

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации Федеральное
государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

На правах рукописи

Федоренко Леонид Владимирович

Влияние частиц ZrN и AlN на формирование алюмоматричных композитов с помощью
селективного лазерного плавления

Специальность – 2.6.1
«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
PhD, Чернышихин Станислав Викторович

Москва - 2026

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Глава 1. Аналитический обзор литературы	8
1.1 Алюминиевые сплавы и их применение в аддитивных технологиях	8
1.2 Влияние процесса селективного лазерного плавления на AlSi10Mg.....	17
1.3 Способы упрочнения алюминиевых сплавов	22
1.4 Селективное лазерное плавление алюмоматричных композиционных материалов ...	25
1.5 Выводы по аналитическому обзору литературы	38
Глава 2. Материалы и методы исследования	39
Глава 3. Оптимизация процесса селективного лазерного плавления AlSi10Mg.....	46
3.1 Анализ влияния единичного лазерного сканирования на AlSi10Mg	46
3.2 Селективное лазерное плавление AlSi10Mg при различной толщине слоя	50
3.3 Анализ микроструктуры AlSi10Mg при различной толщине слоя.....	59
3.4 Анализ шероховатости AlSi10Mg после СЛП	62
3.5 Механические свойства AlSi10Mg после СЛП	63
Глава 4. Оценка смачиваемости ZrN и AlN расплавом AlSi10Mg.....	75
Глава 5. Влияние концентрации ZrN и AlN на сплав AlSi10Mg после СЛП.....	84
5.1 Анализ плотности композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN	84
5.2 Особенности микроструктуры композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN.....	92
5.3 Исследование механических свойств композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN ...	99
Глава 6. Количественная оценка однородности распределения частиц ZrN, AlN в структуре AlSi10Mg.....	107
Выводы	120
Список использованных источников	122

Введение

Актуальность работы

Алюминиевые сплавы широко применяются в различных отраслях промышленности благодаря высокой удельной прочности, коррозионной стойкости и технологичности. Особое место занимают сплавы системы Al-Si-Mg, в том числе сплав AlSi10Mg, которые обладают отличными литейными характеристиками при достаточно высоком уровне механических свойств. Представленное сочетание свойств силуминов является ключевым аспектом их применения в области аддитивных технологий (АТ) и, в частности, методе селективного лазерного плавления (СЛП).

Синергия новых возможностей в проектировании сложных конструкций (за счет топологической оптимизации), принципиально новых методов производства и свойств сплава AlSi10Mg позволяет создать новые подходы к изготовлению функциональных деталей. В настоящее время АТ отлично себя зарекомендовали как способ быстрого прототипирования изделий. Однако со временем все больше методов АТ применяют для создания высокоответственных деталей в промышленности. Метод СЛП заключается в послойной консолидации материала за счет сплавления порошкового слоя лазерным излучением. Значительным преимуществом метода является возможность изготавливать элементы толщиной в несколько сотен микрон, а также получать высокую относительную плотность. При этом механические свойства материала после лазерного синтеза не уступают, либо в ряде случаев превосходят свойства изделий, изготовленных традиционными способами. Однако, среди алюминиевых специальных сплавов, AlSi10Mg имеет не самые высокие прочностные показатели (предел текучести ~ 290 МПа) в сравнении с высокопрочными аналогами, легированными, к примеру, дорогостоящими скандием. В свою очередь, такие направления, как робототехника, аэрокосмическая и авиационная промышленности постоянно предъявляют новые требования к свойствам легких сплавов при жестких ограничениях в себестоимости материала.

Введение керамических частиц в матрицу является одним из доступных методов упрочнения алюминиевого сплава AlSi10Mg. Такой вид материалов классифицируется как алюмоматричные композиционные материалы (АКМ). Так, АКМ, полученные традиционными методами, активно используются для изготовления различных высоконагруженных узлов в авиации. Это объясняется их оптимальными механическими и эксплуатационными характеристиками (уменьшенный вес, высокая прочность, износостойкость). На основании научных публикаций можно отметить, что добавление в алюминиевую матрицу керамических частиц (Al_2O_3 , SiC, B₄C, TiC) позволяет существенно повысить прочностные и трибологические

характеристики без значительного увеличения плотности материала. Однако при синтезе АКМ с помощью метода СЛП остается ряд неизученных вопросов: большое влияние технологических условий лазерного синтеза на микроструктуру и свойства материала; обоснованный выбор армирующего наполнителя; слабое межфазное взаимодействие керамических частиц и матрицы; неоднородность распределения упрочняющей добавки; размер и содержание частиц в матрице. Перечисленные аспекты непосредственно влияют на свойства синтезированного материала в большинстве случаев абсолютно нелинейно и с перекрестным воздействием.

Упрочнение алюминиевого сплава $AlSi10Mg$ керамическими частицами было рассмотрено в большом количестве работ. В исследованиях сообщается о достижении значительных показателей механических свойств. В то же время в большинстве научных публикаций рассматривается влияние лишь одной композиции на структуру и свойства материала. Однако для промышленного применения метода СЛП при создании АКМ требуется систематическое исследование по обоснованному выбору упрочняющих частиц, их размера и содержания в матрице, а также по оптимизации технологических параметров процесса. Отдельно необходимо отметить отсутствие фундаментальных работ по изучению смачивания расплавом керамических частиц, их взаимодействию на границе раздела, а также влиянию процесса СЛП на однородность распределения упрочняющей добавки. Таким образом, необходимо исследовать подходы по созданию АКМ посредством технологии селективного лазерного плавления с учетом вышеизложенных аспектов.

Цель работы: разработка комплексного подхода к формированию алюмоматричных композиционных материалов на основе сплава $AlSi10Mg$ методом СЛП, включающего управление структурой и свойствами материала посредством введения армирующего наполнителя и оптимизацию технологических параметров лазерного синтеза $AlSi10Mg$ для повышения производительности процесса.

Для достижения поставленной цели в рамках диссертационного исследования были поставлены **следующие задачи:**

1. Исследование закономерностей влияния параметров лазерного излучения на дефекто- и структурообразования в сплаве $AlSi10Mg$;
2. Исследование влияния толщины порошкового слоя во время СЛП на механические свойства сплава $AlSi10Mg$ в контексте повышения производительности процесса;
3. Разработка технологии СЛП алюмоматричного композиционного материала с добавлением AlN / ZrN и исследование их влияния на структуру и свойства;
4. Анализ смачивания керамических частиц AlN и ZrN расплавом сплава $AlSi10Mg$ и определение характера межфазного взаимодействия упрочняющих частиц с матрицей;

5. Разработка критерия оценки однородности распределения керамических частиц в матрице AlSi10Mg и определение зависимости распределения частиц от условий лазерного синтеза.

Актуальность работы подтверждается выполнением проектов Российского научного фонда № 19-79-30025 по теме «Разработка научных и технологических основ проектирования алюмоматричных композитов и их производства аддитивными лазерными методами для промышленного применения» и № 21-79-10240 по теме «Исследование формирования градиентных структур в системе Al-Al₂O₃-AlN-ZrN в условиях аддитивного синтеза и получение на их основе новых металллокерамических мультиматериалов», а также ГЗ № 123020600182-3 «Разработка научно-технических решений получения металломатричных композиционных материалов для аддитивного производства».

Научная новизна:

1. Установлена взаимосвязь между смачиванием керамических частиц ZrN и AlN расплавом AlSi10Mg и свойствами получаемого композита. Выявлен механизм реактивного смачивания частиц для системы AlSi10Mg/ZrN. Показано, что низкий краевой угол смачивания способствует улучшению межфазного взаимодействия частиц керамики и матрицы, тогда как отсутствие смачивания может приводить к образованию дефектов на интерфейсе, что снижает прочностные характеристики композита.

2. На основе полученных концентрационных зависимостей механических свойств для керамических частиц ZrN, AlN в матрице AlSi10Mg и установленного оптимального содержания упрочняющей фазы, была разработана методика СЛП композиционного материала AlSi10Mg / ZrN с относительной плотностью более 99 %, пределом прочности в 448 ± 13 МПа и относительным удлинением $3,7 \pm 0,9$ %.

3. Предложен критерий оценки однородности распределения керамических частиц в матрице AlSi10Mg с использованием диаграмм Вороного и расчета ширины распределения площадей полиэдров. С применением данного подхода установлена взаимосвязь между скоростью сканирования лазерного излучения и равномерностью размещения отдельных структурных составляющих (частиц ZrN и тетрагональной фазы Zr(Al,Si)₃). Повышение скорости сканирования (с 300 до 2500 мм/с) при СЛП приводит к снижению ширины распределения с 4,7 до 2,5.

4. Установлена взаимосвязь толщины слоя и морфологии дефектов при СЛП AlSi10Mg. Повышение толщины слоя с 30 до 90 мкм приводит к образованию градиента морфологии дефектов вдоль направления роста образца. Нижняя его часть характеризуется наличием

металлургических пор из-за единичного сканирования первого слоя, верхняя - подвержена образованию пор несплавления из-за снижения объемной плотности энергии.

Практическая значимость:

1. Зарегистрировано ноу-хау № 22-734-2024 ОИС от 27.11.2024 «Способ увеличения производительности селективного лазерного плавления изделий из алюминиевого сплава».
2. Результаты диссертационного исследования внедрены в технологический процесс в ООО «РосАТ», что подтверждается актом внедрения.

Положения, выносимые на защиту:

1. Закономерности влияния толщины порошкового слоя на микроструктуру и механические свойства алюминиевого сплава AlSi10Mg после селективного лазерного плавления;
2. Особенности взаимодействия расплава сплава AlSi10Mg с керамическими частицами ZrN и AlN и формирования структуры на границе раздела фаз;
3. Закономерности формирования микроструктуры и свойств сплава AlSi10Mg в зависимости от содержания упрочняющих керамических добавок ZrN и AlN;
4. Особенности распределения керамических частиц ZrN в матрице AlSi10Mg после СЛП в зависимости от скорости сканирования лазерного излучения.

Личный вклад автора

Основные результаты диссертационной работы получены автором лично. Автор занимался проведением экспериментальных работ, анализом результатов и написанием основных научных публикаций по теме диссертации.

Апробация работы

Материалы диссертационной работы были представлены на XI Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур – ПРОСТ 2023» 18-20 апреля 2023 года, г. Москва; конференции «Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении (ИТММ-2023)» 23-27 октября 2023 года, г. Пермь; XXXV Международной инновационной конференции молодых ученых и студентов (МИКМУС – 2023), 13-16 ноября 2023 года, г. Москва; XI Международной конференции «Лучевые технологии и применения лазеров» 22-25 сентября 2024 года, г. Санкт-Петербург; научной конференции «Ломоносовские чтения – 2024» 20 марта – 4 апреля 2024 года, г. Москва; XXII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических

материалов» 11-14 ноября 2025 года, г. Москва; студенческом конкурсе « Конкурс перспективных проектов в аддитивных технологиях» 14 мая 2026 года, г Москва.

Публикации

Основные результаты диссертационной работы представлены в 5 научных публикациях, входящих в базу Scopus, Web of Science, ВАК, 7 докладах на всероссийских и международных научных конференциях и 1 ноу-хау.

Благодарности

Автор выражает благодарность коллективу лаборатории аддитивного производства за поддержку в написании диссертации. Также автор благодарен заведующему кафедрой металловедения цветных металлов Солонину А. Н. за представленный материал по теме диссертации (работа выполнена в рамках государственного задания НИТУ МИСИС, шифр проекта FSME-2023-0005).

Глава 1. Аналитический обзор литературы

1.1 Алюминиевые сплавы и их применение в аддитивных технологиях

Алюминиевые сплавы – это универсальный материал с превосходным сочетанием свойств. Высокая удельная прочность (соотношение прочности и плотности материала), коррозионная стойкость, свариваемость позволяет использовать алюминиевые сплавы во многих производственных сферах. Аэрокосмическая, автомобильная, строительная и бытовая промышленности повсеместно используют алюминиевые сплавы для решения различных задач, от конструкционных до электротехнических применений [1,2].

Сам по себе алюминий имеет ограниченное применение, чаще всего его используют в электротехнике из-за высокой электро- и теплопроводности. Комбинирование алюминия с другими элементами позволяет изготовить сплав под самые разнообразные задачи. Как правило, алюминиевые сплавы подразделяют на деформируемые и литейные, согласно их методу производства [3]. Также данные типы сплавов можно дополнительно подразделить на упрочняемые или не упрочняемые в результате термической обработки (ТО). Основные типы алюминиевых сплавов в зависимости от основного легирующего компонента представлены на рисунке 1.

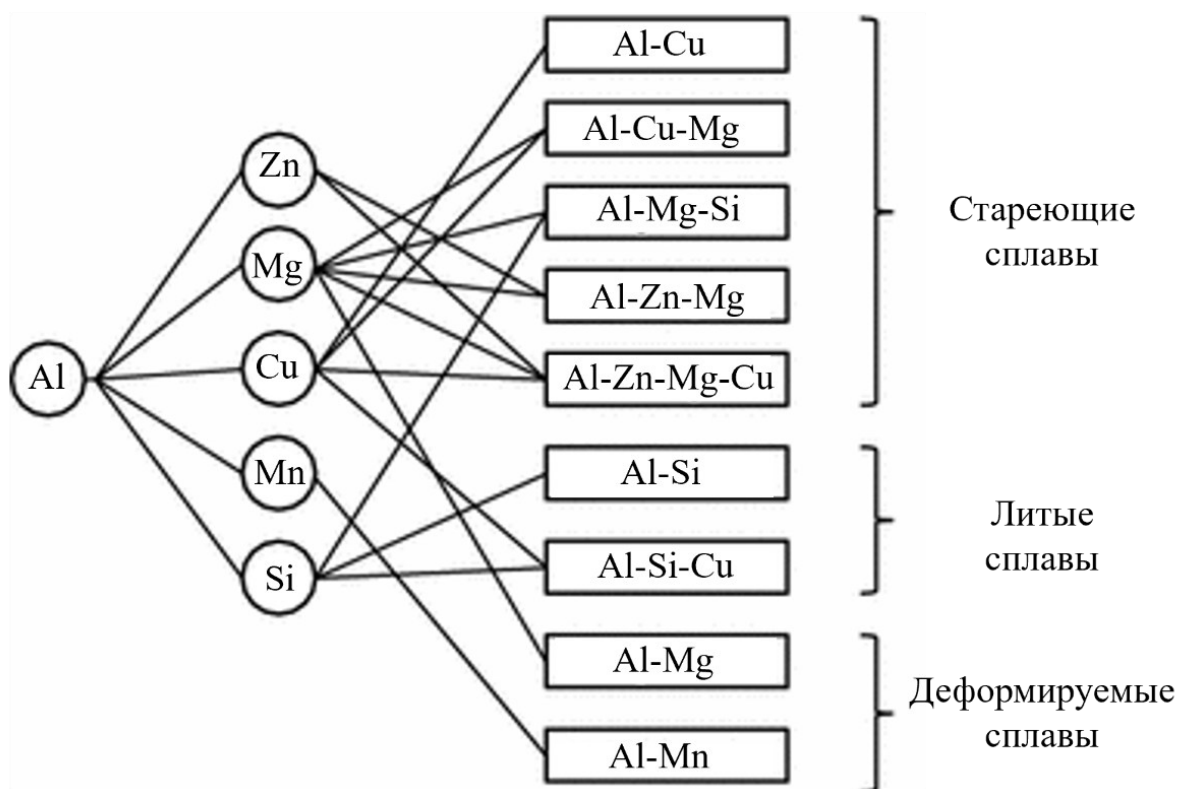


Рисунок 1 – Классификация литейных и упрочняемых алюминиевых сплавов [11]

Добавление меди в состав алюминия повышает прочность конечного сплава (дюралюминия) за счет старения и образования зон Гинье-Престона. Кроме того, медь в составе из-за низкого коэффициента диффузии способна повышать жаропрочность, однако сплав обладает пониженной коррозионной стойкостью, в связи с чем чаще всего также используются Mn и Mg в составах дюралей. Такая комбинация компонентов приводит к образованию высокопрочного класса алюминиевых сплавов, работающих при комнатных и повышенных температурах. Добавление Ce, Ni, Zr в состав сплава позволяет получить превосходную стойкость к ползучести при температурах 300 °С, тем самым дюралюминиевые сплавы находят свое применение в качестве компонентов в двигателях, работающих при высоких температурах и давлениях [4]

Алюминий, легированный магнием, обладает преимуществом в виде сниженной конечной массы сплава, из-за меньшей плотности магния. Использование магния в составе в первую очередь направлено на повышение коррозионных свойств сплава. Гомогенная структура магниевых (сплава алюминия с магнием) препятствует образованию очагов коррозии, а также повышает пластические свойства и ударную вязкость. Однако такие сплавы обладают плохими технологическими свойствами, ввиду чего в составе также могут дополнительно встречаться легирующие элементы (Si, Mn, Zn, Zr). На основании вышесказанного магниевые сплавы нашли широкое применение в судостроении, где удельная прочность и коррозионная стойкость являются одними из ключевых свойств [5].

Алюминиевые сплавы с основным легирующим элементом цинком обладают хорошими трибологическими характеристиками. Сплав, легированный цинком и медью используют в качестве подшипников скольжения, как при динамической, так и при статической нагрузке [6]. Кроме того, алюминий, легированный магнием и цинком часто используются в качестве сверхпластичного сплава для изготовления кузовных панелей с помощью обработки давлением [7]. Цинк имеет самую высокую растворимость в алюминии среди всех элементов за счет чего повышает механическую прочность сплава. Использование цинка с медью и магнием позволило изготавливать самые прочные алюминиевые сплавы с пределом текучести 510 МПа [8].

Марганец является не самым распространённым элементом для легирования алюминия, в частности по причине того, что не повышает в должной степени механические характеристики сплава [9]. Однако с другой стороны, марганец способствует повышению коррозионной стойкости и пластичности сплава. Также ввиду своей низкой растворимости в твёрдом растворе алюминия, Mn слабо снижает электро- и теплопроводящие свойства [10].

Кремний в алюминиевых сплавах играет одну из ключевых ролей и содержится в 80 % всех литейных сплавов [11]. Распространение эвтектических сплавов Al-Si в литейных

технологиях связано с высокой текучестью, хорошей свариваемостью, коррозионной стойкостью, незначительной усадкой и низкому коэффициенту теплового расширения. Бинарные композиции чаще всего используются в тех отраслях, где прочностные характеристики не являются основополагающими. Однако для механических свойств часто используют дополнительные химические элементы для легирования, среди наиболее распространенных – Mg. Магний способен повышать прочность сплава за счет образования интерметаллидов Mg_2Si . Представителем системы Al-Si-Mg является сплав АК9ч или AlSi10Mg. Помимо кремния и магния в таких сплавах встречается марганец, который нивелирует отрицательное влияние железа в составе.

Помимо широкого распространения алюминиевых сплавов для механической (субтрактивной) обработки и литевых технологий в последние десятилетия Al сплавы всё чаще используются в области аддитивных технологий (АТ). Так, на момент 2025 года количество публикаций по запросу «Al alloys in Additive manufacturing» с каждым годом растет, что проиллюстрировано на рисунке 2. Такая тенденция говорит о перспективности и востребованности данных технологий. Однако перед тем, как рассматривать роль алюминия и его сплав в АТ необходимо рассмотреть представленную технологию.

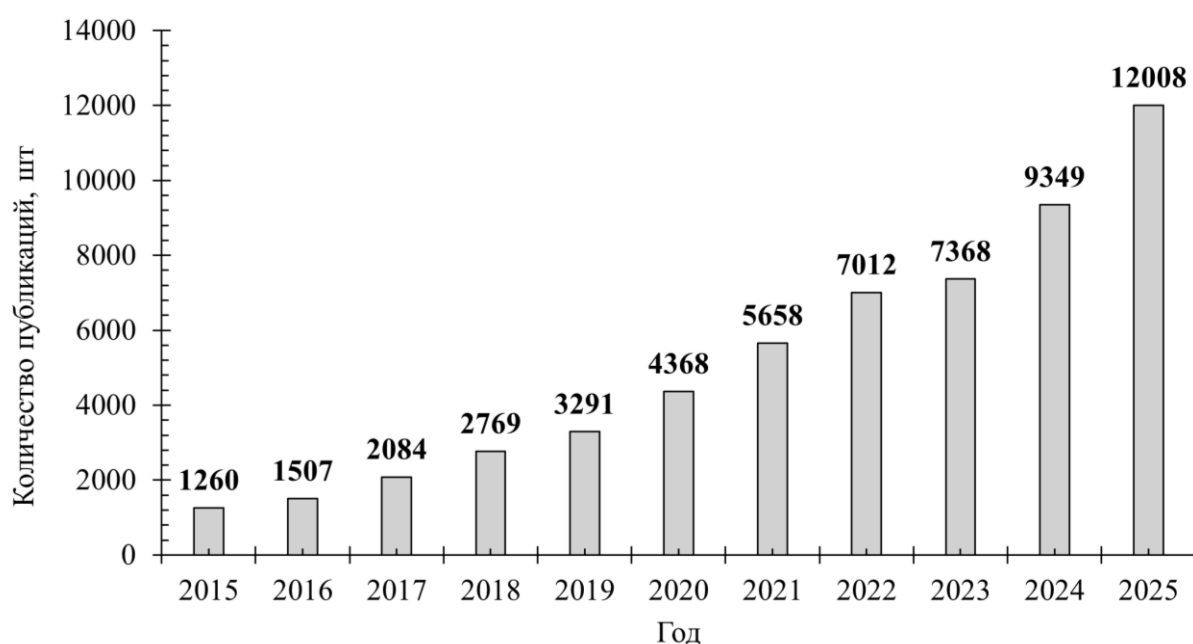


Рисунок 2 – Диаграмма количества научных публикаций по теме «Al alloys in Additive manufacturing» за последние 10 лет

АТ представляют собой технологии, заключающиеся в послойном изготовлении изделий посредством консолидации материалов путём экструзии, сплавления, спекания и т.д., в результате которого образуется изделие. Каждый слой детали представляет собой поперечное сечение 3D

модели с определенной толщиной, которая зависит от метода АТ. Цикл производства изделия методом АТ представляет собой создание модели в САD программе с последующей конвертацией в поверхностную сетку (формат STL), нарезка 3D модели на слои в специализируемом программном обеспечении – «слайсере», загрузка исполняющего файла в установку и синтез методом АТ. Благодаря такому подходу АТ относятся к методам быстрого прототипирования [12]. Неоспоримым преимуществом АТ является возможность изготовления изделий с персонифицированным дизайном и минимальной потерей материала, тогда как для субтрактивных технологий главными недостатками являются низкая универсальность и большое количество отходов в производстве (Рисунок 3).



Рисунок 3 – Схемы производства субтрактивными и аддитивными методами [2]

Если рассматривать методы АТ в зависимости от материалов, то можно их разделить на технологии изготовления из металлов, фотополимерных смол, твердых полимеров, воска, песка, керамики на основе суспензий, паст и порошка. Использование пластмасс в методе FDM (Fused Deposition Modeling) нашло широкое применение ввиду своей простоты и относительно низкой стоимости. FDM метод заключается в послойном нанесении пластика экструдированного из полимерной нити путем ее нагрева до текучего состояния [13]. Однако слабые механические свойства из-за плохого межслойного соединения, плохого качества поверхности и ограниченное количество полимеров являются основными недостатками технологии. В последнее время встречается множество работ, посвященных использованию метода FDM для экструдирования

металлонаполненных нитей через сопло [14,15]. Такое использование технологии открывает новые возможности в консолидации металлических материалов.

Наиболее известные методы АТ, которые используют в качестве исходного материала фотополимерные смолы, называются SLA (Stereolithography), DLP (Digital Light Processing), LCD (Liquid Crystal Display) в зависимости от использованного источника излучения. В методе SLA, который считается одним из самых ранних в АТ, используется ультрафиолетовое излучение лазера для запуска реакции фото полимеризации исходной смолы. С помощью этого метода можно изготавливать изделия сложных конфигураций с высоким разрешением вплоть до 10 мкм [16]. Однако спектр материалов, подходящих под эту технологию крайне мал, и их разработка является наукоемким и сложным процессом.

В настоящей работе и в мире большой интерес представляют методы АТ, заключающиеся в изготовлении изделий из металлических материалов. Такие методы можно классифицировать по типу исходного сырья и источнику энергии. Таким образом различают системы с нанесением порошкового слоя, с подачей порошка и проволоки. Источниками энергии могут выступать: лазер, электронный луч и дуга [17]. Чаще всего методы АТ синтеза металлических изделий подразделяю на несколько групп:

1. Экструзия материалов или material extrusion (ME);
2. Струйное нанесение связующего или binder jetting (BJ);
3. Прямой подвод энергии или directed energy deposition (DED);
4. Плавление порошкового слоя или powder bed fusion (PBF).

Первые 2 технологии помимо металлического порошка используют также связующие вещества, для того чтобы обеспечить сцепление между частицами металла и произвести процесс создания изделий. В случае экструзии материала (ME), как говорилось ранее, производится выдавливание композиции «металл-полимер» через сопло по выбранной траектории слой за слоем аналогично FDM печати. На следующем этапе необходимо выполнить многостадийный технологический процесс для получения плотного изделия, который включает в себя выведение связующего (дебайдинг) из состава и спекание [18]. В свою очередь технология BJ состоит в струйном нанесении связующего агента на слой порошка, который сцепляет частицы металла между собой. Однако для создания конечной металлической детали требуются дополнительные технологические операции [19]. Тем самым для данных методов можно выделить основные преимущества, которые заключаются в отсутствии нагрева материала, высокой точности и простоте использования. Кроме того, и ME, и BJ технологии не требуют дорогостоящих источников энергии. Несмотря на все преимущества, рассмотренные технологии не могут обеспечить высокое качество поверхности и необходимую плотность изделий.

Технологии DED и PBF заключаются в создании расплава из металлического сырья и его сплавлении с предыдущим закристаллизованным слоем. В методе прямого подвода энергии как правило используются следующие типы источника тепловой энергии: электронный пучок, лазерный луч и электрическая дуга. Принцип метода основан на подаче металлического материала в виде проволоки или порошка в ванну расплава (Рисунок 4). Данный механизм схож с традиционными технологиями сварки и имеет аналогичные особенности и недостатки в виде зон термического влияния. Типичная толщина слоя в методе прямого подвода энергии составляет 0,25-0,5 мм, что сказывается на образовании грубой волнистой морфологии поверхности. Обычно после DED методов требуется дополнительная механическая обработка поверхности, так как шероховатость поверхности составляет более 25 мкм. Преимущества технологии DED заключаются в возможности изготовления полностью плотных крупногабаритных деталей с контролируемой микроструктурой за счет особенностей процесса, и использования нескольких материалов для создания композиционных или биметаллических структур. Очевидным минусом рассмотренного процесса является его разрешающая способность, что ограничивает сложность геометрической конфигурации и топологической оптимизации.

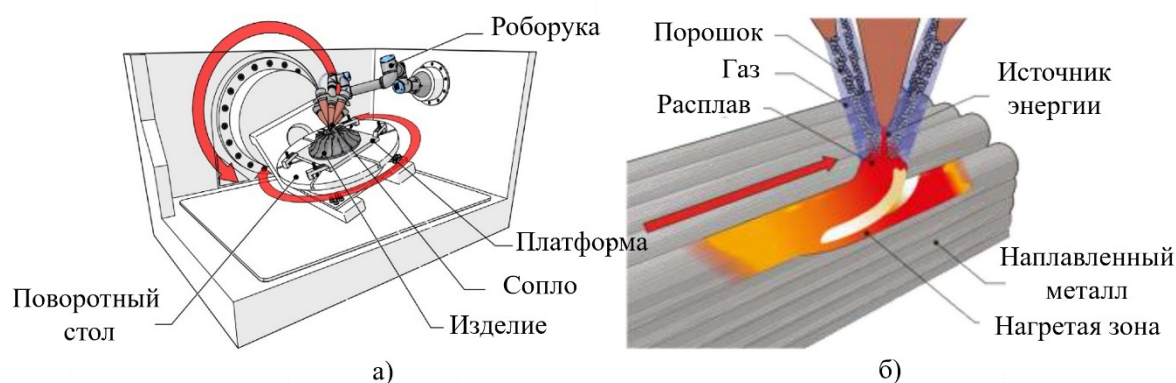


Рисунок 4 – Общая схема установки для DED метода (а) и схема процесса синтеза материала DED методом (б) [20]

Методы PBF отличаются высокой разрешающей способностью, которые в качестве излучения используют лазерный луч или электронный пучок. Известно, что PBF процессы могут обеспечить толщину слоя менее 20 мкм [21,22]. Одним из таких методов является метод селективного лазерного плавления (СЛП), на примере которого будет разобран процесс PBF. Технология заключается в нанесении слоя порошка и его локального расплавления лазером, в результате чего образуется небольшая ванна расплава шириной и глубиной около 100 мкм (в зависимости от параметров лазера глубина и ширина могут меняться). Такие параметры позволяют образовать хороший металлургический контакт между соседними сплавленными

дорожками и предыдущим слоем, за счет чего относительная плотность деталей может достигать более 99,9 %. Особенность процесса заключается в скорости кристаллизации ванны расплава (от 10^4 до 10^6 °C/с [23]) вследствие чего появляется мелкодисперсная микроструктура, характерная только для рассматриваемого процесса.

Архитектура процесса СЛП предполагает особые требования к исходному металлическому сырью, которым является порошок. Ввиду того, что из металлического порошка необходимо создать тонкий слой, его реологические свойства (сферичность, текучесть, насыпная плотность) должны быть достаточно высокими. Все эти характеристики в итоге могут влиять на качество синтезированных изделий. Обычно порошок высокой сферичности получают методами газовой, ультразвуковой и др. атомизаций [24]. Кроме того, нормальное распределения порошка по размерам способствует высокой плотности упаковки в процессе образования порошкового слоя. Размер частиц может составлять единицы микрон, в связи с чем появляется необходимость в обеспечении техники безопасности как при работе с мелкодисперсными порошками. Однако несмотря на все сложности, процесс СЛП имеет большой потенциал ввиду высокой разрешающей способности и качества синтезируемых изделий. Принципиальная схема процесса СЛП проиллюстрирована на рисунке 5.

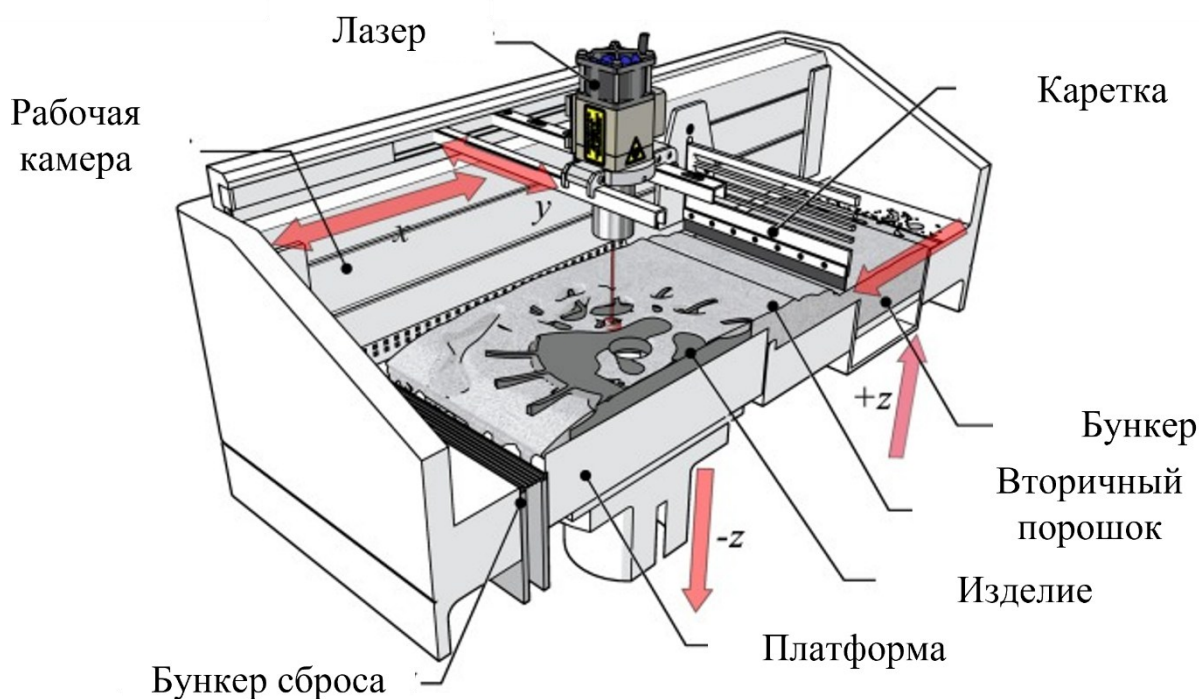


Рисунок 5 – Схема установки селективного лазерного плавления [25]

При изготовлении изделий методом СЛП необходимо учитывать такие особенности, как необходимость использования поддерживающих структур и наличие высоких остаточных

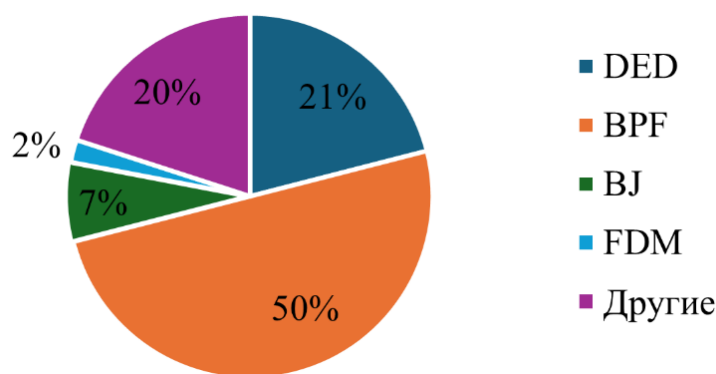
напряжений. Кроме того, ввиду того, что в процессе СЛП используется лазерное излучение спектр материалов ограничен их поглощающей способностью. Так, для сплавления медного порошка использование стандартных 0,5 кВт инфракрасных лазеров недостаточно по причине высокой отражательной способности меди [26]. На основании рассмотренных методов АТ по производству металлических изделий была составлена Таблица 1 с основными недостатками и преимуществами, которая представлена ниже.

Таблица 1 – Основные преимущества и недостатки методов аддитивных технологий [27–31]

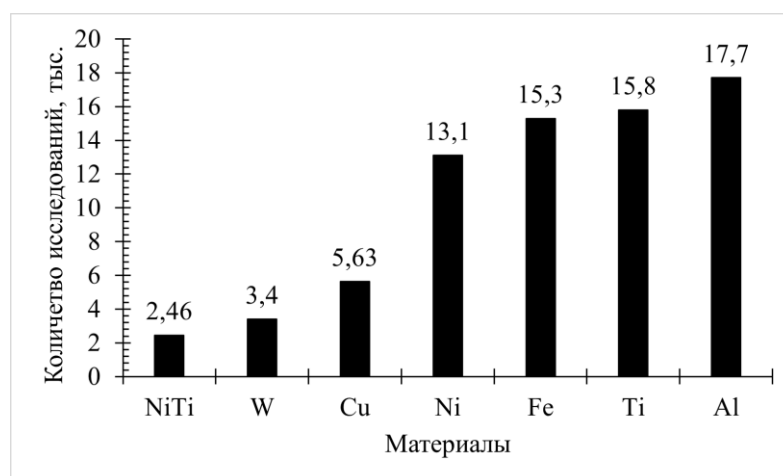
Методы АТ	Преимущества	Недостатки
Экструзия металла	– Простота оборудования – Низкая стоимость	– Высокая пористость – Низкие механические свойства – Большая усадка – Низкая разрешающая способность
Струйное нанесение связующего	– Отсутствие источников излучения – Широкий спектр материалов – Отсутствие инертной среды – Отсутствие нагрева	– Многостадийная технологическая цепочка производства изделий – Относительно низкая плотность
Прямой подвод энергии	– Возможность изготовления крупногабаритных изделий – Использование нескольких видов материалов	– Низкая точность – Необходимость механической обработки поверхности – Наличие высоких остаточных напряжений – Сложность в изготовлении деталей со сложной конфигурацией
Селективное лазерное плавление	– Высокая разрешающая способность – Высокая плотность изделий – Высокие значения механических свойств – Возможность изготовления изделий сложных форм	– Наличие остаточных напряжений – Необходимость использования поддерживающих структур – Необходимость точной настройки технологических параметров

Таким образом, СЛП процесс является одним из самых востребованных методов АТ за счет обозначенных преимуществ. Так на порошковые методы аддитивных технологий приходится половина мирового рынка АТ, а среди них 34 % относится к методу СЛП (Рисунок 6а). Свобода проектирования, высокая точность, удовлетворительные механические свойства, –

все это позволило применить метод СЛП в автомобилестроении, аэрокосмической отрасли, медицине и других производственных сферах [32–34]. Существует множество примеров применения процесса СЛП. Так, одним из ярких примеров является производство топливных форсунок для турбовентиляторных двигателей. Все чаще изготавливаются различные металлические кронштейны с улучшенной топологией для снижения веса без значительных потерь прочности [35]. СЛП технология пользуется высоким спросом в медицинской отрасли при создании имплантатов по индивидуальным размерам и с учетом анатомических особенностей пациентов [36]. Современные АТ по прежнему не могут в полной мере заменить классические подходы, однако развитие первых открывает новые горизонты в сфере быстрого прототипирования или мелкосерийного производства, значительно уменьшая технологическую цепочку создания изделия. При этом алюминий ввиду качеств, которые были описаны ранее, является одним из самых популярных материалов для технологии лазерного синтеза (Рисунок 6б).



а)



б)

Рисунок 6 – Диаграмма использования методов АТ (а) и количества исследований для различных материалов в СЛП методе (б) [37]

Так ввиду высокой удельной прочности и отличной обрабатываемости около эвтектический сплав AlSi10Mg широко применяется в аэрокосмической, автомобильной и других промышленности. Сочетание сплава AlSi10Mg с технологией СЛП позволяет конструировать облегченные детали для самолетов, повышая тем самым топливную эффективность, а также изделия с уникальными структурами, которые невозможно изготовить классическими методами. Однако ввиду того, что в процессе СЛП материал претерпевает высокие скорости кристаллизации и циклические термические воздействия, свойства изделий, синтезированных этим методом, значительно зависят от условий процесса. В связи с этим ниже будет рассмотрено влияние технологических параметров СЛП на структуру и свойства алюминиевого сплава AlSi10Mg.

1.2 Влияние процесса селективного лазерного плавления на AlSi10Mg

Сплав AlSi10Mg, изготовленный в процессе СЛП, обладает отличными механическими свойствами, которые могут превосходить свойства сплавов, полученных традиционными методами производства [38]. В первую очередь это связано с образованием мелкодисперсной структуры, образовавшейся в ходе быстрой кристаллизации. Скорость кристаллизации, структура, свойства материала напрямую зависят от применяемых в процессе СЛП технологических параметров. Различают следующие параметры СЛП:

- Мощность лазера;
- Скорость сканирования;
- Расстояние между проходами лазера;
- Толщина слоя;
- Стратегия сканирования;
- Температура платформы построения.

Так или иначе все перечисленные параметры процесса влияют на качество синтезируемого изделия. Кроме того свойства порошка, качество инертного газа, размер сфокусированного лазерного пучка также могут влиять на характеристики конечного материала. Принято рассматривать первые 4 параметра процесса СЛП как основные: мощность лазера, скорость сканирования, толщина слоя и расстояние между проходами лазера. Это связано с относительно простотой варьирования этих параметров, так как изменение, например, ламинарности защитного газа в камере или диаметра пучка лазера требуют значительных конструктивных изменений установки СЛП. На долю этих 4-х параметров приходится около 80 % исследований

[39]. Для упрощенной оценки влияния перечисленных факторов, принято рассчитывать значение объемной плотности энергии (E) с помощью выражения (1):

$$E = \frac{P}{V \cdot h \cdot t} \quad (1)$$

где P – мощность лазера, V – скорость сканирования, h – расстояние между проходами лазера, t – толщина слоя.

Однако данное выражение не учитывает ряд важных факторов, таких как диаметр лазера, его смещение относительно поверхности расплава, направление потока газа и др. При этом исследование образцов полученных с использованием различных параметров процесса при постоянной плотности энергии показало, что мощность лазера является одним из наиболее важных параметров процесса [40].

Для рассмотрения влияния процесса СЛП на алюминиевый сплав AlSi10Mg были выбраны следующие свойства: дефектность, механические свойства, шероховатость и микроструктура. Ввиду того, что СЛП заключается в послойном сплавлении порошкового слоя структура материалов после представлена наличием характерных «ванн расплава», образующихся при воздействии лазерного излучения на порошковый и закристаллизованный слои. В связи с чем присутствует неоднородность в микроструктуре, одной из причин которой являются различия в теплоотводе порошкового слоя и закристаллизованного слоя. Таким образом, границы ванны расплава, как правило, имеют больший размер зерна и направленность по направлению роста изделия при СЛП, тогда как в середине ванны расплава образуется более мелкозернистая и равномерная структура. На рисунке 7 продемонстрирована разница в этих структурах.

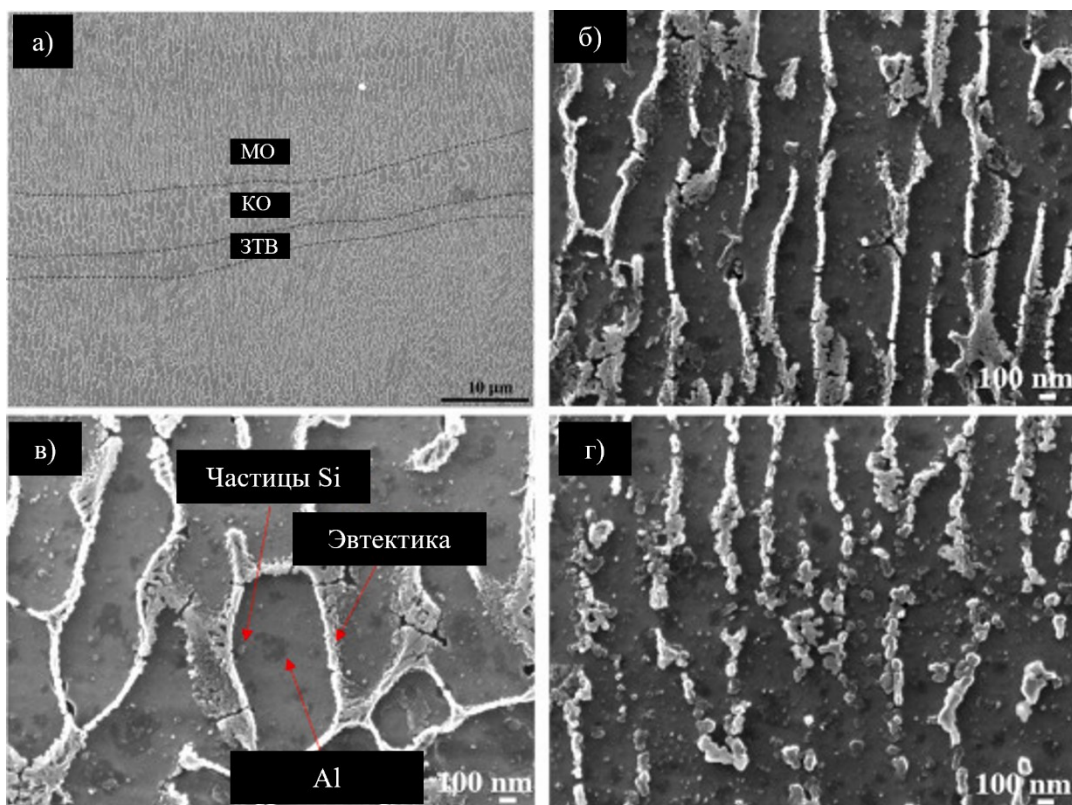


Рисунок 7 – Микроструктура сплава AlSi10Mg, изготовленного методом СЛП: общий вид (а), зона мелкозернистой структуры (б), зона крупнозернистой структуры (в), зона термического влияния (г) [41]

Морфология кремниевой сетки меняется в зависимости от области внутри ванны расплава. Различают следующие области: мелкозернистая область (МО); крупнозернистая область (КО); зона термического влияния (ЗТВ). При этом МО и КО состоят из субмикронных зерен, тогда как ЗТВ, ввиду повторного нагрева состоит из агломерированных частиц кремния [42,43]. Исходя из вышеперечисленного процесс формирования микроструктуры сплава AlSi10Mg при СЛП можно представить следующим образом. В материале столбчатые зерна альфа алюминия окружены мелкими эвтектическими частицами Si в очагах плавления, которые образовывались в результате лазерного воздействия на порошок, образования ванны расплава и ее последующей кристаллизации. При повышении температуры до 300 °C мелкодисперсная фаза кремния становится крупнее, как это видно в зоне термического влияния на рисунке 7г. Дальнейшее повышение температуры до 520 °C провоцирует не только дальнейшее укрупнение сетки кремния, но и образование интерметаллической фазы AlFeSi, при этом последующее старение может привести к образованию Mg₂Si фазы [44].

Регулированием параметров процесса СЛП можно воздействовать на теплофизику процесса, к примеру, используя высокое значение объемной плотности энергии можно снизить температурный градиент в сечении ванны расплава, что будет влиять на ее микроструктуру.

Однако неоптимальность параметров процесса может привести к образованию дефектов. Так в зависимости от количества подводимой энергии может образовываться различная пористость: поры несплавления, поры замочной скважины; металлургические поры. При недостаточной объемной плотности энергии происходит плохое соединение слоев друг с другом, что закономерно приводит к образованию характерных пор. В данном случае при детальном рассмотрении дефекта будут наблюдаться крупные несплошности, чаще всего с наличием частиц порошка внутри. С другой стороны, высокие значения объемной плотности энергии приводят к образованию глубокой ванны расплава, внутри которой возможно образование пор в результате испарения материала и захлопывания пузырька газа при кристаллизации. В свою очередь, металлургические поры образуются в результате захвата расплавом пузырьков инертного газа или их наличием в исходном порошке. Также размер пор является показателем качества материала, так как макропоры считаются более опасными нежели микропоры. При этом макропоры, как правило могут иметь угловатую форму, что может быть причиной трещинообразования. Ввиду сильной зависимости пористости от режимов процесса СЛП оптимизация последних является важной задачей, так как относительная плотность изделий напрямую влияет на эксплуатационные свойства материала.

Однако кроме образования пор при СЛП алюминиевых сплавов возможно возникновение горячих трещин. Из-за широкого окна кристаллизации, разницей температур точки ликвидуса и солидуса, происходит недостаточная подача жидкости в междендритные области во время затвердевания, что приводит к образованию трещин [45]. Добавление элементов, способствующих образованию эвтектики, предотвращает появление такого эффекта, поэтому сплав $AlSi10Mg$ при лазерном синтезе практически не образует горячих трещин.

Еще одна особенность производства алюминиевых деталей методом СЛП заключается в формировании анизотропности как структуры, так и механических свойств [46]. Так если рассматривать синтез материала в направлениях XY и Z , то есть параллельно и перпендикулярно направлению роста возникают различия рассмотренные далее (Рисунок 8).

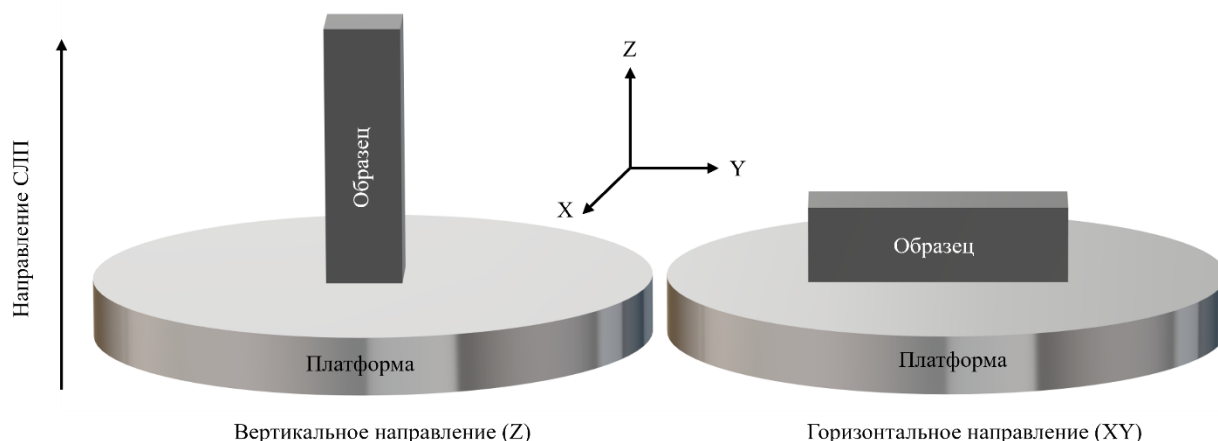


Рисунок 8 – Схема расположения образцов на платформе построения в процессе СЛП

При выращивании образцов в направлении XY и проведении испытаний на квазистатическое одноосное растяжение показатель предела текучести после синтеза составил 279 МПа, тогда как в направлении Z – 220 МПа. Это может объясняться изменением распределения кремния в структуре при различной ориентации образца. Сравнение предела прочности и относительного удлинения в различных научных публикациях представлено на рисунке 9. Так механические свойства для AlSi10Mg, полученного после лазерного синтеза немного различаются, что связано с различием установок СЛП, использованием разных параметров и др.

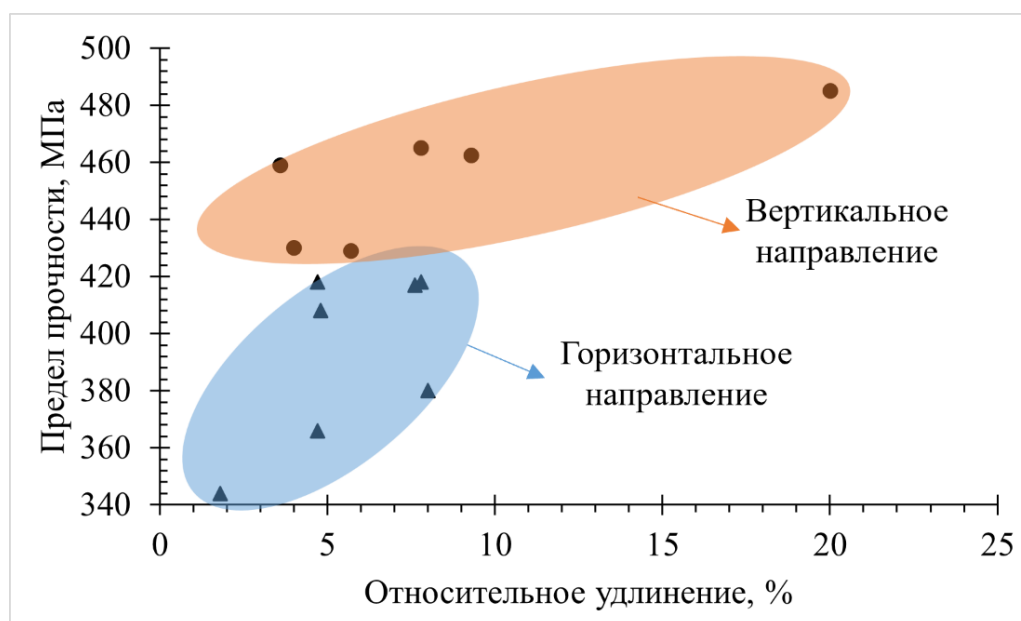


Рисунок 9 – Механические свойства сплава AlSi10Mg, изготовленного методом СЛП в горизонтальном и вертикальном направлениях [47–57]

Как правило средние значения предела прочности и относительного удлинения для AlSi10Mg без термообработки синтезированного в горизонтальном направлении 400-410 МПа и 4-5 % соответственно. В случае вертикального построения образцов, предел прочности и относительное удлинение выше, а именно 440-450 МПа и 10 %. При этом с помощью термической обработки – старения, способствующей выпадению фазы Mg_2Si возможно повысить прочностные характеристики сплава за счет снижения пластичности [58]. Однако несмотря на вышесказанное, прочность алюминиевых сплавов все еще недостаточна, в связи с чем актуальной является задача их упрочнения.

1.3 Способы упрочнения алюминиевых сплавов

Упрочнение алюминиевых сплавов возможно за счет нескольких механизмов, а именно упрочнение твердым раствором, дислокационное упрочнение, упрочнение Холла-Петча и старение. Для AlSi10Mg старение заключается, как было сказано ранее, в выделении вторичных фаз, таких как Mg_2Si , что препятствует движению дислокаций, тем самым повышая прочность материала.

