Ni, V, Mn, Cr, W)
2	0	61,15 Al 38,85 Ni (1–3)	74,56 Al 25,44 Ni (4–6)	–	–	–	–	–	–
3, I	2,21	61,68 Al 38,3 Ni (7–12, a)	75,23 Al 24,77 Ni (13–15, a)	67,78 Al 19,46 Ni 12,76 Zr (1–6, a)	–	–	–	–	–
3, II	3,29	61,0 Al 39,0 Ni (7–9, б и 6–11, в)	74,4 Al 25,6 Ni (10–12, б и 12–14, в)	66,85 Al 21,79 Ni 13,3 Zr (1–3, б и в)	64,6 Al 21,79 Ni 0,6 Ti, 0,75 V 0,7 Hf (13–15, б)	72,6 Al 4,05 Ni 0,28 Ti 0,835 V 21,19 Zr 0,32 Fe 1,0 W (4–6, б и 4–5, в)	–	–	–
3, III	3,69	62,37 Al 37,63 Ni (6–8, з и 7–9, д)	75,53 Al 24,47 Ni (9–11, з и 10–12, д)	66,7 Al 19,3 Ni 13,24 Zr 0,78 Ti (3–5, з и 4–6, д)	–	–	9,01 Al 7,92 Ni 0,94 Ti 79,27 Zr 2,93 Hf (1, e и 2–3, д)	25,6 Al 11,45 Ni 0,56 Ti 59,76 Zr 2,63 Hf (2, e и 1, д)	–
3, IV	6,92	62,5 Al 35,63 Ni 1,83 Si (11–13, e и 10–13, ж)	76,85 Al 22,87 Ni 0,25 Si (14–16, e и ж)	65,0 Al 18,62 Ni 13,49, 2,87 Si (4–6, e и 1–3, ж)	–	52,56 Al 17,34 Ni 28,41 Zr 1,43 Hf 0,26 Ti (1, e)	–	–	39,06 Al 9,37 Ni 0,97 Cr 3,85 V 30,5 Si 0,75 Fe 1,0 Mn 12,95 W (2–3, e)
Примечание. В скобках приведены точки анализа, показанные на рис. 2 и 3.									

метна в относительной интенсивности рефлексов, что, вероятно, указывает на неодинаковые кристаллизационные процессы и преимущественный рост вдоль определенных атомных плоскостей. Идентифицирована фаза NiAl_3 . Соединения с цирконием не обнаружены, что обусловлено малыми концентрациями данного металла в исходной смеси.

В исходном сплаве при кристаллизации в ходе СВС-процесса формируются следующие структурные составляющие (рис. 2). Алюминид никеля Al_3Ni_2 представляет β' -фазу — твердый раствор Ni в AlNi , находится в области левее сингулярной

точки кристаллизации AlNi . Его кристаллы имеют светлый оттенок и многогранную форму в виде зерен. Кристаллы Al_3Ni имеют серый оттенок и занимают основную площадь на шлифе.

На рис. 3 представлены микроструктуры и точки анализа в структурных составляющих образцов сплава Al–Ni–Zr, содержащих 2,21, 3,29, 3,69 и 6,92 мас.% циркония. С увеличением его содержания происходит усложнение структуры сплава с уменьшением общей объемной доли матричного сплава Al_3Ni и повышением плотности армирующих интерметаллидных фаз с цирконием.

В табл. 2 представлены элементный и фазо-

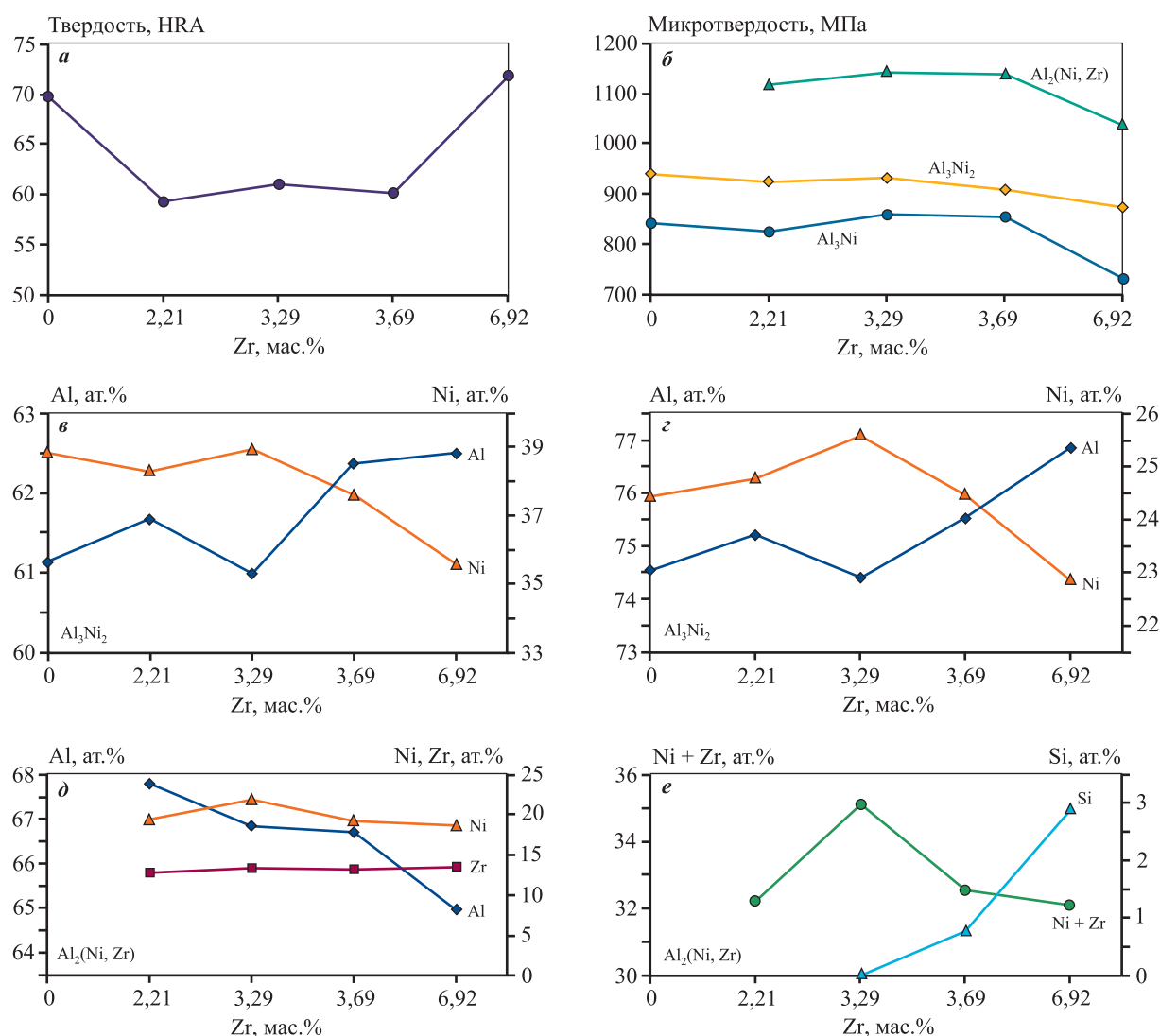


Рис. 4. Влияние циркония на состав и микротвёрдость алюминидов никеля в сплавах Al–Ni

а — твёрдость, *б* — микротвёрдость матричных фаз, *в* — Al и Ni в Al_3Ni_2 , *г* — Al и Ni в Al_3Ni_2 , *д* — Al, Ni, Si в $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$, *е* — Ni + Zr и Si в $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$

Fig. 4. Effect of zirconium on the composition and microhardness of nickel aluminides in Al–Ni alloys

а — hardness, *б* — microhardness of matrix phases, *в* — Al and Ni in Al_3Ni_2 , *г* — Al and Ni in Al_3Ni_2 , *д* — Al, Ni, Si in $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$, *е* — Ni + Zr and Si in $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$

вый составы структурных составляющих синтезированных сплавов. Как видно, во всех образцах идентифицированы фазы NiAl_3 и Ni_2Al_3 . Легирование цирконием усложняет фазовый состав сплава: во всех образцах формируется фаза $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$, а

с увеличением добавки циркония более 2,21 мас.% — $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr}, \text{V}, \text{Hf}, \text{Ti})$, $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Ni}, \text{W}, \text{V}, \text{Ti}, \text{Fe})$, $\text{Zr}_4(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$, $\text{Zr}_3(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$ и $\text{Al}(\text{Si}, \text{Ni}, \text{V}, \text{Mn}, \text{Cr}, \text{W})$.

Из рис. 4, а следует, что увеличение содержания циркония в сплаве Al–Ni способствует экстремальному изменению твердости с минимальным ее значением при 2,21 мас.% Zr. Для выяснения причин этого исследовалось влияние циркония на микротвердость структурных составляющих Al_3Ni_2 , Al_3Ni и $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$.

Установлено, что микротвердость Al_3Ni_2 (β' -фазы) и Al_3Ni монотонно уменьшается до 6,92 мас.% Zr (см. рис. 4, б). Это обусловлено снижением растворимости никеля по мере повышения концентрации циркония (рис. 4, в–г). В соединении $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$ кроме низкого содержания никеля наблюдается повышенное содержание циркония (рис. 4, д). Кроме того, суммарное их количество Ni + Zr уменьшается, а концентрация кремния существенно возрастает в $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$ (рис. 4, е).

Таким образом, с увеличением содержания циркония в сплаве Al–Ni уменьшается микротвердость Al_3Ni_2 , Al_3Ni и $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$, так как растворимость Ni и Ni + Zr падает.

Основной причиной повышения твердости сплавов системы Al–Ni–Zr при легировании 2,21–6,92 мас.% Zr является кристаллизация дополнительных интерметаллидных соединений (алюминидов Zr, W, Si и цирконидов никеля), обладающих высокой микротвердостью (табл. 3).

Таким образом, путем легирования сплава Al–Ni цирконием (более 2,21 мас. %) можно получить пластичную металлическую основу из Al_3Ni_2 , Al_3Ni , $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$ и высокотвердые интерметаллидные фазы $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr}, \text{V}, \text{Hf}, \text{Ti})$, $\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Ni}, \text{W}, \text{V}, \text{Ti}, \text{Fe})$, $\text{Zr}_4(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$, $\text{Zr}_3(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$, $\text{Al}(\text{Si}, \text{Ni}, \text{V}, \text{Mn}, \text{Cr}, \text{W})$, повышающие твердость сплавов системы Al–Ni–Zr.

Выводы

1. Методами электронно-микроскопических исследований и микрорентгеноспектрального анализа элементов идентифицированы структурные составляющие в сплавах системы Al–Ni–Zr, содержащих 2,21, 3,29, 3,69 и 6,92 мас.% Zr.

2. Независимо от содержания циркония в сплаве Al–Ni–Zr кристаллизуются Al_3Ni_2 (β' -фаза), Al_3Ni и $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$. Кроме них в исследованном сплаве кристаллизуются различные интерметаллиды, отличающиеся по стехиометрии и химиче-

Таблица 3. Кристаллизация интерметаллидных соединений в зависимости от содержания циркония в сплавах Al–Ni–Zr

Table 3. Crystallization of intermetallide compounds depending on the content of zirconium in Al–Ni–Zr alloys

Zr, мас.%	Соединение	Состав, ат.%
3,29	$\text{Al}_3(\text{Zr}, \text{Ni}, \text{W}, \text{V}, \text{Ti}, \text{Fe})$	72,6 Al 4,05 Ni 0,28 Ti 0,835 V 21,19 Zr 0,32 Fe 1,0 W
3,29	$\text{Al}_2(\text{Zr}, \text{Ni}, \text{V}, \text{Hf}, \text{Ti})$	64,6 Al 21,79 Ni 11,55 Zr 0,6 Ti 0,75 V 0,7 Hf
3,69	$\text{Zr}_4(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$	9,01 Al 7,92 Ni 0,94 Ti 79,27 Zr 2,93 Hf
3,69	$\text{Zr}_3(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$	25,6 Al 11,45 Ni 0,56 Ti 59,76 Zr 2,63 Hf
6,92	$\text{Al}_2(\text{Si}, \text{W}, \text{Ni}, \text{V}, \text{Ti}, \text{Mn})_3$	39,06 Al 9,37 Ni 0,97 Cr 3,85 V 30,5 Si 0,75 Fe 1,0 Mn 12,95 W 1,58 Ti
6,92	$\text{Al}(\text{Zr}, \text{Ni}, \text{Hf}, \text{Ti})$	52,56 Al 17,34 Ni 28,41 Zr 1,43 Hf 0,26 Ti

скому составу: алюминиды циркония, вольфрама, кремния и цирконид никеля.

3. Установлена закономерность изменения растворимости никеля в Al_3Ni_2 (β' -фаза) и Al_3Ni , а также никеля с цирконием в $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$ при повышении содержания циркония в сплаве Al–Ni–Zr:

— уменьшается количество никеля в Al_3Ni_2 и Al_3Ni ;

— снижаются концентрации Ni, Al и Ni + Zr в $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$;

— содержание кремния, наоборот, возрастает.

4. Установлена закономерность уменьшения микротвердости Al_3Ni_2 , Al_3Ni и $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$ в зависимости от содержания циркония в сплаве Al–Ni–Zr.

5. Легирование сплава Al–Ni цирконием (более 2,21 мас. %) способствует повышению твердости, несмотря на уменьшение микротвердости металлической основы Al_3Ni_2 , Al_3Ni и $\text{Al}_2(\text{Ni}, \text{Zr})$

6. Основной причиной повышения твердости сплавов Al–Ni–Zr является кристаллизация комплексных интерметаллидных фаз — алюминидов Zr, W, Si и цирконидов Ni. Таким образом, обеспечивается структура, соответствующая принципу Шарпи.

7. В связи с развитостью структуры и фазового состава, а также повышением твердости можно предположить, что сплавы с добавкой 6,92 мас.% Zr являются наиболее жаропрочными и износостойкими из синтезированных, что, в свою очередь, можно использовать в условиях повышенного износа и высоких температур.

Список литературы/References

- Wu D.L., Dahl K.V., Christiansen T.L., Montgomery M., Hald J. Corrosion behaviour of Ni and nickel aluminide coatings exposed in a biomass fired power plant for two years. *Surface and Coatings Technology*. 2019;(362):355–365. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.129>
- Dey G.K. Physical metallurgy of nickel aluminides. *Sadhana*. 2003;1(28):247–262. <https://doi.org/10.1007/BF02717135>
- Talaş Ş. Nickel aluminides. In: *Intermetallic Matrix Composites*. Woodhead Publishing, Sawston, 2018. P. 37–69. <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-346-2.00003-0>
- Baker I., Munroe P.R. Improving intermetallic ductility and toughness. *Journal of Metals*. 1988;2(40):28–31. <https://doi.org/10.1007/BF03258828>
- Shang Z., Shen J., Wang L., Du Y., Xiong Y., Fu H. Investigations on the microstructure and room temperature fracture toughness of directionally solidified NiAl–Cr(Mo) eutectic alloy. *Intermetallics*. 2015;57:25–33. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.09.012>
- Stoloff N. S., Koch C.C., Liu C.T., Izumi O. High-temperature ordered intermetallic alloys II. In: *Materials Research Society Proceedings of the Second Symposium* (Boston, MA, Dec. 2–4, 1986.). Troy, NY (USA): Rensselaer Polytechnic Inst., 1987. P. 3–11. <https://doi.org/10.1557/PROC-81-3>
- Ponomareva A.V., Vekilov Y.K., Abrikosov I.A. Effect of Re content on elastic properties of B2 NiAl from ab initio calculations. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014; 586:274–278. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.12.103>
- Bochenek K., Basista M. Advances in processing of NiAl intermetallic alloys and composites for high temperature aerospace applications. *Progress in Aerospace Sciences*. 2015;79:136–146. <https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2015.09.003>
- Ameri S., Sadeghian Z., Kazeminezhad I. Effect of CNT addition approach on the microstructure and properties of NiAl–CNT nanocomposites produced by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Intermetallics*. 2016;76:41–48. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2016.06.010>
- Gostishchev V., Ri E., Ri H., Kim E., Ermakov M., Khimukhin S., Deev V., Prusov E. Synthesis of complex-alloyed nickel aluminides from oxide compounds by aluminothermic method. *Metals*. 2018;6(8):439. <https://doi.org/10.3390/met8060439>
- Röyset J., Ryum N. Scandium in aluminium alloys. *International Materials Reviews*. 2005;1(50):19–44. <https://doi.org/10.1179/174328005X14311>
- Michi R.A., Plotkowski A., Shyam A., Dehoff R.R., Babu S.S. Towards high-temperature applications of aluminium alloys enabled by additive manufacturing. *International Materials Reviews*. 2022;67(3):298–345. <https://doi.org/10.1080/09506608.2021.1951580>
- Prusov E.S., Panfilov A.A., Kechin V.A. Role of powder precursors in production of composite alloys using liquid-phase methods. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2017;58(3):308–316. <https://doi.org/10.3103/S1067821217030154>
- Sanin V., Andreev D., Ikornikov D., Yuhvid V. Cast intermetallic alloys by SHS under high gravity. *Acta Physica Polonica A*. 2011;120(2):331–335. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.120.331>
- Амосов А.П., Луц А.Р., Латухин Е.И., Ермошкин А.А. Применение процессов СВС для получения *in situ* алюмоматричных композиционных материалов, дискретно армированных наноразмерными частицами карбида титана. Обзор. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2016;(1):39–49. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2016-1-39-49>

- Amosov A.P., Luts A.R., Latukhin E.I., Ermoshkin A.A. Application of SHS processes for in situ production of aluminum matrix composite materials discretely reinforced with titanium carbide nanoparticles. Review. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2016;57(2):106–112. <https://doi.org/10.3103/S1067821216020024>
16. Tiwary C., Gunjal V., Banerjee D., Chattopadhyay K. Intermetallic eutectic alloys in the Ni–Al–Zr system with attractive high temperature properties. *MATEC Web of Conferences*. — *EDP Sciences*. 2014;14:01005. <https://doi.org/10.1051/mateconf/20141401005>
 17. Fukumoto M., Yokota T., Hara M. Formation of Ni aluminate containing Zr by synchronous electrodeposition of Al and Zr and cyclic-oxidation resistance. *Journal of the Japan Institute of Metals*. 2010;74(9):584–591.
 18. Wang L., Yao Ch., Shen J., Zhang Yu. Microstructures and compressive properties of NiAl–Cr (Mo) and NiAl–Cr eutectic alloys with different Fe contents. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;744:593–603. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.085>
 19. Левашов Е.А. Перспективные материалы и технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. М.: Изд. дом МИСИС, 2011. 377 с.
 20. Hassan A.I., El-Fawakhry M.K., Hamed A., Mattar T. Monitoring the effect of alloying elements segregation in Fe Mn Ni Al high entropy alloy. *Journal of Physics: Conference Series*. 2022;2368(1):012010.1–7. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2368/1/012010>
 21. Khimukhin S.N., Kim E.D., Ri E.H. Synthesis of NiAl composite alloys by metallurgy method. *Materials Today: Proceedings*. 2019;19:2278–2282. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.597>
 22. Ри Э.Х., Ри Хосен, Ким Е.Д., Ермаков М.А. Структурообразование, ликвационные процессы и микротвердость структурных составляющих сплавов Al–Ni–Zr, синтезированных из оксида никеля NiO и бадделеитового концентрата методом СВС-металлургии. *Цветные металлы*. 2021;(7):58–64. <https://doi.org/10.17580/tsm.2021.07.07>
 - Ri E.Kh., Ri Kh., Kim E.D., Ermakov M.A. The structure, segregation and microhardness of the structural components of the Al–Ni–Zr alloys synthesized from nickel oxide NiO and brazilite concentrate by means of SHS metallurgy. *Tsvetnye Metally*. 2021;(7):58–64. (In Russ.). <https://doi.org/10.17580/tsm.2021.07.07>
 23. Агафонов С.Н., Красиков С.А., Пономаренко А.А., Овчинников Л.А. Фазообразование при алюмотермическом восстановлении ZrO₂. *Неорганические материалы*. 2012;48(8):927–927.
 - Agafonov S.N., Krasikov S.A., Ponomarenko A.A., Ovchinnikov L.A. Phase Formation in the Aluminothermic Reduction of ZrO₂. *Inorganic Materials*. 2012; 48(8):813–820. <https://doi.org/10.1134/S0020168512070011>
 24. Bazhin V.Y., Kosov Y.I., Lobacheva O.L., Dzhevaga N.V. Synthesis of aluminum-based scandium–yttrium master alloys. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2015;(7):516–520. <https://doi.org/10.1134/S0036029515070034>

Информация об авторах

Хосен Ри — д.т.н., профессор кафедры «Литейное производство и технология металлов», Тихоокеанский государственный университет (ТОГУ). <https://orcid.org/0000-0001-7633-8989>
E-mail: opirus@list.ru

Эрнст Хосенович Ри — д.т.н., профессор, зав. кафедрой «Литейное производство и технология металлов», ТОГУ. <https://orcid.org/0000-0001-7784-1252>
E-mail: erikri999@mail.ru

Михаил Александрович Ермаков — к.т.н., доцент кафедры «Литейное производство и технология металлов», ТОГУ. <https://orcid.org/0000-0001-6525-2004>
E-mail: ermakovma@yandex.ru

Евгений Давидович Ким — к.т.н., преподаватель кафедры «Литейное производство и технология металлов», ТОГУ. <https://orcid.org/0000-0002-0175-0503>
E-mail: jenya_1992g@mail.ru

Information about the authors

Khosen Ri — Dr. Sci. (Eng.), Professor, Department of Foundry and Metal Technology, Pacific State University. <https://orcid.org/0000-0001-7633-8989>
E-mail: opirus@list.ru

Ernst Kh. Ri — Dr. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Department of Foundry and Metal Technology, Pacific State University. <https://orcid.org/0000-0001-7784-1252>
E-mail: erikri999@mail.ru

Mikhail A. Ermakov — Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Department of Foundry and Metal Technology, Pacific State University. <https://orcid.org/0000-0001-6525-2004>
E-mail: ermakovma@yandex.ru

Evgeniy D. Kim — Cand. Sci. (Eng.), Lecturer, Department “Foundry and Technology of Metals”, Pacific State University. <https://orcid.org/0000-0002-0175-0503>
E-mail: jenya_1992g@mail.ru

Вклад авторов

Х. Ри – формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, формулировка выводов.

Э.Х. Ри – проведение расчетов, анализ результатов исследований.

М.А. Ермаков – обеспечение ресурсами, проведение испытаний образцов, формулировка выводов.

Е.Д. Ким – осуществление расчетов, подготовка эксперимента, проведение экспериментов, подготовка текста статьи.

Contribution of the authors

Kh. Ri – formation of the main concept, goal and objectives of the study, preparation of the text, formulation of conclusions.

E.Kh. Ri – conducting the calculations, analysis of the research results.

M.A. Ermakov – provision of the resources, testing the samples, formulation of the conclusions.

E.D. Kim – coconducting the calculations, preparation and management of the experiment, conducting the experiments, writing the text.

Статья поступила в редакцию 06.12.2022, доработана 02.05.2023, подписана в печать 19.05.2023

The article was submitted 06.12.2022, revised 02.05.2023, accepted for publication 19.05.2023

УДК 669.2/.8.017

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-47>

Научная статья

Research article



Совершенствование режима селективного лазерного плавления для изготовления пористых структур из сплава Ti–6Al–4V медицинского назначения

В.А. Шереметьев¹, В.Д. Лезин¹, М.В. Козик¹, С.А. Молчанов²¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
Россия, 119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1² ООО «Конмет»
Россия, 125413, г. Москва, ул. Онежская, 24/1

✉ Вадим Алексеевич Шереметьев (vadim.sheremetyev@gmail.com)

Аннотация: Разработаны подходы к оптимизации режима селективного лазерного плавления (СЛП) для получения пористых материалов из сплава Ti–6Al–4V медицинского назначения с тонкими конструкционными элементами и низким уровнем дефектной пористости. Улучшенное проплавление тонких элементов с применением разработанных экспериментальных режимов СЛП достигается за счет значительного снижения расстояния между проходами лазера (с 0,11 до 0,04–0,05 мм), а баланс между плотностью энергии лазера и скоростью построения скомпенсирован путем изменения скорости пробега и мощности лазера. Результаты изучения дефектной пористости и твердости образцов, изготовленных по экспериментальным режимам СЛП, позволили установить 3 наиболее перспективных набора параметров, один из которых выбран для исследования механических свойств в сравнении со стандартным режимом СЛП. Для этого исследования разработаны и изготовлены образцы на основе структур типа ромбического додекаэдра и полиэдра Вороного пористостью 70–75 %. Установлено, что снижение уровня дефектной пористости с ≈1,8 % до 0,6 %, обеспеченное применением разработанного режима СЛП, способствует значительному повышению прочностных характеристик материала. Увеличение условного предела текучести ромбического додекаэдра с 76 до 132 МПа и Вороного с 66 до 86 МПа. При этом сохраняется низкий модуль Юнга (1–2 ГПа), соответствующий уровню жесткости губчатой костной ткани.

Ключевые слова: селективное лазерное плавление, титановые сплавы, пористые структуры, микроструктура, пористость, механические свойства.

Благодарности: Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда № 22-79-10299, <https://rscf.ru/project/22-79-10299/>

Для цитирования: Шереметьев В.А., Лезин В.Д., Козик М.В., Молчанов С.А. Совершенствование режима селективного лазерного плавления для изготовления пористых структур из сплава Ti–6Al–4V медицинского назначения. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):35–47. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-47>

Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti–6Al–4V porous structures for medical applications

V.A. Sheremetyev¹, V.D. Lezin¹, M.V. Kozik¹, S.A. Molchanov²¹ National University of Science and Technology “MISIS”
4 bld. 1 Leninskiy Prosp., Moscow 119049, Russia² LLC “Conmet”
24/1 Onezhskaya Str., Moscow 125413, Russia

✉ Vadim A. Sheremetyev (vadim.sheremetyev@gmail.com)

Abstract: This article describes approaches to the optimization of regimes of selective laser melting (SLM) used in the fabrication of porous materials from medical grade Ti–6Al–4V alloy with thin structural elements and a low level of defect porosity. Improved fusion of thin

elements based on SLM regimes is achieved due to a significant decrease in the distance between laser passes (from 0.11 to 0.04–0.05 mm). Moreover, the balance between the laser energy density and building rate is compensated by changing the laser speed and laser power. The results of the study of defect porosity and hardness of samples fabricated according to experimental SLM regimes allowed three promising sets of parameters to be defined. One was selected for studying mechanical properties in comparison with the reference SLM regime. In the aims of this study, the samples were developed and fabricated using the structures of rhombic dodecahedron and Voronoi types with a porosity of 70–75 %. The decrease in defect porosity was established at ≈ 1.8 % to 0.6 %, depending on the SLM regime. This promotes a significant increase in strength properties of the material, including an increase in the yield strength of rhombic dodecahedron from 76 to 132 MPa and the Voronoi structure from 66 to 86 MPa. The low Young module (1–2 GPa) remains, corresponding to the rigidity level of spongy bone tissue.

Keywords: selective laser melting, titanium alloys, porous structures, microstructure, porosity, mechanical properties.

Acknowledgements: This work was supported by Grant No. 22-79-10299 of the Russian Science Foundation, <https://rscf.ru/project/22-79-10299/>

For citation: Sheremetyev V.A., Lezin V.D., Kozik M.V., Molchanov S.A. Improvement of selective laser melting regimes for the fabrication of Ti–6Al–4V porous structures for medical applications. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):35–47. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-47>

Введение

Селективное лазерное плавление (СЛП), заключающееся в послойном сплавлении металлического порошка под воздействием движущегося лазерного луча, получило широкое распространение при производстве медицинских имплантатов и инструментов за счет быстрого перехода к изготовлению, большей свободы в конструировании изделий и высокой точности их геометрии. Для изготовления имплантатов методом СЛП широко используются стандартизированные медицинские сплавы Ti–6Al–4V, Ti–6Al–7Nb [1; 2], а также сплавы с памятью формы Ti–Ni, Ti–Zr–Nb медицинского назначения [3; 4].

Преимуществом СЛП перед традиционными методами производства в медицинской отрасли, помимо облегчения в изготовлении индивидуальных имплантатов, также является возможность получения пористых структур с заданной геометрией и размером ячеек. Применение пористых структур обусловлено необходимостью имитации строения костной ткани и ее свойств (модуль Юнга, прочность на сжатие, биологическая совместимость, склонность к врастанию костной ткани) [5]. Прорастание костной ткани в имплантат является одним из наиболее важных свойств и обеспечивает надежную механическую связь с костью [6; 7]. Это свойство определяется такими макроструктурными параметрами, как пористость (доля пустот от общего объема изделия), размеры, геометрическая форма и распределение пор.

Разработке новых и оптимизации геометрии существующих пористых структур для костных имплантатов посвящено в последнее десятилетие большое количество работ [8–11]. Можно выделить два подхода к созданию таких структур:

— непараметрическое построение, когда структура создается на основе геометрии единичного элемента;

— параметрическое построение, когда применяется алгоритм, имеющий входные данные в виде параметров пористой структуры (пористость, размер пор), а структура генерируется с некоторым элементом случайности, основываясь на математических выражениях [5].

Среди существующего разнообразия типов пористых структур для исследования были выбраны две: ромбический додекаэдр (*Д*, непараметрическое построение) и полиэдры Вороного (*В*, параметрическое построение). Материалы на основе ячейки типа *Д* отличаются однородностью макроструктуры и высокими прочностными свойствами во всех направлениях [12]. Структура *В* отличается меньшей однородностью, но по морфологии схожа с реальной костной тканью [13]. Она формируется при помощи создания сетчатой структуры, основанной на соединении случайных дискретных точек перемычками в соответствии с определенным алгоритмом [14].

Повышение комплекса функциональных и механических свойств материалов, получаемых методом СЛП, связано с минимизацией внутренних дефектов материала в виде пор в перемычках. Дефектная пористость формируется вследствие недостаточной или чрезмерной плотности энергии, определяющей условия плавления порошка [15]. Для устранения дефектной пористости необходимо правильно подобрать параметры СЛП [4]. Применительно к пористым структурам, где толщина внутренних элементов конструкции («перемычек») составляет 200–300 мкм, проблема дефектной пористости, так же как и точности гео-

метрии, приобретает особое значение с точки зрения повышения прочностных характеристик изделий [16]. Решением этой проблемы может быть корректировка траектории движения лазера путем уменьшения расстояния между его проходами, которая, в свою очередь, требует изменения других параметров СЛП для обеспечения оптимальной плотности энергии.

Данная работа посвящена совершенствованию режима СЛП для изготовления пористых структур типа *Д* и *В* с тонкими элементами конструкции и низким уровнем дефектной пористости из сплава Ti–6Al–4V (ASTM F3001) медицинского назначения.

