

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

На правах рукописи

Кавуси Сиси Али

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

Специальность – 2.6.1.

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
PhD, Чернышихин Станислав Викторович

Москва – 2026

Содержание

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ	4
ВВЕДЕНИЕ.....	5
Глава 1 Литературный обзор.....	13
1.1 Вольфрам-медные мультиматериалы.....	13
1.1.1 Диаграмма вольфрам-медь	14
1.1.2 Традиционный способ изготовления вольфрам-медных мультиматериалов.....	15
1.2 Селективное лазерное сплавление.....	19
1.2.1 Технология.....	20
1.2.2 Основные узлы установки	21
1.2.3 Основные технологические параметры.....	23
1.2.4 Преимущества и недостатки.....	26
1.3 Селективное лазерное сплавление мультиматериалов	28
1.4 Селективное лазерное сплавление медь-вольфрамового мультиматериала	40
1.5 Гибридное производство мультиматериалов.....	46
1.6 Гибридное производство медно-вольфрамового мультиматериала.....	52
Глава 2 Одиночные дорожки	55
2.1 Печать одиночных дорожек.....	58
2.2 Моделирование одиночных дорожек.....	70
2.3 Сравнение результатов моделирования с экспериментом	78
Глава 3 Объемные образцы.....	82
3.1 Поиск оптимальных параметров селективного лазерного сплавления для вольфрама	83
3.2 Изготовление вольфрамовых каркасов с открытыми порами.....	90
3.3 Инфильтрация меди в вольфрамовые каркасы.....	91
3.4 Механические свойства.....	96
3.4.1 Испытания на сжатие	97
3.4.2 Моделирование испытания на сжатие.....	102
3.5 Теплофизические свойства	107

3.5.1 Исследование теплофизических свойств методом вспышки	108
3.5.2 Моделирование метода вспышки.....	111
Выводы:	117
Список использованных источников	120
ПРИЛОЖЕНИЕ А	131

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И ОБОЗНАЧЕНИЙ

В настоящей диссертационной работе применяют следующие сокращения и обозначения:

КОП	–	Компонент, обращённый к плазме
КТР	–	коэффициент линейного теплового расширения
токамак	–	Тороидальная камера с магнитными катушками
ТХВП	–	Температуры хрупко-вязкого перехода
СЛС	–	Селективное лазерное сплавление
ЭДС	–	Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия
ПО	–	Программное обеспечение
ГИП	–	Горячее изостатическое прессование
АП	–	Аддитивное производство
МГТ	–	Метод градиентной траектории
ФГМ	–	Функционально-градиентные материал
ХГН	–	Газодинамическое напыление
НЕРЖ	–	Нержавеющая сталь
СЭМ	–	Сканирующая электронная микроскопия
ОПЭ	–	Объемная плотность энергии
ГЦК	–	Гранецентрированная кубическая
ОЦК	–	Объемно-центрированная кубическая
ГК	–	Горячекатанный
ТПМП	–	Трижды периодические минимальные поверхности
ОП	–	Относительной плотности
МКЭ	–	Метод конечных элементов
МЛВ	–	Метод лазерной вспышки

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

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

В качестве основного материала КОП применяется вольфрам, обладающий уникальным набором физических и механических свойств, но который является труднообрабатываемым материалом, поэтому в настоящий момент КОП представляют собой геометрически простую многослойную композицию, состоящую из облицовки, компенсирующего и теплоотводящего слоев, а также теплоотводящей медной и несущей стальной конструкций. Однако указанный конструктивный подход характеризуется рядом существенных недостатков, к которым относятся: формирование высоких напряжений в поперечном сечении системы W–Cu из-за различия коэффициентов линейного теплового расширения (КТР) материалов, а также

относительно низкие механические характеристики соединений, получаемых методом пайки. Кроме того, традиционные многослойные конструкции КОП, основанные на пайке и диффузионном соединении вольфрама, медных сплавов и конструкционных сталей, практически исчерпали потенциал дальнейшего повышения тепловых нагрузок, ресурса и эксплуатационной надёжности. В этих условиях особую актуальность приобретает разработка новых концепций материалов и конструкций КОП, основанных на управлении пространственной архитектурой композитов. Адаптация свойств такого материала для конкретной задачи может быть выполнена путем изменения структурных особенностей, начиная с обычной смеси и спекания и заканчивая сложными объемными структурами. Изготовление сложнопрофильных вольфрамовых структур традиционными методами весьма ограничено из-за высокой твердости и температуры хрупко-вязкого перехода, в связи с этим в основном применяются порошковая металлургия, химическое осаждение из газовой фазы, искровое плазменное спекание и горячее изостатическое прессование. Однако все указанные методы ограничиваются производством деталей простой формы.

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

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

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

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

Цель работы

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

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

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

3. Оптимизация технологических параметров СЛС для синтеза объемных образцов из порошка чистого вольфрама. Получение пористых вольфрамовых

структур с элементарной ячейкой гироида методом СЛС и анализ влияния параметров ячейки на свойства структуры.

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

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

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

Научная новизна

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

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

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

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

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

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

Практическая значимость работы

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

Основные положения, выносимые на защиту

1. Экспериментальные и расчетные зависимости морфологии единичных лазерных проходов, полученные при вариации следующих условий процесса: параметры лазерного излучения (мощность лазера, скорость сканирования), тип подложки (горячекатанная или СЛС синтезированная), порошковый слой (наличие или отсутствие порошка на подложке).
2. Оптимальные технологические условия синтеза вольфрамовых матриц методом СЛС и оптимальные условия инфильтрации меди в вакуумной среде.
3. Экспериментальные зависимости механических и теплофизических свойств вольфрам-медных мультиматериалов от параметра ячейки гироида вольфрамового каркаса, синтезированного методом СЛС.
4. Методика создания вольфрам-медных мультиматериалов для компонентов, обращенных к плазме с синтезом пористой вольфрамовой структуры на подложке из горячекатанного вольфрама методом селективного лазерного сплавления и последующей инфильтрацией меди в открытую пористую структуру.

Личный вклад автора

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

Благодарности

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

Степень достоверности результатов

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

Апробация работы

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

Структура и объем диссертации:

Материалы диссертации изложены на 131 страницах машинного текста, включают 62 рисунка, 7 таблиц и библиографический список из 160

наименований. Диссертация состоит из введения, трех глав, выводов, списка литературы и одного приложения.

Методология и методы диссертационного исследования

В работе использовались следующие методы исследований и испытаний: изготовление одиночных дорожек на вольфраме, каркасов и гироидных структур вольфрама методом СЛС; инфильтрация меди в открытую пористую структуру вольфрама методом литья; исследование микроструктуры с помощью оптической и сканирующей электронной микроскопии с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС), анализ тепловых свойств методом лазерной вспышки, исследование механических свойств при помощи испытаний на сжатие, моделирование одиночных дорожек с использованием программного обеспечения (ПО) - KISSAM, моделирование открытой пористой структуры гироида с использованием ПО - nTopology моделирование метода вспышки и испытаний на сжатие с использованием ПО - Comsol Multiphysics, основанном на методе конечных элементов.

Глава 1 Литературный обзор

1.1 Вольфрам-медные мультиматериалы

Благодаря таким характеристикам вольфрама, как высокая плотность ($19,25 \text{ г/см}^3$), способность к эффективной генерации тормозного излучения при бомбардировке электронами и к ослаблению проникающего излучения материал активно используется для изготовления мишени для электронов в рентгеновских трубках, коллиматорах в радиохирургии, решетках для защиты от рассеяния в компьютерных сканерах, радиационных экранах [1]. Мультиматериалы системы вольфрам-медь (W-Cu) сочетают высокую электро- и теплопроводность с низким КТР и высокой плотностью вольфрама. Объединение таких свойств позволяет использовать мультиматериал W-Cu в качестве экранирующих корпусов сверхвысокочастотных устройств, радиаторов для мощных интегральных схем и КОП для ядерных реакторов [2, 3].

Данная работа посвящена исследованию мультиматериалов системы W-Cu с целью применения в качестве КОП в токамаке. Для разработки мультиматериала необходимо учитывать условия эксплуатации на реальном объекте. На сегодняшний день количественные данные о профиле поверхностного теплового потока в КОП отсутствуют. С учетом запаса прочности в 50 % предполагается, что пиковый тепловой поток на мишенях может достигать 15 МВт/м^2 в течение длительного времени. Температура и давление теплоносителя в контуре охлаждения мишеней дивертора составляют от $130 \text{ }^\circ\text{C}$ (на входе) до $137 \text{ }^\circ\text{C}$ (на выходе) и от 5 МПа (на входе) до 3,5 МПа (на выходе) соответственно [4, 5]. В то же время температура в медном участке и на стыке с вольфрамом может составлять от 150 до $750 \text{ }^\circ\text{C}$, а на вольфрамовой части – $1350 \text{ }^\circ\text{C}$ [6].

1.1.1 Диаграмма вольфрам-медь

Особенностью сплавов W-Cu является полная нерастворимость компонентов в твердом и жидком состояниях (рисунок 1). При температуре 2562 °С медь начинает испаряться, тогда как вольфрам остается в твердом состоянии до 3422 °С. Как видно из фазовой диаграммы взаимная растворимость элементов стремится к нулю как в твердом, так и в жидком состояниях, вследствие этого традиционные методы литья и кристаллизации не применимы для получения сплавов системы W-Cu. Настаси и др. [7] показали, что энтальпия образования различных сплавов W-Cu меняется в диапазоне от 16 до 24 кДж/моль.

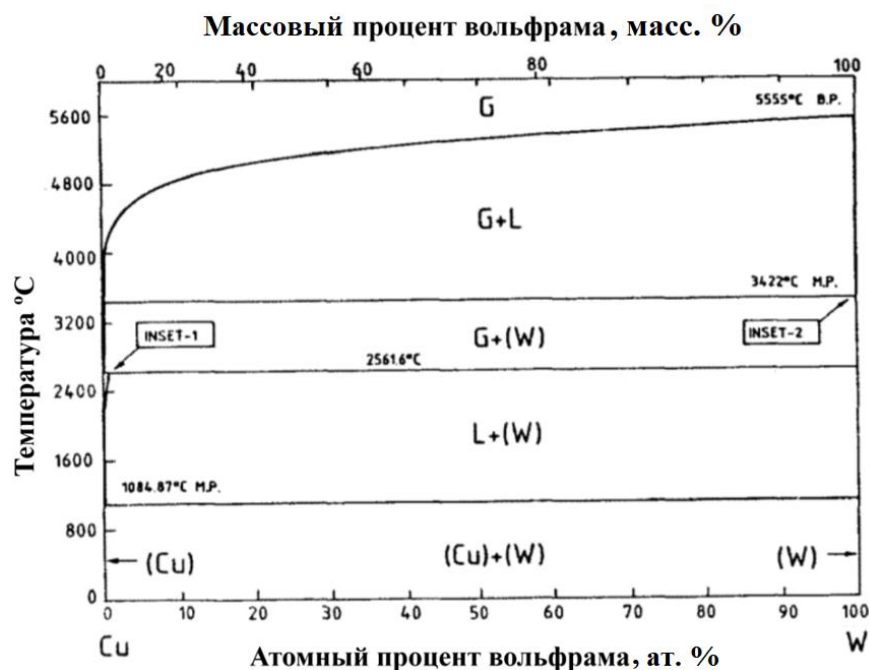


Рисунок 1 – Фазовая диаграмма вольфрам-медь (W-Cu) [8]

Кроме того, энергия Гиббса положительна (рисунок 2), что говорит о термодинамической неустойчивости фазы и подтверждает невозможность образования стабильного однофазного сплава в равновесных условиях.

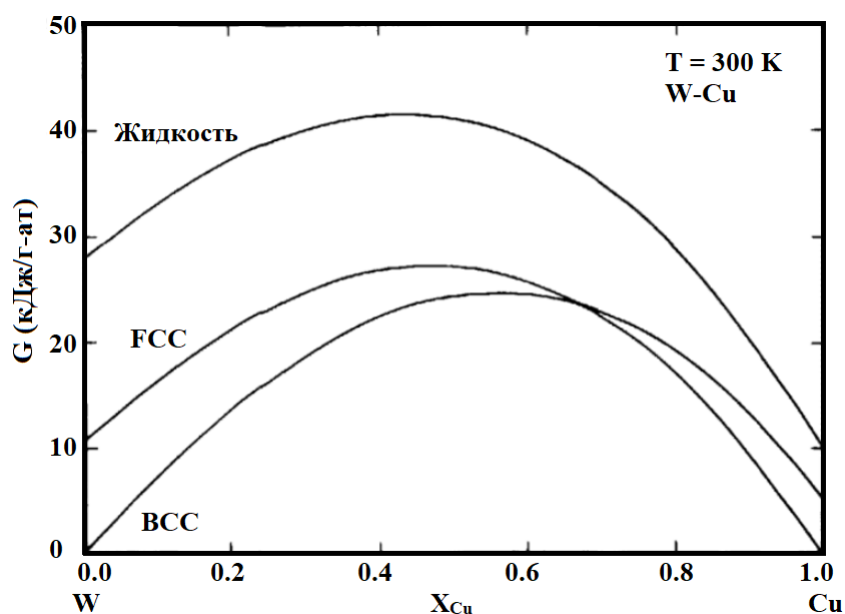


Рисунок 2 – Зависимость свободной энергии Гиббса от состава сплава [7]

1.1.2 Традиционный способ изготовления вольфрам-медных мультиматериалов

В настоящее время в рамках проекта «Основные концепции дивертора для проектируемой термоядерной электростанции DEMO» ведется работа над проектированием конструктивов для КОП. Пять из них имеют общую геометрическую форму в виде массива прямоугольных вольфрамовых моноблоков с охлаждающей трубой в качестве теплоотвода посередине. Эта концепция вольфрамовых моноблоков была позаимствована из макета мишени дивертора, разработанного в рамках проекта международного экспериментального термоядерного реактора – ITER (рисунок 3) [9]. Для водяного охлаждения мишени в проекте используются медные трубки. В настоящее время считается, что сочетание вольфрама (в качестве первой стенки, обращенной к плазме) с медным сплавом или композитами (в качестве конструкционного теплоотвода) является единственным возможным вариантом материала для применения в ядерной среде с высокочастотным газоразрядным источником [10].

Максимальный температурный градиент возникает на вольфрамовой над медной охлаждающей трубкой. Это говорит о том, что критические ситуации, связанные с радиационным охрупчиванием материалов и конструкций (повреждение кристаллической решетки, газофазная трансмутация, образование хрупкой фазы), необходимо рассматривать отдельно, как в зависимости от локальной температуры, так и от интенсивности напряжений. В проекте базовый макет мишени дивертора - КОП был модифицирован пятью способами: путем легирования/упрочнения медной трубы и/или путем модификации вольфрамовых моноблоков или их компоновки [6].

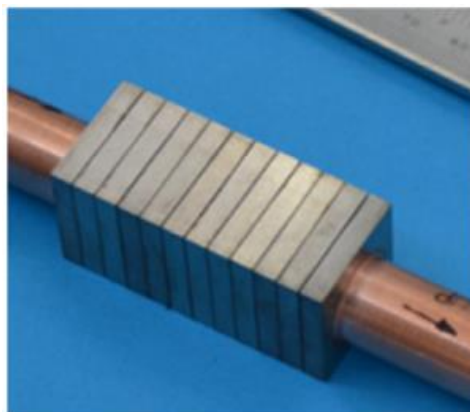


Рисунок 3 – Макет мишени дивертора - КОП в соответствии с эталонным проектом ITER, рассматриваемым для DEMO [6]

Кроме базового макета мишени дивертора, был разработан еще один вариант - макет КОП, бронированный плоскими вольфрамовыми пластинами, соединенными с теплоотводящим блоком, выполненном на основе медного сплава CuCrZr (с водяным охлаждением). Плоские вольфрамовые пластины соединены с теплоотводящим блоком методом горячего изостатического прессования (ГИП). Изображение макета представлено на рисунке 4. Концепция мишени подобного типа уже была применена для дивертора в ITER [9]. Новый макет мишени дивертора характеризуется относительно простым процессом изготовления и высокой стабильностью конструкции благодаря массивной части, состоящей из моноблоков вольфрама. Кроме того,

облицовка блока радиатора плоскими вольфрамовыми плитками позволяет конструкторам более гибко подходить к выбору схемы охлаждения, например, применять инновационные концепции охлаждения, такие как тепловая труба или гипервапотрон. С другой стороны, общая структурная целостность компонента во многом зависит от качества локального соединения, поскольку выход из строя одной плитки может привести к каскадному разрушению соседних [6].



Рисунок 4 – Макет КОП с плоскими вольфрамовыми пластинами [6]

В ходе научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ в рамках проекта ITER была подтверждена применимость этой концепции для среднего диапазона тепловых потоков ($5\text{--}11 \text{ МВт/м}^2$) [9]. Для работы с высокоинтенсивными высокотемпературными нагрузками, характерными для демонстрационного реактора DEMO, для обеспечения надежности необходимо использовать отработанные технологии соединения, устойчивые к облучению. Одновременно с изучением надежности соединений ведется работа по оптимизации конструкции с изменением геометрии для снижения концентрации напряжений на поверхности стыка, которая является слабым звеном [11].

Для оптимизации конструкции, было разработано соединение методом ГИП, в котором был учтен ряд технических параметров для повышения качества соединения. В настоящее время проходят предварительные

испытания макета на установке для высокоинтенсивного импульсного нагрева. Первый результат испытаний показал, что макет вышел из строя по причине преждевременного разрушения в результате макроскопического растрескивания, при котором трещина возникает и распространяется в вольфрамовой пластине рядом с местом соединения, в то время как само соединение остается цельным [6].

На рисунке 5 представлена схема изготовления детали КОП из мультиматериалов традиционным методом ГИП и высокотемпературной пайки. ГИП представляет собой соединение компонентов горячекатанного вольфрама (W-ГК) и Cu друг с другом в специальной печи при высокой температуре (600-1000 °C) и высоком давлении (100-150 МПа). Преимуществом метода является высокая плотность полученного изделия, поскольку изостатическое давление обеспечивает равномерное прижатие поверхностей. Высокотемпературная пайка в вакуумных печах позволяет избежать загрязнения примесями материала и соединений.

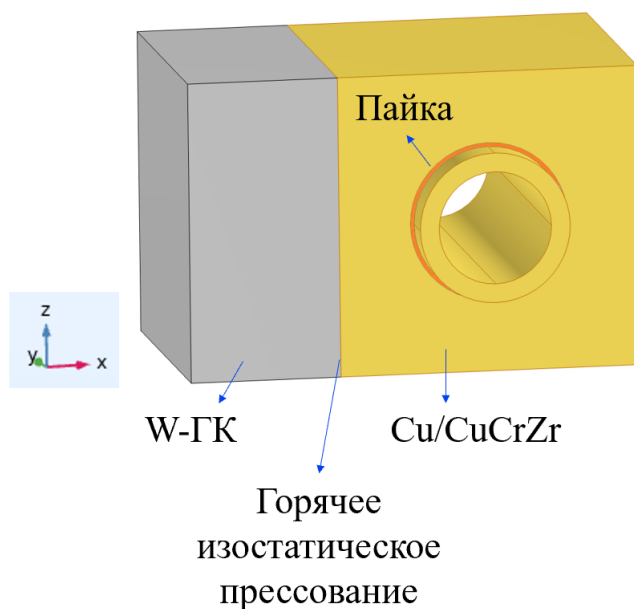


Рисунок 5 – Схема изготовления макета мишени дивертора методами ГИП и пайки

Однако данный метод обладает и недостатками, такими как высокие остаточные напряжения в поперечном сечении W-Cu, являющиеся следствием

разницы КТР и негативно влияющие на соединение во время эксплуатации при высоких температурах и многочисленных циклах. Помимо этого, отмечается, что соединения, получаемые пайкой обладают низкими механическими свойствами при высоких температурах.