Упрочнение твердым раствором является наиболее распространенным механизмом, при котором происходит растворение легирующих элементов в матрице алюминия за счет внедрения атомов в его кристаллическую решетку. Внедрение легирующих атомов способствует искажению кристаллической решетки и появлению упругих напряжений, тем самым упрочняя сплав. Атом растворенного вещества может создавать как сжимающие, так и растягивающие напряжения. Если атом легирующего компонента является замещающим и его размер больше размера атома алюминия или если он находится в междоузельном пространстве, то образуются сжимающее напряжения. Растягивающие напряжения возникают тогда, когда атом легирующего элемента меньше атома матрицы и он является замещающим. Таким образом, эффект упрочнения сильно зависит от расположения в кристаллической решетке, природы и концентрации легирующего компонента. Количественно упрочнение в данном случае можно оценить по уравнению, представленному ниже (2) [59].

$$\Delta\sigma_{т.р.} = \sum_{i=1}^n k_i C_i \quad (2)$$

Где, k_i – коэффициент упрочнения матрицы при растворении в ней 1 масс. % легирующего элемента, C_i – концентрация легирующего компонента. Так, например, использование большой

концентрации меди в составе алюминиевого сплава приводит к повышению механических свойств и межкристаллитному разрушению [60].

Дислокационное или деформационное упрочнение достигается вследствие пластической деформации, что провоцирует увеличение плотности дислокаций в материале. Дислокации накапливаются и их поля напряжений все сильнее взаимодействуют друг с другом в процессе их скольжения. Этот механизм очень эффективен при холодной деформации, такой как экструзия или прокатка. В основном деформационное упрочнение используется в сплавах, которые не упрочняются за счет старения.

Скольжение дислокаций может быть затруднено также при пересечении границы зерна за счет различий в ориентировке кристаллитов. Увеличение общей площади границ зерен в материале будет способствовать упрочнению сплава. Количественно данный механизм упрочнения можно описать уравнением Холла-Пэтча (Формула (3) [61]:

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad (3)$$

где σ_y – предел текучести, σ_o – напряжение необходимое для движения дислокаций, k_y – константа Холла-Пэтча, характерная для каждого материала, d – средний размер зерна. В сравнении с упрочнением твердым раствором, деформационное измельчение зерна позволяет одновременно повысить прочность, ударную вязкость и пластичность материала. Для измельчения зерен в алюминиевые сплавы могут добавлять скандий или цирконий, которые выступают в качестве центров кристаллизации при затвердевании расплава. Также процесс СЛП из-за высоких скоростей охлаждения способствует образованию мелкозернистой структуры, что объясняет различия в механических свойствах в сравнении с литыми алюминиевыми сплавами.

Наиболее важным и эффективным механизмом упрочнения алюминиевых сплавов может являться дисперсионное упрочнение. Оно может осуществляться при осаждении вторичных фаз в виде нанодисперсных частиц и добавлении в матрицу упрочняющих частиц. Наличие нанодисперсных частиц внутри зерен алюминия приводит к искажению кристаллической решетки, связанные с этим поля напряжения взаимодействуют с движущимися дислокациями и препятствуют их скольжению. В зависимости от размера частиц и расстояния между ними механизм упрочнения может меняться. Мелкие частицы в основном подвергаются сдвигу по механизму Келли-Файна или разрезанию, тогда как крупные частицы огибаются дислокациями по механизму Орована, что проиллюстрировано на рисунке 10.

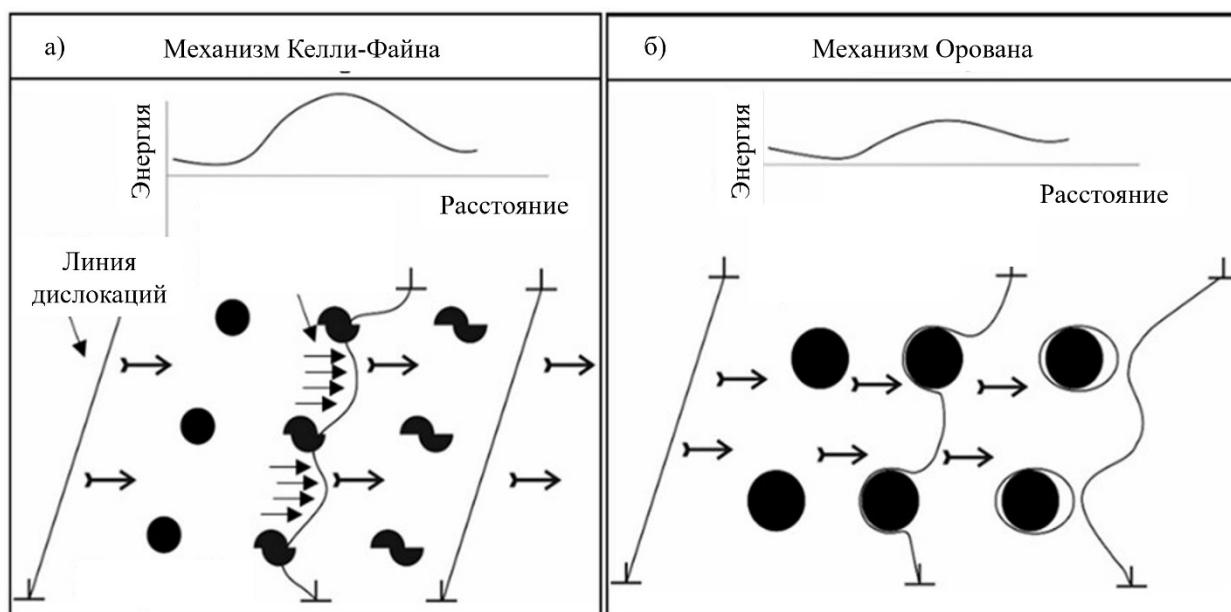


Рисунок 10 – Схематичное изображение механизма упрочнения по Келли-Файну (а) и Оровану (б) [62]

В случае мелкодисперсных выделений, величину напряжений сдвига можно определить по уравнению, представленному ниже (4).

$$\Delta\tau_{P,\text{разрезание}} \approx k \sqrt{\frac{fr}{b}}, \quad (4)$$

где k – константа материала, f – объемная доля частиц, r – радиус частиц, b – вектор Бюргерса.

Для более крупных частиц начинает преобладать механизма Орована, где также на скольжение дислокаций начинает оказывать влияние расстояние между частицами, что продемонстрировано в формуле (5).

$$\Delta\tau_{P,\text{огибание}} \approx \frac{Gb}{L_P - 2r} \approx \frac{Gb\sqrt{f}}{2r}, r \ll L_P, \quad (5)$$

где L_P – расстояние между частицами, G – модуль сдвига.

Максимальная прочность материала достигается при среднем размере частиц, когда происходит переход от одного механизма упрочнения к другому, на что направлены основные термообработки в алюминиевых сплавах, называемые искусственным старением при температуре $\sim 100 - 200$ °C [63].

При этом дисперсные частицы в алюминиевой матрице могут быть получены не только за счет выделения вторичных фаз, но и путем их добавления извне на различных этапах производства материала. Такого рода материал принято называть алюмоматричным композиционным материалом (АКМ). АКМ используются в ряде случаев, когда свойства алюминиевого сплава недостаточны, в том числе требуется повышенная износостойкость и/или прочность при низкой массе изделий. В связи с чем АКМ широко применяются в автомобильной промышленности для тормозных дисков, карданных валов, поршней, подшипников, рабочих колес, блоков цилиндров и др. [64].

1.4 Селективное лазерное плавление алюмоматричных композиционных материалов

В традиционном производстве АКМ изготавливаются с помощью литейных, порошковых технологий, а также осаждением из газовой фазы. Литые АКМ представляет собой традиционное литье алюминиевого сплава с добавлением керамических частиц в расплав, а для равномерного распределения упрочняющей добавки в объеме материала используется постоянное перемешивание. При этом мешалки конструируются таким образом, чтобы обеспечивать образование вихрей, поток которых равномерно распределяет керамику в матрице. Однако данный метод сталкивается с трудностями: плохая смачиваемость керамических частиц расплавом матрицы; осаждение или всплытие керамики, что негативно влияет на однородность распределения. При этом разновидности литейных технологий производства АКМ могут включать в себя методы инфильтрации расплава в керамическую или металлическую матрицу. В работе [65] исследовался композит на основе алюминиевого сплава АА6061 армированный оксидом алюминия. Было выявлено, что упрочнение алюминиевой матрицы в процессе литья с перемешиванием позволило изготовить композит с увеличенной твердостью.

Метод осаждения из газовой фазы заключается в распылении расплава с помощью инертного газа и его осаждении на волокно, которое в дальнейшем укладывается определенным образом и запрессовывается для получения плотного изделия. Важным преимуществом метода является возможность изготавливать детали с известной ориентировкой волокон, что дает отличные механические свойства вдоль этого направления. Однако из-за использования дополнительного оборудования и процедуры укладки волокон такой метод считается дорогостоящим.

Наиболее распространенный метод получения композитов на основе алюминиевых сплавов считается смешивание порошковых материалов. Исходные порошковые материалы смешиваются между собой различными способами при относительно низких температурах, что упрощает процесс изготовления. В результате получается конечная металлокерамическая

порошковая композиция, которая в дальнейшем запрессовывается в форму. Зеленая заготовка проходит этапы спекания в результате чего на выходе получаются изделия из АКМ с высокой плотностью. Однако, как и другие методы получения АКМ, метод порошковой металлургии имеет ряд особенностей связанных с агломерацией керамических частиц при их смешивании с алюминиевой матрицей, что в дальнейшем скажется на неоднородности свойств по сечению изделия. Наиболее неблагоприятный дефект порошковых технологий – усадочные трещины [66]. Несмотря на это, методы порошковой металлургии АКМ нашли также широкое применение в аддитивных технологиях. В связи с тем, что СЛП использует в качестве исходного сырья металлический порошок, производство АКМ посредством сплавления лазерным излучением также нашло широкое применение. С каждым годом количество научных публикаций на данную тематику растет, при этом более половины работ посвящено изучению именно АКМ (Рисунок 11).

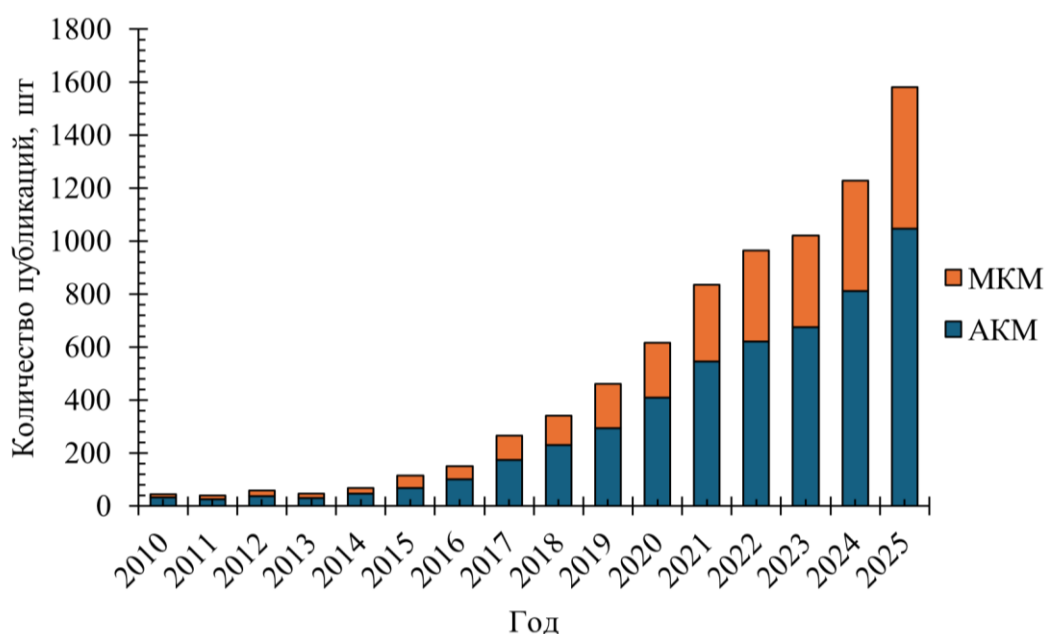


Рисунок 11 – Диаграмма количества научных публикаций по изучению МКМ и АКМ за последние 15 лет

Производство АКМ методом селективного лазерного плавления является сложным процессом, так как каждый этап изготовления изделий, – от выбора упрочняющей добавки до определения параметров процесса, влияет на конечные свойства материала. Таким образом СЛП процесс АКМ можно разбить на несколько важных технологических этапов:

- Выбор упрочняющей добавки (размер, концентрация частиц);
- Приготовление порошковой композиции;
- Процесс СЛП.

По своей природе упрочняющие частицы можно классифицировать на оксидные и не оксидные. Не оксидные добавки являются одними из наиболее часто используемых армирующих элементов для алюминиевых сплавов благодаря их высокой температуре плавления и химической стабильности. Наличие керамических частиц в составе алюминия благоприятно влияет на поглощающую способность лазерного излучения в процессе СЛП из-за высокого коэффициента абсорбции самих не оксидных частиц. Под не оксидными частицами имеются в виду соединения: бориды, карбиды, нитриды и наполнители на основе углерода (Рисунок 12).

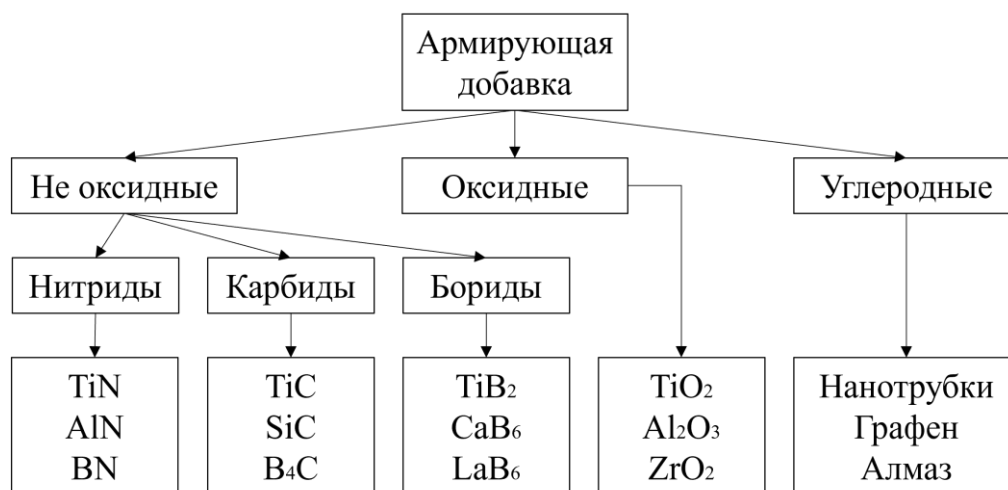


Рисунок 12 – Классификация упрочняющих частиц в АКМ

Частицы боридов обладают отличной термической стабильностью, смачиваемостью и межфазной совместимостью. Борид титана при этом является одной из популярных добавок для алюминиевого сплава. Добавление TiB_2 в AlSi10Mg повышает поглощение лазерного излучения слоем порошка на 50 % [67]. Использование наноразмерного TiB_2 способствует измельчению зеренной структуры алюминиевого сплава: 0,5-0,8 % керамики приводит к исчезновению столбчатых зерен и формированию более тонких вытянутых дендритных структур с размером 2-4,6 мкм [68]. В работе [69] отмечают, что использование порошка AlSi10Mg , покрытого наночастицами TiB_2 способствует повышению механических свойств до 457 МПа, при этом вклад Орована в упрочнение композита оценивался в 127 МПа. Это связано с выделением частиц из твердого раствора преимущественно на границах раздела фаз керамика-алюминий, что препятствует движению дислокаций. Кроме того, наличие упрочняющей добавки в AlSi10Mg приводит к повышению механических свойств при повышенных температурах. Одноосное растяжение композита $\text{AlSi10Mg}/\text{TiB}_2$ при температуре 300 °С позволило определить предел прочности в 188 МПа и предел текучести в 172 МПа при относительном удлинении в 17,3 % [70]. Помимо борида титана также возможно использование пентоборида вольфрама, который при

содержании в 10 мас. % способен повысить прочность AlSi10Mg до 394 МПа при относительном удлинении 4,8 % [71].

Частицы карбидов обладают рядом преимуществ, заключающихся в умеренной плотности (4,91 г/см³), высокой твердости (28-32 ГПа) и высоким модулем упругости (до 440 ГПа) . Основными примерами таких добавок могут служить SiC, TiC и B₄C. В отличие от TiB₂ карбид титана в составе матрицы алюминия при содержании от 1 до 10 масс. % приводит к ухудшению текучести ванны расплава и снижению степени переохлаждения, и как следствие скорости кристаллизации, тем самым способствуя образованию более крупных зерен в микроструктуре композита. Также необходимо отметить, что с повышением содержания TiC размер зерен увеличивается [72], однако совместное использование частиц TiC и TiB₂ позволяет получать мелкозернистую структуру. При использовании высоких мощностей лазера при СЛП частицы TiC могут растворяться с образованием фазы Al_2SiTi , что способствует повышению предела прочности на 30 % и предела текучести на 20 % по сравнению с чистым AlSi10Mg [73]. В свою очередь керамика SiC отлично зарекомендовала себя, как армирующий наполнитель в алюминиевых сплавах. В отличие от большинства других упрочняющих добавок, химическое взаимодействие SiC и алюминиевой матрицы играет важную роль в упрочнении представленного композита. Образование твердой и прочной фазы Al_4SiC_4 и оставшихся частиц SiC приводят к измельчению микроструктуры из-за увеличения количества центров кристаллизации. В конечном итоге у АКМ наблюдается увеличение модуля упругости до 90 ГПа и предела текучести до 405 МПа при небольшом относительном удлинении в 1,2 % [74]. Более редко применяются композиты на основе добавления B₄C, но несмотря на это данный материал показывает отличные прочностные характеристики, а именно предел прочности при сжатии – 740 МПа, модуль упругости – 111 ГПа и деформация сжатия – 11,5 % [75]. Снижение пластических свойств композита вызвано в первую очередь измельчением микроструктуры, что, согласно уравнению Холла-Пэтча, закономерно приводит к увеличению прочности вследствие затруднения скольжения дислокаций.

К не оксидным керамическим упрочняющим частицам также относится большая группа нитридов (TiN, AlN, ZrN, BN и др.). Использование нитрида титана в качестве армирующего компонента в сплаве AlSi10Mg позволяет увеличить предел прочности АКМ до 492 МПа при достаточно высоких значения относительного удлинения [76]. Представленное сочетание прочности и пластичности в первую очередь обусловлено высокой плотностью синтезированных образцов (более 99 %), уменьшенным размером зерна и устойчивостью к дислокационному скольжению из-за присутствия наночастиц TiN в межзеренном пространстве. Схема, демонстрирующая формирование микроструктуры в процессе СЛП синтеза проиллюстрирована

на рисунке 13. Стоит отметить, что при увеличении количества упрочняющих частиц, а именно более 4 масс. %, происходит их агломерирование, снижение плотности и механических свойств.



Рисунок 13 – Схематичный процесс селективного лазерного плавления АКМ в масштабе ванны расплава [77]

Упрочнение алюминиевого сплава нитридом алюминия не сопровождается химическим взаимодействием между матрицей и армирующей добавкой, а частицы AlN сегрегируются на кремниевой сетке. Прочность композита AlSi10Mg/AlN составила 408 МПа при относительной плотности энергии 83,3 Дж/мм³, однако при ее повышении происходил резкий спад механических свойств до 304 МПа с относительным удлинением в 2,8 % [78]. Использование гексагональных хлопьев BN в качестве добавки в сплав AlSi10Mg повышает твердость и прочность материала на 32 и 28 % соответственно [79]. Авторы отмечают, что теплопроводящая керамика BN влияет на процесс теплопередачи при СЛП синтезе, что приводит к смещению окна технологических режимов и возникновению дефектов. Причем с наличием керамических частиц в составе матрицы AlSi10Mg морфология пор меняется. Сферические поры, которые образуются в результате захлопывания пузырьков газа расплавом металла, сменяются на поры неправильной формы. Данный эффект обуславливается плохим контактом двух фаз BN и AlSi10Mg ввиду плохой смачиваемости.

Исследования композитов на основе AlSi10Mg армированных оксидами показывают похожую тенденцию к увеличению прочности исходного материала. Добавление оксида титана в количестве 0,5 масс. % не приводит к образованию дополнительной пористости, что обуславливается химическим взаимодействием TiO₂ и AlSi10Mg с образованием фазы Al₃Ti. Наличие новой фазы оказывает положительное влияние на уменьшение размера зерна и упрочнение АКМ. Предел прочности материала составил 480 МПа при относительном удлинении

13,8 % [80]. Однако повышение содержания TiO_2 в составе композита до 1 % приводит к снижению прочности на ~ 10 %. Данный эффект прежде всего связан с агломерированием нанопорошка при приготовлении композиции. Использование ZrO_2 в качестве упрочняющей добавки также показывает отличные результаты: предел прочности был повышен до 480 МПа при относительном удлинении 10,4 % [81]. При этом никакого химического взаимодействия между керамическими частицами и алюминиевым сплавом не наблюдаюсь. Также авторы утверждают, что более равномерное распределение керамических частиц на поверхности алюминиевого порошка улучшает упрочнение конечного АКМ.

Большой группой материалов, используемых в качестве армирующих частиц в АКМ, являются углеродные наполнители: графен, алмаз, нанотрубки. На рисунке 14 продемонстрировано количество научных публикаций для различных армирующих наполнителей в базах WoS, Scopus.

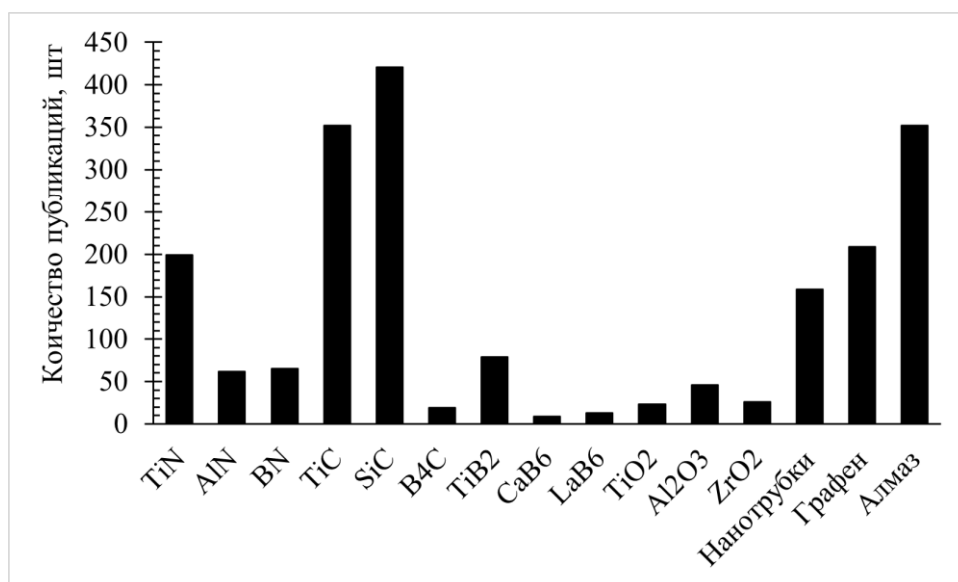


Рисунок 14 – Диаграмма количества публикаций использования различных упрочняющих частиц для изготовления АКМ методом СЛП

Армирование углеродными нанотрубками – непростой процесс из-за их агломерации и плохого смачивания алюминием. Кроме того, высокие температуры при СЛП синтезе приводят к разрушению углеродных нанотрубок [82]. Однако отмечают, что использование 0,2 масс. % углеродных нанотрубок позволяет увеличить предел прочности до 535 МПа [82]. Упрочнение AlSi10Mg частицами наноалмаза в количестве 5 масс. % привело к повышению модуля упругости до 93 ГПа, что на 31 % выше, чем у стандартного AlSi10Mg . Эффект упрочнения объясняется увеличением количества центров кристаллизации, что способствует измельчению зеренной структуры. Кроме того, согласно методу упрочнения по Оровану, частицы препятствуют

скольжению дислокаций. Также различия в теплопроводности частиц и матрицы приводят к термическому напряжению, которые в том числе вносят вклад в упрочнение АКМ [83]. Использование графена в качестве армирующего компонента затруднено за счет поглощающей способности наполнителя. Увеличение содержания графена в составе АКМ требовало большее количество энергии для качественного переплавления. Концентрация графена 0,1 масс. % приводило к увеличению предела текучести на 22 %, но с дальнейшим увеличением содержания наполнителя прочностные характеристики уменьшались из-за возрастающей дефектности. При этом содержание графена 0,2 масс. % позволило увеличить твердость на 30 % [84].

На основании проделанного анализа различных армирующих наполнителей для сплава AlSi10Mg можно сделать вывод о том, что для качественного синтеза изделий необходимо контролировать следующие аспекты:

- размер частиц;
- концентрация частиц;
- химическое взаимодействие упрочняющих частиц и матрицы;
- смачивание упрочняющих частиц и матрицы.

В настоящее время существует не так много научных публикаций о влиянии размеров армирующих частиц при создании АКМ методом селективного лазерного плавления. Прежде всего это связано с использованием наноразмерных наполнителей, которые упрочняют композиционный материал за счет торможения дислокаций по Оровану, а также измельчения зеренной структуры. В свою очередь армирующие частицы микронного размера при условии плотной межфазной границы также способны повышать механические свойства АКМ. В работе [102] исследовалось влияние различного размера частиц нитрида алюминия на твердость конечного композита. Средний размер частиц составлял 40, 1 и менее 1 мкм. Смешивание композиции проводилось в шаровой планетарной мельнице, отмечалось равномерное распределение микронных частиц на поверхности алюминиевого сплава, однако количественная оценка распределения субмикронных наполнителей была затруднена из-за разрешающей способности микроскопа. При проведении испытаний на твердость по методу Виккерса было установлено, что использование AlN размером 1 мкм приводит к максимальной твердости 315 HV, тогда как добавление субмикронного AlN приводит к твердости в 250 HV.

Армирование алюминиевых сплавов наночастицами зачастую усложняется повышенными требованиями к хранению нанопорошков, а также работе с ними. К тому же, при создании композиции алюминиевых сплавов и наночастиц происходит агломерирование последних, что закономерно снижает прочностные характеристики материала. В работе [85] отмечается, что добавление 5 масс. % WC приводит к сниженным значениям предела прочности АКМ (~320 МПа) из-за агломерирования наночастиц и образования концентраторов напряжений. Авторы в своем

исследовании [86] также сообщают об агломерировании наночастиц карбида титана при низкой объемной плотности энергии, причем с увеличением энерговложения в процессе СЛП синтеза однородность распределения улучшается. Однако увеличение энергии может привести к увеличению пиковой температуры ванны расплава, что усугубляется повышенной поглощающей способностью TiC. При этом кипение ванны расплава способствует образованию пор замочной скважины, которые негативно сказываются на механических характеристиках материала. Стоит отметить, что в основном однородность распределения керамических частиц в алюминиевой матрице оценивается качественно при рассмотрении микроструктур.

Повышение температуры ванны расплава при армировании наночастицами, как было сказано ранее, проявляется сильнее, нежели чем при упрочнении частицами микронного размера. Это связано с удельной поверхностью, которая увеличивается с уменьшением среднего размера частиц. Повышение температуры ванны расплава уменьшает ее вязкость, тем самым изменяя привычную термодинамику протекания процесса СЛП [87]. Таким образом, при армировании наночастицами может потребоваться значительное изменение и регулировка параметров лазерного синтеза, тогда как с микронными частицами данный эффект менее заметен. В связи с чем использование армирующих компонентов микронного размера является актуальным, ввиду того что СЛП синтез характеризуется множеством параметров, а их прецизионная настройка требует большого количества экспериментов. Однако использование упрочняющих частиц с размером более 10 мкм может приводить к дополнительному дефектообразованию на границе раздела двух фаз. На рисунке 15 показано, что при упрочнении частицами SiC размером 40 (Рисунок 15а-б) и 20 (Рисунок 15в-г) мкм наблюдается значительное количество пор, а при добавлении ~10 мкм SiC плотность материала значительно выше (Рисунок 15д-е). При этом вне зависимости от размера карбида кремния наблюдаются небольшие кластеры агломерированной керамики.

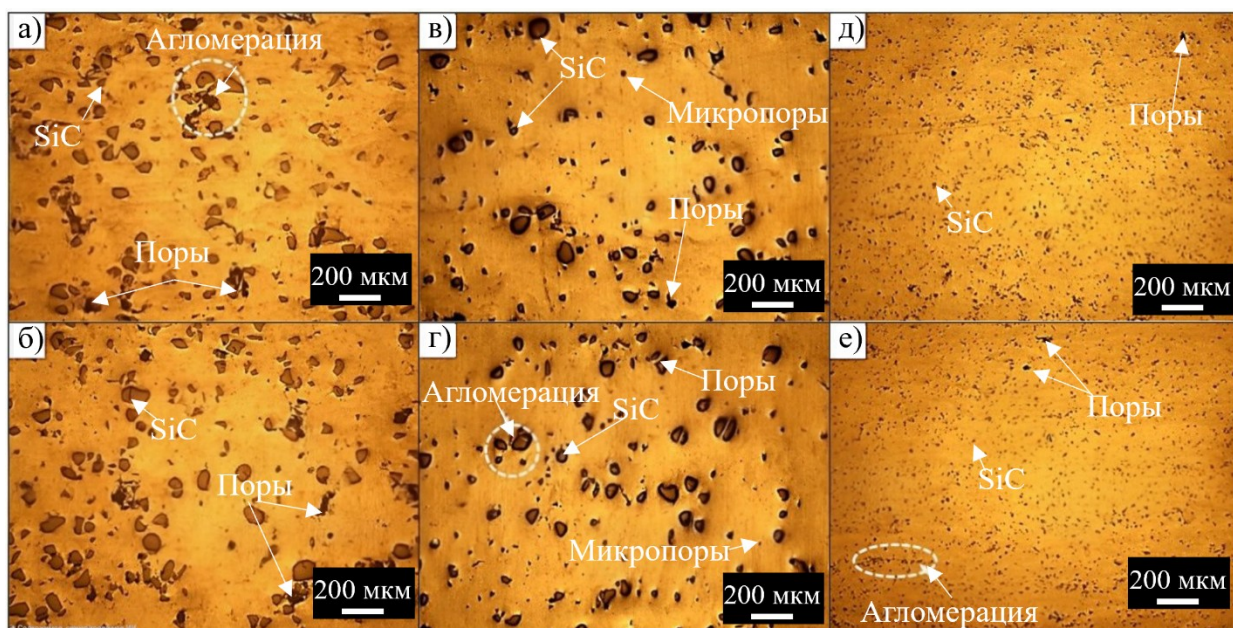


Рисунок 15 – Изображения структуры композита AlSi10Mg/SiC с размером частиц 40 (а-б), 20 (в-г) и менее 10 мкм (д-е) после СЛП [88]

Также стоит отметить, что параметры лазерного синтеза играют первостепенную роль в получении АКМ, обладающего удовлетворительными механическими свойствами. В работе [89] исследовалось влияние размеров частиц (микро и нано) TiB_2 и MgAl_2O_4 на свойства АКМ, изготовленного методом СЛП. При этом вне зависимости от выбора армирующих наполнителей механические свойства конечного композита оказались ниже, чем у AlSi10Mg (Рисунок 16). Такой результат может быть связан с необходимостью более детальной настройки процесса СЛП, а также плохим межфазным взаимодействием упрочняющих частиц и расплавом алюминия.

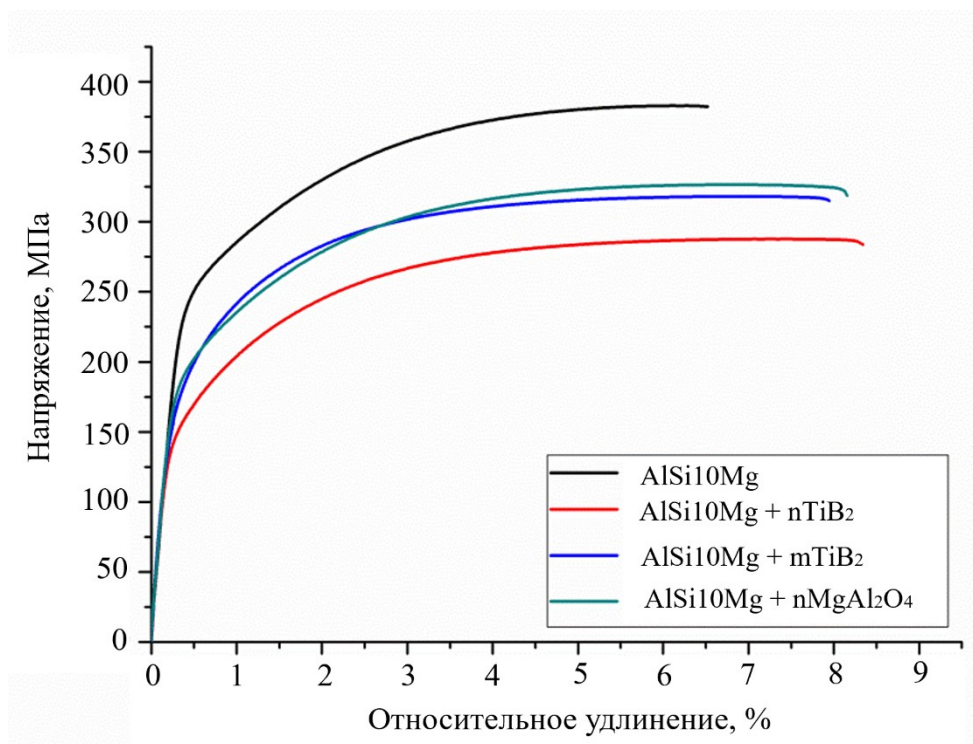


Рисунок 16 – Механические свойства АКМ композитов с различным размером упрочняющих частиц в сравнение с AlSi10Mg [65]

Результаты по смачиваемости частиц TiB₂ и MgAl₂O₄ расплавом алюминия, полученные с использованием метода лежащей капли, действительно, указывают на большие значения краевого угла смачивания. Частицы TiB₂ в диапазоне температур от 800 до 1300 °С имели краевой угол от 45 до 130° [90]. В свою очередь частицы MgAl₂O₄ также плохо смачивались расплавом алюминия, а краевой угол смачивания варьировался в диапазоне от 95 до 100° при температуре 1000 °С. Следовательно, смачиваемость армирующих частиц является важным параметром в проектировании АКМ.

Ранее было показано что, связь между армирующим компонентом и матрицей в АКМ значительно влияет на результирующие свойства материала. В свою очередь смачиваемость – показатель межфазного взаимодействия между жидкостью и твердым телом в контексте настоящего исследования. Для определения смачиваемости существует ряд проверенных подходов, среди которых метод лежащей капли. Суть метода заключается в помещении капли на пластину при определенной температуре (от 400 до 2000 °С) и определение краевого угла смачивания с помощью оптических методов [91] (Рисунок 17).

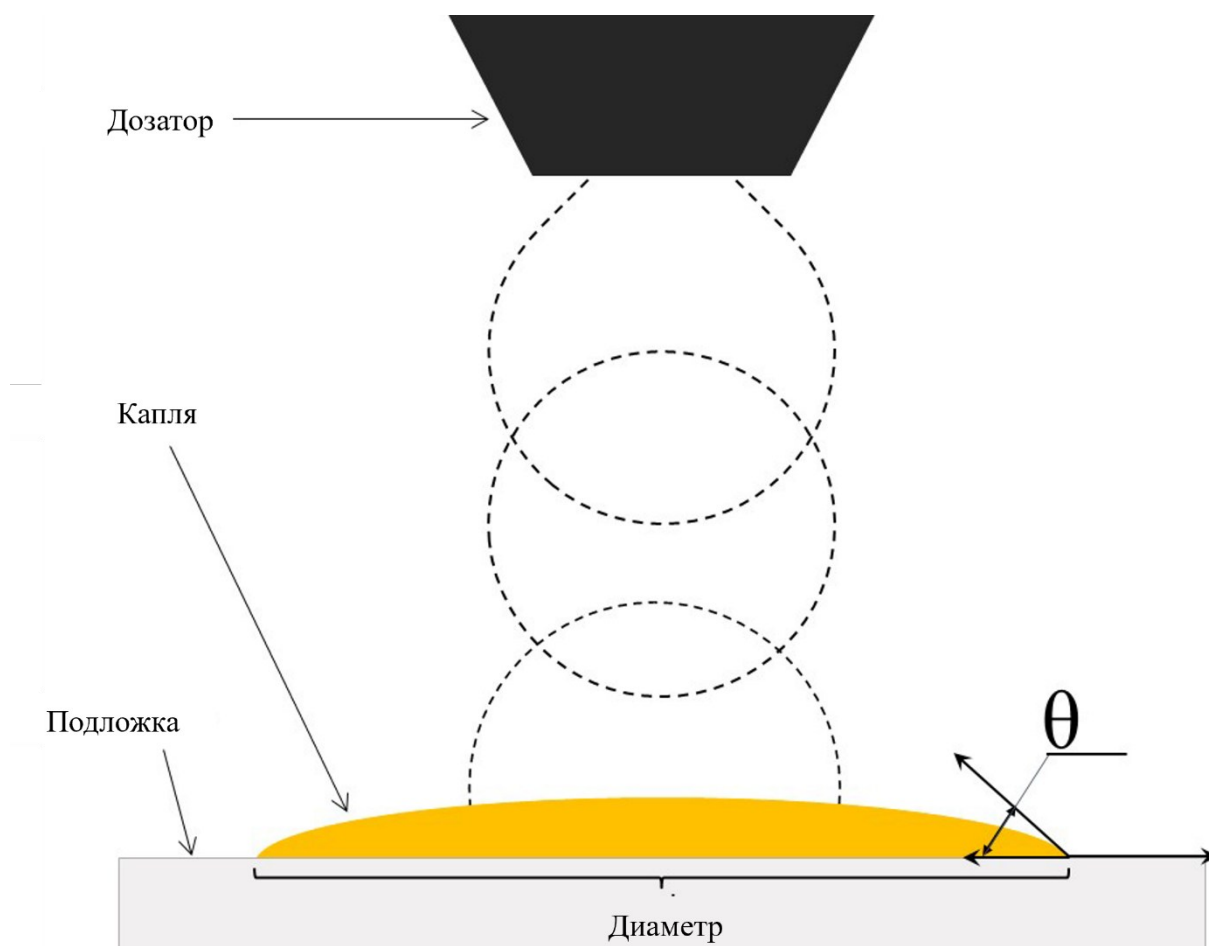


Рисунок 17 – Схема проведения эксперимента по определению краевого угла смачивания капли на подложке [92]

С течением времени краевой угол меняется, за счет чего строятся графики зависимости краевого угла смачивания от времени испытания. На смачивание могут влиять такие факторы как химическое взаимодействие, наличие оксидной пленки на поверхности, шероховатость поверхности, а также температура и давление окружающей среды. Как правило, высокая температура положительно сказывается на смачиваемости, в том числе за счет разрушения оксидных слоев. Кроме того, время контакта также оказывает сильное влияние на смачиваемость керамических частиц металлом. Отмечается, что после 8 минут контакта капли Al с пластиной из карбида кремния краевой угол уменьшился с 106° до 85° [93]. Необходимо отметить, что время жизни расплава при СЛП крайне мало, тем самым лучшая смачиваемость и низкий краевой угол должны положительно влиять на плотность изготавливаемого композита. В настоящий момент научных работ по исследованию влияния смачивания керамических частиц расплавом AlSi10Mg на конечные свойства АКМ после СЛП синтеза недостаточно.

В таблице 2 приведены данные по различным типам алюмоматричных композиционных материалов. На основании зависимостей механических свойств от краевого угла смачивания,

параметров процесса СЛП, содержания упрочняющих частиц и их размера можно утверждать, что проектирование АКМ методом СЛП является сложным процессом, который требует всесторонний контроль. Несмотря на низкую смачиваемость расплавом алюминия частиц УНТ и B_4C , композиты, изготовленные на их основе, обладают высокими прочностными характеристиками. В то же время хорошее смачивание приводит к созданию АКМ методом СЛП с низкими значениями предела прочности и относительного удлинения ($AlSi10Mg/TiC$). Данный эффект может быть связан с необходимостью точной настройки параметров и оптимизации процесса лазерного синтеза для получения плотных материалов.

Таблица 2 – Сводные данные свойств алюмоматричных композиционных материалов произведенных методом СЛП

АКМ	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Твердость, НВ	Краевой угол смачивания ***	Размер частиц	P*, Вт	V*, мм/с	h*, мм	t*, мм	Плотность, %	Ссылка
AlSi10Mg / 1 масс. % УНТ	498,6	10,5	151	155°	8-15 нм	160	800	0,07	0,02	99	[94]
AlSi10Mg / 5 масс. % TiC	550	5	142,5	78°	1,5 мкм	400	1400	0,105	0,03	99,9	[95]
AlSi10Mg / 3 масс. % TiC	350	4,3	130	78°	80 нм	350	950	0,17	0,06	99	[96]
AlSi10Mg / 10 масс. % SiC / 0,5 масс. % TiO ₂	528	1,5	220,3	-	10 мкм / 40 нм	235	750	0,12	0,03	-	[97]
AlSi10Mg / 2 масс. % SiC	463	7,4	-	75°	5 мкм	283	2297	0,058	0,03	99	[98]
AlSi10Mg / 3 масс. % B ₄ C	741**	11,5**	163	135°	0,5 мкм	240	1400	0,06	0,03	99,9	[99]
AlSi10Mg / 3 масс. % B ₄ C	690**	12**	167	135°	5 мкм	240	1500	0,06	0,03	99,9	[99]
AlSi10Mg / 3 масс. % BN	230	2,5	136	150°	3 мкм	380	1300	0,2	0,03	99,19	[100]
AlSi10Mg / 7 об. % TiB ₂	530	15,5	191	80°	100 нм	300	1000	0,105	0,03	99,5	[101]
AlSi10Mg / 1 масс. % AlN	408	3,4	125,4	85°	-	300	1200	0,1	0,03	99,38	[102]
* Параметры СЛП: P – мощность лазера, V – скорость сканирования, h – расстояние между проходами лазера, t – толщина слоя ** Предел прочности при сжатии и деформация при сжатии *** Краевой угол смачивания капли AlSi10Mg на подложке, изготовленной из материала упрочняющей добавки											

1.5 Выводы по аналитическому обзору литературы

На основании проделанного аналитического литературного обзора можно сделать следующие выводы:

1) Технологические параметры процесса СЛП играют ключевую роль в производстве АКМ с помощью лазерного синтеза. Наличие дефектов на этапе синтеза изделия закономерно снижает механические характеристики материала;

2) Исследование влияния размера упрочняющих частиц показало, что использование как микронных, так и наноразмерных наполнителей приводит к упрочнению АКМ. Однако ввиду высокой реактивной способности наночастицы образуют кластеры, что негативно сказывается на плотности материала. В связи с чем внедрение микронных упрочняющих частиц в алюминиевый сплав также является перспективным направлением;

3) Концентрация упрочняющих добавок вносит существенный вклад в конечные свойства АКМ. Как правило повышение количества армирующего компонента в составе приводит к повышению твердости материала, однако наряду с этим повышается неоднородность распределения упрочняющих частиц в матрице, что сопряжено с появлением дополнительных дефектов;

4) Краевой угол смачивания – экспериментально определяемый параметр, который зависит от характера взаимодействия армирующей частицы и расплава матрицы. Хорошая смачиваемость снижает дефектность интерфейса двух фаз, тем самым предотвращая образование концентраторов напряжений и способствуя распределению нагрузки с матрицы на упрочняющую частицу;

5) Равномерность распределения упрочняющих частиц в матрице является важным аспектом при создании АКМ. Наличие агломератов и неравномерность распределения частиц по объему материала может приводить к снижению его механических свойств. Однако в научной литературе недостаточно данных об методах оценке равномерности распределения частиц непосредственно после процесса СЛП.

Таким образом в дальнейшей работе будет рассмотрено влияние параметров процесса СЛП на микроструктуру и свойства алюминиевого сплава AlSi10Mg для максимизации плотности и прочности. После чего алюминиевый сплав будет упрочняться керамическими частицами ZrN и AlN микронных размеров. Выбор керамических наполнителей обусловлен созданием модельных АКМ для анализа влияния концентрации армирующего компонента на микроструктуру и прочностные характеристики при различной степени смачивания. Кроме того, в исследовании будет предложена методика для оценки равномерности распределения керамических частиц в матрице АКМ.

Глава 2. Материалы и методы исследования

2.1 Анализ исходного материала

В качестве исходного сырья в диссертационном исследовании использовался газоатомизированный алюминиевый порошок AlSi10Mg, изготовленный компанией РУСАЛ. Порошки ZrN и AlN, полученные методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, были использованы для создания АКМ. При проведении экспериментов по смачиванию использовались пластины из AlN и ZrN.

Для анализа распределения металлических частиц по размерам использовался лазерный анализатор частиц SALD-7500. Морфологию и химический состав порошка исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Vega 3 и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) соответственно.

2.2 Изготовление алюмоматричных композитов

Для проведения процесса СЛП синтеза порошки ZrN и AlN смешивались с матрицей AlSi10Mg в планетарной шаровой мельнице «Активатор-2С». Порошки засыпались в стальные чаши объемом 250 мл с различным соотношением, указанным в таблице 3.

Таблица 3 – Обозначение композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN в зависимости от содержания керамических частиц

Содержание, об. %	0,5	1	3	5
ZrN	AlSi10Mg/0,5ZrN	AlSi10Mg/1ZrN	AlSi10Mg/3ZrN	AlSi10Mg/5ZrN
AlN	AlSi10Mg/0,5AlN	AlSi10Mg/1AlN	AlSi10Mg/3AlN	AlSi10Mg/5AlN

Смешение происходило с использованием стальных шаров диаметром 6 мм. Для сохранения сферической формы изначального порошка AlSi10Mg использовался низкоэнергетический режим со скоростью вращения 200 об/мин в течение 30 минут в атмосфере аргона. Соотношение массы шаров к порошку составляло 20:1.

2.3 Метод лежащей капли

Исследование смачивания и растекания капли при высоких температурах в вакууме проводилась на установке, сконструированной на основе высоковакуумной печи, схема которой изображена на рисунке 18. Нагреватель в печи имеет U-образную форму, одна сторона которой является токоподводом, другая – трубчатым нагревателем с диаметром канала 20 мм. Внутри нагревателя находился тигель в виде шприца с расплавом. Под тиглем на подвижном столике располагалась керамическая пластинка (ZrN и AlN). За счет движения микровинта поршень выдавливал каплю из тигля, которая попадала на керамическую пластинку.

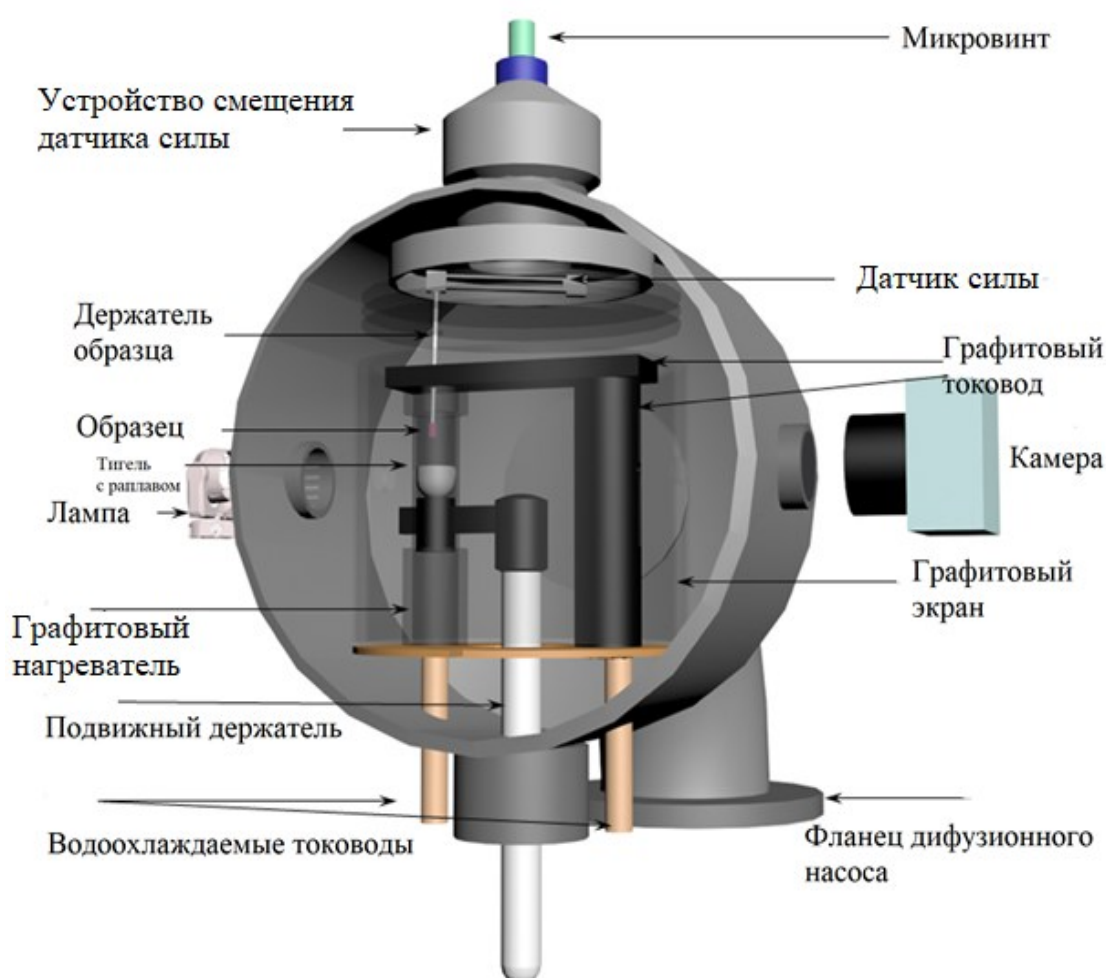


Рисунок 18 – Схема установки для определения краевого угла смачивания методом лежащей капли [103]

Питание нагревателя осуществлялось от стабилизированного источника постоянного тока до 500 А. Для создания вакуума использовались пластинчато-роторные и диффузионные вакуумные насосы, создающие разрежение до 10⁻⁵ мм.рт.ст. Для измерения

температуры использовались вольфрамо-рениевые термопары и тепловизор PI 1 М. Краевой угол смачивания измерялся на основе изображений, полученных высокоскоростной камерой CP70-2-M/C-1000.

2.4 Селективное лазерное плавление

Процесс лазерного синтеза алюминиевого сплава AlSi10Mg и АКМ на его основе производился на установке селективного лазерного плавления Addsol D50. Установка оснащена иттербиевым волоконным инфракрасным лазером YLR-400-WC (IPG Photonics) с длиной волны 1070 нм и диаметром пучка 80 мкм (Рисунок 19).



Рисунок 19 – Установка селективного лазерного плавления Addsol D50

Во избежание окисления процесс СЛП осуществлялся в инертной среде аргона с содержанием кислорода менее 100 ppm. Подробные технические параметры установки приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Технические параметры установки Addsol D50

Параметр	Значения
Мощность, Вт	400
Скорость сканирования, мм/с	10000
Содержание кислорода, ppm	Менее 100
Диаметр стола построения, мм	50
Высота построения, мм	110
Диаметр пучка лазера, мкм	80
Температура стола построения, С	150

Нарезание 3Д моделей и установка стратегий сканирования, режимов синтеза проводилось в специальном программном обеспечении Gliser (ATSS, Россия). Для минимизации остаточных напряжений использовался поворот стратегии сканирования между слоями в 67 градусов. Материал платформы построения – алюминий, что обеспечивает хороший металлургический контакт между синтезируемым изделием и платформой построения. Образцы для испытаний синтезировались с использованием поддерживающих структур.

2.5 Механические испытания

Механические испытания по методу одноосного растяжения проводились на двухколонной машине Instron 5569 при комнатной температуре с использованием видеоэкстензометра для измерения деформаций. Максимальная нагрузка установки 5000 Н. Образцы в виде лопаток для растяжения были аддитивно изготовлены без дополнительной постобработки и без использования поддерживающих конструкций. Диаметр и длина рабочей области составляли 3 и 12 мм соответственно. Скорость деформации при испытаниях составляла 0,5 мм/мин.