Материалы и методы исследования

В качестве исходного материала был использован порошок сплава Ti–6Al–4V («AP&C a GE Additive Company», Канада). Согласно спецификации по стандарту ASTM B822 он обладал следующим распределением частиц по размерам: $d_{10} = 23$ мкм, $d_{50} = 35$ мкм, $d_{90} = 47$ мкм. По стандарту ASTM B213 текучесть и насыпная плотность составляли 25 с/50 г и 2,55 г/см³ соответственно. Для изготовления экспериментальных образцов использовали лазерную установку TRUPRINT1000 («TRUMPF Gruppe», Германия), оборудованную иттербиевым лазером мощностью $P_L = 175$ Вт с диаметром пятна 30 мкм и максимальной скоростью движения $v \leq 3000$ мм/с. Для управления режимами СЛП можно варьировать толщину слоя порошка (t) и шаг сканирования (h), определяемый расстоянием между проходами лазера в одном слое.

Согласно рекомендации производителя — компании TRUMPF (Германия), для изготовления изделий из указанного порошка применяется стандартный режим (далее *T*), включающий два набора параметров: для построения основной (внутренней) и контурной (внешней) частей изделия (табл. 1).

Основной режим формируется «штриховкой»

с определенным шагом для построения большей части изделия и должен отвечать требованиям оптимального проплавления порошкового слоя для обеспечения низкой дефектной пористости (p_d). Контурный режим имеет один проход по контуру объекта в каждом слое и служит для обеспечения необходимого качества поверхности изделия. Для оптимизации параметров СЛП принято использовать приведенные характеристики: плотность энергии (E) и скорость построения (BR), рассчитываемые по следующим формулам [17]:

$$E = \frac{P_L}{vht}, \quad (1)$$

$$BR = vht. \quad (2)$$

После изготовления все образцы подвергали термической обработке в вакуумной печи по стандартному режиму: отжиг при температуре 1010 °C (45 мин) с последующим охлаждением в печи. После термической обработки образцы срезали с платформы методом электроэрозионной резки.

Для оценки дефектной пористости методом металлографического анализа готовили шлифы путем многоступенчатой шлифовально-полировальной обработки в два этапа:

- механическая шлифовка на абразивной SiC-бумаге с крупностью абразива от P320 до 4000;
- полировка с использованием суспензии на основе оксида кремния с размером частиц 0,05 мкм.

Шлифы анализировали на металлографическом микроскопе «VERSAMET-2» («UNITRON», Япония) при 50-кратном увеличении. Полученные фотографии микроструктуры обрабатывали при помощи программного обеспечения ImageJ («Wayne Rasband» (NIH), США). По отношению площади темных участков (пор) ко всей площади микрофотографии определяли дефектную пористость участка.

Пористость экспериментальных образцов (p) определяли путем взвешивания с использованием

Таблица 1. Параметры режимов СЛП, рекомендованные производителем

Table 1. Parameters of SLM regimes recommended by the manufacturer

Режим	P_L , Вт	t , мм	h , мм	v , мм/с	E , Дж/мм ²	BR , см ³ /ч
Основной	155	0,02	0,11	1200	58,71	9,50
Контурный	75	0,02	—	1000	—	—

плотности компактного сплава Ti–6Al–4V, которую вычисляли по формуле

$$p = \left(1 - \frac{\rho_{por}}{\rho_{mon}}\right) \cdot 100 \%, \quad (3)$$

где ρ_{por} — плотность пористого образца, а $\rho_{mon} = 4,47 \text{ г/см}^3$ — плотность сплошного сплава Ti–6Al–4V.

Плотность пористых образцов оценивали путем их взвешивания и расчета по формуле

$$\rho_{por} = \frac{m_{por}}{V_{chl}} \cdot 100 \%, \quad (4)$$

где m_{por} — масса образца, г; V_{chl} — объем модели, см^3 .

Рентгеноструктурный анализ проводили с использованием рентгеновского дифрактометра D8 ADVANCE («Bruker», Германия) при комнатной температуре в $\text{CuK}\alpha$ -излучении в диапазоне углов $2\theta = 30^\circ\text{--}80^\circ$. Микроструктуру образцов изучали на электронном сканирующем микроскопе VEGA LMN («TESCAN», Чехия), оборудованном устройством дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD).

Твердость образцов по Виккерсу определяли с помощью твердомера Metkon Metallography («Metkon», Турция), выполняя не менее 5 измерений на каждый образец при нагрузке 1 кг с временем выдержки 10 с.

Механические свойства образцов пористых структур в форме цилиндров диаметром 14,0–14,5 мм и высотой 7,0–7,5 мм оценивали по результатам испытаний на одноосное сжатие. Испытания проводили на испытательной машине Instron 5966 («Instron — Division of ITW Ltd.», США) со скоростью деформации 2 мм/мин до достижения величины относительной деформации 50 %. По полученным кривым деформации определяли значения модуля Юнга (E), условного предела текучести ($\sigma_{0,2}$) и условного предела прочности (σ_B). Для испытаний использовали по 3 образца на каждую экспериментальную точку. Рассчитанные значения механических свойств усредняли. Погрешность измерения определяли как стандартное отклонение.

Результаты и их обсуждение

Выбор параметров пористых структур и создание моделей

Как было описано выше, для изучения в данной работе были выбраны пористые структуры двух типов — *Д* и *В*. Их геометрические характеристики

выбирали, исходя из анализа литературы и опираясь на требования к пористым структурам для обеспечения остеоинтеграции, а также на технологические возможности изготовления [8].

Выбор оптимального размера пор ограничен весьма широким интервалом $D = 0,1\text{--}1,0 \text{ мм}$ [18]. Известно, что размеры пор $D = 0,1\text{--}0,2 \text{ мм}$ достаточны для размещения отдельных остеоподобных клеток (остеобластов), значения $D = 0,2\text{--}0,6 \text{ мм}$ позволяют обеспечить колонизацию остеобластов, а увеличение размера пор выше 0,6 мм способствует васкуляризации, образованию новых кровеносных сосудов и костной ткани [8, 10].

Очевидно, что чем выше пористость материала, тем больше внутренний свободный объем для костной ткани. Однако, согласно работам [19, 20], при значениях пористости $p > 75 \%$ прочностные показатели пористых структур значительно деградируют до уровней ниже свойств костной ткани.

Толщина тонких внутренних элементов конструкции («перемычек») во многом определяет пористость конечной структуры и ограничена возможностями СЛП. Согласно данным [8; 9] минимальный размер таких элементов для обеспечения высокой точности составляет 0,20–0,25 мм. Учитывая указанные требования и используя программное обеспечение Materialise 3-matic (Бельгия), были созданы модели пористых структур и цилиндрических образцов для последующего изготовления и оценки их механических свойств (см. рис. 1). Для определения параметров получающихся пористых структур (пористость (p), размер пор (D) и толщина перемычек (h)) CAD-модели анализировали с помощью программного обеспечения VGStudio MAX 3.1 (Германия). Параметры разработанных пористых структур приведены в табл. 2.

Перемычки структуры с ячейкой типа *Д* имеют одинаковую толщину, их расположение под углом 45° относительно осей обеспечивает однородность механических свойств по всем направлениям (см. рис. 1). В элементе структуры типа *В* аналогич-

Таблица 2. Параметры разработанных моделей пористых структур

Table 2. Parameters of the developed models of porous structures

Тип структуры	Размер перемычек, мм	Размер пор, мм	Пористость, %
<i>Д</i>	~0,26	0,4–0,5	~75,3
<i>В</i>	0,20–0,25	0,2–0,8	~75,5

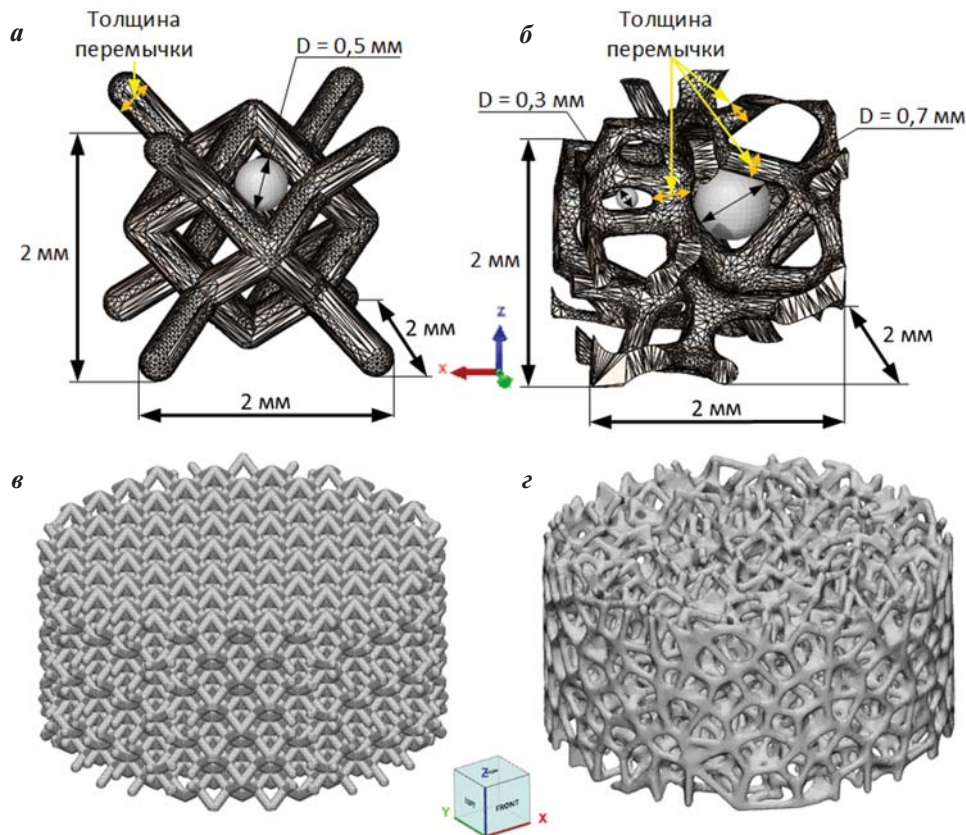


Рис. 1. Элементарная ячейка структуры типа *D* (*a*) и элемент структуры *V* аналогичного размера (*б*), а также модели экспериментальных образцов пористых структур *D* (*в*) и *V* (*z*) для механических испытаний

Fig. 1. Elementary cell of *D* type structure (*a*) and cell of *V* type structure of similar size (*б*), models of experimental samples of porous structures *D* (*в*) and *V* (*z*) for mechanical tests

ного размера наблюдаются перемычки с переменной толщиной, их расположение выглядит хаотично. За счет рандомизации при генерации подобной структуры поры также имеют различные размеры.

Разработка экспериментальных режимов СЛП

Как видно из табл. 1, шаг сканирования лазера составляет 0,11 мм, что для построения тонких элементов конструкции является слишком большим, поскольку он сопоставим с размером перемычки (0,25 мкм) (см. рис. 2). Поэтому для построения разработанных пористых структур были выбраны основные режимы СЛП с шагом сканирования 0,04 и 0,05 мм. Как видно из рис. 2, такая стратегия движения лазера позволяет более эффективно применять основной режим при построении элементов малых размеров за счет увеличения количества проходов лазера внутри перемычек.

При разработке экспериментальных режимов СЛП значения плотности энергии и скорости

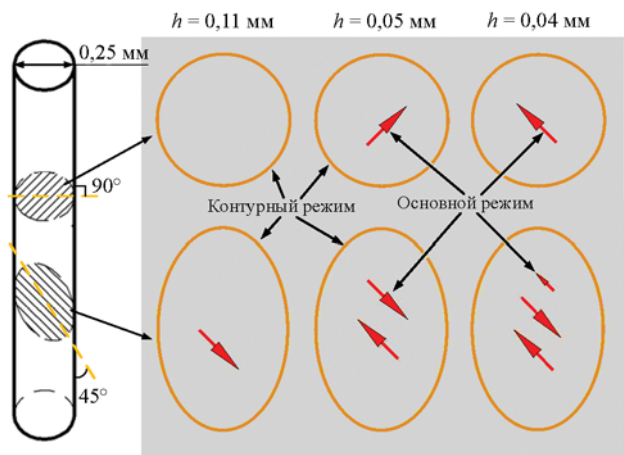


Рис. 2. Схемы траекторий движения лазера при построении цилиндра диаметром 0,25 мм в двух разных сечениях при использовании режимов с шагом сканирования 0,11, 0,05 и 0,04 мм

Fig. 2. Schematic view of laser trajectories when plotting a cylinder with a diameter of 0.25 mm in two different sections using SLM regimes with a scanning step of 0.11, 0.05 and 0.04 mm

Таблица 3. Параметры разработанных экспериментальных режимов СЛП и стандартного режима *T*
Table 3. Parameters of the developed experimental SLM regimes and standard regime *T*

Режим СЛП	P_L , Вт	h , мм	v , мм/с	E , Дж/мм ²	BR , см ³ /ч
1	136	0,04	2900	58,62	8,35
2	143	0,04	2600	68,75	7,49
3	160	0,04	2900	68,97	8,35
4	140	0,05	2860	48,95	10,3
5	155	0,05	2630	58,94	9,47
6	155	0,05	2250	68,89	8,10
7	175	0,05	2630	66,54	9,47
8	135	0,05	2630	51,33	9,47
9	167	0,05	2860	58,39	10,3
<i>T</i>	155	0,11	1200	58,71	9,50

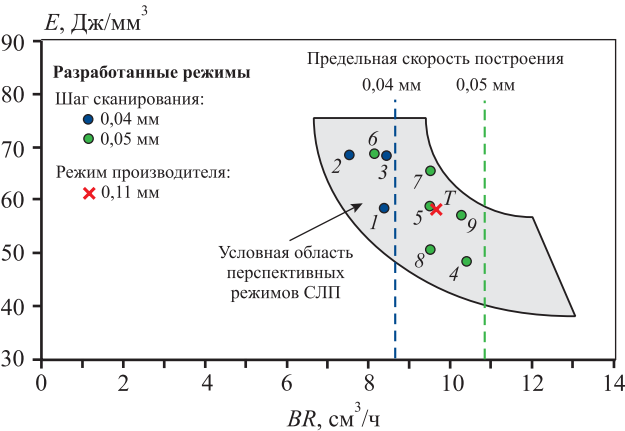


Рис. 3. Карта распределения экспериментальных (т. 1–9) и стандартного (*T*) режимов СЛП в зависимости от плотности энергии и скорости построения

Условная область перспективных режимов СЛП выделена серым

Fig. 3. Distribution map of experimental (1–9) and standard (*T*) SLM regimes as a function of energy density and building rate

The conditional area of promising SLM regimes is highlighted in gray

построения режима от производителя приняли за ориентир, так как эти условия позволяют получать изделия с низким уровнем дефектной пористости (менее 0,5 %). Далее, опираясь на данные работы [17], на графике зависимости плотности энергии от скорости построения была отмечена условная область, соответствующая сочетанию параметров СЛП для получения изделий с минимальным количеством внутренних дефектов (рис. 3). В качестве дополнительного ограничения при подборе параметров СЛП выступает предельная скорость построения изделий (вертикальные линии на

рис. 3), которая определяется шагом сканирования (0,04 и 0,05 мм) и предельной скоростью сканирования. В результате подбора параметров СЛП были разработаны 9 экспериментальных режимов (табл. 3), которые показаны на карте их зависимости от плотности энергии и скорости построения (см. рис. 3).

Исследование дефектной пористости и твердости образцов, изготовленных по экспериментальным режимам СЛП

С применением разработанных режимов было изготовлено 9 образцов в форме куба 3×3×3 мм, внешний вид которых представлен на рис. 4. Видно, что образец, полученный по режиму 2, визуально отличается наличием дефектов на поверхности. Этот режим с минимальным значением *BR* является крайним на графике зависимости от плотности энергии и скорости построения (см. рис. 3).

Результаты измерения дефектной пористости (p_d) и твердости образцов, полученных с использованием экспериментальных режимов и в стандартных условиях (*T*), представлены на рис. 5. Высокий уровень значений p_d коррелирует с большой погрешностью измерения твердости HV , что объясняется попаданием индентора в непосредственной близости от пор. Материал, изготовленный по режимам 1, 5 и 7, обладает наиболее низкой дефектной пористостью и высокой твердостью, сопоставимыми с уровнем этих характеристик для сплава, полученного по режиму *T*. Следует отметить, что эти режимы соответствуют достаточно узкому диапазону параметров ($E = 58,6 \div 66,5$ Дж/мм², $BR = 8,4 \div 9,5$ см³/ч). Учитывая результаты измерений, а также минимальный шаг

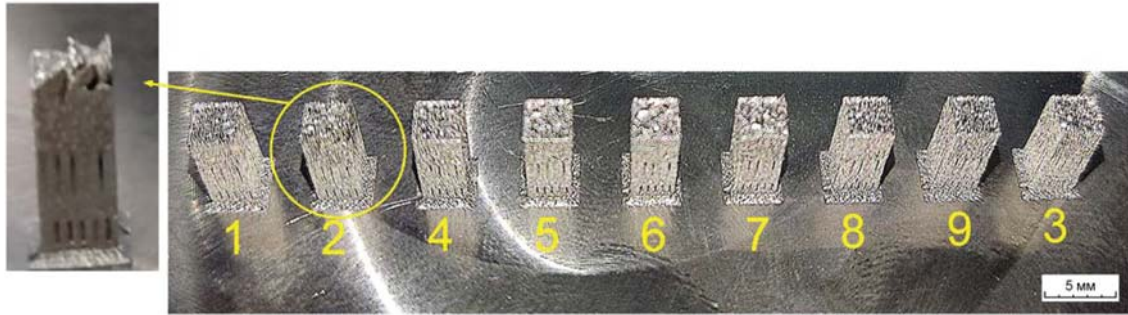


Рис. 4. Внешний вид образцов, полученных по экспериментальным режимам СПЛ 1–9 (см. табл. 3), с поддержками на платформе

Fig. 4. External view of samples obtained according to the experimental SLM regimes 1–9 (see Table 3), with supports on the platform

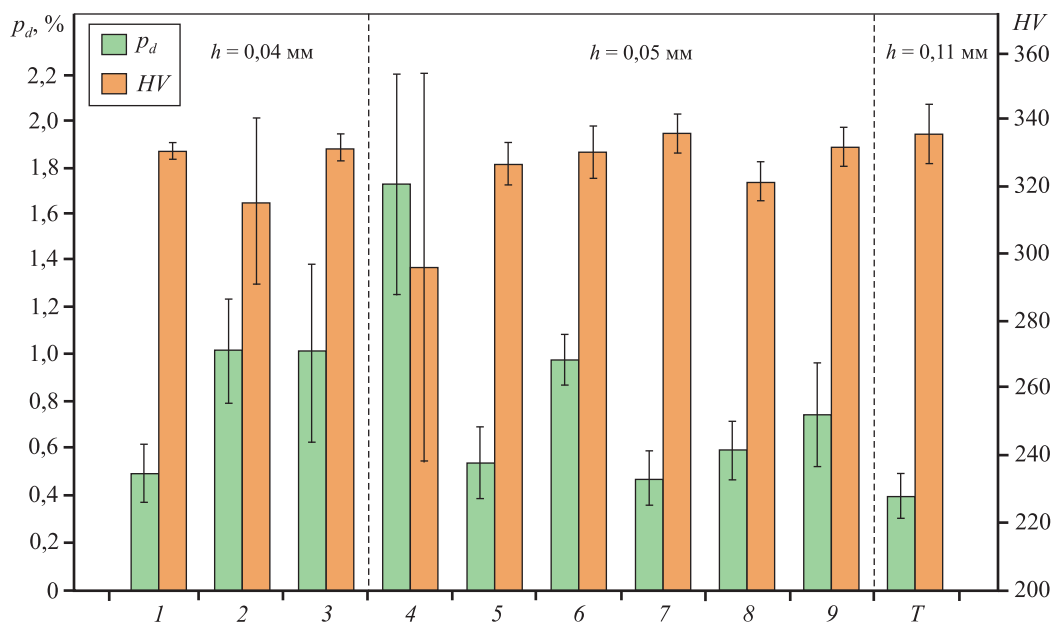


Рис. 5. Дефектная пористость и твердость образцов, полученных по экспериментальным режимам 1–9, в сопоставлении со стандартным режимом T

Fig. 5. Defect porosity and hardness of samples obtained by experimental regimes 1–9, compared with the standard regime T

сканирования (0,04 мм), для дальнейшего исследования и изготовления пористых структур был выбран режим 1 в сопоставлении со стандартными условиями T.

Исследование фазового состава и микроструктуры

Результаты рентгенографического анализа сплава, изготовленного по режимам T и 1, до и после термической обработки (ТО) представлены на рис. 6. Во всех случаях сплав находится в однофазном состоянии низкотемпературной гексагональной плотноупакованной (ГПУ) α -фазы. Явных рентгеновских линий высокотемпературной ОЦК

β -фазы на рентгеновских дифрактограммах не обнаружено.

Исследование микроструктуры сплава после СЛП по двум режимам и последующей термообработки, выполненное с помощью дифракции обратного рассеяния электронов в плоскости, параллельной плоскости построения (рис. 7), показало, что изменение режима не привело к изменению структурного состояния материала. Микроструктура представлена преимущественно пластинами α -фазы толщиной 1–5 мкм, сформированными в результате $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения в ходе охлаждения после отжига. Контуры пакетов из пластин α -фазы представляют собой бывшие (унаследованные)

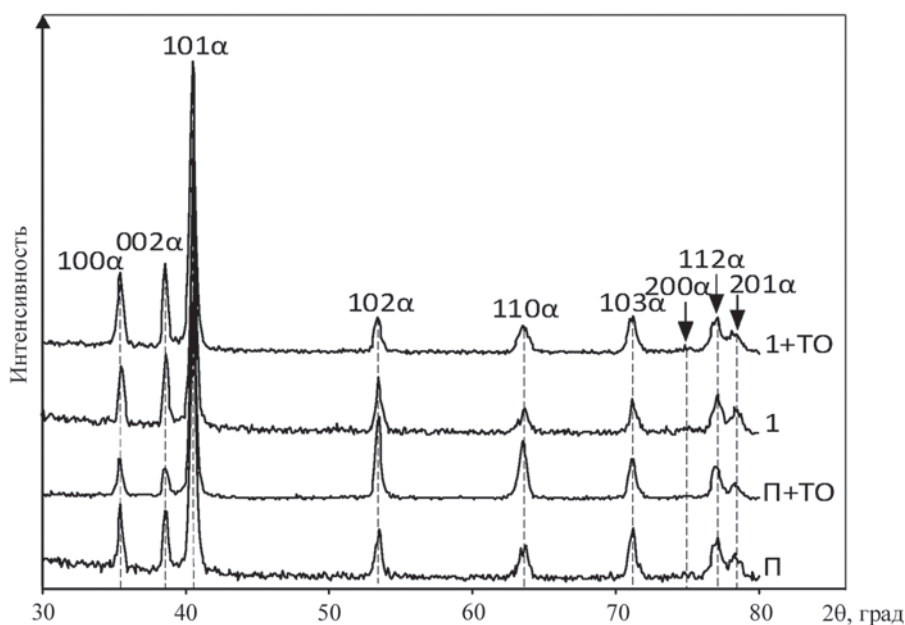


Рис. 6. Рентгеновские дифрактограммы образцов, полученных по режимам *T* и *I*, до и после термообработки

Fig. 6. X-ray diffraction patterns of samples obtained by regimes *T* and *I*, before and after heat treatment

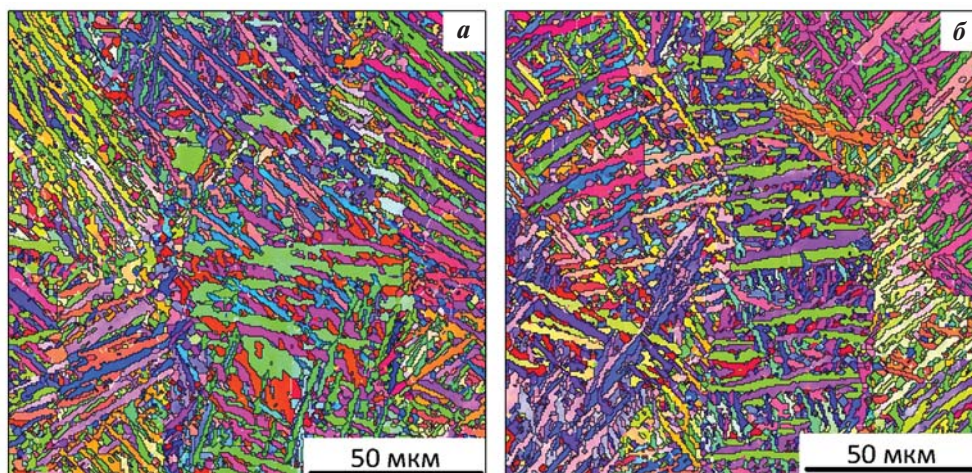


Рис. 7. Микроструктура образцов, полученных по режимам *T* (а) и *I* (б), после термообработки

Fig. 7. Microstructure of samples obtained by regimes *T* (a) and *I* (b), after heat treatment

границы зерен высокотемпературной β -фазы, в пределах которых пакеты образовались.

Фазовое состояние и микроструктура сплава полностью соответствуют полученным по стандартному режиму СЛП после ТО в проведенном ранее исследовании этого сплава [20].

Исследование макроструктуры и механических свойств пористых структур

Макроструктура пористых образцов, полученных по режиму *I*, представлена на рис. 8. На внутренней поверхности наблюдается значительное

количество припавленных гранул порошкового материала. В нижней части образцов этих частиц гораздо больше, что объясняется особенностями процесса СЛП и согласуется с наблюдениями других исследователей [21]. Гранулы на поверхности создают концентраторы напряжений, способствуют зарождению усталостных трещин и снижают усталостную прочность материала, поэтому их нужно удалять [21]. Кроме того, их присутствие затрудняет количественную оценку точности геометрии тонких структурных элементов конструкции.

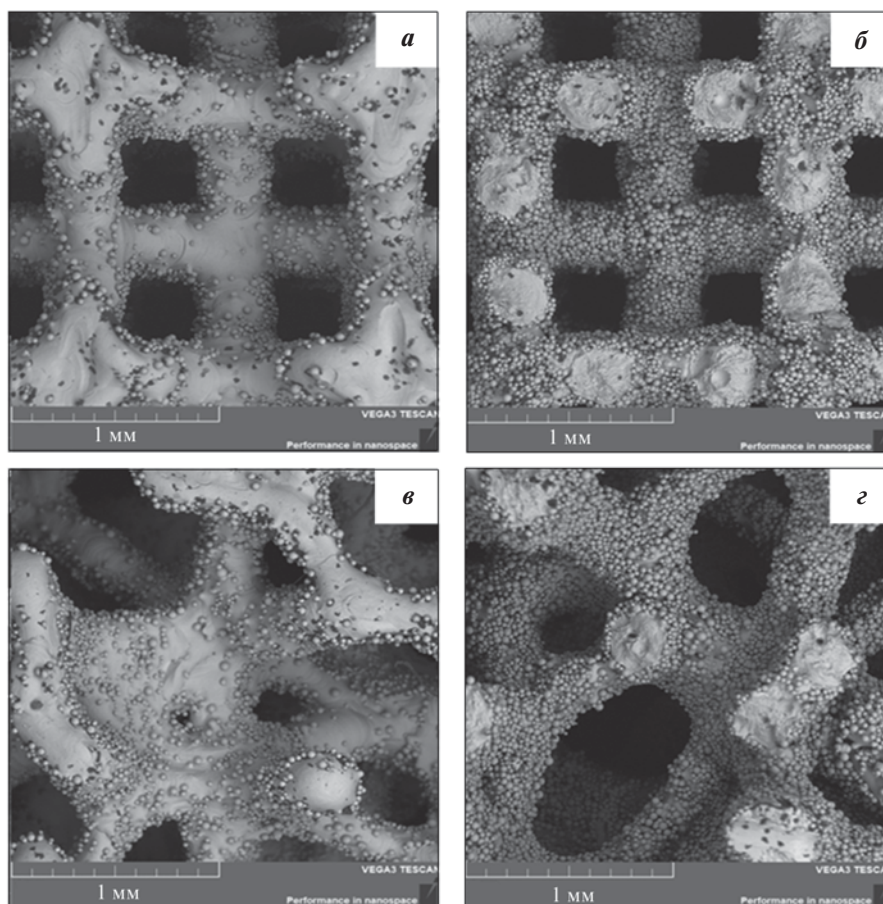


Рис. 8. Макроструктура образцов пористых структур типа *Д* (*а, б*) и *В* (*в, г*), полученных по режиму *1*
а, в – вид сверху, *б, г* – снизу

Fig. 8. Macrostructure of samples of porous structures of *D* type (*a, б*) and *V* type (*в, г*), obtained by regime *1*
a, в – top view, *б, г* – bottom view

Количественную оценку дефектной пористости и геометрии проводили, анализируя снимки в нескольких сечениях образца, полученные с помощью световой электронной микроскопии (см. рис. 9). Качественная оценка изображений показала различие в уровне дефектной пористости между образцами, изготовленными по режимам *Т* и *1*.

В результате количественного анализа дефектной пористости установлено, что у структур, полученных по режиму *1*, она в 3 раза ниже, чем у образцов, изготовленных по режиму производителя, и составляет около 0,6 % (см. рис. 9, *д*).

Толщина перемычек структуры типа *Д*, измеренная по микрофотографиям, составляет 265 ± 15 мкм и 245 ± 14 мкм для режимов *1* и *Т*. Различия значений дефектной пористости и среднего размера перемычек отражаются на общей пористости образцов: $p = 72,3 \pm 1,2$ % для режима *Т* и $p = 70,0 \pm 1,0$ % для режима *1*.

Диаграммы деформации сжатием образцов пористых структур типа *Д* и *В*, изготовленных по двум режимам, представлены на рис. 10. Условный предел прочности (σ_b) определяли по точке первого резкого снижения напряжения, что соответствует первичному разрушению одного из рядов перемычек пористой структуры.