1.2 Селективное лазерное сплавление

Аддитивное производство (АП) – это процесс изготовления объектов различных форм путем послойного добавления материала в соответствии с заданной цифровой 3D моделью [12-14]. АП позволяет создавать детали сложной геометрической формы с высокой точностью. Существуют различные методы аддитивного производства для получения композитных материалов такие как, экструзия материала, послойное соединение листовых материалов, струйная обработка материала, струйная обработка связующего, прямая лазерная наплавка, селективное лазерное сплавление. Ключевым преимуществом технологий прямое лазерное выращивание и СЛС является возможность изготовления детали с плотностью, близкой к теоретической (относительная плотность выше 90 %), что обусловило их широкое внедрение в медицину, автомобилестроение, тяжелое машиностроение и авиастроение. Механические свойства деталей, изготовленных указанными выше методами, сопоставимы с техническими характеристиками кованных изделий и существенно превосходят показатели литых аналогов.

Технология СЛС представляет собой метод производства, основанный на послойном лазерном сплавлении порошкового слоя. Распространение СЛС обусловлено возможностью изготовления деталей сложной геометрии с высокой точностью и структурной однородностью, недостижимой при использовании традиционных технологий [15-19]. В процессе СЛС сфокусированный лазерный луч локально сплавляет порошок в соответствии с цифровой моделью, подготовленной в системе автоматизированного

проектирования, что обеспечивает точное воспроизведение заданной трёхмерной формы [20-24].

1.2.1 Технология

При СЛС лазерное излучение высокой плотности мощности расплавляет частицы металлического порошка в контролируемой инертной атмосфере по заданной траектории сканирования, после чего сплав затвердевает с крайне высокой скоростью [25]. При послойном повторении данного цикла формируется трёхмерное изделие заданной геометрии. Такой аддитивный подход обеспечивает существенные преимущества при изготовлении тонкостенных компонентов со сложной внутренней архитектурой [26]. Технология не позволяет полностью исключить традиционные соединительные операции (сварку, клёпку), но позволяет отказаться от использования литейной оснастки, что существенно сокращает сроки проектирования и производственный цикл [27]. Возможность повторного применения несплавленного порошка повышает коэффициент использования материала и снижает себестоимость продукции. Кроме того, изделия, полученные методом СЛС, характеризуются высокой плотностью, точностью геометрии и улучшенными эксплуатационными характеристиками [28].

Скорость охлаждения расплава достигает 10^3 - 10^8 К/с [29]. Столь высокая скорость охлаждения препятствует росту зерен и сегрегации легирующих элементов. Конвективные потоки Марангони в ванне расплава способствуют формированию мелкозернистой однородной микроструктуры, что существенно повышает прочность и ударную вязкость материала [30]. Неравновесные условия затвердевания расширяют предельную растворимость легирующих компонентов в твёрдом растворе, а также могут приводить к образованию метастабильных или аморфных фаз [31].

Тем не менее, качество поверхности и точность геометрических размеров изделий, изготовленных методом СЛС, зачастую не соответствуют требованиям серийного производства, что обуславливает необходимость последующей финишной механообработки, увеличивающей общее время изготовления детали [32]. Кроме того, высокие температурные градиенты и сложный характер теплопереноса при циклическом лазерном воздействии приводят к направленному росту зёрен, вследствие чего микроструктура и механические свойства сплава приобретают выраженную анизотропию [33]. Качество изделий при СЛС определяется выбором технологических параметров: мощности лазера, скорости сканирования, шага сканирования (расстояния между соседними треками) и толщины порошкового слоя. Эти параметры, в свою очередь, зависят от физико-химических характеристик материала, текучести и гранулометрического состава порошка, а также от параметров лазерного пучка (диаметра пятна и профиля интенсивности) [30].

1.2.2 Основные узлы установки

Схема процесса СЛС представлена на рисунке 6. В большинстве коммерческих установок селективного лазерного сплавления (производства EOS, Renishaw, SLM Solutions и др.) порошковый материал размещается в бункере-дозаторе, расположенном в непосредственной близости от рабочей камеры. Подача порошка осуществляется посредством подъёма поршня, который дозирует материал и перемещает его в вертикальном направлении к плоскости построения. После выхода порошка на уровень рабочей платформы механизм нанесения (ракель или валиковый распределитель) формирует однородный слой заданной толщины.

С другой стороны, ряд ведущих производителей используют механизм верхней подачи (гравитационной), что обеспечивает определённые технологические преимущества – в частности, возможность нанесения порошкового слоя при реверсивном движении, что особенно полезно при

изготовлении крупногабаритных изделий. Принципиальная схема такого решения представлена на рисунке 7. К числу серийно выпускаемых установок с данной конфигурацией относятся машины серий М компании GE Additive (Concept Laser) и серии DMP производителя 3D Systems.

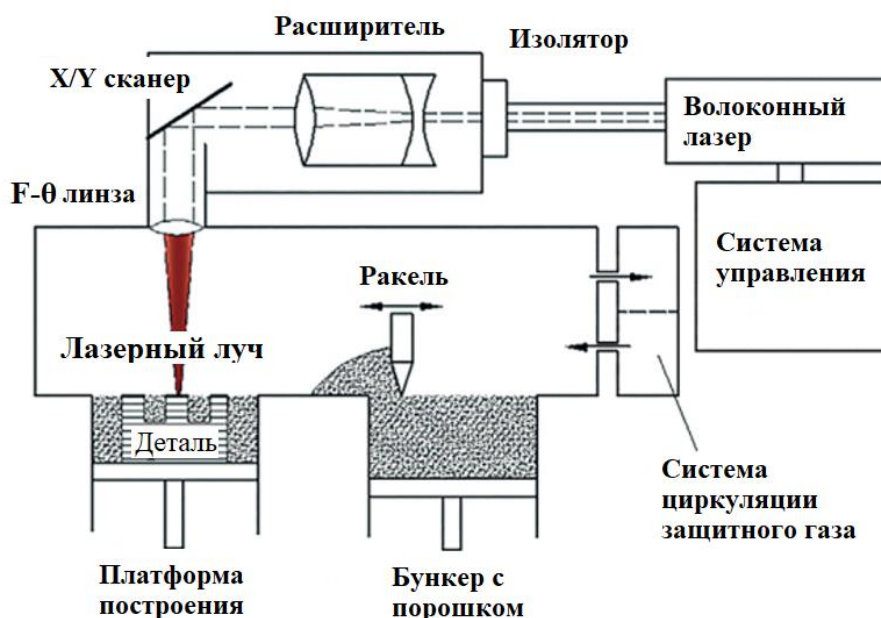


Рисунок 6 – Схема селективного лазерного сплавления с порошком, подаваемым снизу [25]

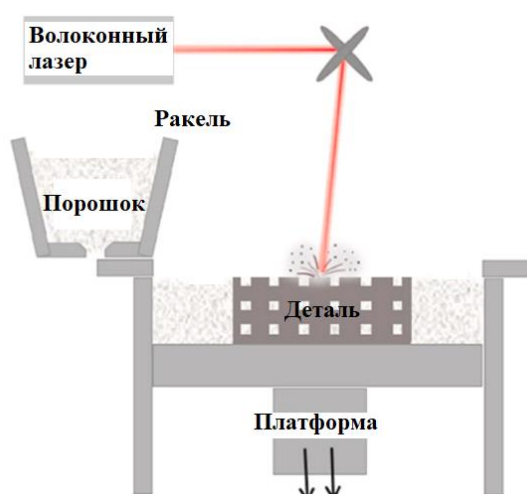


Рисунок 7 – Установка для процесса селективного лазерного сплавления с верхней подачей порошка [34]

Механизм подачи порошка через сопло, который можно использовать для верхней подачи, доставляет порошок прямо в нужную рабочую зону. Однако данная схема имеет ряд ограничений, например сложность конструкции, обусловленная необходимостью подачи инертного газа для фокусировки потока порошка и циркуляции охлаждающей жидкости для защиты сопла от перегрева. Кроме того, абразивное воздействие частиц порошка вызывают засорение каналов подачи, что приводит к нестабильности дозирования и снижению технологической эффективности процесса. Альтернативным решением является гравитационная подача порошка с использованием дозирующих устройств лопастного типа (одинарных или сдвоенных, с одно- или двунаправленным действием). Конструкция таких систем отличается простотой и надёжностью, а их применение наиболее эффективно при работе с сыпучими материалами, где для нанесения порошка достаточно силы тяжести [35].

1.2.3 Основные технологические параметры

Параметры процесса СЛС делятся на пять основных групп (рисунок 8): параметры лазерного излучения, характеристики порошка, режимы сканирования, геометрические параметры изделия и температурные условия [36]. В таблице 1 эти параметры разделены на задаваемые (входные) и регулируемые, а также показана их связь с характеристиками процесса и качеством получаемых деталей [37].

В процессе СЛС стратегия сканирования определяет направление теплового потока, температурный градиент и скорость охлаждения, что напрямую влияет на уровень остаточных напряжений и формирование микроструктуры. Таким образом, для оптимизации направления теплового потока, температурного градиента и скорости охлаждения поверхности раздела разнородных материалов требуется соответствующая стратегия сканирования для обеспечения минимального уровня остаточных напряжений

и дефектов. Кроме того, можно минимизировать поры, оптимизируя ширину ванны расплава.

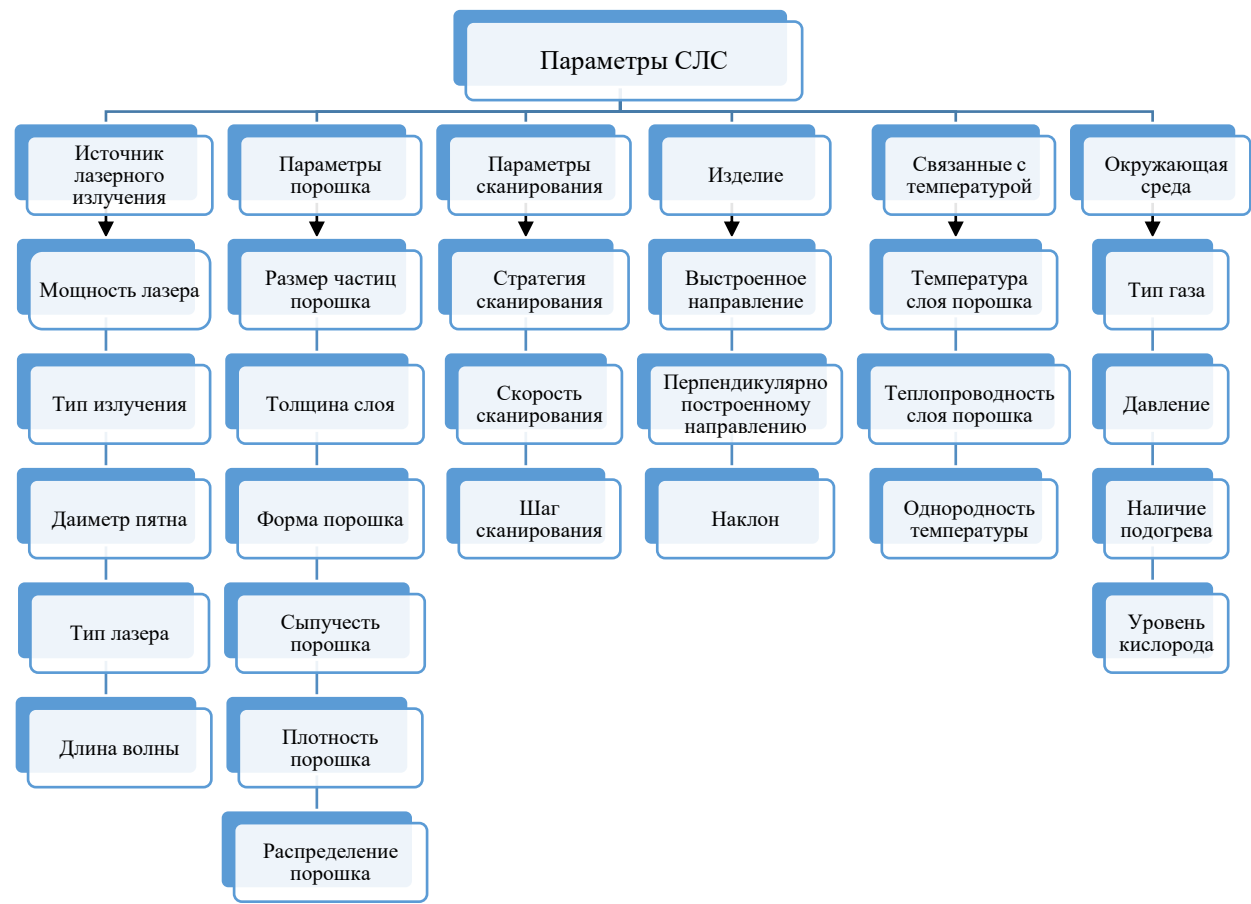


Рисунок 8 – Классификация технологических параметров СЛС [36]

Таблица 1 – Контролируемые и предопределенные параметры процесса СЛС [37]

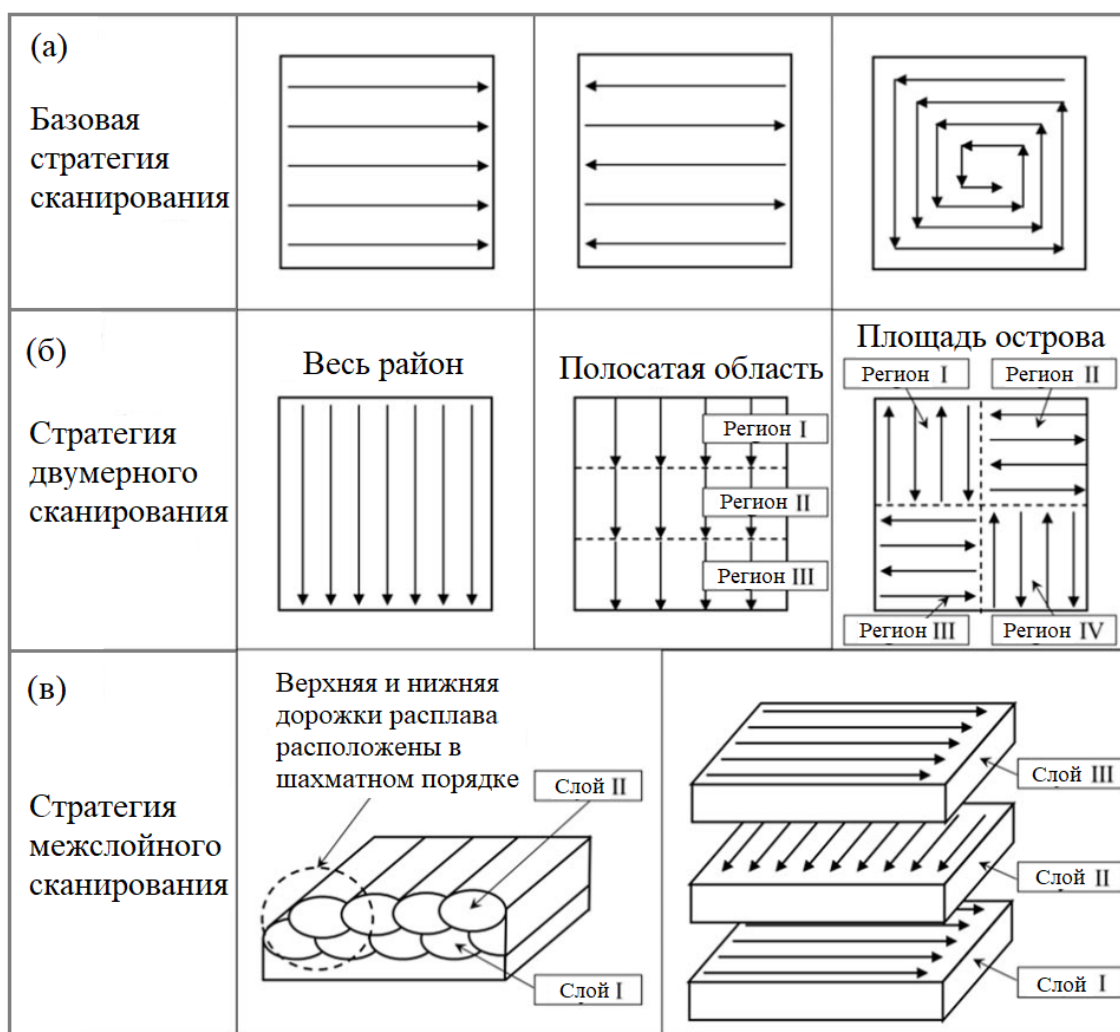
Параметр процесса	Влияние
Управляемые параметры	
Мощность лазера	Коробление, усадка детали, размер и стабильность ванны расплава, глубина проплавления, пористость, улавливание примесей
Скорость сканирования	Шероховатость поверхности, коробление, усадка детали, плотность детали, размер ванны расплава, трещины, изломанность
Шаг сканирования	Микроструктуры, шероховатость поверхности, неоднородность микроструктуры, пористость, точность геометрии, усадка, размер ванны расплава
Диаметр пятна	Морфология ванны расплава, механические свойства, пористость и время изготовления
Толщина слоя	Время изготовления, ступенчатый эффект, усадка детали, плотность детали, пористость, шероховатость поверхности, точность геометрии
Предопределенные параметры	

Параметр процесса	Влияние
Форма порошка	Сыпучесть, плотность упаковки и пористость
Ориентация на сборку	Анизотропия, остаточное напряжение, ступенчатый эффект, пористость, время изготовления, точность геометрии, шероховатость поверхности
Размер порошка	Неоднородность, плотность упаковки, пористость
Скорость потока газа и его направление	Точность геометрии, пористость и механические свойства
Температура камеры и слоя порошка	Усадка деталей и коробление

Кроме того, оптимизация ширины ванны расплава позволяет минимизировать количество пор. На рисунке 9(а-в) показаны основные типы стратегии сканирования, применяемые в процессе СЛС, разделенные на три основные группы:

1. Базовые траектории движения лазера (однонаправленное сканирование, двунаправленное сканирование или спиральное сканирование);
2. Стратегии двумерного сканирования (полосовое сканирование и островковое сканирование);
3. Стратегии межслойного сканирования (межслойное ступенчатое сканирование и ортогональное сканирование).