Микротвердость на предварительно отшлифованных и отполированных образцах определялась на установке Tukon 1102 по методу Виккерса с использованием алмазной пирамидки. Нагрузка при индентировании составляла 1 Н, а время погружения 10 с.

2.6 Анализ плотности

Для анализа плотности после процесса СЛП использовали методы металлографии, микрокомпьютерной томографии (МКТ) и гидростатического взвешивания.

Пробоподготовка для металлографии заключалась в шлифовке и полировке предварительно запрессованных в эпоксидной смоле образцов и дальнейшем анализе изображений сечений образца. Для съемки шлифа при разных увеличениях использовался оптический микроскоп Carl Zeiss Axio Observer Alm, в то время как количество пор в образце оценивалось с использованием программного обеспечения ImageJ.

Объемный метрологический контроль кубических образцов проводился с помощью рентгеновской микрокомпьютерной томографии на приборе Nordson DAGE NT500 XD7600NT Ruby. Размер вокселя составлял 14 мкм, что обеспечивает возможность

обнаружения мелких дефектов. Время съемки кубического образца при ускоряющем напряжении 160 кВ составило 30 минут.

Анализ плотности методом гидростатического взвешивания проводился на аналитических весах с платформой для метода Архимеда. Значения плотности определялись согласно формуле (6):

$$\rho = m_{\text{возд}} \frac{\rho_{\text{жид(Т)}}}{m_{\text{возд}} - m_{\text{жид}}} \quad (6)$$

где ρ – абсолютная плотность образца, $\rho_{\text{жид(Т)}}$ – плотность жидкости при определенной температуре, $m_{\text{возд}}$, $m_{\text{жид}}$ – масса образца на воздухе и в жидкости соответственно.

2.7 Анализ микроструктуры

Для анализа микроструктуры образцы помещались в силиконовые формы и заливались эпоксидной смолой. Шлифовка и полировка проводилась на станке PolyLab P12Mk. Для выявления микроструктурных особенностей образцы протравливались реактивом Келлера (1 % HF, 1,5 % HCl, 2,5 % HNO₃, 95 % дистиллированная вода) и исследовались на СЭМ Vega 3.

Фазовый состав был изучен с помощью дифрактометра Tongda TDM-20 с Cu-K α -излучением в режиме пошагового сканирования с выдержкой 2 с. Идентификация проводилась с использованием базы данных PDF 2 (2004).

2.8 Анализ шероховатости

Морфология боковых и верхних поверхностей кубических образцов была исследована для значений толщины слоя. Профиль поверхности был получен с помощью лазерного сканирующего конфокального микроскопа OLS5000-SAF. Шероховатость поверхности Ra измерялась в соответствии со стандартом ISO 4287 в центральной части ребра на участке размером 2,5×2,5 мм. Каждое представленное значение Ra было усреднено по результатам трех измерений.

2.9 Анализ однородности распределения керамических частиц в матрице

Оценка однородности распределения армирующего компонента в матрице осуществлялась в несколько этапов:

- Получение микроструктурных изображений. Регистрация микроструктуры в режиме обратно отраженных электронов (BSE) на СЭМ. Данный режим позволяет детектировать как исходные керамические частицы, так и вторичные фазы за счет Z-контрастного изображения.

- Обработка СЭМ изображений. Полученные изображение преобразовывались в формат оттенков серого с последующей бинаризацией в программном обеспечении (ПО) ImageJ;

- Построение диаграмм Вороного. На основе координат детектированных частиц осуществлялось построение диаграмм Вороного в ПО ImageJ;

- Статистический анализ. Выполнялось построение гистограмм распределения размеров ячеек Вороного и расчет параметра ширины распределения для количественной оценки однородности.

Диаграмма Вороного представляет собой разбиение плоскости на полиэдры (ячейки), построенные относительно точек (керамических частиц). Внутри каждой ячейки любая точка пространства находится ближе к центру соответствующей частицы, нежели к любой другой. Таким образом, диаграмма Вороного отражает пространственное расположение частиц на плоскости сечения.

В случае кластеризации частиц наблюдается локальное уменьшение размера ячеек в местах скопления армирующего наполнителя и увеличение размера ячеек в областях с отсутствием кластеров. Напротив, при равномерном распределении частиц в матрице размеры ячеек одинаковые. Пример построения диаграмм Вороного проиллюстрирован на рисунке 20.

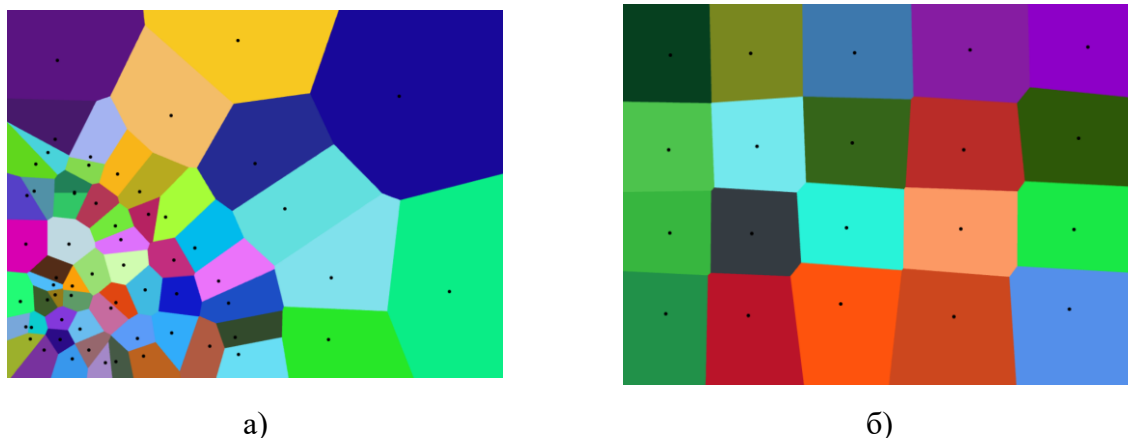


Рисунок 20 – Изображение полиэдров Вороного для неоднородной (а) и однородной структуры (б)

Анализ геометрических параметров ячеек Вороного позволяет количественно оценить однородность распределения керамических частиц. Если диаграмма Вороного характеризуется узким распределением размеров ячеек (преобладают полигоны близкой площади), то армирующий наполнитель считается равномерно распределенным в матрице. В случае, когда гистограмма распределения размеров ячеек Вороного характеризуется значительным разбросом (присутствуют как мелкие, так и крупные ячейки), это свидетельствует о низкой однородности структуры и наличии кластеризации частиц.

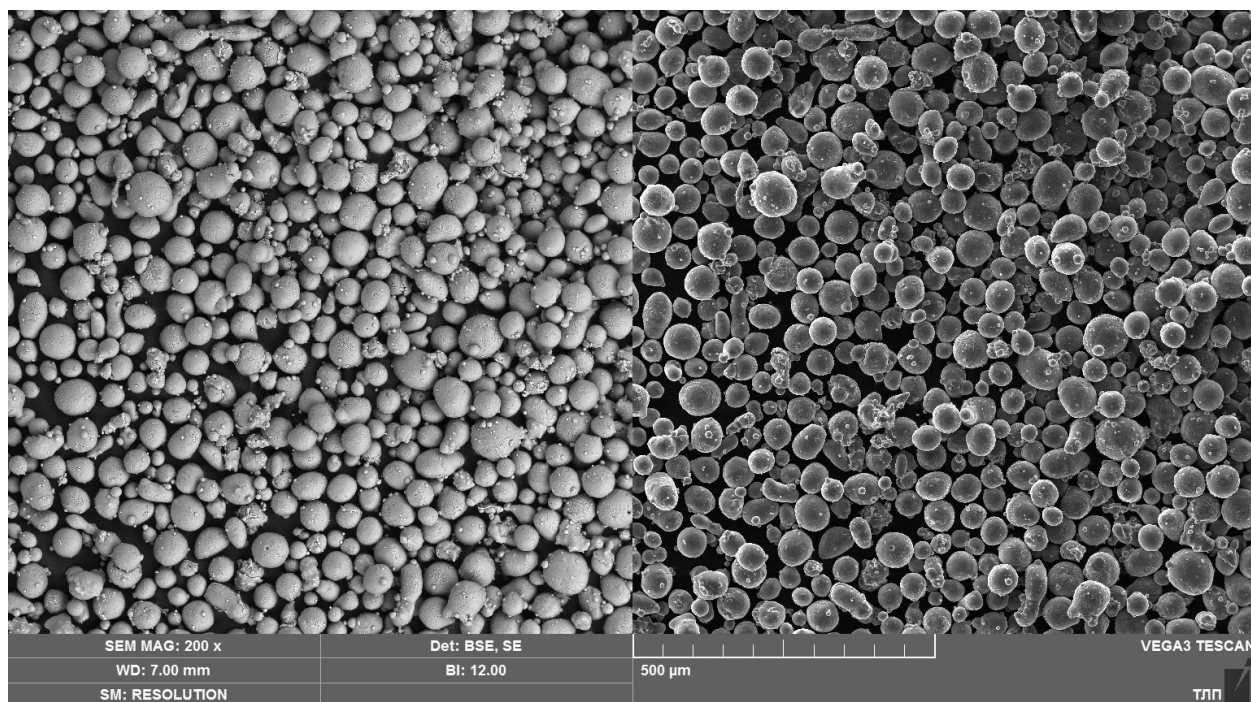
Глава 3. Оптимизация процесса селективного лазерного плавления AlSi10Mg

3.1 Анализ влияния единичного лазерного сканирования на AlSi10Mg

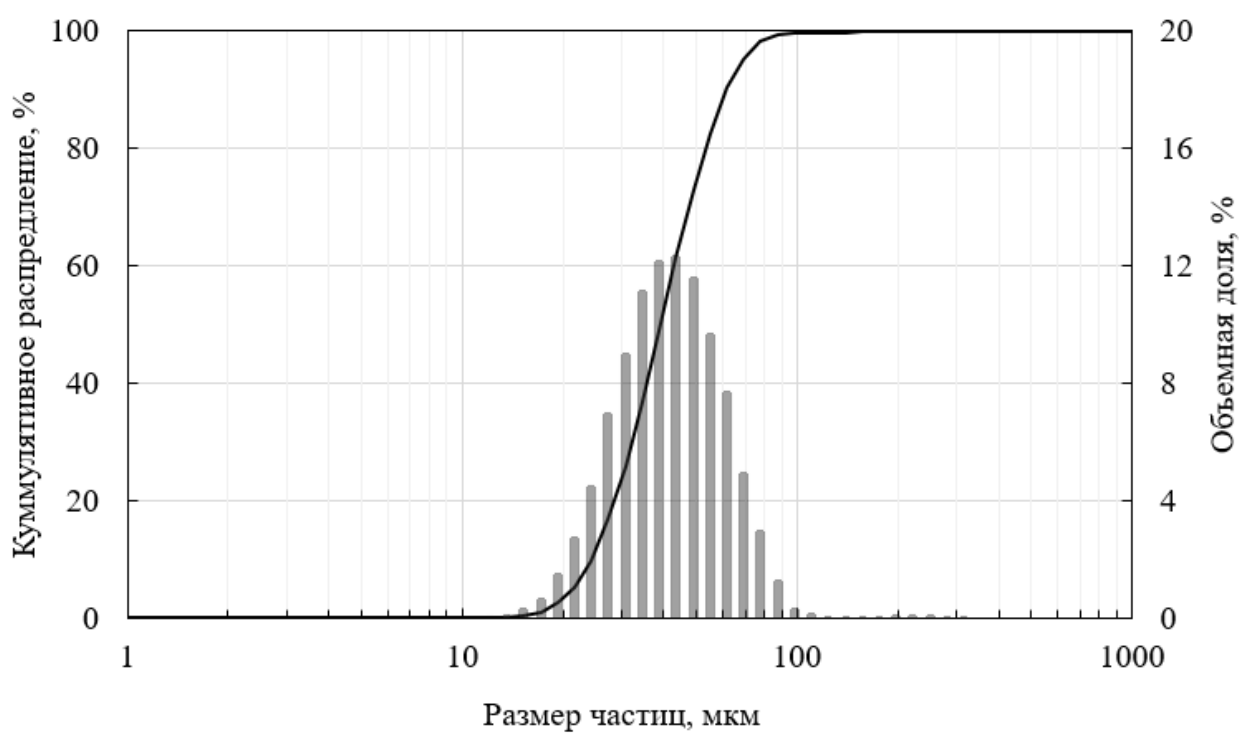
Процесс селективного лазерного плавления (СЛП) – один из наиболее перспективных методов аддитивного производства, получивший широкое применение в аэрокосмической, биомедицинской, автомобильной и других отраслях промышленности. Популярность СЛП обусловлена возможностью изготовления изделий сложной геометрической конфигурации с высокой точностью и разрешением, что позволяет минимизировать объем последующей механической обработки [140].

Одним из востребованных материалов для СЛП является алюминиевый сплав AlSi10Mg, обладающий отличной свариваемостью, коррозионной стойкостью и низким коэффициентом теплового расширения. Однако технология послойного синтеза, лежащая в основе аддитивного производства, характеризуется относительно низкой производительностью. Учитывая, что модификация конструкции оборудования представляет собой дорогостоящий и технически сложный процесс, одним из наиболее перспективных направлений повышения производительности СЛП является оптимизация параметров лазерного синтеза для сплава AlSi10Mg.

В качестве исходного материала использовался коммерческий порошок AlSi10Mg полученный методом газовой атомизации, предоставленный компанией РУСАЛ. Морфология частиц порошка исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Установлено, что порошок AlSi10Mg характеризуется высокой степенью сферичности частиц с небольшим количеством сателлитов на поверхности (Рисунок 21а). Гранулометрический анализ частиц показал, что порошок имеет одномодальное, нормальное распределение по размерам (Рисунок 21б) с медианным размером частиц – 39 мкм. Химический состав порошка AlSi10Mg: Al – 88,55 масс. %; Si – 10,70 масс %; Mg – 0,35 масс %; Cu – 0,10 масс %; Fe – 0,2 масс %; примеси – менее 0,10 масс. %.



а)



б)

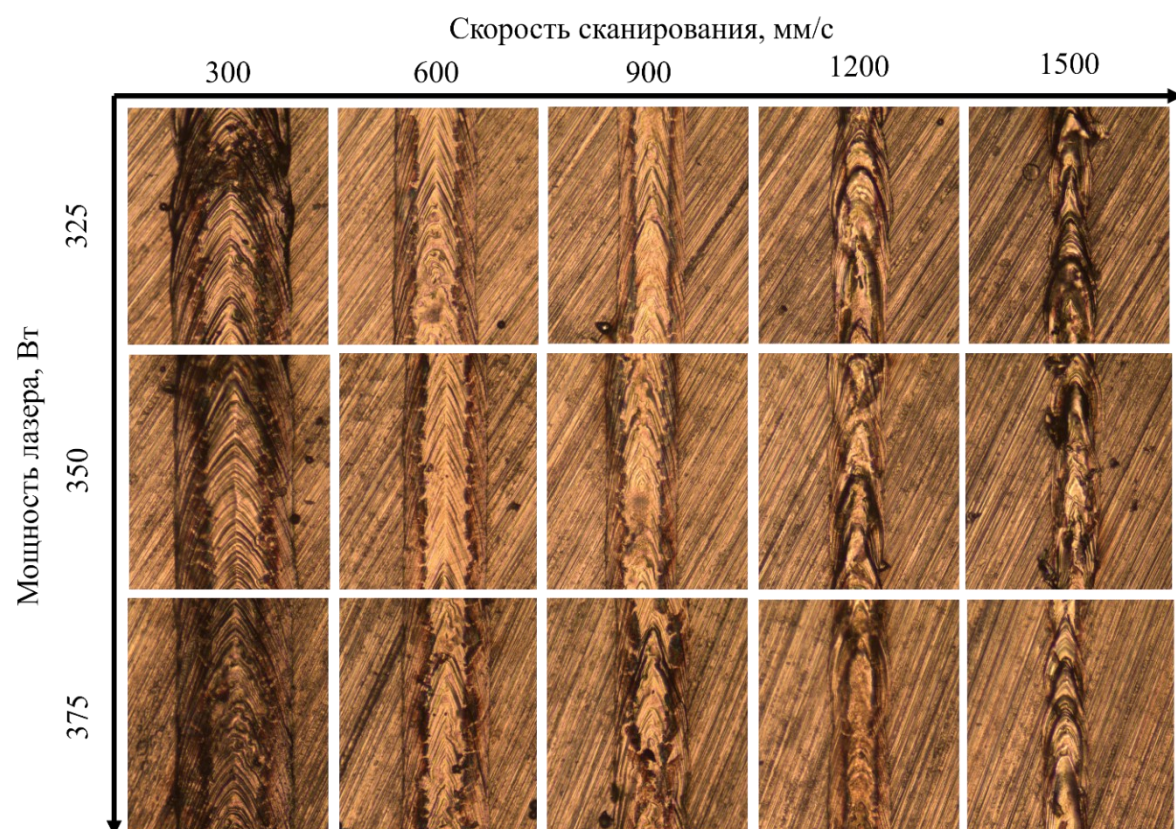
Рисунок 21 – СЭМ изображение морфологии частиц (а) и гистограмма распределения размеров частиц (б) порошка AlSi10Mg

Повышение производительности процесса СЛП можно достигнуть путем увеличения скорости сканирования или толщины наносимого порошкового слоя. Однако

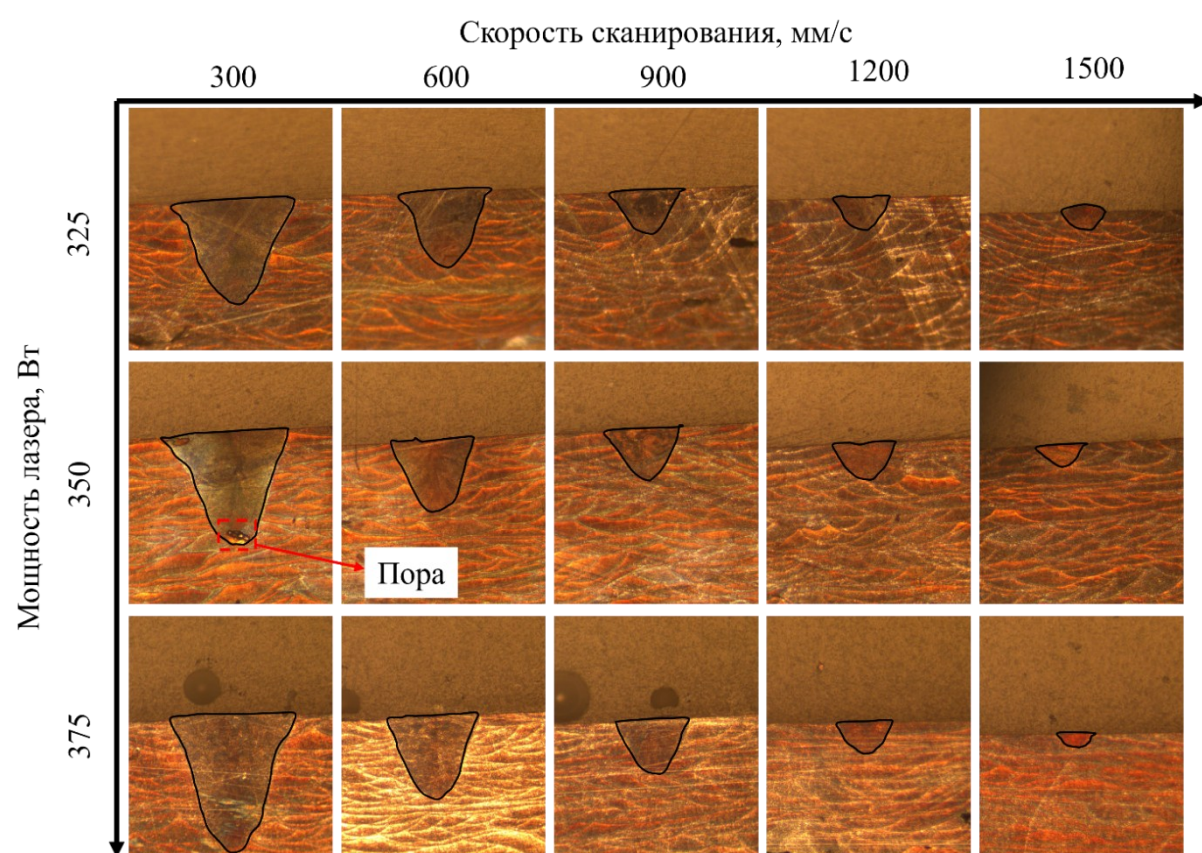
повышение скорости сканирования при неизменных остальных параметрах процесса приводит к снижению объемной плотности энергии, что негативно влияет на плотность синтезируемых изделий [104,105]. Дополнительным фактором, ограничивающим возможность увеличения скорости сканирования, является высокая отражательная способность алюминиевых сплавов. В инфракрасном диапазоне длин волн поглощается лишь 5-15 % энергии лазерного излучения. В связи с этим значение объемной плотности энергии процесса должно оставаться относительно высоким, для достижения высокой плотности.

С другой стороны, увеличение толщины порошкового слоя представляет собой перспективный путь для значительного повышения производительности процесса СЛП. Однако данный подход требует детального исследования по влиянию данного параметра на микроструктуру и механические свойства получаемого материала. Для комплексной оценки возможности ускорения процесса лазерного синтеза $AlSi10Mg$ необходимо исследовать процесс взаимодействия лазерного излучения с порошковым слоем. В связи с чем в данной работе было использовано единичное сканирование аддитивно изготовленной платформы для анализа ширины и глубины ванны расплава, а также стабильности формируемой дорожки.

Был проведен эксперимент по единичному сканированию подложки с различной скоростью сканирования (300 – 1500 мм/с) при мощности лазера 325, 350 и 375 Вт. Для оценки стабильности отсканированной дорожки использовалась оптическая микроскопия (Рисунок 22а) [106]. Можно отметить, что использование низкой скорости сканирования (300 мм/с), которая сопровождается высокой плотностью энергии, приводит к образованию широкой дорожки (~ 0,4 мм). С увеличением скорости сканирования ширина дорожки закономерно уменьшается до 0,14-0,15 мм, что является оптимальным значением при использовании расстояния между проходами лазера в 80 мкм. Ширина в 150 мкм обеспечивает достаточное перекрытие соседних дорожек для качественного металлургического контакта. В настоящем эксперименте морфология отсканированной дорожки при скорости 1500 мм/с была неоднородной. В данном случае это связано с использованием подложки с полированной поверхностью, из-за чего большая часть лазерного излучения отражается. Использование в процессе СЛП порошкового слоя способствует лучшему поглощению излучения лазера из-за многократного переотражения от частиц порошка. Таким образом образуется более стабильная и глубокая ванна расплава.



а)



б)

Рисунок 22 – Изображение единичного сканирования AlSi10Mg сверху (а) и сбоку (б)

Анализ единичной морфологии дорожки показал, что соотношение глубины к ширине возрастает при снижении скорости сканирования. Скорость сканирования 300 мм/с способствует формированию ванны расплава с соотношением $\sim 1,2$, что свидетельствует о переходе в режим глубокого проплавления. В таком случае на дне ванны расплава возможно образование пор замочной скважины, как продемонстрировано на рисунке 22 при мощности лазера 350 Вт и скорости сканирования 300 мм/с. С дальнейшим увеличением скорости сканирования до 1500 мм/с соотношение глубины ванны расплава к ее ширине составило менее 1. При этом глубина проплавления остается достаточной для полного расплавления порошкового слоя и обеспечения хорошего металлургического контакта с ранее закристаллизованным слоем металла.

Анализ дорожки в продольном сечении (Рисунок 23) при скорости сканирования 600 мм/с выявил нестабильность глубины ванны расплава вдоль направления сканирования (амплитуда колебаний составила 24 %) [106].

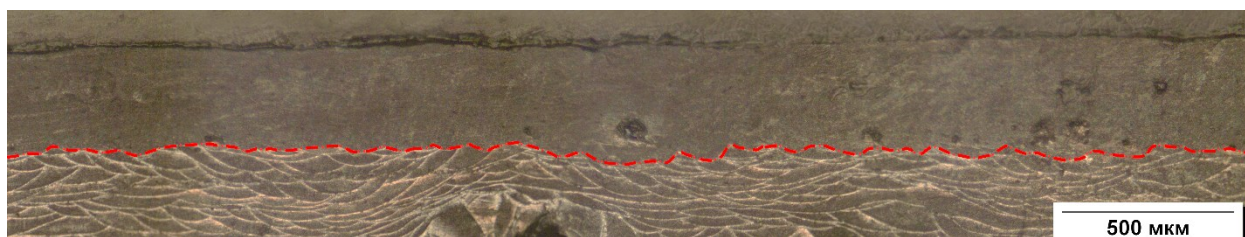


Рисунок 23 – Изображение продольного сечения единичной дорожки AlSi10Mg (Мощность лазера – 350 Вт, скорость сканирования – 600 мм/с) [106]

Данная флуктуация обусловлена температурной зависимостью поглощательной способности сплава AlSi10Mg в инфракрасном диапазоне. Формирование глубокой ванны расплава сопровождается неравномерным распределением излучения и как следствие температуры в объеме расплава, что приводит к локальному изменению коэффициента абсорбции излучения и глубины проплавления. В результате чего возможно преждевременное захлопывание канала замочной скважины и образование неравномерности по глубине.

3.2 Селективное лазерное плавление AlSi10Mg при различной толщине слоя

Для изучения структуры сплава AlSi10Mg были синтезированы объемные образцы (куб с длиной ребра 5 мм) методом СЛП. На основании единичного сканирования были

определены следующие параметры синтеза: мощность лазера – 325-375 Вт; скорость сканирования от 300 до 1800 мм/с; толщина слоя от 30 до 90 мкм [107]. Подробно параметры процесса СЛП алюминиевого сплава AlSi10Mg изложены в Таблица 5.

Таблица 5 – Технологические параметры СЛП образцов из AlSi10Mg

Параметр процесса LPBF	Значения
Мощность лазера P, Вт	325, 350, 375
Скорость сканирования V, мм/с	300, 600, 900, 1200, 1500, 1800
Толщина слоя t, мкм	30, 50, 70, 90
Диаметр лазерного луча, мкм	80
Расстояние между створками h, мкм	80
Поворот угла штриховки, °	67
Компенсация луча, мкм	50
Расстояние между контуром и штриховкой, мкм	100
Количество контурных сканирований	1
Содержание кислорода, ppm	<100

Следует отметить, что «толщина слоя» или шаг платформы построения не совпадает с физической толщиной порошкового слоя при нанесении его на сплавленный слой. Разница обусловлена усадкой порошкового слоя после сплавления частиц, поэтому физическая толщина порошкового слоя всегда больше шага платформы построения. Толщину порошкового слоя для i -го слоя можно рассчитать по формуле (7). Выражение (8) можно использовать для оценки стационарной толщины слоя порошка при различных коэффициентах усадки. Для сферического порошка с нормальным распределением частиц по размерам насыпная плотность составляет примерно половину плотности твердого вещества.

$$t_{\text{слой}}^i = t_{\text{шаг}} \frac{(1-f)^i - 1}{(1-f) - 1} \quad (7)$$

$$t_{\text{слой}}^{\text{стационарный}} = \lim_{i \rightarrow \infty} t_{\text{шаг}} \frac{(1-f)^i - 1}{(1-f) - 1} = \frac{t_{\text{шаг}}}{f} = \frac{p_{\text{п}}}{p_{\text{тт}}} \quad (8)$$

где $t_{\text{слой}}^i$ – толщина порошкового слоя для i -го слоя, $t_{\text{шаг}}$ – шаг платформы построения, f – коэффициент усадки порошка, $p_{\text{п}}$ – плотность порошка, $p_{\text{тт}}$ – плотность твердого тела.

График изменения толщины порошкового слоя для AlSi10Mg с насыпной плотностью 1,44 г/см³ и коэффициентом усадки порошка 0,537 при различном шаге платформы построения представлен на рисунке 24. Следует отметить, что при увеличении толщины слоя разница между начальной и стационарной толщиной слоя порошка значительно возрастает. Этот фактор необходимо учитывать, так как условия процесса существенно меняются до достижения значения. Поскольку все образцы синтезировались на поддерживающих конструкциях, влияние переменной толщины слоя порошка было исключено. Хотя истинная толщина слоя порошкового слоя важна для понимания процесса и механизмов лазерного синтеза, в дальнейшем будет использоваться параметр толщины слоя в общепринятом значении (шаг платформы построения), чтобы упростить воспроизведение и сравнение представленных результатов.

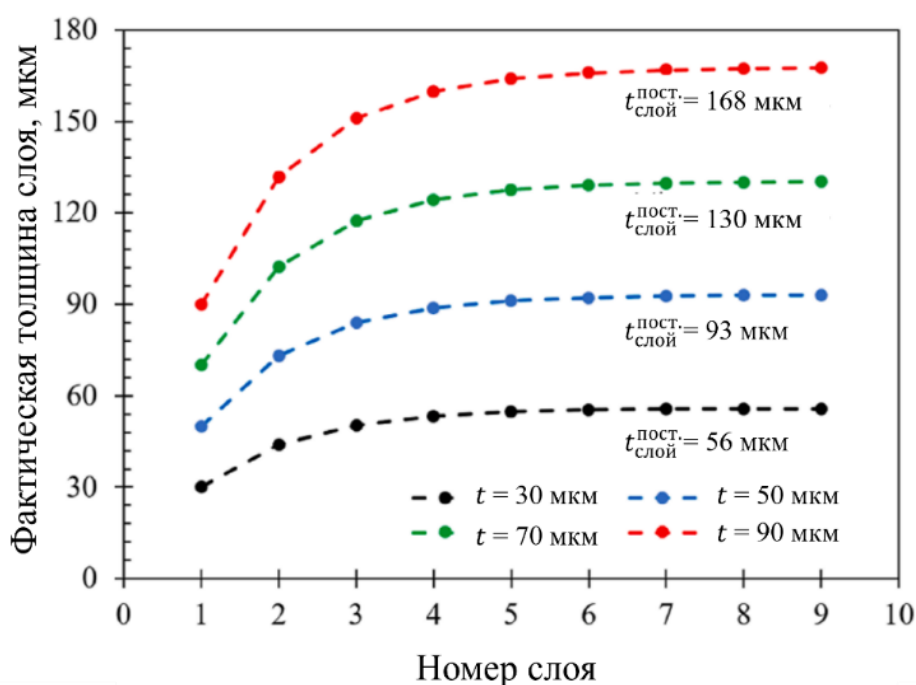


Рисунок 24 – Изменение физической толщины слоя при различном шаге платформы построения [107]

На основании выбранных параметров процесса СЛП (Таблица 5) были синтезированы кубические образцы (Рисунок 25) для последующей оценки дефектности материала. Диапазон варьирования параметров лазерного синтеза был выбран таким образом чтобы обеспечить получение образцов как при высокой, так и при низкой объемной плотности энергии. Такой подход позволяет охватить широкий спектр технологических условий и выявить закономерности влияния параметров процесса на формирование дефектов.

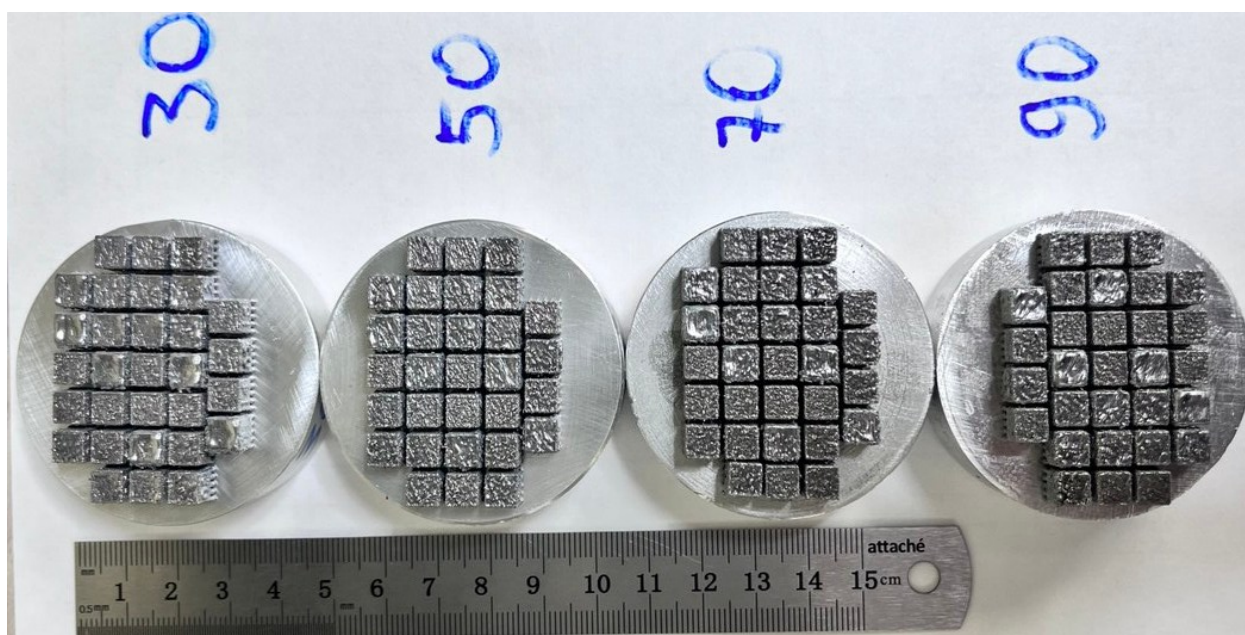
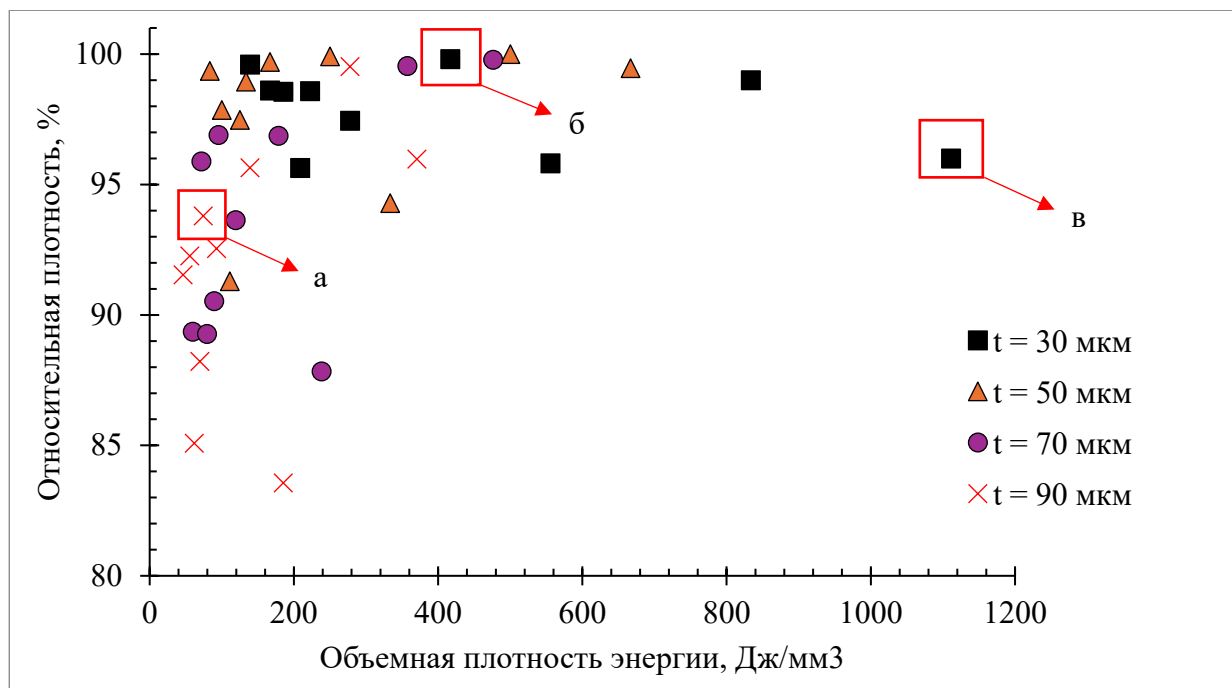


Рисунок 25 – Кубические образцы AlSi10Mg, изготовленные СЛП при толщине слоя 30-90 мкм

На основе металлографического анализа можно утверждать, что сплав AlSi10Mg синтезируется с высокими значениями относительной плотности (более 99,9 %) при толщинах слоя 30 и 50 мкм [107]. С дальнейшим увеличением толщины слоя (70 и 90 мкм) дефектность материала значительно увеличивается. Такой эффект связан с необходимостью использования большей объемной плотности энергии (Рисунок 26а).



а)



б)

в)

г)

Рисунок 26 – Зависимость относительной плотности от объемной плотности энергии для сплава AlSi10Mg (а) и внешний вид пор несплавления (б), металлургических (в), замочной скважины (г)

Анализ дефектности синтезированных образцов выявил прямую зависимость типа дефектов от величин объемной плотности энергии [107]. Избыточная энергия в процессе СЛП приводит к формированию пор типа замочной скважины (Рисунок 26г). В то же время низкие значения плотности энергии характеризуются высокой пористостью, обусловленной образованием дефектов типа недостаточного сплавления (Рисунок 26б).

Дефекты несплавления возникают вследствие недостаточной энергии для проплавления всей толщины наносимого порошкового слоя и обеспечения металлургической связи с подложкой. Как показано на рисунке 26, вероятность образования таких дефектов существенно возрастает с увеличением толщины слоя. В частности, для слоя толщиной 90 мкм требуется значительное повышение объемной плотности энергии для обеспечения проплавления суммарной толщины слоя более 170 мкм (с учетом необходимости переплавления предыдущего слоя) [107].

Напротив, использование высокой мощности лазера в сочетании с низкой скоростью сканирования способствует формированию глубокой ванны расплава. С увеличением глубины ванны расплава ее стабильность уменьшается, что связано с повышением количества переотраженного излучения внутри ванны расплава. В результате газ, который образуется при испарении расплава AlSi10Mg (2518°C), запечатывается при схлопывании ванны расплава, образуя поры замочной скважины.

Оптимальные параметры лазерного синтеза, которые обеспечивали высокую относительную плотность при минимальном количестве металлургических пор, были достигнуты при скоростях сканирования – 1500 и 1800 мм/с, мощности лазера – 350 Вт, толщине слоя – 30, 50 мкм.

Определение дефектности методом Архимеда или гидростатическим взвешиванием основано на измерении массы образца на воздухе и в жидкости в сравнении с абсолютным значением плотности 2,68 г/см³ для AlSi10Mg по формуле 6, приведенной в главе 2. На основании чего на рисунке 27а-г приведены графики зависимости относительной плотности от скорости сканирования при разных мощностях лазерного излучения.

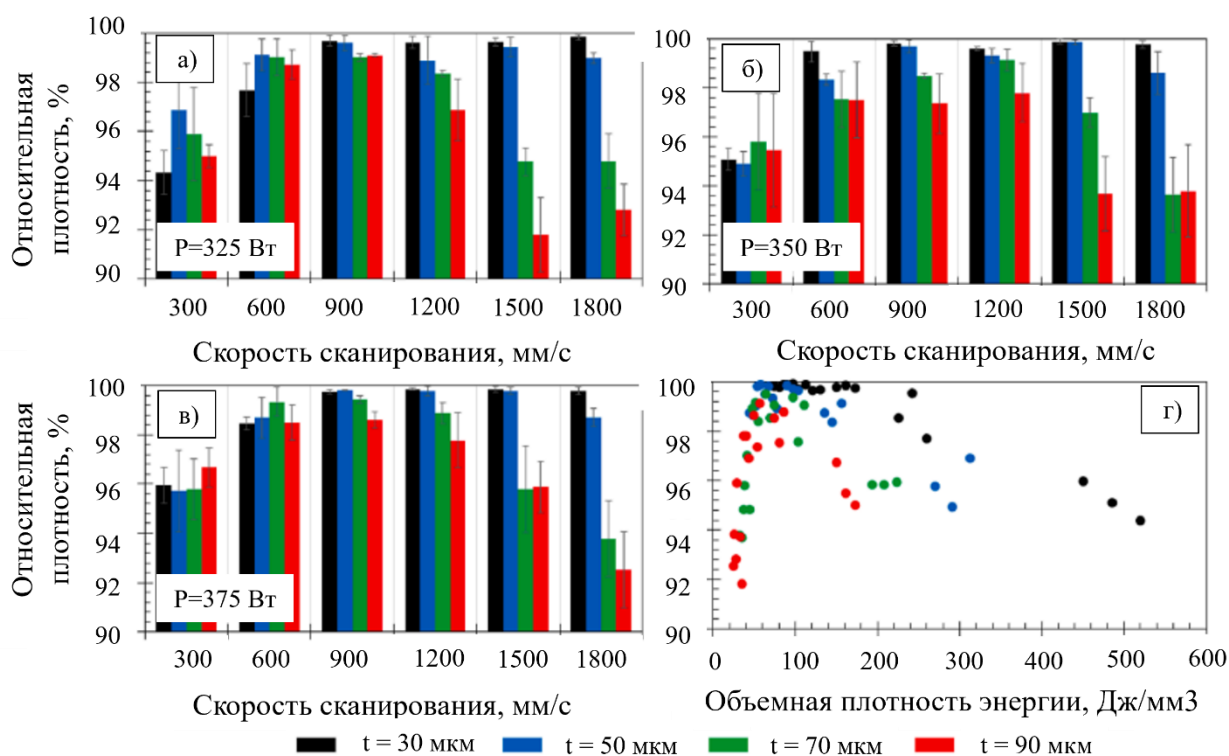


Рисунок 27 – Результаты измерения относительной плотности методом Архимеда для образцов, изготовленных при мощности лазера 325 (а), 350 (б), 375 Вт (в), и зависимость плотности от объемной плотности энергии (г)

При скорости сканирования 300 мм/с было обнаружено значительное количество дефектов (от 4 до 6 %) при всех значениях толщины слоя, что также наблюдали по результатам металлографии. При более высоких скоростях сканирования относительная плотность снижается из-за наличия дефектов несплавления (4–8 % пор). Такая же тенденция наблюдалась при всех значениях толщины слоя. Однако для образцов с большей толщиной слоя снижение плотности было более значительным. Это прежде всего связано с флуктуацией ванны расплава, что сопровождается локальным изменением глубины проплавления и как следствие образованием пор несплавления (рисунок 27а-в).

Стандартная толщина слоя 30 мкм обеспечивала высокую относительную плотность материала в широком диапазоне скоростей сканирования (900–1800 мм/с) при всех значениях мощности лазера. При толщине слоя 50 мкм относительная плотность более 99 % достигалась в более узком диапазоне скоростей сканирования. Образцы, синтезированные при скорости сканирования 900–1500 мм/с, практически независимо от мощности лазера, имели небольшое количество дефектов, однако наилучшее качество синтеза достигалось при скорости 1500 мм/с [107]. На рисунке 27б, в хорошо видно, что при более высокой мощности лазера (350 и 375 Вт) образцы, изготовленные со скоростью 1500–1800 мм/с, демонстрируют более высокую плотность. Аналогичные результаты были получены при толщине слоя 90 мкм, однако для всех образцов наблюдалось дальнейшее увеличение дефектности [107]. Таким образом, было показано, что для образцов, синтезированных со слоем толщиной 50 мкм, можно получить достаточно высокие значения относительной плотности в более узком окне технологических параметров.

Рисунок 27г показывает, что зависимости относительной плотности от объемной плотности энергии в основном представлены параболическими кривыми с экстремумами при значениях ~ 90 Дж/мм³ [107]. Как видно, при стандартной толщине слоя уменьшение относительной плотности более заметно в диапазоне более высоких значений плотности энергии, в то время как при увеличении толщины слоя относительная плотность снижается сильнее при более низких значениях объемной плотности энергии. Таким образом, квазиоптимальные условия процесса смещаются при изменении толщины слоя. Следует отметить, что некоторые точки на кривых отклоняются от параболической зависимости. Эти отклонения показывают, что объемная плотность энергии не может служить инвариантным или однозначно определяющим показателем для описания процесса в сильно различающихся условиях (в данном случае — при разной толщине слоя) [107].

Свойства материала, произведенного методом СЛП, зависят от относительной плотности, но не линейным образом. Следует отметить, что некоторые образцы могут демонстрировать недостаточную прочность, несмотря на высокие показатели плотности (>

99 %) из-за формы, размера, распределения пор и т. д. Для определения морфологии пор была выполнена МКТ всех кубических образцов. Реконструированный 3D-вид пор для некоторых образцов показан на рисунке 28. Репрезентативные изображения были выбраны, чтобы показать морфологию, распределение и размеры сформированных пор. На рисунке 28а представлено типичное изображение образцов, изготовленных со скоростью сканирования 300 мм/с. Внутри образцов много пор, в основном округлой формы, что обусловлено причинами, описанными ранее. На рисунке 28б показан образец, синтезированный при условиях, близких к оптимальным для толщины слоя 50 мкм. На рисунке 28в, г показаны поры в образцах с толщиной слоя 70 и 90 мкм соответственно. Видно, что увеличение толщины слоя приводит к образованию более крупных пор неправильной формы. Следует отметить, что во многих образцах поры имеют разную форму (в зависимости от направления роста), а именно: в нижней части образцов наблюдаются сферические поры размером около 50 мкм, а в остальной части — поры неправильной формы (Рисунок 28в-г). С другой стороны, в образцах с избыточной плотностью лазерной энергии нет ни видимого перехода, ни мелких пор снизу (Рисунок 28а).

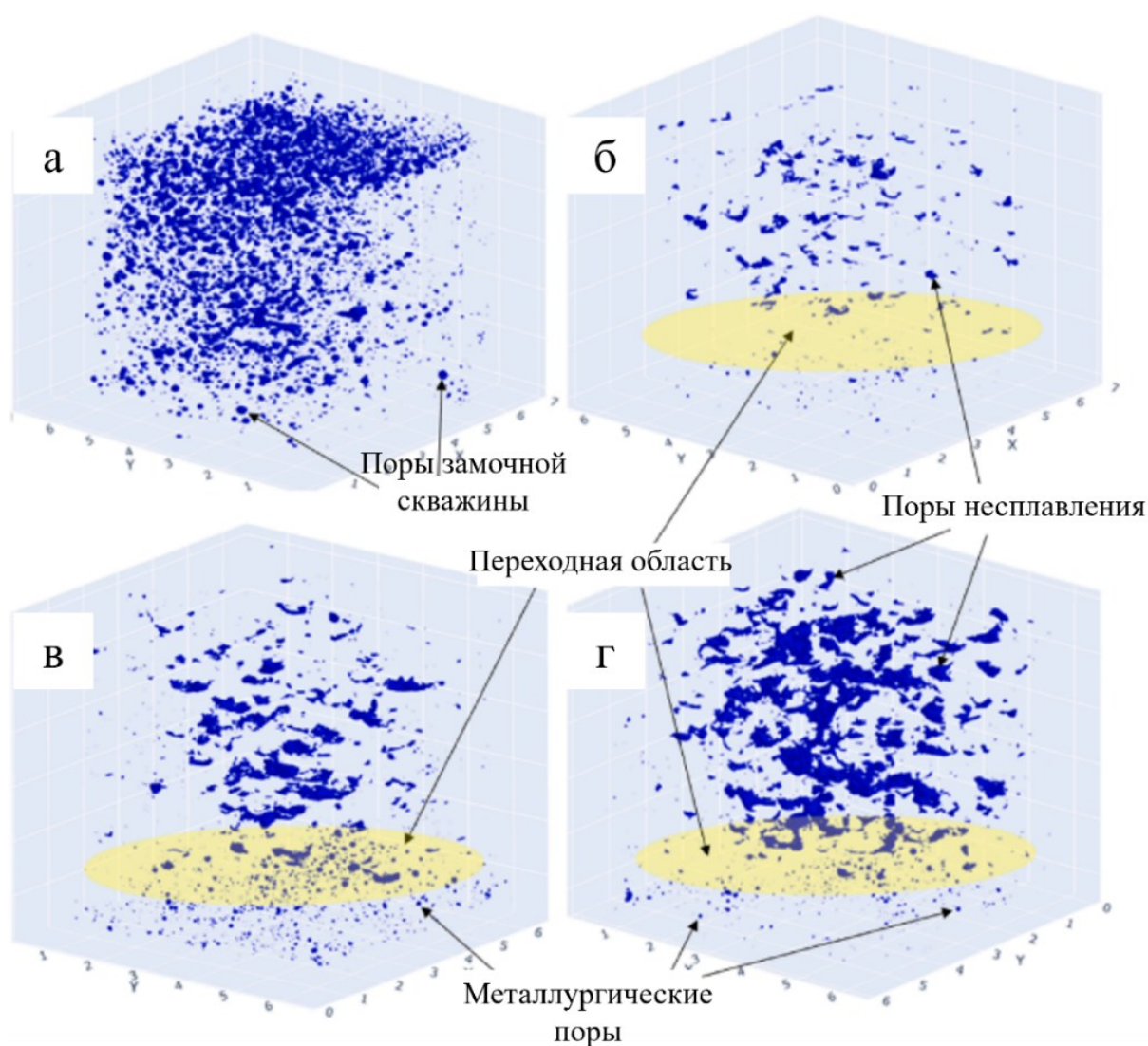


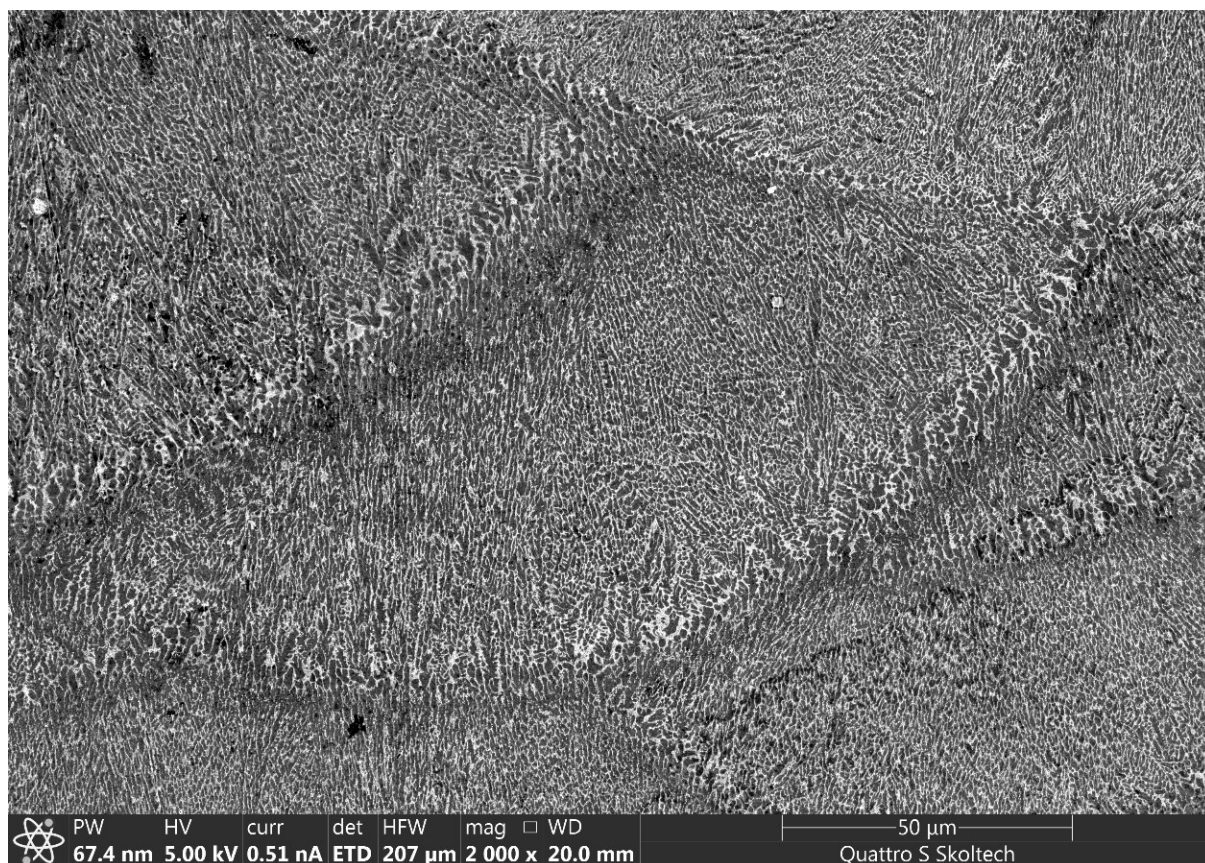
Рисунок 28 – MKT образцов при толщине слоя 30 (а), 50 (б), 70 (в) и 90 (г) мкм при скорости сканирования 300 (а) и 1200 (б-г) мм/с

Переход от одной морфологии к другой в направлении роста связан со следующим механизмом. Порошковая среда представляет собой материал с открытой пористой структурой и заключенным в ней газом. Миграция всех пузырьков из зоны расплава является необходимым условием для предотвращения образования пор, вызванных захлопыванием газа при кристаллизации. Конвективные потоки и эффект Марангони могут способствовать подъему пузырьков, а многократный переплав значительно повышает вероятность выхода газа на поверхность ванны расплава. Однако при плавлении в режиме проводимости (без кипения) конвективные потоки и эффект Марангони выражены не так сильно, как при режиме замочной скважины. Кроме того, нижняя поверхность любой детали (первый слой порошка, подвергающийся штриховке) имеет область, которая переплавляется только один раз при любом сочетании параметров процесса. Толщина этой

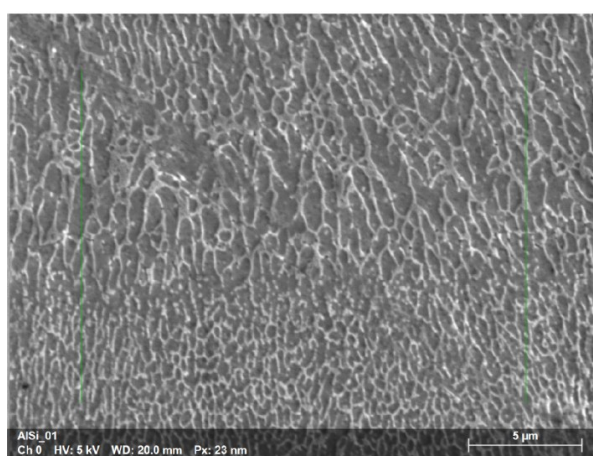
области линейно зависит от толщины слоя. Таким образом, количество газа, остающегося в слое порошка, и вероятность того, что пузырьки останутся в затвердевшем металле, заметно возрастают с увеличением толщины слоя. В результате на дне образцов с недостаточной или умеренной объемной плотностью энергии образовались металлургические поры. Переход от образования металлургических пор к дефектам недостаточного сплавления становится более заметным, когда участок материала подвергается многократному переплаву, что позволяет практически полностью избавиться от пузырьков. Несмотря на то, что при сплавлении порошка в режиме замочной скважины участок подвергается лазерному сканированию только один раз, предположительно, конвективные потоки и эффект Марангони обеспечивают достаточное перемешивание в ванне расплава для удаления большинства металлургических пор. Однако, как видно из результатов микрокомпьютерной томографии, такие условия обработки не подходят для практического применения, поскольку приводят к образованию множества пор в виде замочных скважин по всему объему.