Сравнение механических свойств пористых структур показывает, что применение разработанного режима приводит к значительному повышению прочностных характеристик: увеличение условного предела текучести с 76 до 132 МПа для *Д* и с 66 до 86 МПа для *В* (см. рис. 10 и табл. 4). Такое различие в прочности двух типов структур связано с более оптимальной конструкцией *Д* [5]. Следует отметить, что модуль Юнга при достаточно существенном повышении прочности изменяется незначительно и остается в диапазоне 1–2 ГПа, что соответствует этому показателю для губчатой

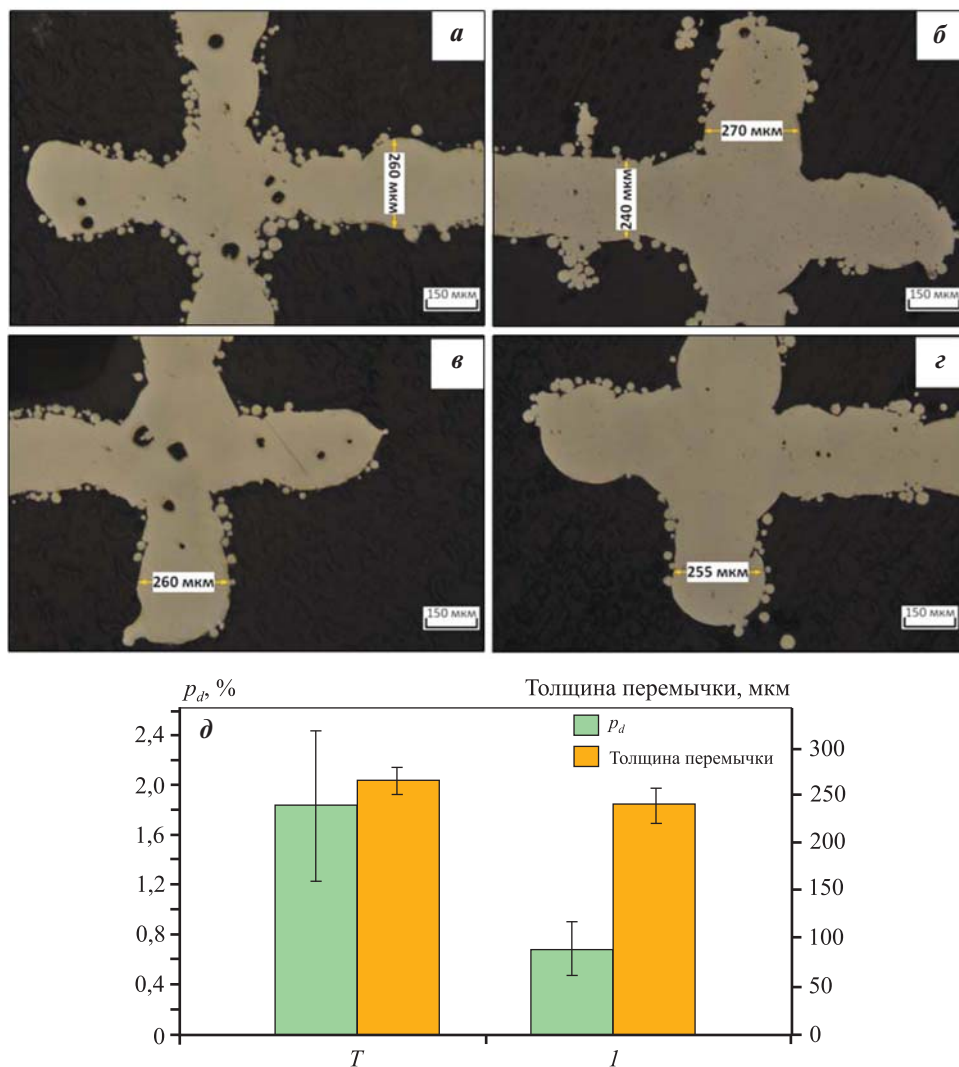


Рис. 9. Типичные изображения перемычек в образцах пористых структур типа Д, полученных по режимам Т (а, в) и I (б, г), д – средний размер перемычки образцов типа Д построенных по разным режимам

Fig. 9. Typical images of struts in samples of porous structures of D type obtained by regimes T (a, в) and I (б, г), д – the average size of the struts of samples of type D built according to different modes

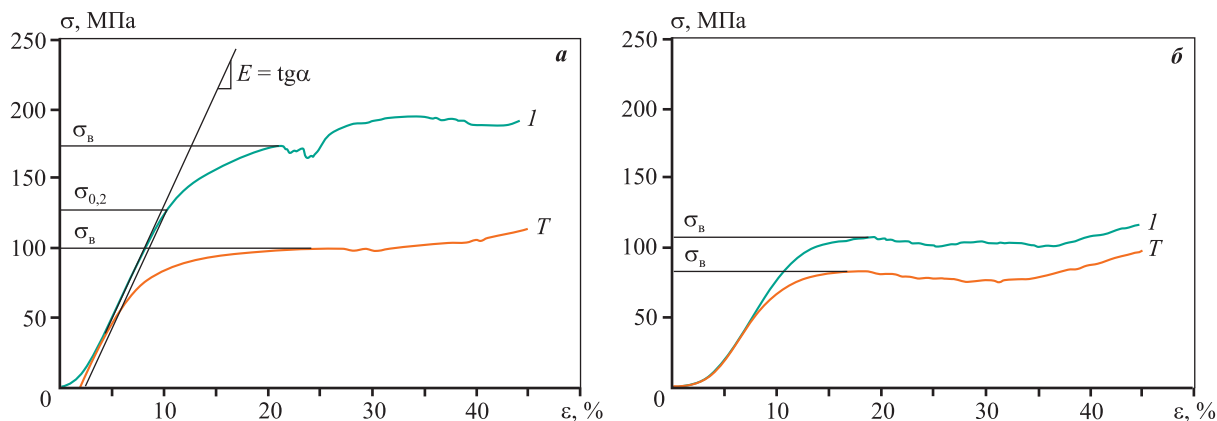


Рис. 10. Диаграммы деформации сжатием образцов пористых структур типа Д (а) и В (б), полученных по режимам Т и I

Fig. 10. Compression strain diagrams of samples of porous structures of D type (a) and V type (б), obtained by regimes T and I

Таблица 4. Механические свойства пористых структур, полученных по режимам *T* и *I*, в сравнении с аналогами из литературы и типами костной ткани

Table 4. Mechanical properties of porous structures obtained by regimes *T* and *I* in comparison with analogues and types of bone tissue

Тип структуры (режим СЛП)	ρ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	E , ГПа
<i>D</i> (<i>T</i>)	72,3±1,2	76±3	103±6	1,24±0,08
<i>B</i> (<i>T</i>)	74,5±1,5	66±4	80±4	1,09±0,14
<i>D</i> (<i>I</i>)	70,0±1,0	132±8	173±5	1,55±0,12
<i>B</i> (<i>I</i>)	73,4±1,3	86±6	104±5	1,25±0,10
<i>B</i> [19]	68,1±2,7	80±5	93±3	1,82±0,15
<i>D</i> [12]	70*	140±6	174±4	4,89±0,05
Костная ткань [11]:				
плотная кость	—	42–176	—	7–30
губчатая кость	40–80	0,2–10,5	—	0,04–2,0
позвонки	—	3–6	—	0,37

* Пористость согласно CAD-модели.

костной ткани. Сравнивая механические свойства пористых структур двух типов, построенных по разработанному режиму СЛП, можно заметить, что при одинаковой пористости и сопоставимом уровне прочности значения модуля Юнга ниже, чем у аналогов (1,55±0,12 против 4,89±0,05 для *D* и 1,25±0,10 против 1,82±0,15 для *B*).

Закключение

По результатам исследования влияния параметров селективного лазерного плавления на дефектную пористость, фазовый состав, микроструктуру и твердость сплава Ti–6Al–4V разработан подход к совершенствованию режимов СЛП, позволяющих изготавливать высокопористые материалы с тонкими внутренними элементами конструкции. Метод был эффективно применен в процессе изготовления разработанных для костных имплантатов пористых структур типа *D* и *B* пористостью около 75 %.

Показано, что снижение уровня дефектной пористости с ≈1,8 до 0,6 %, обеспеченное применением разработанного режима СЛП, способствует значительному повышению прочностных характеристик материала — увеличению условного предела текучести ромбического додекаэдра с 76 до 132 МПа и Вороного с 66 до 86 МПа. При этом сохраняется низкий модуль Юнга (1–2 ГПа), соответствующий уровню жесткости губчатой костной ткани.

Список литературы/References

- Shunyu Liu, Yung C. Shin, Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review. *Materials & Design*. 2019; 164:107552. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552>
- Chlebus E., Kuźnicka B., Kurzynowski T., Dybała B. Microstructure and mechanical behaviour of Ti–6Al–7Nb alloy produced by selective laser melting. *Materials Characterization*. 2011;62(5):488–495. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.03.006>
- Jalali M., Mohammadi K., Movahhedy M.R., Karimi F., Sadrnezhaad S.K., Chernyshikhin S.V., Shishkovsky I.V. SLM additive manufacturing of NITI porous implants: A review of constitutive models, finite element simulations, manufacturing, heat treatment, mechanical, and biomedical studies. *Metals and Materials International*. 2023. <https://doi.org/10.1007/s12540-023-01401-1>
- Brailovski V., Kalinicheva V., Letenneur M., Lukashevich K., Sheremetyev V., Prokoshkin S. Control of density and grain structure of a laser powder bed-fused superelastic Ti–18Zr–14Nb alloy: Simulation-driven process mapping. *Metals*. 2020;10(12):1697. <https://doi.org/10.3390/met10121697>
- Chen H., Han Q., Wang C., Liu Y., Chen B., Wang J. Porous scaffold design for additive manufacturing in orthopedics: A review. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*. 2020;8. <https://doi.org/10.3389/fbioe.2020.00609>
- Nune K.C., Misra R.D., Li S.J., Hao Y.L., Yang R. Cellular response of osteoblasts to low modulus Ti–24Nb–

- 4Zr—8Sn alloy mesh structure. *Journal of Biomedical Materials Research. Pt. A*. 2016;105(3):859—870. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.35963>
7. Warnke P.H., Douglas T., Wollny P., Sherry E., Steiner M., Galonska S., Becker S.T., Springer I.N., Wilftang J., Sivenanthan S. Rapid prototyping: Porous titanium alloy scaffolds produced by selective laser melting for bone tissue engineering. *Tissue Engineering. Pt. C: Methods*. 2009;15(2):115—124. <https://doi.org/10.1089/ten.tec.2008.0288>
 8. Barba D., Alabort E., Reed R.C. Synthetic bone: Design by additive manufacturing. *Acta Biomaterialia*. 2019;97:637—656. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.07.049>
 9. Yan C., Hao L., Hussein A., Young P. Ti—6Al—4V triply periodic minimal surface structures for bone implants fabricated via selective laser melting. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2015;51:61—73. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.06.024>
 10. Taniguchi N., Fujibayashi S., Takemoto M., Sasaki K., Otsuki B., Nakamura T., Matsushita T., Kokubo T., Matsuda S. Effect of pore size on bone ingrowth into porous titanium implants fabricated by additive manufacturing: An in vivo experiment. *Materials Science and Engineering: C*. 2016;59:690—701. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.10.069>
 11. Timercan A., Sheremetyev V., Brailovski V. Mechanical properties and fluid permeability of gyroid and diamond lattice structures for intervertebral devices: Functional requirements and comparative analysis. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2021;22(1):285—300. <https://doi.org/10.1080/14686996.2021.1907222>
 12. Li J., Chen D., Zhang Y., Yao Y., Mo Z., Wang L., Fan Y. Diagonal-symmetrical and midline-symmetrical unit cells with same porosity for bone implant: Mechanical properties evaluation. *Journal of Bionic Engineering*. 2019;16(3):468—479. <https://doi.org/10.1007/s42235-019-0038-z>
 13. Fantini M., Curto M.. Interactive design and manufacturing of a Voronoi-based biomimetic bone scaffold for morphological characterization. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing (IJIDeM)*. 2017;12(2):585—596. <https://doi.org/10.1007/s12008-017-0416-x>
 14. Liu T., Guessasma S., Zhu J., Zhang W. Designing cellular structures for additive manufacturing using Voronoi—Monte Carlo approach. *Polymers*. 2019;11(7):1158. <https://doi.org/10.3390/polym11071158>
 15. Bhandari L., Gaur V. A study on defect-induced fatigue failures in SLM Ti6Al4V alloy. *Procedia Structural Integrity*. 2022;42:529—536. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2022.12.067>
 16. Sombatmai A., Uthaisangasuk V., Wongwiset S., Promopattum P. Multiscale investigation of the influence of geometrical imperfections, porosity, and size-dependent features on mechanical behavior of additively manufactured Ti—6Al—4V lattice struts. *Materials & Design*. 2021;209:109985. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109985>
 17. Letenneur M., Kreitchberg A., Brailovski V. Optimization of laser powder bed fusion processing using a combination of melt pool modeling and design of experiment approaches: Density control. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2019;3(1):21. <https://doi.org/10.3390/jmmp3010021>
 18. Saremian R., Badrossamay M., Foroozmehr E., Kadkhodaei M., Forooghi F. Experimental and numerical investigation on lattice structures fabricated by selective laser melting process under quasi-static and dynamic loadings. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2021;112(9-10):2815—2836. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06112-0>
 19. Zhu L., Liang H., Lv F., Xie D., Wang C., Mao Y., Yang Y., Tian Z., Shen L. Design and compressive fatigue properties of irregular porous scaffolds for orthopedics fabricated using selective laser melting. *ACS Biomaterials Science & Engineering*. 2021;7(4):1663—1672. <https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.0c01392>
 20. Jimenez E.H., Kreitchberg A., Moquin E., Brailovski V. Influence of post-processing conditions on the microstructure, static, and fatigue resistance of laser powder bed fused Ti—6Al—4V components. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2022;6:85. <https://doi.org/10.3390/jmmp6040085>
 21. Van Hooreweder B., Apers Y., Lietaert K., Kruth J.P. Improving the fatigue performance of porous metallic biomaterials produced by selective laser melting. *Acta Biomaterialia*. 2017;47:193—202. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2016.10.005>

Информация об авторах

Вадим Алексеевич Шереметьев — к.т.н., ведущий научный сотрудник кафедры обработки металлов давлением (ОМД), Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (НИТУ МИСИС).

<http://orcid.org/0000-0002-2086-0628>

E-mail: vadim.sheremet'ev@gmail.com

Вячеслав Дмитриевич Лезин — аспирант, лаборант-исследователь кафедры ОМД, НИТУ МИСИС.

<http://orcid.org/0000-0002-7568-2005>

E-mail: vyacheslavlezin@gmail.com

Марина Владимировна Козик — студент-магистр, лаборант-исследователь кафедры ОМД, НИТУ МИСИС.

<http://orcid.org/0009-0001-9857-973X>

E-mail: marinakozik627@gmail.com

Сергей Алексеевич Молчанов — начальник службы качества, ООО «Конмет».

<http://orcid.org/0009-0001-7237-3872>

E-mail: molchanov@conmet.ru

Information about the authors

Vadim A. Sheremet'ev — Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher, Metal Forming Department, National University of Science and Technology "MISIS" (NUST MISIS).

<http://orcid.org/0000-0002-2086-0628>

E-mail: vadim.sheremet'ev@gmail.com

Viacheslav D. Lezin — Postgraduate, Research Laboratory Assistant, Metal Forming Department, NUST MISIS.

<http://orcid.org/0000-0002-7568-2005>

E-mail: vyacheslavlezin@gmail.com

Marina V. Kozik — Master Student, Research Laboratory Assistant, Metal Forming Department, NUST MISIS.

<http://orcid.org/0009-0001-9857-973X>

E-mail: marinakozik627@gmail.com

Sergey A. Molchanov — Head of Quality Service, LLC "Conmet".

<http://orcid.org/0009-0001-7237-3872>

E-mail: molchanov@conmet.ru

Вклад авторов

В.А. Шереметьев — определение цели работы, проведение экспериментов, написание и корректировка текста статьи.

В.Д. Лезин — подготовка материалов и исходных образцов, подготовка текста статьи.

М.В. Козик — подготовка шлифов и получение микроснимков, участие в обсуждении результатов.

С.А. Молчанов — участие в обсуждении результатов.

Contribution of the authors

V.A. Sheremet'ev — formulated the research objectives, conducted experiments, wrote and revised the manuscript.

V.D. Lezin — prepared materials and initial samples, prepared the manuscript.

M.V. Kozik — prepared polished samples and obtained micrographs, participated in the discussion of the results.

S.A. Molchanov — participated in the discussion of the results.

Статья поступила в редакцию 24.04.2023, доработана 28.04.2023, подписана в печать 03.05.2023

The article was submitted 24.04.2023, revised 28.04.2023, accepted for publication 03.05.2023

УДК 539.219.2: 548.73

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-48-59>

Научная статья

Research article



Исследование влияния условий напыления системой инвертированных магнетронов на текстуру и остаточные напряжения в четырехслойных Ta/W/Ta/W-покрытиях

А.А. Лозован, С.Я. Бецофен, А.С. Ленковец, А.В. Шалин, Н.А. Иванов

Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)
125993, Россия, г. Москва, Волоколамское шоссе, 4

✉ Александр Александрович Лозован (loz-plasma@yandex.ru)

Аннотация: Исследованы возможности нанесения с высокой скоростью осаждения многослойных покрытий на изделия сложной формы с помощью инвертированных магнетронов. Рентгеновским методом обратных полюсных фигур и методом « $\sin^2\Psi$ » оценивали формирование текстуры и остаточных напряжений в магнетронных четырехслойных Ta/W/Ta/W-покрытиях, нанесенных при напряжениях от 0 до –200 В на цилиндрическую и плоскую подложки из меди, имитирующие элементы поверхности изделий сложной формы. Показано, что закономерности формирования текстуры в покрытиях зависят в основном от напряжения смещения на подложке (U_n), при этом при $U_n = -200$ В они отличаются для слоев W и Ta. При $U_n = -100$ В реализуется эпитаксиальный механизм текстуробразования, который в случае цилиндрической подложки приводит к интенсивной (111) текстуре всех четырех слоев, а в случае плоской – к формированию во всех слоях монокристалльной (111) текстуры с шириной текстурного максимума 12° – 14° . Наличие монокристалльной (111) текстуры тантала соответствует максимальным значениям модуля Юнга и, соответственно, сил межатомной связи нормально плоскости покрытия, что предполагает у многослойных покрытий с внешним Ta-слоем высокие трибологические характеристики. Увеличение напряжения на плоской подложке от 0 до –200 В приводит к повышению остаточных сжимающих напряжений от 0,5 до 2,7 ГПа для исследуемого четырехслойного покрытия.

Ключевые слова: Ta/W/Ta/W-покрытия, метод « $\sin^2\Psi$ », текстура, остаточные напряжения, напряжение смещения.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-19-00754).

Для цитирования: Лозован А.А., Бецофен С.Я., Ленковец А.С., Шалин А.В., Иванов Н.А. Исследование влияния условий напыления системой инвертированных магнетронов на текстуру и остаточные напряжения в четырехслойных Ta/W/Ta/W-покрытиях. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):48–59. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-48-59>

Sputtering by inverted magnetrons: influence on the texture and residual stresses in four layer Ta/W/Ta/W coatings

A.A. Lozovan, S.Ya. Betsofen, A.S. Lenkovets, A.V. Shalin, N.A. Ivanov

Moscow Aviation Institute (National Research University)
4 Volokolamskiy Prosp., Moscow 125993, Russia

✉ Alexander A. Lozovan (loz-plasma@yandex.ru)

Abstract: The aim of the study is to examine the possibilities of sputtering of multilayer coatings at a high rate of deposition on products of complex shape using inverted magnetrons. The formation of texture and residual stresses in magnetron four-layer Ta/W/Ta/W coatings deposited at voltages from 0 to –200 V on cylindrical and flat copper substrates imitating elements of the surface of complex shape products was evaluated

using the X -ray method of inverse pole figures and the $\sin^2\Psi$ method. The patterns of texture formation in coatings depend mainly on the bias voltage on the substrate (U_s), while at $U_s = -200$ V they differ for W and Ta layers. At $U_s = -100$ V, the epitaxial mechanism of texture formation is realized. In the case of a cylindrical substrate, this leads to intense texture (111) of all four layers. In the case of a flat substrate, this can lead to the formation of a single-crystal texture (111) in all layers with a texture maximum width of 12° – 14° . The presence of a single-crystal (111) tantalum texture corresponds to the maximum Young moduli and, accordingly, the interatomic bonding forces normal to the coating plane. This suggests that multilayer coatings with an external Ta layer have high tribological characteristics. Increasing the voltage on a flat substrate from 0 to -200 V leads to an increase in residual compressive stresses from 0.5 to 2.7 GPa for the four-layer coating under study.

Keywords: Ta/W/Ta/W coatings, « $\sin^2\Psi$ » method, texture, residual stresses, bias voltage.

Acknowledgements: This research was supported by the Russian Science Foundation (grant no. 22-19-00754).

For citation: Lozovan A.A., Betsofen S.Ya., Lenkovets A.S., Shalin A.V., Ivanov N.A. Sputtering by inverted magnetrons: influence on the texture and residual stresses in four layer Ta/W/Ta/W coatings. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):48–59. (In Russ.).

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-35-59>

Введение

Тугоплавкие покрытия, прежде всего на основе вольфрама, являются перспективными для различных областей применения, таких как микроэлектроника [1], в том числе спинтроника [2; 3], термофотовольтаические преобразователи в энергетике, высокотемпературная нанофотоника [4]. Они могут быть востребованы в качестве термобарьерных покрытий для деталей будущих термоядерных реакторов, таких как ITER [5; 6], которые будут подвергаться экстремальным тепловым нагрузкам и ионной бомбардировке, а также для других теплонагруженных изделий, например камер сгорания ракетных двигателей. Ключевыми проблемами для таких покрытий являются термомеханическая стабильность в отношении расслоения, образование оксида вольфрама и диффузия при высоких рабочих температурах, а также сложность достижения долговременной высокотемпературной стабильности в плане предотвращения роста зерна [4].

Покрытия из тантала представляет особый интерес, поскольку являются перспективным кандидатом на замену электролитических хромовых покрытий, часто используемых для различных трибологических и коррозионно-стойких применений. Замена этих покрытий оправдана, поскольку отходы хрома содержат 6-валентный хром — известный канцероген, опасный для окружающей среды. В работе [7] приведены результаты исследования формирования тонких магнетронных пленок α - и β -Ta. Показано, что при их нанесении на аморфную подложку (α -Si, α -SiO_x, α -SiN_x) образуется β -Ta, принадлежащий к пространственной группе тетрагональной сингонии $P-42_1m$ ($a = 10,194$ Å, $c = 5,313$ Å) с сильной аксиальной текстурой [001]. Нагревание Ta-покрытия до 176°C приводит к образованию наряду с β -Ta

также и α -Ta, а при температуре $> 326^\circ\text{C}$ формируется однофазная структура α -Ta. При нанесении таких покрытий на кристаллический молибден образуется α -Ta с текстурой [110].

Для многослойных покрытий важную роль играет формирующаяся в них текстура отдельных слоев, поскольку от этого зависит эффективность процессов релаксации напряжений на межфазной границе. Кроме того, текстура является определяющей характеристикой для многих служебных свойств из-за их выраженной ориентационной зависимости. В этом плане особое внимание следует уделить Ta, который в отличие от W обладает выраженной анизотропией упругих и, с большой вероятностью, также трибологических свойств. В работе [8] исследованы фазовый состав, текстура и остаточные напряжения в магнетронных Ta-покрытиях толщиной (h) до 40 мкм, напыленных при $t = 20$ – 400°C . Показано, что при комнатной температуре образуется β -Ta с текстурой (001), при $t = 300^\circ\text{C}$ — двухфазная смесь β - и α -Ta с доминированием β -Ta с текстурой (001) (при этом α -Ta не обладает выраженной текстурой), при $t = 400^\circ\text{C}$ — α -Ta с выраженной (110) текстурой.

Обнаружена зависимость текстуры α -Ta от толщины пленки. При $h > 10$ мкм текстура (110) переходит к (111). Фазовый состав и текстура меняются по мере формирования окончательной толщины покрытия.

В работе [9] проведено рентгеновское *in situ* исследование роста пленок тантала в процессе осаждения с помощью планарного магнетрона при расстояниях от мишени до стеклянной подложки 25 и 108 мм. В первом случае осаждение происходило со скоростью 6,4 нм/мин, при этом ближайшим к подложке был аморфный слой толщиной 45 нм, затем следовал слой β -Ta с $h = 15$ нм, а за ним — слой

α -Та с $h = 190$ нм. Во втором случае скорость осаждения составляла 1,6 нм/мин, а аморфный слой занимал почти 90 % от общей толщины пленки в 36 нм. β -Та имел текстуру (002), а α -Та характеризовался текстурой (110), и степень текстурированности увеличивалась со временем осаждения пленки.

Авторы [10] исследовали структуру Та-покрытий, которые наносили с использованием магнетронного напыления при различных величинах напряжения смещения на подложке ($U_{\text{п}}$) в диапазоне от 0 до -100 В, которое оказывает заметное влияние на фазовую структуру этих покрытий. При увеличении напряжения смещения от 0 до -70 В их структура изменялась от однофазной β -фазы при $U_{\text{п}}$ от 0 до -20 В до двухфазной структуры в диапазоне от -30 до -40 В и до полной α -фазы, когда значения $U_{\text{п}}$ были в интервале от -50 до -100 В. Авторам удалось получить покрытие толщиной 100 мкм с хорошими механическими свойствами и сравнительно невысокими для такой толщины остаточными напряжениями ($-2,1$ ГПа).

В работе [11] исследовано влияние давления аргона (P_{Ar}) от 0,3 до 1,4 Па на фазовый состав, текстуру, остаточные напряжения и твердость магнетронных Та-покрытий толщиной 10–1000 нм. При всех значениях P_{Ar} покрытия состояли из метастабильной β -фазы, и только при 0,7 Па обнаружена α -фаза Та. Для большинства покрытий наблюдались сжимающие напряжения от -200 до -1500 МПа, но в ряде покрытий обнаружены растягивающие напряжения от 400 до 1100 МПа. Твердость покрытий варьировалась от 10,2 до 17,7 ГПа. При этом не выявлено корреляций твердости с текстурой или с величиной остаточных напряжений.

Авторами [12] рассмотрено влияние условий нанесения магнетронных покрытий модулированным импульсным методом на структуру и свойства Та-покрытий. Обнаружено, что их фазовый состав зависит от температуры. α -Та-фаза формируется при температуре подложки более $365\text{--}375$ °С, что достигается за ~ 150 мин. При более низких температурах образуется β -Та-фаза. По этой причине на начальной стадии формирования покрытий образуется β -Та и только при удалении от подложки до >14 мкм начинает доминировать фаза α -Та. Измерения остаточных напряжений в покрытиях толщиной 5–20 мкм показали наличие сжимающих напряжений от $-2,0$ до $-2,2$ ГПа для покрытий с $h = 5, 8, 14$ и 20 мкм и растягивающие напряжения в 1,7 ГПа только для покрытия с $h = 6$ мкм.

Композитные многослойные W/Та-покрытия, оба имеющие ОЦК-структуру и близкую поверхностную энергию 3,26 и 2,9 Дж/м² соответственно, интенсивно исследуются с целью установления возможности их применения для решения различных прикладных задач [13–15], важной из которых является разработка метода нанесения многослойного равномерного по толщине W/Та-покрытия на поверхность изделий сложной формы.

Для нанесения W/Та успешно используют распыление планарными магнетронами постоянного тока (DCMS — Direct Current Magnetron Sputtering), а также импульсное магнетронное распыление высокой мощности (HPPMS — High Power Pulsed Magnetron Sputtering) [16]. Покрытие HPPMS получается более плотным и имеет более гладкую поверхность, чем у DCMS, что является следствием осаждения потока с более высокой степенью ионизации распыленных атомов [17]. Однако с точки зрения промышленного применения основным недостатком технологии HPPMS является значительно более низкая скорость осаждения по сравнению с DCMS [16].

Актуальным является изучение возможности одновременного решения обеих указанных задач путем использования инвертированных полокатодных магнетронов. В работе [17] было показано, что напыление с полым катодом, при котором подложки монтируются на оси удлиненного трубчатого источника, может быть эффективным способом нанесения покрытия на объекты сложной формы. В полокатодном магнетроне при равномерной плотности тока и косинусном угловом распределении распыленного материала распыленный поток (на единицу площади) во всех точках внутри катода (где конечные эффекты не важны) равен потоку эрозии катода независимо от давления рабочего газа. Авторами получена скорость осаждения меди 400 нм/мин. Однако следует иметь в виду, что, когда подложка большая и пространство между ней и катодом становится тонким кольцом, геометрия приближается к планарному катоду, а обратное рассеяние распыленных атомов снижает скорость осаждения.

В работах [18; 19] было показано, что для создания тонкостенных малогабаритных осесимметричных оболочечных конструкций из слоистых композитов, например трубных изделий с различным профилем поверхности, весьма эффективной оказывается система из последовательно расположенных инвертированных полокатодных магнетронов и одного прямого цилиндрического

магнетрона, применяемого для очистки подложек. Такая система позволяет формировать слоистые композитные оболочки путем напыления различных слоев на оправку (например, из меди), которая впоследствии вытравливается.

Задача достижения однородности покрытия на поверхности изделий сложной формы не может быть отделена от проблемы структуры, поскольку микроструктура напыленных в вакууме покрытий зависит от скорости осаждения, направлений прихода атомов покрытия, давления рабочего газа, потока ионной бомбардировки, напряжения смещения на подложке и ее температуры.

В настоящей работе исследовано формирование текстуры и остаточных напряжений в отдельных слоях четырехслойных Ta/W-Ta/W-покрытий, нанесенных системой инвертированных полокатодных магнетронов на подложки разной формы (плоские и цилиндрические) из меди при напряжениях смещения на подложке от 0 до –200 В.

Материалы и методики исследования

Напыление проводили с помощью системы последовательно установленных на расстоянии 30 мм друг от друга инвертированных магнетронов на специализированной установке МРМ-1, представленной в работе [18]. В качестве рабочего газа выбран аргон чистотой не ниже 99,9 %; материал катодов — W и Ta чистотой $\approx 99,9$ %; внутренний диаметр и длина катодов составляли 37 и 24 мм соответственно. В качестве подложки использовали трубку из меди М-1 диаметром 10 мм и длиной 20 мм. Перед напылением трубку полировали и промывали в ультразвуковой мойке в ацетоне и спирте. Затем устанавливали подложку на штوك

вертикального перемещения образцов в камере и осуществляли ее вакуумирование до остаточного давления 10^{-3} Па. Перед напылением в течение 30 мин проводили очистку плазмой тлеющего разряда при давлении аргона 5 Па и напряжении на подложке 1100 В. Далее проводили напыление тантала и вольфрама при различном напряжении смещения на подложке по режимам, представленным в табл. 1. Подложка при напылении совершала возвратно-поступательные движения вдоль оси катодов и периодически полностью покидала область катода, поочередно целиком выходя за его торцы. Каждый слой наносили в течение 2 ч, напыляя все образцы по 8 ч и получая общую толщину покрытий 198, 189, 167, 128 и 64 мкм при $U_{\text{п}} = 0, -50, -100, -150$ и -200 В соответственно. Слои чередовались в последовательности Ta/W-Ta/W.