Выбор стратегии или их комбинаций позволяет управлять остаточными напряжениями и микроструктурой [38]. Важным параметром любой стратегии является шаг штриховки – расстояние между центрами соседних векторов сканирования. Как правило, этот шаг устанавливают пропорционально диаметру лазерного пятна, чтобы обеспечить перекрытие дорожек и избежать непроплавов [37].



(а) базовые стратегии, (б) стратегии двумерного сканирования, (в) стратегии межслойного сканирования

Рисунок 9 – Стратегии сканирования [38]

1.2.4 Преимущества и недостатки

Технология селективного лазерного сплавления позволяет изготавливать металлические детали без использования оснастки, со сложной геометрией, которые невозможно получить с помощью традиционных методов. Это сокращает потребность в количестве инструментов и приспособлений, а также позволяет заменять сборные узлы монолитными конструкциями, что повышает надёжность и снижает массу конечного продукта. В классических производственных процессах геометрия деталей часто упрощается из-за технологических ограничений (необходимость доступа режущего инструмента, сложность в установке), что может приводить

к субоптимальным конструктивным решениям с точки зрения функциональности. Геометрическая «свобода», присущая аддитивным технологиям также позволяет изготавливать решетчатые конструкции для снижения веса и проектировать детали с улучшенной гидродинамикой. Помимо технических преимуществ, таких как сокращение оснастки и свободное проектирование, СЛС может трансформировать экономическую модель производства. Развитие цифровых технологий и сетевой инфраструктуры способствует децентрализации изготовления: вместо крупносерийного выпуска на линиях возможно распределенное производство по требованию. В таких условиях традиционный эффект масштаба, достигаемый за счёт массового выпуска, теряет доминирующее значение [39].

Основными недостатками являются высокие первоначальные инвестиции (стоимость оборудования для АП), ограниченная доступность материалов (такие металлы как железо, титан и алюминий достаточно распространены, тогда как медь наоборот), а также сложности обеспечения качества (отсутствие стандартов и методов контроля) [40]. При производстве изделий с нависающими или консольными частями требуются поддерживающие конструкции. Они выполняют функцию опоры и теплоотвода, отводя избыточное тепло. Они обеспечивают механическую фиксацию изделия на платформе построения и отвод избыточного тепла из зоны лазерного воздействия, предотвращая коробление. Большинство деталей, изготовленных методом СЛС, требуют постобработки. Основные цели таких операций — релаксация остаточных термических напряжений, повышение пластичности и снижение шероховатости поверхности. К наиболее распространённым методам относятся: различные виды термообработки, искусственное старение, дробеструйная обработка, шлифовка и полировка. Указанные технологии доказали свою эффективность в улучшении качества поверхности и снижении уровня остаточных напряжений [39].

1.3 Селективное лазерное сплавление мультиматериалов

Выбор стратегии изготовления является ключевым фактором для получения качественного металлургического соединения с требуемыми механическими свойствами при изготовлении мультиматериалов методом СЛС [41]. Выделяют три основных типа соединений: прямое соединение, метод градиентной траектории (МГТ) и метод соединения с промежуточным слоем (рисунок 10). Прямое соединение применяют для СЛС пар материалов с близкими теплофизическими и химическими свойствами, например, нержавеющая сталь (НЕРЖ)-Хастеллой Х [42]. МГТ применяется для химически совместимых материалов, которые обладают высокой взаимной растворимостью и не образуют хрупких интерметаллических фаз, а также для материалов с отличающимися теплофизическими свойствами [43, 44]. В последнем случае компоненты склонны к образованию интерметаллидов, в связи с чем используют промежуточный слой из материала, совместимого с обоими металлами. Типичный пример – соединение меди с вольфрамом через промежуточный слой из НЕРЖ [22].

Прямое соединение является простым методом, не требующим модификации системы подачи порошка, в отличие от МГТ, рассматриваемого ниже. Такой подход позволяет сократить время изготовления детали и снизить расход материала по сравнению с альтернативными стратегиями. Однако область его применения ограничена требованием металлургической совместимости соединяемых сплавов.

МГТ позволяет соединять сплавы с довольно разными теплофизическими свойствами (например, различный коэффициент теплового расширения в результате чего появляются остаточные напряжения), но не позволяет избежать последствий химической несовместимости. Последнее может приводить к образованию хрупких интерметаллических фаз, что существенно ухудшает механические свойства готового изделия. МГТ отличается от прочих методов тем, что для его реализации необходима особая

система подачи порошка, обеспечивающая плавное непрерывное изменение химического состава порошка. Для реализации МГТ на базе стандартных 3D принтеров необходимо менять порошок, находящийся в емкости, что приводит к большому расходу порошка.

Метод соединения с промежуточным слоем проще в реализации, он допускает использование менее сложных систем подачи порошка по сравнению с МГТ, и в ряде конфигураций может быть реализован на стандартном коммерческом оборудовании. Однако подбор промежуточного материала химически совместимого с обоими основными компонентами и не ухудшающего свойства изделия часто представляет собой нетривиальную задачу [45].

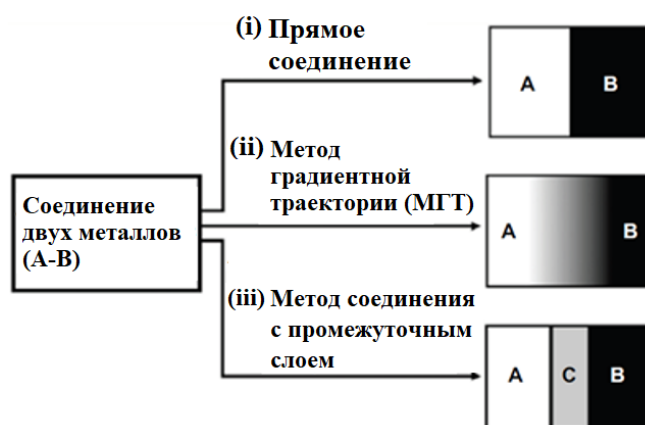


Рисунок 10 – Стратегии соединения двух разнородных металлов [46]

Современное машиностроение все чаще сталкивается с задачами, когда к детали предъявляются противоречивые требования: например, высокая прочность в одном узле и хорошая теплопроводность – в другом. Однородные материалы не всегда способны обеспечить такой набор свойств. В ответ на этот вызов исследователи начали разрабатывать новый класс материалов – функционально-градиентные материалы (ФГМ), состоящие из двух и более материалов, доля которых свойства плавно изменяются в объёме изделия [47, 48]. Такие решения позволяют локально усиливать нужные

характеристики и создавать изделия с оптимальным соотношением массы, прочности и функциональности [16, 19, 44].

Концепция ФГМ впервые была предложена японскими учёными в 1980-х годах для создания металлокерамических композитов, устойчивых к высоким температурам в аэрокосмической технике. С тех пор было внедрено несколько методов изготовления ФГМ, включая плазменное напыление, осаждение из газовой фазы, лазерную наплавку, горячее прессование, центробежное литье, искровое плазменное спекание и импульсное лазерное осаждение. Однако у большинства из этих методов есть общее ограничение: они плохо подходят для изготовления деталей сложной геометрии. Это снижает потенциал функциональной оптимизации, ради которого и создаются ФГМ [21, 49, 50].

В последние годы развитие аддитивных технологий открыло новые возможности для решения указанных задач [19, 21, 43, 49]. В частности, СЛС обеспечивает высокую точность формирования пористых структур, позволяет управлять микроструктурой, фазовым составом (включая мартенситные превращения) и механическими свойствами изделий. Технология даёт возможность послойно изменять химический состав материала с шагом до 30 мкм, что способствует более равномерному распределению компонентов [43, 49, 51, 52]. Тем не менее, исследования в области многокомпонентного СЛС остаются не полными [15, 53, 54]. На практике СЛС обычно используется для обработки одного типа порошка одновременно. Получение ФГМ методом СЛС проще реализовать путем изменения пористости готового изделия, чем изменением химического состава порошка [13, 17, 19, 20]. В существующих коммерческих 3D-принтерах невозможно изменить химический состав печатающего порошка в процессе печати. Таким образом, создание ФГМ методом СЛС требует разработки новых технологических решений [53, 55].

За последнее время было разработано множество подходов к изготовлению ФГМ методом СЛС. Исследования проводились как с

использованием современных коммерческих машинах, так и на машинах с модифицированными системами подачи порошка.

Исследования возможности изготовления ФГМ начались на уже имеющихся коммерческих принтерах. В качестве первого подхода в 2006 году Бил и др. [56] адаптировали систему, которую можно рассматривать как ранний прототип современных СЛС-аппаратов, для изучения лазерного синтеза различных композиций в системе Cu-Ni3, но в поперечном сечении этих образцов наблюдались трещины. В 2007 году Мумтаз и др. [16] попытались изготовить ФГМ на основе Waspaloy-диоксид циркония (0-10 %), и образцы продемонстрировали среднюю пористость равную 0,34 %. В 2017 году методом СЛС с помощью установки с магнитным полем собственной разработки Канг и соавторами был изготовлен ФГМ с кремниевой матрицей без трещин [20]. В 2018 году Хан и др. [49] провели один из первых экспериментов по получению ФГМ титан-гидроксиапатита (Ti-HA) с квазинепрерывными соотношениями с помощью СЛС. Кроме того, Инь и др. [57] предложили гибридный подход, сочетающий СЛС и холодное газодинамическое напыление (ХГН) для изготовления Al-Ti6Al4V. Метод позволил добиться высокой адгезии между слоями и прочного соединения. В 2019 году Тан и др [18] исследовали процесс СЛС-изготовления вольфрам-медного ФГМ. Основными дефектами в полученных образцах были поры и трещины сложной формы, что подтверждает актуальность задачи оптимизации режимов печати для систем с сильно различающимися теплофизическими свойствами.

Куперман и др. [19] экспериментально подтвердили возможность прямого получения изделий на основе циркониево-глиноземной керамики методом СЛС. Работа подтвердила применимость технологии для формирования многослойных металл-керамических структур. В 2020 году Бартоломеу и др. [58] успешно изготовили многослойный материал NiTi-Ti6Al4V. В 2021 году Ранкоухи и др. [44] предложили методику ускоренного подбора оптимальных режимов печати деталей с градиентным составом на

примере 316L-Cu с использованием алгоритмов машинного обучения. Кроме того, Нарван и др. [59] исследовали легирование инструментальной стали марки H13 карбидом ванадия, получив детали с достаточно высокой плотностью, близкой к теоретической. Кроме того, Гончех и др. [60] изготовили ФГМ из разнородных алюминиевых сплавов (AlSi10Mg-AA2618) с хорошей прочностью, однако со сниженным относительным удлинением.

В статье Тан и др. [61] изготовили ФГМ на основе мартенситностареющей стали марки 300 и меди марки T2, обладающий высокой механической прочностью. Попытка создания мультиматериала была предпринята Борисовым и др. [62] на основе Ti-Ti64, в режиме ручного изменения типа порошка при использовании различной геометрии и ориентации деталей. В результате работы были получены детали без видимых макродефектов. В 2022 году Ранкоухи и др. [42] напечатали ФГМ на основе нержавеющей стали 316L-Хастэллой Х без признаков растрескивания или пористости. Мао и др. [63] изготовили ФГМ на основе 316L-CuCrZr с механическими свойствами, соответствующими медному сплаву, т.е. материалу с более низкими механическими свойствами. В 2023 году Чжанпин и др. [64] успешно воспроизвели эксперимент Мао и др. без существенных дефектов. Отдельно стоит отметить работу Ганавати и др. [65], предложивших новый инновационный метод, демонстрирующий возможность использования серийных промышленных установок СЛС при изготовлении ФГМ 316L-IN718.

Параллельно с исследованиями, направленными на получение ФГМ на стандартных серийных установках с 2019 года ведутся работы по модификации системы подачи порошка для расширения возможностей печати, а именно, печать более сложных комбинаций материалов. Надимпалли и др. [51] использовали СЛС с открытой архитектурой (Aurora labs system), для смешивания и последующей печати материалов на основе нержавеющей стали марки 316L и мартенситно-стареющей стали. Первопроходцами в данной области стали Вэй и др., разработавшие шестиканальную систему подачи

порошка, оснащенную ультразвуковыми преобразователями и вакуумными присосками [43]. Данная система позволила изготовить горизонтальные двумерные (2D) и трехмерные (3D) ФГМ на основе материалов 316L-Cu10Sn. В 2020 году Чжан и др. [66] исследовали собственную систему одновременной подачи и смешивания порошков для получения ФГМ на основе, как медных сплавов, так и неметаллических сплавов (в частности, натриево-известковое стекло). Кроме того, в литературе упоминаются успешные примеры печати композитных материалов, таких как полимер/металл, полимер/керамика от коллектива Чуэ [67], которые использовали упомянутую шестиканальную систему подачи порошка в технологии СЛС.

В 2021 году Вэнь и др. [53] адаптировали новый метод печати СЛС для изготовления сплавов с непрерывным изменением химического состава. Данный подход позволил изготовить на основе жаропрочного сплава никеля и CoCrMo образцы без макроскопических дефектов с непрерывным изменением химического состава вдоль оси построения. В этом же году Ванг и др. [68] успешно получили четырехкомпонентный ФГМ 316L-CuSn10-18Ni300-CoCr, с использованием установки Dimetal-100 SLM, оснащенной внешними модулями подачи порошка. Надимпалли и др. [54] продемонстрировали успешную печать деталей на основе стали 440C и 316L с использованием упомянутой системы Aurora labs. Витсь и др. [69] напечатали ФГМ 316L-IN718 с использованием принтера SLM solutions 280HL, однако, вблизи поверхности раздела наблюдались трещины. Используя систему градиентной обработки сплавов, Леско и др. [55] изготовили образец с градиентным изменением состава, от 100% Ti до 100% Ta, в направлении, перпендикулярном оси построения. Хенг и др. [70] используя упомянутую шестиканальную систему СЛС для мультиматериалов, изготовили образцы системы Invar36/Cu10Sn.

Более того, Шнек и др. [71] разработали усовершенствованную технологию многокомпонентной печати, изготовив на модифицированной установке SLM 250HL инжекторную форсунку с градиентным переходом от инструментальной стали к медному сплаву. В 2022 году Валкер и др. [72] с

использованием системы градиентной обработки сплавов напечатали изделия с 3D градиентным составом от титана до тантала, а также от сплава Inconel718 к дисперсно-упрочненному медному сплаву GRCor-42. Более того, Вэй и др. [22] используя упомянутую шестиканальную систему СЛС для мультиматериалов исследовали влияние стратегий сканирования на качество межфазного соединения медного сплава с вольфрамом. В последующей работе те же авторы на аналогичной установке [73] изготовили сплав Ti-Cu, однако столкнулись с трудностями, обусловленными различием физико-механических свойств материалов. В 2023 году Дарам и др. [74] на модифицированной установке SLM 280HL изготовили ФГМ Ni-Ti с переходом от чистого Ni к чистому Ti. Несмотря на формирование плавного градиента, в образцах наблюдалось расслоение, в связи с образованием интерметаллической фазы.

В этом разделе кратко представлены все модифицированные системы подачи порошка, адаптированные для изготовления многослойных ФГМ методом СЛС. Более полная и систематизированная информация обо всех разработках СЛС для производства мультиматериалов, представлена в обзорных статьях [38, 48, 75]. Подведем итоги развития данного направления к сегодняшнему моменту:

- Была разработана технология, получившая название шестиканальной системы СЛС для мультиматериалов с ультразвуковыми преобразователями и вакуумными присосками [43]. На рисунке 11 представлена схема, фото и блок-схема рабочего механизма этой технологии.

- Изобретена модифицированная система подачи порошка Aurora Labs, использующая набор отдельных резервуаров для порошка, расположенных над рабочей камерой, и механизм выгрузки [51]. На рисунке 12 показана схема установки, в которой инертный газ используется для перемещения порошка после контролируемого вращения экструзионного шнека, расположенного на выходе из каждого из них.

- Была разработана установка Dimetal-100 SLM с устройствами для подачи порошка, установленными снаружи камеры построения, для обеспечения возможности добавления порошка в процессе производства. Еще одной особенностью системы является наличие регулятора расхода порошка, который регулирует скорость подачи в каждый резервуар для порошка [68]. На рисунке 13 представлена схема и трехмерная модель.

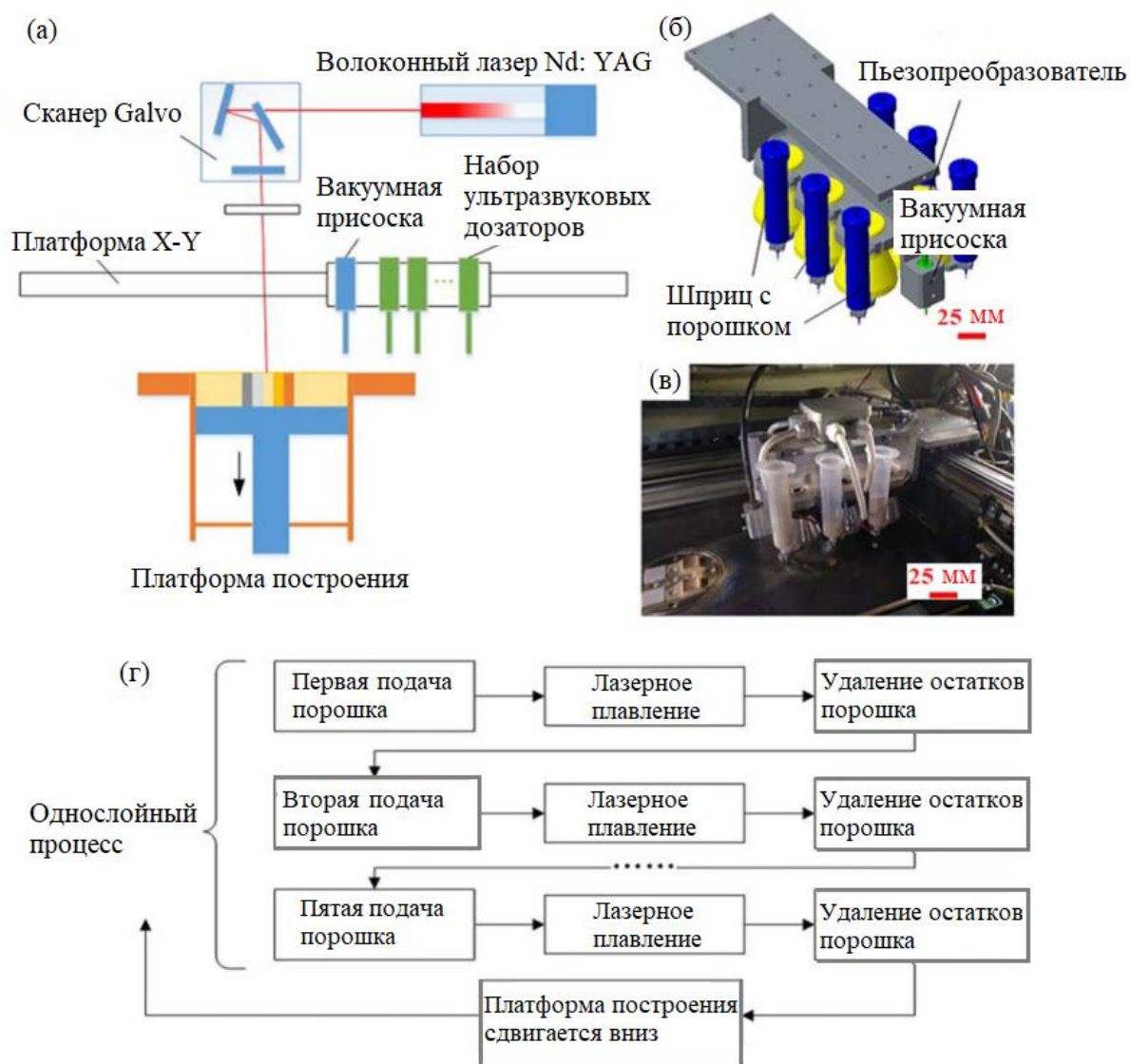
- Модифицирована установка SLM solutions 280HL двумя резервуарами для порошка, расположенными в ракеле, что позволяет наносить два материала в течении процесса печати [69], схема представлена на рисунке 14. На рисунке 15 представлена другая модификация SLM solutions 280HL [74], оснащенная двумя дозаторами порошка до ракеля, что также позволяет подавать и смешивать два различных металлических порошка.