3.3 Анализ микроструктуры AlSi10Mg при различной толщине слоя

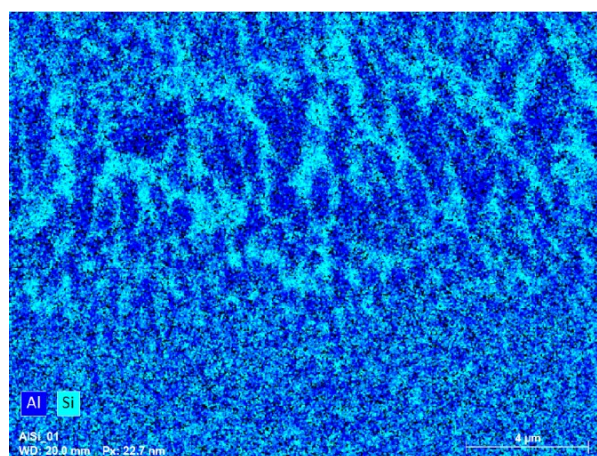
Типичная микроструктура объемных образцов в масштабе кристаллизационной ванны показана на рисунке 29а. Алюминиевая матрица заполнена непрерывными ветвями кремния в форме коралла, как показано на рисунке 29б. Химическое картирование (Рисунок 29в) подтверждает образование кремниевых волокон между эвтектикой Al–Si во всех исследованных образцах. Необходимо различать зеренную структуру в объеме центра ванны и на границе ее кристаллизации. При толщине слоя 30 мкм вдоль границы ванны видны вытянутые зерна, а в центральной части больше равноосных зерен [107].



а)



б)



в)

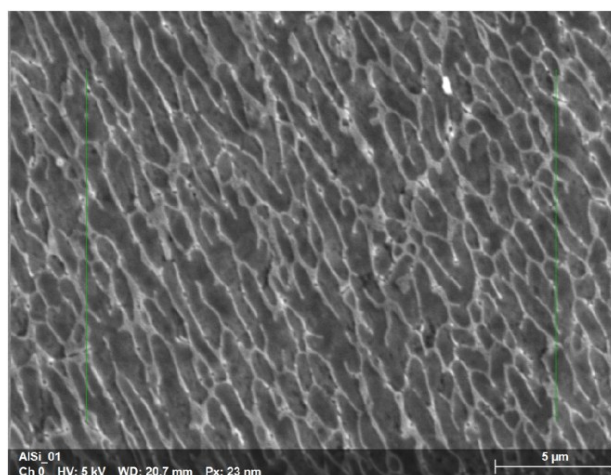
Рисунок 29 – Микроструктура AlSi10Mg в масштабе ванны расплава при толщине слоя 30 мкм (а) и увеличенная структура кремниевой сетки (б) с элементным картированием (в)

При толщине слоя 90 мкм микроструктура представлена более глубокими ваннами расплава (Рисунок 30а). Вытянутые зерна, как и при толщине слоя 30 мкм присутствовали на границах ванны расплава, но в центральной части количество равноосных зерен значительно уменьшилось (Рисунок 30б-в). В направлении фронта кристаллизации преобладали зерна вытянутой формы. Предположительно, это изменение происходит из-за

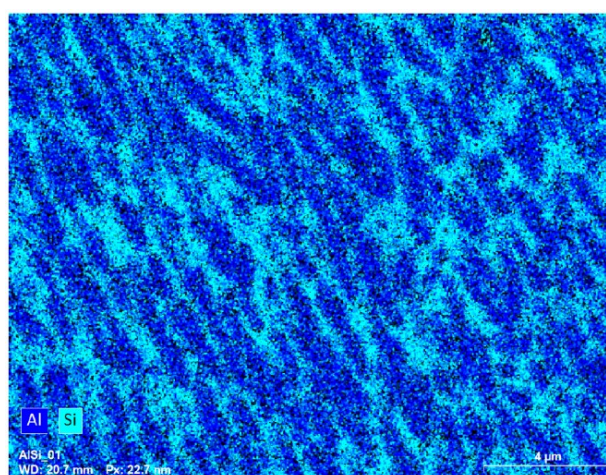
увеличения объема расплава, что приводит к изменению кинетики кристаллизации и росту зеренной структуры вдоль фронта кристаллизации [107].



а)



а)



б)

Рисунок 30 – Микроструктура AlSi10Mg в масштабе ванны расплава при толщине слоя 90 мкм (а) и увеличенная структура кремниевой сетки (б) с элементным картированием (в)

При толщине слоя 30 мкм глубина ванны расплава достаточно глубокая для повторного расплавления всего ранее затвердевшего слоя. Таким образом, большая часть

ванны расплава почти со всех сторон окружена твердым металлическим материалом с высокой теплопроводностью, обеспечивающим быстрое и равномерное рассеивание тепла, что приводит к образованию в ее центре почти равноосных зерен. При толщине слоя 90 мкм область переплавленного материала предыдущего слоя уменьшается, а значит, больший объем расплава оказывается окружен порошком, что приводит к меньшему отводу тепла в стороны и усилению теплоотвода вдоль фронта кристаллизации. Это, в свою очередь, приводит к образованию более вытянутых зерен в центральных областях расплава.

3.4 Анализ шероховатости AlSi10Mg после СЛП

У технологии СЛП с увеличенной скоростью выращивания есть предсказуемый недостаток – ухудшение качества поверхности, то есть увеличение ее шероховатости. Этот аспект следует учитывать при выборе технологии с увеличенной толщиной слоя, поскольку качество поверхности влияет на усталостную прочность и в некоторых случаях требует механической обработки [108]. Таким образом, было изучено влияние условий процесса на шероховатость верхней и боковых поверхностей. Нижняя поверхность не учитывалась, так как образцы изготавливались на опорных конструкциях. Зависимости шероховатости поверхности от толщины слоя показаны на рисунке 31 с цветовой кодировкой значений объемной плотности энергии.

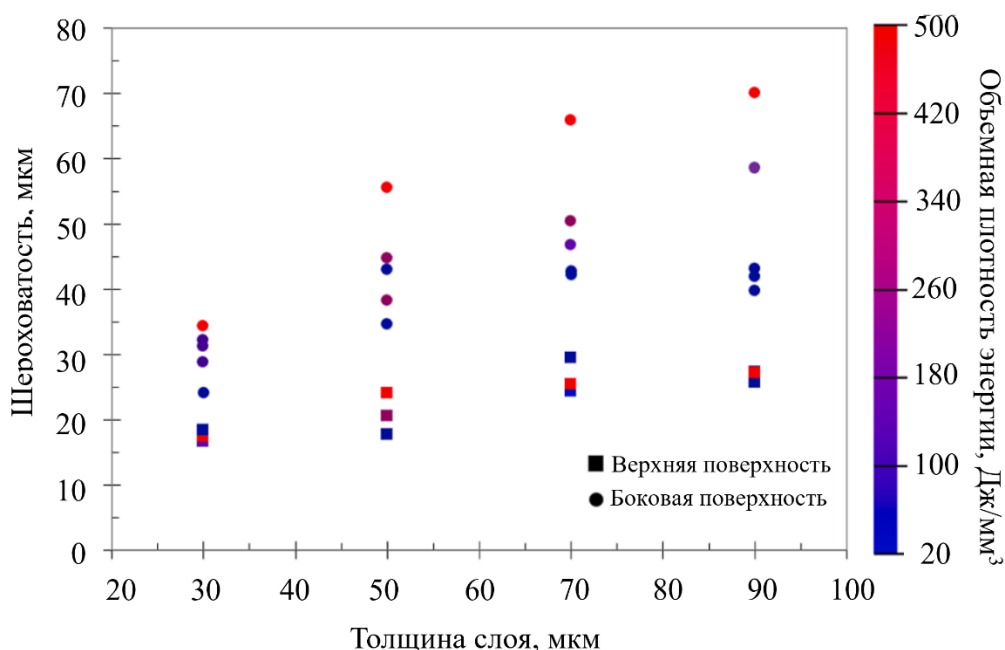


Рисунок 31– Зависимость шероховатости верхней и боковых поверхностей образцов AlSi10Mg от толщины слоя и объемной плотности энергии

Верхняя поверхность образцов после обработки в стандартных технологических условиях ($t = 30$ мкм) имеет Ra 16–18 мкм, в то время как боковая поверхность имеет более высокое значение и разброс (Ra 24–34 мкм). Следует отметить, что верхняя поверхность всегда качественнее и менее шероховатая по сравнению с боковыми поверхностями. Увеличение толщины слоя привело к повышению шероховатости как верхней, так и боковых поверхностей.

Поскольку верхняя поверхность является последним слоем, подвергающимся сканированию, изменение шероховатости связано с морфологией ванны расплава. Увеличение толщины слоя приводит к менее стабильной ванне расплава, уменьшению контакта с предыдущим слоем и увеличению глубины ванны расплава. Как видно, колебания глубины ванны расплава приводят к ухудшению шероховатости поверхности ($Ra=25-30$ мкм). Этот результат дополнительно подтверждает сформулированный механизм образования дефектов несплавления при СЛП. Интересно, что разница между толщиной слоя 70 и 90 мкм оказалась незначительной (Рисунок 31). Предположительно, шероховатость верхней поверхности может быть ограничена критическим значением при условии, что ванна расплава имеет металлургический контакт с платформой или предыдущим слоем.

Шероховатость боковых поверхностей всегда выше и более чувствительна к параметрам обработки. Увеличение средних значений Ra связано с более выраженным эффектом денудации порошка при большей толщине слоя. Самые высокие значения (55–70 мкм) были зафиксированы при чрезмерной объемной плотности энергии. Такое поведение объясняется образованием капель при плавлении в нестабильном режиме замочной скважины. Более высокое отклонение Ra для s толщины слоя более 50 мкм демонстрирует, что качество боковой поверхности может быть улучшено за счет оптимизации технологических параметров даже при большой толщине слоя. Найденная зависимость согласуется с литературными данными, свидетельствующими о сложном влиянии параметров процесса на шероховатость поверхности [109].

3.5 Механические свойства AlSi10Mg после СЛП

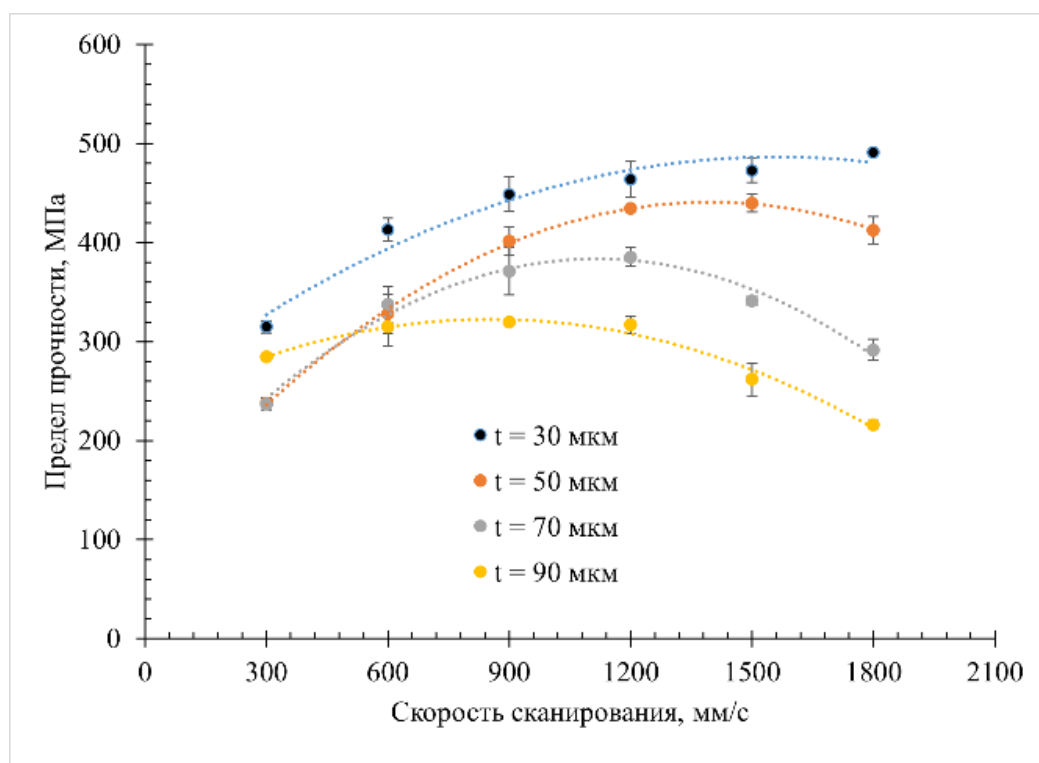
Изменение параметров процесса СЛП оказывает серьезное влияние не только на микроструктуру, но и на эксплуатационные характеристики, в том числе механические свойства. Однако повышение производительности процесса СЛП может быть более значимым, чем умеренное снижение прочности изготовленного материала. Для изучения

влияния толщины слоя на механические характеристики были синтезированы образцы на растяжение в вертикальном направлении (Рисунок 32).

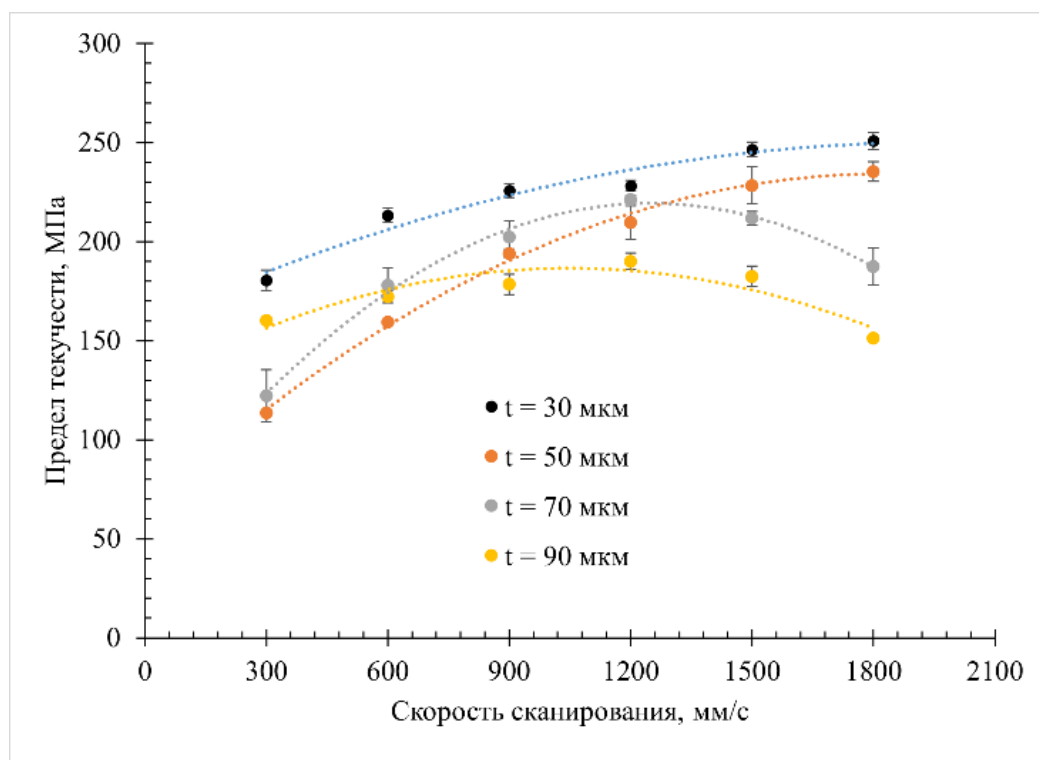


Рисунок 32 – Внешний вид образцов, изготовленных методом СЛП, для проведения одноосного растяжения

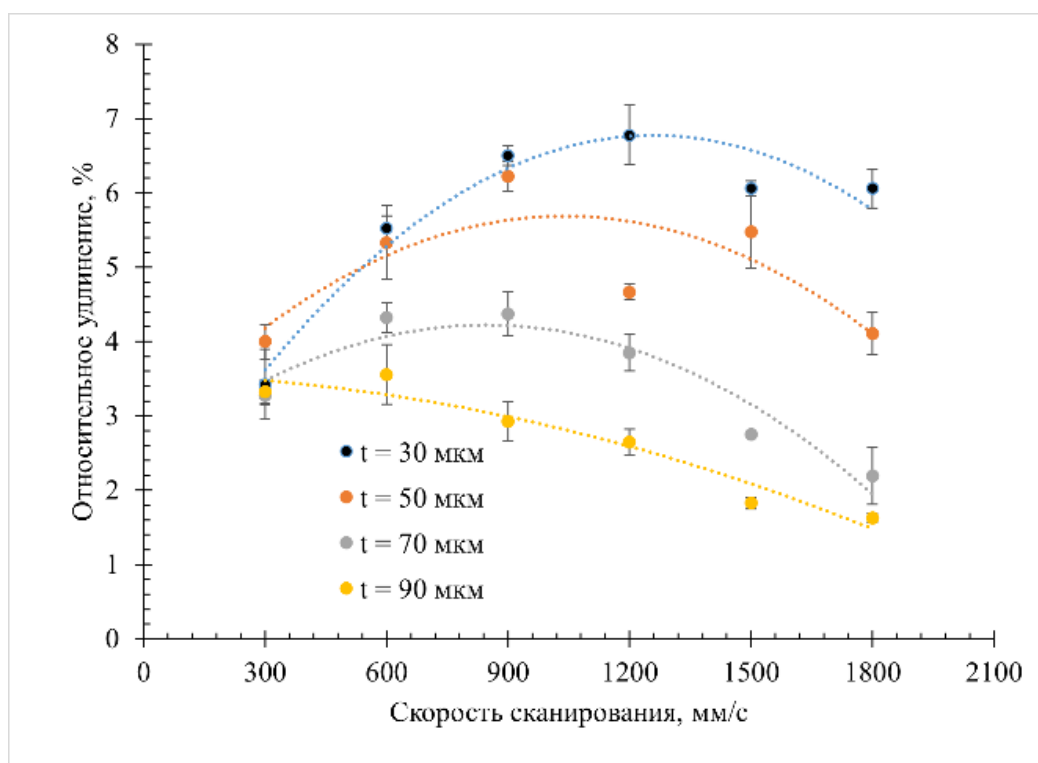
Испытания на одноосное растяжение позволило выявить тенденцию к снижению предела прочности при растяжении с увеличением толщины слоя. Это можно объяснить недостаточным количеством лазерной энергии, поступающей в слой порошка, что не позволяет порошку полностью расплавиться. Такие условия обработки приводят к образованию высокопористой структуры, как было описано ранее. Кроме того, увеличение толщины слоя приводит к образованию более шероховатой поверхности, как показано в разделе. Это, в свою очередь, приводит к неравномерному распределению толщины следующего слоя, поскольку «подложка» (ранее сформированный слой) не является плоской. Таким образом, некоторые участки слоя с большой толщиной могут не расплавиться до конца, а другие участки с меньшей толщиной могут расплавиться при слишком высокой энергии, что приводит к образованию глубокой ванны расплава, ее усиленному испарению и образованию пор замочной скважины. Все вышеперечисленное снижает качество синтезированного материала и его механические характеристики (Рисунок 33).



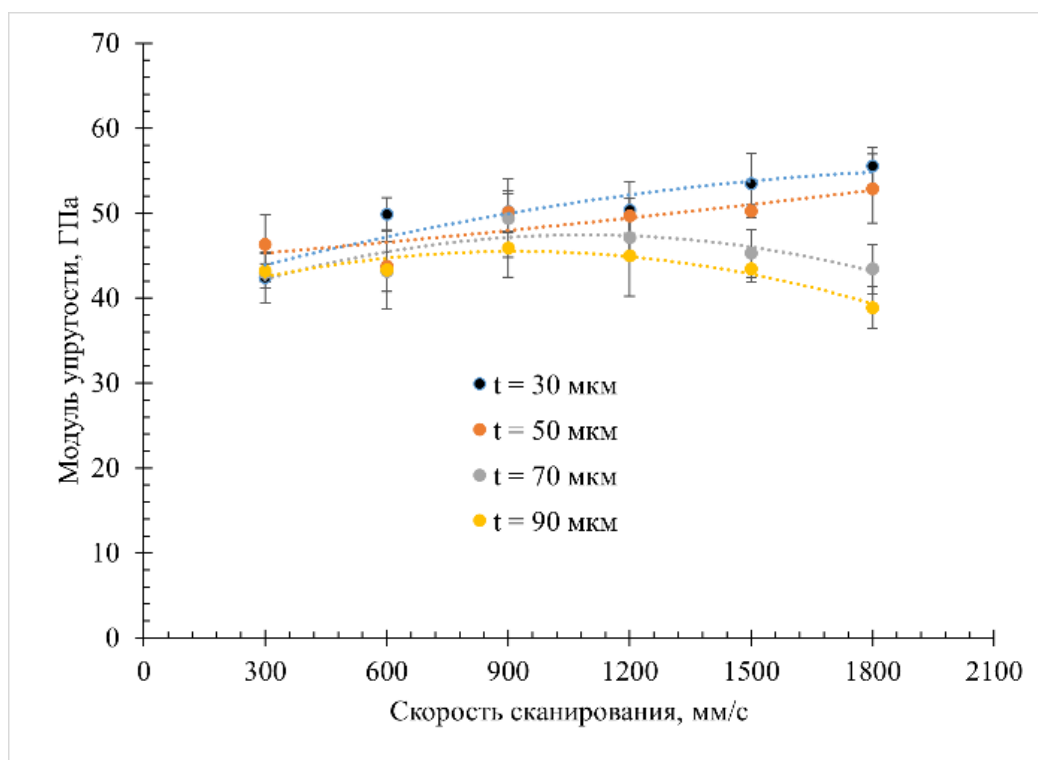
а)



б)



в)



г)

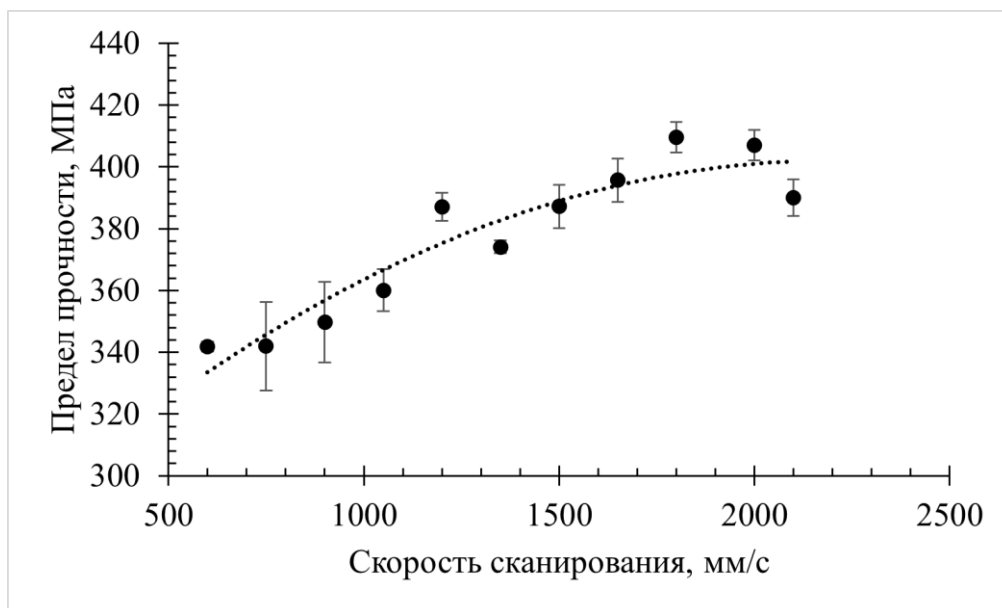
Рисунок 33 – Зависимости предела прочности (а), текучести (б), относительного удлинения (в) и модуля упругости от скорости сканирования при различной толщине слоя образцов AlSi10Mg, изготовленных в вертикальном направлении

Рисунок 33 объединяет данные о зависимостях прочностных характеристик изготовленных образцов от скорости сканирования при переменных толщинах слоя 30, 50, 70 и 90 мкм (мощность лазера 350 Вт, расстояние между проходами 80 мкм) [107]. На каждой кривой есть характерный максимум, соответствующий оптимальному режиму СЛП. Стоит отметить, что с увеличением толщины порошкового слоя экстремум на кривых смещается в сторону более низких скоростей сканирования. Эта тенденция обусловлена необходимостью обеспечивать более высокую плотность энергии из-за увеличения объема порошкового материала, который должен полностью расплавиться за один проход лазера. С другой стороны, увеличение размера ванны расплава неизбежно приводит к образованию рельефа на поверхности после сканирования порошка лазером. Рельеф переплавленного слоя состоит из дорожек, образующихся при каждом отдельном проходе лазера, в результате чего на поверхности появляется множество впадин и бугорков. При формировании следующего слоя порошка его толщина будет колебаться с амплитудой, пропорциональной размеру ванны расплава, что препятствует равномерному расплавлению следующего слоя и повторному расплавлению. Таким образом, при значительном увеличении толщины слоя невозможно полностью сохранить высокие механические свойства без конструктивных изменений оптической системы и других узлов.

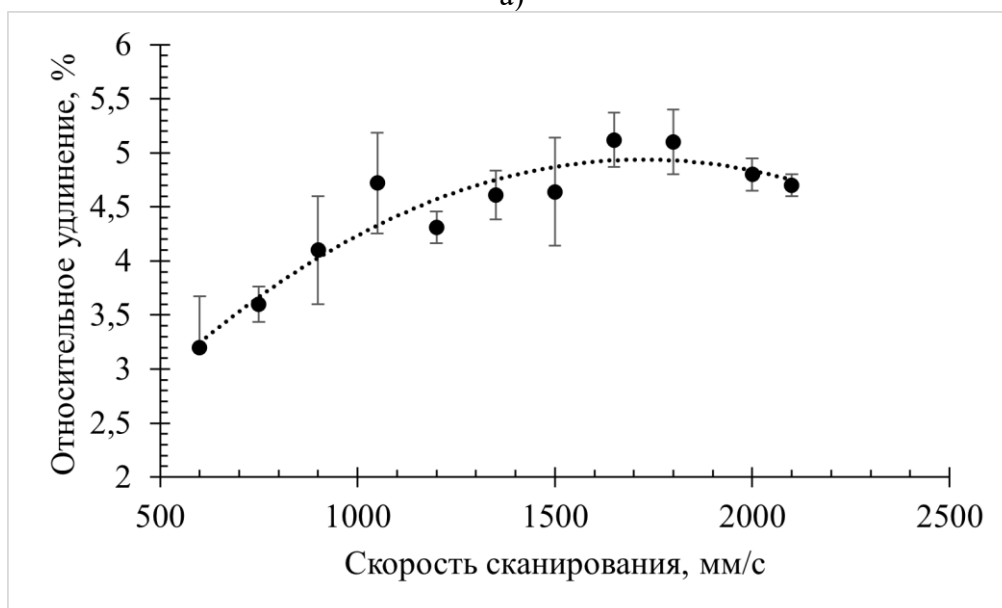
График зависимостей на рисунке 33а также показывает, что увеличение толщины слоя сужает диапазон оптимальных технологических условий. Однако при толщине слоя 50 мкм разница в пределе прочности по сравнению с толщиной слоя 30 мкм составила менее 10 %, что, с учетом погрешности измерений, позволяет утверждать, что процесс можно проводить с минимальным количеством дефектов. При толщинах слоя 70 и 90 мкм снижение предельной прочности составило 22 и 41 % соответственно, что также можно считать приемлемым в некоторых конкретных случаях, особенно с учетом того, что время печати сократилось в 2,3 и 3 раза соответственно. Общая тенденция изменения относительного удлинения, предела текучести и модуля упругости при одноосном растяжении аналогична изменению предела прочности (Рисунок 33б-г). Максимальные значения всегда смещаются в сторону более низких скоростей сканирования при увеличении толщины слоя.

Также, для анализа механических свойств в горизонтальном направлении (перпендикулярно направлению выращивания) были синтезированы образцы при толщине слоя 30 мкм, мощности лазера 350 Вт и скоростях сканирования от 600 до 2100 мм/с. Толщина слоя в 30 мкм обусловлена самыми высокими значениями механических свойств в вертикальном направлении при оптимальной относительной плотности. На рисунке 34

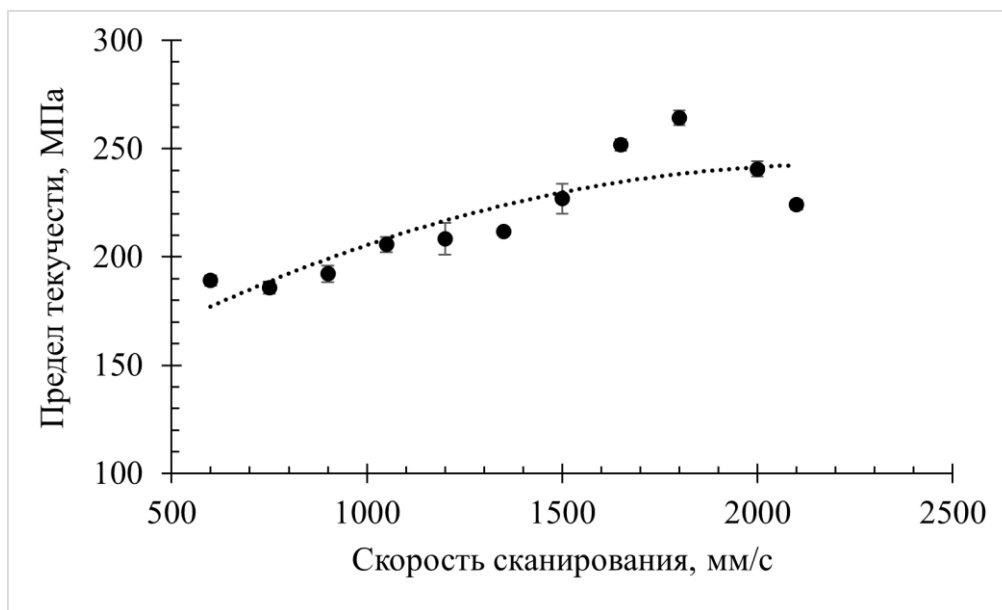
представлены графики зависимостей механических свойств от скорости сканирования лазера.



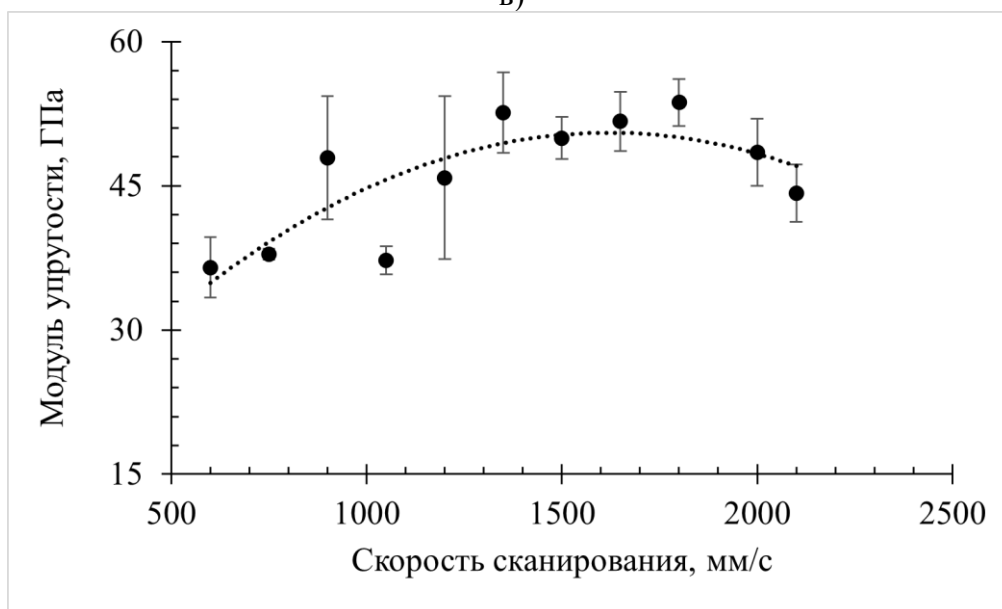
а)



б)



в)



г)

Рисунок 34 – Зависимости предела прочности (а), относительного удлинения (б), текучести (в) и модуля упругости (г) от скорости сканирования образцов AlSi10Mg, изготовленных в горизонтальном направлении

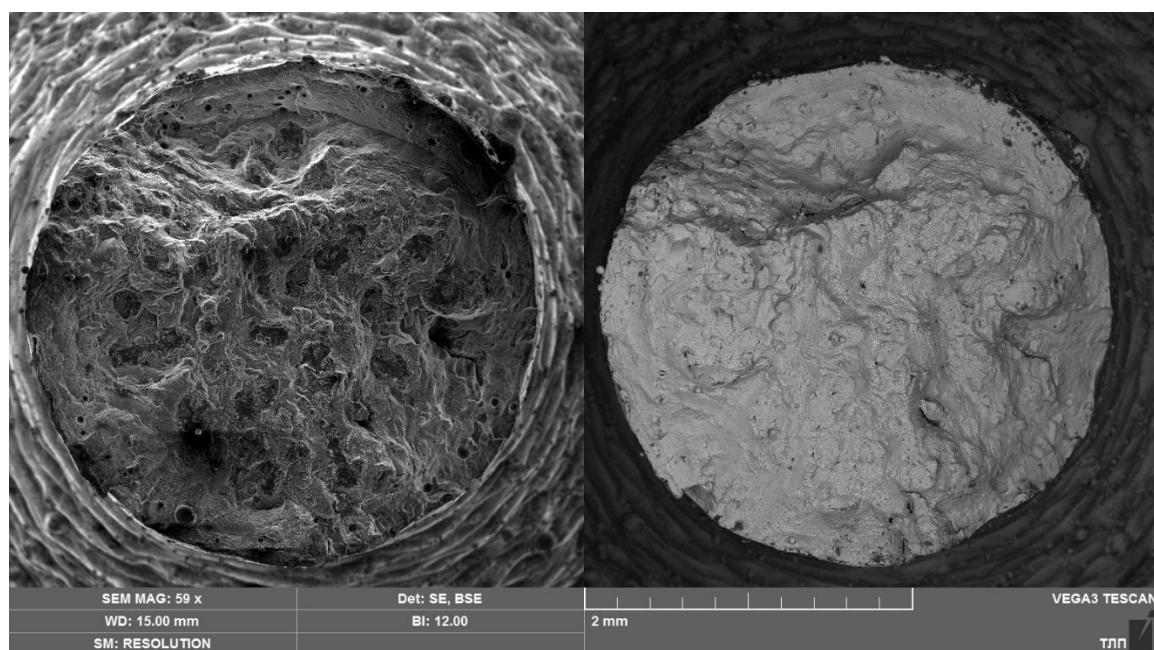
Показано, что тенденция к снижению механических свойств с увеличением скорости сканирования для образцов синтезированных горизонтально сохраняется. Однако предельные значения прочности отличаются, так предел прочности снизился на 16 % (с 490 до 410 МПа), относительное удлинение при этом также снизилось с 7 до 5 % [107]. Деградация механических свойств связана с изменением микроструктуры образцов, синтезированных методом СЛП. Прежде всего это связано со скоростью кристаллизации, при выращивании вертикальных образцов площадь сканирования заметно отличается от сканирования при горизонтальной ориентировке образцов. В результате чего, при

вертикальном выращивании образуется более мелкодисперсная микроструктура в отличие от горизонтального направления из-за высоких скоростей охлаждения [110,111]. Подробные данные о механических свойствах AlSi10Mg представлены в таблице 6.

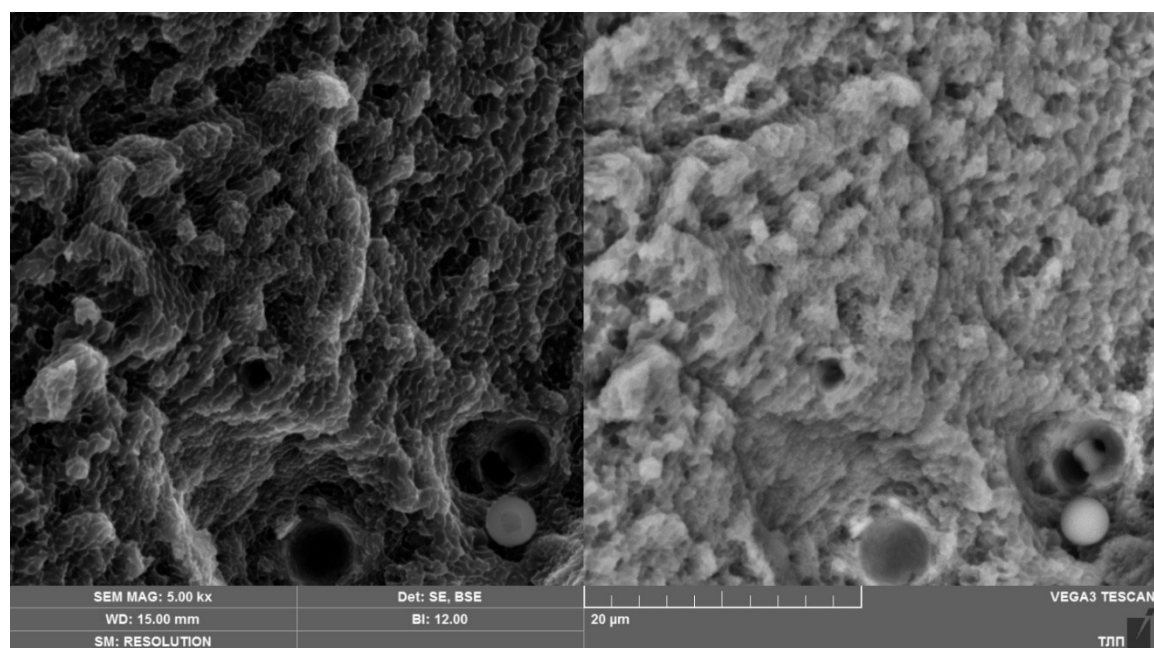
Таблица 6 – Данные механических свойств сплава AlSi10Mg, изготовленного при различных условиях СЛП

Мощность лазера, Вт	Скорость сканирования, мм/с	Толщина слоя, мкм	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Модуль упругости, ГПа
Вертикальное направление						
350	300	30	180,4±5,2	315,1±6,4	3,4±0,5	42,4±3
	600		213,3±3,4	413±11,6	5,5±0,2	49,9±1,9
	900		225,7±3,3	448,6±17,3	6,5±0,1	50,2±2,5
	1200		228,2±2,7	463,7±18,1	6,8±0,4	50,3±3,4
	1500		246,4±3,8	472,8±12	6,1±0,1	53,5±3,6
	1800		250,8±4,2	491,2±2,6	6,1±0,3	55,5±2,2
	300	50	113,5±0,9	238,3±2,1	4±0,2	46,3±3,5
	600		159,3±0,8	328,4±20	5,3±0,5	43,7±2,9
	900		194,1±2,3	401,5±14,8	6,2±0,2	50,1±2,2
	1200		209,6±8,5	434,4±1,2	4,7±0,1	49,7±2,1
	1500		228,4±9,3	439,8±9,3	5,5±0,5	50,2±0,8
	1800		235,4±5,1	412,5±13,6	4,1±0,3	52,9±4,1
	300	70	122,1±13,1	236,9±5,7	3,3±0,1	43±1,1
	600		178±8,8	337,4±18,6	4,3±0,2	43,1±2,4
	900		202,4±8,1	371,1±24,1	4,4±0,3	49,4±4,6
	1200		221,3±2	385,5±9,8	3,9±0,2	47,1±2,2
	1500		211,8±3,5	341±4,7	2,8±0	45,3±2,8
	1800		187,4±9,2	291,6±10,8	2,2±0,4	43,4±2,9
	300	90	160,2±1,5	284,5±2,8	3,3±0,2	43,2±2,1
	600		172,3±3,2	314,8±19	3,6±0,4	43,3±4,5
	900		178,4±5,1	319,7±1,4	2,9±0,3	45,9±3,4
	1200		190,1±4,2	316,9±8,6	2,6±0,2	45±4,8
	1500		182,5±5,2	262±16,4	1,8±0,1	43,5±1,6
	1800		151,4±1,3	216,2±4	1,6±0,1	38,9±2,4
Горизонтальное направление						
350	600	30	189,1±2,4	341,8±1,7	3,2±0,5	36,5±3,1
	750		185,8±2,8	342±14,3	3,6±0,2	37,9±0,6
	900		192,2±3,8	349,7±13,1	4,1±0,5	47,9±6,4
	1050		205,7±3,5	360,1±6,8	4,7±0,5	37,2±1,4
	1200		208,4±7,3	387,1±4,5	4,3±0,1	45,8±8,5
	1350		211,8±1	374,1±2,2	4,6±0,2	52,6±4,2
	1500		227±6,9	387,2±6,8	4,6±0,5	50±2,2
	1650		251,7±2,7	395,7±7,1	5,1±0,3	51,7±3,1
	1800		264,3±3,4	409,6±5,1	5,1±0,3	53,7±2,4
	2000		240,6±3,6	407±4,8	4,7±0,1	48,5±3,5
	2100		224,1±2,1	390±5,7	4,8±0,1	44,2±3

Для изучения характера разрушения образцов после растяжения была проведена сканирующая электронная микроскопия поверхностей излома. Образцы для анализа были отобраны с учетом наилучших механических характеристик для каждой толщины слоя. На рисунке 35 представлены СЭМ-изображения поверхностей разрушения, полученные при разных уровнях увеличения для эталонных условий процесса СЛП (скорость сканирования – 1800 мм/с, мощность лазера – 350 Вт, толщина слоя – 30 мкм).



а)

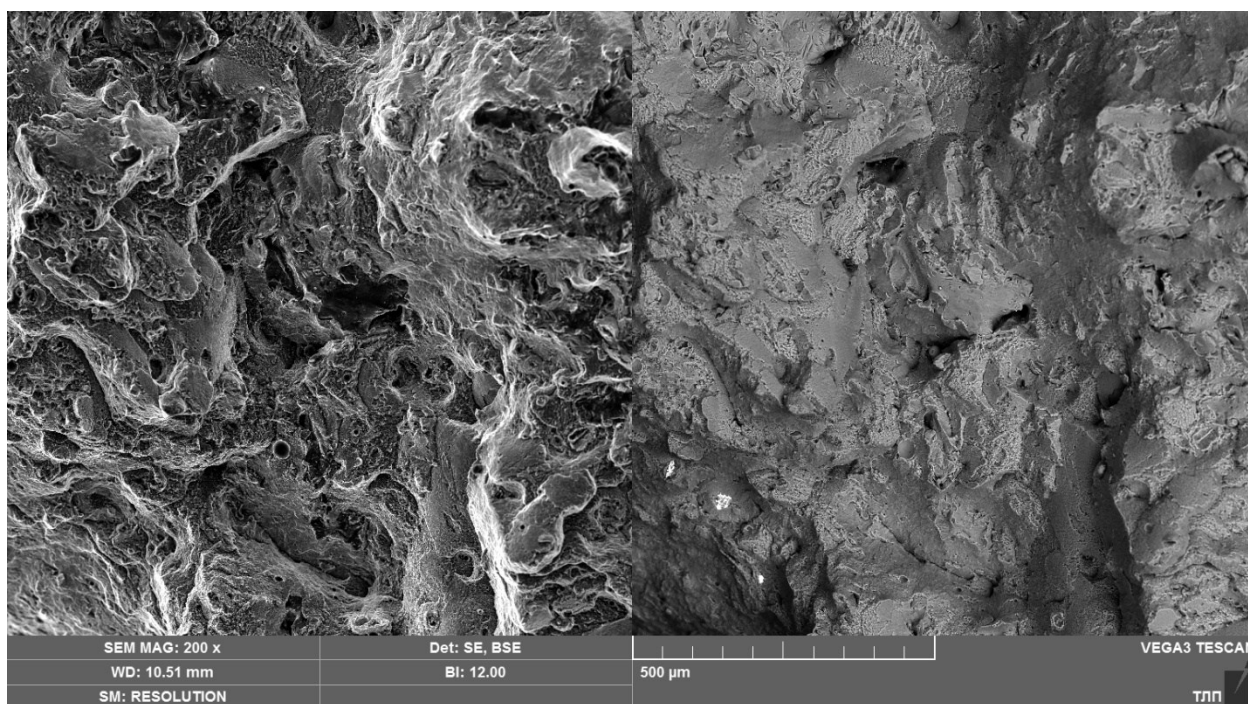


б)

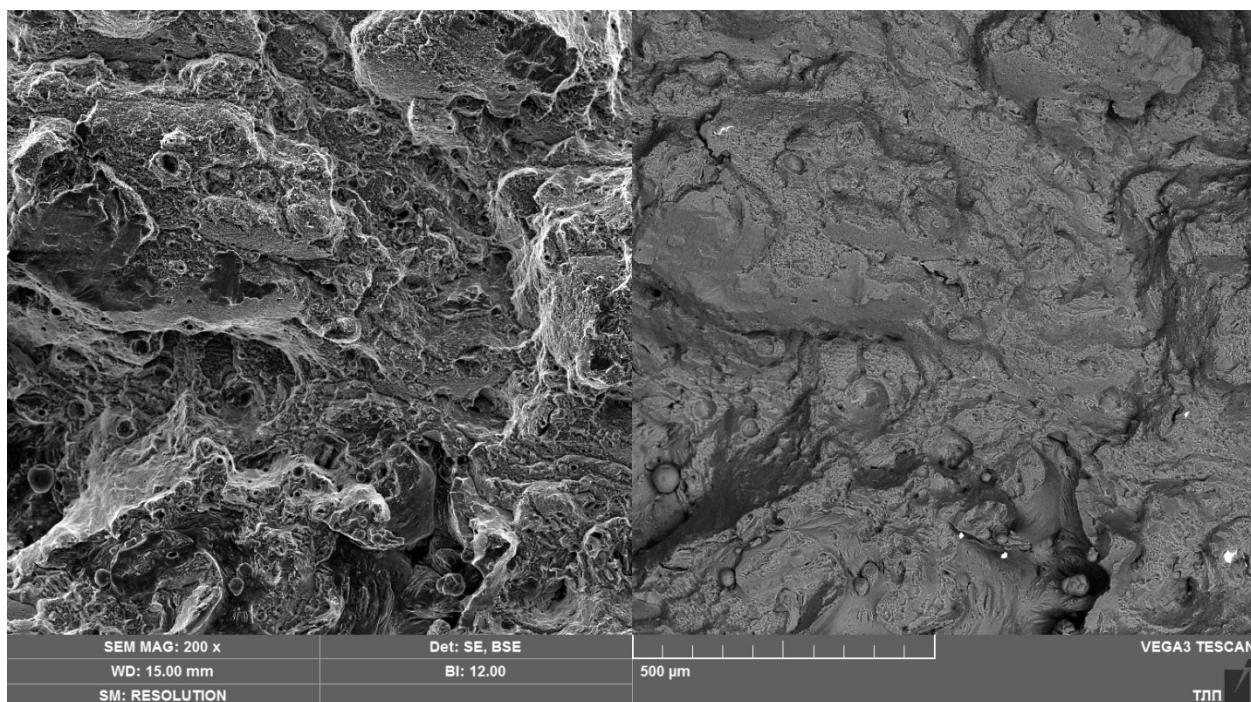
Рисунок 35 – Поверхность излома при увеличении 50 (а) и 5000 (б) крат образца AlSi10Mg, изготовленного при толщине слоя 30 мкм

Морфология излома (Рисунок 35а-б) представлена смешанным характером разрушения. Поверхность характеризуется наличием небольшого количества пор и ямок, характерных для вязкого разрушения. Образец, синтезированный при толщине 30 мкм, не демонстрирует особой ориентации плоскости разрушения. Также стоит отметить, что размеры ямок сопоставимы с размером зеренной микроструктуры. Таким образом, мельчайшие ямки при разрушении были ограничены хрупкой кремниевой сеткой, что согласуется с результатами, представленными в работах [112,113].

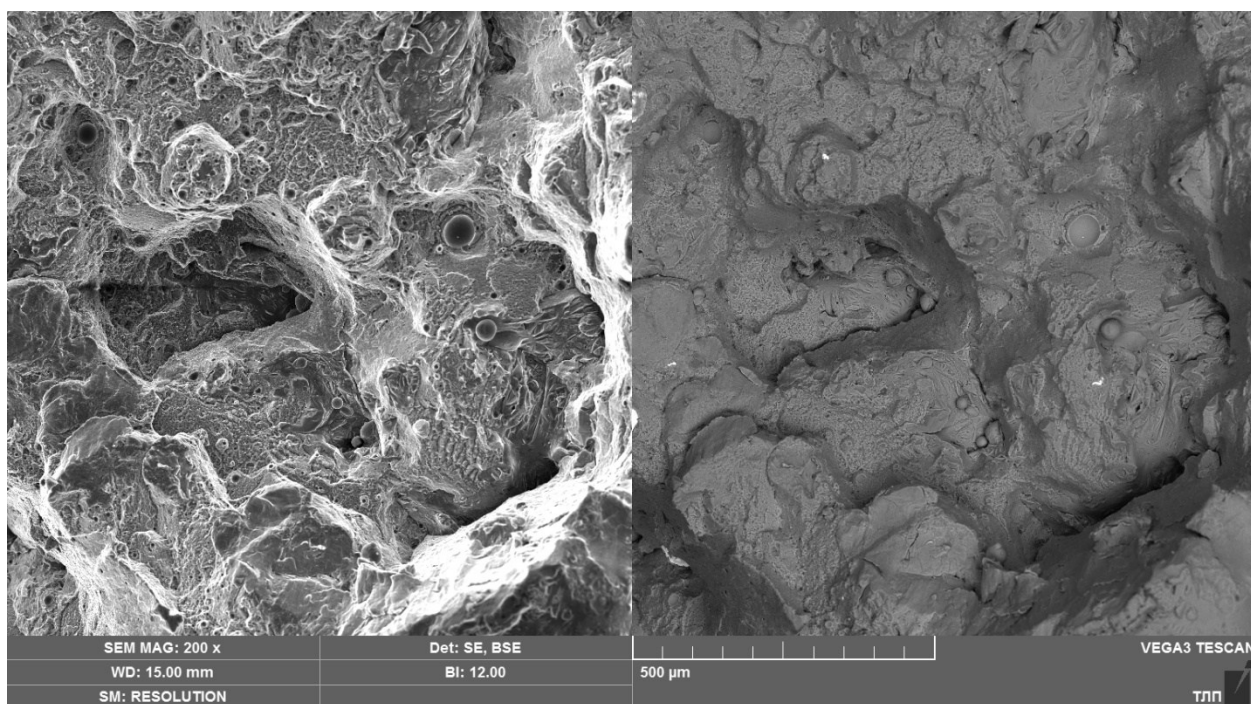
На рисунке 36 продемонстрированы СЭМ-изображения изломов образцов с повышенной толщиной слоя (50, 70 и 90 мкм). При рассмотрении поверхностей изломов видно значительное увеличение количества пор в структуре, что согласуется с предыдущими металлографическими исследованиями. Поры служат очагами зарождения трещин, поэтому разрушение образцов и распространение трещин происходит через них. С увеличением толщины слоя количество пор возрастает, что приводит к более легкому распространению трещин и снижению прочности. В связи с этим, с увеличением толщины порошкового слоя, также увеличивается доля хрупкой составляющей поверхности в изломе.