Текстуру оценивали с помощью количественных обратных полюсных фигур (ОПФ) с помощью съемки дифрактограмм в диапазоне углов $2\theta = 30^\circ \div 140^\circ$ в фильтрованном $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Полюсную плотность для 6 нормалей к (hkl) на стереографическом треугольнике (001, 011, 013, 111, 112, 123) определяли из соотношения

$$P_{(hkl)} = n \frac{I_{(hkl)} / R_{(hkl)}}{\sum_{i=1}^n (I_{(hkl)} / R_{(hkl)})}, \quad (1)$$

где $I_{(hkl)}$ и $R_{(hkl)}$ — интегральные интенсивности рефлексов (hkl) для текстурированного и бестекстурного (эталонного) образцов соответственно; $n = 6$ — число независимых (hkl)-рефлексов.

В дифракционной тензометрии широко используется метод « $\sin^2\Psi$ », в котором измеряют межплоскостные расстояния для рефлекса (hkl) при нескольких значениях угла наклона Ψ . Ве-

Таблица 1. Режимы напыления

Table 1. Sputtering regimes

Режим	Слой	$U_{\text{м}}, \text{В}$	$I_{\text{м}}, \text{А}$	$-U_{\text{п}}, \text{В}$	$I_{\text{п}}, \text{А}$	$P_{\text{Аг}}, \text{Па}$	$t, ^\circ\text{С}$
1	Ta	280–285	1	—	—	0,2	420
	W	290–305	1	—	—	0,2	430
	Ta	275–285	1	—	—	0,2	415
	W	290–305	1	—	—	0,2	430
2	Ta	270–280	1	50 (100, 150, 200)	0,14–0,05	0,2	430
	W	290–300	1	50 (100, 150, 200)	0,14–0,05	0,2	440
	Ta	270–285	1	50 (100, 150, 200)	0,14–0,05	0,2	430
	W	290–305	1	50 (100, 150, 200)	0,14–0,05	0,2	440

личину остаточных напряжений определяют из наклона ($\operatorname{tg}\alpha$) экспериментальной зависимости d_Ψ (межплоскостного расстояния при угле наклона Ψ) от $\sin^2\Psi$:

$$\sigma_{\text{ост}} = \frac{\operatorname{tg}\alpha E_{(hkl)}}{d_0(1 + \nu_{(hkl)})}, \quad (2)$$

где $E_{(hkl)}$ и $\nu_{(hkl)}$ — модуль Юнга и коэффициент Пуассона для направления нормали к (hkl) ; d_0 — межплоскостное расстояние при $\Psi = 0$.

Результаты исследований и их обсуждение

Исследование текстуры в четырехслойном покрытии

На рис. 1 и 2 приведены совмещенные дифрактограммы магнетронных покрытий Ta, Ta/W, Ta/W/Ta и Ta/W/Ta/W, нанесенных на цилиндрическую Cu-подложку при напряжениях $U_{\text{п}} = -100$ и -200 В. Анализ этих дифрактограмм, которые обобщены на рис. 3 в виде зависимостей полюсных плотностей рефлексов (211), (321) и (222) для последовательных слоев в четырехслойных покрытиях, свидетельствует о том, что закономерности текстуробразования зависят в основном от напряжения на подложке, но отличаются для слоев W и Ta. Особенно это заметно для покрытий, нанесенных при $U_{\text{п}} = -200$ В (см. рис. 3, б).

Следует отметить, что использование расчета полюсных плотностей дает более адекватную и, кроме того, количественную картину особенностей текстуробразования по сравнению с качественным рассмотрением интенсивностей рефлексов на дифрактограммах. Это связано с тем, что интенсивность рефлекса (222) в бестекстурном эталоне в 7 и 6 раз меньше, чем интенсивности рефлексов (321) и (211) соответственно. Кроме того, угловая ширина рефлекса (222) почти в 2 раза превышает рефлекс (211), поэтому при одинаковой высоте обоих рефлексов (211) и полюсная плотность (222) выше более чем на порядок, что наблюдается на рис. 3, а.

Влияние величины напряжения смещения на подложке на текстуробразование в четырехслойном покрытии проявляется в том, что при $U_{\text{п}} = -100$ В (рис. 3, а) реализуется эпитаксиальное соотношение между ориентировками слоев. Выраженная текстура (111), сформированная в первом Ta-слое, воспроизводится всеми последующими тремя слоями, при этом наблюдается даже некоторое усиление ее интенсивности.

При напряжении -200 В (см. рис. 3, б) наблюдается другой механизм текстуробразования, который включает отсутствие доминирования ориентировки (111), а также нарушение эпитаксии. В первом и третьем Ta-слоях полюсная плотность рефлекса (222) максимальна, но все-таки ниже, чем при напряжении -100 В. При этом во втором и

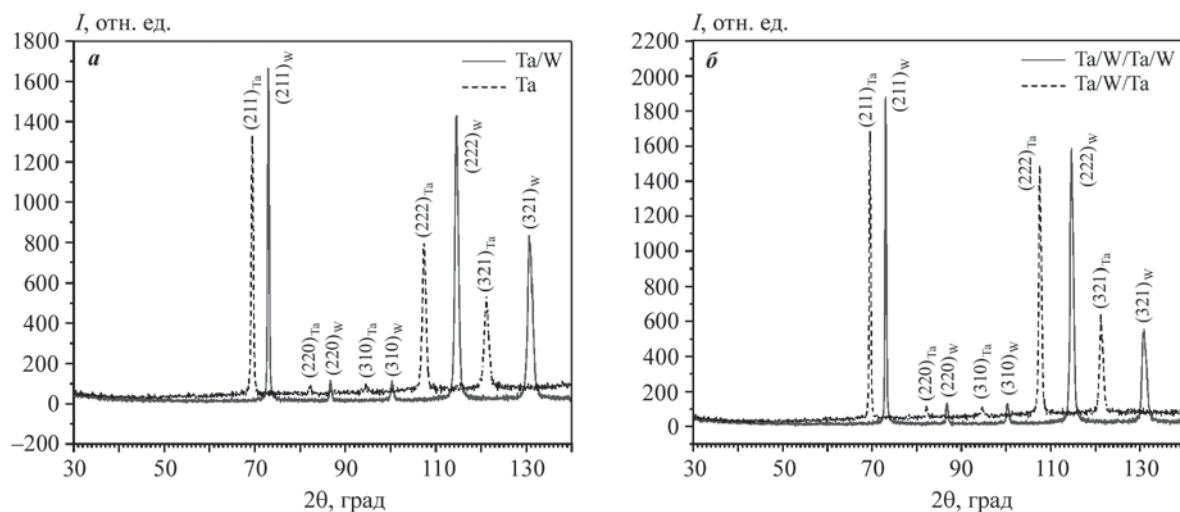


Рис. 1. Совмещенные дифрактограммы магнетронных покрытий Ta, Ta/W (а) и Ta/W/Ta, Ta/W/Ta/W (б) нанесенных на цилиндрическую Cu-подложку при напряжении $U_{\text{п}} = -100$ В

Fig. 1. Combined X-ray diffraction patterns of Ta, Ta/W (a) and Ta/W/Ta, Ta/W/Ta/W (b) magnetron coatings deposited on a cylindrical Cu substrate at $U_{\text{с}} = -100$ V

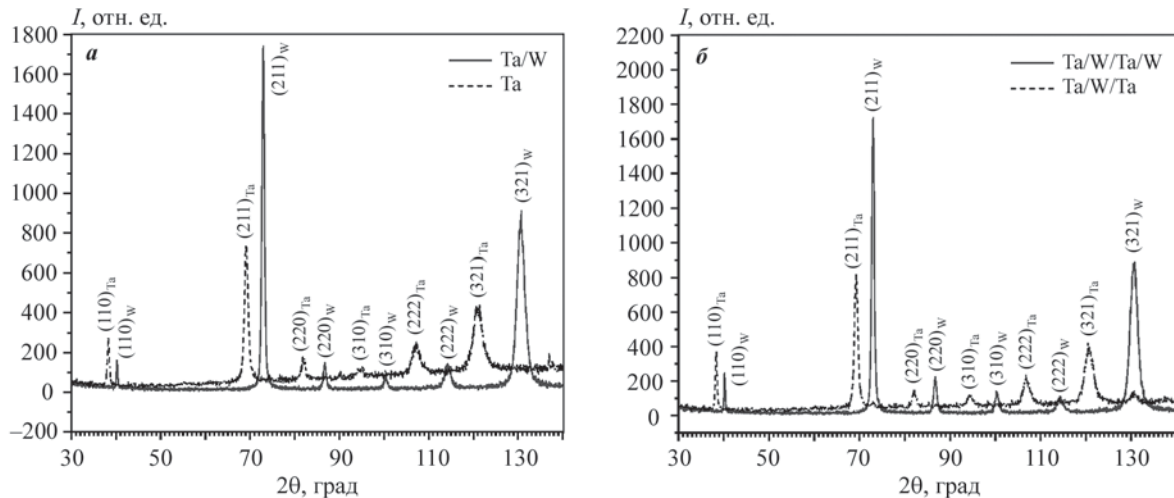


Рис. 2. Совмещенные дифрактограммы магнетронных покрытий Ta, Ta/W (а) и Ta/W/Ta, Ta/W/Ta/W (б), нанесенных на цилиндрическую Cu-подложку при напряжении $U_{\text{п}} = -200$ В

Fig. 2. Combined X-ray diffraction patterns of Ta, Ta/W (a) and Ta/W/Ta, Ta/W/Ta/W (b) magnetron coatings deposited on a cylindrical Cu substrate at $U_s = -200$ V

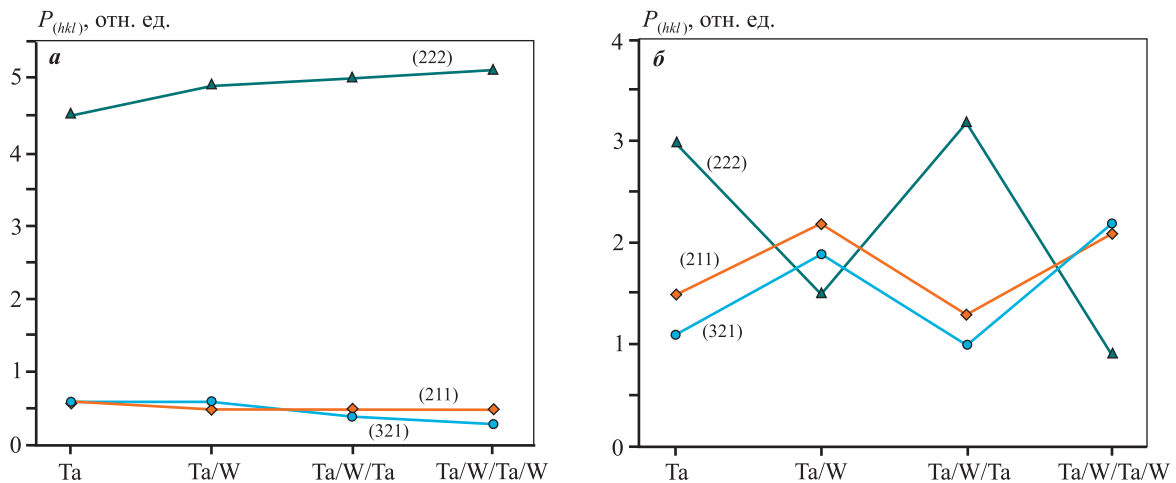


Рис. 3. Полусные плотности рефлексов (hkl) для слоев четырехслойных покрытий, нанесенных на цилиндрическую Cu-подложку при напряжениях $U_{\text{п}} = -100$ В (а) и -200 В (б)

Fig. 3. Pole reflection densities (hkl) for layers of four-layer coatings deposited on a cylindrical Cu substrate at voltages $U_s = -100$ V (a) and -200 V (b)

четвертом W-слоях полюсная плотность рефлексов (211) и (321) выше, чем рефлекса (222). Тот факт, что текстура в третьем танталовом и четвертом вольфрамовом слоях полностью воспроизводит текстуру не предыдущего слоя, а текстуру, свойственную именно этому металлу соответственно в первом и втором слоях, свидетельствует не о частичном, а полном отсутствии эпитаксии. Частичное нарушение эпитаксии сопровождалось бы постепенным ослаблением интенсивности всех текстурных компонентов по мере удаления от подложки, од-

нако при $U_{\text{п}} = -200$ В в каждом слое формируется текстура, характерная именно для этого металла (см. рис. 3, б), что принципиально отличает механизм текстурообразования при этом напряжении на подложке от механизма, характерного для $U_{\text{п}} = -100$ В (см. рис. 3, а).

На рис. 4 приведены дифрактограммы четырехслойных покрытий Ta/W/Ta/W, нанесенных на плоскую подложку при напряжениях $U_{\text{п}} = 0, -50, -100$ и -200 В. В отсутствие напряжения на подложке (рис. 4, а) и при его значении -50 В (рис. 4, б)

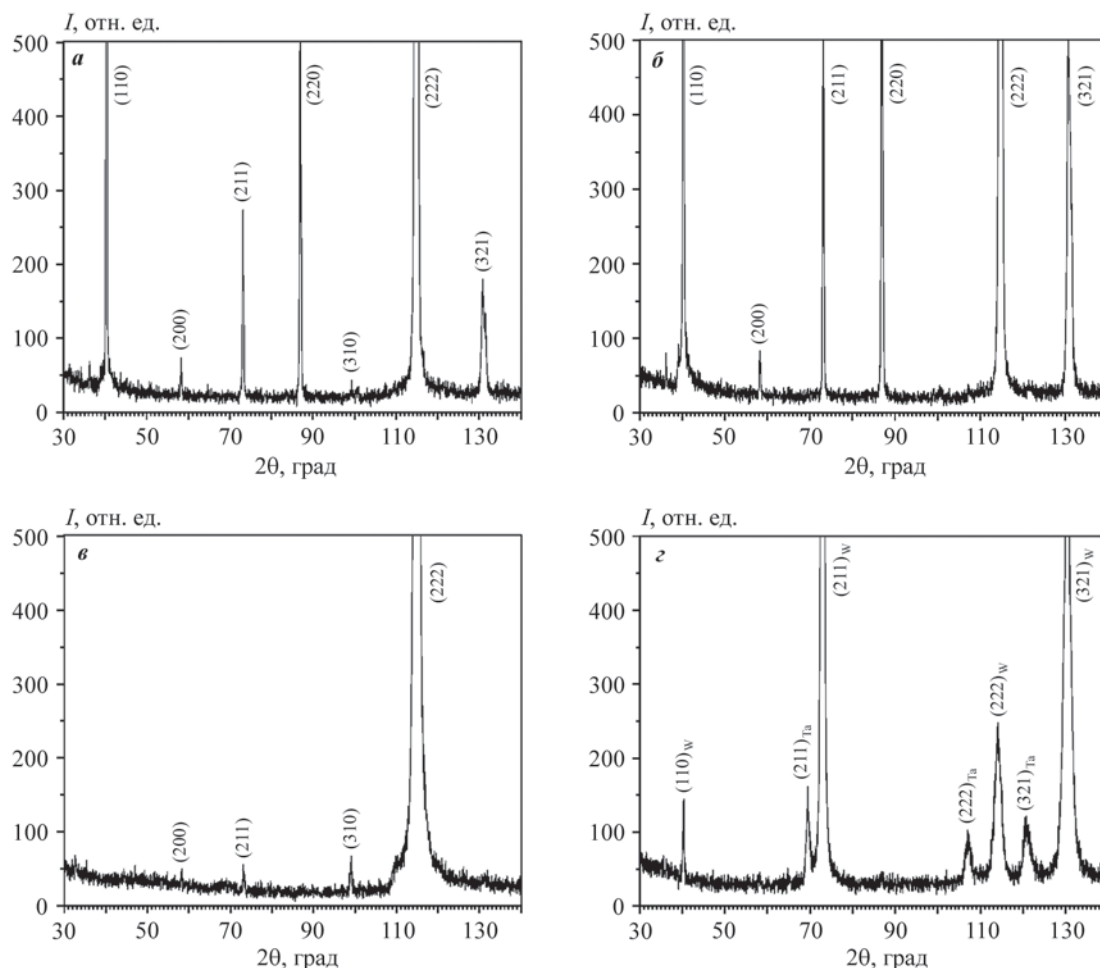


Рис. 4. Дифрактограммы внешних W-слоев четырехслойных магнетронных покрытий Ta/W/Ta/W, нанесенных при различных напряжениях на подложке

$U_{\text{п}} = 0$ (а), -50 В (б), -100 В (в) и -200 В (г)

Fig. 4. X-ray diffraction patterns of outer W-layers of four-layer magnetron Ta/W/Ta/W coatings deposited at different substrate voltages

$U_s = 0$ (a), -50 V (б), -100 V (в) and -200 V (г)

доминирует текстура (111) и при $U_{\text{п}} = -100$ В (рис. 4, в) она усиливается настолько, что можно говорить о ее монокристалльном характере. При напряжении -200 В, так же как и на цилиндрической подложке, компонент текстуры (111) ослабляется. Особый интерес в этой связи вызывает монокристаллическая текстура, приведенная на рис. 4, г, которая соответствует текстуре четвертого W-слоя.

На рис. 5, а приведены рефлексы (222) для внешнего W-слоя при углах наклона $\Psi = 0^\circ$, 5° и 10° . Видно, что при отклонении от нормали к образцу на угол больше 10° зерна с такой разориентировкой отсутствуют. Полуширина текстурного максимума для рефлекса (222) составляет $\sim 12^\circ$, что соответствует углам разориентировки монокристаллических никелевых жаропрочных сплавов [20]. Дифрак-

тограмма от первого Ta-слоя, нанесенного при $U_{\text{п}} = -100$ В, практически не отличается от таковой для четвертого W-слоя, что свидетельствует о том, что, так же как и при нанесении покрытий на цилиндрическую подложку (см. рис. 3, а), при указанном напряжении на ней реализуется эпитаксиальное соответствие ориентировок последовательных слоев.

На рис. 5, б приведены рефлексы (222) для однослойного Ta-покрытия при углах $\Psi = 0^\circ$, 10° и 15° , которые демонстрируют, что при отклонении от нормали к образцу на угол 15° зерна с таким углом разориентировки отсутствуют. Полуширина текстурного максимума для рефлекса (222) составляет для Ta-слоя $\sim 14^\circ$, что так же как и в случае цилиндрической подложки (см. рис. 3, а), свидетельству-

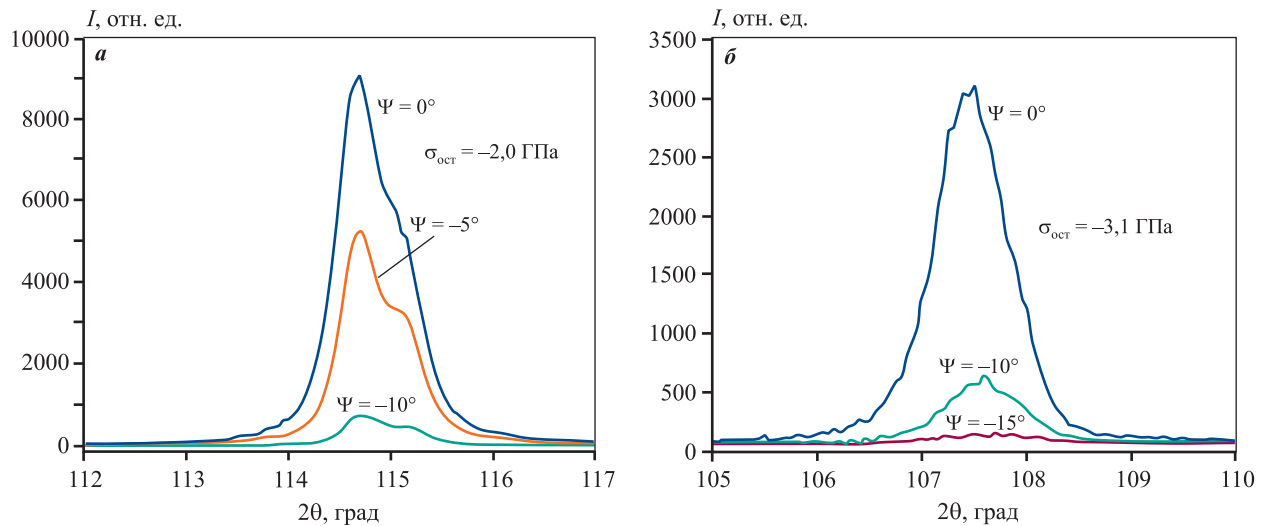


Рис. 5. Рефлекс (222) для псевдомоноткристалльных магнетронных покрытий, нанесенных при $U_{\text{п}} = -100$ В, при различных углах наклона Ψ

a – внешний W-слой четырехслойного Ta/W/Ta/W-покрытия; **б** – однослойное Ta-покрытие

Fig. 5. Reflection (222) for pseudo-single-crystal magnetron coatings deposited at $U_{\text{s}} = -100$ V at various tilt angles Ψ

a – the outer W layer of the four-layer Ta/W/Ta/W coating; **b** – single-layer Ta-coating

ет об усилении степени текстурированности четвертого слоя по сравнению с первым.

Важность полученного результата связана с тем, что Ta обладает «положительной» упругой анизотропией, для которой максимальный модуль Юнга (E_{max}) располагается вдоль направления $\langle 111 \rangle$ ОЦК-решетки Ta (табл. 2). Поэтому ориентация плоскости покрытия параллельно кристаллографической плоскости (111) соответствует расположению направления с E_{max} и, соответственно, с максимальной величиной сил межатомной связи нормально плоскости покрытия.

Таблица 2. Значения модуля Юнга для $\langle uvw \rangle$ направлений Ta и W

Table 2. Young's moduli for Ta and W $\langle uvw \rangle$ directions

$\langle uvw \rangle$	E , ГПа	
	Ta	W
$\langle 110 \rangle$	193,4	409,8
$\langle 100 \rangle$	145,8	409,8
$\langle 211 \rangle$	193,4	409,8
$\langle 310 \rangle$	160,0	409,8
$\langle 111 \rangle$	217,1	409,8
$\langle 321 \rangle$	193,4	409,8

В этой связи с большой степенью вероятности следует ожидать в многослойных покрытиях с внешним Ta-слоем высокой износостойкости. Вольфрам является единственным металлом, который не обладает упругой анизотропией (табл. 2), однако возможно, что «монокристалльная» ориентировка W-слоев будет полезна для реализации других физико-химических свойств, по отношению к которым этот металл будет обладать необходимой анизотропией.

Измерение остаточных напряжений в четырехслойном покрытии

Наши попытки оценить остаточные напряжения для покрытий, нанесенных на цилиндрические подложки, окончились неудачей, что по существу явилось причиной нанесения покрытий на плоскую подложку. Также возникли проблемы при оценке остаточных напряжений на покрытиях, в которых при $U_{\text{п}} = -100$ В сформировалась «монокристалльная» текстура (см. рис. 5) для внешнего слоя четырехслойного Ta/W/Ta/W и однослойного Ta-покрытия.

Метод « $\sin^2\Psi$ » предусматривает съемку при углах наклона в диапазоне от 0° до 40° – 60° , а для монокристалльных покрытий, как это видно из рис. 5, значение Ψ не может превысить 10° , что сильно ограничивает чувствительность метода. Только наличие сверхвысоких значений напряжений

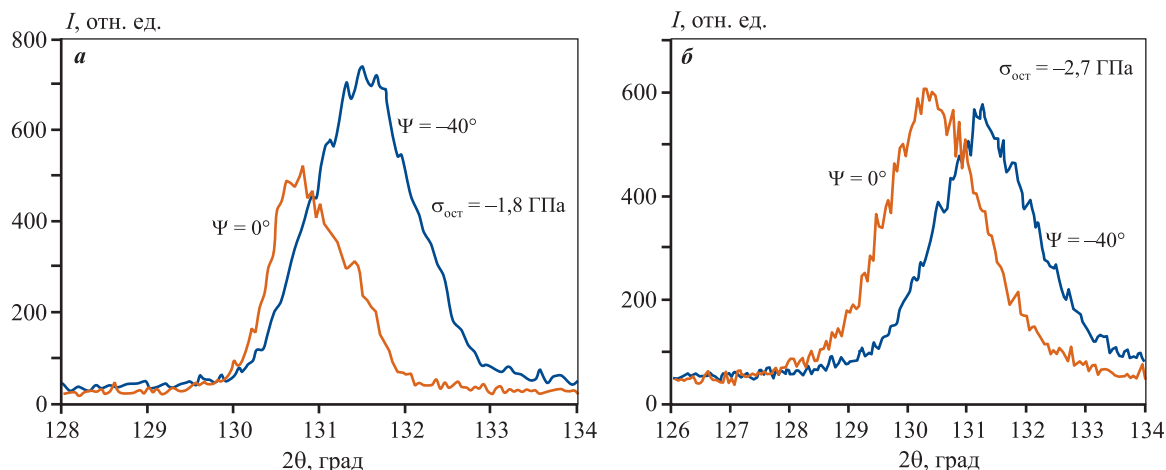


Рис. 6. Рефлекс (321) внешнего W-слоя для четырехслойных Ta/W/Ta/W магнетронных покрытий, нанесенных при $U_{\text{п}} = -50$ В (а) и -200 В (б) при углах наклона $\Psi = 0^\circ$ и -40°

Fig. 6. Reflection (321) of the outer W-layer for four-layer Ta/W/Ta/W magnetron coatings deposited at $U_s = -50$ V (а) and -200 V (б) at tilt angles $\Psi = 0^\circ$ and -40°

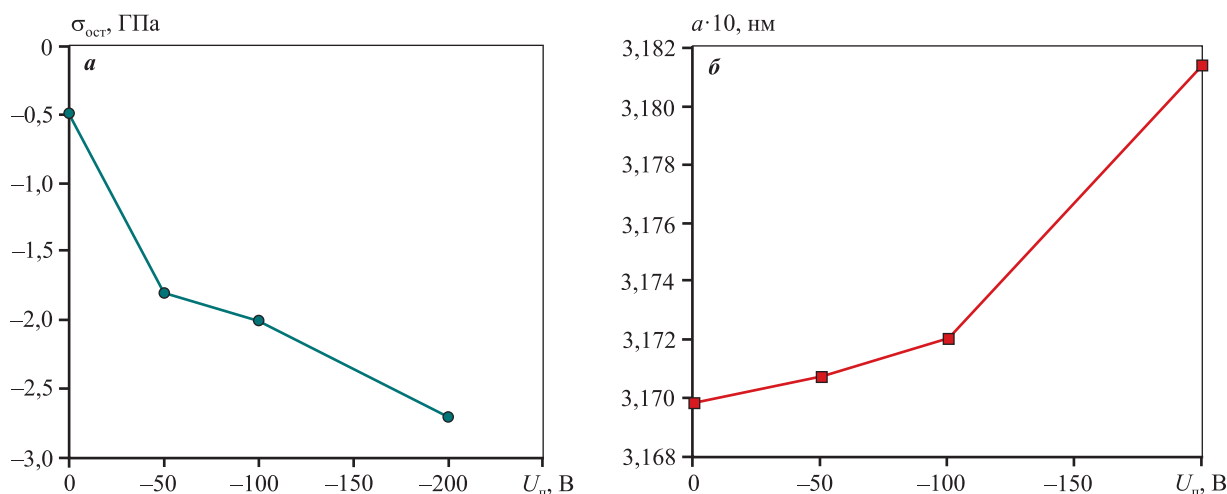


Рис. 7. Зависимости остаточных напряжений (а) и периодов решетки (б) четырехслойных магнетронных покрытий Ta/W/Ta/W от напряжения на подложке

Fig. 7. Residual stresses (а) and lattice periods (б) of four-layer magnetron Ta/W/Ta/W coatings as a function of voltage on the substrate

в обоих покрытиях позволило оценить для них величины остаточных напряжений, которые составили $-2,0$ ГПа для внешнего W-слоя в четырехслойном покрытии и $-3,1$ ГПа для однослойного Ta-покрытия.

Такая разница между значениями остаточных напряжений может быть обусловлена двумя причинами. Во-первых, возможно, что высокая величина напряжений однослойного Ta-покрытия снижается в последующих слоях за счет взаимной компенсации термической составляющей напряжений при чередовании слоев тугоплавких метал-

лов [21], отличающихся величинами термического коэффициента линейного расширения (ТКЛР) ($\alpha_{\text{W}} = 4,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ и $\alpha_{\text{Ta}} = 6,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), что приводит к снижению напряжений в W-покрытии, которое является четвертым слоем. Вторая причина такой разницы в напряжениях может быть связана с тем, что первый Ta-слой наносится на медную подложку, величина ТКЛР которой ($\alpha_{\text{Cu}} = 16,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) почти в 5 раз больше отличается от Ta, чем ТКЛР W-слоя отличается от предшествующего Ta-слоя.

Для остальных покрытий использование ме-

тогда « $\sin^2\Psi$ » не представляет проблем. На рис. 6 приведены рефлексы (321) внешнего W-слоя четырехслойных покрытий, нанесенных при напряжениях –50 и –200 В. Видно, что при наклоне на -40° интенсивность может быть даже выше, чем при симметричной съемке ($\Psi = 0^\circ$). В целом величина остаточных сжимающих напряжений для четырехслойных покрытий увеличивается с ростом напряжения на подложке (рис. 7, а), за счет чего повышается и величина периода решетки (рис. 7, б).

Выводы

1. Показано, что закономерности текстурообразования в четырехслойном Ta/W-Ta/W-покрытии, полученном с помощью распылительной системы инвертированных магнетронов, зависят в основном от напряжения на подложке, но отличаются для слоев W и Ta. Последнее особенно очевидно для покрытий, нанесенных при $U_{\text{п}} = -200$ В.

2. Обнаружено, что при величине напряжения на подложке –100 В действует особый механизм текстурообразования, который проявляется в реализации эпитаксиального соотношения между ориентировками слоев. При этом для цилиндрической подложки сильная текстура (111) первого Ta-слоя воспроизводится всеми последующими тремя слоями, а при плоской подложке образуется монокристалльная текстура (111) с шириной текстурного максимума 12° – 14° .

3. Наличие монокристалльной текстуры (111) Ta-слоя соответствует максимальной величине модуля Юнга и, соответственно, сил межатомной связи нормально плоскости покрытия, что предполагает у многослойных покрытий с внешним Ta-слоем наличие высоких трибологических характеристик.

4. Показано, что увеличение напряжения на плоской подложке от 0 до –200 В приводит к повышению остаточных сжимающих напряжений от 0,5 до 2,7 ГПа для четырехслойного Ta/W-Ta/W-покрытия.

5. В первом Ta-слое монокристалльного покрытия остаточные напряжения составили –3,1 ГПа, а в четвертом W-слое они были –2,0 ГПа, что может быть связано с релаксацией напряжений в промежуточных слоях, а также с тем фактом, что разница значений ТКЛР между первым Ta-слоем и Cu-подложкой в 5 раз превышает разницу между четвертым W-слоем и предшествующим Ta-слоем.