- Разработан новый метод подачи порошка под названием «непрерывное изменение химического состава», в котором состав может варьироваться по направлению построения, и по направлению перпендикулярному оси построения [53]. На рисунке 16 показана схема установки.

- Разработана новая система, градиентной консолидации сплавов, которая представляет собой комбинацию традиционного ракеля с резервуаром для порошка, который загружает нужный материал перед ракелем. Предварительно смешанные порошки загружаются в бункеры, а затем с помощью лазера или вакуума выполняется процесс очистки. Важной особенностью этой конструкции является то, что параметры процесса могут быть изменены в зависимости от состава порошка для обеспечения надлежащей обработки нескольких материалов, особенно при наличии материалов с различными температурами плавления [72]. На рисунке 17 этот метод проиллюстрирован фотографией и технологической схемой последовательности работ.

- Была разработана система одновременного смешивания, которая позволяет подавать и смешивать два разных порошка одновременно (металлический и неметаллический) и дозировать их в нужном соотношении.

Для исключения слипания частиц порошка, была использована система ультразвуковой вибрации (см. рисунок 18) [66].



(а) принципиальная схема шестиканальной системы ультразвуковой обработки мультиматериалов, (б) и (в) 3D-модель и фотография блока ультразвуковых дозаторов порошка, а (г) технологическая схема процесса изготовления ФГМ
Рисунок 11 – Технология, получившая название шестиканальной системы СЛС для мультиматериалов [43]

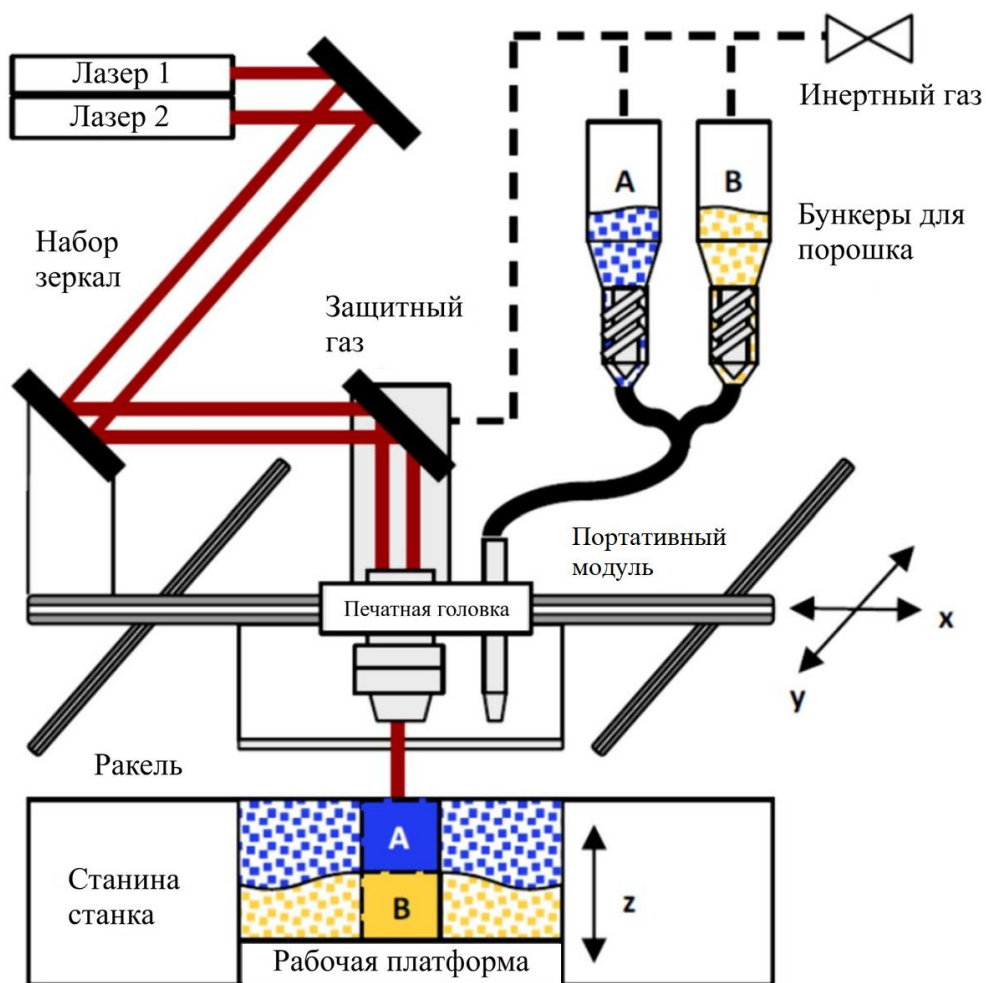
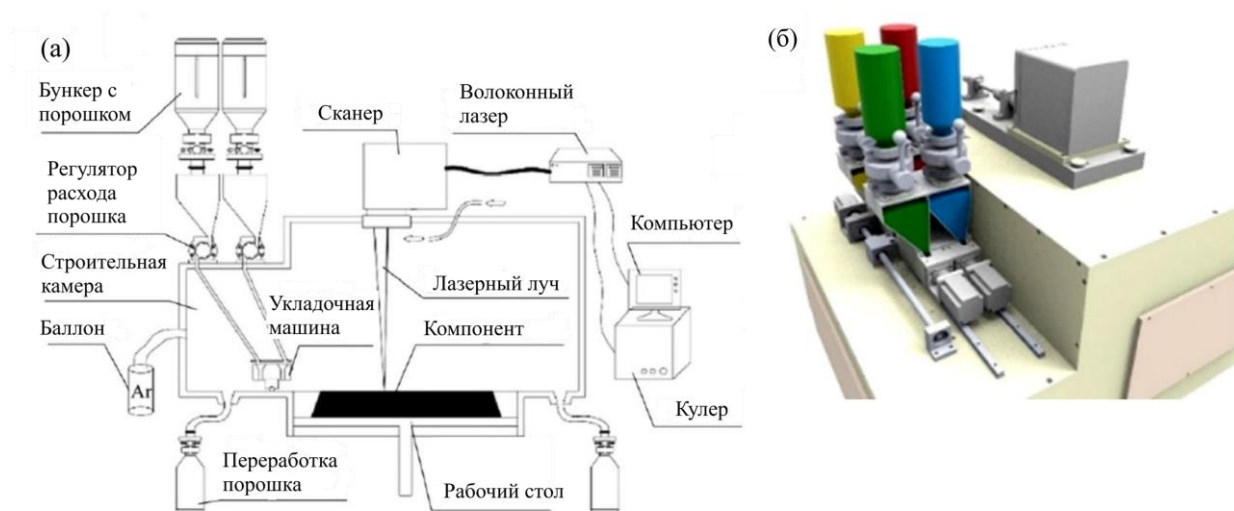
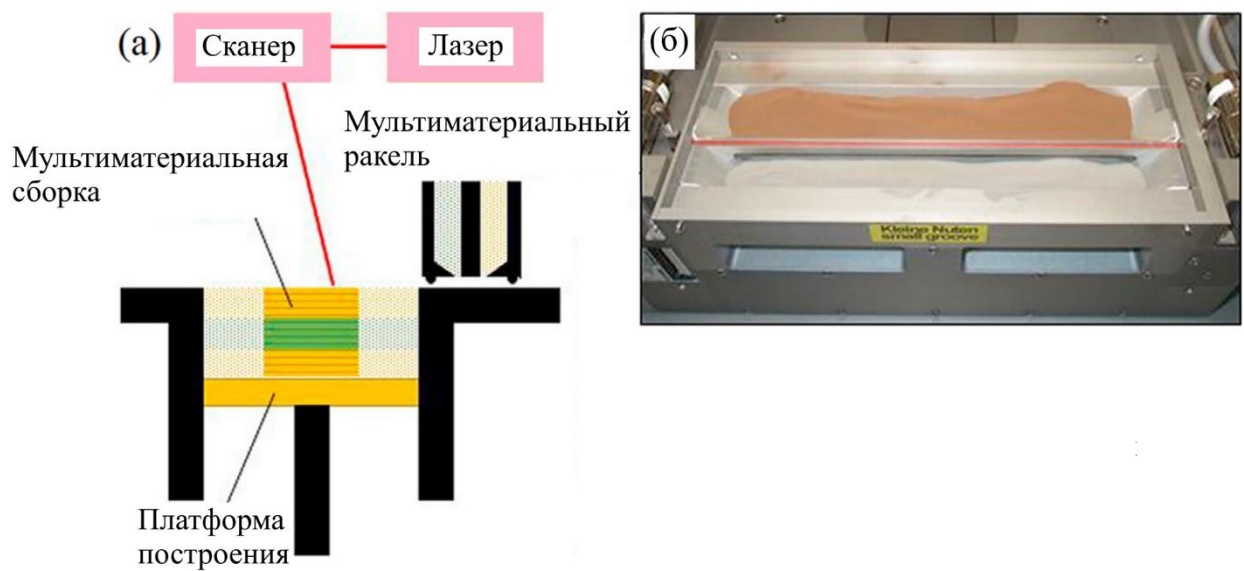


Рисунок 12 – Установка для получения мультиматериалов методом СЛС (Aurora Labs) [51]



(а) принципиальная схема; (б) трехмерная модель
Рисунок 13 – Установка SLM Dimetal-100 [68]



(а) Схема установки с адаптированным ракелем для нанесения мультиматериалов, (б) адаптированный ракель

Рисунок 14 – Установка SLM solutions 280HL [69]

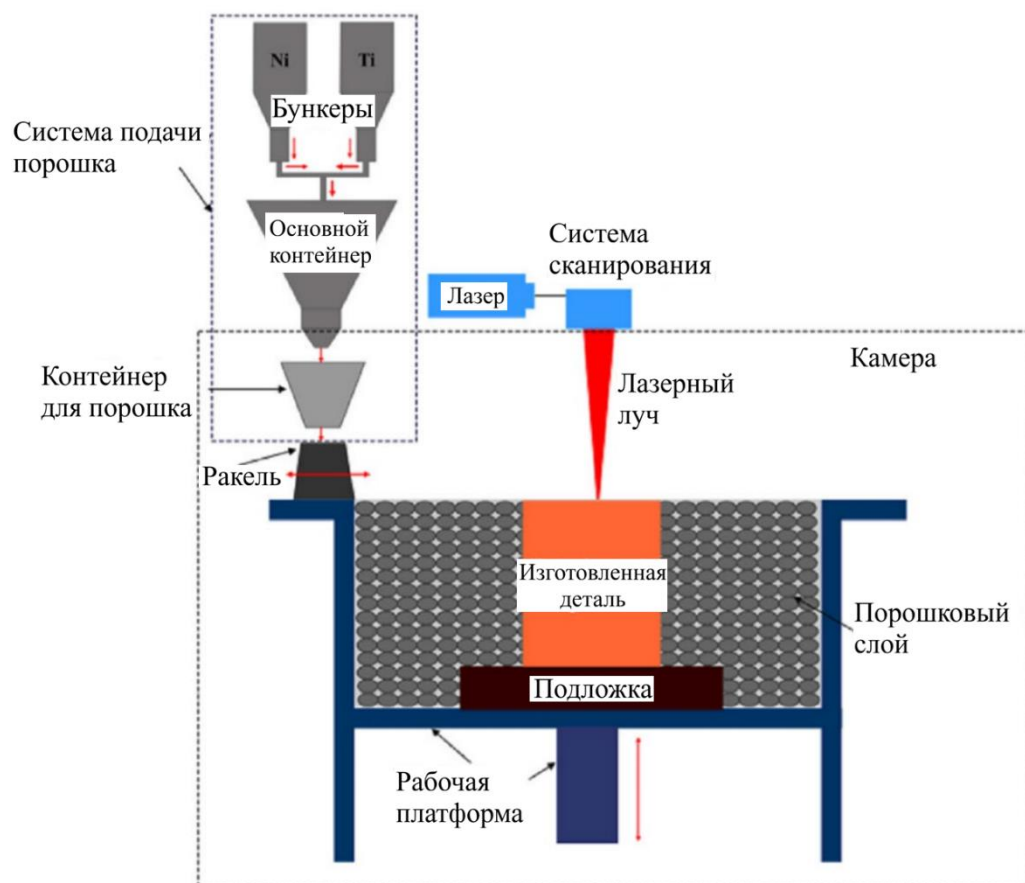


Рисунок 15 – Установка SLM solutions 280HL, оснащенная двумя бункерами для порошков над ракелем [74]

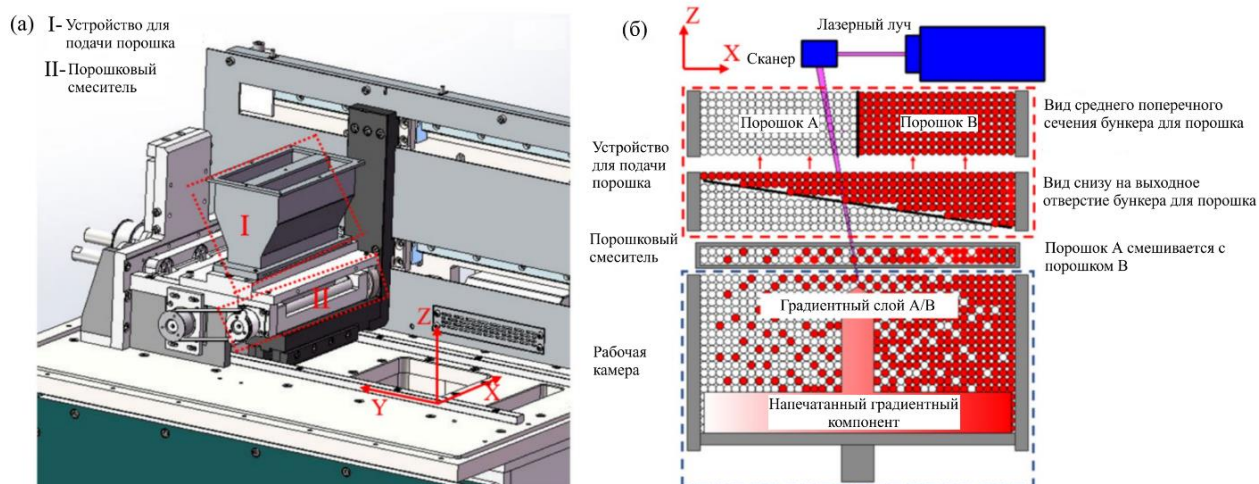


Рисунок 16 – Система непрерывного изменения химического состава; (а) 3D-схема и (б) 2D-разрез [53]

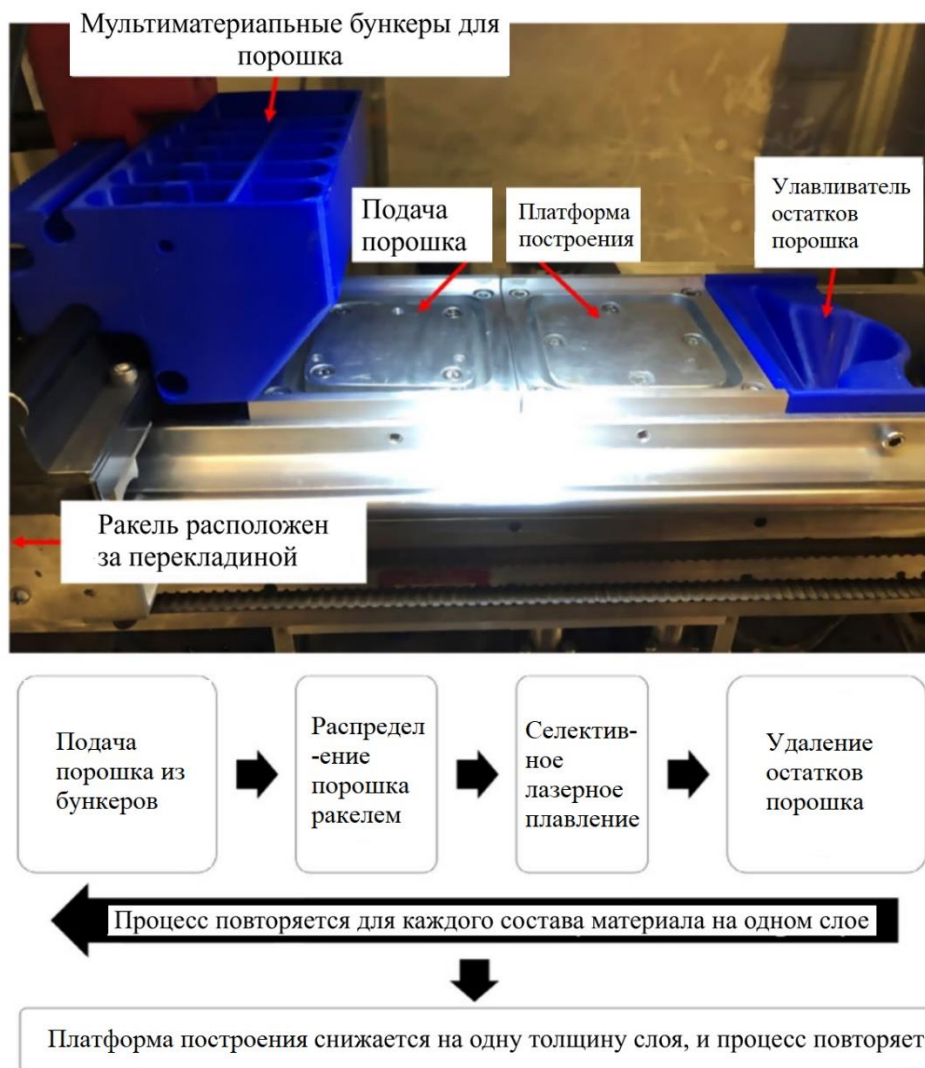


Рисунок 17 – Система градиентной обработки сплавов с технологической пошаговой схемой [72]