а)



б)



в)

Рисунок 36 – Поверхность излома образцов AlSi10Mg, изготовленных при толщине слоя 50 (а), 70 (б) и 90 (в) мкм

В результате оптимизации процесса для повышения производительности СЛП алюминиевого сплава AlSi10Mg можно сделать основные выводы:

– Продемонстрирована возможность проведения процесса СЛП с минимальным образованием дефектов при толщине слоя 50 мкм, что позволяет сократить количество

слоев на 67 %, тем самым повысив производительность процесса. Предел прочности при растяжении, достигнутый при толщине слоя 50 мкм, сопоставим с показателями образцов, полученных в стандартных условиях (30 мкм). При $t = 70$ мкм и $t = 90$ мкм снижение прочностных характеристик составило 17 % и 41 % соответственно [107].

– В образцах, изготовленных с увеличенной толщиной слоя и оптимальной или недостаточной подачей лазерной энергии, было выявлено локальное изменение морфологии пор в различных частях образца. Так, у нижней поверхности наблюдались мелкие металлургические поры, а в остальном объеме образца – поры неправильной формы. Переход от одного механизма образования пор к другому связан с тем, что газ задерживается в увеличенном слое порошка, а нижний объем переплавляется только один раз [107].

– У образцов с увеличенной толщиной слоя количество равноосных зерен в центральной части ванны расплава значительно уменьшилось, а в направлении фронта кристаллизации преобладали зерна вытянутой формы. Предположительно, это изменение происходит из-за увеличения объема расплава, что приводит к изменению кинетики кристаллизации.

– Шероховатость поверхности имеет тенденцию к увеличению с ростом толщины слоя, но, как было показано, ухудшение качества верхней поверхности незначительно, а шероховатость боковой поверхности можно свести к минимуму за счет оптимизации технологических условий.

В дальнейшем будет изучаться возможность модификации сплава AlSi10Mg с целью увеличения прочностных характеристик. Модификация будет осуществляться путем добавления керамических частиц в алюминиевую матрицу. Будет изучено влияние смачиваемости и концентрации керамики в составе AlSi10Mg на структуру и свойства конечного композиционного материала.

Глава 4. Оценка смачиваемости ZrN и AlN расплавом AlSi10Mg

В качестве упрочняющих частиц для создания алюмоматричного композиционного материала (АКМ) на основе сплава AlSi10Mg в представленной работе были использованы две керамические добавки: AlN и ZrN. Поскольку в процессе селективного лазерного плавления из-за высоких температур под воздействием лазерного излучения происходит расплавление порошкового слоя, важным параметром в выборе упрочняющих частиц является их смачивание расплавом алюминия. Как показано в главе 1, плохое межфазное взаимодействие керамической частицы и матрицы может привести к неэффективному распределению энергии в процессе деформации и последующему разрушению.

Для оценки смачивания керамики AlN и ZrN расплавами Al и AlSi10Mg использовался метод лежащей капли. На поверхности керамических пластин формировалась капля расплава, и с помощью высокоскоростной камеры наблюдалась кинетика ее растекания при температурах от 1150 до 1250 °C, как проиллюстрировано на рисунке 37. Подробная методика описана в главе 2.

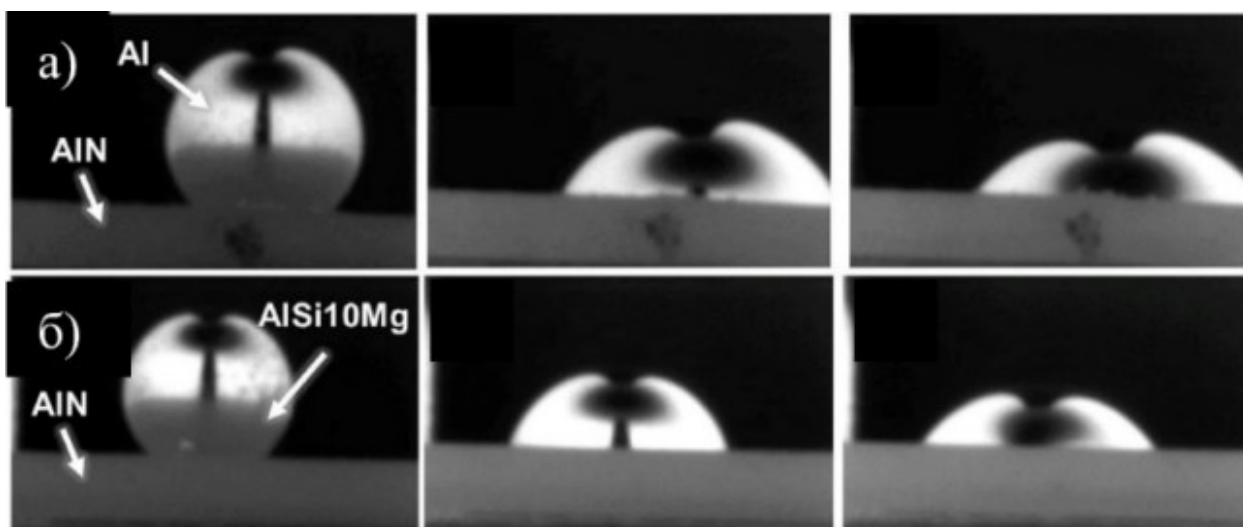


Рисунок 37 – Изображения капель Al (а) и AlSi10Mg (б) на поверхности керамической пластины AlN через 5, 30 и 70 с после нанесения [114]

Рисунок 37 демонстрирует процесс растекания капель Al и AlSi10Mg на пластине из AlN. Рисунок 38 иллюстрирует взаимосвязь между углами смачивания и диаметром основания капли в зависимости от продолжительности контакта. В качестве расплава использовались чистый алюминий и сплав AlSi10Mg, для выявления роли кремния в условиях смачиваемости.

В начальный момент времени (Рисунок 38а) краевой угол смачивания между AlN и AlSi10Mg составляет примерно 140° , что указывает на отсутствие смачивания, поскольку краевой угол более 90° [115]. Примерно через 30 секунд после начала эксперимента наблюдается переход от эффекта несмачивания к смачиванию. Угол снижается менее 90° , в то время как диаметр основания каплей увеличивается (Рисунок 38б), и капли распределяются по керамической пластине (Рисунок 37). В конце эксперимента угол смачивания для Al и AlSi10Mg составлял около 50° , а диаметр основания капли увеличился в 2,6 и 2,2 раза соответственно.

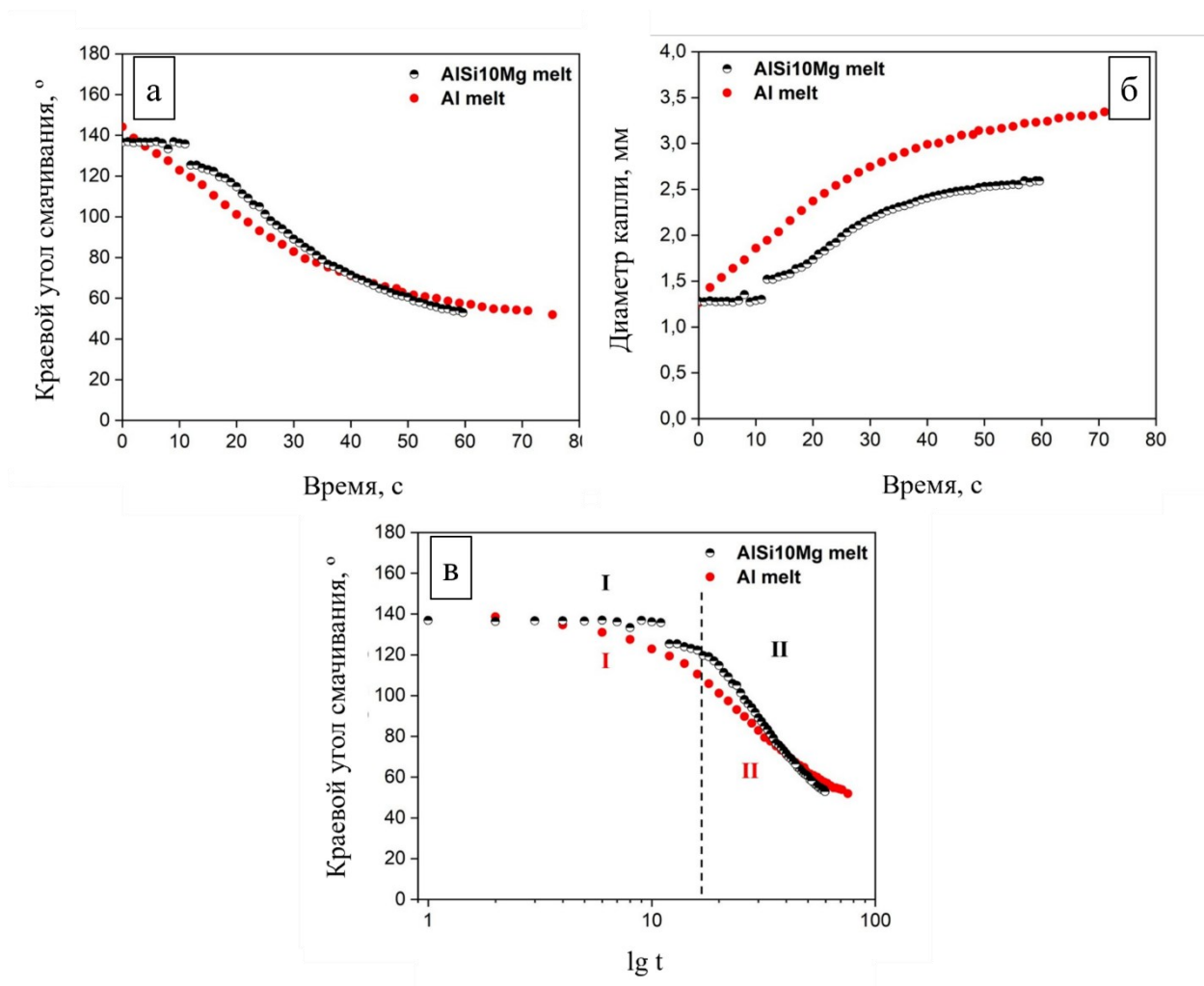


Рисунок 38 – Зависимости углов смачивания (а, в) и диаметров основания капель (б) Al и AlSi10Mg от времени контакта с поверхностью AlN

На графике зависимостей краевого угла смачивания (Рисунок 38) для расплавов Al и AlSi10Mg можно выделить две характерные области. Область I характеризуется умеренным наклоном и обусловлена существованием оксидной пленки [115], которая покрывает алюминиевые капли и препятствует их прямому контакту с подложкой. Излом на графиках указывает на разрушение оксидной пленки в результате повышенного растворения

кислорода в расплавленном алюминии и выделения газообразного Al_2O_3 [116]. Таким образом, в результате происходит переход от несмачивания к смачиванию. Поскольку капли расплава растекаются, происходит смачивание, и наклон кривой в области II становится более резким.

Литературные данные по механизму смачивания AlN расплавленным алюминием имеют противоречия. Например, некоторые исследования показывают, что смачивание в системе Al/AlN носит реакционный характер [117], в то время как другие утверждают, что между Al и AlN нет химического взаимодействия. Для исследования взаимодействия Al и AlSi10Mg с AlN была проведен анализ на СЭМ с использованием энергодисперсионной спектроскопии, что продемонстрировано на рисунке 39.

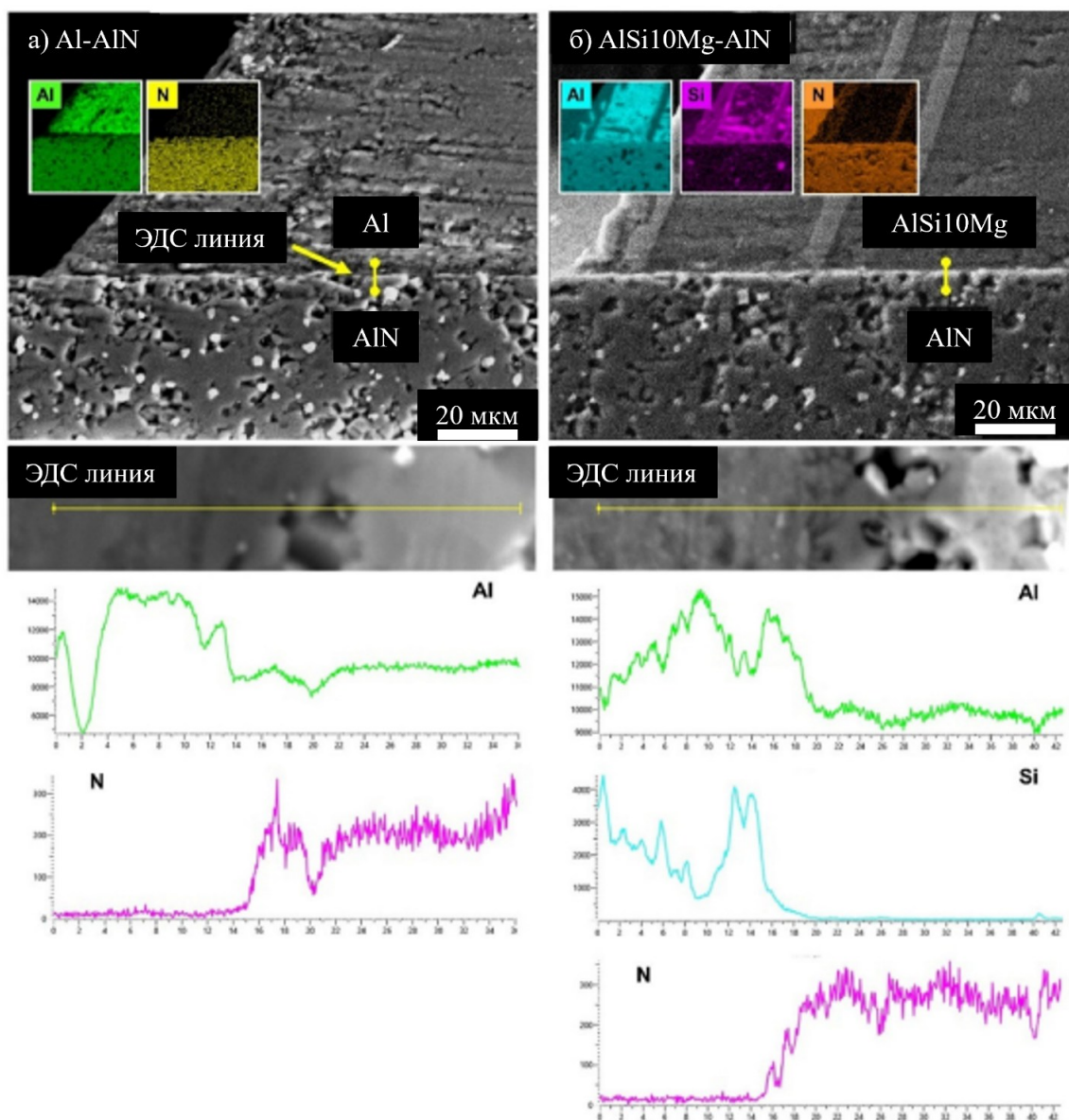


Рисунок 39 – Микроструктуры, карты распределения элементов и ЭДС спектры вдоль линии на границах раздела (а) $\text{Al}-\text{AlN}$ и (б) $\text{AlSi10Mg}-\text{AlN}$

Согласно микроструктурам интерфейсов Al/AlN (Рисунок 39а) и AlSi10Mg/AlN (Рисунок 39б), а также результатам элементного картирования выбранных зон и линейного ЭДС сканирования интерфейса в направлении от капли к керамической подложке, между каплями и пластиной из нитрида алюминия не образуется промежуточный слой, который указывал бы на диффузию компонентов системы и межфазные реакции. Таким образом, смачивание нитрида алюминия расплавами алюминия и нитрида алюминия является нереактивным (инертным), что хорошо согласуется с результатами исследования [118].

Аналогичный эксперимент был проведен с использованием керамической пластины ZrN, результаты которого приведены на рисунке 40. Анализ демонстрирует зависимость от времени углов смачивания и диаметров основания капель для Al/ZrN и AlSi10Mg/ZrN.

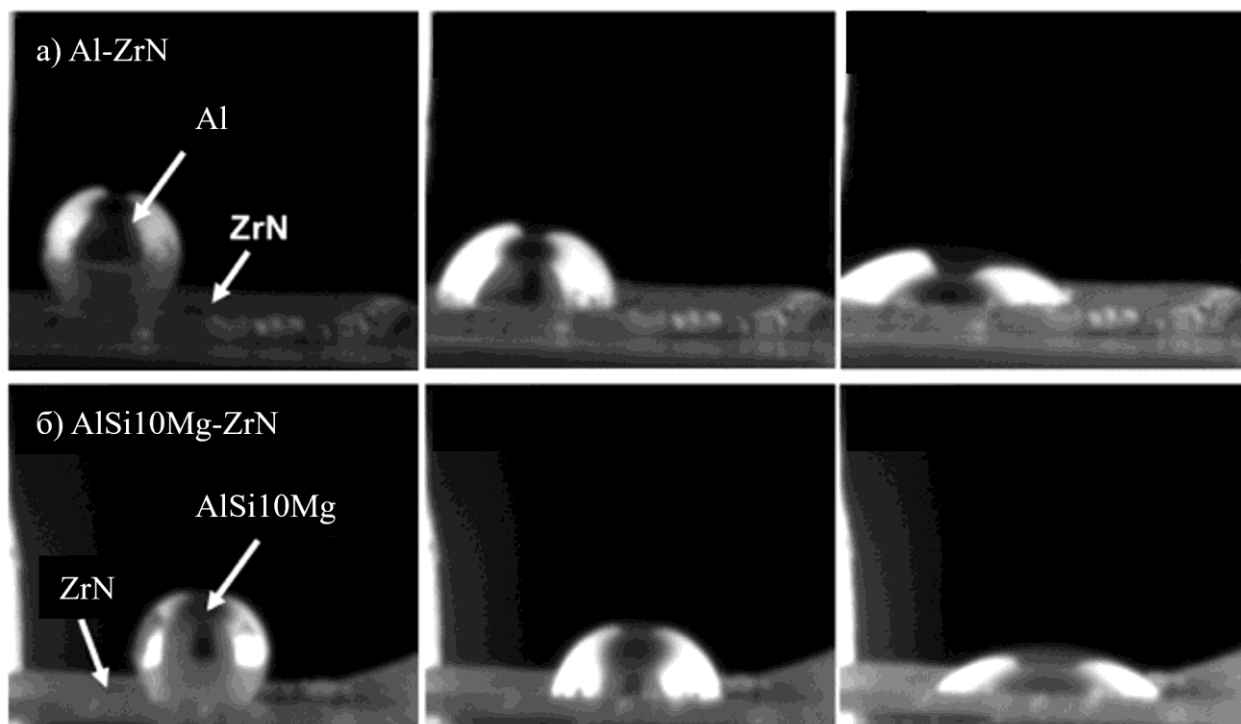


Рисунок 40 – Изображение капель Al (а) и AlSi10Mg (б) на поверхности керамической пластины ZrN через 5, 30 и 70 с после нанесения

Как и в случае с AlN (Рисунок 37), в начальный момент времени Al и AlSi10Mg не смачивают пластину из ZrN (Рисунок 40), образуя угол смачивания около 150° и 140° соответственно. Видно, что со временем капли расплава растекаются по керамической подложке, что сопровождается уменьшением угла смачивания. Угол смачивания в конце

эксперимента составил 30° , что на 60 % меньше, чем у AlN. Зависимости углов смачивания и диаметра капель отражены на рисунке 41.

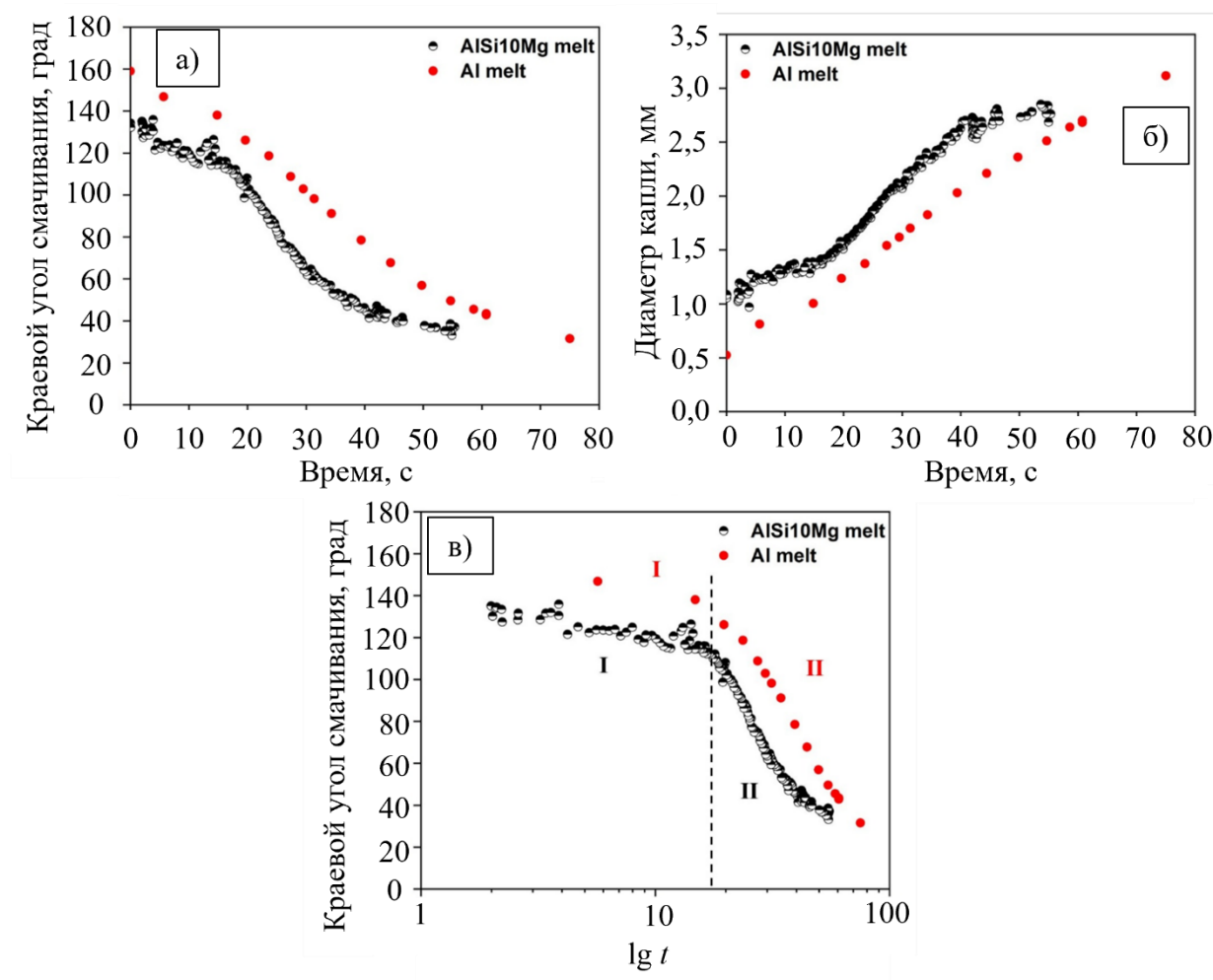


Рисунок 41 – Зависимости углов смачивания (а, в) и диаметров основания капель (б) Al и AlSi10Mg от времени контакта с поверхностью ZrN

Диаметр основания капель Al и AlSi10Mg (Рисунок 41б) увеличился в 5 и 3 раза соответственно. Зависимости угла смачивания для Al/ZrN и AlSi10Mg/ZrN (Рисунок 41в) также имеют две отдельные области: I с умеренным наклоном (оксидная пленка на поверхности расплавов препятствует растеканию) и II с резким наклоном (расплавы растекаются). Однако по сравнению с системой AlN кривые для системы ZrN в области II имеют более резкий наклон, что указывает на интенсивное растекание расплава. На основании полученных данных можно сделать вывод, что степень смачивания ZrN расплавами Al и AlSi10Mg значительно выше, чем у AlN.

Выраженные изменения угла смачивания характерны для реактивных систем, в которых при прямом контакте между расплавленным металлом и керамической подложкой, в нашем случае Al или AlSi10Mg с ZrN, растекание происходит исключительно в результате

химической реакции на межфазной границе и сопровождается образованием новой фазы. Следует отметить, что в ходе эксперимента для обеих систем не был достигнут стационарный режим, при котором угол смачивания оставался практически неизменным, поскольку для этого требуется более длительный период времени. Химическое взаимодействие между ZrN и расплавами Al и AlSi10Mg также было подтверждено термограммами (Рисунок 42), которые были записаны в двух областях: на подложке вдали от капли (красная линия) и на капле расплава вместе с подложкой (черная линия). На термограмме с каплей Al на ZrN (Рисунок 42а, черная линия) виден пик, при котором температура меняется более чем на 100 °С. Аналогичный пик наблюдался и на термограмме построенной для капли AlSi10Mg (Рисунок 42б, черная линия). Однако температурные колебания в AlSi10Mg/ZrN более сложные, что прежде всего может быть связано со степенью легирования второго сплава.

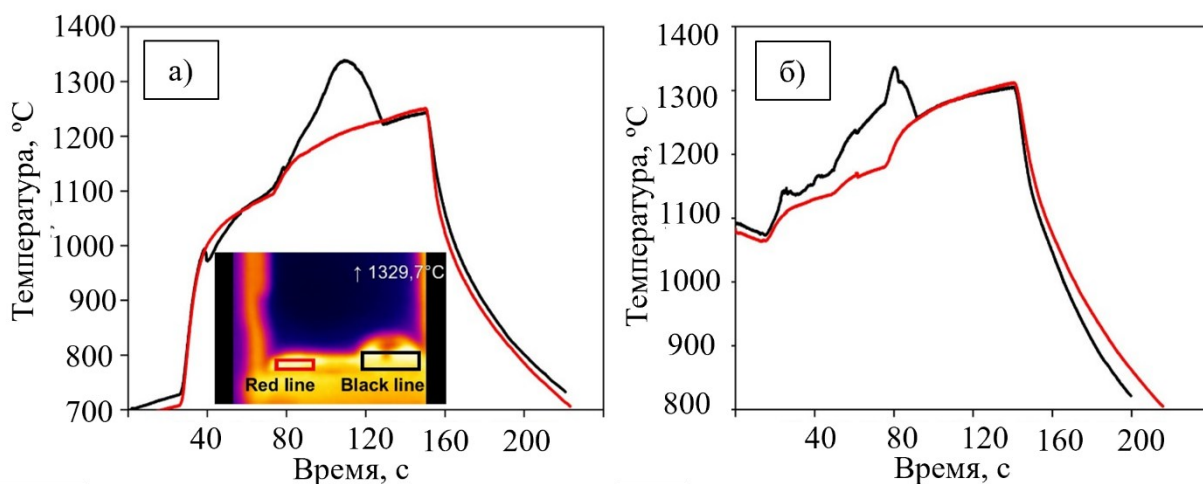


Рисунок 42 – Зависимости температуры от времени, полученные на основе термограммы области подложки ZrN с каплей (черная линия) и без (красная линия) для Al (а), AlSi10Mg (б)

Наличие характерного пика на термограмме может обуславливать химическое взаимодействие между подложкой ZrN и расплавами Al, AlSi10Mg. Для валидации гипотезы после эксперимента по смачиванию, интерфейсы между подложкой и каплей Al и AlSi10Mg были исследованы с помощью сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Микроструктура, карты распределения элементов и результаты линейного ЭДС показаны на рисунке 43.

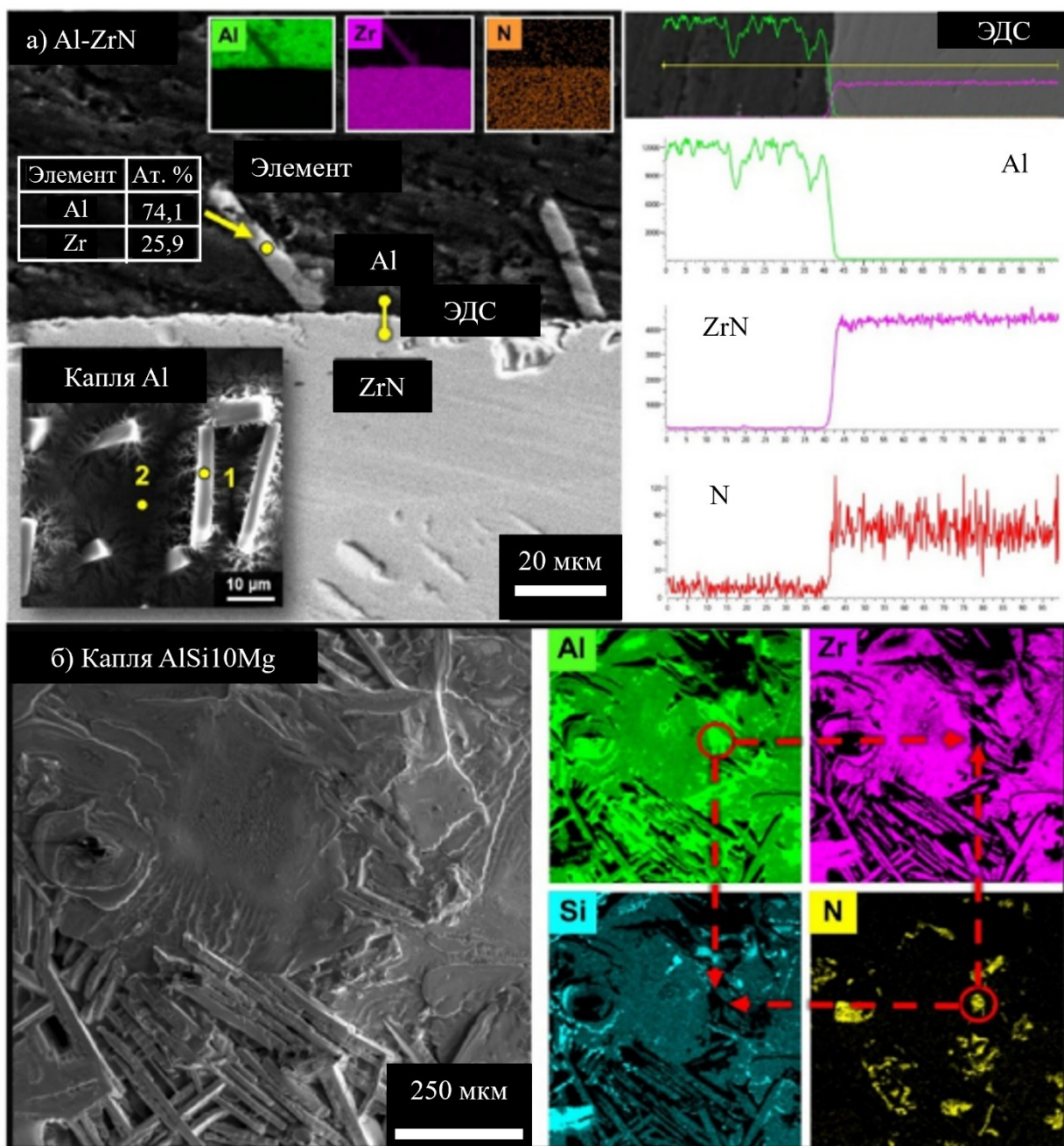


Рисунок 43 – Микроструктура, карты распределения элементов с линейным ЭДС границ раздела Al/ZrN (а) и микроструктура с картой распределения элементов для капли AlSi10Mg (б)

Как видно из результатов линейного картирования с помощью сканирующего электронного микроскопа, на границе раздела Al/ZrN имеется переходная область, указывающая на диффузию компонентов системы. В микроструктурах капель Al (Рисунок 43а) и AlSi10Mg (Рисунок 43б) обнаружены кристаллы пластинчатой формы. На основе ЭДС, РФА и литературных данных можно предположить, что эти игольчатые структуры принадлежат фазе, которая состоит из Al и Zr в соотношении 3,3 к 1, что указывает на

рост интерметаллических соединений в системе Al/Zr со стехиометрией Al₃Zr. В нескольких исследованиях [119–121], наблюдалось образование Al₃Zr интерметаллических соединений с аналогичной морфологией. Результаты ЭДС анализа точек № 1 и 2 приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Элементный состав капли Al (Рисунок 23а)

Точка	Al, ат %	Zr, ат %	O, ат %	C, ат %	Возможная фаза
1	57,2	17,1	4,5	21,2	Al ₃ Zr
2	87,4	-	2,6	10,0	α-Al

В точке 2 (Таблица 7, Рисунок 43а) преобладает алюминий, а наличие углерода можно объяснить «углеродным налетом», образовавшимся под воздействием электронного пучка. Помимо Al и Zr, наличие Si в пластинчатых кристаллах капли AlSi10Mg указывает на образование тетрагональной фазы, состоящей из Al, Zr и Si, предположительно Zr(Al,Si)₃, кристаллическая структура которой аналогична структуре Al₃Zr [122–124]. Примечательно, что в системе AlSi10Mg/ZrN наблюдалось большее количество пластинчатых кристаллов по сравнению с Al/ZrN. Это может быть связано с тем, что кремний способствовал ускорению осаждения.

На рисунке 43 видно, что интерметаллические пластины окружены дендритами, состав которых сложно определить с помощью ЭДС ввиду его разрешающей способности. На основании нескольких других исследований [125,126], можно сделать вывод, что образование этих дендритов является характерной особенностью затвердевания сплавов Al-Zr. В диффузионной паре Al-Zr они образуются первыми при кристаллизации и характеризуются высоким содержанием Zr. Со временем их перенасыщение приводит к осаждению кристаллов Al₃Zr. Следует также отметить, что в системах ZrN/Al и ZrN/AlSi10Mg в процессе смачивания происходит химическая реакция (9), приводящая к образованию Al₃Zr или Zr(Al,Si)₃. Азот, выделяющийся при разложении ZrN, взаимодействует с Al, образуя кристаллы AlN с дендритной морфологией. Согласно результатам картирования, помимо пластинчатых кристаллов Zr(Al,Si)₃, в капле AlSi10Mg были обнаружены зоны, в которых преобладают Al и N (Рисунок 43б), что косвенно подтверждает образование AlN в соответствии с реакцией (9).



В целом результаты исследования смачивания показывают, что в системах Al/AlN и AlSi10Mg/AlN наблюдается нереактивное смачивание. Однако в случае ZrN смачивание происходит в результате химической реакции на межфазной границе Al-ZrN или AlSi10Mg-ZrN, что приводит к образованию пластинчатых кристаллов интерметаллического соединения Al_3Zr или $Zr(Al,Si)_3$, окруженных дендритами. Исследование кинетики смачивания AlN чистым алюминием и сплавом AlSi10Mg показало, что легирующие элементы Si и Mg не оказывают существенного влияния на процесс в целом. В дальнейшем эксперименте будет рассмотрено влияние смачивания частиц AlN и ZrN расплавом AlSi10Mg на процесс СЛП.

Глава 5. Влияние концентрации ZrN и AlN на сплав AlSi10Mg после СЛП

5.1 Анализ плотности композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN

В качестве исходной композиции использовался коммерческий порошок AlSi10Mg, произведенный компанией РУСАЛ и керамические частицы ZrN, AlN с медианным размером частиц 2 мкм. Керамические добавки были получены методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Частицы AlN (Рисунок 44а) характеризуются оскольчатой и сферической морфологией, а ZrN (Рисунок 44б) имеет преимущественно оскольчатую морфологию.

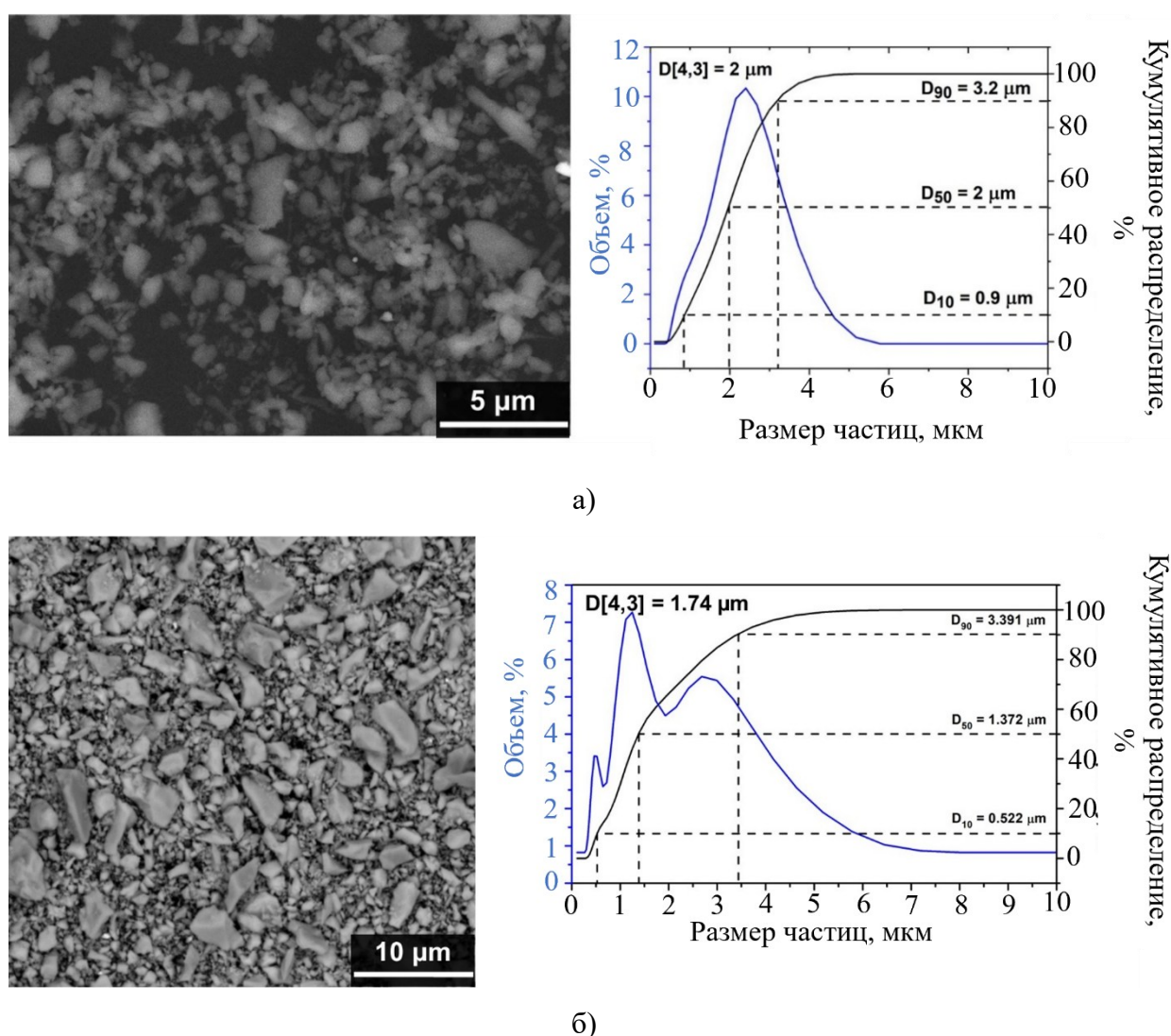
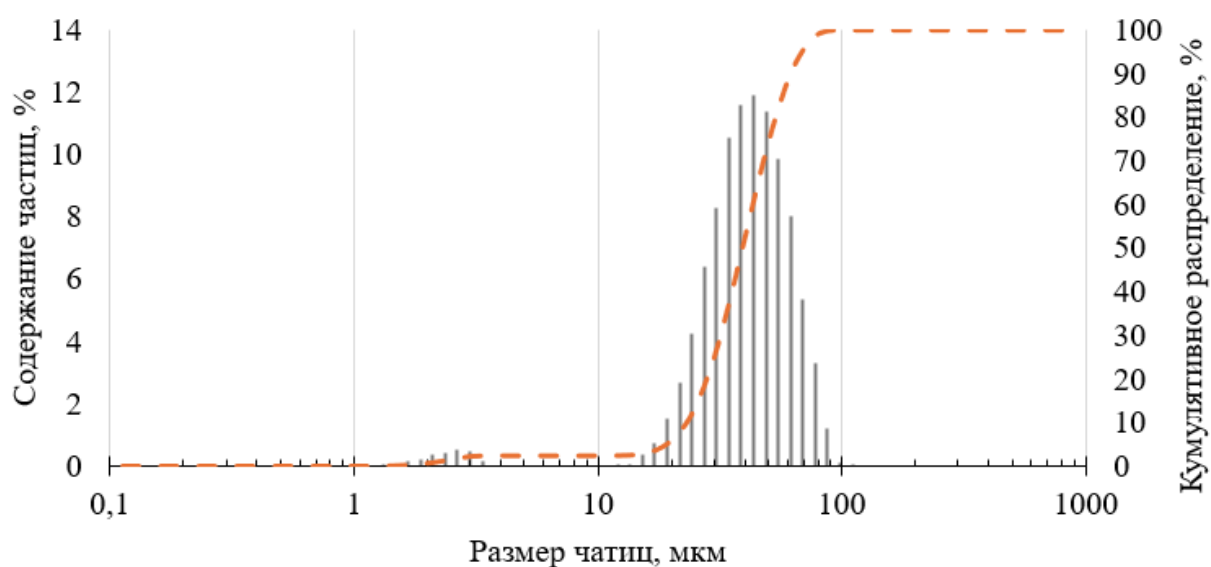
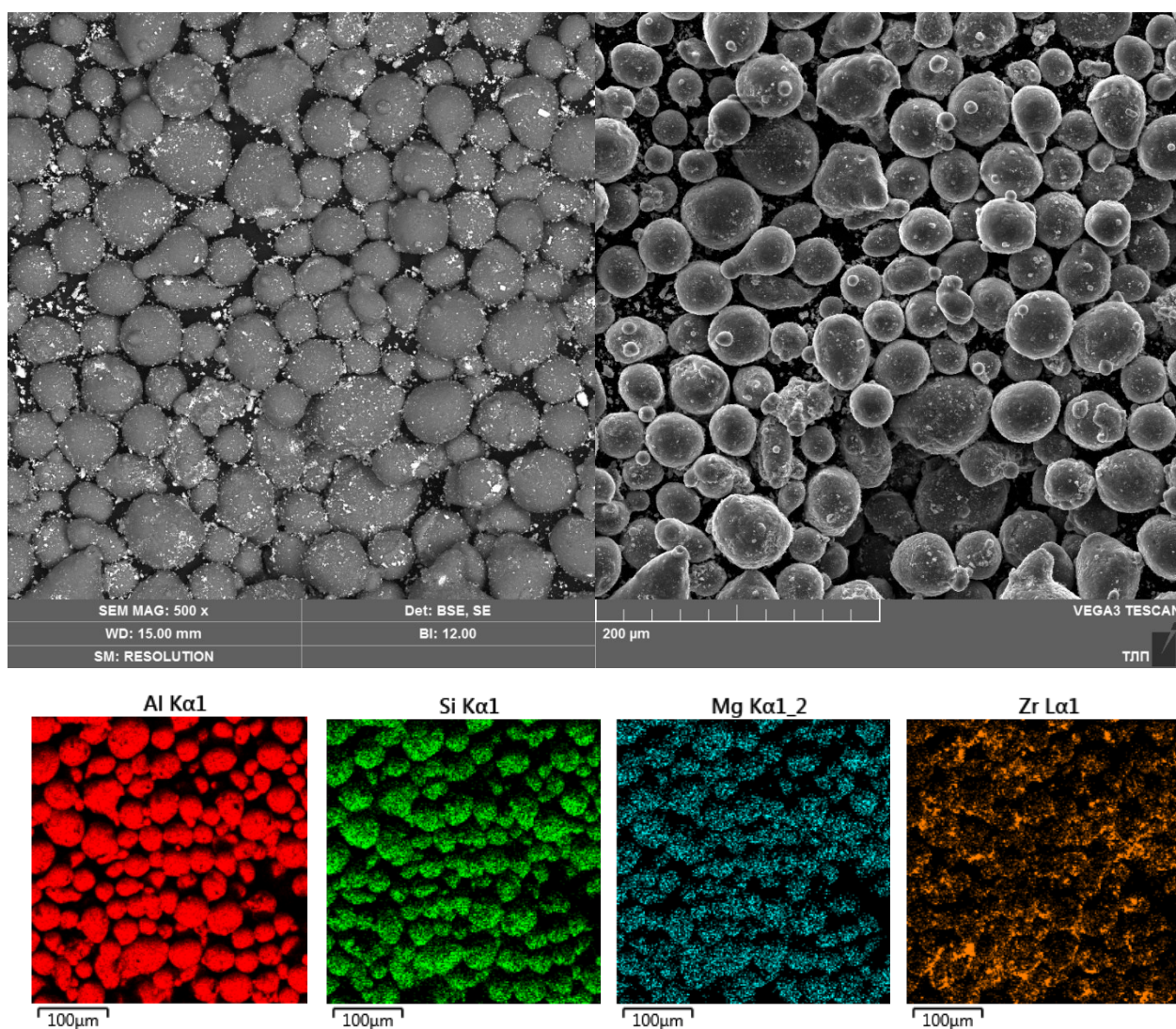


Рисунок 44 – Морфология и гранулометрическое распределение керамических порошков AlN (а) и ZrN (б)

Для создания алюмоматричного композита было выбрано несколько количественных содержаний керамических добавок: 0,5; 1; 3 и 5 об. %. Смешивание проводилось в планетарной шаровой мельнице Activator-2S в стальных барабанах объемом 250 мл со стальными шарами диаметром 6 мм. С целью сохранения сферической морфологии AlSi10Mg и равномерного распределения керамических частиц был выбран низкоэнергетический режим 200 об/мин, смешивание осуществляли в течение 30 мин в атмосфере аргона, соотношение массы шаров к массе порошка составляло 20:1. Распределение частиц порошка AlSi10Mg/ZrN после смешивания представлено на рисунке 45а. Стоит отметить, что добавление керамических частиц не оказало особого влияния на распределение частиц исходного алюминиевого сплава. В свою очередь, представленный режим смешивания позволил равномерно распределить добавку по матрице AlSi10Mg без значительной деформации алюминиевых частиц (Рисунок 45б). В случае добавления керамических частиц AlN наблюдалась схожее распределение размеров частиц порошка и однородность распределения керамики на AlSi10Mg.



а)



б)

Рисунок 45 – Гранулометрическое распределение (а) и морфология смешанного порошка AlSi10Mg/ZrN (б)

Процесс лазерного синтеза осуществлялся на установке Addsol D50 по оптимальным режимам, установленным для сплава AlSi10Mg в главе 3, а именно мощности лазера 350 Вт, скорости сканирования 1800 мм/с, расстоянии между векторами сканирования 80 мкм и толщине слоя 30 мкм. Для каждой концентрации АКМ (от 0,5 до 5 об. %) были произведены объемные образцы (Рисунок 46).



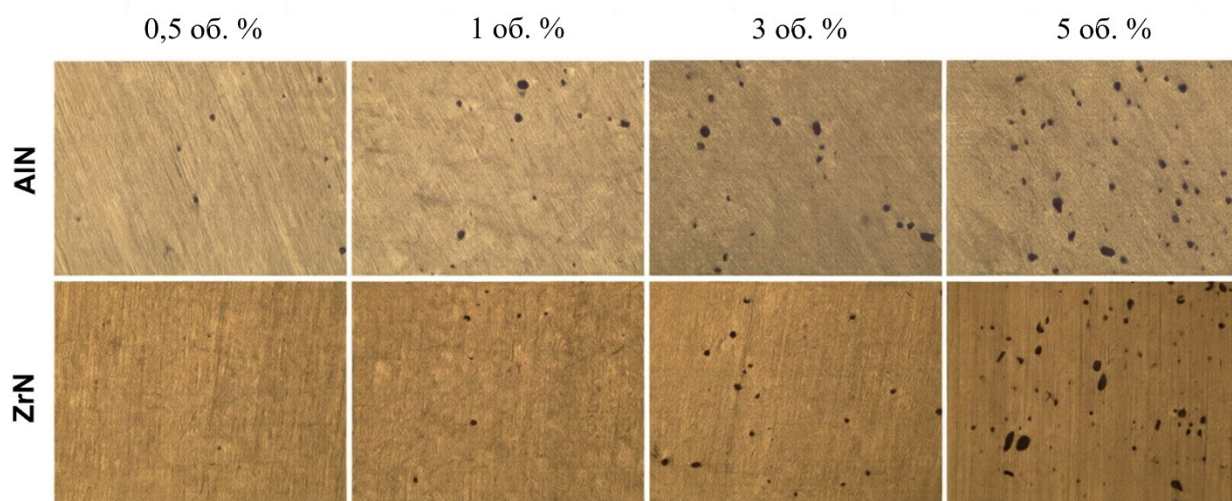
Рисунок 46 – Образцы AlSi10Mg с различной объемной долей AlN в составе (от 0,5 до 5 об. %)

Образцы представляли собой гантели на растяжение и кубы объемом 1 см³ для проведения металлографических исследований. В таблице 8 указаны обозначения АКМ для различной объемной доли армирующего компонента.

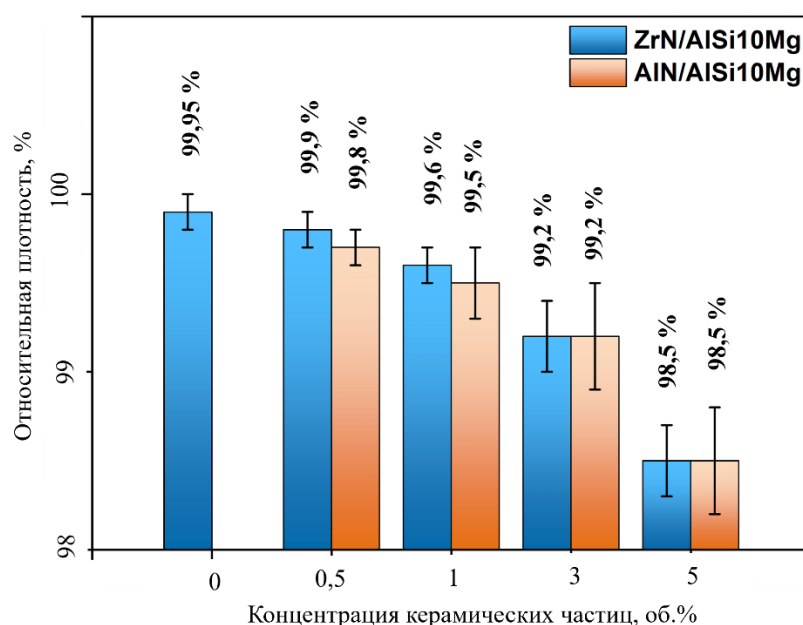
Таблица 8 – Обозначения композиционного материала в зависимости от содержания и типа упрочняющих частиц

Содержание, об. %	0,5	1	3	5
ZrN	AlSi10Mg/0,5ZrN	AlSi10Mg/1ZrN	AlSi10Mg/3ZrN	AlSi10Mg/5ZrN
AlN	AlSi10Mg/0,5AlN	AlSi10Mg/1AlN	AlSi10Mg/3AlN	AlSi10Mg/5AlN

Использование вышеупомянутых параметров СЛП привело к удовлетворительному результату лазерного синтеза. С увеличением количества армирующего наполнителя в составе матрицы сплавленные образцы меняли свой цвет от серого к более темному без видимых повреждений на поверхности. При этом по результатам металлографии удалось получить образцы с относительной плотностью более 99,9 %. На рисунке 47 приведена зависимость относительной плотности АКМ от концентрации упрочняющей добавки в составе матрицы AlSi10Mg.