Список литературы/References

1. Dooho Choi, Bincheng Wang, Suk Chung, Xuan Liu, Amith Darbal, Adam Wise, Noel T. Nuhfer, Katayun Barmak. Phase, grain structure, stress, and resistivity of sputter-deposited tungsten films. *Journal of Vacuum Science & Technology: A*. 2011;29(5):051512. <http://dx.doi.org/10.1116/1.3622619>
2. Pai Chi-Feng, Liu Luqiao, Li Y., Tseng H.W., Ralph D.C., Buhrman R.A. Spin transfer torque devices utilizing the giant spin hall effect of tungsten. *Applied Physics Letters*. 2012;101:122404. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4753947>
3. Vüllers F.T.N., Spolenak R. Alpha-vs. Beta-W nanocrystalline thin films: A comprehensive study of sputter parameters and resulting materials' properties. *Thin Solid Films*. 2015;577:26–34. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2015.01.030>
4. Stelmakh V., Rinnerbauer V., Joannopoulos J.D., Soljačić M., Celanovic I., Senkevich J.J. Evolution of sputtered tungsten coatings at high temperature. *Journal of Vacuum Science & Technology: A*. 2013;31(6):061505. <http://dx.doi.org/10.1116/1.4817813>
5. Chargui A., Beainou R.El., Mosset A., Euphrasie S., Potin V., Vairac P., Martin N. Influence of thickness and sputtering pressure on electrical resistivity and elastic wave propagation in oriented columnar tungsten thin films. *Nanomaterials*. 2020;10(1):81. <https://doi.org/10.3390/nano10010081>
6. Dutta N.J., Buzarbaruah N., Mohanty S.R. Damage studies on tungsten due to helium ion irradiation. *Journal of Nuclear Materials*. 2014;452(1-3):51–56. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.04.032>
7. Liudas Pranevicius. Magnetron-sputter deposition of W coatings for fusion applications. *Materials Science (Medžiagotyra)*. 2009;15(3):212–219.
8. Esteve J., Zambrano G., Rincon C., Martinez E., Galindo H., Prieto P. Mechanical and tribological properties of tungsten carbide sputtered coatings. *Thin Solid Films*. 2000;373(1–2):282–286. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(00\)01108-1](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(00)01108-1)
9. Nygren R.E., Raffray R., Whyte D., Urlickson M.A., Baldwin M., Snead L.L. Making tungsten work—ICFRM-14 session T26 paper 501. *Journal of Nuclear Materials*. 2011;417(1-3):451–456. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.12.289>
10. Smid I., Akiba M., Vieider G., Plöchl L.. Development of tungsten armor and bonding to copper for plasma-interactive components. *Journal of Nuclear Materials*. 1998;258-263(1):160–172. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(98\)00358-4](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(98)00358-4)
11. Dias M., Mateus R., Catarino N., Franco N., Nunes D., Correia J. B., Carvalho P. A., Hanada K., Sarbu C., Al-

- ves E. Synergistic helium and deuterium blistering in tungsten–tantalum composites. *Journal of Nuclear Materials*. 2013;442(1-3):69–74.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.08.010>
12. Colin J.J., Abadias G., Michel A., Jaouen C. On the origin of the metastable b-Ta phase stabilization in tantalum sputtered thin films. *Acta Materialia*. 2017;126:481–493.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.030>
13. Gladczuk L., Patel A., Paur C.S., Sosnowski M. Tantalum films for protective coatings of steel. *Thin Solid Films*. 2004;467(1-2):150–157.
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2004.04.041>
14. Lee S.L., Windover D., Lub T.-M., Audino M. In situ phase evolution study in magnetron sputtered tantalum thin films. *Thin Solid Films*. 2002;420–421:287–294.
[https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(02\)00941-0](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(02)00941-0)
15. Lin J., Moore J.J., Sproul W.D., Lee S.L., Wang J. Effect of negative substrate bias on the structure and properties of Ta coatings deposited using modulated pulse power magnetron sputtering. *IEEE Transactions on Plasma Science*. 2010;38(11):3071–3078.
<https://doi.org/10.1109/TPS.2010.2068316>
16. Navid A.A., Hodge A.M. Nanostructured alpha and beta tantalum formation—Relationship between plasma parameters and microstructure. *Materials Science and Engineering: A*. 2012;536:49–56.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.017>
17. Myers S., Lin J., Souza R.M., Sproul W.D., Moore J.J. The β to α phase transition of tantalum coatings deposited by modulated pulsed power magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology*. 2014;214:38–45.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.10.061>
18. Fritze S., Hans M., Riekehr L., Osinger B., Lewin E., Schneider J.M., Jansson U. Influence of carbon on microstructure and mechanical properties of magnetron sputtered TaW coatings. *Materials and Design*. 2020;196:109070.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109070>
19. Konuru S.L.K., Umasankar V., Sarma A. Deposition of tungsten–tantalum composite coating on RAFM steel by sputtering deposition process. *Fusion Engineering and Design*. 2020;160:111972.
<https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2020.111972>
20. Konuru S.L.K., Umasankar V., Sarma A. Development and characterisation of W and W–25%Ta composite coatings on steel material. *Journal of Surface Science and Technology*. 2020;36(3-4):103–108.
<https://doi.org/10.18311/jsst/2020/20109>
21. Emmerlich J., Mráz S., Snyders R., Jiang K., Schneider J.M. The physical reason for the apparently low deposition rate during high-power pulsed magnetron sputtering. *Vacuum*. 2008;82(8):867–870.
<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2007.10.011>
22. Thornton J.A., Hedgcoth V.L. Tubular hollow cathode sputtering onto substrates of complex shape. *Journal of Vacuum Science & Technology*. 1975;12: 93–97.
<https://doi.org/10.1116/1.568631>
23. Lozovan A.A., Lenkovets A.S., Ivanov N.A., Alexandrova S.S., Kubatina E.P. System of inverted magnetrons for the formation of multilayer composites on axisymmetric small-sized substrates. *Journal of Physics: Conference Series*. 2018;1121:012020.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1121/1/012020>
24. Lozovan A.A., Betsofen S.Ya., Lenkovets A.S., Grushin I.A., Labutin A.A., Pavlov Yu.S. Research of the effect of bias voltage on the morphology, structure and lattice spacings of the Nb coatings deposited by inverted magnetron. *Journal of Physics: Conference Series*. 2018;1121:012019.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1121/1/012019>
25. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., Толораия В.Н., Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1997. 336 с.
26. Бецофен С.Я., Лозован А.А., Ленковец А.С., Лабутин А.А., Грушин И.А. Исследование формирования текстуры и остаточных напряжений в магнетронных Mo-, Nb- и Nb/Mo-покрытиях. *Металлы*. 2021;4:87–98.
Betsofen S.Ya., Lozovan A.A., Lenkovets A.S., Labutin A.A., Grushin I.A. Texture and residual stresses in Mo, Nb, and Nb/Mo magnetron coatings. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021;(7): 883–891.
<https://doi.org/10.1134/S0036029521070028>

Информация об авторах

Александр Александрович Лозован — д.т.н., профессор кафедры 1101, Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет) (МАИ (НИУ)).

<http://orcid.org/0000-0001-9478-6793>

E-mail: loz-plasma@yandex.ru

Сергей Яковлевич Бецофен — д.т.н., профессор кафедры 1101, МАИ (НИУ).

<http://orcid.org/0000-0003-0931-2839>

E-mail: s.betsofen@gmail.com

Александр Сергеевич Ленковец — к.т.н., ст. преподаватель кафедры 1101, МАИ (НИУ).

<http://orcid.org/0009-0006-6271-2179>

E-mail: kompozitplasma@gmail.com

Алексей Владимирович Шалин — к.т.н., доцент кафедры 1102, МАИ (НИУ).

<http://orcid.org/0009-0009-0660-7026>

E-mail: shalinaleks@yandex.ru

Николай Андреевич Иванов — мл. науч. сотрудник кафедры 1101, МАИ (НИУ).

<http://orcid.org/0009-0002-3513-8571>

E-mail: el8i7presley@gmail.com

Information about the authors

Alexander A. Lozovan — Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Department 1101, Moscow Aviation Institute (National Research University) (MAI (NRU)).

<http://orcid.org/0000-0001-9478-6793>

E-mail: loz-plasma@yandex.ru

Sergey Ya. Betsofen — Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Department 1101, MAI (NRU).

<http://orcid.org/0000-0003-0931-2839>

E-mail: s.betsofen@gmail.com

Aleksandr S. Lenkovets — Cand. Sci. (Eng.), Senior Lecturer of the Department 1101, MAI (NRU).

<http://orcid.org/0009-0006-6271-2179>

E-mail: kompozitplasma@gmail.com

Alexey V. Shalin — Cand. Sci. (Eng.), Assistant Professor of the Department 1102, MAI (NRU).

<http://orcid.org/0009-0009-0660-7026>

E-mail: shalinaleks@yandex.ru

Nikolai A. Ivanov — Junior Research Scientist of the Department 1101, MAI (NRU).

<http://orcid.org/0009-0002-3513-8571>

E-mail: el8i7presley@gmail.com

Вклад авторов

А.А. Лозован — определение цели работы, участие в обсуждении результатов, написание текста статьи.

С.Я. Бецофен — участие в обсуждении результатов, написание текста статьи.

А.С. Ленковец — проведение экспериментов.

А.В. Шалин — проведение рентгенофазового анализа.

Н.А. Иванов — подготовка исходных образцов, проведение экспериментов, участие в обсуждении результатов.

Contribution of the authors

A.A. Lozovan — formulated the objectives of the study, conducted experiments, wrote the manuscript.

S.Ya. Betsofen — participated in the discussion of the results, wrote the manuscript.

A.S. Lenkovets — conducted experiments.

A.V. Shalin — conducted X-ray phase analysis.

N.A. Ivanov — prepared initial samples, conducted experiments, participated in the discussion of the results.

Статья поступила в редакцию 22.05.2023, доработана 25.05.2023, подписана в печать 29.05.2023

The article was submitted 22.05.2023, revised 25.05.2023, accepted for publication 29.05.2023

УДК 669.295

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-60-69>

Научная статья

Research article



Влияние структурно-фазового состояния на физико-механические свойства горячепрессованных труб из титанового сплава Ti–3Al–2,5V

А.Г. Илларионов^{1,2}, Ф.В. Водолазский¹, С.М. Илларионова¹, Я.И. Космацкий³,
Н.А. Ширинкина⁴, М.А. Шабанов¹

¹ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19

² Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18

³ АО «Русский научно-исследовательский трубный институт»
454139, Россия, г. Челябинск, ул. Новороссийская 30

⁴ АО «Уральский завод гражданской авиации»
620025, Россия, г. Екатеринбург, ул. Бахчиванджи, 2г

✉ Ярослав Игоревич Космацкий (Kosmatski@rosniti.ru)

Аннотация: Исследовано влияние изменения параметров горячего прессования на физико-механические свойства труб из сплава Ti–3Al–2,5V. Материалом для исследования служили четыре патрубка, отобранные от разных горячепрессованных труб из сплава Ti–3Al–2,5V с внешним диаметром 90 мм и толщиной стенки 20 мм, полученных из экспандированных гильз с внешним диаметром 195 мм на горизонтальном гидравлическом прессе. Экспандированные гильзы перед прессованием нагревались до температуры 850–865 °С. Образцам исследуемых горячепрессованных труб присвоены номера 1, 2, 3 и 4 согласно последовательности их получения в промышленных условиях. Показано, что увеличение количества проведенных прессовок в $\alpha + \beta$ -области от трубы 1 к трубе 4 приводит к закономерному уменьшению объемной доли первичной α -фазы в их структуре, а также к росту объемной доли β -превращенной структуры вследствие повышения температуры окончания прессования, вызванного более активным деформационным разогревом из-за увеличения температуры инструмента (матрицы и иглы). Обнаружено, что фиксируемое структурно повышение температуры окончания прессования от 1-й трубы к 4-й влечет за собой характерное уменьшение объемной доли остаточного β -твердого раствора и снижение «остроты» наблюдаемой тангенциальной текстуры α -фазы. Установлено, что выявленные изменения структурно-фазового состояния сплава от 1-й трубы к 4-й оказывают закономерное влияние на получаемый в них уровень свойств – контактного модуля упругости и микротвердости. Полученные закономерности необходимо учитывать при разработке технологического режима многофазового прессования труб из сплава Ti–3Al–2,5V.

Ключевые слова: титановый сплав Ti–3Al–2,5V, горячее прессование, структура, текстура, механические свойства.

Благодарности: Исследования проведены в рамках выполнения проекта Российского научного фонда (№ 18-79-10107-П).

Для цитирования: Илларионов А.Г., Водолазский Ф.В., Илларионова С.М., Космацкий Я.И., Ширинкина Н.А., Шабанов М.А. Влияние структурно-фазового состояния на физико-механические свойства горячепрессованных труб из титанового сплава Ti–3Al–2,5V. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):60–69. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-60-69>

Effect of structure and phase composition on the physical and mechanical properties of hot extruded titanium alloy Ti–3Al–2.5V tubes

A.G. Illarionov^{1,2}, F.V. Vodolazskiy¹, S.M. Illarionova¹, Ya.I. Kosmatskiy³,
N.A. Shirinkina⁴, M.A. Shabanov¹

¹ Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
19 Mira Str., Yekaterinburg 142432, Russia

² Institute of Metal Physics named after M.N. Mikheev of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
18 S. Kovalevskaya Str., Yekaterinburg 620108, Russia

³ JSC “The Russian Research Institute of the Tube & Pipe Industries”
30 Novorossiyskaya Str., Chelyabinsk 454139, Russia

⁴ JSC “Ural Works of Civil Aviation”
2g Bakhchivandzhi Str., Yekaterinburg 620025, Russia

✉ Yaroslav I. Kosmatsky (Kosmatski@rosniti.ru)

Abstract: This study investigates the impact the hot extrusion process variables on the physical and mechanical properties of Ti–3Al–2.5V alloy tubes. The research examines four tube segments extracted from various hot-extruded tubes of Ti–3Al–2.5V alloy, with an outer diameter (OD) of 90 mm and a wall thickness of 20 mm. The manufacturing process involves expanding sleeves with a horizontal hydraulic press to achieve an OD of 195 mm, followed by heating to 850–865 °C prior to extrusion. The tube segments are labeled as 1, 2, 3, and 4, corresponding to their order of production. Our findings demonstrate that an increase in the number of extrusions in the $\alpha + \beta$ area from tube 1 to tube 4 leads to a reduction in the primary α -phase volume fraction and an increase in the β -transformed structure volume fraction. These changes are attributed to the higher final extrusion temperature resulting from more intense deformation heating during hot tooling (die and mandrel) processes. Additionally, elevating the final extrusion temperature from tube 1 to tube 4 leads to a notable decrease in the residual β -solid solution volume fraction and a reduction in the “sharpness” of the α -phase tangent-oriented texture. The alterations in the structural and phase state of the alloy from tube 1 to tube 4 are found to influence the contact modulus of elasticity and microhardness. These identified relationships can be utilized to optimize the process variables for the extrusion of multiple Ti–3Al–2.5V alloy tubes.

Keywords: titanium alloy Ti–3Al–2.5V, hot extrusion, structure, texture, mechanical properties.

Acknowledgements: This study is supported by the Russian Science Foundation, grant No. 18-79-10107-P.

For citation: Illarionov A.G., Vodolazskiy F.V., Illarionova S.M., Kosmatskiy Ya.I., Shirinkina N.A., Shabanov M.A. Effect of structure and phase composition on the physical and mechanical properties of hot extruded titanium alloy Ti–3Al–2.5V tubes. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):60–69. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-60-69>

Введение

Псевдо- α -титановые сплавы благодаря уникальному сочетанию высокой удельной прочности, коррозионной стойкости и хорошей технологичности используются для изготовления ответственных деформируемых полуфабрикатов, включая трубы [1–4]. В настоящее время для изготовления труб широкое распространение получил псевдо- α -титановый сплав Grade 9 состава Ti–3Al–2,5V, согласно ASTM B338 Standard specification for seamless and welded titanium and titanium tubes for condensers and heat exchangers (российский аналог — ПТ-3В) [5; 6]. Он достаточно технологичен для из-

готовления как горячепрессованных [7], так и холоднодеформированных труб [8; 9].

При получении горячедеформированных полуфабрикатов из титановых сплавов, в том числе горячепрессованных труб из сплава Ti–3Al–2,5V, необходимо учитывать возможное изменение температурно-деформационных параметров в ходе изготовления, что связано с процессами как деформационного разогрева заготовки и инструмента, так и возможного подстуживания поверхностей изделия, контактирующих с более холодным инструментом [10; 11].

Варьирование температуры при горячей деформации в двухфазной $\alpha + \beta$ -области сплава Grade 9 приводит к изменению соотношения количества α - и β -фаз в структуре, теплофизических свойств, усилий деформирования [12–14], что сказывается на конечном структурно-фазовом и текстурном состояниях сплава, фиксируемых при охлаждении [7]. Это в конечном итоге должно повлиять на комплекс формируемых физико-механических свойств готового изделия.

Однако на данный момент работ, связанных с анализом влияния структуры и фазового состава, формируемых в нестационарных условиях горячего прессования, на комплекс свойств получаемых труб из сплава Ti–3Al–2,5V найти не удалось. В связи с этим данная работа посвящена такого рода анализу.

Материал и методы исследования

Материалом для исследования служили четыре патрубка, отобранные от разных горячепрессованных труб из сплава Ti–3Al–2,5V с внешним диаметром 90 мм и толщиной стенки 20 мм, полученных из экспандированных гильз с внешним диаметром 195 мм на горизонтальном гидравлическом прессе. Экспандированные гильзы перед прессованием нагревались до температуры 850–865 °С. Температурно-деформационный режим прессования был обоснован в работе [15]. Образцы исследуемых горячепрессованных труб далее по тексту идут под номерами 1, 2, 3 и 4, каждый из которых характеризует последовательность их получения в промышленных условиях.

В качестве методов исследования использовали оптическую микроскопию (ОМ), рентгеноструктурный фазовый анализ (РСФА), а также микроиндентирование, позволяющее измерять твердость по Виккерсу и контактный модуль упругости. Анализ микроструктуры труб осуществляли на микроскопе GX51 («Olympus», Япония) на микрошлифах, подвергнутых травлению в водном растворе смеси плавиковой и азотной кислот в соотношении 1 часть HF + 3 части HNO₃ + 5 частей H₂O в соответствии с рекомендациями из монографии [16]. РСФА выполняли на дифрактометре D8 Advance («Bruker», Германия) в CuK α -излучении в диапазоне углов $2\theta = 34^\circ \pm 102^\circ$. Количественный рентгенофазовый анализ проводили по методу безэталоного полнопрофильного анализа Ритвельда [17] с использованием программного пакета TOPAS® 4.2.

Микродюрометрические измерения и определение величины контактного модуля упругости осуществляли методом микроиндентирования по методике Оливера—Фарра [18] на приборе МНТХ («CSM Instruments», Швейцария) при нагрузке 9 Н (по 6 измерений на образец).

Результаты исследования и их обсуждение

Для оценки фазового состояния исследуемых труб был проведен РСФА с их продольного сечения, нормалью к которому служит тангенциальное направление (ТН) (рис. 1).

Полнопрофильный анализ дифрактограмм (рис. 2) по методу Ритвельда показал наличие линий только α - и β -фаз. Результаты расчета по дифрактограммам параметров решеток $\alpha + \beta$ - и β -фаз, а также объемной доли β -фазы приведены в таблице.

Анализ полученных данных показал, что во всех образцах труб объемная доля β -фазы в структуре колеблется от 4,8 до 6,2 %. При этом имеет место хорошая корреляция между изменением объемной доли и периода решетки β -фазы: с ее увеличением наблюдается и некоторый рост периода. Это вполне закономерно, так как в этом случае уменьшается содержание β -стабилизаторов (легирующего элемента ванадия и примеси железа) в β -твердом растворе, которые, как известно [19–21], способствуют уменьшению его периода.

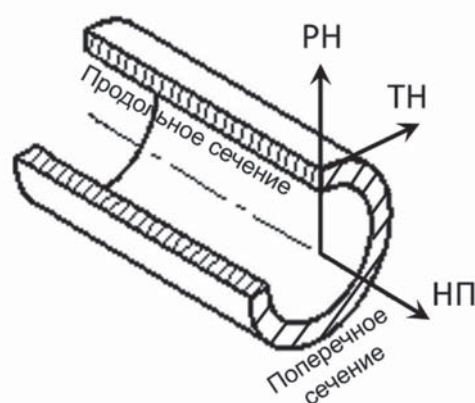
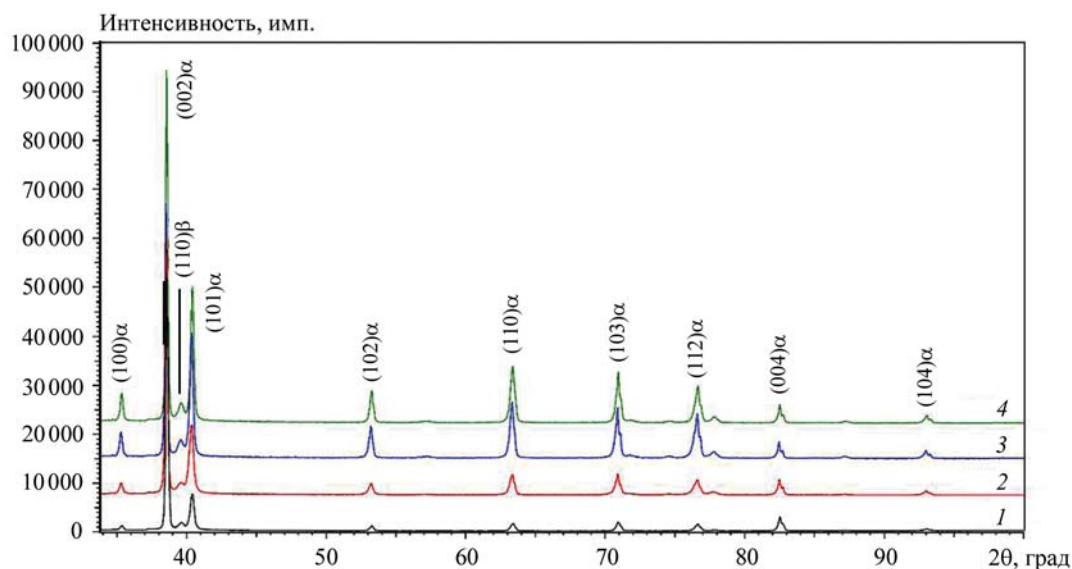


Рис. 1. Эскиз трубы с указанием трех основных направлений, связанных с внешним воздействием РН — радиальное направление, ТН — тангенциальное направление, НП — направление прессования

Fig. 1. The three directions are denoted as follows RD — radial direction, TD — tangential direction, ED — extrusion direction

Периоды решеток α - и β -фаз, объемная доля β -фазы в образцах 1–4 горячепрессованных трубLattice periods of the α - and β -phases, the volume fraction of the β -phase in hot-extruded tube samples 1–4

№ обр.	α -фаза			β -фаза	
	Период решетки, нм		Параметр c/a	Период решетки, нм	Об. доля, %
	a	c			
1	0,29370	0,46724	1,5909	0,32242	6,2
2	0,29408	0,46770	1,5904	0,32222	5,4
3	0,29388	0,46757	1,5911	0,32202	5,0
4	0,29391	0,46761	1,5910	0,32196	4,8

**Рис. 2.** Дифрактограммы образцов 1–4 горячепрессованных труб

Съемка в тангенциальном направлении

Fig. 2. XRD patterns of the hot-extruded tubes 1–4

Shooting in the tangential direction

В исследованных трубах 1–4 параметр c/a α -фазы лежит в пределах 1,5904–1,5911 (см. таблицу), что ниже по сравнению со значениями исходных гильз (1,5913–1,5915), подвергнутых экспандированию при температурах нагрева, аналогичных температуре прессования. Это свидетельствует о менее полном протекании диффузионных процессов в α -фазе, формирующейся при охлаждении с температур прессования, по сравнению со сформированной при охлаждении после экспандирования. Очевидно, что причиной этого является более тонкая (в 3,6 раза) стенка горячепрессованных труб относительно экспандированных гильз, что способствует увеличению скорости охлаждения полуфабриката, сокращая время на протекание диффузионных процессов.

В работе [22] рассматривается титановый сплав BT23, который имеет близкую со сплавом Ti–3Al–2,5V температуру полиморфного $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ -превращения [1]. Автором показано, что при охлаждении с температуры 850 °С, близкой к температуре прессования исследуемых труб, уменьшение толщины стенки полуфабриката в 3–4 раза приводит к увеличению скорости охлаждения по сечению более чем в 2 раза.

Сравнительный анализ интенсивности линий α -фазы на дифрактограммах трубных заготовок показал, что максимальную интенсивность имеет линия (002) α . Следует отметить, что в гильзах после экспандирования в продольном сечении наибольшую интенсивность имела линия (101) α , а не (002) α . Это свидетельствует о том, что после

горячего прессования в двухфазной области в горячепрессованных трубах 1–4 формируется тангенциальная базисная текстура α -фазы (рис. 3), характеризующаяся тем, что нормаль к плоскости базиса (0001) в зернах α -фазы ориентирована преимущественно в тангенциальном направлении. Это согласуется с данными работы [23], согласно которым вытяжка при прессовании с уменьшением диаметра исходной заготовки, как и в нашем случае, способствует формированию тангенциальной базисной текстуры. Необходимо отметить, что последняя имеет разную степень совершенства от трубы к трубе. Это вытекает из изменения относительной интенсивности основных линий α -фа-

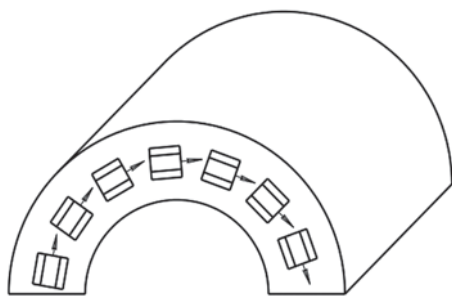


Рис. 3. Характерное расположение гексагональной призмы α -фазы при формировании тангенциальной текстуры в сплаве Ti–3Al–2.5V

Fig. 3. Characteristic arrangement of the α -phase hexagonal cell as the tangent-oriented texture is formed in the Ti–3Al–2.5V alloy

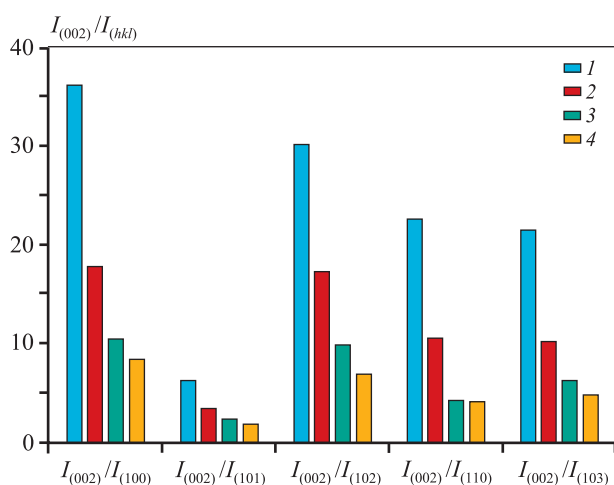


Рис. 4. Изменение отношения $I_{(002)}/I_{(hkl)}$ для максимальной интенсивности линий α -фазы с различными индексами (hkl) на дифрактограммах для горячепрессованных труб 1–4

Fig. 4. $I_{(002)}/I_{(hkl)}$ ratio variations at the max intensity of the α -phase lines with different (hkl) indices 1–4

зы на дифрактограммах по отношению к линии (002) α (рис. 4).

Сопоставительный анализ данных рис. 4 и таблицы показал, что имеется корреляция между совершенством тангенциальной текстуры и объемной долей β -фазы в структуре: чем она больше, тем интенсивнее (выше отношение $I_{(002)}/I_{(hkl)}$) текстура. Из вышесказанного следует, что расчет объемной доли β -фазы при полнопрофильном анализе дифрактограмм не только показывает стабильность к распаду при охлаждении высокотемпературного β -твердого раствора, но и связан корреляционной зависимостью с текстурным состоянием α -фазы и комплексом физико-механических свойств (рис. 5). С уменьшением объемной доли β -фазы в структуре происходит снижение значений контактного модуля упругости и микротвердости.