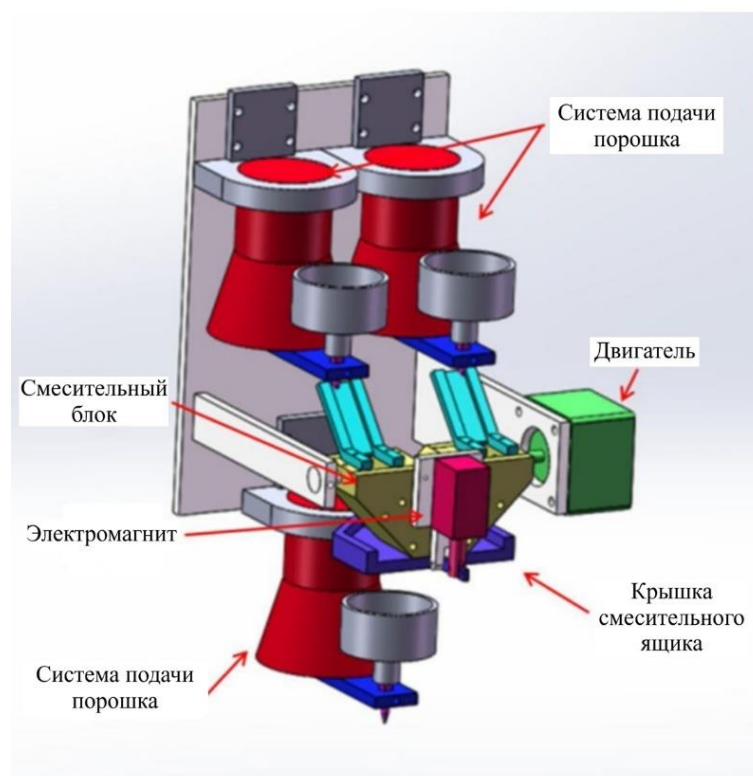


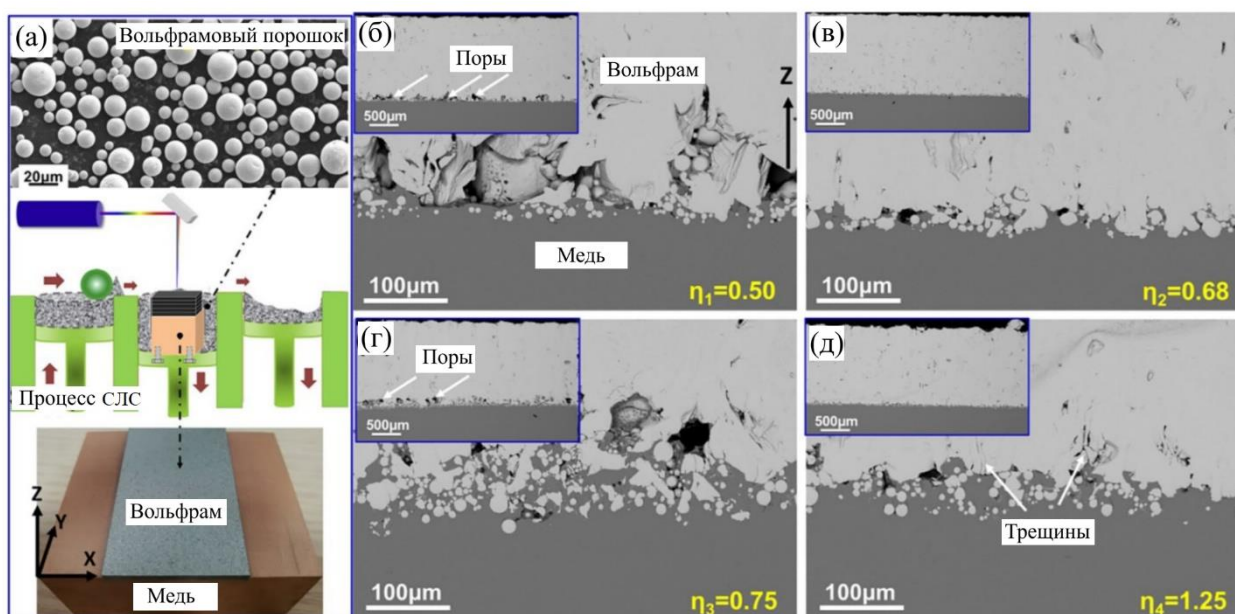
Рисунок 18 – Подробная структура спроектированной системы смешивания металлических и неметаллических сплавов [66]

1.4 Селективное лазерное сплавление медь-вольфрамового мультиматериала

В качестве материалов для компонентов, обращенных к плазме термоядерных реакторов перспективны ФГМ на основе меди и вольфрама. Это обусловлено сочетанием таких свойств, как высокая температура плавления, низкая скорость эрозии при плазменной нагрузке, ограниченная способность удерживать тритий вольфрама в сочетании с высокой теплопроводностью меди. Тан и др. [18] изготовили ФГМ на основе меди и вольфрама, используя гибридную технологию, сочетающую СЛС и традиционные производственные методы, которые включают последовательное наплавление порошка вольфрама на медную подложку. На рисунке 19(а) приведены схема получения и микрофотографии сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) исходного порошка вольфрама, используемого в статье, частицы порошка обладают преимущественно сферической морфологией. На рисунке

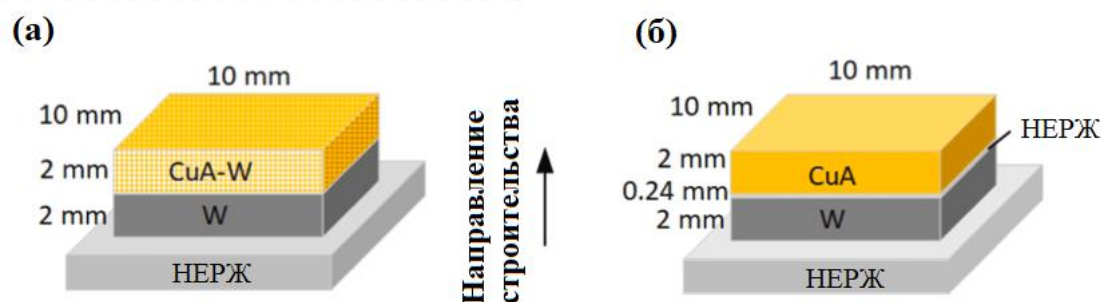
19(б-д) показано влияние линейной плотности энергии (ЛПЭ), $\eta = P/V$ (где P – мощность лазера, V – скорость сканирования; 0,50 (η_1), 0,68 (η_2), 0,75 (η_3) и 1,25 Дж/мм (η_4)), на формирование дефектов в зоне контакта. Толщина порошкового слоя поддерживалась постоянной $t = 20$ мкм. На рисунке 19(б) заметны крупные поры неправильной формы и включения непроплавленных частиц порошка для η_1 , что является типичным признаком недостаточного сплавления, вызванного низким энерговкладом. Данный дефект обусловлен низким коэффициентом поглощения лазерного излучения вольфрама и интенсивным отводом тепла массивной медной подложкой. Увеличение ЛПЭ приводит к снижению пористости, что демонстрируют микрофотографии на рисунке 19(в-д). Однако образцы, изготовленные при режимах η_2 и η_4 , несмотря на минимальную в данных экспериментах пористость, содержали большое количество трещин. Авторы упоминают два основных механизма их образования: во-первых, температурный градиент, который является неотъемлемой характеристикой СЛС, привел к накоплению остаточных напряжений и, следовательно, к растрескиванию [76]; во-вторых, значительное отличие КТР и теплопроводности Cu и W приводит к высокому уровню деформаций и остаточных напряжений на границе раздела фаз и, следовательно, к растрескиванию при затвердевании [77].

Микроструктура полученного изделия на основе W-Cu характеризуется преимущественно столбчатой морфологией зерен со случайной ориентацией. Толщина переходной зоны взаимной диффузии W-Cu достигает 80 мкм, что обусловлено интенсивной конвекцией Марангони. Авторы связывают активное перемешивание компонентов с высокой теплопроводностью меди. На основании анализа микроструктуры поверхности раздела и результатов испытаний на изгиб, был определен оптимальный режим построения соответствующий линейной плотности $\eta = 0,68$ Дж/мм (η_2). Работа представляет принципиально новый подход к получению изделий тугоплавких металлов и ФГМ на их основе методом СЛС.



(а) схема метода СЛС и микрофотография порошка W; (б)-(д) СЭМ-микрофотографии границ раздела фаз, полученных при η (Дж/мм): 0,50 (б), 0,68 (в), 0,75 (г) и 1,25 (д)
Рисунок 19 – Получение ФГМ W-Cu методом СЛС [18]

Вэй и др. [22] успешно изготовили образец из медного сплава (Cu10Sn, обозначен как CuA) и вольфрама с промежуточным слоем из нержавеющей стали (НЕРЖ) с помощью шестиканальной системы, предназначенной для работы с несколькими материалами (рисунок 11). В ходе исследования были отработаны три стратегии построения, прямого соединения, использование порошковой смеси ФГМ CuA-W (рисунок 20, а), и использование промежуточного слоя из НЕРЖ для нанесения CuA на предварительно отпечатанный слой вольфрама (рисунок 20, б). Экспериментально установлено, что при попытке наплавления чистого CuA с объемной плотностью энергии (ОПЭ) равной $168,07 \text{ Дж/мм}^3$ на массивный вольфрам, наблюдается выраженная агломерация в виде мелких шариков на твердой поверхности W. Данный эффект обусловлен низкой смачиваемостью системы CuA-W при температуре ниже $1050 \text{ }^\circ\text{C}$. Таким образом, стратегия прямого соединения показала свою неприменимость для печати CuA-W, тогда как два альтернативных подхода успешно реализованы и проиллюстрированы на рисунке 20. Технологические параметры печати приведены в таблице 2. Толщина порошкового слоя фиксировалась равной 30 мкм.



(а) использование порошковой смеси ФГМ CuA-W, (б) использование промежуточного слоя из НЕРЖ

Рисунок 20 – Схема стратегий изготовления CuA-W [22]

Таблица 2 – Технологические параметры печати CuA-W [22]

Тип стратегии	Материал	Номер слоя	P (Вт)	h (мкм)	V (мм/с)	ОПЭ (Дж/мм ³)
Прямое соединение	W	1-67	400	100	725	183,91
	CuA	76-142	300	85	700	168,07
Использование порошковой смеси ФГМ CuA-W	W	1-67	400	100	725	183,91
	CuA-W (85 vol. % -15 vol. %)	68-134	245	130	150	418,80
Использование промежуточного слоя из НЕРЖ	W	1-67	400	100	725	183,91
	НЕРЖ	68-75	200	70	1200	79,37
	CuA	76-142	300	85	700	168,07

Исследователи обнаружили, что для порошковой смеси CuA-W требуется более высокая ОПЭ (418,80 Дж/мм³), чем для чистых порошков W и CuA (183,91 Дж/мм³ и 168,07 Дж/мм³ соответственно). Согласно предыдущим исследованиям [70, 78], данная закономерность объясняется сочетанием высокой теплопроводности и низким коэффициентом поглощения лазерного излучения CuA, при смешении CuA и W происходит формирование дефектов несплавления. Авторы показали, что повышение ОПЭ позволяет минимизировать такие дефекты. При использовании ОПЭ, равной 418,90 Дж/мм³, порошковая смесь CuA-W хорошо распределяется по поверхности вольфрама путем образования высокотемпературной ванны расплава. Однако взаимная нерастворимость W-Cu в сочетании с избыточным

энерговкладом привела к такому дефекту, как расслоение (деламинация) образца после нанесения нескольких слоев.

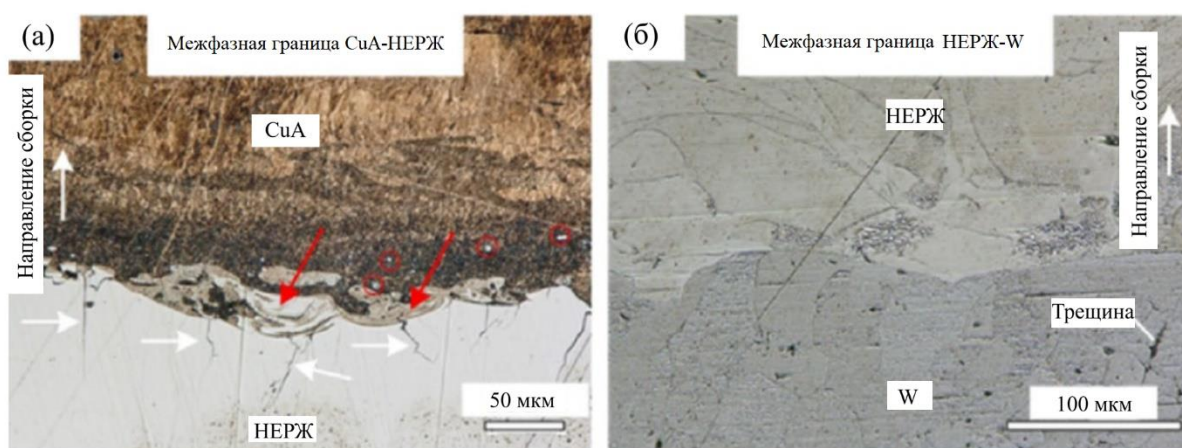
В литературе отмечается, что для снижения энергии активации сплавления W требуется небольшое количество добавок переходных металлов, в частности никеля (Ni) [79]. Кроме того, температура сплавления снижается, а диффузионные процессы W ускоряются за счет изменения неупорядоченных границ зерен [80]. Улучшение адгезии между решетками можно объяснить высокой термодинамической совместимостью Ni и Cu; эти материалы растворимы как в жидком, так и в твердом состоянии, обладают одинаковой гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой и, наконец, расстояние между решетками в ГЦК-структуре сплава Cu-Ni линейно изменяется в зависимости от атомного соотношения Cu и Ni в смеси [81]. По этой причине авторы выбрали НЕРЖ 316L, содержащую 10-13 масс. % Ni, в качестве промежуточного слоя между W и CuA.

Экспериментальные исследования показали, что образец с промежуточным слоем (CuA-НЕРЖ-W) не содержит упомянутых дефектов (как и в W-Cu), и достаточное перемешивание порошков ванне расплава позволило получить хорошее металлургическое соединение на разделе фаз CuA-НЕРЖ. Однако на границе раздела CuA-НЕРЖ наблюдались трещины (обозначены белыми стрелочками на рисунке 21, а), вызванные таким эффектом как жидкометаллическое охрупчивание. Предполагается, что данный дефект можно избежать, используя вместо аустенитной нержавеющей стали сплавы на основе никеля или ферритную нержавеющую сталь. Эффект жидкометаллического охрупчивания возникает, когда взаимная растворимость твердого и жидкого металлов низкая и интерметаллической фазы не образуются [82]. Согласно рисунку 21(а), на границе раздела CuA-НЕРЖ можно увидеть полосы неправильной формы (красные стрелки) и небольшие шарики (красные кружки) из нержавеющей стали. Причиной образования шариков нержавеющей стали является разрыв в растворимости компонентов в системе Cu-Fe [83, 84].

На рисунке 21(б) показана микроструктура поверхности раздела НЕРЖ-W. В отличие от поверхности раздела CuA-НЕРЖ, отсутствуют признаки переплава (переплавленных слоев W) и явления смешивания компонентов в ванне расплава. Значительное отличие (около 2000 °С) температур плавления вольфрама и нержавеющей стали объясняет тот факт, что величина ОПЭ, которая является оптимальной для нержавеющей стали, не достаточна для плавления вольфрама. Однако, интересным моментом было то, что слой нержавеющей стали соединялся с твердым вольфрамом без каких-либо признаков трещин и пор на границе раздела НЕРЖ-W. Маседо и др. [85] показали, что в атмосфере аргона жидкие Ni и Fe быстро растекаются по твердой пластине W при высокой скорости нагрева благодаря их высокой смачиваемости. Угол смачивания Ni/Fe и вольфрама равен нулю, что приводит к возникновению сильной капиллярной силы, действующей на жидкий металл, в связи с чем тонкая пленка может быстро растекаться. Вместе с высокой смачиваемостью два материала должны обладать высокими коэффициентами диффузии, для запуска процесса твердотельной диффузии. Поэтому было предложено, что твердотельная диффузия и диффузия по границам зерен являются механизмами образования связей на границе раздела НЕРЖ-W. Исследования методом линейной энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией показали, что диффузия по границам зерен Fe и Ni была ограниченной и происходила неравномерно.

На поверхности фазы вольфрама наблюдаются столбчатые зерна с трещинами ориентированными вдоль направления построения, что подтверждается аналогичным исследованием [77]. Более того, на поверхности вольфрама наблюдались поры неправильной формы, которые, как сообщалось, были вызваны примесями, особенно кислородом [86]. В процессе печати кислород в виде оксида вольфрама выделяется по границам зерен и вызывает термическое растрескивание, которое можно увидеть на рисунке 21(б). Сообщалось, что объемо-центрированная кубическая (ОЦК) кристаллическая решетка вольфрама имеет высокую температуру хрупко-

вязкого перехода (ТХВП), составляющую 500 – 700 К [87], что делает ее склонной к накоплению напряжений и образованию микротрещин при АП [88]. Это последствие может быть устранено путем предварительного нагрева подложки [89] и использования предварительно легированного порошка W-Ni-Cu / W-Ni-Fe для АП.



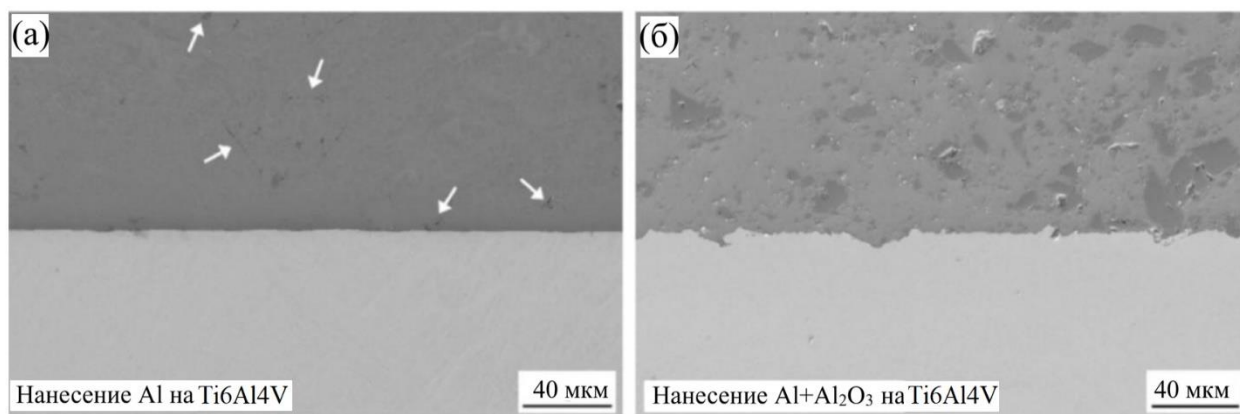
(а) между медным сплавом и нержавеющей сталью, (б) между нержавеющей сталью и вольфрамом

Рисунок 21 – Микрофотографии межфазных границ [22]

1.5 Гибридное производство мультиматериалов

Инь и др. [57] предложили гибридный способ аддитивного производства методами СЛС-ХГН для создания мультиматериала Al-Ti6Al4V. Порошки Al и Al+Al₂O₃ наносились с помощью ХГН на изделия из Ti6Al4V (полученные методом СЛС на установке Realizer SLM 250). Технологические параметры были выбраны следующие: P = 260 Вт, V = 1400 мм/с, h = 30 мкм и t = 50 мкм. Выбор указанного способа производства был предложен на основании двух причин: во-первых, Сварка Ti и Al технологически ограничена ввиду образования хрупких интерметаллических фаз (Al₃Ti, Al₂Ti), значительного отличия температур плавления и КТР; во-вторых, получение мультиматериала Al-Ti6Al4V с использованием СЛС затруднено по причине высокой отражательной способности сплавов Al. Получение мультиматериала методом ХГН невозможно так как применение этого метода при изготовлении

материалов с высоким соотношением прочность/вес невозможно. Мультиматериал Al-Ti6Al4V перспективен для применения в качестве конструкционного материала в аэрокосмической и автомобильной промышленности, где необходимо сочетание высокой прочности сплавов Ti с легкостью и экономичностью сплавов Al. Когда Al является наружным слоем, а Ti находится в сердцевине изделия, легирование Al_2O_3 повышает его износостойкость. На рисунке 22(а) и (б) показаны изображения СЭМ на границе раздела фаз, полученных ХГН-СЛС, Al-Ti6Al4V и Al+Al₂O₃-Ti6Al4V, соответственно. Белыми стрелками обозначены поры и границы между частицами.