а)



б)

Рисунок 47 – Изображения структуры (а) и зависимость относительной плотности (б) АКМ при различном содержании керамики

На основании металлографического анализа можно заключить, что AlSi10Mg и АКМ с содержанием керамических частиц до 3 об. % характеризуются относительной плотностью более 99,8 %. Хотя определенные для этих материалов значения плотности лежат в пределах погрешности, при обработке оптических изображений микроструктур прослеживалось увеличение количества пор и их размера с увеличением объемной доли керамических частиц. Так в AlSi10Mg и AlSi10Mg/0,5ZrN единичные поры наблюдались на отдельных оптических снимках, на что указывает незначительное стандартное отклонение. С увеличением объемной доли армирующих керамических частиц в образцах

увеличивалось количество зон с порами, и также наблюдалась тенденция к росту среднего размера пор. Наименьшие значения относительной плотности ($\sim 98.5\%$) наблюдались у образцов AlSi10Mg/5AlN и AlSi10Mg/5ZrN с 5 об. % керамических частиц.

Приведенные результаты согласуются с данными МКТ для образцов алюмоматричных композитов. На рисунке 48 показано, как изменяется дефектность материала при повышении объемной доли нитрида алюминия в составе. При содержании AlN в 0,5 об. % рассчитанное по контрасту количество дефектов составило 0,25 %. Поры преимущественно характеризовались размером 50-80 мкм, с единичными несплошностями до 200 мкм. С повышением содержания керамики в составе АКМ пористость увеличивается до 1,36 %, что отлично согласуется с результатами металлографического исследования (Рисунок 47). При этом следует отметить, что средний размер дефектов составляет порядка 40 мкм, что характерно для газовых пор.

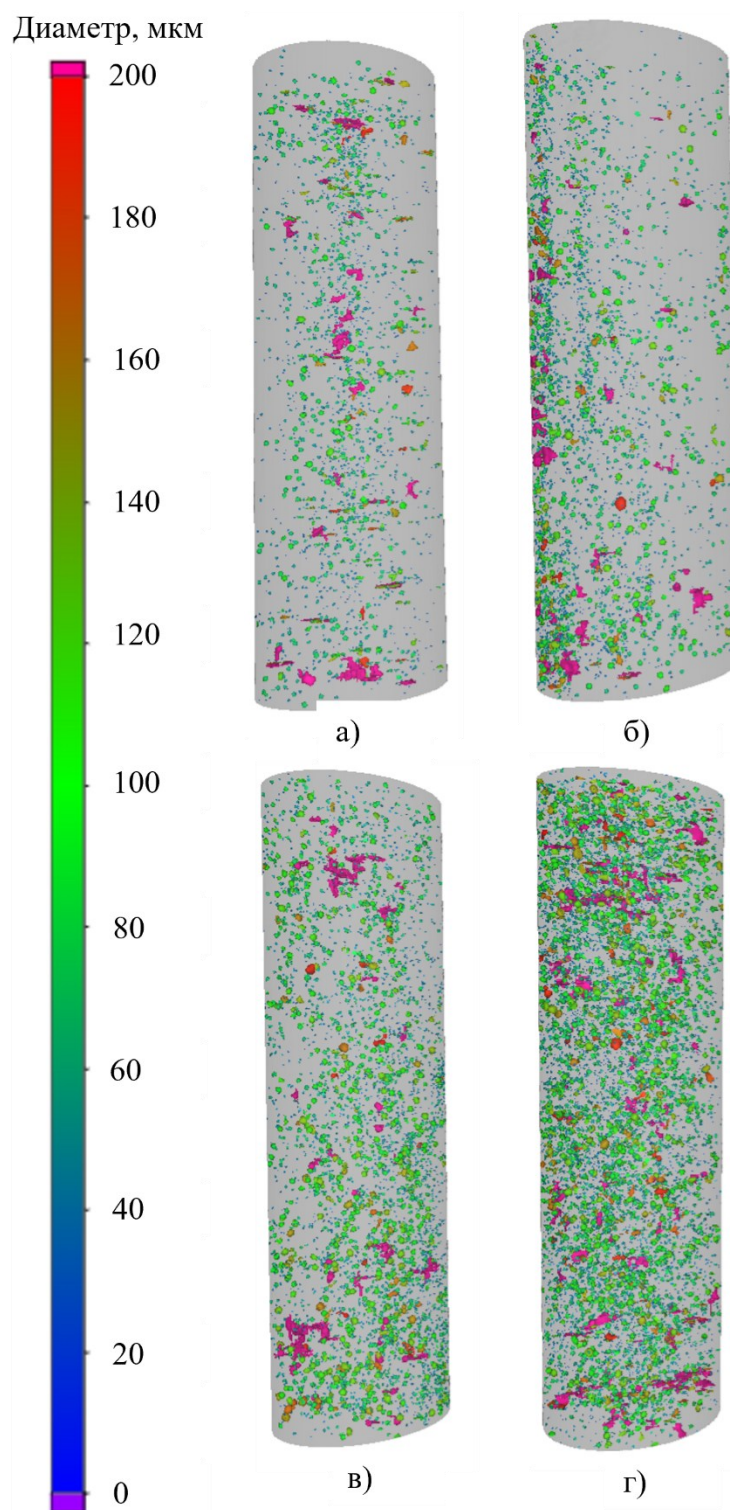


Рисунок 48 – МКТ образцов AlSi10Mg/AlN с концентрацией керамики 0,5 (а), 1 (б), 3 (в) и 5 (г) об. %

В случае с АКМ AlSi10Mg/ZrN также наблюдается снижение относительной плотности материала с увеличением объемной доли ZrN в составе. Однако значения пористости для соответственных концентраций были меньше, чем для AlN (Рисунок 49).

Так при добавлении керамики от 0,5 до 5 об. % пористость увеличивается с 0,18 до 1,13 %, что также согласуется с данными, проиллюстрированными на рисунке 47.

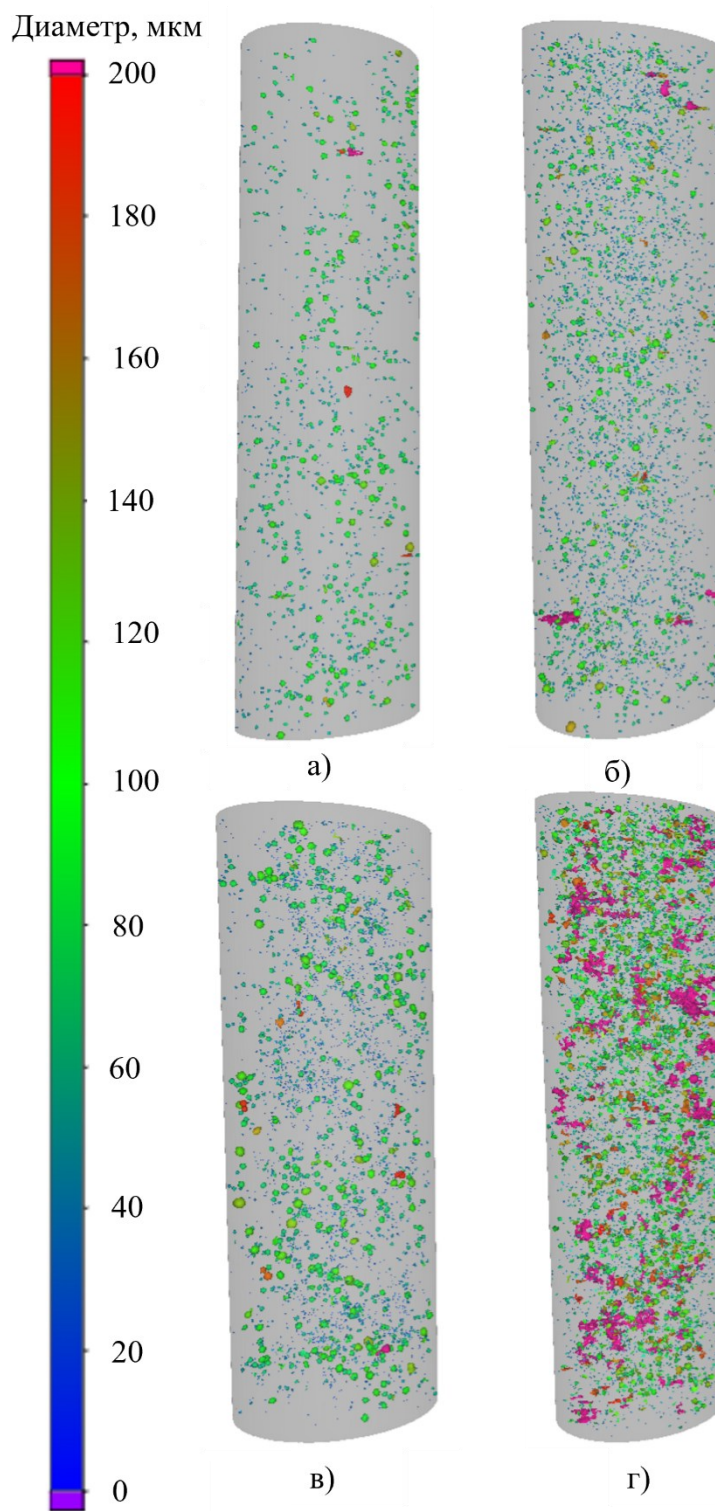


Рисунок 49 – МКТ образцов AlSi10Mg/ZrN с концентрацией керамики 0,5 (а), 1 (б), 3 (в) и 5 (г) об. %

Стоит отметить, что дефектность композита с частицами ZrN ниже, чем при добавлении AlN (Рисунок 50). Такой эффект может быть связан с взаимодействием между расплавом AlSi10Mg и керамическими частицами ZrN. Ранее было выявлено, что нитрид алюминия имеет больший краевой угол смачивания, что может способствовать образованию дефектов на границе раздела фаз.

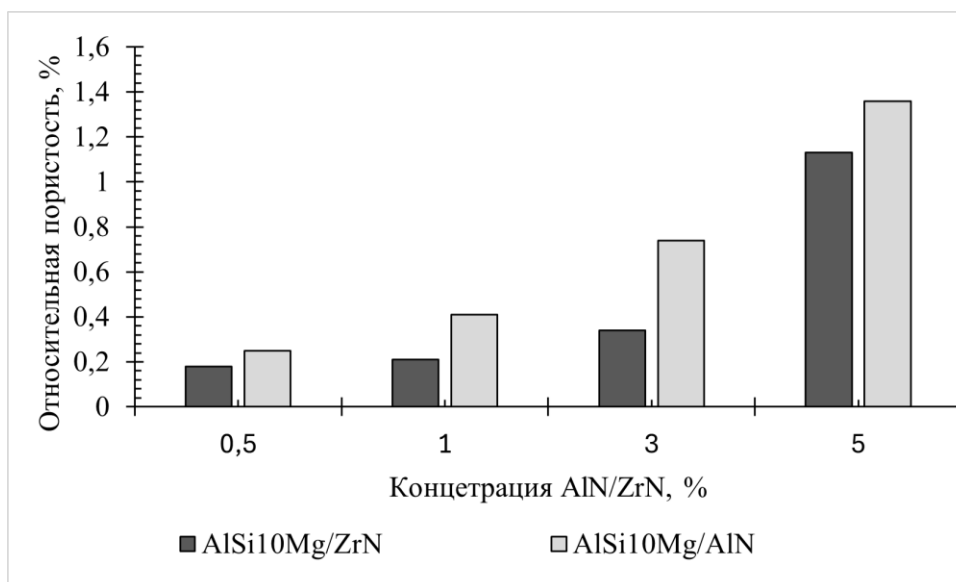


Рисунок 50 – Влияние концентрации керамической добавки на дефектность АКМ по результатам МКТ

В дальнейшем при исследовании микроструктуры АКМ будет более подробно разобрано межфазное взаимодействие между керамическими частицами и матрицей AlSi10Mg после процесса СЛП.

5.2 Особенности микроструктуры композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN

На синтезированных образцах композитов AlSi10Mg/ZrN, AlN с содержанием 5 об. % был проведен РФА анализ. Полученные дифрактограммы в сравнении с эталонным образцом AlSi10Mg приведены на рисунке 51. Как видно, во всех образцах присутствуют две фазы, характерные для AlSi10Mg: α -Al Fm-3m (225), Si Fd-3m (227). Наиболее интенсивный пик в образце AlSi10Mg соответствует плоскости (200). Это указывает на то, что α -Al затвердевает в наиболее предпочтительном для кубических металлов направлении – вдоль кристаллографической ориентации $\langle 100 \rangle$ из-за меньшей плотности атомной упаковки, что хорошо согласуется с результатами других исследований [127–129] и может быть объяснено высоким температурным градиентом вдоль направления роста изделия в

процессе СЛП. Интересно, что в присутствии AlN и ZrN происходит преобразование кристаллической структуры, а наиболее интенсивным становится пик, соответствующий плоскости (111), вместо (200), то есть рост кристаллов Al происходит преимущественно вдоль наиболее плотно упакованной плоскости. Аналогичное изменение интенсивности пиков фазы α -Al наблюдали в исследовании [130]. Пики, соответствующие AlN P63mc(186), идентифицируются не только в AlSi10Mg/5AlN, но и в AlSi10Mg/5ZrN. Кроме того, в AlSi10Mg/5ZrN обнаруживаются пики тетрагональной фазы (Al,Zr,Si) пространственной группы I4/mmm(139), которая, как было сказано ранее, является интерметаллидом Zr(Al,Si)₃ [20]. Как и ожидалось из экспериментов по смачиванию, в процессе СЛП в результате *in-situ* реакции между ZrN и матрицей образуются фазы AlN и Zr(Al,Si)₃. При этом в AlSi10Mg/5AlN никакие дополнительные фазы не были обнаружены, что указывает на химическую инертность AlN в отношении AlSi10Mg и хорошо согласуется с результатами смачивания.

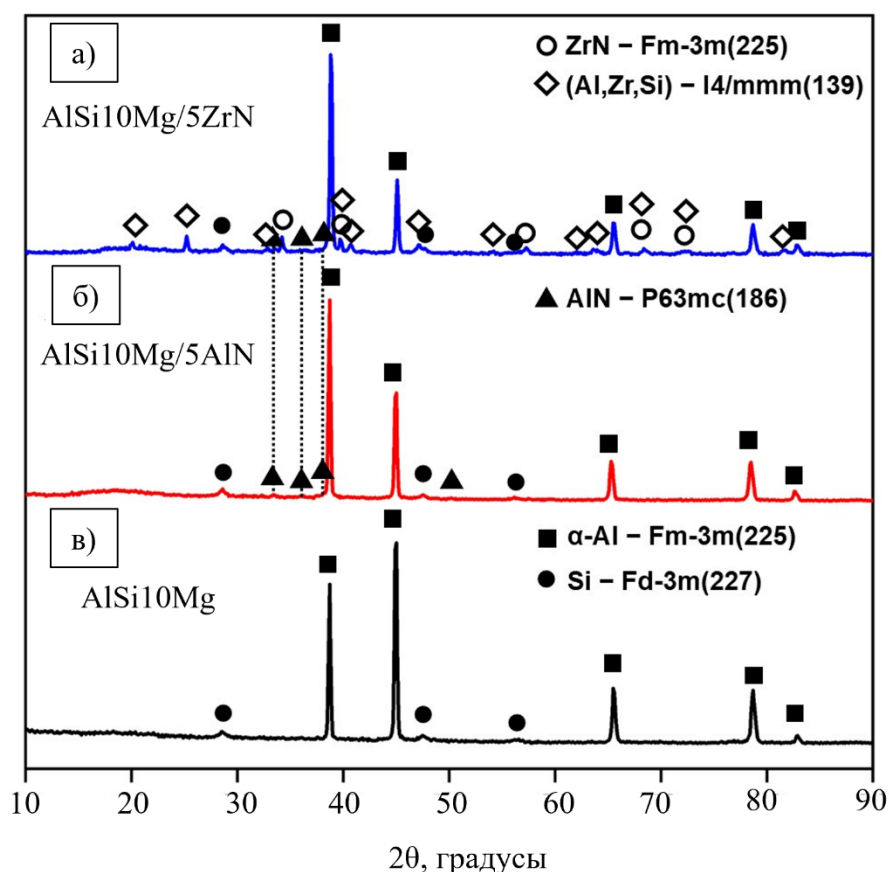
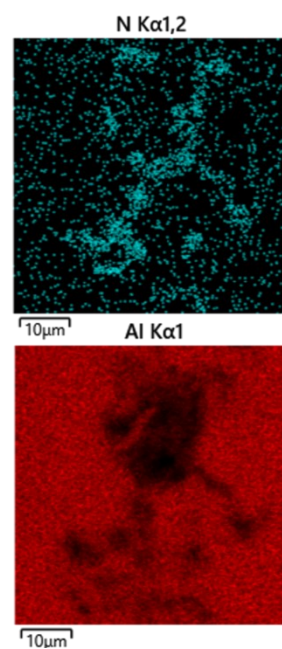
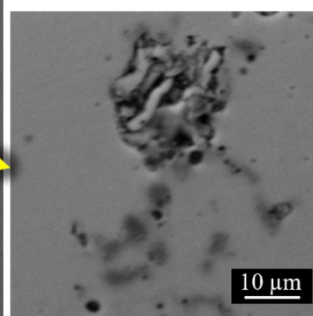
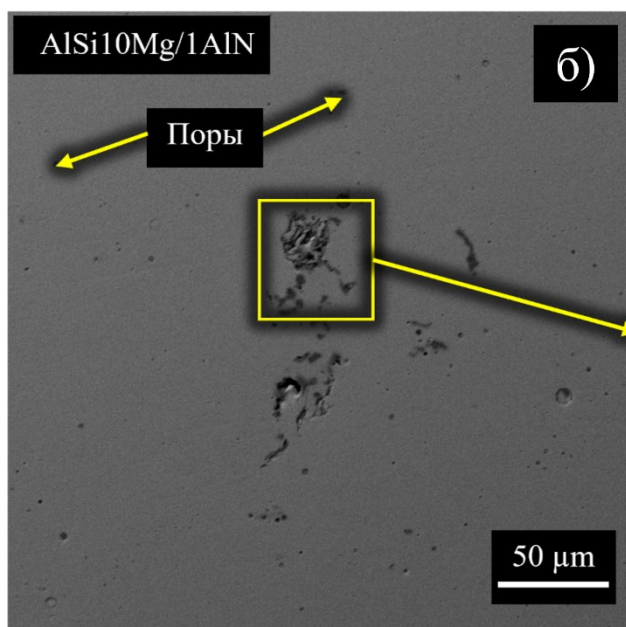
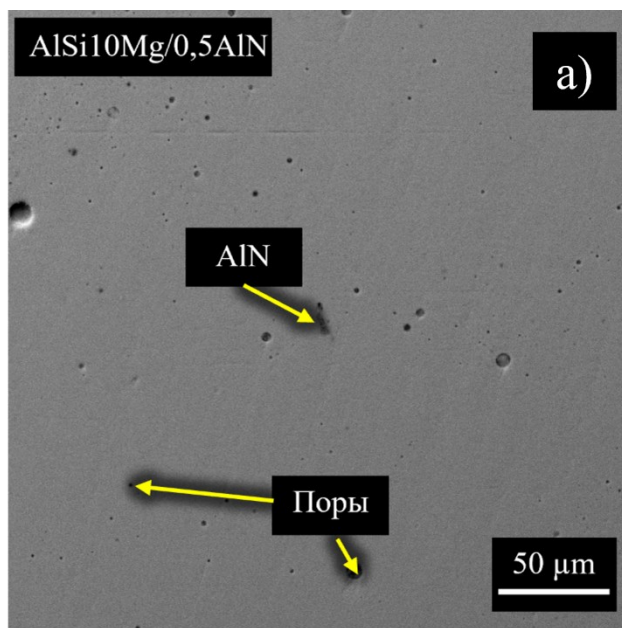


Рисунок 51 – Дифрактограммы композитов AlSi10Mg/5ZrN (а), AlSi10Mg/5AlN (б) и исходного AlSi10Mg (в)

На рисунке 52 представлены микроструктуры и химическое картирование композита AlSi10Mg/AlN после лазерного синтеза. Микроструктура образцов состоит из следующих фазовых составляющих: матрица α -Al, образованная в результате кристаллизации $L \rightarrow L + \alpha$ -Al в соответствии с фазовой диаграммой Al-Si; эвтектическая сетка Al-Si (Si идентифицируется в тех же зонах, что и Al; $L \rightarrow \alpha$ -Al + эвтектика Al-Si, $T = 577 \pm 1$ °C); армирующие частицы AlN. Описанные фазовые составляющие также были идентифицированы на дифрактограмме AlSi10Mg/5AlN после процесса СЛП (Рисунок 51). Типичная микроструктура синтезированного AlSi10Mg является ячеистой, так как чистый α -Al окружен эвтектической сеткой Al-Si, которая оказывает положительное влияние на механические свойства. В структуре композита AlSi10Mg/5AlN вблизи частиц нитрида алюминия были обнаружены достаточно крупные округлые частицы Si, что может быть связано с Оствальдским созреванием в процессе СЛП, которое, по-видимому, является следствием изменений условий теплоотвода из-за разницы в теплопроводности Al и нитрида алюминия [62]. Неравномерное укрупнение частиц Si может снизить прочность композитов AlN/AlSi10Mg.



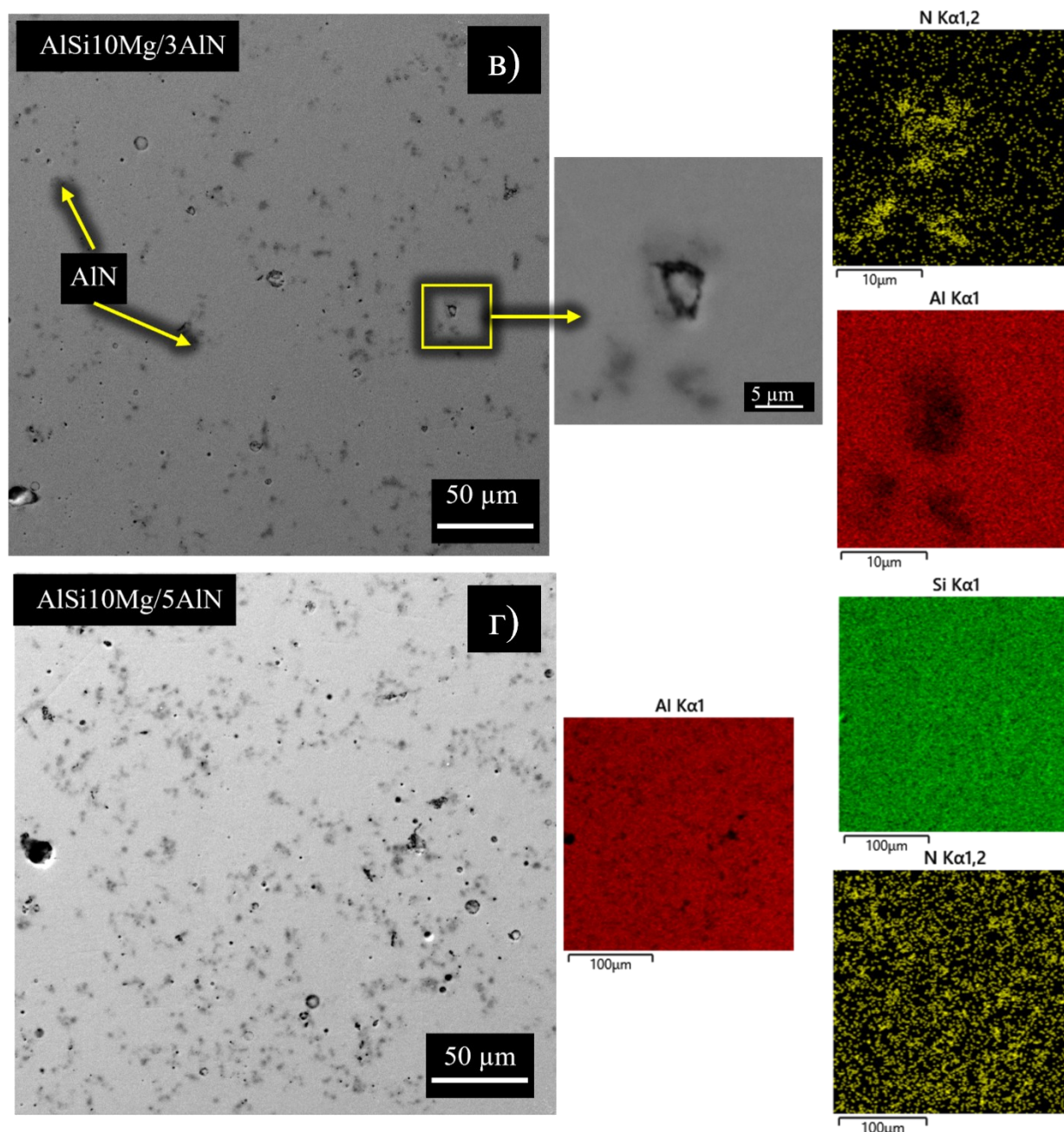
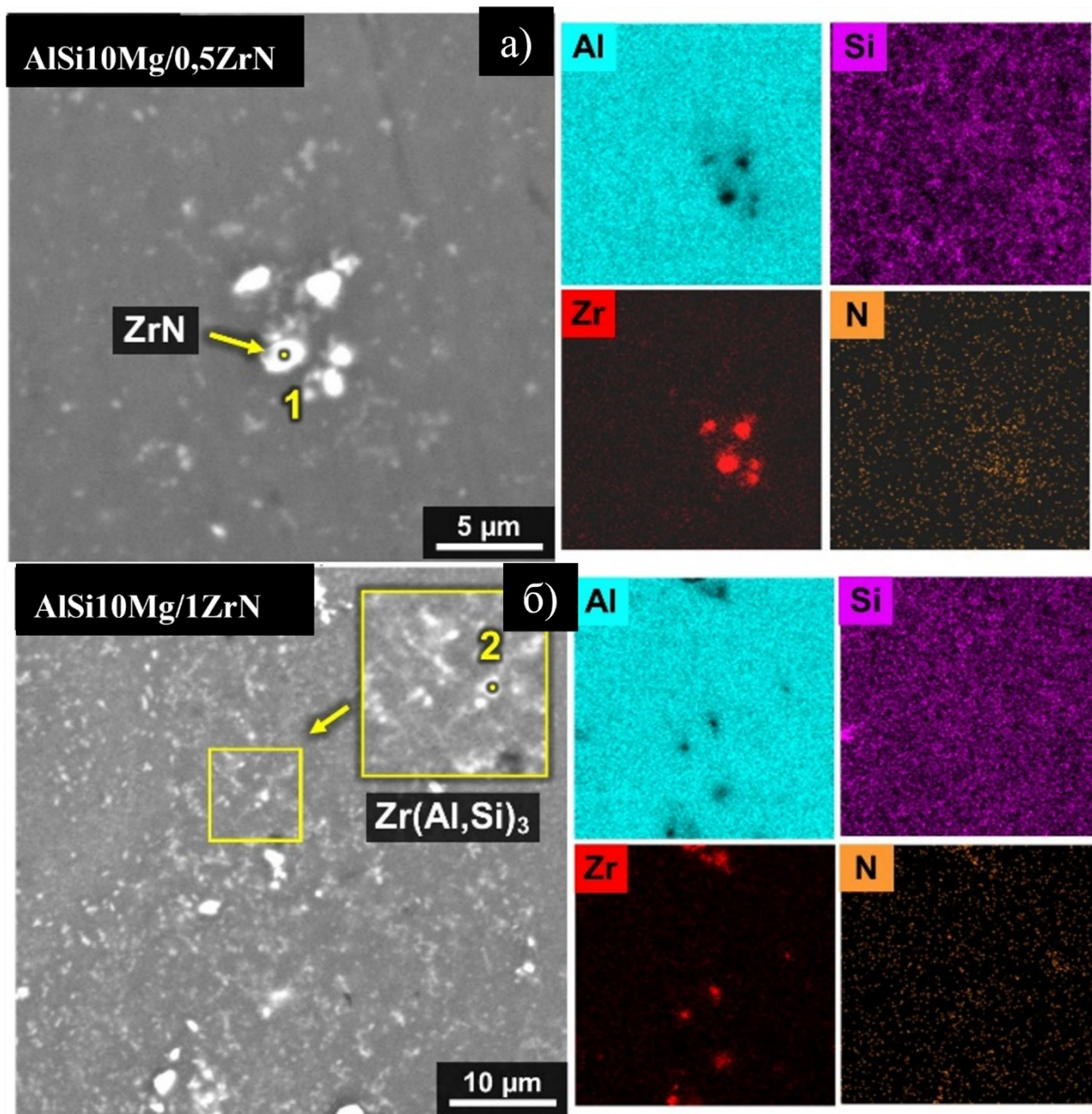


Рисунок 52 – Микроструктура AlSi10Mg с 0,5 (а), 1 (б), 3 (в) и 5 (г) об. % AlN после СЛП

В алюмоматричных композитах, как было сказано ранее, прочная связь на границе раздела фаз Al-керамика играет важную роль в достижении высоких механических свойств, поскольку она может обеспечивать эффективный перенос нагрузки с матрицы на армирующие частицы и препятствовать распространению трещин [131,132]. Однако в композитах AlSi10Mg/AlN при большем увеличении видно, что часть частиц AlN имеют плохую адгезию с алюминиевой матрицей. В предыдущем разделе было показано, что AlN плохо смачивается AlSi10Mg, что, по-видимому, привело к образованию несплошностей между AlN и матрицей в процессе СЛП. В работе [133] аналогичные дефекты

образовывались на границе стальной матрицы и керамических частиц Y_2O_3 , которые также характеризуются плохой смачиваемостью.

На рисунке 53 показана зависимость микроструктуры композитов AlSi10Mg/ZrN от объемной доли ZrN. Во всех образцах AlSi10Mg/ZrN в отличие от AlSi10Mg/AlN крупные частицы Si не наблюдаются (отсутствуют зоны локализации Si на карте распределения Si). Вместо этого на карте распределения Si некоторых образцов (Рисунок 53а,в) отчетлива видна эвтектическая сетка Al-Si, окружающая α -Al.



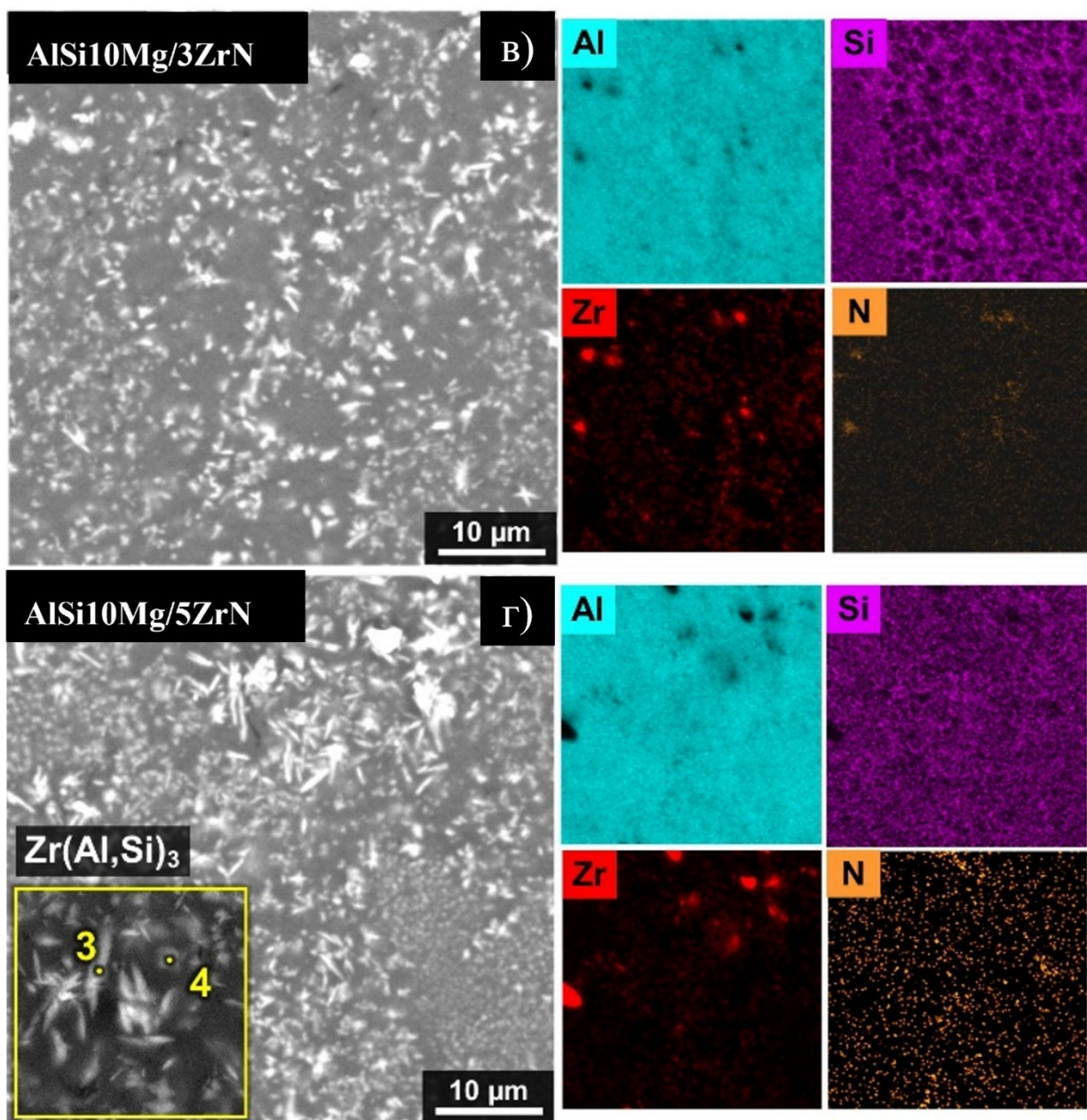


Рисунок 53 – Микроструктура AlSi10Mg/ZrN с содержанием ZrN 0,5 (а), 1 (б), 3 (в) и 5 (г) об. % после СЛП

В микроструктурах АКМ обнаруживаются включения, морфология которых зависит от объемной доли ZrN. В образцах AlSi10Mg/0,5ZrN и AlSi10Mg/1ZrN (Рисунок 53а,б) видны мелкие включения, напоминающие точки (белые точки в микроструктурах). Увеличение объемной доли ZrN до 3 и 5 об. % приводит к формированию включений игольчатой морфологии (Рисунок 53в,г), длина которых варьируется от 1 до 5 мкм, при этом точечные включения также присутствуют. Посредством точечной ЭДС был изучен элементный состав этих включений (Таблица 9), исходя из соотношения Al:Si:Zr, можно предположить, что игольчатые включения соответствуют фазе $Zr(Al,Si)_3$, образование которой наблюдали в процессе смачивания.

Таблица 9 – ЭДС анализ включений в микроструктуре AlSi10Mg/ZrN на рисунке 53

Точка	Al, ат. %	Si, ат. %	Zr, ат. %	N, ат. %	Фаза
1	40,4	2,4	25,5	31,6	ZrN
2	82,5	10,4	7,2	-	Zr(Al,Si) ₃
3	76,8	13,4	9,8	-	
4	79,5	11,0	9,5	-	

Можно заметить (Рисунок 53), что интерметаллические включения зачастую располагаются вокруг α -Al, то есть там же, где и эвтектическая сетка. Исходные частицы ZrN и интерметаллиды демонстрируют прочную связь с алюминиевой матрицей, на межфазных границах какие-либо пустоты не наблюдаются.

5.3 Исследование механических свойств композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN

На синтезированных композитах AlSi10Mg/ZrN, AlN была измерена микротвердость методом Виккерса. На рисунке 54 проиллюстрирована зависимость микротвердости HV при нагрузке 1 Н от содержания керамических частиц в матрице.

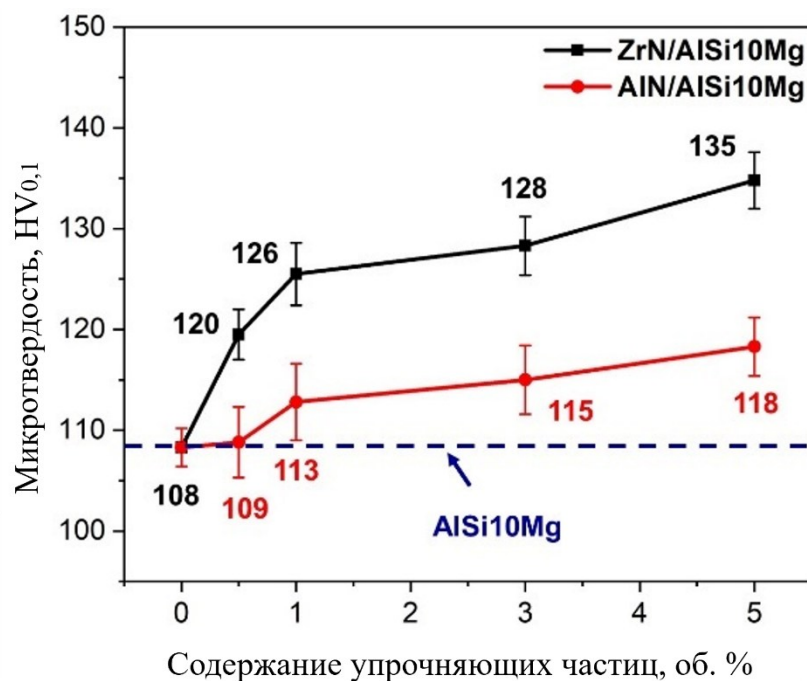
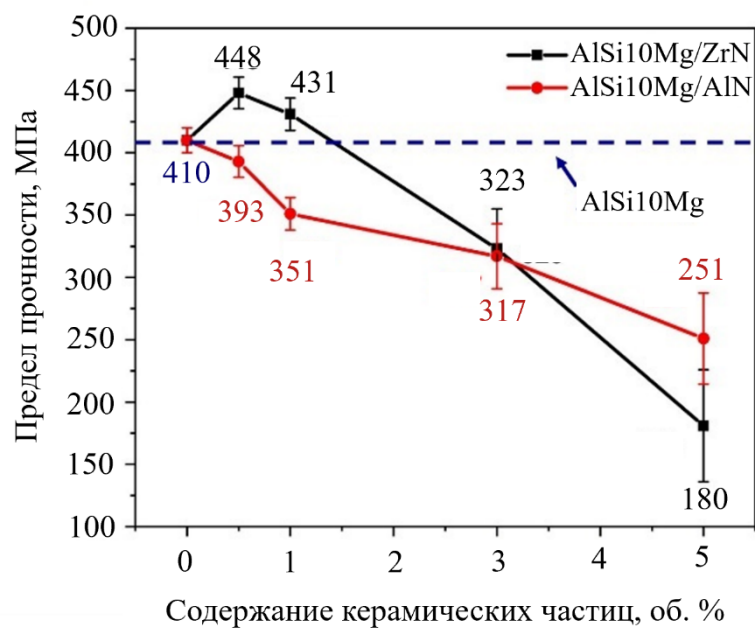


Рисунок 54 – Концентрационная зависимость микротвердости композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN в сравнении с AlSi10Mg

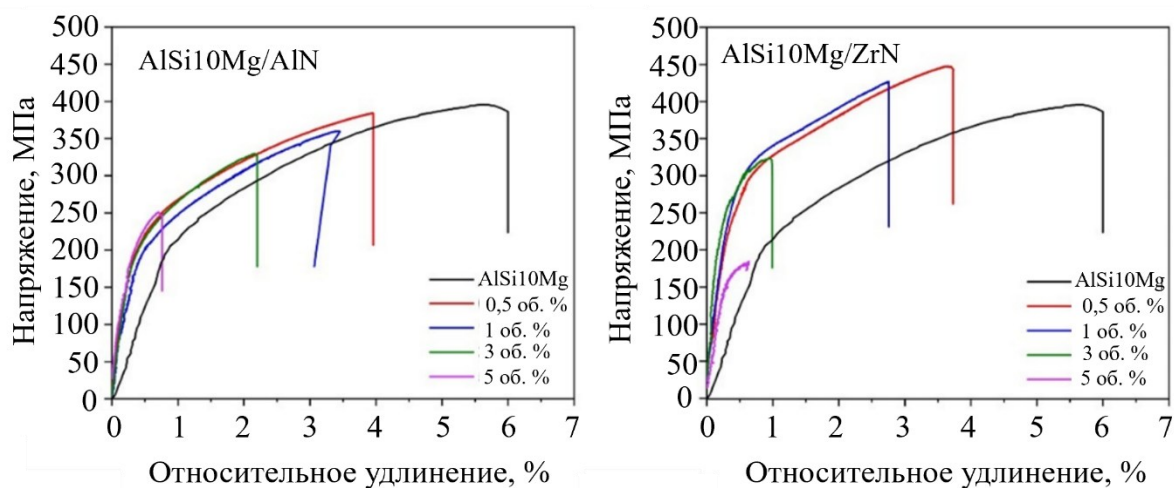
Для неармированного AlSi10Mg значение твердости составило 108 HV_{0.1}. Твердость композитов AlSi10Mg/AlN и AlSi10Mg/ZrN возрастает с увеличением объемной доли AlN и ZrN соответственно. При этом добавка ZrN оказывает более выраженное влияние на твердость в сравнении с AlN. Так композит с 0,5 об. % AlN демонстрирует аналогичную AlSi10Mg твердость 109 HV_{0.1}, а добавление 0,5 об. % ZrN влекло к повышению твердости на 11 %. Максимальное содержание керамических частиц в матрице приводило к наибольшим значениям микротвердости в 118 HV_{0.1} и 135 HV_{0.1} для AlSi10Mg/5AlN и AlSi10Mg/5ZrN соответственно, что на 9 и 25 % выше, чем у AlSi10Mg. Рост твердости по мере увеличения количества армирующих частиц закономерен и связан с переносом нагрузки от алюминиевой матрицы к твердой армирующей добавке, оказывающей сопротивление вдавливанию. При этом использование нитрида циркония сопровождается более дисперсной микроструктурой, что обуславливает более высокие значения твердости.

В свою очередь прочностные характеристики, установленные при одноосном растяжении, имеют иную зависимость от количества керамических частиц, нежели микротвердость. На рисунке 55 видно, что добавление 0,5 об. % AlN приводит к снижению предела прочности при растяжении с 410 до 393 МПа. Данная тенденция сохраняется при увеличении объемной доли AlN, в интервале от 0,5 до 5 об. %. Прочность монотонно снижается, достигая минимального значения 251 МПа при 5 об. % AlN. Такая тенденция к снижению прочностных характеристик может быть связана с наличием несплошностей вокруг армирующих частиц, которые выступают в качестве концентраторов напряжений и закономерно снижают прочность конечного композита. Введение 0,5 об. % ZrN, напротив, приводит к повышению прочности до 448 МПа, что на 9 % больше по сравнению с AlSi10Mg. При увеличении объемной доли ZrN до 1 об. % прочность снижается до 431 МПа, а в интервале от 3 до 5 об. % прочность продолжает дополнительно снижаться. В итоге образец AlSi10Mg/5ZrN характеризуется наименьшей прочностью при растяжении в 180 МПа, что в 2,3 и 1,4 раза меньше в сравнении с неармированным AlSi10Mg и композитом AlSi10Mg/5AlN.

Как видно из кривых растяжения (Рисунок 55), добавление микронных керамических частиц AlN и ZrN приводит к снижению относительного удлинения даже при минимальном содержании армирующей добавки. Для образцов AlSi10Mg/0,5AlN и AlSi10Mg/0,5ZrN относительное удлинение составило ~ 4 %, в то время как AlSi10Mg после СЛП имеет удлинение 6 %. Образцы AlSi10Mg/5AlN и AlSi10Mg/5ZrN характеризовались наименьшим удлинением в 0,7 и 0,6 % соответственно.



а)



б)

Рисунок 55 – Концентрационная зависимость предела прочности композитов (а) и кривые растяжения (б) AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN в сравнении с AlSi10Mg

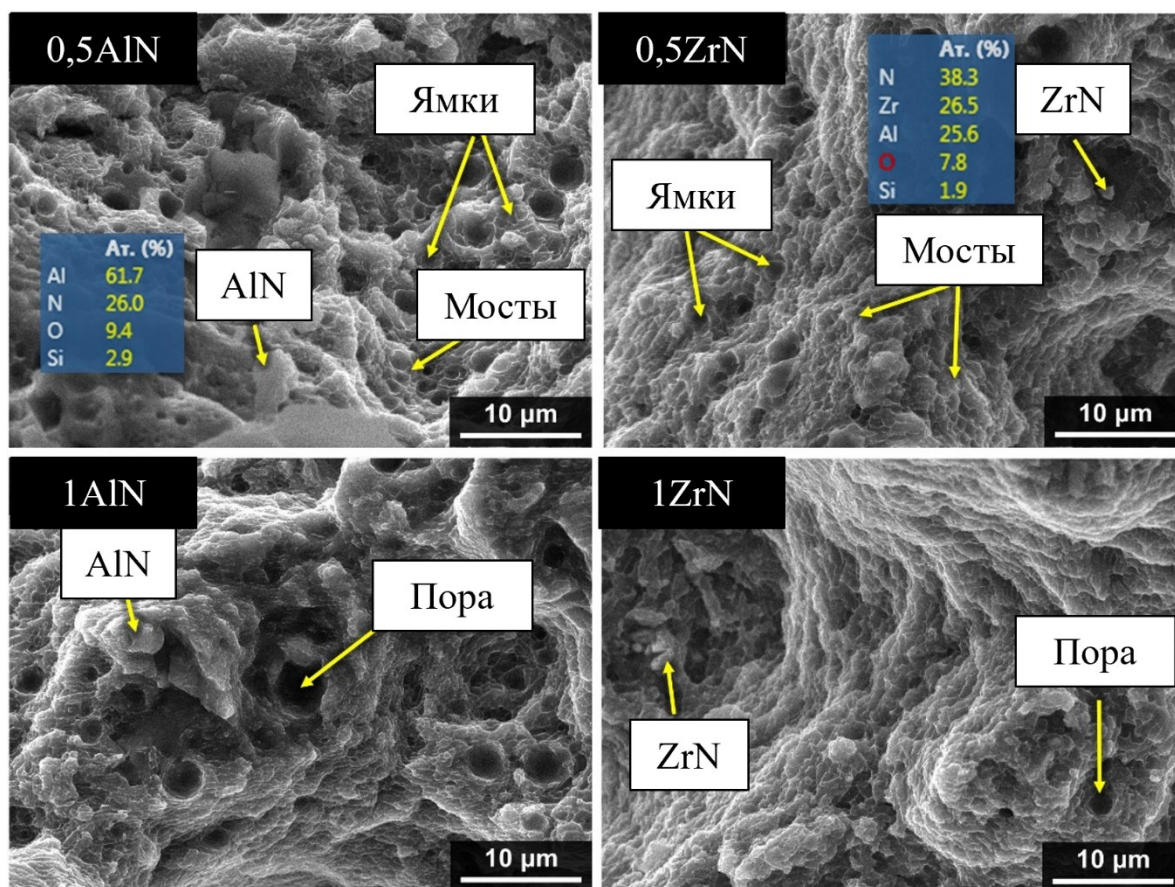
Полные данные, полученные в ходе проведения механических испытаний, металлографического исследования для алюмоматричных композиционных материалов AlSi10Mg/ZrN, AlN представлены в таблице 10.

Таблица 10 – Сведения о механических свойствах и относительной плотности композитов AlSi10Mg/ZrN, AlSi10Mg/AlN и сплава AlSi10Mg [132]

Образец	Относительная плотность, %	Микротвердость	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
AlSi10Mg	99.9 ± 0.1	108.3 ± 1.9 HV _{0.1}	264,3 ± 3	410 ± 10	6.1 ± 0.7
AlSi10Mg/0,5ZrN	99.8 ± 0.1	119.8 ± 2.5 HV _{0.1}	307,9 ± 16	448 ± 13	3.7 ± 0.9
AlSi10Mg/1ZrN	99.6 ± 0.1	125.5 ± 3.1 HV _{0.1}	281,9 ± 13	431 ± 13	2.7 ± 0.6
AlSi10Mg/3ZrN	99.2 ± 0.2	128.3 ± 2.9 HV _{0.1}	208,5 ± 28	323 ± 32	1.0 ± 0.3
AlSi10Mg/5ZrN	98.5 ± 0.2	134.8 ± 2.8 HV _{0.1}	150,34 ± 40	180 ± 45	0.6 ± 0.3
AlSi10Mg/0,5AlN	99.7 ± 0.1	108.8 ± 3.5 HV _{0.1}	228,3 ± 10	393 ± 12	4.0 ± 0.6
AlSi10Mg/1AlN	99.5 ± 0.2	112.8 ± 3.8 HV _{0.1}	219,8 ± 11	351 ± 14	3.5 ± 0.8
AlSi10Mg/3AlN	99.2 ± 0.3	115.0 ± 3.4 HV _{0.1}	186,9 ± 21	317 ± 26	2.2 ± 0.7
AlSi10Mg/5AlN	98.5 ± 0.3	118.3 ± 2.9 HV _{0.1}	152,3 ± 41	251 ± 37	0.7 ± 0.6

При проведении фрактографии композитов AlSi10Mg/ZrN, AlN с разным содержанием керамических частиц было отмечено, что при малом количестве керамики (0,5 об. %) поверхность излома состоит из большого количество ямочек и пластичных перемычек, которые указывают на вязкое разрушение образцов (Рисунок 56). Также в структуре обоих образцов обнаруживаются поры и отделенные керамические частицы. С увеличением объемной доли керамических частиц ямочки и мосты становятся менее выраженными, что указывает на снижение пластичности, которое также наблюдается на кривых растяжения. В образцах AlSi10Mg/3ZrN и AlSi10Mg/5ZrN наблюдаются крупные трещины, указывающие на растрескивание композитов в ходе испытаний (хрупкое разрушение). В целом композиты AlSi10Mg/AlN и AlSi10Mg/ZrN имеют смешанный характер разрушения, при малом количестве керамических частиц вязкое разрушение преобладает над хрупким, а при достижении 5 об. % механизм разрушения становится ближе к хрупкому (удлинение не превышает 1 %). Также можно заметить укрупнение пор с увеличением объемной доли керамических частиц. Следует отметить, что в композитах AlSi10Mg/AlN наблюдаемые частицы AlN зачастую не окружены матрицей, что также указывает на плохую связь между алюминиевой матрицей и AlN, которая привела к полной декогезии на границе AlSi10Mg-AlN в ходе испытаний на растяжение и снижению прочности. В композитах AlSi10Mg/ZrN большинство частиц ZrN, напротив, прочно закреплено в матрице, вокруг некоторых частиц обнаруживаются небольшие полости, образовавшиеся вследствие частичной декогезии на границе Al-ZrN, единичные частицы

ZrN полностью отделены от стенок полости. Также интересно, что в некоторых крупных порах обнаруживаются скопления керамических частиц.