Фиксируемую связь этих величин можно объяснить следующим образом. Сохранение в структуре образцов 1 и 2 большого количества β -фазы свидетельствует о менее полном протекании процессов распада высокотемпературного β -твердого раствора с выделением α -фазы при охлаждении по срав-

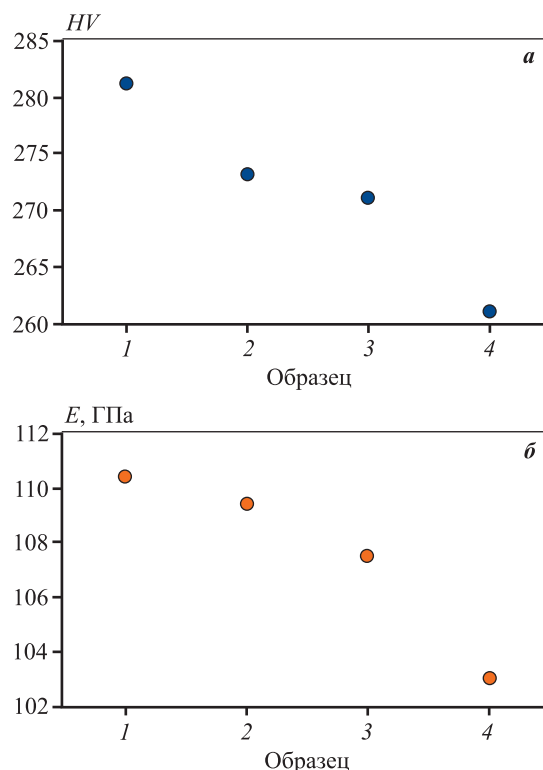


Рис. 5. Изменение средних значений микротвердости (а) и контактного модуля упругости (б) в образцах 1–4 горячепрессованных труб

Fig. 5. Variations of the average microhardness (a) and contact modulus of elasticity (b) in samples 1–4

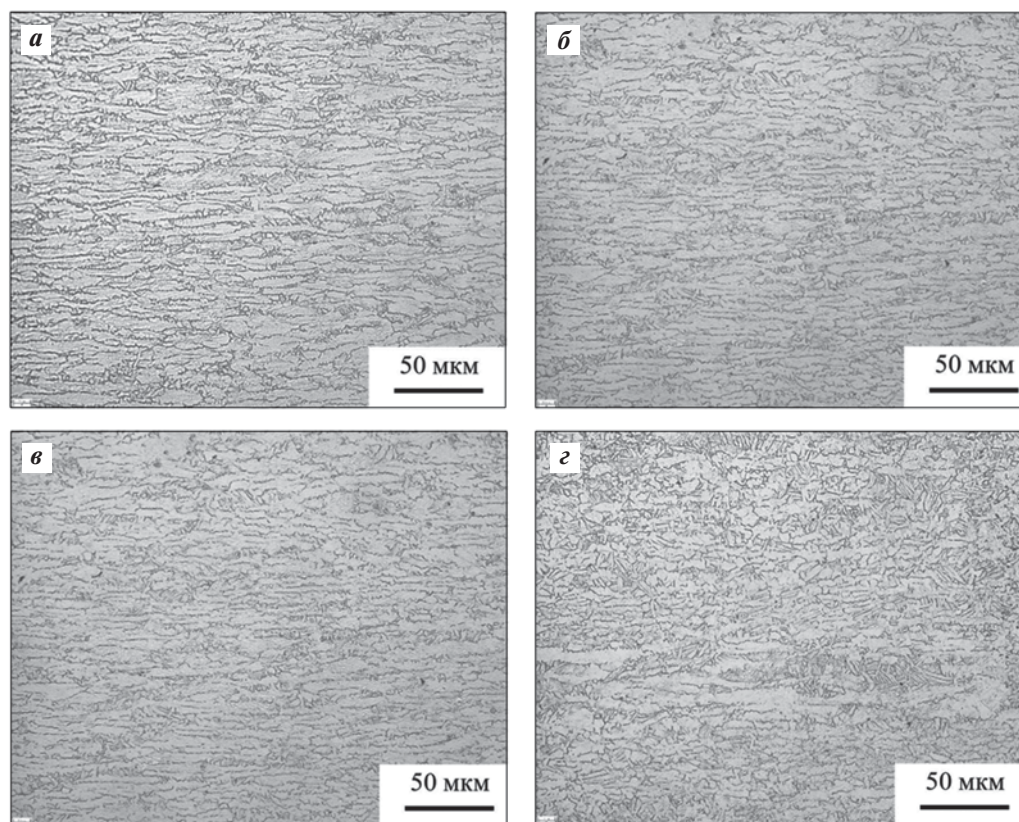


Рис. 6. Преобладающая микроструктура в продольном сечении горячепрессованных труб *1* (*a*), *2* (*б*), *3* (*в*) и *4* (*з*) из сплава Ti–3Al–2,5V

Fig. 6. Predominant longitudinal section microstructure of the *1* (*a*), *2* (*б*), *3* (*в*) and *4* (*з*) hot-extruded tube samples, Ti–3Al–2.5V alloy

нению с трубами *3* и *4*. Меньшая полнота распада высокотемпературной β -фазы обычно наблюдается, когда перед охлаждением исходный β -твердый раствор более легирован β -стабилизаторами, а это происходит, когда начальная температура охлаждения в соответствующей трубе ниже по отношению к другим трубам. Такой эффект возможен за счет меньшего деформационного разогрева первых в запуске труб из сплава Ti–3Al–2,5V в процессе горячего прессования. Это связано с тем, что в ходе многократного прессования происходит дополнительный разогрев самого инструмента (матрицы и иглы), что приводит к снижению отвода тепла от прессованной трубы к инструменту. Данный эффект наблюдался ранее при прессовании металлов и сплавов в работах [24; 25].

Обоснованность предложенного объяснения подтверждают данные микроструктурных исследований полученных труб. Для анализа выбраны типичные структуры, характерные для большей части анализируемой поверхности труб в продольном сечении. Сравнительный анализ микро-

структур показал, что в структуре образцов *1* и *2* (рис. 6, *a*, *б*) преобладают вытянутые вдоль направления прессования зерна первичной α -фазы. Между ними фиксируются небольшие области с β -превращенной структурой, которые представляют пакеты тонких пластин различной ориентации вторичной α -фазы с β -прослойками. Очевидно, β -превращенная структура образовалась в ходе распада высокотемпературного β -твердого раствора при охлаждении с температур прессования.

Отличительной особенностью структуры труб *3* и *4* (рис. 6, *в*, *з*) по сравнению с образцами *1* и *2* является значительное уменьшение объемной доли первичной α -фазы, вытянутой вдоль направления прессования, что соответственно приводит к увеличению объемной доли областей с β -превращенной структурой. При этом первичная α -фаза частично фрагментируется и сфероидизируется, что свидетельствует о развитии в ней процессов динамического возврата [26]. Области с β -превращенной структурой становятся более широки-

ми, и в них наблюдается укрупнение вторичных α -пластин.

Выявленная разница в структуре исследуемых труб логично объясняется повышением температуры окончания прессования от 1-го образца к 4-му вследствие роста величины деформационного разогрева, который возникает из-за постепенного увеличения температуры матрицы и иглы в ходе прессования труб от 1-й до 4-й. Это способствует более активному развитию релаксационных процессов возврата и растворения первичной α -фазы, которое приводит к росту объемной доли и размеров областей высокотемпературной β -фазы в структуре в ходе прессования. При охлаждении в данных областях протекает распад β -фазы с образованием пластин вторичной α -фазы.

Отмеченное более активное развитие в первичной α -фазе процессов возврата, связанных со снятием деформационного наклепа, и укрупнение продуктов распада в β -превращенной матрице в структуре при переходе от 1-й трубы к 4-й очевидно и обуславливают фиксируемое при этом снижение характеристик микротвердости (см. рис. 5). Это также подтверждается сопоставлением объемной доли β -фазы с данными термодинамических расчетов в программе ThermoCalc [14].

Повышение температуры нагрева (прессования) в двухфазной $\alpha + \beta$ -области приводит к увеличению количества β -твердого раствора в структуре сплава, которое сопровождается обеднением его β -стабилизаторами — ванадием и железом, что снижает стабильность β -фазы к распаду при последующем охлаждении. В результате этого в трубах 3 и 4, разогретых при прессовании до более высокой температуры по сравнению с образцами 1 и 2, распад β -твердого раствора при охлаждении начинается при повышенных температурах, что приводит к образованию более крупных пластин вторичной α -фазы. Более того, распад протекает более полно и обеспечивает сохранение в структуре меньшей объемной доли остаточного β -твердого раствора (см. таблицу).

В отличие от первичной вторичные пластины α -фазы не были подвергнуты деформации в ходе прессования и вследствие этого не имели определенной ориентации и, соответственно, ярко выраженной текстуры. В результате на дифрактограммах от трубы 1 к трубе 4 наблюдается закономерное снижение интенсивности линии (002) α по отношению ее же интенсивности к другим линиям α -фазы, что свидетельствует о снижении остроты текстуры тангенциальной призмы при

прессовании. Следствием этого очевидно является и некоторое уменьшение контактного модуля упругости (E), измеренного в тангенциальном направлении, при переходе от 1-й трубы к 4-й. Это связано с известным фактом, что именно вдоль направления $\langle 001 \rangle$ α -фаза имеет максимальную величину E [27].

Стоит отметить, что наличие преимущественной высокомодульной ориентации $\langle 001 \rangle$ в направлении измерения контактного модуля упругости в исследуемых трубах, по нашему мнению, приводит к тому, что полученные его средние значения (от 103 до 110 ГПа) находятся вблизи и даже выше верхних значений, типичных для полуфабрикатов из сплава Ti—3Al—2,5V (95—105 ГПа) [2].

Выводы

1. Показано, что увеличение количества проведенных прессовок в $\alpha + \beta$ -области от 1-й трубы к 4-й приводит к закономерному уменьшению объемной доли первичной α -фазы в их структуре, а также к росту объемной доли β -превращенной структуры вследствие повышения температуры в конце прессования, вызванного более активным деформационным разогревом инструмента — матрицы и иглы.

2. Обнаружено, что фиксируемое структурно повышение температуры окончания прессования от 1-й трубы к 4-й влечет за собой характерное уменьшение объемной доли остаточного β -твердого раствора и снижение «остроты» наблюдаемой тангенциальной текстуры α -фазы.

3. Установлено, что наблюдаемые изменения структурно-фазового состояния сплава от 1-й трубы к 4-й оказывают закономерное влияние на получаемый в них уровень значений контактного модуля упругости и микротвердости.

4. Полученные закономерности необходимо учитывать при разработке технологического режима многофазового прессования труб из сплава Ti—3Al—2,5V.

Список литературы/References

1. Ильин А.А., Колачев Б.А., Польшин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: Справочник. М.: ВИС—МАТИ, 2009. 520 с.
2. Пумпянский Д.А., Илларионов А.Г., Водолазский Ф.В., Космацкий Я.И., Попов А.А. Перспективные сплавы титана для изготовления холоднодеформированных труб. *Металлург.* 2023;1:37—48.
https://doi.org/10.52351/00260827_2023_01_37

- Pumpyanskiy D.A., Illarionov A.G., Vodolazskiy F.V., Kosmatskiy Y.I., Popov A.A. Promising titanium alloys for manufacture of cold-worked pipes. *Metallurg.* 2023;1:37–48.
https://doi.org/10.52351/00260827_2023_01_37
3. Романцев Б.А., Гончарук А.В., Алешенко А.С., Гамин Ю.В. Получение полых толстостенных профилей и труб из титановых сплавов методом винтовой прокатки. *Известия вузов. Цветная металлургия.* 2015;(4):38–41.
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2015-4-38-41>
Romantsev B.A., Goncharuk A.V., Aleshchenko A.S., Gamin Yu.V. Production of thick-wall hollow profiles and tubes made of titanium alloys by screw rolling. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy.* 2015;(4):38–41. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2015-4-38-41>
 4. Пилипенко С.В. Анализ влияния технологических факторов процесса холодной прокатки труб на изменение распределения Q-фактора вдоль конуса деформации. *Известия вузов. Цветная металлургия.* 2019;(3):30–35.
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2019-3-30-35>
Pilipenko S.V. Analysis of the influence of cold pipe rolling technological factors on the change in Q-factor distribution along the deformation cone. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy.* 2019;(3):30–35. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2019-3-30-35>
 5. Boyer R., Welsch G., Collings E.W. Materials properties Handbook: Titanium alloys. ASM Int., The Material Information Society, 1994. 1176 p.
 6. Chen S., Li X., Xu D. Manufacture of Gr9 titanium alloy tube for small size and extra-thin wall. In: *Chinese Materials Conference. High Performance Structural Materials.* 2018. P. 531–538.
https://doi.org/10.1007/978-981-13-0104-9_56
 7. Пышминцев И.Ю., Космацкий Я.И., Филяева Е.А., Илларионов А.Г., Водолазский Ф.В., Баранникова Н.А. Структура и свойства металла горячепрессованной трубы из сплава Ti–3Al–2.5V. *Металлург.* 2018;4:70–75.
Pyshmintsev I.Y., Kosmatskii Y.I., Filyaeva E.A., Illarionov A.G., Barannikova N.A. Alloy Ti–3Al–2.5V hot-extruded pipe metal structure and properties. *Metallurgist.* 2018;62(3-4):374–379.
<https://doi.org/10.1007/s11015-018-0671-5>
 8. Li H., Wei D., Zhang H.Q., Yang H., Zhang D., Li G.J. Tooling design—related spatial deformation behaviors and crystallographic texture evolution of high-strength Ti–3Al–2.5V tube in cold pilgering. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.* 2019;104: 2851–2862.
<https://doi.org/10.1007/s00170-019-04151-w>
 9. Yang Q., Hui S., Ye W., Xu Z., Dai C., Lin Y. Effect of “Q” ratio on texture evolution of Ti–3Al–2.5V alloy tube during rolling. *Materials.* 2022;15(3):817.
<https://doi.org/10.3390/ma15030817>
 10. Никольский Л.А., Фиглин С.З., Бойцов В.В., Калпин Ю.Г., Бахарев А.В. Горячая штамповка и пресование титановых сплавов. М.: Машиностроение, 1975. 285 с.
 11. Космацкий Я.И., Фокин Н.В., Филяева Е.А., Баричко Б.В. Исследование деформационной способности титанового сплава Ti–3Al–2.5V и оценка технологической возможности изготовления из него горячепрессованных труб. *Титан.* 2016;2(52): 18–22.
Kosmatskiy Ya.I., Fokin N.V., Filyaeva E.A., Barichko B.V. Deformation ability research of the titanium alloy Ti–3Al–2.5V and the assessment of the technological capability production of hot-extrusion tube from him. *Titan.* 2016;2(52):18–22. (In Russ.).
 12. Космацкий Я.И., Филяева Е.А., Фокин Н.В., Яковлева К.Ю. Определение технологической возможности изготовления нового вида бесшовных труб TREX из титанового сплава Ti–3Al–2.5V. *Качество в обработке материалов.* 2016;2:15–22.
Kosmatskiy Ya.I., Filyaeva E.A., Fokin N.V., Yakovleva K.Yu. Determination of the production possibilities to preparing a new form of seamless TREX pipes of Ti–3Al–2.5V alloy. *Kachestvo v obrabotke materialov.* 2016;2:15–22. (In Russ.).
 13. Tarin P., Corral N., Simon A.G. Evolution of alpha-beta transformation in Ti–3Al–2.5V alloy. Microstructural changes and properties obtained. In: *Proceedings of the 12th World Conference on Titanium.* Beijing: Science Press., 2012. Vol. 1. P. 481–484.
 14. Illarionov A.G., Vodolazskiy F.V., Barannikova N.A., Kosmatskiy Y.A., Khudorozhkova Y.V. Influence of phase composition on thermal expansion of Ti–0.4Al, Ti–2.2Al–2.5Zr and Ti–3Al–2.5V alloys. *Journal of Alloys and Compounds.* 2021;857:158049.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158049>
 15. Илларионов А.Г., Космацкий Я.И., Филяева Е.А., Водолазский Ф.В., Баранникова Н.А. Экспериментальное определение температурных параметров для оценки возможности изготовления горячепрессованных труб из сплава Ti–3Al–2.5V. *Металлург.* 2016;9:83–87.
Illarionov A.G., Kosmatskii Y.I., Filyaeva E.A., Vodolazskii F.V., Barannikova N.A., Experimental determination of temperature parameters for evaluating the possibility of manufacturing alloy Ti–3Al–2.5V hot-extruded tubes. *Metallurgist.* 2017;9-10(60):983–988.
<https://doi.org/10.1007/s11015-017-0396-x>

16. Аношкин Н.Ф., Борисова Е.А., Бочвар Г.А., Брун М.Я., Глазунов С.Г., Колачев Б.А., Коробов О.С., Мальков А.В., Моисеев В.Н., Ноткин А.Б. и др. Титановые сплавы. Металлография титановых сплавов. М.: Металлургия, 1980. 464 с.
17. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*. 1969;2:65–71.
18. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992;7(6):1564–1583.
<https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
19. Shao G., Miodownik A.P., Tsakiroopoulos P. ω -phase formation in V–Al and Ti–Al–V alloys. *Philosophical Magazine A*. 1995;71(6):1389–1408.
20. Aurelio G., Fernandez Guillermet A., Cuello G.J., Campo J. Metastable Phases in the Ti–V System: Pt. I. Neutron Diffraction study and assessment of structural properties. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2002;33A:1307–1317.
<https://doi.org/10.1007/s11661-002-0057-x>
21. Желнина А.В., Калиенко М.С., Илларионов А.Г., Шетников Н.В. Трансформация структуры, параметров фаз при старении сплава титана Ti–10V–2Fe–3Al и их связь упрочнением. *Физика металлов и металловедение*. 2020;121(12):1220–1226.
<https://doi.org/10.1134/S0031918X20120133>
Zhelnina A.V., Kalienko M.S., Illarionov A.G., Shchetnikov N.V. Transformation of the structure and parameters of phases during aging of a titanium Ti–10V–2Fe–3Al alloy and their relation to strengthening. *Fizika metallov i metallovedenie*. 2020;121(12):1220–1226. (In Russ.).
<https://doi.org/10.1134/S0031918X20120133>
22. Федулов В.Н. Прогнозирование эффективности термического упрочнения титановых сплавов. *Литье и металлургия*. 2006;1(37):130–135.
Fedulov V.N. Prediction of the efficiency of thermal hardening of titanium alloys, *Lit'ye i metallurgiya*. 2006;1(37):130–135. (In Russ.).
23. Forney C.E., Meredith S.E. Ti–3Al–2.5V seamless tubing engineering guide. Sandvik special Metals Corp., Kennewick, Wash., USA, 1990. 3rd ed. 144 p.
24. Логинов Ю.Н., Семенов А.П. Изменение температуры инструмента при горячем прессовании прутков из меди и латуни. *Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением*. 2006;4:10–13.
Loginov Y.N., Semenov A.P. Changing the temperature of the tool during hot pressing of copper and brass bars. *Kuznechno-shtampovochnoe proizvodstvo. Obrabotka materialov davleniem*. 2006;4:10–13. (In Russ.).
25. Логинов Ю.Н. Прессование как метод интенсивной деформации металлов и сплавов. Екатеринбург: Изд-во УрФУ, 2016. 156 с. https://elar.urfu.ru/bitstream/10995/40656/1/978-5-7996-1623-6_2016.pdf
26. Weiss I., Semiatin S.L. Thermomechanical processing of alpha titanium alloys — an overview. *Materials Science and Engineering A*. 1999;263:243–256.
[https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)01155-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)01155-1)
27. Zwicker U. Titan und titanlegierungen. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 1974. 717 p.
<https://doi.org/10.1007/978-3-642-80587-5>

Информация об авторах

Анатолий Геннадьевич Илларионов — к.т.н., доцент кафедры «Термообработка и физика металлов», Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина (УрФУ); науч. сотрудник Института физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН.
<http://orcid.org/0000-0002-7571-1179>
E-mail: a.g.illarionov@urfu.ru

Федор Валерьевич Водолазский — к.т.н., доцент кафедры «Термообработка и физика металлов», УрФУ.
<http://orcid.org/0000-0002-6311-131X>
E-mail: f.v.vodolazskiy@urfu.ru

Светлана Михайловна Илларионова — зав. лабораторией кафедры «Термообработка и физика металлов», УрФУ.
Scopus-ID: 56572890900
E-mail: s.m.illarionova@urfu.ru

Information about the authors

Anatoly G. Illarionov — Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department “Heat Treatment and Physics of Metals”, Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin (UrFU); Research Scientist, Institute of Metal Physics named after M.N. Mikheev of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences.
<http://orcid.org/0000-0002-7571-1179>
E-mail: a.g.illarionov@urfu.ru

Fedor V. Vodolazskiy — Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor of the Department “Heat Treatment and Physics of Metals”, UrFU.
<http://orcid.org/0000-0002-6311-131X>
E-mail: f.v.vodolazskiy@urfu.ru

Svetlana M. Illarionova — Head of the Laboratory of the Department “Heat Treatment and Physics of Metals”, UrFU.
Scopus-ID: 56572890900
E-mail: s.m.illarionova@urfu.ru

Ярослав Игоревич Космацкий — д.т.н., зам. ген. директора по научной работе, АО «Русский научно-исследовательский трубный институт».

Scopus-ID: 36166718600

E-mail: Kosmatski@rosniti.ru

Наталья Александровна Ширинкина — начальник отдела АО «Уральский завод гражданской авиации».

Scopus-ID: 57193270781

E-mail: nata382@yandex.ru

Максим Александрович Шабанов — инженер исследователь кафедры «Термообработка и физика металлов», УрФУ.

<http://orcid.org/0009-0008-6725-1724>

E-mail: m.a.shabanov@urfu.ru

Yaroslav I. Kosmatskiy — Dr. Sci. (Eng.), Deputy General Director for Scientific Work, The Russian Research Institute of the Pipe Industry.

Scopus-ID: 36166718600

E-mail: Kosmatski@rosniti.ru

Natalia A. Shirinkina — Head of the Department, JSC “Ural Works of Civil Aviation”.

Scopus-ID: 57193270781

E-mail: nata382@yandex.ru

Maksim A. Shabanov — Research Engineer of the Department “Heat Treatment and Physics of Metals”, UrFU.

<http://orcid.org/0009-0008-6725-1724>

E-mail: m.a.shabanov@urfu.ru

Вклад авторов

А.Г. Илларионов — формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, подготовка текста, формулировка выводов.

Ф.В. Водолазский — постановка задач рентгеноструктурного фазового анализа, его проведение и обработка результатов.

С.М. Илларионова — постановка задач металлографического анализа, его проведение и обработка результатов.

Я.И. Космацкий — организация сбора производственных параметров и их анализ.

Н.А. Ширинкина — обработка наблюдений в производственном процессе, упорядочение полученных данных.

М.А. Шабанов — постановка задач дюриметрического анализа, его проведение и обработка результатов.

Contribution of the authors

A.G. Illarionov — basic concept, problem statement, paper authoring, conclusions.

F.V. Vodolazsky — XRD and EDS analysis and image processing.

S.M. Illarionova — metallographic analysis and processing of the results.

Ya.I. Kosmatsky — acquisition and analysis of manufacturing information.

N.A. Shirinkina — processing of the manufacturing process observations, and data structuring.

M.A. Shabanov — durometry analysis and processing of the results.

Статья поступила в редакцию 26.04.2023, доработана 22.06.2023, подписана в печать 23.06.2023

The article was submitted 26.04.2023, revised 22.06.2023, accepted for publication 23.06.2023

УДК 621.74 + 669.018

<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-70-86>

Научная статья

Research article



Жидкофазное получение методом СВС и термическая обработка композитов на основе алюминиево-магниевого сплава, упрочненных высокодисперсной фазой карбида титана

А.Р. Луц, Ю.В. Шерина, А.П. Амосов, А.Д. Качура

Самарский государственный технический университет
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

✉ Александр Петрович Амосов (egundor@yandex.ru)

Аннотация: Алюмоматричные композиционные материалы, дисперсно-упрочненные тугоплавкой фазой карбида титана, характеризуются уникальным сочетанием свойств и относятся к группе перспективных конструкционных материалов. Одним из наиболее доступных и энергосберегающих методов их получения является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), основанный на экзотермическом взаимодействии титана и углерода (или их соединений) непосредственно в расплаве. В работе приводятся результаты СВС композиционных материалов на основе промышленных сплавов АМг2Н и АМг6Н, упрочненных 10 мас.%TiC. Исследованы макро- и микроструктура полученных образцов, проведены микрорентгеноспектральный и рентгенофазовый анализы. Установлено, что уже в процессе охлаждения на воздухе после синтеза происходит выделение β-фазы из α-твердого раствора алюминия. Проведены эксперименты по изучению влияния дополнительного нагрева на структуру и свойства образцов, определены оптимальные температурно-временные параметры, предложена феноменологическая модель последовательности структурных превращений. Выполнен сравнительный анализ физических, механических, технологических свойств и коррозионной стойкости исходных сплавов АМг2Н и АМг6Н в нагартованном состоянии и композиционных материалов на их основе до и после термической обработки. Установлено, что проведение дополнительного нагрева способствует снижению пористости и сохранению уровня электропроводности относительно этих показателей для литых композитов. Выявлено, что прочность на сжатие и относительная деформация для композита на основе сплава АМг2 изменяются незначительно, тогда как для материала на основе АМг6 их падение более существенно. При этом термическая обработка позволяет повысить твердость материалов, сохранив достаточную способность композитов к пластической деформации, что подтверждается значениями степени деформации и коэффициента уковки, близкими к уровню матричных сплавов. Также установлено, что синтезированные композиционные материалы сохраняют высокий уровень устойчивости к углекислотной и сероводородной коррозии.

Ключевые слова: алюмоматричный композиционный материал (АМКМ), алюминий, расплав, карбид титана, самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС).

Для цитирования: Луц А.Р., Шерина Ю.В., Амосов А.П., Качура А.Д. Жидкофазное получение методом СВС и термическая обработка композитов на основе алюминиево-магниевого сплава, упрочненных высокодисперсной фазой карбида титана. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2023;29(4):70–86. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-70-86>

Liquid matrix SHS manufacturing and heat treatment of Al–Mg composites reinforced with fine titanium carbide

A.R. Luts, Yu.V. Sherina, A.P. Amosov, A.D. Kachura

Samara State Technical University
244 Molodogvardeyskaya Str., Samara 443100, Russia,

✉ Alexander P. Amosov (egundor@yandex.ru)

Abstract: Aluminum matrix composites reinforced with ultra-fine refractory titanium carbide feature a unique combination of properties. They are promising structural materials. Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) is an affordable and energy-saving composite-

making process. It involves the exothermic reaction between titanium and carbon (or their compounds) directly in the melt. We studied the properties of SHS composites based on the AMg2 and AMg6 commercially available alloys reinforced with 10 wt.%TiC. We investigated the macro- and microstructure of the samples with XRD and EDS analysis. It was found that the β -phase is separated from α -solid solution of aluminum as early as the air cooling stage. We conducted experiments aimed at studying the effects of additional heating on the sample structure and properties and found the optimal temperature and time values. We also proposed a phenomenological model of the structural transformation sequence. We compared the physical, mechanical, and manufacturing properties and corrosion resistance of the original cold-hardened AMg2N and AMg6N alloys and the composites before and after heat treatment. It was found that additional heating reduces porosity and maintains electrical conductivity. It was also found that the compressive strength and relative strain of the composite based on the AMg2 alloy change insignificantly, while for the AMg6-based composite the reduction is more significant. Heat treatment increases the composite hardness while maintaining sufficient plastic deformation. It is confirmed by the measured values of the relative strain and the reduction ratio close to that of the original matrix alloys. It was also found that the composites retain high resistance to carbon dioxide and hydrogen sulfide corrosion.

Keywords: aluminum matrix composite (AMCs), aluminum, melt, titanium carbide, self-propagating high-temperature synthesis (SHS).

For citation: Luts A.R., Sherina Yu.V., Amosov A.P., Kachura A.D. Liquid matrix SHS manufacturing and heat treatment of Al–Mg composites reinforced with fine titanium carbide. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(4):70–86. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-4-70-86>

Введение

Алюмоматричные композиционные материалы (АМКМ), дисперсно-армированные тугоплавкой фазой карбида титана в количестве от сотых долей до 50 мас.%, характеризуются повышенной прочностью и сохраняют при этом высокие показатели пластичности, низкий удельный вес и хорошую коррозионную стойкость [1]. Благодаря уникальному сочетанию свойств они используются для изготовления деталей шатунно-поршневой группы, подшипников и других износостойких деталей узлов трения [2; 3].

К настоящему времени известно много технологий получения АМКМ, которые в зависимости от агрегатного состояния матрицы делят на твердофазные и жидкофазные методы [4]. Однако использование твердофазных методов ограничено длительностью и энергоемкостью процесса изготовления, а применение традиционных жидкофазных способов не позволяет вводить в расплав значительное количество армирующей фазы из-за потери текучести и зачастую сопровождается нежелательным химическим взаимодействием между матрицей и вводимыми компонентами [5].

В последнее время для изготовления АМКМ активное применение находит метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), который прост в исполнении, реализуется в любой плавильной печи и не требует существенных энергозатрат. Технология заключается в проведении в расплаве алюминия экзотермической реакции между исходными реагентами в виде элементарных порошков титана и углерода или их соединений, в результате чего образуется фаза кар-

бида титана в виде множества дисперсных частиц [5–8].

Анализ работ за последние годы показывает, что в целях улучшения свойств, помимо собственно синтеза, исследователями также ставятся задачи повышения дисперсности частиц карбидной фазы и введения в матрицу легирующих элементов, поскольку оба эти фактора оказывают положительное влияние на свойства получаемых АМКМ. Например, в публикации [9] в расплав алюминия, содержащий, мас.%, 5 Cu, 0,45 Mn, 0,3 Ti, 0,2 Cd, 0,2 V, 0,15 Zr и 0,04 B, вводили компоненты экзотермической шихты (алюминий, титан, углеродные нанотрубки) из расчета 0,1–1,0 мас.%. Выявлено, что синтез 0,5 мас.% наноразмерных частиц TiC приводит к повышению прочности композита до 540 МПа, а относительного удлинения до 19 %, что соответствует их увеличению на 11 и 188 % по сравнению с матричным сплавом. В другой работе [10] на той же матричной основе были синтезированы композиционные материалы с 0,5 мас.% TiC (с размером частиц $d = 97$ нм) и с 1, 3 и 5 мас.% TiC ($d = 1,88$ мкм). Установлено, что при $t = 180$ °C и нагрузке 20 Н износостойкость наноразмерного композита на 16,5 % выше, чем у композита, армированного микрочастицами карбида титана в количестве 5 мас.%.

Исследования в СамГТУ также показали возможность проведения СВС АМКМ состава Al–TiC из порошков титана и углерода с массовой долей армирующей фазы до 20 % и исходным размером частиц около 2–4 мкм [5]. В дальнейшем было установлено, что добавка в шихту 5 мас.%

соли Na_2TiF_6 позволяет уменьшить размер карбидной фазы в композите $\text{Al}-10\%\text{TiC}$ до высокодисперсного (менее 1 мкм) и в результате этого повысить прочность материала в литом состоянии более чем на 80 % (со 115 до 200 МПа) [11]. Затем были успешно синтезированы композиты составов $\text{Al}-5\%\text{Cu}-10\%\text{TiC}$, $\text{Al}-5\%\text{Cu}-2\%\text{Mn}-10\%\text{TiC}$ и др., включающие высокодисперсную карбидную фазу и отличающиеся повышенными характеристиками [12].

За последние годы выросло число работ, посвященных армированию промышленных сплавов карбидной фазой, как формируемой в расплаве методом СВС, так и вводимой извне [13–15]. Причем, как правило, в качестве основы выбираются термически упрочняемые сплавы, которые после армирования дополнительно обрабатываются по режиму дисперсионного твердения (закалка + старение). Так, авторами [16] показана возможность СВС высокодисперсной карбидной фазы в количестве 6, 10 и 12 об.% в составе сплава А2024 ($\text{Al}-4,4\%\text{Cu}-1,5\%\text{Mg}$). В образце, содержащем 12 об.% TiC , после экструдирования, проведения термообработки в виде отжига при 400 °С в течение 20 ч, закалки с выдержкой 1 ч при $t = 500$ °С и искусственного старения при 190 °С в течение 8 ч фиксируется наибольшее увеличение механических характеристик — модуля упругости и предела прочности до 93 ГПа и 461 МПа соответственно. А в работах [17; 18] отмечается, что после ввода в состав литейного сплава АА7075 ($\text{Al}-5,8\%\text{Zn}-2,4\%\text{Mg}$) 2–10 мас.% частиц TiC размером около 2 мкм, проведения гомогенизации при $t = 450$ °С в течение 2 ч и старения при 121 °С в течение 24 ч в образце с 8 мас.% TiC удалось повысить предел прочности с 400 до 600 МПа и твердость со 110 до 200 НВ.