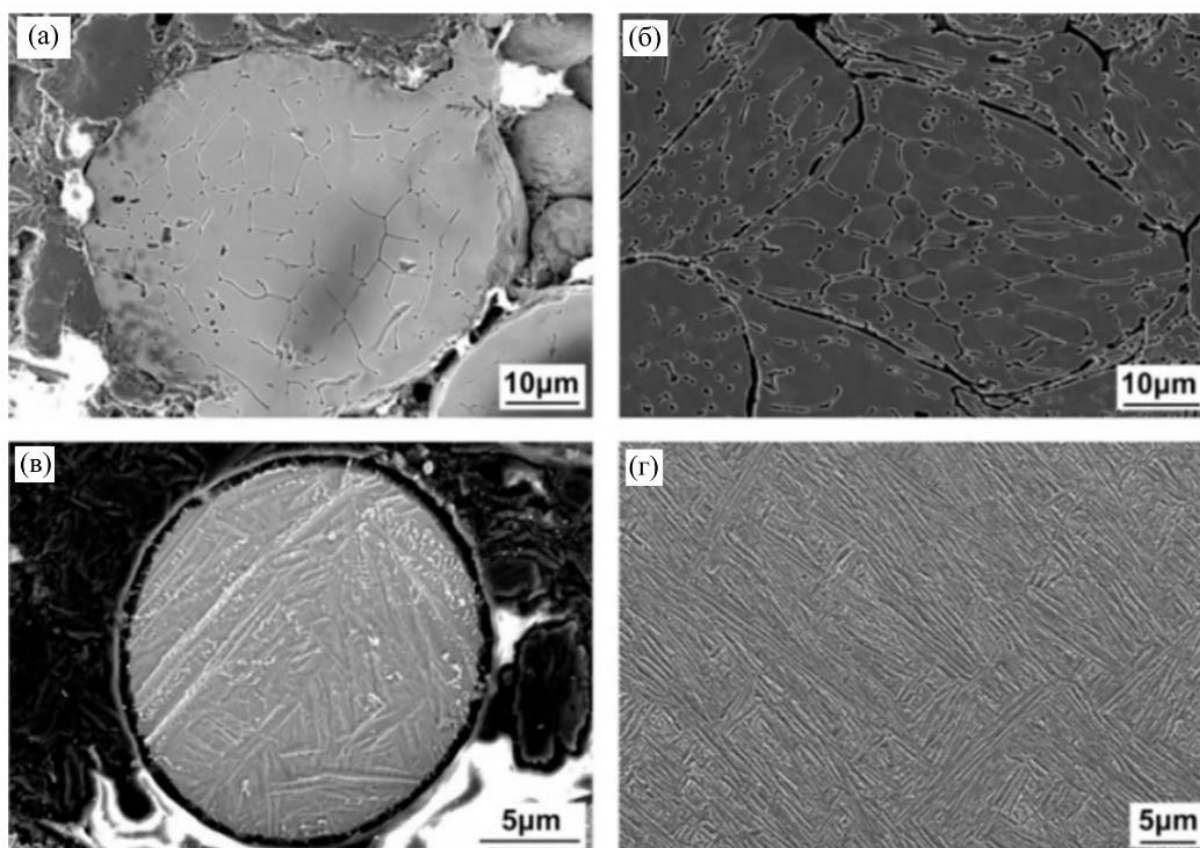
(а) Al-Ti6Al4V, (б) Al+Al₂O₃-Ti6Al4V

Рисунок 22 – Изображения поперечного сечения мультиматериала на границе ХГН-СЛС [57]

Поры и дефекты на поверхности раздела фаз мультиматериала отсутствовали. Благодаря пластичности Al, проникновение его в твердый Ti6Al4V затруднено, поэтому поверхность раздела Al-Ti6Al4V сохраняет свою исходную форму. Напротив, на границе раздела Al+Al₂O₃-Ti6Al4V на поверхности Ti6Al4V образуются кратеры от проникновения частиц Al₂O₃. Рентгеновское исследование показало отсутствие хрупких интерметаллических фаз. Изделия, полученные как методом СЛС Ti6Al4V (~99,78 %), так и ХГН Al (~99,43 %) обладали высокой плотностью, однако пористость наблюдалась в обоих случаях. В частности, на поверхности

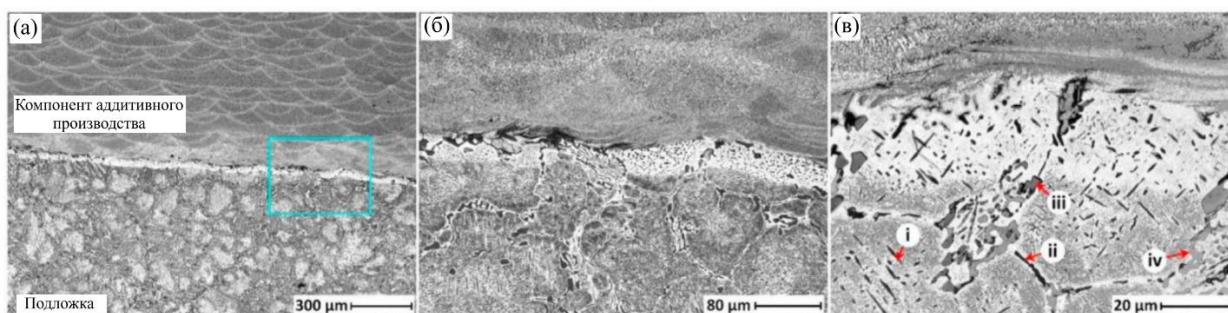
Ti6Al4V, полученного методом СЛС, наблюдаются крупные поры, которые являются следствием накопления нерасплавленных частиц и шероховатости поверхности. С другой стороны, на стороне Al, полученного методом ХГН, преобладали мелкие поры, вызванные недостаточной пластической деформацией частиц. На рисунке 23 представлены СЭМ-изображения поперечного сечения исходного порошка и готового изделия. Для части Al, полученного методом ХГН, не наблюдается существенных изменений структуры по сравнению с исходным порошком Al (рисунок 23(а) и (б)). Однако для Ti6Al4V, полученного методом СЛС, микроструктура меняется с $\alpha+\beta$ в исходном сырье (рисунок 23, в) до полностью игольчатой мартенситной структуры (рисунок 23, г). Изменение структуры приводит к увеличению твердости изделия по сравнению с исходным порошком. С другой стороны, было отмечено, что изделие на основе Al, полученное методом ХГН, обладает более высокой твердостью по сравнению с исходным материалом благодаря эффекту упрочнения при обработке. Наконец, анализ разрушения показал, что данный гибридный метод позволяет получить высококачественное соединение материалов.

Гончех и др. [60] получили AlSi10Mg на литой подложке AA2618 с помощью установки EOS M290. Идея возникла в связи с невозможностью изготовления детали пресс-формы методом выдувного формования, используя AlSi10Mg, полученный методом АП или AA2618 – методом литья. Гончех успешно объединил высокие коррозионную стойкость AlSi10Mg и ударную вязкость термообработанного AA2618, для изготовления внутренней и внешней частей пресс-формы, соответственно.



(а) порошок Al, (б) часть ХГН Al, (в) порошок Ti6Al4V и (г) часть СЛС Ti6Al4V
 Рисунок 23 – Изображения поперечного сечения, показывающие зернистую структуру
 исходного материала и готового изделия после травления [57]

Технологические параметры процесса: $P = 370$ Вт, $V = 1300$ мм/с, $h = 190$ мкм и $t = 30$ мкм. Микрофотографии границы раздела приведены на рисунке 24. На границе раздела AlSi10Mg-AA2618 наблюдаются соединение без макродефектов, а также плавное изменение микроструктуры; таким образом, изделие можно рассматривать как готовый ФГМ, полученный естественным путем. Кроме того, макродефекты не были обнаружены, что свидетельствует о положительном эффекте переплавления первых нескольких слоев. Зона диффузии составляла 20-35 мкм на стороне AA2618 и ~100 мкм на стороне AlSi10Mg.



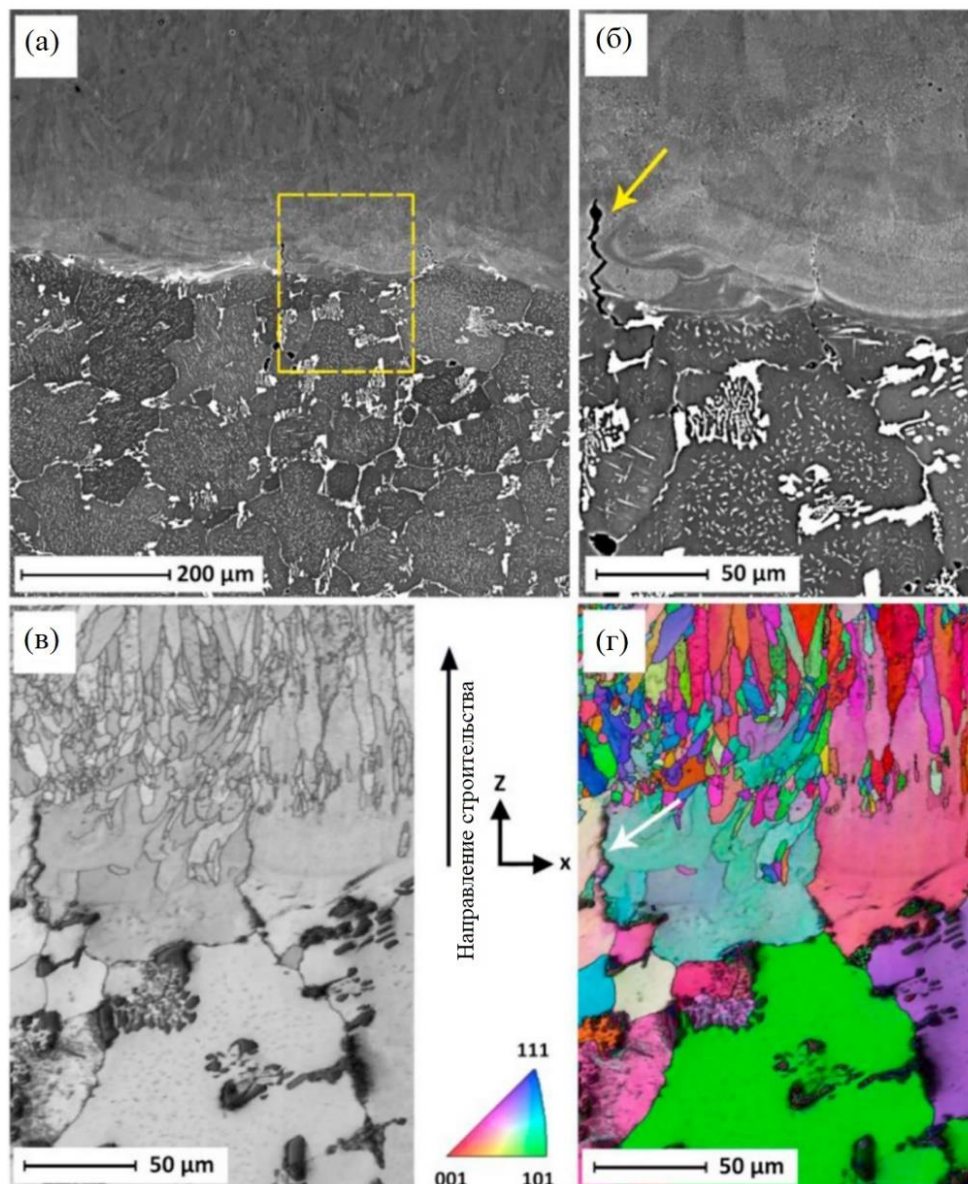
(i) черная игольчатая фаза, образовавшаяся в межзеренных областях, (ii) черная пластинчатая эвтектическая фаза, образовавшаяся в основном вдоль границ зерен, (iii) темно-серая блочная фаза и (iv) перьевидная и нерегулярная фаза

Рисунок 24 – Оптические микрофотографии гибридного алюминиевого сплава АП при разном увеличении [60]

Несмотря на отсутствие макродефектов, на изображениях с большим увеличением, полученных с помощью методов СЭМ и дифракции обратно рассеянных электронов наблюдались микротрещины (рисунок 25). Микротрещина зарождается вблизи острой фазы интерметаллида, образовавшейся в подложке AA2618, и распространяется по границе раздела вплоть до верхнего слоя АП AlSi10Mg. Авторы указали, что трещина могла образоваться классическим методом образования горячих трещин. Термический анализ системы Al-Cu-Ni-Fe-Mg определил тип интерметаллида – $\text{Al}_7(\text{FeCuNi})_5$. Трещина возникает в межкристаллической области, и развивается вдоль подложки, что объясняется сверхбыстрым затвердеванием слоя AlSi10Mg. Остановка распространения трещины происходит на границе раздела областей с равноосными зёрнами в результате сильного переохлаждения структуры при переплаве поверхности подложки.

Зависимость напряжение-деформация при одноосном растяжении образцов AA2618, AlSi10Mg, изготовленных с помощью литья и АП соответственно, а также гибридных образцов показана на рисунке 26. В процессе одноосного растяжения разрушению подверглась сторона AA2618 гибридных образцов, что указывает на прочность соединения на границе раздела. Однако относительное удлинение гибридного образца по сравнению с материалами AA2618 и AlSi10Mg было значительно ниже, при этом надо принять во внимание, что пластическая деформация была ограничена более

слабой стороной, а именно АА2618. Появление зуба текучести на зависимости напряжение-деформация образцов АА2618 и гибридного объясняется присутствием атомов Си, которые влияют на подвижность дислокаций.



(а и б) Микрофотографии СЭМ, полученные при помощи электронов обратного рассеяния гибридного образца, (в) микрофотографии СЭМ, полученная при помощи вторичных электронов, (г) микрофотография дифракции обратно рассеянных электронов в виде обратной полюсной фигуры, (б, в, г) показывают зарождение и распространение трещины в подложке

Рисунок 25 – Микрофотографии образца, полученные разными методами [60]

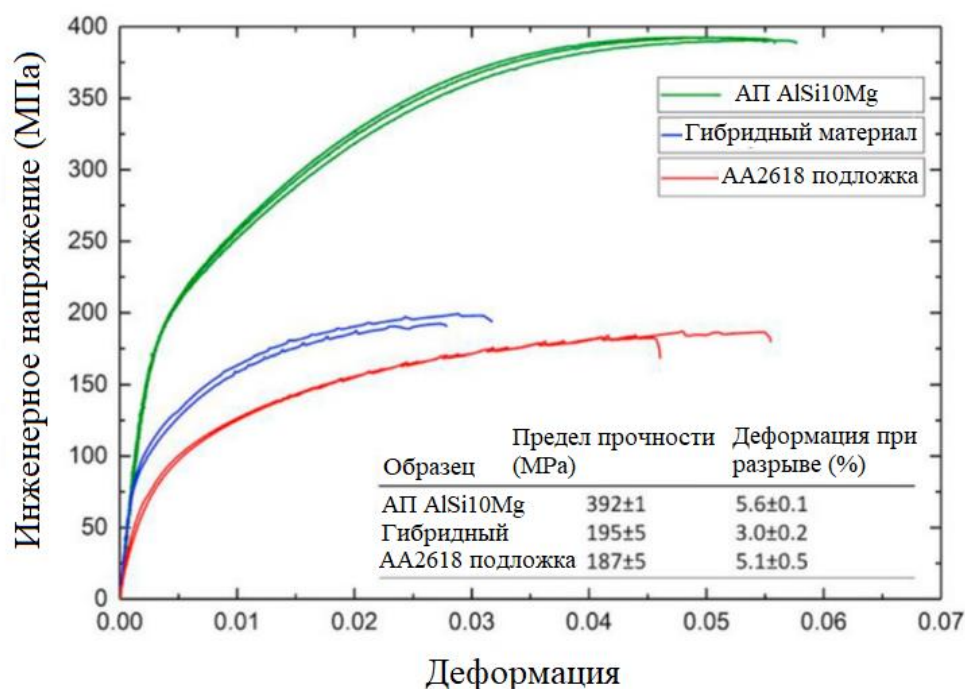


Рисунок 26 – Зависимость напряжения от деформации образцов гибридного сплава AlSi10Mg и AA2618 [60]

1.6 Гибридное производство медно-вольфрамового мультиматериала

При получении мультиматериала W-Cu методом СЛС возникают следующие трудности:

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

- Значительное отличие КТР и теплопроводности Cu и W приводит к высокому уровню деформаций и остаточных напряжений на границе раздела фаз и, следовательно, к растрескиванию при затвердевании.

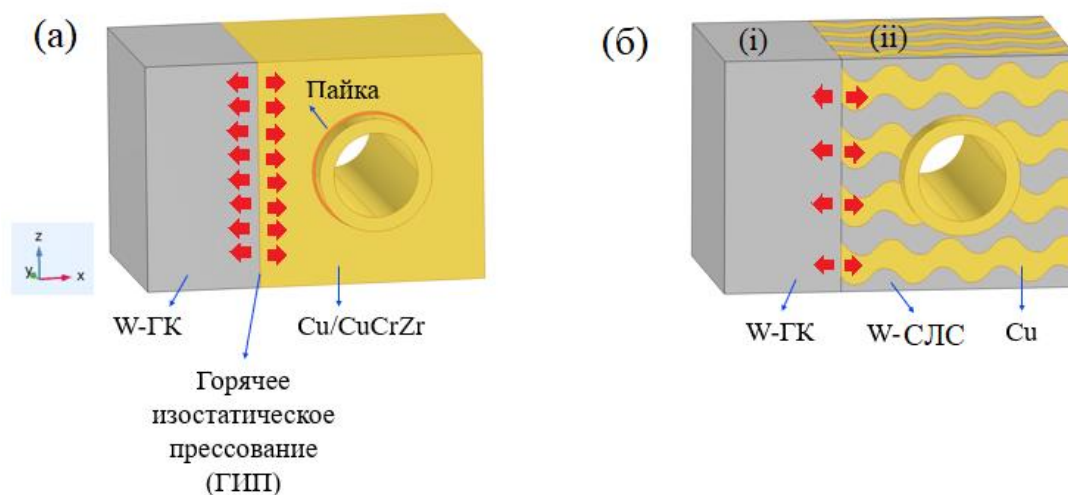
Для достижения оптимальных механических свойств изделия на основе мультиматериала с минимальным количеством дефектов на поверхности раздела предпочтительно использовать гибридный метод производства. Указанные трудности могут быть решены при применении комбинации метода СЛС и инфильтрации, а именно:

- Значительное отличие температур плавления позволяет произвести добавление меди методом инфильтрации в каркас вольфрама, полученный методом СЛС. Данный способ позволяет избежать повторного переплава материала и искажения структуры вольфрама.