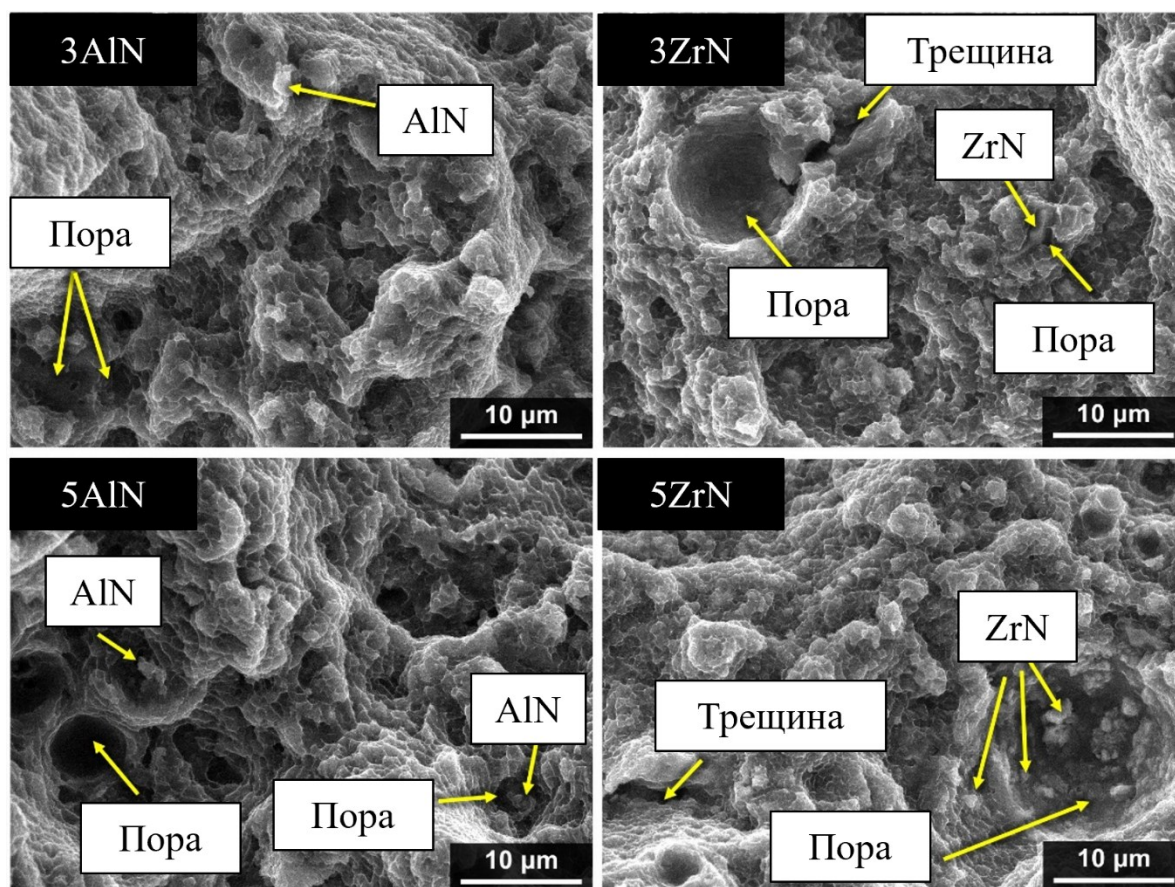


Рисунок 56 – Поверхность изломов композитов AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN с разным содержанием упрочняющих частиц (от 0,5 до 5 об. %)

Резюмируя вышесказанное, композиты AlSi10Mg/ZrN и AlSi10Mg/AlN характеризуются одинаковой относительной плотностью, которая постепенно снижается с 99.8 до 98.5 % в интервале концентраций от 0.5 до 5 об. %. Добавление малого количества микронного ZrN (до 1 об. %) к AlSi10Mg приводит к повышению твердости на ~ 17 % и прочности при растяжении на ~ 9 % при заметном снижении удлинения (в 2 раза). С увеличением объемной доли ZrN прочность снижается, а хрупкое разрушение преобладает над вязким, при этом твердость, напротив, продолжает увеличиваться, достигая 135 HV_{0.1} при 5 об. %. Армирование AlSi10Mg керамическими частицами AlN вне зависимости от объемной доли снижает прочность при растяжении и лишь незначительно повышает твердость с 108 HV_{0.1} (AlSi10Mg) до 118 HV_{0.1} при 5 об.%. Наилучшее сочетание твердости и прочности продемонстрировали образцы AlSi10Mg/0,5ZrN и AlSi10Mg/1ZrN. Механические свойства полученных композитов сравнимы со свойствами других АКМ с матрицей AlSi10Mg.

Основываясь на экспериментальных результатах, можно заключить, что смачивание керамических частиц расплавом в процессе СЛП играет немаловажную роль в упрочнении

алюмоматричных композитов. Выбранные керамические добавки AlN и ZrN демонстрируют различный характер смачивания алюминиевыми расплавами. Нитрид алюминия никак не взаимодействует с Al и AlSi10Mg, а смачивание в этом случае является инертным.

Плохая смачиваемость AlN в процессе СЛП привела к образованию несплошностей между некоторыми частицами AlN и матрицей AlSi10Mg. Учитывая, что композиты AlSi10Mg/AlN и AlSi10Mg/ZrN в целом характеризовались одинаковой относительной плотностью, то вполне очевидно, что недостаточное межфазное соединение являлось одной из причин снижения прочности в композитах AlSi10Mg/AlN. Дело в том, что дефекты (частичная декогезия) на границе Al-AlN служат концентраторами напряжений, а при растяжении эти зоны являются предпочтительными для возникновения и распространения трещин. Под действием растягивающих напряжений алюминиевая матрица подвергается пластической деформации. Из-за изменения объема матрицы вокруг частиц AlN первоначальная частичная декогезия между AlSi10Mg и AlN усиливается за счет сепарирования микропустот дополнительно возникших на границе AlN-AlSi10Mg в процессе растяжения. Далее происходит полное отслоение некоторых частиц AlN от AlSi10Mg, на что также указывает большое количество частиц AlN в изломах. Возникающие трещины распространяются по ослабленным границам AlN-AlSi10Mg, а плохая связь между частицами и матрицей не позволяет эффективно переносить нагрузку на AlN, что приводит к преждевременному разрушению композитов.

В случае ZrN происходит реактивное смачивание расплавами Al и AlSi10Mg, т. е. капли расплавов растекаются по поверхности ZrN вследствие протекания химической реакции на границе Al-ZrN или AlSi10Mg-ZrN с образованием $\text{Al}_3\text{Zr}/\text{Zr}(\text{Al},\text{Si})_3$ и AlN. В процессе СЛП происходит взаимная диффузия Al и Zr между частицами ZrN и матрицей AlSi10Mg, за счет чего образуется прочная связь на границе раздела фаз металл-керамика, которая обеспечивает эффективный перенос нагрузки с матрицы на армирующие частицы. Помимо этого, при малых количествах ZrN (до 1 об. %) вдоль границ α -Al в результате *in-situ* реакции образуются мелкозернистые интерметаллидные включения $\text{Zr}(\text{Al},\text{Si})_3$, которые, по-видимому, также вносят вклад в дисперсионное упрочнение матрицы. Вследствие чего при добавлении 0.5 и 1 об. % ZrN повышается твердость на 11 и 16 %, а также предел прочности на 9 и 5 % соответственно. Наблюдаемые в образцах AlSi10Mg/3ZrN и AlSi10Mg/5ZrN хрупкие игольчатые интерметаллиды $\text{Zr}(\text{Al},\text{Si})_3$, по-видимому, являлись местами зарождения и распространения трещин, что привело к растрескиванию композитов при растяжении и значительному снижению предела прочности вплоть до 180 МПа. Однако в случае образцов AlSi10Mg/ZrN дополнительное упрочнение матрицы интерметаллидами,

по-видимому, привело к более ощутимому повышению твердости (на 11-25 %) в сравнении с AlSi10Mg/AlN (на 0-9 %), где никакие дополнительные фазы не образуются. Следует отметить, что в случае обоих композитов AlSi10Mg/AlN и AlSi10Mg/ZrN (в интервале от 0,5 до 5 об. % керамических частиц) увеличение количества пор вносит дополнительный вклад в снижение прочностных характеристик, действуя как концентраторы напряжений.

Можно отметить, что конечные свойства композита зависели от значения краевого угла смачивания и как следствие от состояния границы раздела фаз. Чем выше значения краевого угла смачивания, тем выше вероятность образования несплошностей и ухудшения механически свойств. Данное утверждение отлично коррелирует с результатами, представленными в других работах, которые проиллюстрированы на рисунке [95, 97-101].

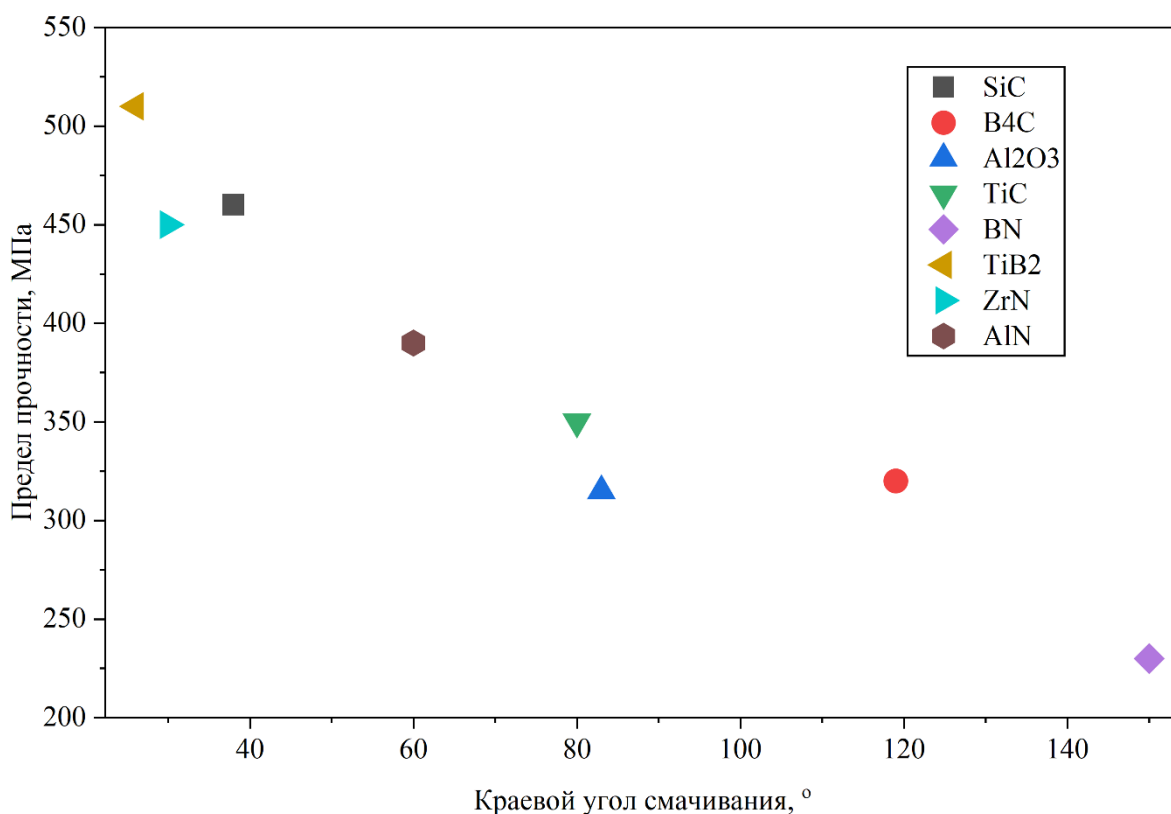


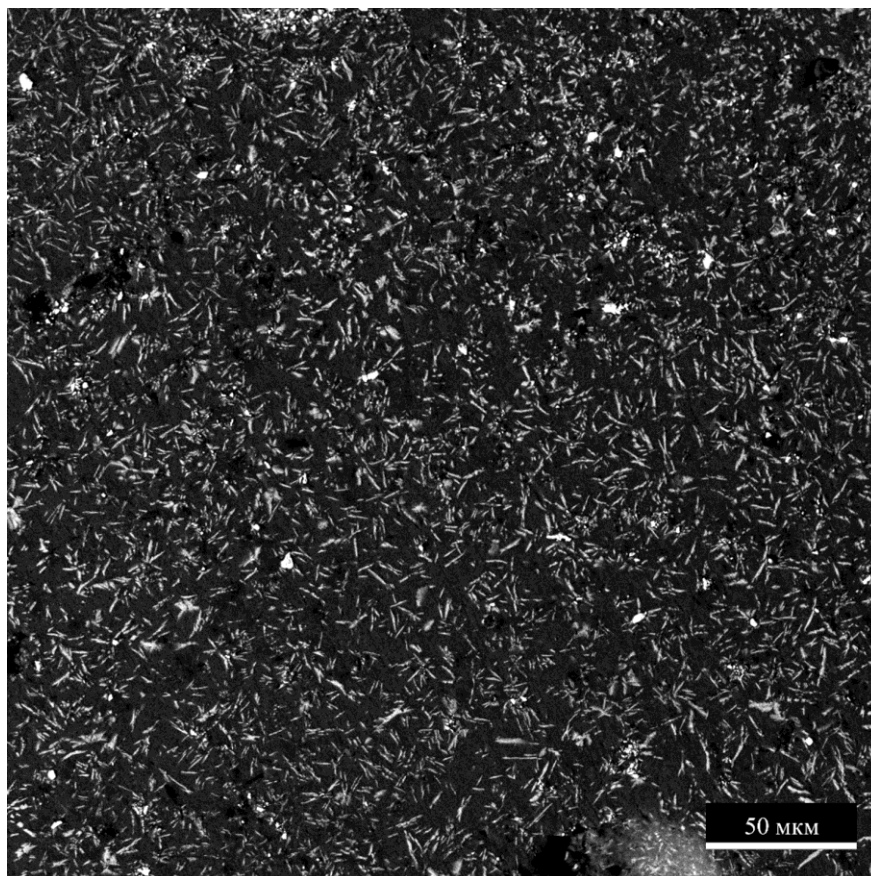
Рисунок 57 – Зависимость предела прочности алюминиевых композитов от значения краевого угла смачивания

Однако до сих пор неясно, как процесс лазерного синтеза влияет на распределение керамических частиц в ванне расплава, поэтому в следующей главе более подробно будет рассмотрено влияние параметров СЛП на массоперенос керамических частиц ZrN в матрице AlSi10Mg.

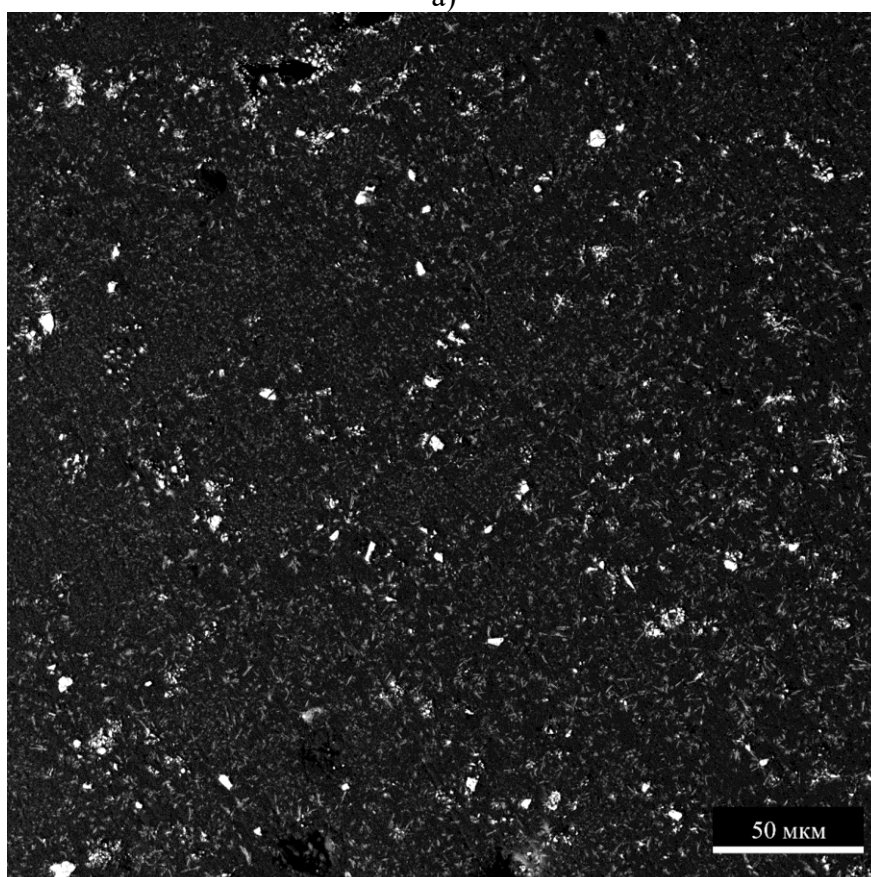
Глава 6. Количественная оценка однородности распределения частиц ZrN, AlN в структуре AlSi10Mg

Добавление второй фазы, такой как керамические частицы непременно меняют физические свойства конечного композита и оказывает влияние на процесс плавления. Лазерная поглощающая способность, плотность, вязкость расплава, смачиваемость и т.п. – все эти свойства зависят от состава композита и количества армирующих частиц [134,135]. Оптимизация синтеза проводится путем настройки таких параметров процесса СЛП, как мощность лазера, скорость сканирования, толщина порошкового слоя, стратегия сканирования. Изменение этих параметров позволяет контролировать характеристики ванны расплава, включая ее ширину, глубину, температуру, вязкость и как следствие распределение частиц внутри нее. Неоптимизированные параметры процесса могут приводить не только к дефектам, разобранным в главе 3, но и к сегрегации керамических частиц, их разложению и т. п., что может ухудшать свойства конечного алюмоматричного композиционного материала [136].

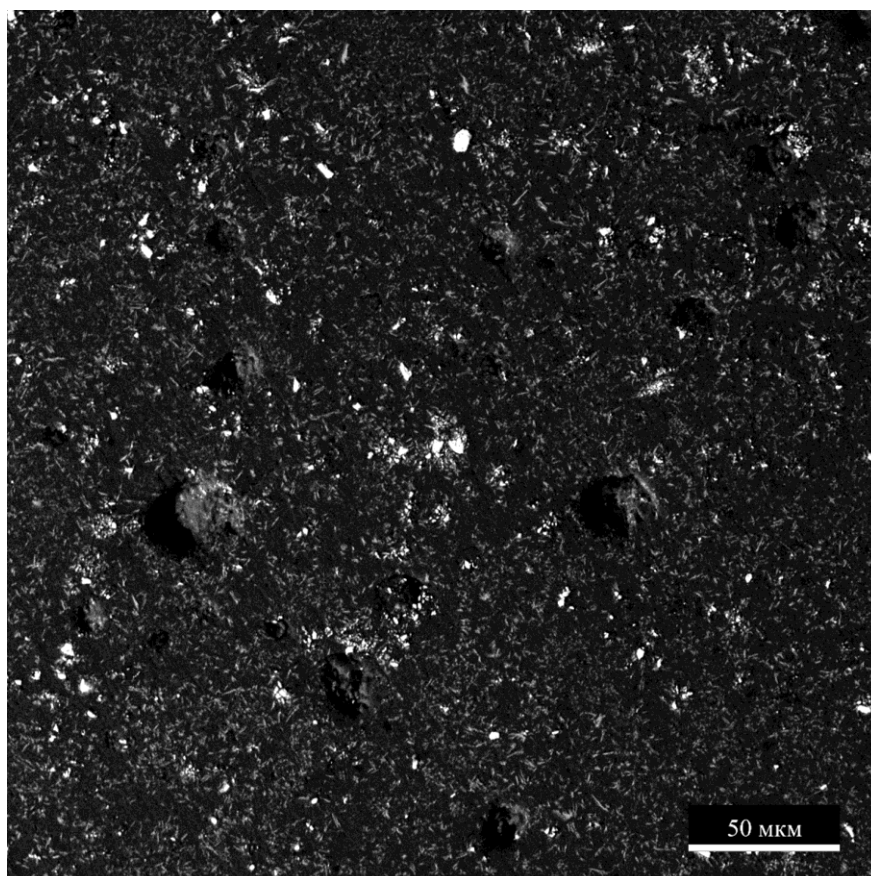
Для исследования взаимосвязи между параметрами лазера при СЛП и распределением частиц керамики в матрице AlSi10Mg были изготовлены образцы при вариации скорости сканирования. В качестве упрочняющей добавки была выбрана керамика ZrN в количестве 5 об. %. Мощность лазера составила 350 Вт, толщина порошкового слоя 30 мкм, расстояние между векторами сканирования 80 мкм, а скорость сканирования варьировалась от 300 до 2500 мм/с для того, чтобы обеспечить минимальное и максимальное энерговложения в плавление композиционного материала. В дальнейшем поперечное сечение синтезированных образцов анализировалось с помощью СЭМ в режиме обратноотраженных электронов (Рисунок 58) [139].



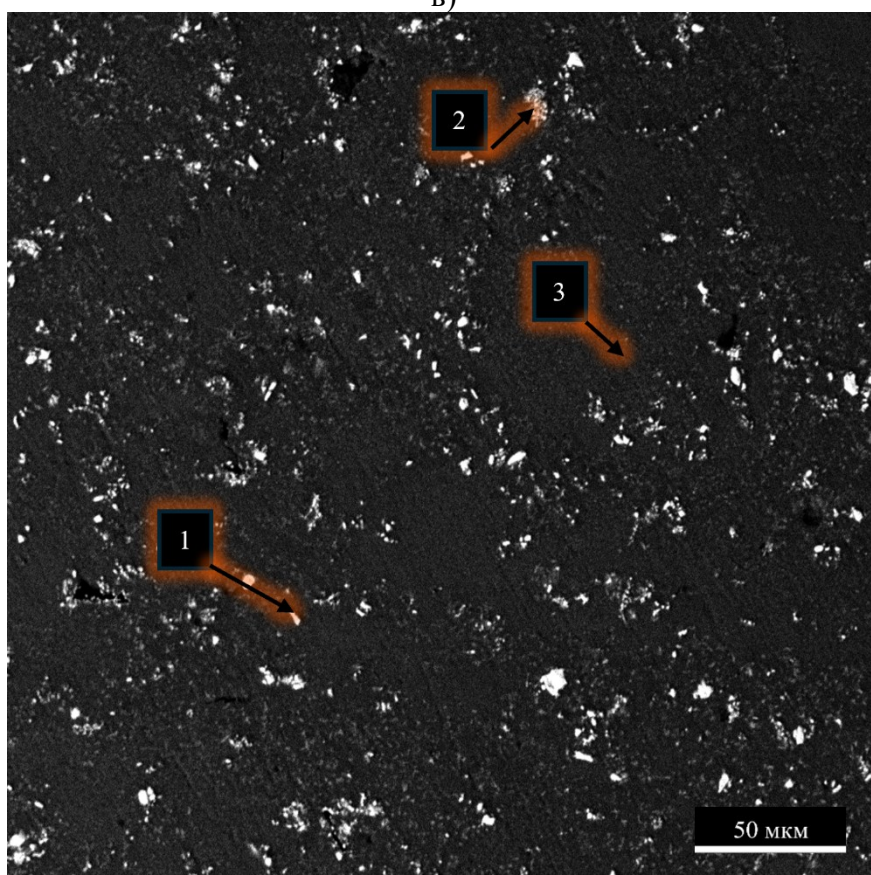
a)



b)



б)



г)

Рисунок 58 – Микроструктура AlSi10Mg/5ZrN при скорости сканирования 300 (а), 900 (б), 1700 (в) и 2500 (г) мм/с

На изображениях СЭМ видно, что при низких скоростях сканирования микроструктура композита AlSi10Mg/ZrN представлена игольчатой фазой $Zr(Al,Si)_3$ (Рисунок 58а), как было показано в главе 5, при этом при скорости сканирования в 2500 мм/с наличие данной фазы не наблюдается (Рисунок 58г). Кроме того, важно отметить, что размер фаз игольчатой морфологии изменяется в зависимости от подводимой энергии в процессе СЛП. Так при скорости сканирования 300 мм/с размер игольчатый кристаллов составлял ~ 5 мкм, а повышение скорости сканирования до 900 мм/с привело к уменьшению размера частиц в 2 раза (средний размер ~ 3 мкм). С помощью точечного ЭДС анализа были получены данные по содержанию элементов в выбранных областях (Рисунок 58г), значения которых представлены в таблице 11. Исходя из соотношений Al:Zr:N можно предположить, что выбранные области характеризуются наличием фазы ZrN, при этом в точке 2 наблюдается агломерирование мелких керамических частиц в матрице AlSi10Mg.

Таблица 11 – Элементный анализ точек на рисунке 34г

Точка	Al, ат. %	Si, ат. %	Zr, ат. %	N, ат. %	Mg, ат. %
1	–	–	44,4	55,6	–
2	30,9	2,7	32,9	33,5	–
3	85,0	14,1	0,5	–	0,4

Рассмотренные изображение СЭМ алюмоматричного композиционного материала AlSi10Mg/ZrN, синтезированного при переменных значениях скорости сканирования отлично согласуются с результатами РФА, проиллюстрированными на рисунке 59. Видно, что параметры СЛП действующие низкие скорости сканирования (300 и 900 мм/с) характеризуются наличием пиков тетрагональной фазы (Al,Zr,Si) пространственной группы $I4/mmm(139)$, что, как было рассмотрено ранее, принадлежит фазе $Zr(Al,Si)_3$. Наличие данной фазы характерно для всех представленных случаев, однако интенсивность соответствующих пиков снижается с увеличением скорости сканирования. Также, во всех образцах присутствуют фазы, характерные для AlSi10Mg: α -Al Fm-3m (225), Si Fd-3m (227) и характерная для керамики ZrN фаза ZrN-Fm-3m (225).

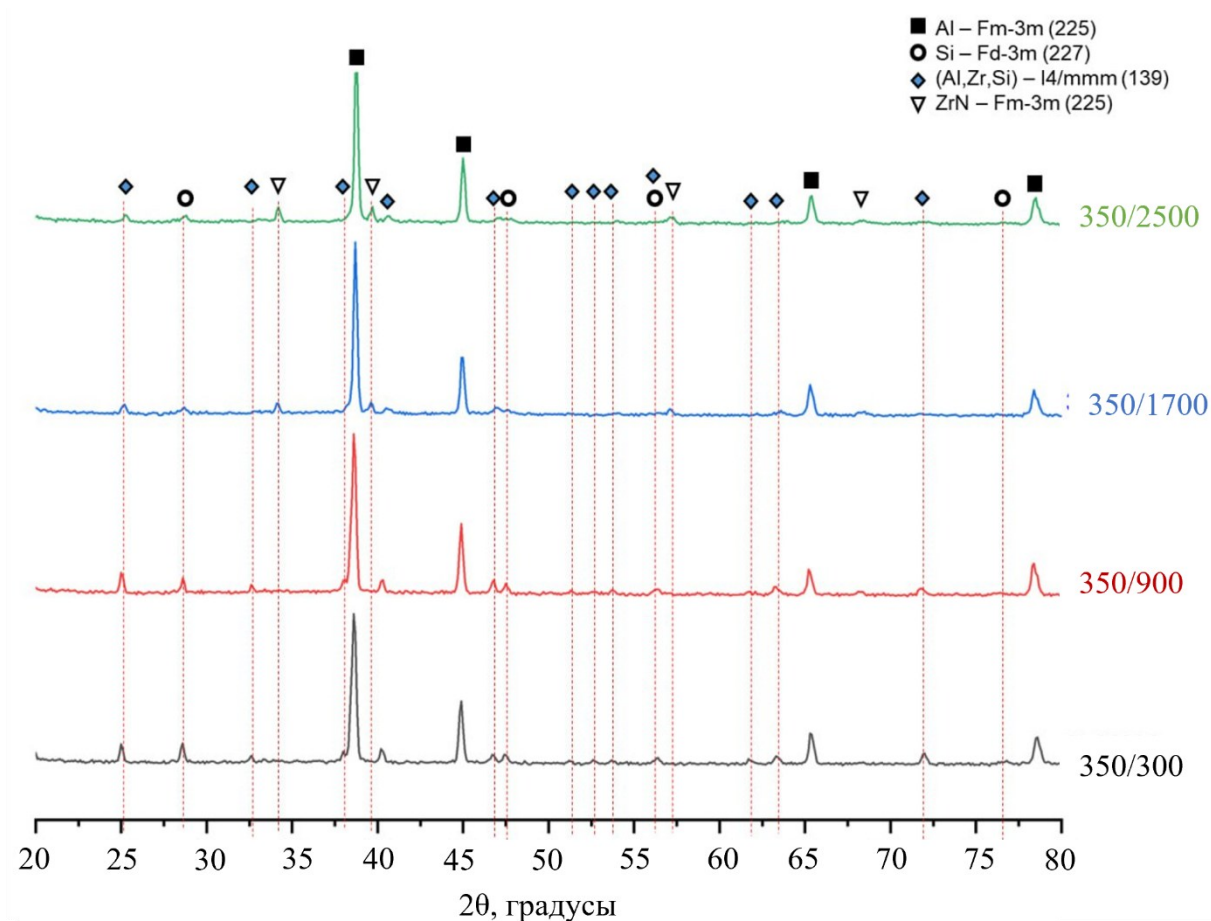
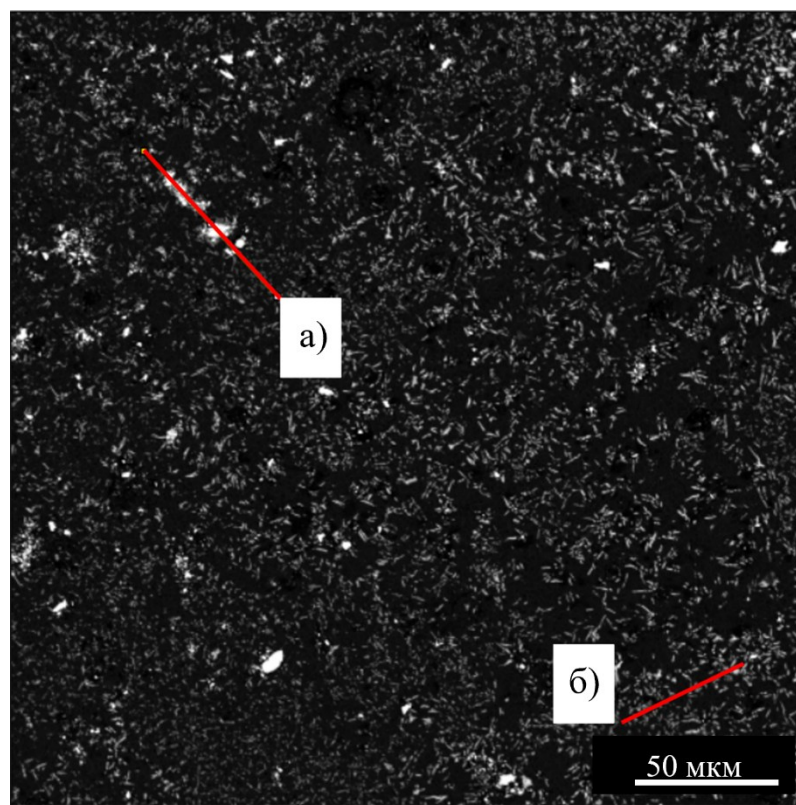
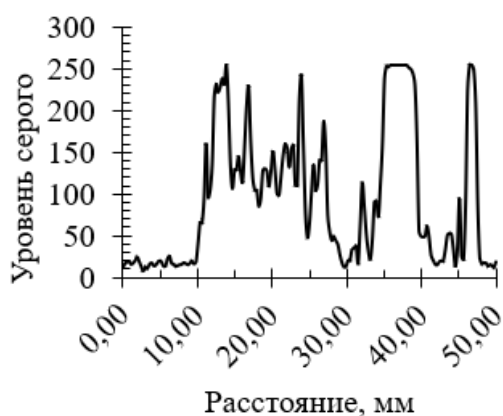


Рисунок 59 – Дифрактограммы композита AlSi10Mg/5ZrN, полученного при различных условиях СЛП

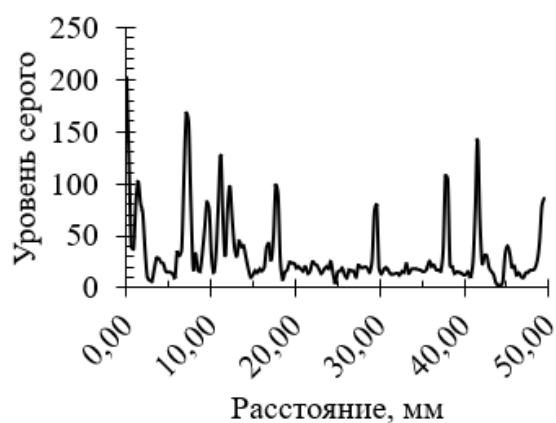
Стоит отметить, что керамические частицы ZrN и фаза $Zr(Al,Si)_3$ отличаются по интенсивности уровня серого, на основании чего возможно их разделение и количественный анализ. С помощью программного пакета ImageJ было установлено, что керамические частицы имели уровень серого более 200, тогда как вторая фаза $Zr(Al,Si)_3$ не более 150 (Рисунок 60). Присутствие флуктуаций в значениях вдоль линий объясняется различием в размерах фаз. На основании контраста между разными частицами было выполнено их разделение для последующего анализа их количества и распределения в матрице AlSi10Mg в зависимости от технологических параметров процесса.



a)



б)



в)

Рисунок 60 – Микроструктура композита AlSi10Mg/5ZrN (a) и анализ уровня серого исходных включений ZrN (б) и вторичных фаз (в)

Произведенные вычисления показали, что содержание исходных керамических частиц ZrN с увеличением скорости сканирования растет с 0,4 до 2,2 %. С другой стороны, количество частиц, образовавшихся в результате химического взаимодействия с уменьшением линейной плотности энергии, становится меньше с 15,1 до 7,9 %. Такая тенденция прежде всего связана со временем существования ванны расплава. Чем больше сообщается энергии лазерного излучения в процесс расплавления порошкового слоя, тем меньше температурный градиент между слоями и как следствие скорость кристаллизации.

Таким образом, за счет управления параметрами процесса СЛП можно контролировать микроструктуру получаемого композита (Рисунок 61).

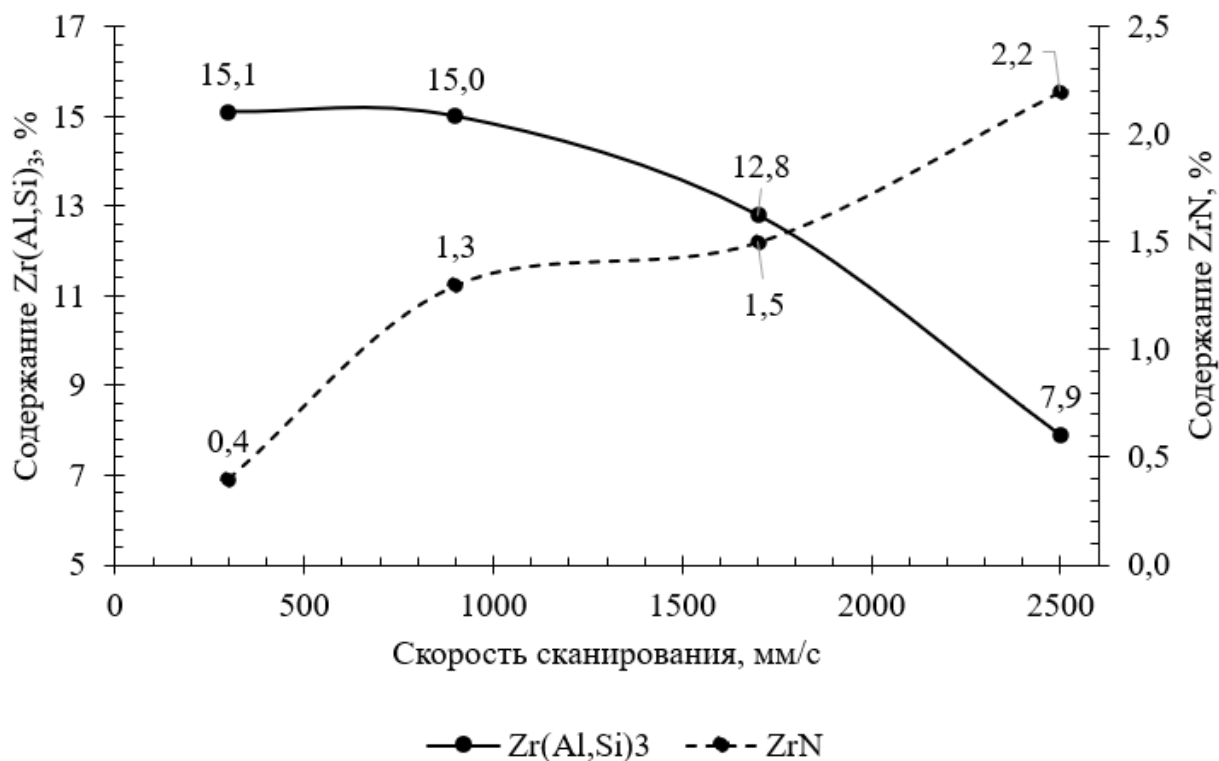


Рисунок 61 – Зависимость объемной доли частиц ZrN и вторичной фазы в композите $AlSi10Mg/5ZrN$ при различных условиях синтеза

Определение равномерности распределения керамических частиц ZrN в матрице $AlSi10Mg$ было осуществлено за счет обработки изображений СЭМ с помощью построения и анализа полиэдров Вороного [137,138]. Построение диаграмм Вороного осуществлялось на основе разделения изображений микроструктур линиями, проходящими через равноудаленные отрезки от границ двух ближайших частиц. Тем самым внутри ячейки Вороного все вписанные точки будут находиться ближе к одной частице, чем к любой другой, что характеризует пространственное распределение частиц в матрице.

Для построения диаграмм, полученные изображения анализировались в ПО ImageJ, а схема методики приведена на рисунке 62.

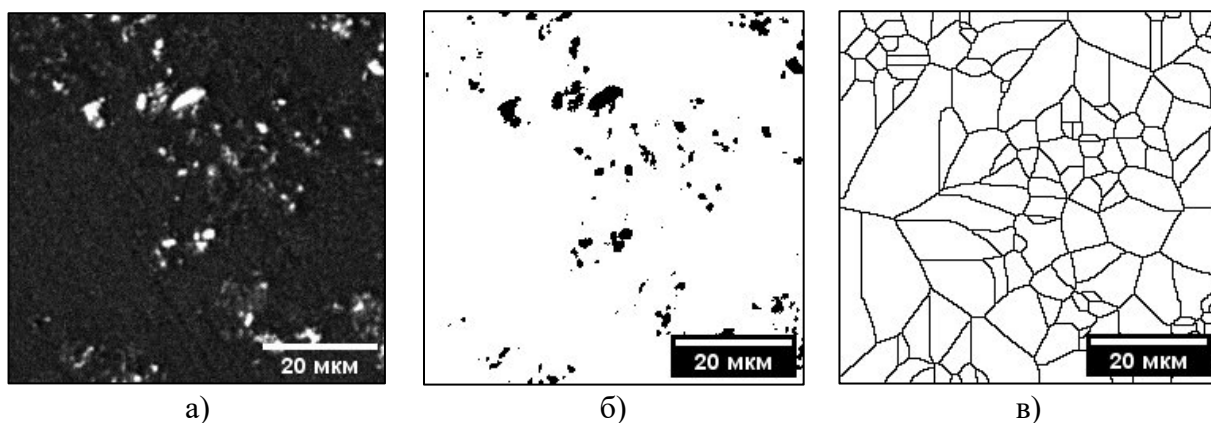


Рисунок 62 – Схема процесса построения диаграмм Вороного, которая состоит из: исходного изображения (а); бинаризованного изображения (б); изображения с полиэдрами Вороного (в)

Исходное изображение СЭМ (Рисунок 62а) бинаризовалось с целью детектирования, как образовавшихся, так и первичных частиц (Рисунок 62б). На следующем этапе выделенные участки с помощью функции Вороного трансформировались в полиэдры (Рисунок 62в). Диаграмма вороного в дальнейшем исследовалась для определения характерных размеров ячеек и построения диаграмм распределения, по которым определялась ширина распределения (SPAN) согласно уравнению (10).

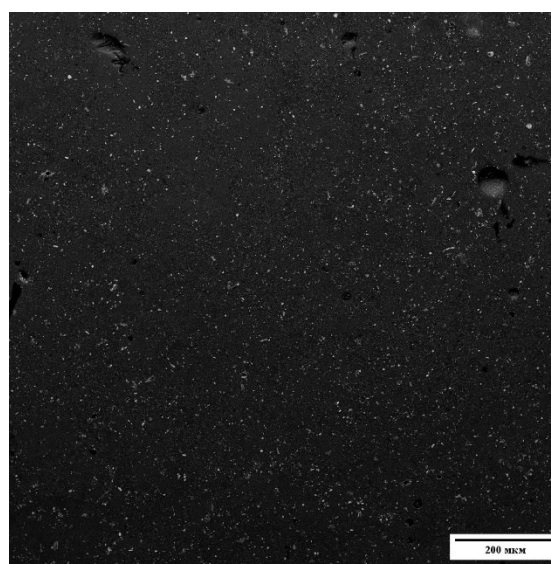
$$SPAN = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}} \quad (10)$$

где D_{10} , D_{50} , D_{90} – размер частиц, который меньше или равен 10, 50 и 90 % всех остальных частиц соответственно.

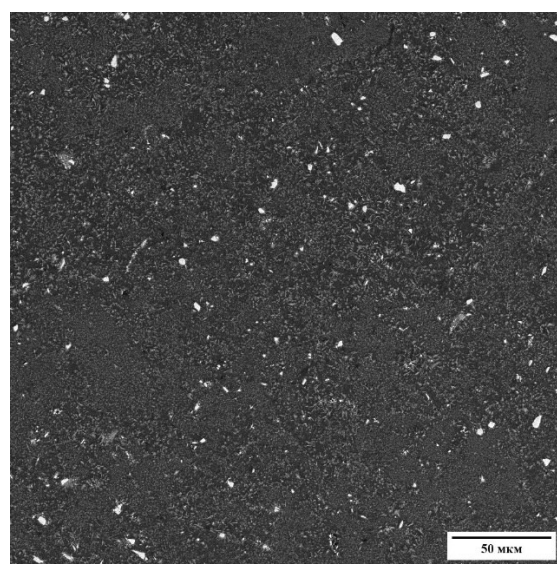
Традиционно параметр SPAN применяется для оценки ширины гранулометрического распределения порошков и не может быть напрямую использован для анализа пространственной неоднородности. Однако построение диаграмм Вороного по границам керамических частиц позволяет разбить микроструктуру композита на ячейки, площадь которых является мерой локального меж частичного расстояния. В связи с этим, расчет параметра SPAN для распределения площадей ячеек Вороного приобретает новый физический смысл. Построение полиэдров Вороного позволяет количественно оценить ширину пространственного распределения и, как следствие, степень однородности диспергирования керамических частиц в матрице AlSi10Mg. Таким образом, чем меньше SPAN, тем более однородной является система.

Однако различные условия получения СЭМ изображений исследуемой структуры могут влиять на интерпретацию результатов. Из-за наличия в микроструктуре композита AlSi10Mg/5ZrN мелких частиц исходной керамики и вторичных выделений кратность

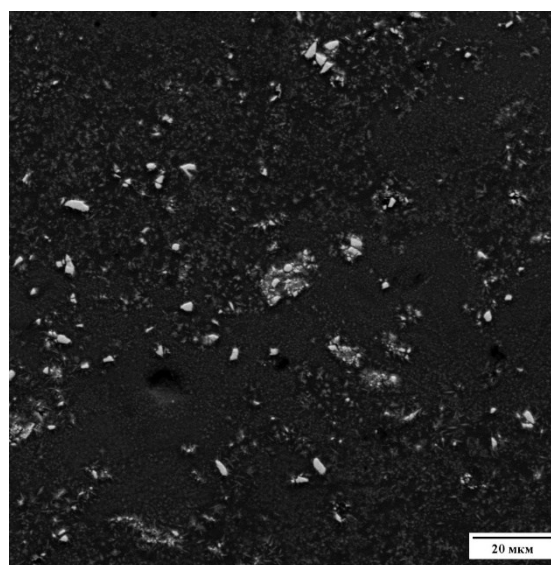
увеличения будет влиять на воспроизводимость результатов. Для определения оптимальных увеличений СЭМ изображений была исследована зависимость ширины распределения размеров полиэдров Вороного от кратности увеличения (Рисунок 63).



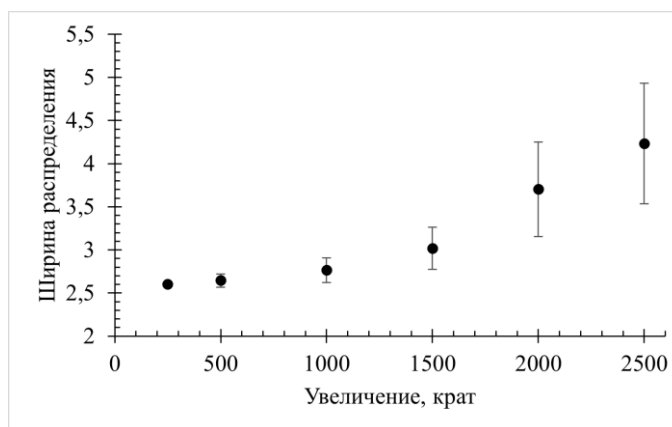
а)



б)



в)

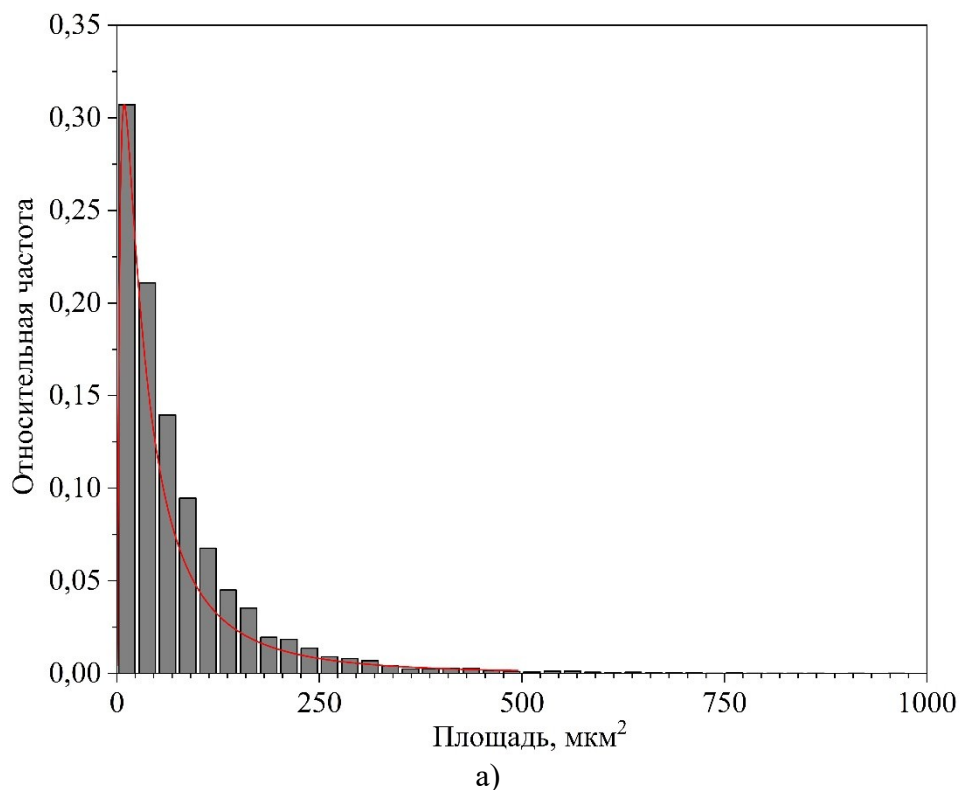


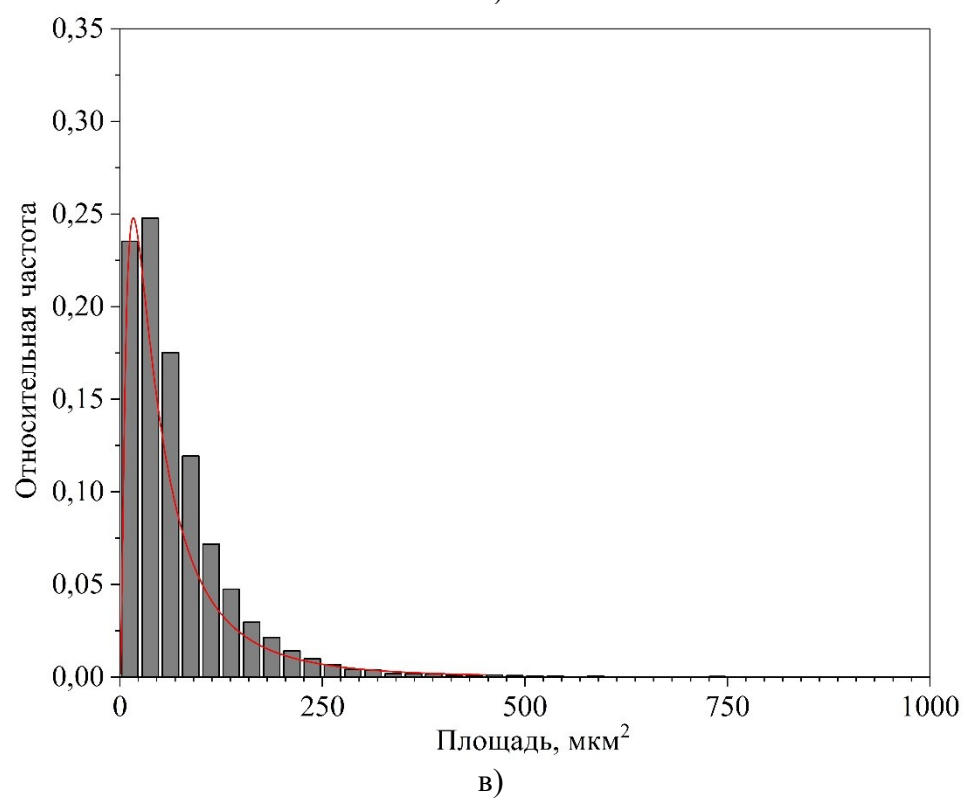
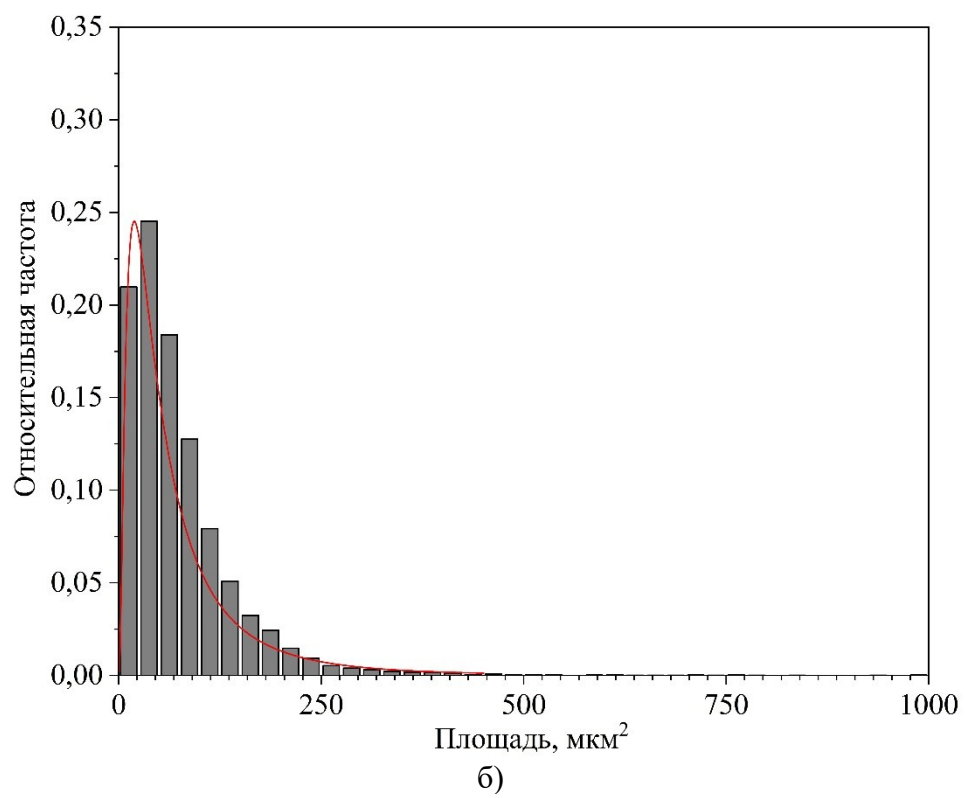
г)

Рисунок 63 – СЭМ изображение микроструктуры композита AlSi10Mg/5ZrN при увеличении 250 (а), 1000 (б) и 2500 (в) крат, а также влияние кратности увеличения СЭМ изображения на ширину распределения алюмоматричного композиционного материала AlSi10Mg/5ZrN (г)

На основании рисунка 63 можно отметить, что при кратности увеличения от 250 (рисунок 63а) до 1000 (рисунок 63б) наблюдается минимальное влияние на однородность распределения керамических частиц в матрице AlSi10Mg, тогда как с дальнейшим увеличением кратности до 2500 (рисунок 63в) присутствует ярко выраженная зависимость от условий съемки и увеличиваются пределы отклонений (рисунок 63г). В работе для анализа однородности распределения частиц керамики в композите AlSi10Mg/5ZrN будет использоваться кратность СЭМ изображения 1000х. Данное увеличение характеризуется хорошим разрешением для анализа как исходных частиц ZrN, так и вторичной фазы.