Вместе с тем в некоторых работах указывается, что не всегда термическая обработка АМКМ приводит к улучшению их прочностных свойств. Так, в исследовании [19] рассматривалось старение сплава А16061 ($\text{Al}-\text{Mg}-\text{Si}$), армированного 2 % частиц TiC ($d = 40\div 50$ мкм), при $t = 160$ °С и выявлено, что присутствие армирующих частиц препятствует образованию зон Гинье—Престона и выделению упрочняющих метастабильных фаз $\text{Mg}-\text{Si}$ в алюминиевой матрице. В результате после термообработки по режиму Т6 максимальная твердость 75,8 НВ композита А16061— TiC достигалась через 8 ч старения и была намного ниже, чем у матричного сплава А16061 через 18 ч старения — 123 НВ.

В обзорной работе [20] обобщаются основные особенности закалки и последующего старения АМКМ систем $\text{Al}-\text{Cu}-\text{Mg}-\text{SiC}$, $\text{Al}-\text{Mg}-\text{Si}-\text{Cu}-\text{SiC}$, $\text{Al}-\text{Mg}-\text{Si}-\text{Cu}-\text{B}_4\text{C}$ и $\text{Al}-\text{Zn}-\text{Mg}-\text{Cu}-\text{SiC}$, армированных карбидом кремния и получаемых как твердо-, так и жидкофазными методами. В целом отмечается, что кинетика старения композитов и алюминиевых сплавов отличается: возможно изменение последовательности стадий дисперсионного твердения и фазового состава матричного материала, а максимальные показатели твердости и прочности в АМКМ достигаются за более короткое время. Помимо этого, упрочнение композиционных материалов, как правило, получается ниже, чем ожидается от «сложения» дисперсионного упрочнения матричного алюминиевого сплава и дисперсного упрочнения матрицы армирующими частицами.

Особый интерес вызывают исследования, в которых показано, что за счет изменения состава, структуры межфазных границ и улучшения качества связи на границах матрицы и наполнителя становится возможным реализовать термическую обработку и на сплавах, которые традиционно не упрочняются посредством дисперсионного твердения. Примером тому может служить работа [21], где показано, что после проведения закалки с 550 °С в течение 20 мин с охлаждением в горячей воде и последующего старения при 160 °С в течение 30 мин композиционного материала на основе термически неупрочняемого сплава АМг1 с добавкой 2,5 мас.% SiC ($d = 3$ мкм) достигается повышение твердости до 1040–1200 НВ и предела прочности до 153 МПа. Одной из причин такого эффекта может также являться наличие магния в составе сплава, который зачастую используется в качестве поверхностно-активной добавки, сегрегирующей на границе раздела фаз и тем самым уменьшающей ее энергию [22].

Например, авторами [23] был изучен характер взаимодействия подложки из карбида титана с расплавом $\text{Al}-\text{Mg}$ при температуре 900 °С. Было выявлено, что повышение содержания Mg с 1 до 20 % в составе алюминиевой основы существенно улучшает смачивание керамической фазы за счет снижения поверхностного натяжения капли алюминия. Кроме того, введение магния значительно упрочняет алюминиевые сплавы: в частности, в работе [24] сообщается, что добавка 14 % Mg в состав СВС-сплавов, полученных горячим прессованием, позволяет увеличить прочность на сжатие композита $\text{Al}-\text{TiC}$ сразу на 353 МПа.

Приведенные данные подтверждают, что присутствие магния может существенно повысить эффективность упрочнения сплавов фазой карбида титана. Анализ применяемых алюминиевых сплавов показал, что подобное армирование наиболее целесообразно для Al–Mg-сплавов (магналиев), которые, как известно, отличаются хорошими деформируемостью и свариваемостью, но относительно невысокими прочностью и твердостью [25]. По составу наиболее распространенные сплавы данной системы содержат от 1 до 6 мас.% Mg и микродобавки других легирующих элементов — Fe, Si, Mn, Ti, Cu, Be и др. Растворимость магния в алюминии составляет 17,4 % при $t = 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ и около 1,4 % при комнатной температуре, но из-за неравновесных условий кристаллизации в сплавах, содержащих даже 1–2 % Mg, могут появляться эвтектические включения β -фазы состава Al_3Mg_2 (Mg_5Al_8).

Переходные металлы при кристаллизации образуют с алюминием пересыщенные твердые растворы [26; 27], однако их незначительное количество не приводит к существенному повышению прочности. В связи с этим формирование дополнительной высокодисперсной фазы карбида титана в составе магналиев может вызвать положительный эффект как от собственного твердорастворного упрочнения, так и от изменения порядка и скорости структурных превращений в ходе кристаллизации и термической обработки вследствие возникающих микроискажений кристаллической решетки.

Очевидно, что результативность армирования в значительной степени будет определяться химическим составом сплавов, т.е. процентным содержанием магния и легирующих элементов. Поэтому целью данной работы было получение методом СВС двух композиционных материалов с карбидом титана на основе магналиев AMg_2 —10%TiC и AMg_6 —10%TiC и исследование влияния термической обработки на их структуру и свойства.

Методика проведения исследований

В качестве матрицы для создания расплавов использовались сплавы марок AMg_2 (1520) и AMg_6 (1560) производства ООО «Саммет» (Россия), выплавленные по ГОСТ 4784-2019. Для получения шихтовой смеси порошки титана (марки ТПП-7, ТУ 1715-449-05785388) и углерода (П-701, ГОСТ 7585-86), взятые в стехиометрическом соотношении для протекания СВС-реакции $\text{Ti} + \text{C} = \text{TiC}$, смешивали с солью Na_2TiF_6 (ГОСТ 10561-80)

в количестве 5 % от массы шихты. Далее полученную композицию делили на 3 равные порции, завернутые в алюминиевую фольгу, каждую из которых поочередно вводили в расплавы AMg_2 или AMg_6 с температурой $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ в графитовом тигле плавильной печи ПС-20/12 (Россия) для реализации СВС-реакции и получения образцов целевых композитов.

Для выявления микроструктуры травление образцов проводили раствором состава 50 % HF + 50 % HNO_3 в течение 10–15 с. Металлографический анализ осуществляли на растровом электронном микроскопе JSM-6390A («Jeol», Япония) с приставкой микрорентгеноспектрального анализа (MPCA) JSM-2200.

Фазовый состав определяли методом рентгенофазового анализа (РФА). Съемка рентгеновских спектров проводилась на автоматизированном дифрактометре марки ARL X'trA («Thermo Scientific», Швейцария) с использованием CuK_α -излучения при непрерывном сканировании в интервале углов $2\theta = 20\div 80^\circ$ со скоростью 2 град/мин. Для анализа дифрактограмм применяли программу HighScore Plus («PANalytical B.V.», Нидерланды). Термическую обработку образцов АМКМ проводили в лабораторной камерной печи СНОЛ с рабочей температурой до $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Плотность экспериментальных образцов определяли путем гидростатического взвешивания на весах ВК-300 (Россия) 4-го класса точности по ГОСТ 20018-74, при этом значение плотности дистиллированной воды принималось равным $0,99733\text{ г/см}^3$, что соответствует температуре воздуха в помещении $24\text{ }^{\circ}\text{C}$. Размерный и количественный анализы структурных составляющих осуществляли на оптическом металлографическом микроскопе МИМ 43 (Россия) с применением программы обработки изображений SIAMS 800.

Для исследования электропроводности АМКМ использовали вихретоковый структуроскоп ВЭ-26НП (Россия) по ГОСТ 27333-87. Твердость экспериментальных образцов определяли на твердомере ТШ-2М (Россия) по ГОСТ 9012-59 с последующей оценкой диаметра отпечатка на микроскопе Motic DM-111 (Россия) и его анализом в программе Motic Educator. Микротвердость образцов исследовали на стандартном микротвердомере ПТМ-3 (Россия) по ГОСТ 9450-76 методом вдавливания алмазной пирамидки с квадратным основанием и межгранным углом при вершине 136° , навеска на индентор составляла 100 г.

Испытания на сжатие проводили по ГОСТ

25.503-97 на образцах III типа диаметром $d_0 = 20$ мм. Относительную степень деформации и коэффициент уковки рассчитывали по ГОСТ 8817-82.

Стойкость к коррозии оценивали по ГОСТ 13819-68 в автоклавном комплексе Coat Test 3.3.150.150 в следующих условиях: водный раствор 5 % NaCl; газовая фаза CO_2 (1 Па) + H_2S (0,5 МПа) + N_2 (3,5 МПа) при температуре 80 °С; длительность 240 ч; общее давление 5 МПа. Параметры коррозионной стойкости рассчитывали по ГОСТ 9.908-85. Триботехнические испытания проводили с использованием универсального триботехнического комплекса Универсал-1Б (Россия) в следующем режиме:

- вид трения — граничное трение (скольжение);
- схема испытаний «кольцо-плоскость»;
- материал контртела — сталь 40Х;
- среда — синтетическое моторное масло Shell Helix Ultra SAE 5W-40;
- нормальная нагрузка на контакт — 380 Н;
- частота вращения контртела — 600 об/мин (средняя линейная скорость в зоне контакта 0,157 м/с);
- длительность испытаний — 30 мин (или до появления полного схватывания).

Результаты исследований и их обсуждение

В ходе экспериментального синтеза на исходных порошковых составах обоих целевых композитов наблюдалась активная и быстротечная СВС-реакция с яркими вспышками. Изломы полученных

образцов характеризовались однородно серым цветом, отсутствием посторонних включений и остатков непрореагировавшей шихты.

Синтез и термическая обработка композиционного материала АМг2—10%TiC

Микроструктура композиционного материала АМг2—10%TiC, полученного с применением процесса СВС, приведена на рис. 1. После синтеза формируется большое количество как некрупных спекшихся агломератов, так и высокодисперсных частиц округлой формы размером более 180 нм. Микрорентгеноспектральный анализ выявил наличие элементов Al, Ti, С и Mg (рис. 2). Проведенное далее рентгенофазовое исследование позволяет сделать вывод о наличии требуемой фазы TiC (рис. 3). Также, учитывая присутствие Mg, по данным МРСА, не исключено, что в структуре материала присутствует и β -фаза, но ее количество слишком мало, чтобы быть зафиксированным посредством РФА.

Количественная обработка дифрактограммы выявила присутствие карбидной фазы (8 мас.%), что, принимая во внимание некоторую неоднородность ее распределения, является вполне приемлемым уровнем. Оценка средней величины зерна показала ее уменьшение с 9,64 ($\pm 4,82$) мкм в матрице до 1,31 ($\pm 0,056$) мкм в композиционном материале, что подтверждает модифицирующий эффект частиц карбидной фазы. После синтеза АМКМ была произведена оценка твердости, которая показала, что ее значение повысилось с 509 НВ для литого сплава АМг2 до 594 НВ для композици-

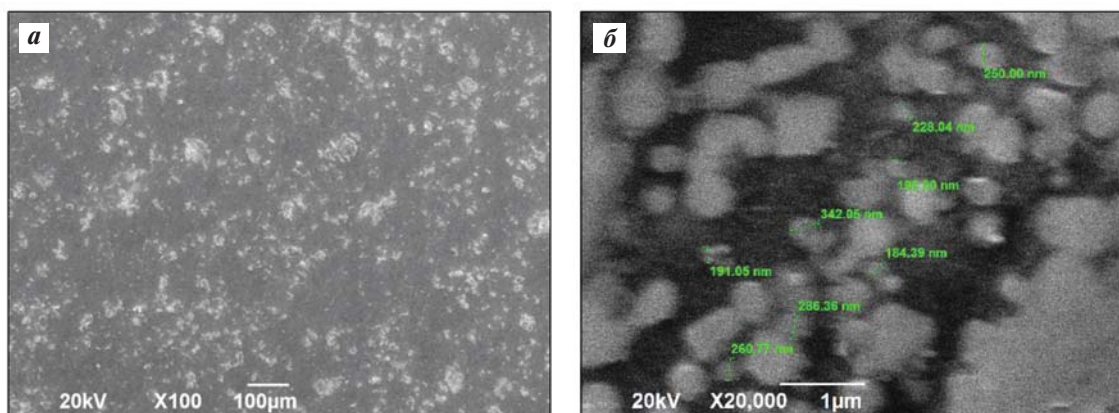
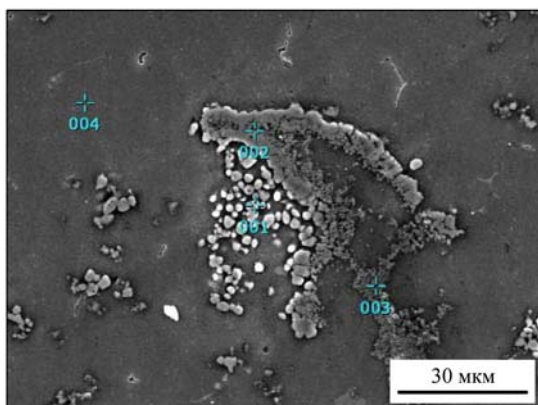


Рис. 1. Микроструктура композиционного материала АМг2—10%TiC

a — увеличение $\times 100$, *б* — $\times 20\,000$

Fig. 1. SEM image of the AMg2—10%TiC composite

a — $\times 100$ magnification, *б* — $\times 20\,000$ magnification



Номер маркера	Содержание, мас.%				
	C	Al	Ti	Mg	F
001	28,01	14,27	57,72	0	0
002	17,97	38,17	38,01	3,49	2,36
003	17,82	47,91	28,71	3,92	1,65
004	0	93,93	0	6,07	0

Рис. 2. Результаты МРСА композиционного материала АМг2–10%TiC

Fig. 2. EDS analysis of the AMg2–10%TiC composite

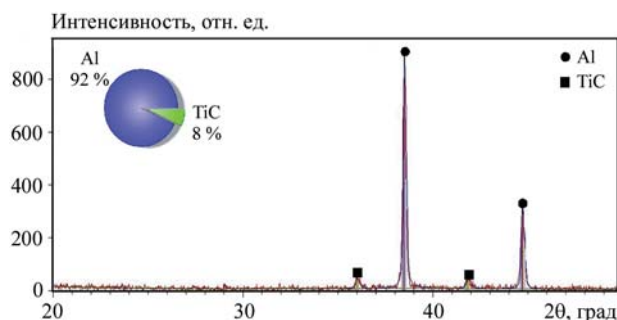


Рис. 3. Дифрактограмма композиционного материала АМг2–10%TiC

Fig. 3. XRD pattern of the AMg2–10%TiC composite

онного материала АМг2–10%TiC, что соответствует уровню твердости сплава АМг2 в нагартованном состоянии (АМг2Н).

Таким образом, сделан вывод, что ввиду отсутствия пластического деформирования к повышению твердости приводит именно наличие высокодисперсных карбидных частиц.

Далее был проведен анализ и выбраны температурно-временные режимы термической обработки. Как уже было отмечено выше, сплав АМг2 ввиду низкой степени легированности не подвергается дисперсионному твердению после

закалки и состоит преимущественно из твердого раствора магния в алюминии. Однако, как было показано выше и в работе [21], проведение термической обработки композита АМг1 с дисперсной фазой может привести к появлению новых эффектов.

С учетом всех факторов для исследования были выбраны режимы нагрева 130, 150, 180 и 350 °С в течение 1, 2 и 3 ч с охлаждением на спокойном воздухе [28]. В качестве количественного критерия для оценки влияния нагрева использовалась твердость. На рис. 4 представлены полученные результаты, которые показывают, что наибольшее ее значение 676 НВ (по сравнению с исходным 594 НВ для литого композиционного материала) достигается в результате нагрева при 150 °С в течение 2–3 ч, а нагрев при 350 °С на твердость не влияет.

Микроструктура и результаты МРСА образцов АМКМ с максимальной твердостью, представленные на рис. 5 и 6, показывают, что размеры карбидных частиц и химический состав не претерпевают изменений. Однако помимо элементного магния, по данным МРСА, после термической обработки на дифрактограмме появляются пики β-фазы Al_3Mg_2 в количестве 3 мас.%, что свидетельствует о дополнительном выделении магния из твердого раствора алюминия (рис. 7).

Анализ данных, полученных инструментальными методами, позволил сделать следующее предположение о последовательности структурных превращений до и после термической об-

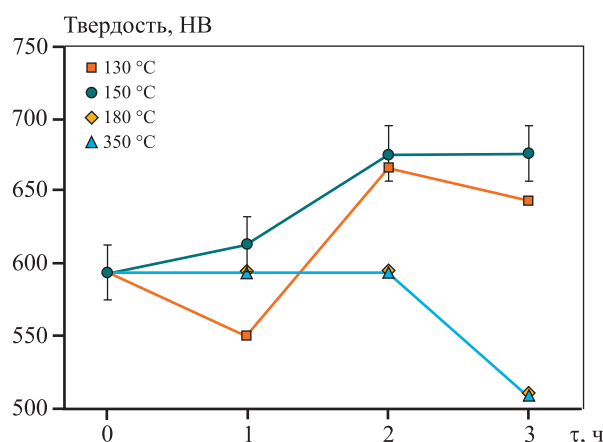


Рис. 4. Изменение твердости композиционного материала АМг2–10%TiC после дополнительного нагрева при разных температурах

Fig. 4. The hardness variations of the AMg2–10%TiC composite after heat treatment at different temperatures

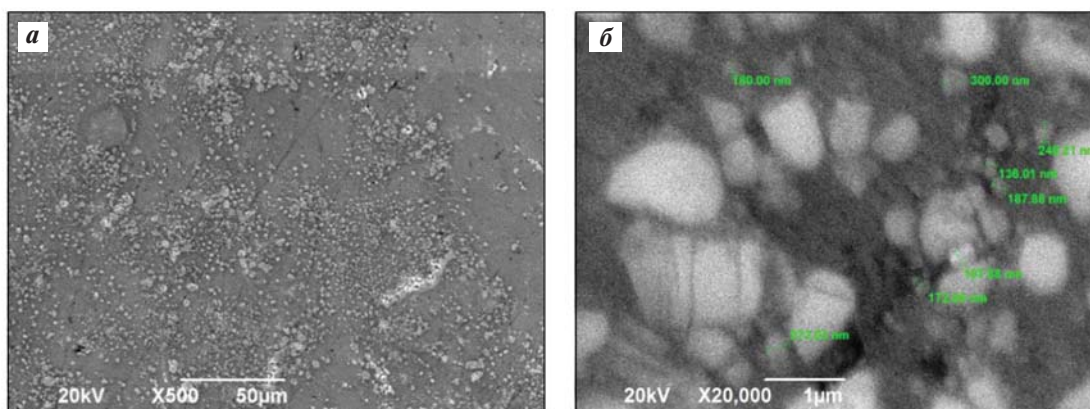
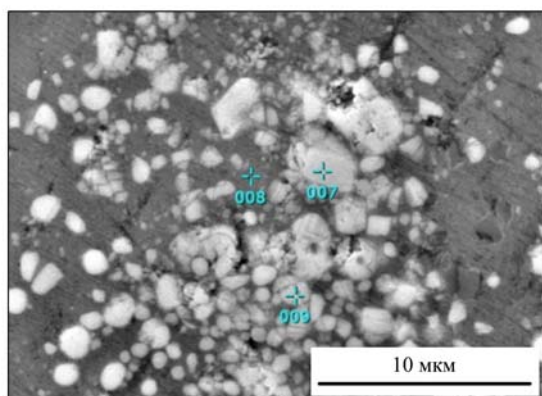


Рис. 5. Микроструктура композиционного материала АМг2–10%TiC после дополнительного нагрева при $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2 ч

a – увеличение $\times 500$, *б* – $\times 20000$

Fig. 5. SEM image of the AMg2–10%TiC composite after additional heating at $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 2 h

a – $\times 500$ magnification, *б* – $\times 20000$ magnification



Номер маркера	Содержание, мас.%			
	C	Al	Ti	Mg
007	22,04	13,54	63,19	1,22
008	14,60	75,90	4,88	4,60
009	29,00	38,44	29,89	2,67

Рис. 6. Результаты МРСА композиционного материала АМг2–10%TiC после дополнительного нагрева при $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2 ч

Fig. 6. EDS analysis of the AMg2–10%TiC composite after additional heating at $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 2 h

работки. Первоначально, сразу после заливки композиционного материала в кокиль, в процессе кристаллизационного охлаждения ввиду наличия большого количества карбидных частиц, искажающих кристаллическую решетку матрицы и вызывающих высокие внутренние напряжения, возможно выделение фаз кристаллиза-

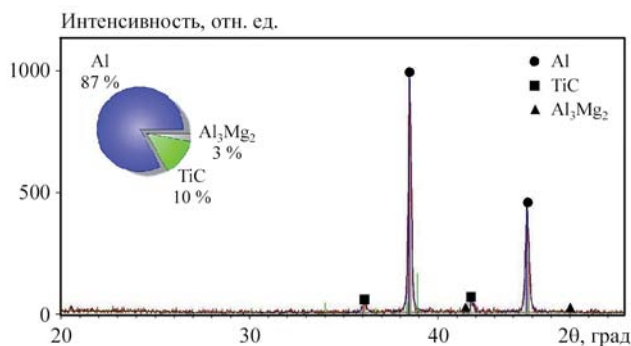


Рис. 7. Дифрактограмма композиционного материала АМг2–10%TiC после дополнительного нагрева при $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 2 ч

Fig. 7. XRD pattern of the AMg2–10%TiC composite after additional heating at $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 2 h

ционного происхождения Mg_2Si , $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$, $\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_2\text{Si}_3$ [29], а после завершения кристаллизации — и частичное выделение из твердого раствора β -фазы.

Необходимо отметить, что наличие фазы Al_3Mg_2 может привести к снижению прочностных и коррозионных свойств из-за ее выделения в виде сплошных цепочек по границам зерен [29]. Однако в данном случае большое количество дисперсных карбидных частиц очевидно препятствует образованию подобных сплошных выделений, и отдельные включения интерметаллической β -фазы могут способствовать повышению твердости. В ходе дополнительного нагрева при $t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$ и продолжающемся действии внутренних напряже-

ний облегчаются диффузионные процессы, и при последующем охлаждении на воздухе реализуется дополнительное выделение β -фазы, что приводит к последующему повышению твердости.

Отсутствие изменения твердости при нагреве до 350 °С (см. рис. 4) является следствием того, что при этой температуре образуется твердый раствор уже по всему объему, и при охлаждении происходят те же процессы, что и после СВС композита, в результате чего наблюдается исходное значение твердости.

Синтез и термическая обработка композиционного материала АМг6—10%TiC

Микроструктура синтезированного композиционного материала АМг6—10%TiC приведена на рис. 8. По сравнению с предыдущим случаем здесь образованные частицы карбидной фазы, имеющие размеры выше 130 нм, распределены более равномерно по объему сплава, что можно объяснить повышенным содержанием магния и, соответственно, большей их смачиваемостью и лучшим усвоением.

Микрорентгеноспектральный анализ и рентгенофазовое исследование позволяют сделать вывод о наличии целевой фазы TiC (рис. 9 и 10), а присутствие магния — предположить присутствие β -фазы.

Обработка дифрактограммы подтверждает присутствие карбидной фазы в количестве 10 мас.%. Средняя величина зерна уменьшилась с 15,8 ($\pm 34,3$) мкм в матричном сплаве до 10,6 ($\pm 3,56$) мкм в композиционном материале. По результатам синтеза значение твердости повышается

с 830 НВ для литого сплава АМг6 до 909 НВ для АМКМ АМг6—10%TiC.

Сплав АМг6 также не относится к числу классических дисперсионно-твердеющих, но высокое содержание магния обеспечивает его самые высокие прочностные свойства из всех магналиев. Как правило, его используют в нагартованном состоянии либо, для повышения пластичности, подвергают рекристаллизационному отжигу в интервале температур 310—335 °С с выдержкой в печи от 30 мин до 3 ч с охлаждением на воздухе [26].

В работе [30] для сплава 1565ч, содержащего 5,1—6,0 мас.% Mg и дополнительную легирующую добавку Zr, было изучено влияние различных режимов гетерогенизационного отжига: температуры от 130 до 280 °С и времени выдержки от 1 до 12 ч. Результаты показали, что выделение однородно распределенных отдельных частиц β -фазы в ходе отжига при $t = 230$ °С с выдержкой 6 ч приводит к формированию мелкозернистой структуры и максимальному приросту твердости.

На основе приведенных данных для композиционного материала АМг6—10%TiC были выбраны следующие режимы: нагрев при $t = 230$ °С в течение 1, 3 и 6 ч при температурах 310, 320 и 335 °С в течение 1, 2 и 3 ч. На рис. 11 представлены полученные значения твердости, которые свидетельствуют, что термическая обработка в интервале $t = 310\text{--}335$ °С к увеличению твердости не приводит, а наибольшее ее значение 999 НВ достигается в результате выдержки при $t = 230$ °С в течение 3 и 6 ч.

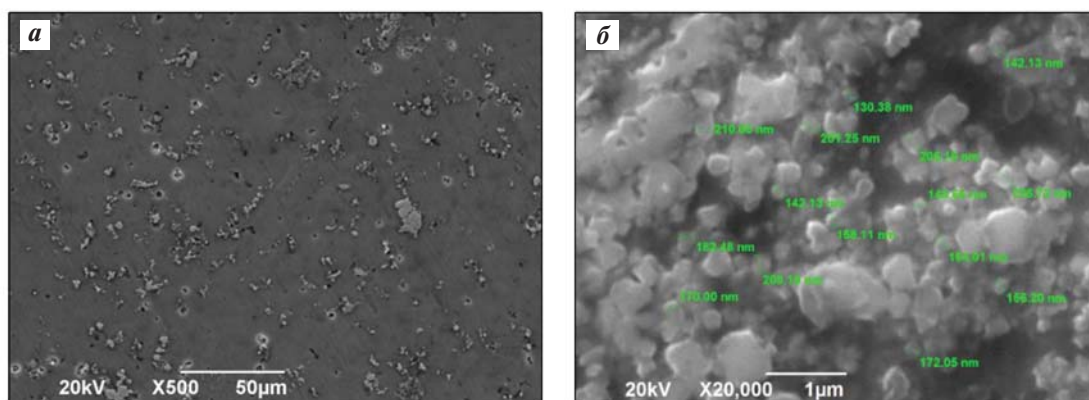


Рис. 8. Микроструктура композиционного материала АМг6—10%TiC

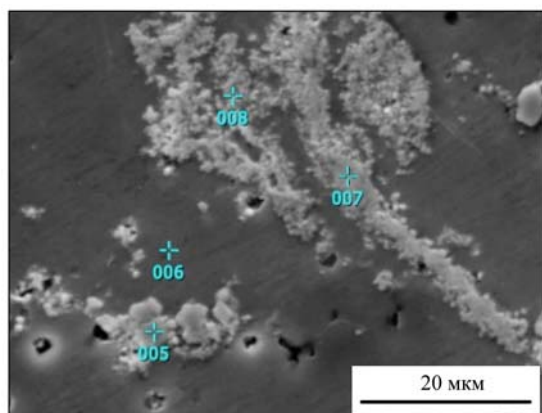
a — увеличение $\times 500$, *б* — $\times 20\,000$

Fig. 8. SEM image of the AMg6—10%TiC composite

a — $\times 500$ magnification, *б* — $\times 20\,000$ magnification

Таким образом, как и на предыдущем сплаве, проведение дополнительного нагрева при температуре, близкой к линии ограниченной растворимости, способствует повышению твердости.

Результаты микроструктурного исследования, МРСА и РФА образца с максимальной твердостью приведены на рис. 12–14.