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

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

Данное исследование направлено на развитие научно-технических основ нового конструктивного решения для КОП, которое нацелено на уменьшение границы раздела фаз между Cu и W по оси oz (рисунок 27). Остаточные напряжения возникают на границе раздела фаз при изменении температуры. Наиболее критичным параметром является остаточное напряжение, возникающее в направлении перпендикулярно границе раздела фаз между деталями (i) и (ii).



(а) традиционный дизайн, (б) идея данной диссертационной работы
Рисунок 27 – Схемы КОП

Традиционная конструкция КОП представлена на рисунке 27(а), а предлагаемый новый дизайн – на рисунке 27(б). Новая технология изготовления предусматривает замену традиционного механического соединения материалов – наплавлением, а пайку – литьем. Деталь (i)

выполнена из горячекатанного вольфрама (W-ГК), поскольку данный материал характеризуется меньшим количеством микродефектов и более высокой плотностью по сравнению с вольфрамом, изготовленным методом СЛС. Вольфрам высокой плотности способен выдерживать экстремальную радиацию и воздействие плазмы. Следует пояснить, что данная работа направлена на создание и исследование нового класса вольфрам-медных мультиматериалов (деталь (ii) без медной трубы внутри) с упорядоченной пространственной структурой, формируемых методом селективного лазерного сплавления вольфрамовых матриц (W-СЛС) с последующей инфильтрацией расплавом меди.

Глава 2 Одиночные дорожки

Вольфрам и его сплавы являются тугоплавкими, а также обладают высокими прочностью и устойчивостью к плазменному излучению. Данные сплавы широко используются в медицинской (медицинские коллиматоры сложной формы, двумерные защитные дифракционные решетки), электронной (вольфрамовые контакты, диоды, электроды), военной (включая сопла ракет, бронебойные снаряды), космической (моноблочных двигателей для космических двигательных установок) и ядерной (рентгеновские решетки и КОП) отраслях промышленности [45, 90, 91].

В связи с высокими температурами плавления и ТХВП вольфрама и сплавов изготовление деталей сложных форм традиционными методами, такими как порошковая металлургия представляется невозможным. Поэтому для подобных целей используется метод СЛС [91, 92]. Однако для производства вольфрама методом СЛС необходима прецизионная оптимизация технологических параметров из-за возникновения высоких температурных градиентов (от 10^2 К мм⁻¹ до 10^4 К мм⁻¹), возникающих в процессе производства, и упомянутых свойств материала [93, 94].

Основными недостатками являются недостаточная относительная плотность и растрескивание. Трещины образуются моментально после воздействия лазера (менее 10 мс) вследствие высокой ТХВП вольфрама (200-400 °С). С другой стороны, на практике изготовление вольфрамовой детали высокой плотности методом СЛС осложнено высокими температурой плавления, плотностью, теплопроводностью, а также большим поверхностным натяжением и вязкостью расплавленного металла. Перечисленные характеристики приводят к частичному плавлению и/или нестабильности ванны расплава. По этой причине скорость растекания капель вольфрама ниже, чем скорость их затвердевания, вследствие чего появляется эффект каплеобразования. В научной литературе подтверждено, что данный факт является основной причиной недостаточной относительной плотности

чистого вольфрама, изготовленного методом СЛС [1, 91]. Для устранения данного недостатка могут быть предприняты следующие действия: во-первых, регулировка параметров печати, для повышения температуры ванны расплава и улучшения условий растекания; во-вторых, нагрев подложки для уменьшения температурного градиента, что обеспечивает достаточное время для растекания; в-третьих, использование порошков со сферическими частицами, такая форма частиц эффективна с точки зрения текучести и плотности упаковки; наконец, чем ниже содержание кислорода в порошке, тем ниже ТХВП и, следовательно, менее выражен эффект каплеобразования [91, 95]. Некоторые инновационные подходы предполагают дополнительную обработку, такую как холодная прокатка [96] или изменение технологии обработки, например, использование других защитных сред [97], микролегирование [98] или последующую обработку [99].

Изучение режимов СЛС для каждого нового материала обычно начинаться с систематических экспериментальных исследований одиночных дорожек (единичных лазерных проходов). Эксперименты по анализу единичных дорожек вольфрама и его сплавов методом СЛС были успешно проведены и представлены в работах [100-106], что также подтверждалось результатами моделирования. Ребезан и др. [102] исследовали зависимость формы ванны расплава от технологических параметров на вольфрамовых подложках. В результате работы было заключено, что при $P = 170$ Вт, плотность изделия достигла 99,6%. Чен и др. [100] провели печать единичных дорожек вольфрама на тонкой горячекатанной пластине из чистого вольфрама при следующем режиме: $P = 250-400$ Вт и $V = 100-600$ мм/с. Распространение трещин в одиночных дорожках, тонких стенках и объемных образцах при СЛС систематически исследовалось с помощью стратегий сканирования с параллельной штриховкой без изменения направления от слоя к слою, что позволило получить полную информацию о механизмах процессов.

Кин и др. [107] использовали метод конечных элементов для моделирования термомеханических свойств и температурного градиента при

сканировании одиночных дорожек. Трехмерная модель была построена с помощью программного обеспечения ABAQUS CAE. Модель представляла собой вольфрамовую подложку со слоем порошка вольфрама толщиной 0,04 мм. Было установлено оптимальное окно режимов печати, а также, то, что оптимальным является использование порошка с мелкими частицами. Для изучения металлургических и технологических факторов, влияющих на образование трещин, в процессе получения вольфрама Карра и др. [108] исследовали одиночные дорожки без порошка на подложках из чистого вольфрама, изготовленные с различной мощностью и скоростью в двух атмосферах: инертный газ аргон с постоянной подачей или вакуум, на установке со скоростной синхротронной рентгенографией. Карра и др. показали, что продольные трещины с оксидами появляются на единичных дорожках, напечатанных в среде инертного газа аргона, в то время как при печати в вакууме, таких трещин не наблюдалось.

Основное внимание исследователей было обращено на изучение одиночных дорожек получаемых на подложках традиционного изготовления или подложках, на которые нанесен один слой порошка. Однако известно, что способ изготовления вольфрамовой подложки является определяющим фактором для формирования микроструктуры и дефектов, которые влияют на теплопроводность материала [109]. Исследования, изучающие влияние типа подложки на оптимальные режимы печати отсутствуют. В связи с этим одной из задач было изучение одиночных дорожек на W-ГК и подложках, полученных методом СЛС (W-СЛС) со слоем порошка и без. Комбинирование моделирования технологических процессов и экспериментальных исследований позволяет глубже понять природу механизмов образования ванны расплава. Для проведения моделирования в данной работе был использован программный пакет KISSAM, разработанный ООО «Кинтех Лаб» (Москва, Россия). Программное обеспечение доказало свою эффективность при моделировании процесса СЛС [110-114] и впервые было использовано применительно к одиночным дорожкам вольфрама в данной работе.

Разработанная модель будет использована для определения оптимального окна режима печати, снижая необходимое количество экспериментов.

Используя параметры: мощность лазера (P), скорость (V) при изучение одиночных дорожек, и оптимальные расстояние штриховки (h), толщину слоя (t) при печати объемного материала, можно рассчитать требуемое значение вклада объемной энергии - E_v для сыпучего материала в соответствии со следующим уравнением [103]:

$$E_v = \frac{1}{1 - \varphi} E_{v \text{ single track}} \quad (1)$$

$$\varphi = \frac{w - h}{w} \quad (2)$$

$$E_{v \text{ single track}} = \frac{P}{w \cdot V \cdot t} \quad (3)$$

Где

φ – коэффициент перекрытия;

w – ширина одиночной дорожки.

Оптимальные параметры, такие как, ширина w , расстояние штриховки h или, что эквивалентно, коэффициент перекрытия φ выбираются на основании оценки пористости в процессе многослойного СЛС.

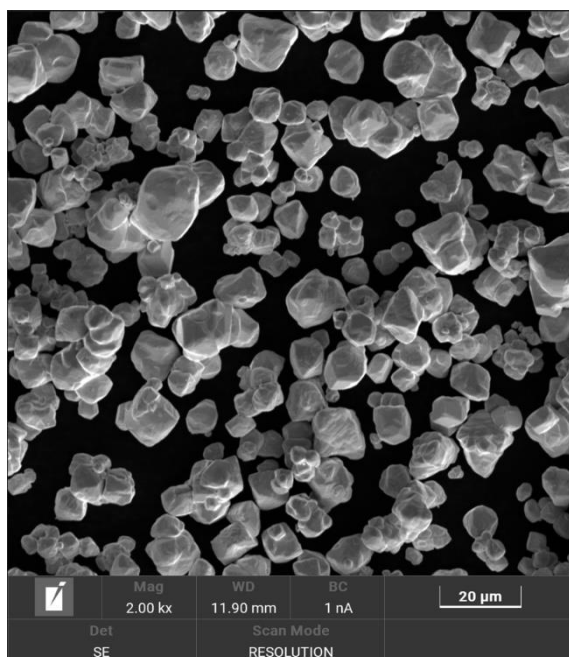
2.1 Печать одиночных дорожек

Для изготовления каркаса с открытыми порами методом СЛС на горячекатаной подложке необходимо предварительно выполнить анализ одиночных дорожек. Это позволит изучить образование микротрещин на первом слое и поиска возможности их минимизировать. Для определения оптимального режима СЛС были изучены одиночные дорожки не только на горячекатаных подложках, но и на подложках, изготовленных методом СЛС, как с нанесенным слоем порошка и без него.

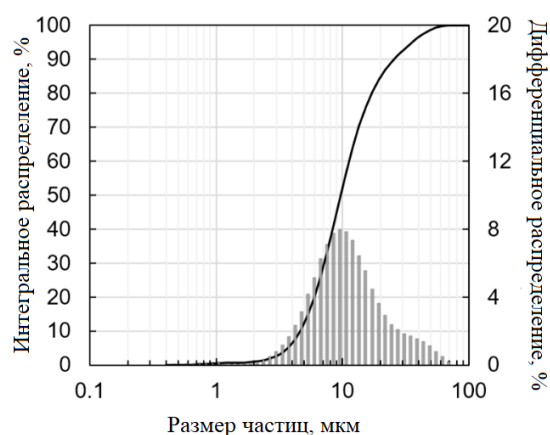
Для изготовления образцов на подложках W-СЛС со слоем порошка, использовался порошок EOS Tungsten W1 производства EOS GmbH (Германия). Гранулометрический анализ проводился с помощью лазерного дифракционного анализатора ANALYSETTE 22 Nanotec (Fritsch, Германия). Номинальное распределение частиц по размерам (РЧ) составляет d_{10} - d_{90} = 4,75-24,31 мкм. Морфологические исследования одиночных дорожек проводили с помощью оптической и сканирующей электронной микроскопии с использованием Tescan Vega 3 (Tescan, Чехия) и оптического микроскопа Axio A1 (CARL ZEISS, Германия). Текучесть порошка определялась методом воронки Холла.

СЭМ-изображение исходного порошка представлено на рисунке 28(а). Частицы имеют угловатую форму, характерную для процесса атомизации. Время прохождения 100 граммов порошка через воронку Холла, составило $38,1 \pm 1,1$ секунды, что говорит о хорошей текучести и высокой плотности порошка. Результаты гранулометрического анализа представлены на рисунке 28(б), средний диаметр составляет 9,75 мкм. Для изготовления одиночных дорожек использовались вольфрамовые горячекатаные листы (ОАО "Полема", Россия).

Процесс СЛС проводился с использованием лабораторной установки Addsol D50 (Additive Solutions, Россия). Установка оснащена волоконным иттербиевым лазером (IPG Photonics, Россия), обеспечивающим гауссово распределение плотности мощности. Лазер работает в непрерывном режиме с длиной волны 1070 нм, максимальная мощность лазера составляет 400 Вт, а площадь лазерного пятна – 80 мкм. Объем построения представляет собой цилиндр диаметром 50 мм и высотой 150 мм. При производстве используется атмосфера аргона с содержанием кислорода менее 100 ppm. Слайсинг выполнен помощью программного обеспечения Glicer (ATSS, Россия).



(а)



(б)

(а) СЭМ-изображение морфологии частиц, (б) результаты гранулометрического анализа
Рисунок 28 – Вольфрамовый порошок

На рисунке 29 представлены изображения одиночных дорожек полученных на вольфрамовой ГК подложке без порошка (а), и с добавлением слоя вольфрамового порошка (б). Затем объемные вольфрамовые подложки были изготовлены методом СЛС высотой не менее 2 мм и отшлифованы. После проведения шлифовки на них были получены аналогичные наборы одиночных дорожек. На рисунке 29(в, г) показаны эти подложки до и после печати.



(а)



(б)



(в)



(г)

Одиночные дорожки на (а) вольфрамовой ГК подложке, (б) вольфрамовой ГК подложке с одним слоем порошка (во время изготовления), на объемной вольфрамовой подложке, изготовленной методом СЛС со слоем порошка и без него (в) после шлифования (г) после печати одиночных дорожек (на слое порошка)

Рисунок 29 – Схема эксперимента

Исследованные режимы печати одиночных дорожек методом СЛС представлены в таблице 3. В таблице 4 приняты следующие обозначения образцов: если подложка без порошка – толщина слоя указана в таблице как 0 мкм, подложка с добавлением порошка – толщина слоя указана в таблице как 40 мкм.

Таблица 3 – Режимы печати одиночных дорожек методом СЛС

Собственность	Символ / уравнение	Значения / диапазон	Единицы
Мощность лазера	P	250, 350	Вт
Скорость сканирования	V	50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800	мм/с
Толщина слоя	t	0, 40	мкм
Диаметр луча	d	80	мкм
Линейная плотность энергии (ЛПЭ)	$E_l = \frac{P}{V}$	0.31–7.00	Дж/мм

Таблица 4 – Обозначение образцов

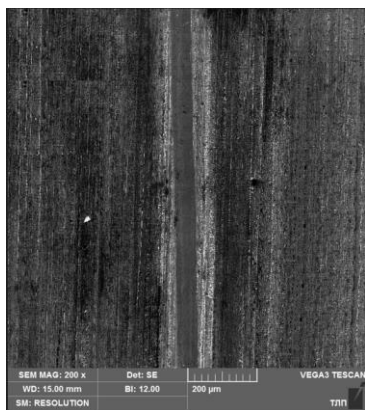
Обозначение образца	Тип подложки
W-ГК-0	Дорожки на ГК вольфрамовой подложке
W-ГК-40	Дорожки на ГК вольфрамовой подложке со слоем вольфрамового порошка толщиной 40 мкм
W-СЛС-0	Дорожки на вольфрамовой подложке, полученной методом СЛС
W-СЛС-40	Дорожки на вольфрамовой подложке, полученной методом СЛС со слоем вольфрамового порошка толщиной 40 мкм

Следует отметить, что для образцов W-ГК-0 и W-ГК-40 использовалась ГК вольфрамовая подложка. Однако для W-СЛС-0 и W-СЛС-40 были изготовлены подложки методом СЛС. Это было сделано для того, чтобы определить влияние типа подложки на размеры одиночной дорожки. Стоит отметить, что толщина слоя t в СЛС, определяется по шагу платформы построения (в стандартной установке). После первых 5 или 6 слоев порошка добавляется слой двойной толщины вследствие усадки металла при затвердевании. Таким образом, получается слой порошка в $2t$, при шаге платформы t . Таким образом, был получен слой порошка толщиной 40 мкм,

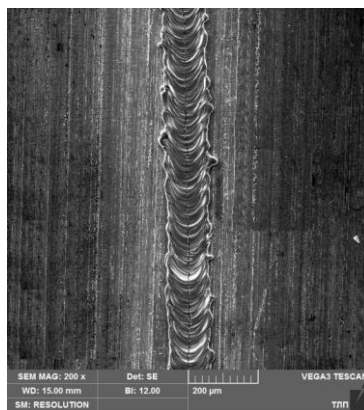
который имитирует $t = 20$ мкм в процессе печати, когда процесс стабилизирован после пяти/шести слоев.

Ширина и глубина одиночных дорожек определялись для каждой дорожки в пяти и трех областях соответственно. Для измерения глубины дорожки образцы были отрезаны перпендикулярно направлению дорожки, а затем отшлифованы наждачной бумагой зернистостью от P80 до P1200. Далее образцы полировались пастой с размерами частиц 5 и 0,05 мкм, а затем проводилось электрохимическое травление 5 %-ным раствором NaOH. Электрохимическое травление проводилось регулировкой напряжения и силы тока. Для достижения наилучших результатов подавалось напряжение 5 В, при этом к образцу периодически прикасались в разных местах токоподводящей ручкой для равномерного травления в течение 150 секунд. Меньшие значения напряжения и времени не позволяли выявить микроструктуру, а при больших значениях на поверхности образца возникали бороздки.

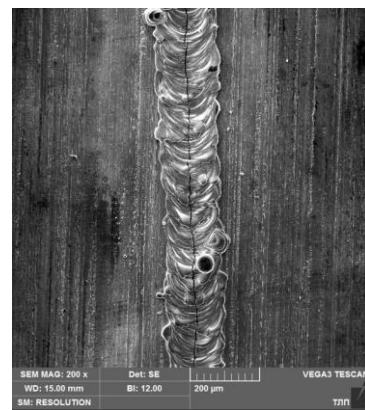
Морфология дорожек, показанная на СЭМ (рисунок 30) демонстрирует влияние линейной плотности энергии на морфологию дорожек. На первом этапе критерием выбора служила непрерывность дорожек. На изображениях проведены измерения ширины дорожек, которые позже были использованы в качестве количественного критерия. Три примера консолидированных дорожек при разных уровнях ЛПЭ (низкий, средний и высокий) на четырех образцах представлены на рисунке 30(а-в) W-ГК-0, (г-е) W-ГК-40, (ж-к) W-СЛС-0 и (л-н) W-СЛС-40. Дорожка на рисунке 30(а), представляет собой лишь поверхностное переплавление подложки лазером. Соответственно, диапазон линейной энергии от 0,31 до 0,63 Дж/мм был признан ненадежным для создания непрерывных дорожек при использовании мощности 250 Вт. Однако для мощности 350 Вт, только дорожка с 0,44 Дж/мм обладает аналогичным внешним видом. На рисунке 30(в) приведен пример дорожки с высокой ЛПЭ 7,00 Дж/мм, ширина которой сильно варьируется. Дорожка с энергией 0,88 Дж/мм, показанная на рисунке 30(б) имела непрерывную и однородную морфологию. Похожая тенденция наблюдается и для остальных образцов.