Для каждого структурного состояния композита AlSi10Mg/5ZrN, полученного при различных условиях лазерного синтеза (скорость сканирования от 300 до 2500 мм/с), были построены гистограммы распределения размеров для полиэдров Вороного (Рисунок 64а-г) и проанализирована их ширина распределения. Можно отметить, что полученные гистограммы не соответствуют нормальному распределению, в связи с преобладающим количеством полиэдров микронного размера (~2-3 мкм). При этом ширина распределения сужается с увеличением скорости сканирования.





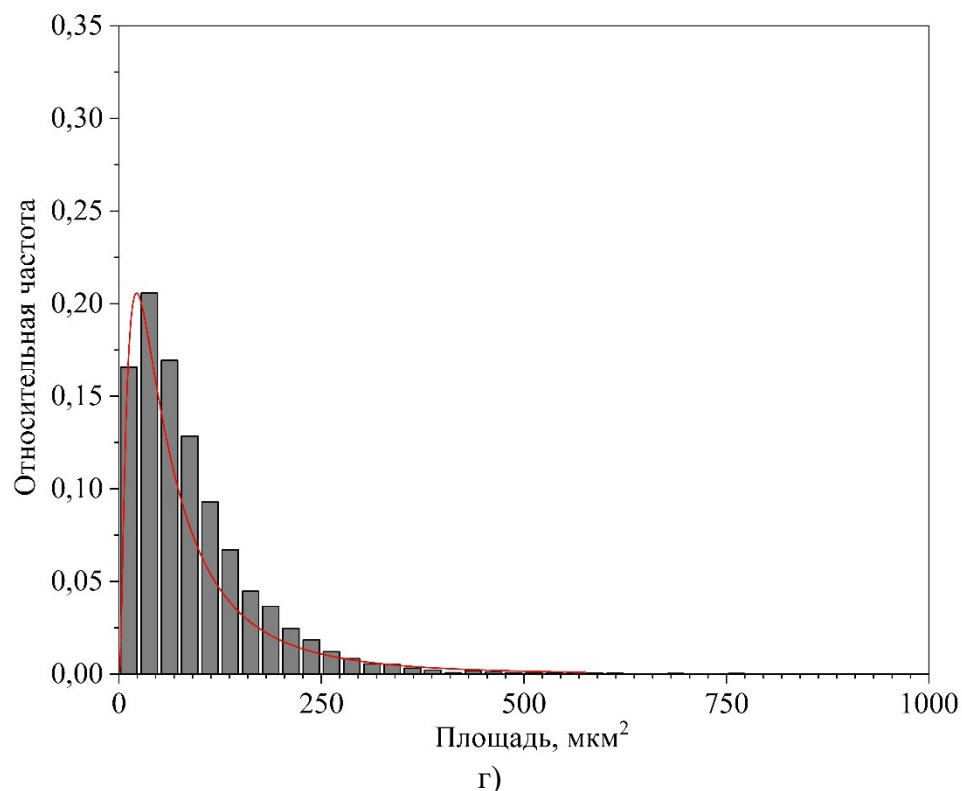


Рисунок 64 – Гистограммы распределения размеров полиэдров Вороного для композита AlSi10Mg/5ZrN, изготовленного при скорости сканирования лазера: 300 (а), 900 (б), 1700 (в) и 2500 (г) мм/с

На основании построенных гистограмм распределения и значений D10, D50, D90 для каждого режима лазерного синтеза была выявлена зависимость ширины распределения диаграмм Вороного от параметров процесса СЛП. Так с увеличением скорости сканирования с 300 до 900 мм/с идет значительное сужение распределения частиц на ~90 % (с 4,7 до 2,5), что проиллюстрировано на рисунке 64. Прежде всего это связано с тем, что при низкой скорости сканирования происходит значительный рост фазы $Zr(Al,Si)_3$, образованной в результате химического взаимодействия керамических частиц ZrN с алюминиевой матрицей. При этом образованные кристаллы достигают до 10 мкм в длину. Дальнейшее увеличение скорости сканирования приводит к менее стремительному снижению величины SPAN, что может свидетельствовать о том, что лучшая равномерность распределения керамических частиц в матрице AlSi10Mg достигается путем изначального осаждения керамики на поверхности алюминиевого порошка, нежели растворением и осаждением новой фазы.

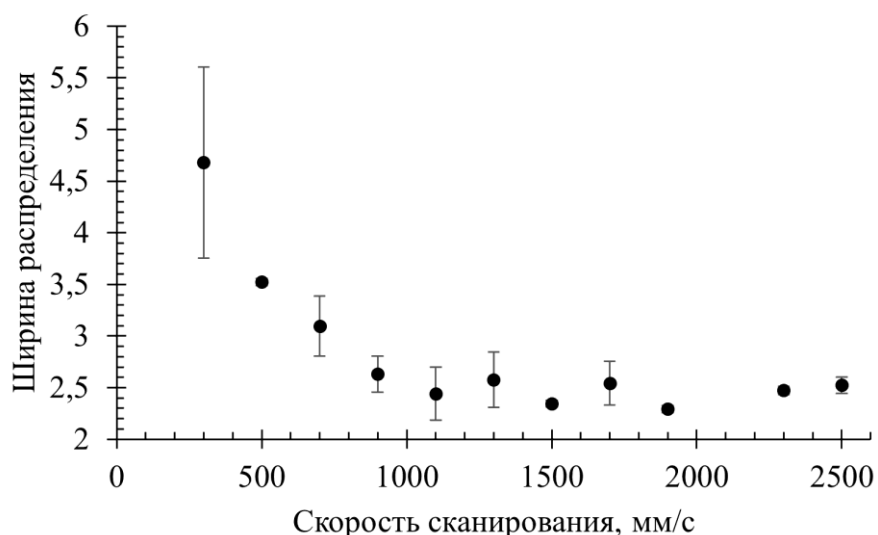


Рисунок 65 – Влияние скорости сканирования лазерного излучения на однородность распределения (SPAN) керамических частиц ZrN в матрице AlSi10Mg

Таким образом, равномерность распределения керамических частиц в матрице AlSi10Mg выше при распределении керамики гидродинамическими потоками в ванне расплава, нежели растворением и выделением новой фазы. Неравномерность роста фазы $Zr(Al,Si)_3$ может быть связана с анизотропной структурой после процесса СЛП и направленным распределением тепла при кристаллизации ванны расплава. Таким образом, можно отметить, что изготовление АКМ (на примере AlSi10Mg/ZrN) требует всестороннего контроля процессов плавления и кристаллизации. Однородность распределения упрочняющих добавок, параметры лазерного синтеза и объемная доля керамических частиц в совокупности определяют микроструктуру и механические свойства конечного композита.

Выводы

1. Установлено, что повышение толщины порошкового слоя в процессе СЛП сплава AlSi10Mg приводит к формированию градиента морфологии внутренних дефектов по высоте образца. Нижняя часть изделий характеризуется наличием сферических газовых пор размером до 50 мкм, тогда как верхняя часть содержит либо дефекты несплавления, либо поры замочной скважины в зависимости от условий синтеза. С ростом толщины слоя градиент морфологии дефектов становился более выраженным. Данный эффект обусловлен зависимостью количества переплавлений от номера слоя: у самого нижнего слоя определенный объем материала переплавляется лишь единожды, тогда как после нескольких слоев количество переплавлений постоянно и процесс стационарен. Газ, находящийся между частицами порошка, захватывается расплавом, формируя пузырьки и закристаллизовывается в виде пор, если не вышел на поверхность расплава. При этом вероятность перемещения газа на поверхность уменьшается пропорционально снижению кратности переплавления материала.

2. Выявлено, что повышение толщины порошкового слоя сопровождается изменением микроструктуры сплава AlSi10Mg . Доля равноосных зерен заметно снижается с ростом толщины слоя, сменяясь на зерна вытянутые вдоль фронта кристаллизации расплава. Эффект обуславливается наличием большего объема расплавленного материала, окруженного порошковой средой с низкой теплопроводностью. Для обеспечения качественного проплавления увеличенной толщины слоя требуется повышение объемной плотности энергии, что создает риск перехода в режим замочной скважины и нестабильности ванны расплава, ведущей к образованию дефектов. Определено, что получение материала с низким содержанием дефектов возможно при толщине слоя 50 мкм, что позволяет снизить количество необходимых слоев на 67 % во время процесса СЛП. Для этих условий синтеза предел прочности при вертикальной консолидации составил 440 ± 9 МПа при относительном удлинении $5,5 \pm 0,5$ %.

3. Показано, что алюмоматричные композиты AlSi10Mg/AlN и AlSi10Mg/ZrN , синтезированные методом СЛП, имеют относительную плотность более 99% при содержании керамических частиц 0,5 и 1 об. %. Дальнейшее повышение объемной доли упрочняющих добавок до 3 и 5 об. % сопровождается повышением количества дефектов в материале. Прочностные характеристики композита AlSi10Mg/AlN с увеличением содержания нитрида алюминия уменьшаются с 393 ± 12 МПа до 251 ± 37 МПа при относительном удлинении $4,0 \pm 0,6$ % и $0,7 \pm 0,3$ % соответственно. Выявлено, что ключевым фактором эффективности упрочнения являлось межфазное взаимодействие. При

содержании нитрида циркония 0,5 об. % предел прочности возрастает до 448 ± 13 МПа, что на 9 % больше предела прочности чистого AlSi10Mg, синтезированного в горизонтальном направлении.

4. Проанализировано смачивание керамических подложек ZrN и AlN расплавом AlSi10Mg. Установлено, что для системы AlSi10Mg/AlN наблюдается неактивное смачивание с краевым углом смачивания 50° в температурном интервале от 1150 до 1250 °С, что подтверждено исследованием микроструктуры границы раздела фаз. Система AlSi10Mg/ZrN характеризуется реактивным смачиванием с краевым углом смачивания менее 30° и химическим взаимодействием, которое подтверждается образованием пластинчатых кристаллов $Zr(Al,Si)_3$ на границе раздела фаз.

5. Предложен критерий оценки однородности распределения упрочняющих частиц на примере композита AlSi10Mg/ZrN (5 об. %), основанный на анализе диаграмм Вороного. В качестве количественной меры пространственной однородности микроструктуры использован параметр ширины распределения (SPAN) площадей полиэдров Вороного. Установлено, что изменение скорости сканирования в процессе СЛП от 300 до 2500 мм/с существенно влияет на распределение керамической добавки в структуре АКМ. Снижение скорости до 300 мм/с приводит к увеличению SPAN до 4,7, что свидетельствует о широком распределении и наличии агломераций керамических частиц в матрице. Повышение скорости сканирования (более 1000 мм/с) обеспечивает снижение ширины распределения на ~90 %, что подтверждает увеличение однородности распределения ZrN в матрице AlSi10Mg за счет перемещения частиц гидродинамическими потоками в ванне расплава.

Список использованных источников

1. Sun, Y. (2023). The use of aluminum alloys in structures: Review and outlook. *Structures*, 57, 105290. <https://doi.org/10.1016/j.istruc.2023.105290>
2. Shen, W., Hu, A., Liu, S., & Hu, H. (2023). Al-Mn alloys for electrical applications: A review. *Journal of Alloys and Metallurgical Systems*, 2, 100008. <https://doi.org/10.1016/j.jalmes.2023.100008>
3. А. И. Беляев, О. С. Бочвар, Н. Н. Буйнов, Н. И. Колобнев, А. А. Колпачев, Л. А. Костюков, К. С. Походаев, О. Г. Сенаторова, Р. Р. Романова, Е. А. Ткаченко, & И. Н. Фридляндер. (1983). *Металловедение алюминия и его сплавов* (Тт. 2-е изд.). Металлургия.
4. Li, J., Wang, Z., Bai, J., Xue, H., Tian, N., Zhao, Z., & Qin, G. (2024). Research progress on microstructure tuning of heat-resistant cast aluminum alloys. *Journal of Materials Science*, 59(22), 10035–10057. <https://doi.org/10.1007/s10853-024-09538-z>
5. Wahid, M. A., Siddiquee, A. N., & Khan, Z. A. (2020). Aluminum alloys in marine construction: characteristics, application, and problems from a fabrication viewpoint. *Marine Systems & Ocean Technology*, 15(1), 70–80. <https://doi.org/10.1007/s40868-019-00069-w>
6. Ritapure, P. P., Yadav, R. G., Rasal, V. T., Damale, A. V., & Kharde, Y. R. (2024). Comparative review and experimental validation of Tribological and Mechanical Properties of Zinc Aluminium Alloy (ZA27) and Aluminium Zinc Alloy (Al-25Zn). *Journal of Alloys and Metallurgical Systems*, 7, 100099. <https://doi.org/10.1016/j.jalmes.2024.100099>
7. Kweitsu, E. K., Sarkar, D. K., & Chen, X.-G. (2023). A Short Review on Superplasticity of Aluminum Alloys. *The 15th International Aluminium Conference*, 43. <https://doi.org/10.3390/engproc2023043043>
8. Gloria, A., Montanari, R., Richetta, M., & Varone, A. (2019). Alloys for Aeronautic Applications: State of the Art and Perspectives. *Metals*, 9(6), 662. <https://doi.org/10.3390/met9060662>
9. Nam, S. W., & Lee, D. H. (2000). The effect of Mn on the mechanical behavior of Al alloys. *Metals and Materials*, 6(1), 13–16. <https://doi.org/10.1007/BF03026339>
10. Shen, W., Hu, A., Liu, S., & Hu, H. (2023). Al-Mn alloys for electrical applications: A review. *Journal of Alloys and Metallurgical Systems*, 2, 100008. <https://doi.org/10.1016/j.jalmes.2023.100008>
11. Hegde, S., & Prabhu, K. N. (2008). Modification of eutectic silicon in Al–Si alloys. *Journal of Materials Science*, 43(9), 3009–3027. <https://doi.org/10.1007/s10853-008-2505-5>

12. Gibson, I., Rosen, D., Stucker, B., & Khorasani, M. (2021). Introduction and Basic Principles. B *Additive Manufacturing Technologies* (cc. 1–21). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-56127-7_1
13. Chohan, J. S., Singh, R., Boparai, K. S., Penna, R., & Fraternali, F. (2017). Dimensional accuracy analysis of coupled fused deposition modeling and vapour smoothing operations for biomedical applications. *Composites Part B: Engineering*, 117, 138–149. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2017.02.045>
14. Buj-Corral, I., Fenollosa-Artés, F., & Minguella-Canela, J. (2024). Three-Dimensional Printing of Metallic Parts by Means of Fused Filament Fabrication (FFF). *Metals*, 14(11), 1291. <https://doi.org/10.3390/met14111291>
15. Ramazani, H., & Kami, A. (2022). Metal FDM, a new extrusion-based additive manufacturing technology for manufacturing of metallic parts: a review. *Progress in Additive Manufacturing*, 7(4), 609–626. <https://doi.org/10.1007/s40964-021-00250-x>
16. Wang, X., Jiang, M., Zhou, Z., Gou, J., & Hui, D. (2017). 3D printing of polymer matrix composites: A review and prospective. *Composites Part B: Engineering*, 110, 442–458. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.11.034>
17. Frazier, W. E. (2014). Metal Additive Manufacturing: A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23(6), 1917–1928. <https://doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z>
18. Armstrong, M., Mehrabi, H., & Naveed, N. (2022). An overview of modern metal additive manufacturing technology. *Journal of Manufacturing Processes*, 84, 1001–1029. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.10.060>
19. Ziaee, M., & Crane, N. B. (2019). Binder jetting: A review of process, materials, and methods. *Additive Manufacturing*, 28, 781–801. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.031>
20. Gao, T., Ceguerra, A., Breen, A., Liu, X., Wu, Y., & Ringer, S. (2016). Precipitation behaviors of cubic and tetragonal Zr-rich phase in Al–(Si)–Zr alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 674, 125–130. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.236>
21. Vafadar, A., Guzzomi, F., Rassau, A., & Hayward, K. (2021). Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges. *Applied Sciences*, 11(3), 1213. <https://doi.org/10.3390/app11031213>
22. Durai Murugan, P., Vijayananth, S., Natarajan, M. P., Jayabalakrishnan, D., Arul, K., Jayaseelan, V., & Elanchezhian, J. (2022). A current state of metal additive manufacturing methods: A review. *Materials Today: Proceedings*, 59, 1277–1283. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.11.503>

23. Kimura, T., & Nakamoto, T. (2016). Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting. *Materials & Design*, 89, 1294–1301. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.065>
24. Vock, S., Klöden, B., Kirchner, A., Weißgärber, T., & Kieback, B. (2019). Powders for powder bed fusion: a review. *Progress in Additive Manufacturing*, 4(4), 383–397. <https://doi.org/10.1007/s40964-019-00078-6>
25. Pal, R., & Basak, A. (2022). Linking Powder Properties, Printing Parameters, Post-Processing Methods, and Fatigue Properties in Additive Manufacturing of AlSi10Mg. *Alloys*, 1(2), 149–179. <https://doi.org/10.3390/alloys1020010>
26. Ho, V., Ladani, L., Razmi, J., Gruber, S., Murphy, A. B., Chen, C., East, D., & Lopez, E. (2025). Powder Bed Fabrication of Copper: A Comprehensive Literature Review. *Metals*, 15(10), 1114. <https://doi.org/10.3390/met15101114>
27. Ladani, L., & Sadeghilaridjani, M. (2021). Review of Powder Bed Fusion Additive Manufacturing for Metals. *Metals*, 11(9), 1391. <https://doi.org/10.3390/met11091391>
28. Dass, A., & Moridi, A. (2019). State of the Art in Directed Energy Deposition: From Additive Manufacturing to Materials Design. *Coatings*, 9(7), 418. <https://doi.org/10.3390/coatings9070418>
29. Mirzababaei, S., & Pasebani, S. (2019). A Review on Binder Jet Additive Manufacturing of 316L Stainless Steel. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 3(3), 82. <https://doi.org/10.3390/jmmp3030082>
30. Suwanpreecha, C., & Manonukul, A. (2022). A Review on Material Extrusion Additive Manufacturing of Metal and How It Compares with Metal Injection Moulding. *Metals*, 12(3), 429. <https://doi.org/10.3390/met12030429>
31. Nurhudan, A. I., Supriadi, S., Whulanza, Y., & Saragih, A. S. (2021). Additive manufacturing of metallic based on extrusion process: A review. *Journal of Manufacturing Processes*, 66, 228–237. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.04.018>
32. Najmon, J. C., Raeisi, S., & Tovar, A. (2019). Review of additive manufacturing technologies and applications in the aerospace industry. B *Additive Manufacturing for the Aerospace Industry* (cc. 7–31). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814062-8.00002-9>
33. Dzogbewu, T. C., & du Preez, W. B. (2021). Additive Manufacturing of Titanium-Based Implants with Metal-Based Antimicrobial Agents. *Metals*, 11(3), 453. <https://doi.org/10.3390/met11030453>
34. Hamza, A., Bousnina, K., Dridi, I., & Ben Yahia, N. (2025). Revolutionizing Automotive Design: The Impact of Additive Manufacturing. *Vehicles*, 7(1), 24. <https://doi.org/10.3390/vehicles7010024>

35. Najmon, J. C., Raeisi, S., & Tovar, A. (2019). Review of additive manufacturing technologies and applications in the aerospace industry. B *Additive Manufacturing for the Aerospace Industry* (cc. 7–31). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814062-8.00002-9>
36. Sajjad, R., Chauhdary, S. T., Anwar, M. T., Zahid, A., Khosa, A. A., Imran, M., & Sajjad, M. H. (2024). A review of 4D printing – Technologies, shape shifting, smart polymer based materials, and biomedical applications. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, 7(1), 20–36. <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2023.08.002>
37. Mecheter, A., Tarlochan, F., & Kucukvar, M. (2023). A Review of Conventional versus Additive Manufacturing for Metals: Life-Cycle Environmental and Economic Analysis. *Sustainability*, 15(16), 12299. <https://doi.org/10.3390/su151612299>
38. Read, N., Wang, W., Essa, K., & Attallah, M. M. (2015). Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development. *Materials & Design (1980-2015)*, 65, 417–424. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.09.044>
39. Kiass, E.-M., Zarbane, K., & Beidouri, Z. (2024). Optimizing AlSi10Mg Part Quality Aspects in Laser Powder Bed Fusion: A Literature Review. *Lasers in Manufacturing and Materials Processing*, 11(4), 905–930. <https://doi.org/10.1007/s40516-024-00267-4>
40. Galy, C., Le Guen, E., Lacoste, E., & Arvieu, C. (2018). Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences. *Additive Manufacturing*, 22, 165–175. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.005>
41. Lam, T.-N., Lee, A., Chiu, Y.-R., Kuo, H.-F., Kawasaki, T., Harjo, S., Jain, J., Lee, S. Y., & Huang, E.-W. (2022). Estimating fine melt pool, coarse melt pool, and heat affected zone effects on the strengths of additive manufactured AlSi10Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 856, 143961. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143961>
42. Mertens, A., Delahaye, J., Dedry, O., Vertruyen, B., Tchuindjang, J. T., & Habraken, A. M. (2020). Microstructure and Properties of SLM AlSi10Mg: Understanding the Influence of the Local Thermal History. *Procedia Manufacturing*, 47, 1089–1095. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.04.121>
43. Lam, T.-N., Lee, A., Chiu, Y.-R., Kuo, H.-F., Kawasaki, T., Harjo, S., Jain, J., Lee, S. Y., & Huang, E.-W. (2022). Estimating fine melt pool, coarse melt pool, and heat affected zone effects on the strengths of additive manufactured AlSi10Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 856, 143961. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143961>
44. Takata, N., Kodaira, H., Sekizawa, K., Suzuki, A., & Kobashi, M. (2017). Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 704, 218–228. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.029>

45. Frazier, W. E. (2014). Metal Additive Manufacturing: A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 23(6), 1917–1928. <https://doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z>
46. Huangfu, B., Liu, Y., Liu, X., Wu, X., & Bai, H. (2024). Anisotropy of Additively Manufactured Metallic Materials. *Materials*, 17(15), 3653. <https://doi.org/10.3390/ma17153653>
47. García-Zapata, J. M., Torres, B., & Rams, J. (2024). Effects of Building Direction, Process Parameters and Border Scanning on the Mechanical Properties of Laser Powder Bed Fusion AlSi10Mg. *Materials*, 17(15), 3655. <https://doi.org/10.3390/ma17153655>
48. Padovano, E., Badini, C., Pantarelli, A., Gili, F., & D’Aiuto, F. (2020). A comparative study of the effects of thermal treatments on AlSi10Mg produced by laser powder bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds*, 831, 154822. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154822>
49. Hovig, E. W., Azar, A. S., Mhamdi, M., & Sørby, K. (2020). *Mechanical Properties of AlSi10Mg Processed by Laser Powder Bed Fusion at Elevated Temperature* (cc. 395–404). https://doi.org/10.1007/978-3-030-36296-6_37
50. Zhou, L., Yang, H., & Hyer, H. (2025). Controlling mechanical properties of laser powder bed fused AlSi10Mg through manipulation of laser scan rotation. *Materialia*, 39, 102340. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2025.102340>
51. Kumar, R. A., Ghousiya Nahid, S. A., Joshi, C., Khatirkar, R. K., Chouhan, R. N., & Agnihotri, A. (2025). Investigating the Effect of Direct Aging and Stress Relieving Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg Fabricated through LPBF. *Procedia Structural Integrity*, 71, 302–308. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2025.08.041>
52. Yang, S., Zhang, Y., Juan, R., Li, Z., Wu, J., Akinwamide, S. O., Kuva, J., Björkstrand, R. V., & Lian, J. (2025). Effect of building orientation, thickness, and contouring on the microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg via laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 923, 147685. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147685>
53. Serjouei, A., Libura, T., Brodecki, A., Radziejewska, J., Broniszewska, P., Pawłowski, P., Szymczak, T., Bodaghi, M., & Kowalewski, Z. L. (2022). Strength-hardness relationship for AlSi10Mg alloy produced by laser powder bed fusion: An experimental study. *Materials Science and Engineering: A*, 861, 144345. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144345>
54. Chou, R., Ghosh, A., Chou, S. C., Paliwal, M., & Brochu, M. (2017). Microstructure and mechanical properties of Al10SiMg fabricated by pulsed laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 689, 53–62. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.023>
55. Liu, M., Wei, K., & Zeng, X. (2022). High power laser powder bed fusion of AlSi10Mg alloy: Effect of layer thickness on defect, microstructure and mechanical property. *Materials Science and Engineering: A*, 842, 143107. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143107>

56. Kempf, A., & Hilgenberg, K. (2020). Influence of sub-cell structure on the mechanical properties of AlSi10Mg manufactured by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 776, 138976. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.138976>
57. Gong, J., Wei, K., Liu, M., Song, W., Li, X., & Zeng, X. (2022). Microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg alloy built by laser powder bed fusion/direct energy deposition hybrid laser additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 59, 103160. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103160>
58. Merino, J., Ruvalcaba, B., Varela, J., Arrieta, E., Murr, L. E., Wicker, R. B., Benedict, M., & Medina, F. (2021). Multiple, comparative heat treatment and aging schedules for controlling the microstructures and mechanical properties of laser powder bed fusion fabricated AlSi10Mg alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 13, 669–685. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.04.062>
59. Zykova, A. P., Panfilov, A. O., Vorontsov, A. V., Kolubaev, E. A., & Tarasov, S. Yu. (2022). Hardening Mechanisms in Stainless Steel/Aluminum Bronze Composite Fabricated Using Electron Beam Additive Manufacturing. *Steel in Translation*, 52(10), 912–919. <https://doi.org/10.3103/S0967091222100163>
60. Jiao, H., Chen, K., Chen, S., Yang, Z., Xie, P., & Chen, S. (2018). Effect of Cu on the Fracture and Exfoliation Corrosion Behavior of Al-Zn-Mg-xCu Alloy. *Metals*, 8(12), 1048. <https://doi.org/10.3390/met8121048>
61. Guan, R.-G., & Tie, D. (2017). A Review on Grain Refinement of Aluminum Alloys: Progresses, Challenges and Prospects. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 30(5), 409–432. <https://doi.org/10.1007/s40195-017-0565-8>
62. Pelevin, I. A., Ozherelkov, D. Yu., Nalivaiko, A. Yu., Bodyakova, A. I., Chernyshikhin, S. V., Zotov, B. O., Korshunov, A. V., & Gromov, A. A. (2022). AlSi10Mg/AlN Interface Grain Structure after Laser Powder Bed Fusion. *Metals*, 12(12), 2152. <https://doi.org/10.3390/met12122152>
63. Scharifi, E., Yardley, V. A., Weidig, U., Szegda, D., Lin, J., & Steinhoff, K. (2023). Hot Sheet Metal Forming Strategies for High-Strength Aluminum Alloys: A Review—Fundamentals and Applications. *Advanced Engineering Materials*, 25(16). <https://doi.org/10.1002/adem.202300141>
64. Senthil, S., Raguraman, M., & Thamarai Manalan, D. (2021). Manufacturing processes & recent applications of aluminium metal matrix composite materials: A review. *Materials Today: Proceedings*, 45, 5934–5938. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.08.792>
65. Aversa, A., Marchese, G., Lorusso, M., Calignano, F., Biamino, S., Ambrosio, E. P., Manfredi, D., Fino, P., Lombardi, M., & Pavese, M. (2017). Microstructural and Mechanical

- Characterization of Aluminum Matrix Composites Produced by Laser Powder Bed Fusion . *Advanced Engineering Materials*, 19(11). <https://doi.org/10.1002/adem.201700180>
66. Bharath, V., Nagaral, M., Auradi, V., & Kori, S. A. (2014). Preparation of 6061Al-Al₂O₃ MMC's by Stir Casting and Evaluation of Mechanical and Wear Properties. *Procedia Materials Science*, 6, 1658–1667. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.151>
67. Gu, D., Yang, Y., Xi, L., Yang, J., & Xia, M. (2019). Laser absorption behavior of randomly packed powder-bed during selective laser melting of SiC and TiB₂ reinforced Al matrix composites. *Optics & Laser Technology*, 119, 105600. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105600>
68. Gu, D., Yang, Y., Xi, L., Yang, J., & Xia, M. (2019). Laser absorption behavior of randomly packed powder-bed during selective laser melting of SiC and TiB₂ reinforced Al matrix composites. *Optics & Laser Technology*, 119, 105600. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105600>
69. Xiong, L., Liang, Z., & Zhang, M. (2025). Microstructure characterization and mechanical property of short-duration hot pressing assisted additive manufacturing TiB₂/AlSi10Mg alloy. *Materials Characterization*, 230, 115771. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2025.115771>
70. Li, J., & Zhang, M. (2026). Heat resistance TiB₂/AlSi10Mg alloy prepared via laser powder bed fusion: New insights into microstructure evolution and medium temperature mechanical properties at 300 °C. *Materials Science and Engineering: A*, 951, 149625. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2025.149625>
71. Nepapushev, A. A., Kuskov, K. V., Lopatkina, S. V., Chernyshikhin, S. V., Suvorova, V. S., & Moskovskikh, D. O. (2025). Laser Powder Bed Fusion of AlSi10Mg/W₂B₅ Composite: Powder Preparation, Phase Transformations, and Mechanical Properties. *Advanced Engineering Materials*, 27(9). <https://doi.org/10.1002/adem.202402676>
72. Zhou, Y., Wen, S., Wang, C., Duan, L., Wei, Q., & Shi, Y. (2019). Effect of TiC content on the Al-15Si alloy processed by selective laser melting: Microstructure and mechanical properties. *Optics & Laser Technology*, 120, 105719. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105719>
73. Clement, C. D., & Kabir, A. S. (2025). Effects of SLM Process Parameters and TiC Nanoparticles on the Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 34(15), 16616–16630. <https://doi.org/10.1007/s11665-024-10386-w>
74. Zhang, D., Yi, D., Wu, X., Liu, Z., Wang, W., Poprawe, R., Schleifenbaum, J. H., & Ziegler, S. (2022). SiC reinforced AlSi10Mg composites fabricated by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 894, 162365. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.162365>

75. Guo, C., Sun, A., Wang, S., Wang, W., Wang, L., Sun, T., Wang, L., & Jiang, F. (2026). Investigation on the microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg alloy reinforced with different scale B4C particle fabricated by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 1050, 185731. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.185731>
76. Gao, C., Wu, W., Shi, J., Xiao, Z., & Akbarzadeh, A. H. (2020). Simultaneous enhancement of strength, ductility, and hardness of TiN/AlSi10Mg nanocomposites via selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 34, 101378. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101378>
77. Gao, C., Wu, W., Shi, J., Xiao, Z., & Akbarzadeh, A. H. (2020). Simultaneous enhancement of strength, ductility, and hardness of TiN/AlSi10Mg nanocomposites via selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 34, 101378. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101378>
78. Yu, Z., Song, Q., Gao, S., He, Z., Ma, X., & Zhao, Y. (2025). Microstructure evolution and reinforcing mechanisms of the SLMed AlN/AlSiMg composites fabricated under different laser energy density. *Materials Today Communications*, 47, 113031. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.113031>
79. Konopatsky, A. S., Kvashnin, D. G., Corthay, S., Boyarintsev, I., Firestein, K. L., Orekhov, A., Arkharova, N., Golberg, D. V., & Shtansky, D. V. (2021). Microstructure evolution during AlSi10Mg molten alloy/BN microflake interactions in metal matrix composites obtained through 3D printing. *Journal of Alloys and Compounds*, 859, 157765. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157765>
80. Qi, P., Liu, D., Ren, G., Zhao, Z., Wang, Z., Dong, Z., & Zhang, L. (2025). Laser powder bed fusion of nano-titania modified AlSi10Mg alloy: Mechanical properties and strengthening mechanisms. *Vacuum*, 238, 114202. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2025.114202>
81. Wu, Z., Ye, N., Liu, L., Zhu, W., Mao, J., Chen, H., Liu, Y., & Tang, J. (2025). Effect of enhanced powder modification on microstructure and mechanical property of nano ZrO₂ reinforced AlSi10Mg composite prepared by LPBF. *Materials Characterization*, 229, 115447. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2025.115447>
82. yadav, B. N., Muchhala, D., Tiwari, J. K., Huang, P.-C., Liu, D.-S., & Lin, P. C. (2025). Microstructure and mechanical properties modification through in-situ heat treatment of AlSi10Mg/CNTs Composites prepared through additive manufacturing. *Materials Letters*, 398, 138863. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.138863>
83. Kraiem, N., Tessier-Doyen, N., Mao, A., Ji, G., Wang, F., Loubère, E., Dong, H., Zhu, Q., Cui, B., Silvain, J., & Lu, Y. F. (2025). Laser Powder Bed Fusion of Diamond-Reinforced AlSi10Mg: Printing Process, Interfacial Characterization, and Mechanical Properties. *Advanced Engineering Materials*, 27(5). <https://doi.org/10.1002/adem.202402366>

84. Tiwari, J. K., Mandal, A., Sathish, N., Agrawal, A. K., & Srivastava, A. K. (2020). Investigation of porosity, microstructure and mechanical properties of additively manufactured graphene reinforced AlSi10Mg composite. *Additive Manufacturing*, 33, 101095. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101095>
85. Nepapushev, A., Kuskov, K., Chernyshikhin, S., Zharebtsov, D., & Moskovskikh, D. (2026). Microstructure and phase composition of AlSi10Mg composites with nano-tungsten carbide fabricated by laser powder bed fusion of surface-modified powders. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 142(11–12), 6317–6327. <https://doi.org/10.1007/s00170-026-17456-4>
86. Gu, D., Wang, H., Dai, D., Chang, F., Meiners, W., Hagedorn, Y.-C., Wissenbach, K., Kelbassa, I., & Poprawe, R. (2015). Densification behavior, microstructure evolution, and wear property of TiC nanoparticle reinforced AlSi10Mg bulk-form nanocomposites prepared by selective laser melting. *Journal of Laser Applications*, 27(S1). <https://doi.org/10.2351/1.4870877>
87. Karabulut, Y., & Ünal, R. (2022). Additive manufacturing of ceramic particle-reinforced aluminum-based metal matrix composites: a review. *Journal of Materials Science*, 57(41), 19212–19242. <https://doi.org/10.1007/s10853-022-07850-0>
88. Xue, G., Ke, L., Liao, H., Chen, C., & Zhu, H. (2020). Effect of SiC particle size on densification behavior and mechanical properties of SiCp/AlSi10Mg composites fabricated by laser powder bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds*, 845, 156260. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156260>
89. Aversa, A., Marchese, G., Lorusso, M., Calignano, F., Biamino, S., Ambrosio, E. P., Manfredi, D., Fino, P., Lombardi, M., & Pavese, M. (2017). Microstructural and Mechanical Characterization of Aluminum Matrix Composites Produced by Laser Powder Bed Fusion. *Advanced Engineering Materials*, 19(11). <https://doi.org/10.1002/adem.201700180>
90. Xi, L., Kaban, I., Nowak, R., Korpała, B., Bruzda, G., Sobczak, N., Mattern, N., & Eckert, J. (2015). High-temperature wetting and interfacial interaction between liquid Al and TiB₂ ceramic. *Journal of Materials Science*, 50(7), 2682–2690. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-8814-6>
91. Malaki, M., Fadaei Tehrani, A., Niroumand, B., & Gupta, M. (2021). Wettability in Metal Matrix Composites. *Metals*, 11(7), 1034. <https://doi.org/10.3390/met11071034>
92. Malaki, M., Fadaei Tehrani, A., Niroumand, B., & Gupta, M. (2021). Wettability in Metal Matrix Composites. *Metals*, 11(7), 1034. <https://doi.org/10.3390/met11071034>

93. An, Q., Cong, X., Shen, P., & Jiang, Q. (2019). Roles of alloying elements in wetting of SiC by Al. *Journal of Alloys and Compounds*, 784, 1212–1220. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.01.138>
94. Luo, S., Li, R., He, P., Yue, H., & Gu, J. (2021). Investigation on the Microstructure and Mechanical Properties of CNTs-AlSi10Mg Composites Fabricated by Selective Laser Melting. *Materials*, 14(4), 838. <https://doi.org/10.3390/ma14040838>
95. Sun, X., Zou, S., Wang, F., Gao, M., Zhang, K., Liu, T., Zhu, Z., Lu, W., & Liao, W. (2024). Role of TiC on the microstructure, tensile property and thermal stability of laser powder bed fusion fabricated AlSi10Mg alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 915, 147182. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147182>
96. Clement, C. D., & Kabir, A. S. (2025). Effects of SLM Process Parameters and TiC Nanoparticles on the Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 34(15), 16616–16630. <https://doi.org/10.1007/s11665-024-10386-w>
97. Yi, D., Wang, X., Li, T., Jiang, P., Zhang, D., & Poprawe, R. (2026). Microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion (LPBF) fabricated AlSi10Mg-10SiC enhanced with nano-TiO₂ particles. *Journal of Alloys and Compounds*, 1056, 186635. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2026.186635>
98. Ji, X., Li, S., Liu, H., Li, X., Zhang, X., Liu, L., Li, S., Gao, L., Wang, S., Chen, B., & Li, Y. (2024). Process Optimization of SiC-Reinforced Aluminum Matrix Composites Prepared Using Laser Powder Bed Fusion and the Effect of Particle Morphology on Performance. *Materials*, 17(5), 1187. <https://doi.org/10.3390/ma17051187>
99. Guo, C., Sun, A., Wang, S., Wang, W., Wang, L., Sun, T., Wang, L., & Jiang, F. (2026). Investigation on the microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg alloy reinforced with different scale B₄C particle fabricated by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 1050, 185731. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.185731>
100. Konopatsky, A. S., Kvashnin, D. G., Corthay, S., Boyarintsev, I., Firestein, K. L., Orekhov, A., Arkharova, N., Golberg, D. V., & Shtansky, D. V. (2021). Microstructure evolution during AlSi10Mg molten alloy/BN microflake interactions in metal matrix composites obtained through 3D printing. *Journal of Alloys and Compounds*, 859, 157765. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157765>
101. Li, X. P., Ji, G., Chen, Z., Addad, A., Wu, Y., Wang, H. W., Vleugels, J., Van Humbeeck, J., & Kruth, J. P. (2017). Selective laser melting of nano-TiB₂ decorated AlSi10Mg alloy with high fracture strength and ductility. *Acta Materialia*, 129, 183–193. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.062>

102. Yu, Z., Song, Q., Gao, S., He, Z., Ma, X., & Zhao, Y. (2025). Microstructure evolution and reinforcing mechanisms of the SLMed AlN/AlSiMg composites fabricated under different laser energy density. *Materials Today Communications*, 47, 113031. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.113031>
103. Chernyshikhin, S. V., Zhevnenko, S. N., Suvorova, V. S., Pelevin, I. A., Zotov, B. O., Fedorenko, L. V., Egorov, V. Y., Kavousi Sisi, A., Piskarev, P. Y., Ruzanov, V. V., & Gromov, A. A. (2024). Mechanical and thermal properties of Gyroid-based W Cu composites produced via laser powder bed fusion assisted by infiltration. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 122, 106699. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2024.106699>
104. Gordon, J. V., Narra, S. P., Cunningham, R. W., Liu, H., Chen, H., Suter, R. M., Beuth, J. L., & Rollett, A. D. (2020). Defect structure process maps for laser powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 36, 101552. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101552>
105. Li, G., Li, X., Guo, C., Zhou, Y., Tan, Q., Qu, W., Li, X., Hu, X., Zhang, M.-X., & Zhu, Q. (2022). Investigation into the effect of energy density on densification, surface roughness and loss of alloying elements of 7075 aluminium alloy processed by laser powder bed fusion. *Optics & Laser Technology*, 147, 107621. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107621>
106. Bogdanova, M., Chernyshikhin, S., Zakirov, A., Zotov, B., Fedorenko, L., Belousov, S., Perepelkina, A., Korneev, B., Lyange, M., Pelevin, I., Iskandarova, I., Dzidziguri, E., Potapkin, B., & Gromov, A. (2024). Mesoscale Simulation of Laser Powder Bed Fusion with an Increased Layer Thickness for AlSi10Mg Alloy. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 8(1), 7. <https://doi.org/10.3390/jmmp8010007>
107. Chernyshikhin, S., Fedorenko, L., Egorov, V., Zotov, B., Brykin, V., Korobov, K., Nalivaiko, A., Zhrebtssov, D., Lyange, M., & Pelevin, I. (2026). Laser powder bed fusion of AlSi10Mg with increased layer thickness for higher building rate. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 9(1), 37–46. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2025.07.010>
108. Wang, L., Wang, S., & Wu, J. (2017). Experimental investigation on densification behavior and surface roughness of AlSi10Mg powders produced by selective laser melting. *Optics & Laser Technology*, 96, 88–96. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2017.05.006>
109. Yang, T., Liu, T., Liao, W., Wei, H., Zhang, C., Chen, X., & Zhang, K. (2021). Effect of processing parameters on overhanging surface roughness during laser powder bed fusion of AlSi10Mg. *Journal of Manufacturing Processes*, 61, 440–453. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.11.030>

110. Xu, S., Lu, Q., Ou, Y., Zhang, P., Yan, H., Sun, T., Ma, S., Luo, Z., & Tian, Y. (2024). Effect of Heat Treatment on the Anisotropic Mechanical Properties of AlSi10Mg Fabricated by Selective Laser Melting. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 33(19), 10401–10414. <https://doi.org/10.1007/s11665-023-08669-9>
111. Li, X., Yi, D., Wu, X., Zhang, J., Yang, X., Zhao, Z., Feng, Y., Wang, J., Bai, P., Liu, B., & Liu, Y. (2021). Effect of construction angles on microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 881, 160459. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160459>
112. Tang, M., & Pistorius, P. C. (2017). Anisotropic Mechanical Behavior of AlSi10Mg Parts Produced by Selective Laser Melting. *JOM*, 69(3), 516–522. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-2230-5>
113. Żaba, K., Snopiński, P., Wałach, D., Kaczmarczyk, G. P., & Rusz, S. (2024). Insight into the fracture behaviour and mechanical response of ECAP processed cast and LPBF AlSi10Mg alloy. *Engineering Fracture Mechanics*, 295, 109785. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2023.109785>
114. Suvorova, V. S., Fedorenko, L. V., Zhevnenko, S. N., Zotov, B. O., Egorov, V. Yu., Zhrebtsov, D. D., Suvorov, D. S., Khaydarov, B. B., Kotyakova, K. Yu., Nepapushev, A. A., Kovalev, I. A., Moskovskikh, D. O., & Chernyshikhin, S. V. (2025). Laser powder bed fusion of AlN and ZrN reinforced AlSi10Mg matrix composites: Effect of wettability and volume fraction on microstructure and mechanical properties. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, 8(4), 469–482. <https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2025.04.002>
115. Ksiazek, M., Sobczak, N., Mikulowski, B., Radziwill, W., & Surowiak, I. (2002). Wetting and bonding strength in Al/Al₂O₃ system. *Materials Science and Engineering: A*, 324(1–2), 162–167. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01305-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01305-3)
116. Eustathopoulos, N., & Drevet, B. (1994). Interfacial bonding, wettability and reactivity in metal/oxide systems. *Journal de Physique III*, 4(10), 1865–1881. <https://doi.org/10.1051/jp3:1994244>
117. Kida, M., Bahraini, M., Molina, J. M., Weber, L., & Mortensen, A. (2008). High-temperature wettability of aluminum nitride during liquid metal infiltration. *Materials Science and Engineering: A*, 495(1–2), 197–202. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.12.050>
118. Pelevin, I. A., Ozherelkov, D. Yu., Nalivaiko, A. Yu., Bodyakova, A. I., Chernyshikhin, S. V., Zotov, B. O., Korshunov, A. V., & Gromov, A. A. (2022). AlSi10Mg/AlN Interface Grain Structure after Laser Powder Bed Fusion. *Metals*, 12(12), 2152. <https://doi.org/10.3390/met12122152>

- 119.Souza, P. H. L., Oliveira, C. A. S. de, & Quaresma, J. M. do V. (2018). Precipitation hardening in dilute Al–Zr alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 7(1), 66–72. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2017.05.006>
- 120.Khvan, A. V., Eskin, D. G., Starodub, K. F., Dinsdale, A. T., Wang, F., Fang, C., Cheverikin, V. V., & Gorshenkov, M. V. (2018). New insights into solidification and phase equilibria in the Al–Al₃Zr system: Theoretical and experimental investigations. *Journal of Alloys and Compounds*, 743, 626–638. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.023>
- 121.Popova, E. A., Kotenkov, P. V., Gilev, I. O., Melchakov, S. Yu., & Shubin, A. B. (2020). Effect of Temperature on the Formation of Stable and Metastable Aluminide Phases in Al–Zr–Nb Alloys. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 61(3), 319–324. <https://doi.org/10.3103/S1067821220030128>
- 122.Gao, T., Ceguerra, A., Breen, A., Liu, X., Wu, Y., & Ringer, S. (2016). Precipitation behaviors of cubic and tetragonal Zr–rich phase in Al–(Si–)Zr alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 674, 125–130. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.236>
- 123.Ding, J., Lu, C., Sun, Y., Cui, C., & Zhao, E. (2021). Refining and modification effects of (Al, Zr, Si)–Al₄Sr on Al–7Si–0.5 Mg alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 15, 1604–1612. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.006>
- 124.Liu, Y., Tang, M., Wu, C., Wang, J., & Su, X. (2017). Progress on phase equilibria of the Al–Si–Zr system at 700 and 900 °C. *Journal of Alloys and Compounds*, 693, 357–365. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.09.142>
- 125.Mehta, A., Dickson, J., Newell, R., Keiser, D. D., & Sohn, Y. (2019). Interdiffusion and Reaction Between Al and Zr in the Temperature Range of 425 to 475 °C. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 40(4), 482–494. <https://doi.org/10.1007/s11669-019-00729-9>
- 126.Jung, J.-G., Cho, Y.-H., Kim, S.-D., Kim, S.-B., Lee, S.-H., Song, K., Euh, K., & Lee, J.-M. (2020). Mechanism of ultrasound-induced microstructure modification in Al–Zr alloys. *Acta Materialia*, 199, 73–84. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.08.025>
- 127.Zhou, L., Mehta, A., Schulz, E., McWilliams, B., Cho, K., & Sohn, Y. (2018). Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. *Materials Characterization*, 143, 5–17. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.022>
- 128.Wang, Z., Zhuo, L., Yin, E., & Zhao, Z. (2021). Microstructure evolution and properties of nanoparticulate SiC modified AlSi10Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 808, 140864. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140864>

129. Yan, Q., Song, B., & Shi, Y. (2020). Comparative study of performance comparison of AlSi10Mg alloy prepared by selective laser melting and casting. *Journal of Materials Science & Technology*, 41, 199–208. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.049>
130. Rashid, R., Masood, S. H., Ruan, D., Palanisamy, S., Rahman Rashid, R. A., Elambasseril, J., & Brandt, M. (2018). Effect of energy per layer on the anisotropy of selective laser melted AlSi12 aluminium alloy. *Additive Manufacturing*, 22, 426–439. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.040>
131. Lyange, M. V., Zotov, B. O., Fedorenko, L. V., Egorov, V. Yu., & Chernyshikhin, S. V. (2025). Selective laser melting of aluminum-based composites: challenges and prospects. *Metallurgist*, 69(4), 541–551. <https://doi.org/10.1007/s11015-025-01971-y>
132. Федоренко Л. В., Зотов Б. О., Егоров В. Ю., & Чернышихин С. В. (2024). Исследование влияния упрочняющей керамической добавки ZrN на микроструктуру и механические свойства сплава AlSi10Mg, изготовленного методом селективного лазерного плавления. *Труды Санкт-Петербургского государственного морского технического университета*, 4(12), 182–191.
133. Zhai, W., Zhou, W., & Nai, S. M. L. (2024). Effect of Interface Wettability on Additively Manufactured Metal Matrix Composites: A Case Study of 316L-Y2O3 Oxide Dispersion-Strengthened Steel. *Metals*, 14(2), 170. <https://doi.org/10.3390/met14020170>
134. Kaźmierczak-Bałata, A., & Mazur, J. (2018). Effect of carbon nanoparticle reinforcement on mechanical and thermal properties of silicon carbide ceramics. *Ceramics International*, 44(9), 10273–10280. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.03.034>
135. Fu, H., Zhu, W., Xu, Z., Chen, P., Yan, C., Zhou, K., & Shi, Y. (2019). Effect of silicon addition on the microstructure, mechanical and thermal properties of Cf/SiC composite prepared via selective laser sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 792, 1045–1053. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.04.129>
136. Jue, J., Gu, D., Chang, K., & Dai, D. (2017). Microstructure evolution and mechanical properties of Al-Al2O3 composites fabricated by selective laser melting. *Powder Technology*, 310, 80–91. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.12.079>
137. Cho, J., & Choi, M. (2015). *Voronoi Diagram and Microstructure of Weldment* (cc. 1–9). https://doi.org/10.1007/978-94-017-9618-7_1
138. Lazar, E. A., Lu, J., & Rycroft, C. H. (2022). Voronoi cell analysis: The shapes of particle systems. *American Journal of Physics*, 90(6), 469–480. <https://doi.org/10.1119/5.0087591>
139. A. N. Arnautov, E. L. Dzidziguri, D. D. Zherebcov, L. V. Fedorenko, S. V. Chernyshikhin // Investigation of the microstructure of the AlSi10Mg + ZrN composite material obtained by selective laser melting. *Inorganic Materials: Applied Research*. – 2026. – V. 14. – pp. 799-805

140. Panneer Ponnusamy, Rizwan Abdul Rahman Rashid, Syed Hasan Masood, Dong Ruan, Suresh Palanisamy //Mechanical Properties of SLM-Printed Aluminium Alloys: A Review. Materials. – 2020. –V. 13. – P. 4301

ПРИЛОЖЕНИЕ А



СВИДЕТЕЛЬСТВО О РЕГИСТРАЦИИ НОУ-ХАУ

На основании «Положения о правовой охране секретов производства (ноу-хау) НИТУ МИСИС, утвержденного ректором «15» декабря 2015 г., проведена регистрация секрета производства (ноу-хау), созданного в ходе выполнения Соглашение № 19-79-30025-П от 13.04.2023 г.:

Способ увеличения производительности селективного лазерного плавления изделий из алюминиевого сплава

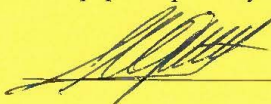
Правообладатель: *федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»*

Авторы: **Чернышихин Станислав Викторович,
Федоренко Леонид Владимирович,
Лянге Мария Викторовна**

Зарегистрировано в Депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС
№ 22-734-2024 ОИС от “ 27” ноября 2024г



Проректор по науке и инновациям

 /М.Р. Филонов/

ПРИЛОЖЕНИЕ Б



РОСАТОМ

АДДИТИВНЫЕ
ТЕХНОЛОГИИ

ОРГАНИЗАЦИЯ АО «ТВЭЛ»

Общество с ограниченной
ответственностью

«Росатом Аддитивные технологии»
(ООО «РосАТ»)

115409, Москва, Каширское ш., д. 49,
этаж 10, помещ. XXIX, комн. 5

Телефон (495) 988-82-82

E-mail: rosat@rosatom.ru

ОКПО 20252212, ОГРН 5177746230547

ИНН 7724424381, КПП 772401001

АКТ

об использовании результатов диссертационной работы
Федоренко Леонида Владимировича на тему «Влияние частиц ZrN и AlN на
формирование алюмоматричных композитов с помощью селективного
лазерного плавления»

Настоящим актом подтверждается, что результаты диссертационной работы на тему «Влияние частиц ZrN и AlN на формирование алюмоматричных композитов с помощью селективного лазерного плавления», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, выполненной обучающимся НИТУ МИСИС кафедры металловедения и физики прочности по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» Федоренко Леонидом Владимировичем, внедрены в деятельность ООО «РосАТ» в части оптимизации технологических режимов процесса селективного лазерного плавления алюминиевых сплавов.

Предложенный в работе композиционный материал на основе алюминиевого сплава, упрочненного керамическими частицами, был успешно использован для изготовления опытной партии образцов. Использование керамических частиц в составе алюминиевого сплава способствует повышению прочности композита без потери технологичности в процессе селективного лазерного плавления.

Практическая реализация результатов диссертационной работы позволит повысить в ООО «РосАТ» технологическую эффективность процесса селективного лазерного плавления – сократить продолжительность изготовления изделий за счет повышения толщины порошкового слоя при обеспечении оптимального уровня механических свойств.

Начальник центра исследований
и разработок, к.т.н.



Ф.Е. Вилков