Номер маркера	Содержание не менее, мас. %			
	Al	Ti	C	Mg
005	4,43	90,18	4,74	0,66
006	90,56	0,22	0,15	9,06
007	5,13	88,60	5,46	0,81
008	40,24	51,14	2,76	5,86

Рис. 9. Результаты МРСА композиционного материала АМг6–10%TiC

Fig. 9. EDS analysis of the AMg6–10%TiC composite

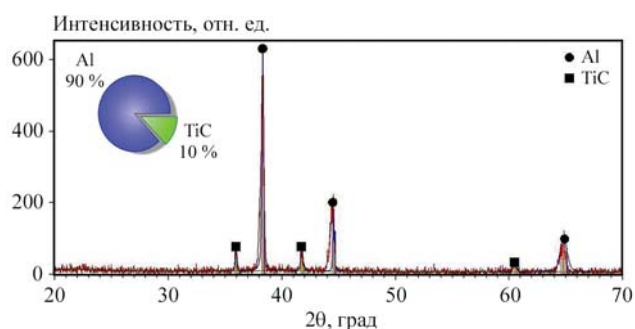


Рис. 10. Дифрактограмма композиционного материала АМг6–10%TiC

Fig. 10. XRD pattern of the AMg6–10%TiC composite

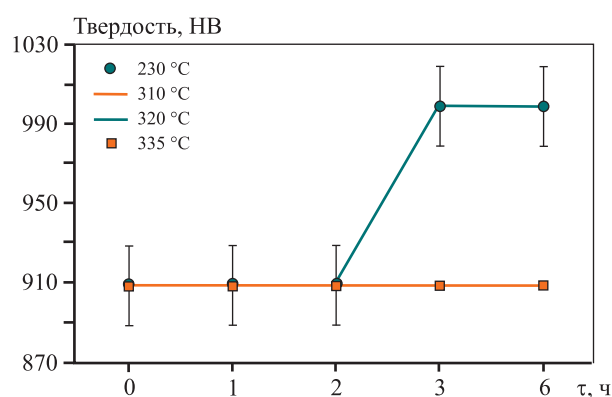


Рис. 11. Изменение твердости композиционного материала АМг6–10%TiC после дополнительного нагрева при разных температурах

Fig. 11. The hardness changes of the AMg6–10%TiC composite after additional heating at different temperatures

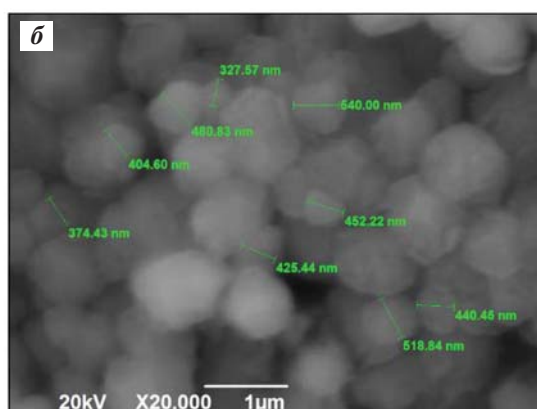
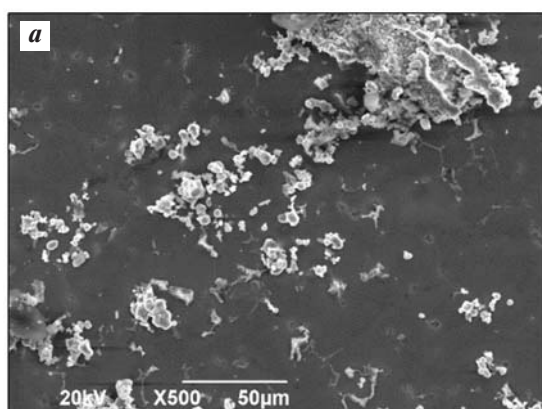
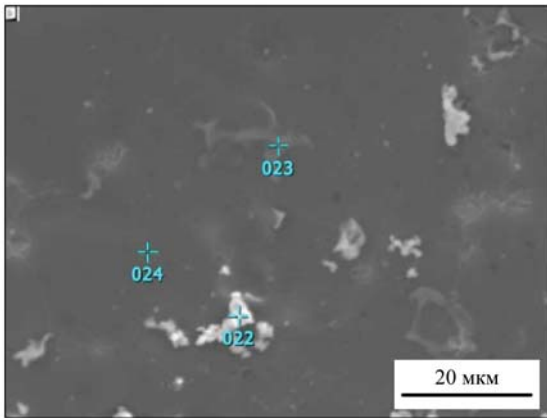


Рис. 12. Микроструктура композиционного материала АМг6–10%TiC после дополнительного нагрева при $t = 230$ °C в течение 3 ч

a – увеличение $\times 500$, *б* – $\times 20\,000$

Fig. 12. SEM image of the AMg6–10%TiC composite after additional heating at $t = 230$ °C for 3 h

a – $\times 500$ magnification, *б* – $\times 20\,000$ magnification



Номер маркера	Содержание не менее, мас. %					
	Al	Ti	C	Mg	Mn	Fe
022	9,92	85,04	3,73	1,31	—	—
023	80,86	—	—	6,75	3,86	8,54
024	93,41	—	—	6,59	—	—

Рис. 13. Результаты МРСА композиционного материала АМг6–10%TiC после дополнительного нагрева при $t = 230\text{ °C}$ в течение 3 ч

Fig. 13. EDS analysis of the AMg6–10%TiC composite after additional heating at $t = 230\text{ °C}$ for 3 h

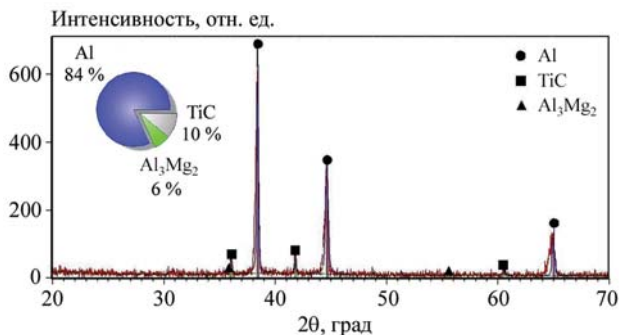


Рис. 14. Дифрактограмма композиционного материала АМг6–10%TiC после дополнительного нагрева при $t = 230\text{ °C}$ в течение 3 ч

Fig. 14. XRD pattern of the AMg6–10%TiC composite after additional heating at $t = 230\text{ °C}$ for 3 h

Наличие, по данным микрорентгеноспектрального анализа, помимо Al, Ti, C и Mg также Mn и Fe может свидетельствовать о присутствии в структуре содержащих их интерметаллических и керамических фаз кристаллизационного происхождения. Однако основной фазой, выделяющейся в результате нагрева, является Al_3Mg_2 в количестве 6 мас.%, которая и обуславливает повышение твердости (рис. 14).

Исследование свойств композиционных материалов АМг2–10%TiC и АМг6–10%TiC

Сравнительное исследование различных свойств проводилось на исходных сплавах в нагартованном состоянии (АМг2Н и АМг6Н) на образцах АМКМ без термической обработки (ТО) и после проведения дополнительных нагревов с максимальными значениями твердости.

Поскольку получение АМКМ методом СВС сопровождается значительным газовыделением, что может негативно сказаться на их свойствах, первоначально были определены плотность (ρ_0) и пористость (I) образцов (табл. 1). Значения ρ_0 АМКМ несколько выше, чем у матричных сплавов, что подтверждает наличие карбидной фазы с $\rho = 4,92\text{ г/см}^3$. Теоретическая плотность (ρ_T) определялась для АМКМ с 10 % TiC.

Из сравнения теоретического и экспериментального значений плотности АМКМ следует, что в литых образцах после СВС пористость не превышает 1 %, а после термической обработки она снижается до нуля, что подтверждает улучшение качества адгезионной связи на границах раздела фаз.

Далее была изучена электропроводность, которая является важной эксплуатационной характеристикой для всех алюминиевых сплавов (табл. 2).

Как показано в работе [31], высокой электропроводностью могут обладать лишь АМКМ, ар-

Таблица 1. Плотность и пористость сплавов и композиционных материалов

Table 1. Density and porosity of the original alloys and composites

Состав образца	ρ_T , г/см ³	ρ_0 , г/см ³	I , %
АМг2Н	2,69	—	—
АМг2–10%TiC (без ТО)	2,82	2,797	0,82
АМг2–10%TiC (нагрев до 150 °C, 2 ч)	2,82	2,826	0
АМг6Н	2,64	—	—
АМг6–10%TiC (без ТО)	2,768	2,739	1
АМг6–10%TiC (нагрев до 230 °C, 3 ч)	2,768	2,768	0
АМг6–10%TiC (нагрев до 230 °C, 6 ч)	2,768	2,768	0

Таблица 2. Электропроводность сплавов и композиционных материалов

Table 2. Electrical conductivity of alloys and composites

Состав образца	Электропроводность, МСм/м
АМг2Н	19,7
АМг2–10%TiC (без ТО)	15,4
АМг2–10%TiC (нагрев до 150 °С, 2 ч)	16,6
АМг6Н	14,5
АМг6–10%TiC (без ТО)	10,57
АМг6–10%TiC (нагрев до 230 °С, 3 ч)	11,2
АМг6–10%TiC (нагрев до 230 °С, 6 ч)	10,98

мированные нанофазами с минимальными размерами (типа УНТ, графена и т.п.), а возможность получения электротехнического материала с армирующей фазой карбида титана пока находится в стадии изучения.

Полученные значения несколько ниже, чем у исходных сплавов, что является следствием присутствия карбидной фазы. Данный вывод может быть подтвержден результатами исследования [32],

в котором также показано, что при синтезе АМКМ с 3,68 об.% TiC в составе алюминиевой матрицы растёт электросопротивление и, соответственно, уменьшается электропроводность материала.

В ходе следующих испытаний на сжатие определяли предел прочности (σ_B) и относительную деформацию (ϵ) (табл. 3). Выявлено, что оба показателя для композиционного материала АМг2–10%TiC снижаются относительно свойств матрицы незначительно, а вот для АМг6–10%TiC их падение более существенно. Возможно, это частично обусловлено большим выделением β -фазы в составе сплава АМг6, скопления которой в этом случае сложнее предотвратить. Кроме того, магний, являясь высокоактивным металлом, способен образовывать соединения с кислородом: при малом содержании Mg формируется шпинель $MgAl_2O_4$, а при высоком — MgO [33].

В работе [34] изучалось влияние 2 мас.% Mg на структуру композиционного материала Al–1%Ti–10%SiC, полученного замешиванием при температуре 850–900 °С, и показано наличие в конечном продукте отдельных протяженных пленкообразных скоплений шпинели $MgAl_2O_4$. Естественно, наличие на границах раздела фаз Mg-содержащих включений может минимизировать эффект от повышения смачиваемости и способствовать снижению прочности. Авторами [35] также показано, что введение 10 мас.% армирующих частиц TiC размером 40–100 мкм в алюминиевый сплав АК12М2МгН приводит к уменьшению предела прочности при сжатии с 489 до 470 МПа, а сте-

Таблица 3. Механические и технологические свойства сплавов и композиционных материалов

Table 3. Mechanical properties and manufacturability of the alloys and composites

Состав образца	σ_B^* , МПа	ϵ^* , %	Твердость, НВ	Микротвердость, НВ	Степень деформации, %	Коэффициент уковки
АМг2Н	290	69,19	594	608	32	1,48
АМг2–10%TiC (без ТО)	271	59,7	594	736	25	1,33
АМг2–10%TiC (нагрев до 150 °С, 2 ч)	288	61,5	676	745	29	1,41
АМг6Н	449	32	830	991	44	1,8
АМг 6–10%TiC (без ТО)	403	19	909	1020	43	1,62
АМг 6–10%TiC (нагрев до 230 °С, 3 ч)	395	14	999	1069	43	1,75
* Результаты испытаний на одноосное сжатие.						

Таблица 4. Коррозионная стойкость сплавов и композиционных материалов

Table 4. Corrosion resistance of alloys and composites

Состав образца	Потеря массы, г	Потеря массы на единицу площади, кг/м ²	Изменение толщины образца, м	Скорость коррозии, г/(м ² ·ч)	Глубинный показатель коррозии, мм/год
AMg2H	0,6187	0,160	0,058	0,666	0,0021
AMg2–10%TiC (без ТО)	0,3686	0,095	0,035	0,416	0,0014
AMg2–10%TiC (нагрев до 150 °С, 3 ч)	0,418	0,108	0,038	0,450	0,0014
AMg6H	0,8935	0,231	0,082	0,962	0,003
AMg6–10%TiC (без ТО)	0,5826	0,151	0,057	0,627	0,0021
AMg6–10%TiC (нагрев до 230 °С, 3 ч)	0,8063	0,208	0,075	0,868	0,0027

Таблица 5. Результаты сравнительных триботехнических испытаний

Table 5. Tribological tests

Состав образца	Скорость изнашивания, мкм/ч	Коэффициент трения	Температура саморазогрева, °С
AMg2H	37,6±5,2	до 0,3	71
AMg2–10%TiC (без ТО)	6,4±1,6	0,11–0,12	65
AMg2–10%TiC (нагрев до 150 °С, 2 ч)	4,0±1,3	0,07–0,08	56
AMg6H	15,5±4,1	0,13–0,15	70
AMg6–10%TiC (без ТО)	3,5±0,6	0,07–0,09	59
AMg6–10%TiC (нагрев до 230 °С, 3 ч)	4,2±1,2	0,08–0,10	66

пени деформации с 17,01 до 12,65 %. Поэтому незначительное снижение данных характеристик для композиционных материалов, армированных карбидом титана, можно считать закономерным. Вместе с тем показатели твердости для АМКМ AMg2–10%TiC и AMg6–10%TiC возрастают на 12 и 17 %, а микротвердости — на 18 и 7 % соответственно.

В результате дальнейших технологических испытаний на осадку (табл. 3) проводилось нагружение до максимально возможного уровня, в ходе которого образцы матричных сплавов AMg2 и AMg6 удалось деформировать на 32 и 44 % без появления

трещин. На образцах композиционных материалов нагружение прекращалось при появлении первых трещин, которые всегда возникали не по телу образцов, а на их боковой поверхности. Установлено, что АМКМ после нагрева имеют лучшие показатели степени деформации и коэффициента уковки, чем исходные, и практически сопоставимы с матричными. Полученные значения $\epsilon = 29$ и 43 % можно принять за максимально допустимые пределы деформации образцов АМКМ и считать удовлетворительным результатом, поскольку на практике для магналиев степень деформации выше 30 % не применяют, так как это приводит к по-

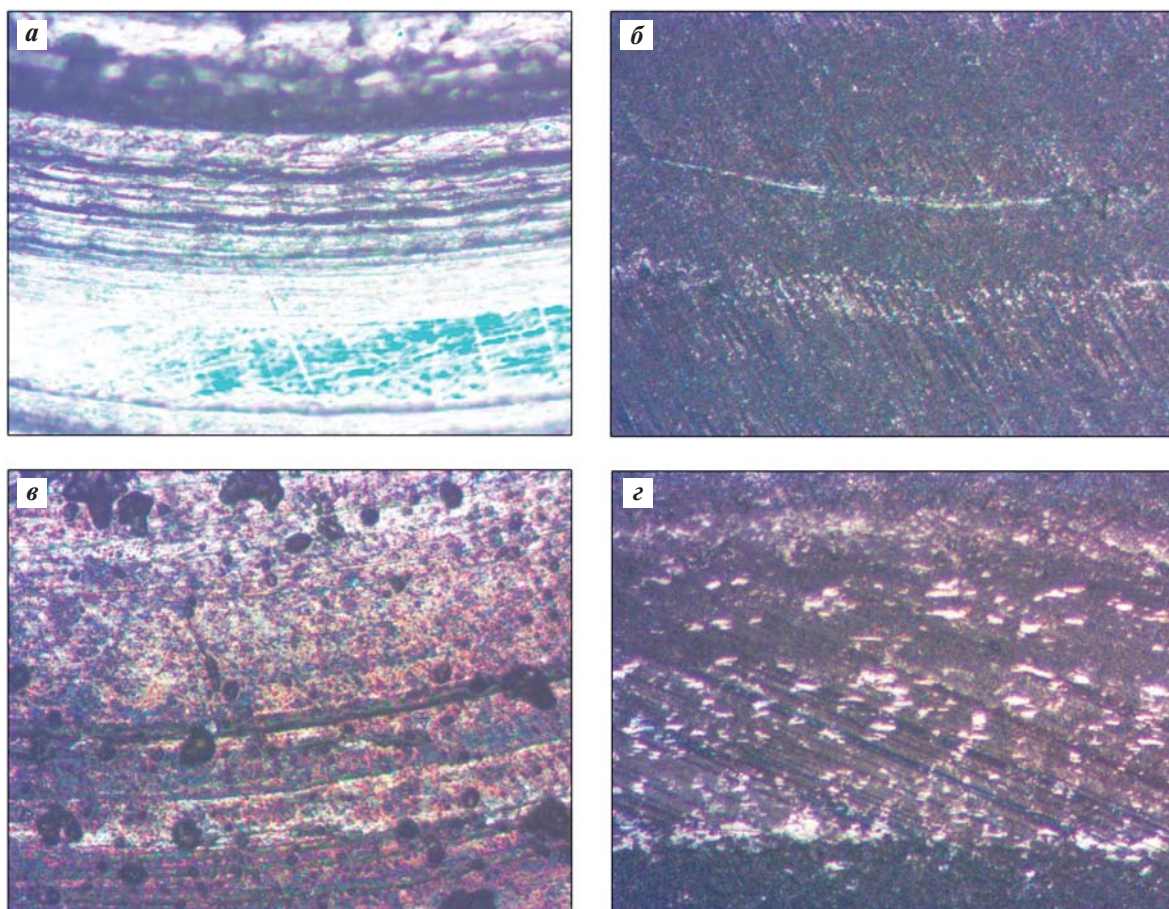


Рис. 15. Вид поверхности трения образцов АМКМ

a – АМг2Н; *б* – АМг2–10%TiC (нагрев до 150 °С, 3 ч); *в* – АМг6Н; *г* – АМг6–10%TiC (нагрев до 230 °С, 3 ч)

Fig. 15. Friction surface of the AMCs samples

a – АМг2Н; *б* – АМг2–10%TiC (heating to 150 °С, 3 h); *в* – АМг6Н; *г* – АМг6–10%TiC (heating to 230 °С, 3 h)

нижению их пластичности и нестабильности механических и коррозионных свойств [26].

Одним из главных достоинств магналиев является их коррозионная стойкость: в отожженном состоянии она соответствует 3 баллам [36], поэтому была произведена ее оценка (табл. 4). Все образцы АМКМ показали глубинный показатель скорости коррозии на уровне 0,001–0,003 мм/год, что соответствует характеристикам матричных сплавов и позволяет отнести их к группе весьма стойких металлов.

В заключение был проведен сравнительный анализ триботехнических свойств исследуемых материалов. На исходных образцах матричного сплава АМг2 наблюдались изнашивание со схватыванием и абразивное изнашивание, которые привели к быстрому разрушению поверхностного слоя, а на образце АМг6 обнаружено отсутствие стабильности на эпюре момента трения, что сви-

детельствует о протекании недопустимых процессов в зоне фрикционного контакта (рис. 15, *a*, *б*).

Вместе с тем на всех образцах АМКМ наблюдалось повышение триботехнических свойств: хорошая прирабатываемость, уменьшение коэффициента трения минимум в 2 раза и снижение скорости изнашивания до 9 раз (рис. 15, *в*, *г* и табл. 5).

Заключение

Проведенные исследования показали, что термическая обработка композитов с матрицей из алюминиево-магнелиевых сплавов, армированных высокодисперсной фазой карбида титана, является перспективным способом воздействия на их структуру и свойства, хотя сами матричные сплавы не относятся к термически упрочняемым.

Установлено, что СВС композиционного материала АМг2–10%TiC с последующим нагре-

вом до температуры 150 °С позволяет сохранить прочность на сжатие, деформируемость и коррозионную стойкость практически на уровне матричного сплава в нагартованном состоянии, но при этом повысить твердость на 12 %, микротвердость на 18 %, снизить коэффициент трения не менее чем в 4 раза, а скорость износа — не менее чем в 9 раз.

Выявлено, что СВС композиционного материала АМг6–10%TiC с последующим нагревом до температуры 230 °С приводит к снижению прочности на сжатие на 12 %, но при этом отмечается удовлетворительный уровень деформируемости и коррозионной стойкости, а также повышение твердости на 17 %, микротвердости на 7 %, снижение коэффициента трения в 2 раза, а скорости износа в 3,7 раза.

Таким образом, жидкофазное получение методом СВС и термическая обработка композитов на основе алюминиево-магниевого сплава, упрочненных высокодисперсной фазой карбида титана, позволяет получать новые легкие износостойкие композиционные материалы, перспективные для триботехнических применений.

Список литературы/References

1. Михеев Р.С., Чернышова Т.А. Алюмоматричные композиционные материалы с карбидным упрочнением для решения задач новой техники. М.: Издание РФФИ, 2013. 353 с.
2. Sethi V. Effect of aging on abrasive wear resistance of silicon carbide particulate reinforced aluminum matrix composite. USA: University of Cincinnati, 2007. 114 p.
3. Панфилов А.А., Прусов Е.С., Кечин В.А. Проблемы и перспективы развития производства и применения алюмоматричных композиционных сплавов. *Труды Нижегородского государственного технического университета им. Р.Е. Алексеева*. 2013; 2(99):210–217.
Panfilov A.A., Prusov E.S., Kechin V.A. Problems and prospects for the development of production and application of aluminum matrix composite alloys. *Trudy Nizhegorodskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta imeni R.Ye. Alekseyeva*. 2013;2(99):210–217. (In Russ.).
4. Nath H., Amosov A.P. SHS amidst other new processes for in-situ synthesis of Al-matrix composites: A review. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. 2016;(25):50–58.
<http://doi.org/10.3103/S106138621601009X>
5. Амосов А.П., Луц А.Р., Латухин Е.И., Ермошкин А.А. Применение процессов СВС для получения *in situ* алюмоматричных композиционных материалов, дискретно армированных наноразмерными частицами карбида титана: Обзор. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2016;(1):39–49.
<http://doi.org/10.17073/0021-3438-2016-1-39-49>
Amosov A.P., Luts A.R., Latukhin E.I., Ermoshkin A.A. Application of SHS processes for in situ production of aluminum-matrix composite materials discretely reinforced with nanoscale titanium carbide particles: Overview. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2016;57(2):106–112.
<http://doi.org/10.3103/S1067821216020024>
6. Pramod S.L., Bakshi S.R., Murty B.S. Aluminum-based cast in situ composites: A review. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2015;24(6):2185–2207.
<http://doi.org/10.1007/s11665-015-1424-2>
7. Pandey U., Purohit R., Agarwal P., Dhakad S.K., Rana R.S. Effect of TiC particles on the mechanical properties of aluminium alloy metal matrix composites (MMCs). *Materials Today: Proceedings*. 2017;4:5452–5460. <http://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.05.057>
8. Chaubey A.K., Prashanth K.G., Ray N., Wang Z. Study on in-situ synthesis of Al–TiC composite by self — propagating high temperature synthesis process. *Materials Science: An Indian Journal*. 2015;12(12):454–461.
9. Zhou D., Qiu F., Jiang Q. The nano-sized TiC particle reinforced Al–Cu matrix composite with superior tensile ductility. *Materials Science and Engineering:A*. 2015;622:189–193.
<http://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.006>
10. Tian W.S., Zhao Q.L., Zhao C.J., Qiu F., Jiang Q.C. The dry sliding wear properties of nano-sized TiCp/Al–Cu composites at elevated temperatures. *Materials*. 2017;10:939.
<http://doi.org/10.3390/ma10080939>
11. Луц А.Р., Амосов А.П., Ермошкин А.А., Ермошкин А.А., Никитин К.В., Тимошкин И.Ю. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез высокодисперсной фазы карбида титана из смесей порошков в расплаве алюминия. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2013;(3):28–35.
Luts A.R., Amosov A.P., Ermoshkin A.A., Ermoshkin A.A., Nikitin K.V., Timoshkin I.Y. Self-propagating high-temperature synthesis of highly dispersed titanium-carbide phase from powder mixtures in the

- aluminum melt. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2014;55(6):606–612.
<http://doi.org/10.3103/S1067821214060169>
12. Луц А.Р., Амосов А.П., Латухин Е.И., Рыбаков А.Д., Новиков В.А., Шипилов С.И. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноструктурных композиционных сплавов (Al–2%Mn)–10%TiC и (Al–5%Cu–2%Mn)–10%TiC при легировании порошковым марганцем. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2018;(3):30–40.
<http://doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-30-40>
Luts A.R., Amosov A.P., Latukhin E.I., Rybakov A.D., Novikov V.A., Shipilov S.I. Self-propagating high-temperature synthesis of (Al–2% Mn)–10% TiC and (Al–5% Cu–2% Mn)–10% TiC nanostructured composite alloys doped with manganese powder. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2019;60(4):413–421.
<http://doi.org/10.3103/S1067821219040072>
 13. Sai Chaitanya Kishore D., Prahlada Rao K., Mahamani A. Investigation of cutting force, surface roughness and flank wear in turning of in situ Al6061–TiC metal matrix composite. *Procedia Materials Science*. 2014;6:1040–1050.
<http://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.175>
 14. Kareem A., Qudeiri J.A., Abdudeen A., Ahammed T., Ziout A. A review on AA 6061 metal matrix composites produced by stir casting. *Materials*. 2021;14(1):175.
<http://doi.org/10.3390/ma14010175>
 15. Krishna Prasad S., Dayanand S., Rajesh M., Nagaral M., Auradi V., Selvaraj R. Preparation and mechanical characterization of TiC particles reinforced Al7075 alloy. *Advances in Materials Science and Engineering*. 2022;1:1–11. <http://doi.org/10.1155/2022/7105189>
 16. Cho Y.H., Lee J.M., Kim S.H. Al–TiC Composites fabricated by a thermally activated reaction process in an al melt using Al–Ti–C–CuO powder mixtures: Pt. II. Microstructure control and mechanical properties. *Metallurgical & Materials Transactions*. 2015;46A:1374–1384. <http://doi.org/10.1007/s11661-014-2476-x>
 17. Ramakoteswara Rao V., Ramanaiah N., Sarcara M.M. Mechanical and tribological properties of AA7075–TiC metal matrix composites under heat treatment (T6) and cast conditions. *Journal of Materials Research and Technology*. 2016;5(4):377–383.
<http://doi.org/10.1016/j.jmrt.2016.03.011>
 18. Ramakoteswara Rao V., Ramanaiah N., Sarcara M.M. Dry sliding wear behavior of Al7075 reinforced with titanium carbide (TiC) particulate composites. In: *Proceedings of Int. Conf. on Advances in Materials, Manufacturing and Applications (AMMA 2015)* (2015, April 9–11). P. 39–44. URL: https://www.researchgate.net/publication/279868886_Dry_Sliding_Wear_Behavior_of_Al7075_Reinforced_with_Titanium_Carbide_TiC_Partuculate_Composites (accessed: 21.03.2023).
 19. Chen C.L., Lin C.H. A Study on the aging behavior of Al6061 composites reinforced with Y₂O₃ and TiC. *Metals*. 2017;7 (11):7–11.
<http://doi.org/10.3390/met7010011>
 20. Курбаткина Е.И., Шавнев А.А., Косолапов Д.В., Голлобов А.В. Особенности термической обработки композиционных материалов с алюминиевой матрицей (обзор). *Труды ВИАМ*. 2017;11:82–97. URL: <http://viam-works.ru/ru/articles?year=2017&num=11> (дата обращения: 21.03.2023).
<http://dx.doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-9-9>
Kurbatkina E.I., Shavnev A.A., Kosolapov D.V., Gololobov A.V. Features of thermal treatment of composite materials with aluminum matrix (Review). *Trudy VIAM*. 2017;11:82–97. URL: <http://viam-works.ru/ru/articles?year=2017&num=11> (accessed: 21.03.2023). (In Russ.).
<http://dx.doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-9-9>
 21. Курганова Ю.А. Разработка и применение дисперсно-упрочненных алюмоматричных композиционных материалов в машиностроении: Автореф. дис. ... д.т.н. М.: ИМЕТ РАН, 2008.
 22. Hashim J. The production of cast metal matrix composite by a modified stir casting method. *Jurnal Teknologi*. 2001;35(1):9–20.
<http://doi.org/10.11113/jt.v35.588>
 23. Contreras A., Angeles-Chávez C., Flores O., Perez R. Structural, morphological and interfacial characterization of Al–Mg/TiC composites. *Materials Characterization*. 2007;58:685–693.
<http://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.11.031>
 24. Shu S., Lu J., Qiu F., Xuan Q., Jiang Q. Effects of alloy elements (Mg, Zn, Sn) on the microstructures and compression properties of high-volume-fraction TiC_x/Al composites. *Scripta Materialia*. 2010;63:1209–1211.
<http://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.08.040>
 25. Гуляев А.П. Металловедение. М.: Металлургия, 1986. 544 с.
 26. Колачев Б.А., Елагин М.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. М.: МИСИС, 2001. 433 с.

27. Арзамасов Б.Н., Сидорин И.И., Косолапов Г.Ф., Макарова В.И., Мухин Г.Г., Рыжов Н.М., Силаева В.И., Ульянова Н.В. Материаловедение. М.: Машиностроение, 1986. 384 с.
28. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник. В 3 т. Т. 2. Под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 1996. 498 с.
29. Белов Н.А. Фазовый состав алюминиевых сплавов. М.: МИСИС, 2009. 234 с.
30. Кищик М.С. Формирование микрозеренной структуры в алюминиевом сплаве 1565ч путем термической и термомеханической обработки: Автореф. дис. ... к.т.н. М.: МИСИС, 2019.
31. Pan S., Wang T., Jin K., Cai X. Understanding and designing metal matrix nanocomposites with high electrical conductivity: A review. *Journal Materials Science*. 2022;57:6487–6523.
<http://doi.org/10.1007/s10853-022-07010-4>
32. Pan S., Yuan J., Zheng T., She Z., Li X. Interfacial thermal conductance of in situ aluminum matrix nanocomposites. *Journals Materials Science*. 2021;56:13646–13658.
<http://doi.org/10.1007/s10853-021-06176-7>
33. Михеев Р.С., Чернышова Т.А. Дискретно армированные композиционные материалы системы Al–TiC (обзор). *Заготовительные производства в машиностроении*. 2008;11:44–53.
Mikheev R.S., Chernyshova T.A. Discretely reinforced composite materials of the Al–TiC system (review). *Zagotovitelnye proizvodstva v mashinostroenii*. 2008; (11):44–53. (In Russ.).
34. Рафальский И.В. Ресурсосберегающий синтез сплавов на основе алюминия с использованием дисперсных неметаллических материалов и интеллектуальные методы контроля металлургических процессов их получения. Минск: БНТУ, 2016. 309 с.
35. Михеев Р.С. Перспективные покрытия с повышенными триботехническими характеристиками из композиционных материалов на основе цветных сплавов: Автореф. дис....д.т.н. М.: ИМЕТ РАН, 2018.
36. Перелыгин Ю. П., Лось И.С., Киреев С.Ю. Коррозия и защита металлов от коррозии. Пенза: Изд-во ПГУ, 2015. 88 с. URL: <https://elib.pnzgu.ru/files/eb/u36mWX4yGz0I.pdf> (дата обращения: 21.03.2023). (In Russ.).

Информация об авторах

Альфия Расимовна Лут — к.т.н., доцент кафедры металловедения, порошковой металлургии, наноматериалов (МПМН), Самарский государственный технический университет (СамГТУ).
<http://orcid.org/0000-0001-7889-9931>
E-mail: alya_luts@mail.ru

Юлия Владимировна Шерина — аспирант кафедры МПМН, СамГТУ.
<http://orcid.org/0000-0002-5451-7107>
E-mail: yulya.makhonina.97@inbox.ru

Александр Петрович Амосов — д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой МПМН, СамГТУ.
<http://orcid.org/0000-0003-1994-5672>
E-mail: egundor@yandex.ru

Андрей Дмитриевич Качура — магистр кафедры МПМН, СамГТУ.
<http://orcid.org/0000-0001-9246-5638>
E-mail: ruw223@mail.ru

Information about the authors

Alfiya R. Luts — Cand. Sci. (Eng.), Assistant Prof., Department of Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials (MPMN), Samara State Technical University (SamSTU).
<http://orcid.org/0000-0001-7889-9931>
E-mail: alya_luts@mail.ru

Yuliya V. Sherina — Post-graduate Student, Department of MPMN, SamSTU.
<http://orcid.org/0000-0002-5451-7107>
E-mail: yulya.makhonina.97@inbox.ru

Alexander P. Amosov — Dr. Sci. (Phys.-Math.), Head of the Department of MPMN, SamSTU.
<http://orcid.org/0000-0003-1994-5672>
E-mail: egundor@yandex.ru

Andrey D. Kachura — Master's Student, Department of MPMN, SamSTU.
<http://orcid.org/0000-0001-9246-5638>
E-mail: ruw223@mail.ru

Вклад авторов

А.Р. Луц — формирование основной концепции, постановка цели и задачи исследования, анализ результатов, подготовка текста статьи.

Ю.В. Шерина — проведение термической обработки и испытаний образцов, анализ результатов, подготовка текста статьи.

А.П. Амосов — научное руководство, корректировка текста, корректировка выводов.

А.Д. Качура — синтез литых образцов, микроструктурный анализ, формулировка выводов.

Contribution of the authors

A.R. Luts — concept, problem statement, analysis of the test results, paper authoring.

Yu.V. Sherina — heat treatment and testing of the samples, analysis of the test results, paper authoring.

A.P. Amosov — supervision, paper proofreading, conclusions editing.

A.D. Kachura — sample manufacturing, microstructural analysis, conclusions.

Статья поступила в редакцию 16.03.2023, доработана 08.06.2023, подписана в печать 16.06.2023

The article was submitted 16.03.2023, revised 08.06.2023, accepted for publication 16.06.2023