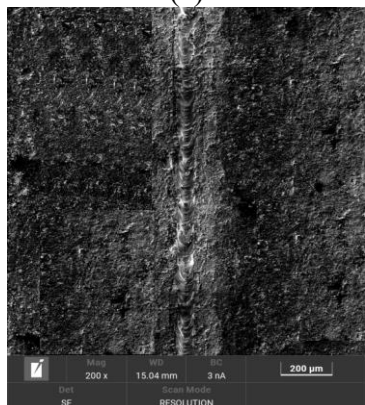
(а)



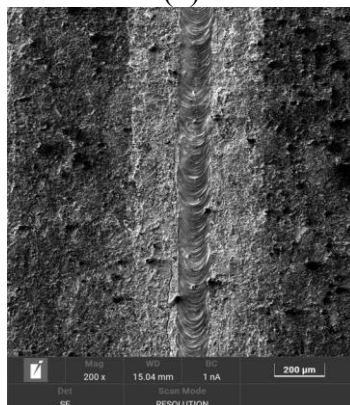
(б)



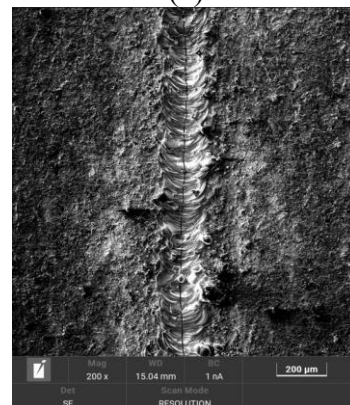
(в)



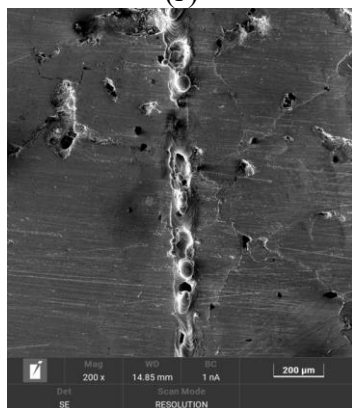
(г)



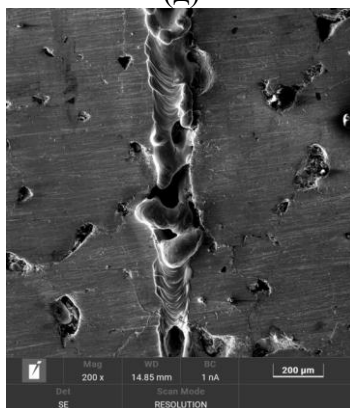
(д)



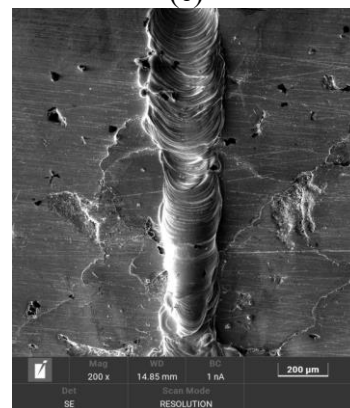
(е)



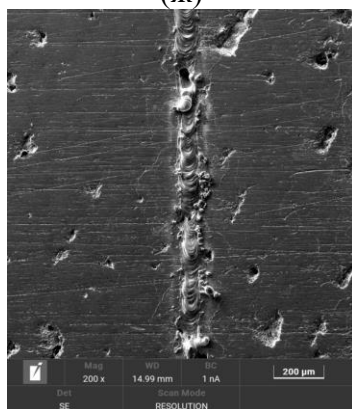
(ж)



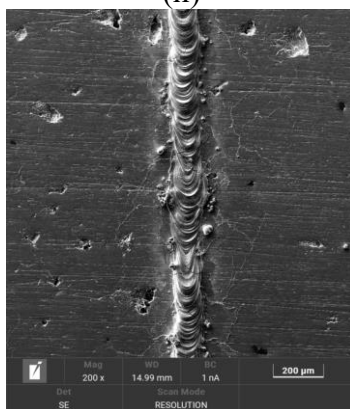
(и)



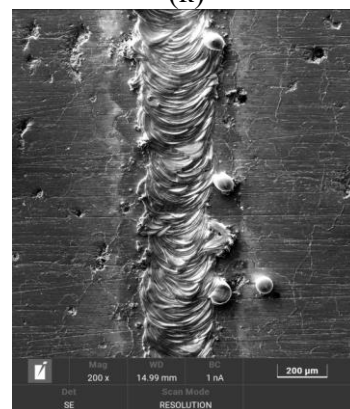
(к)



(л)



(м)



(н)

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

Рисунок – 30 Изображения СЭМ, показывающие морфологию дорожек

Для получения количественного критерия однородности, было рассчитано стандартное отклонение ширины дорожек по результатам пяти измерений для всех образцов. Эти значения представлены на диаграмме (рисунок 31). На горизонтальной оси диаграммы указаны значения ЛПЭ (Дж/мм), после которых в скобках приведены мощность (Вт) и скорость (мм/с). Например, 0,31 (250-800) означает, что ЛПЭ составляет 0,31 (Дж/мм), и достигается при мощности 250 Вт и скорости лазерного сканирования 800 мм/с. В качестве критерия равномерности принято стандартное отклонение не более 20 мкм, дорожки с отклонением не превышающим это значение считались равномерными. Таким образом, часть режимов была исключена из рассмотрения по причине превышения стандартного отклонения ширины дорожки, а именно: 5 Дж/мм для 250 Вт и 1,75-7 Дж/мм для 350 Вт. Таким образом, приемлемыми диапазонами ЛПЭ оказались: от 0,83 до 2,5 Дж/мм для 250 Вт и от 0,5 до 1,17 Дж/мм для 350 Вт.

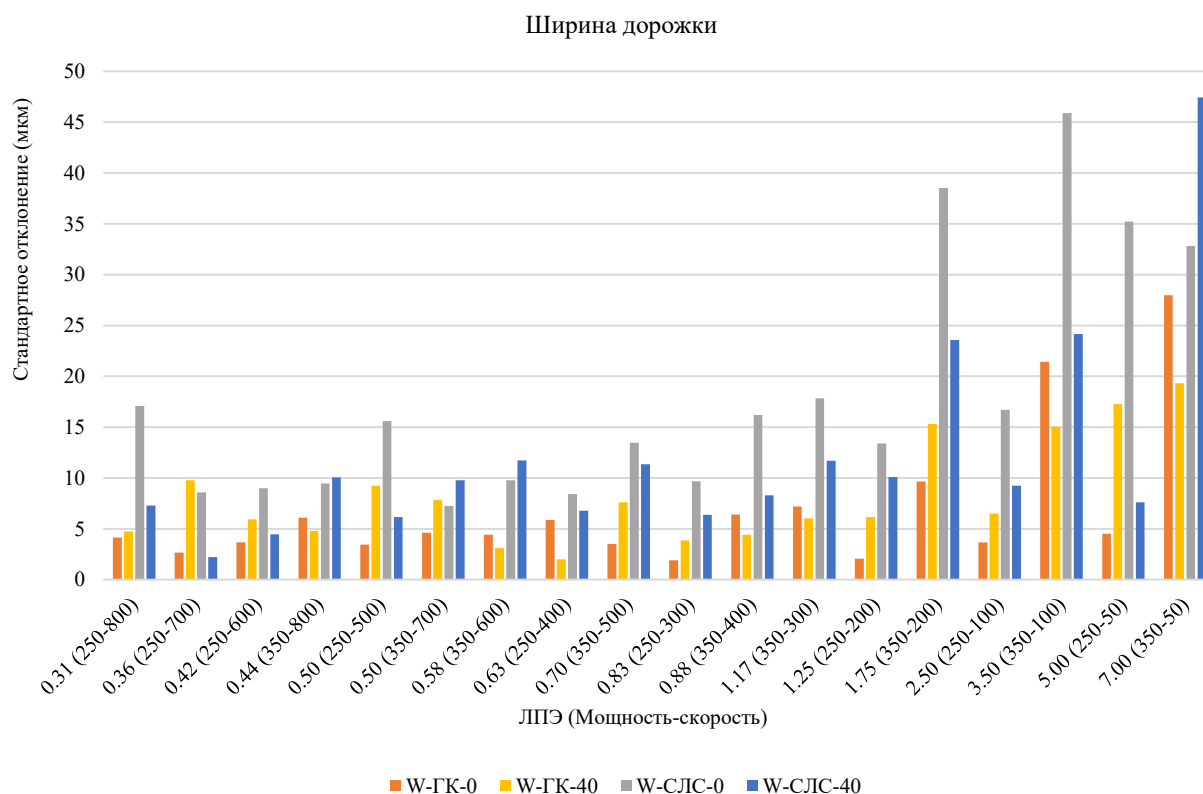


Рисунок 31 – Зависимость стандартного отклонения ширины дорожки от ЛПЭ

Графики зависимости ширины лазерной дорожки от ЛПЭ представлены на рисунке 32. Для каждого типа подложки, (а) W-ГК-0, (б) W-ГК-40, (в) W-СЛС-0 и (г) W-СЛС-40, был получен набор зависимостей в ходе эксперимента на восемнадцати дорожках (девять по 250 Вт и девять по 350 Вт). Каждая точка соответствует среднему значению по пяти измерениям, также рассчитывалось стандартное отклонение. Было установлено, что полученные зависимости лучше всего описываются логарифмической функцией. Из графика видно, что ширина дорожки растет с увеличением ЛПЭ и мощности. Для иллюстрации влияния мощности на среднюю ширину дорожки были построены отдельные графики для разных значений мощности. Следует отметить, что эффект от увеличения мощности возрастает при увеличении ЛПЭ.

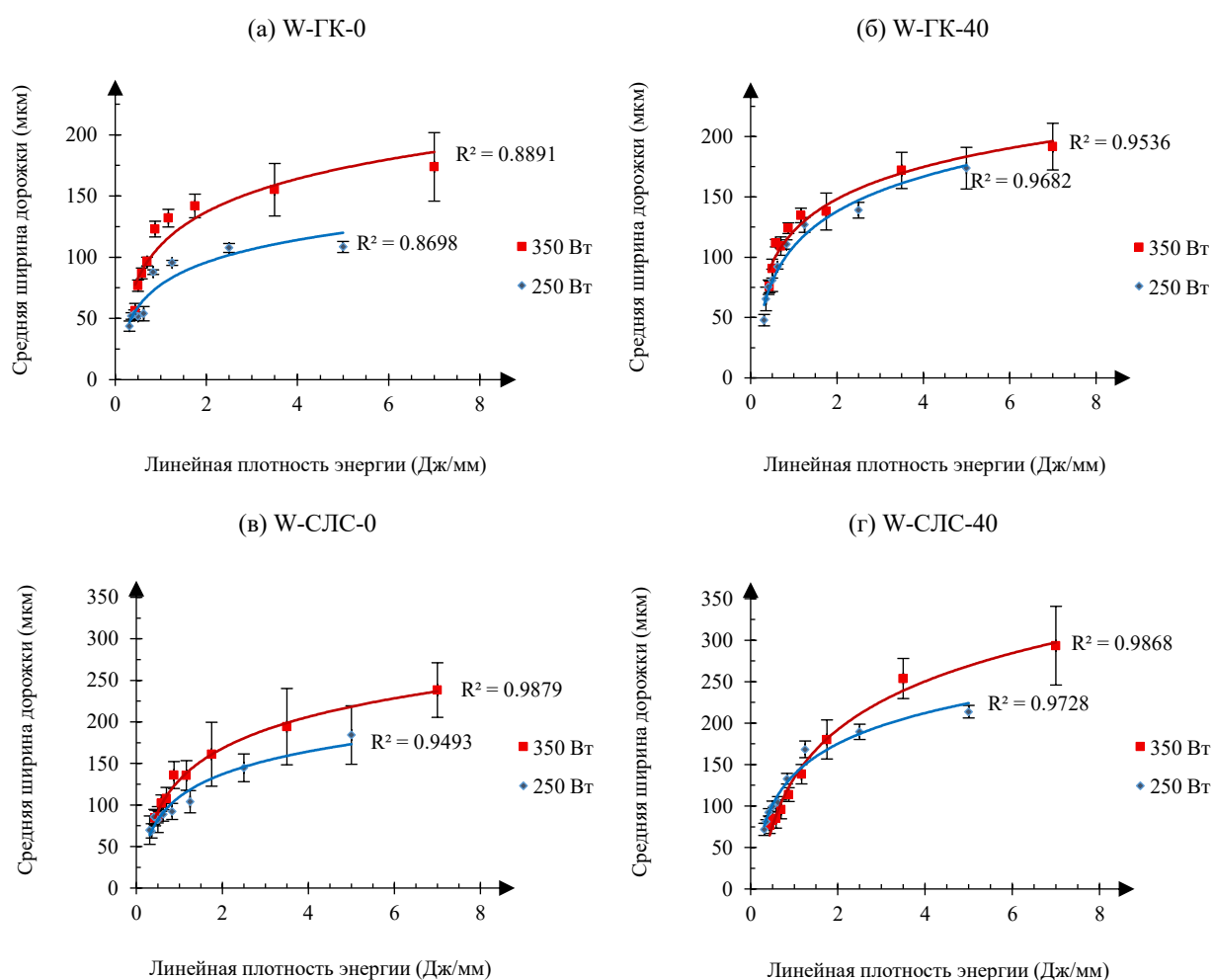


Рисунок 32 – Экспериментальная зависимость ширины дорожки от ЛПЭ

На следующем этапе были получены зависимости морфологии ванны расплава при тех же параметрах лазерного воздействия, но для подложки со слоем вольфрамового порошка. На рисунке 33 приведены графики для мощности лазера (а) 250 Вт и (б) 350 Вт. Из чего могут следовать два вывода:

Вывод 1, добавление слоя порошка обеспечивает большую ширину дорожки (см. W-ГК-0 и W-ГК-40 на рисунке 33, а).

Необходимо отметить, что порошок безусловно поглощает определенное количество энергии, а также коэффициент поглощения лазера порошком выше, чем у плоской подложки из того же материала [115]. Также, порошок имеет меньшую плотность и, следовательно, меньшую теплопроводность, чем тот же сплошной материал [116]. Таким образом, порошок поглощает больше энергии и в то же время обеспечивает меньшее пространственное рассеивание тепла, создавая благоприятные условия для расплавления и растекания расплава перед затвердеванием. Следовательно, добавление порошка позволяет получить более широкие дорожки.

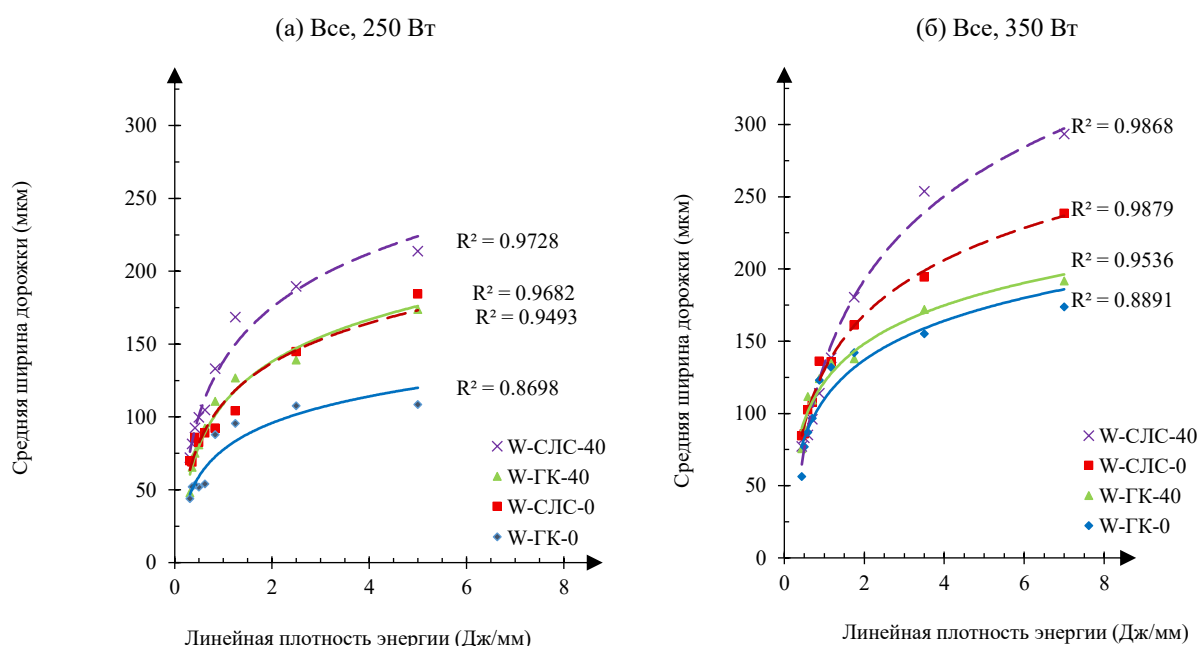


Рисунок 33 – Сравнение экспериментальной ширины дорожки с ЛПЭ для различных типов подложки

На рисунке 33(б) показано что, при мощности лазера 350 Вт разница ширины одиночных дорожек для образцов без и с порошком (W-ГК-0 и W-ГК-40) не значительна. Близость значений можно объяснить следующим: при высокой мощности 350 Вт, как порошок, так и подложка достигают температуры кипения и режима плавления в форме "замочной скважины" по причине высокой абсорбции лазерной энергии, в то время, как эффект поглощения лазера порошком становится незначительным (сравнение поглощения лазерной энергии при мощностях 250 Вт и 350 Вт, рассчитанные методом моделирования трассировки лазерных лучей, представлены далее, на рисунке 38). Эффект насыщения поглощающей способности лазера при высокой мощности был также зафиксирован Траппом в работе [117] с помощью прямых калориметрических измерений.

С другой стороны, при лазерном сканировании подложки W-СЛС-40, практически во всех случаях одиночные дорожки получаются более широкими. В силу структурных различий (у подложек W-СЛС и W-ГК) не наблюдается тренд по изменению ширины дорожек при росте мощности как в случае подложек W-ГК-0 и W-ГК-40. Внутренние дефекты, вызываемые СЛС консолидацией, такие как пористость, микротрещины и более высокая плотность границ зерен (более высокая скорость охлаждения СЛС приводит к образованию более мелких зерен) приводят к снижению эффективной теплопроводности материала [109]. Таким образом, как при низкой, так и при высокой мощностях подложка W-СЛС обеспечивает слабое рассеивание тепла и, следовательно, позволяет ванне расплава линейно реагировать на увеличение мощности.

Вывод 2, тип подложки с точки зрения методов производства также следует рассматривать как отдельный фактор влияющий на процесс СЛС. Как показано на рисунке 33(а, б), подложка W-СЛС всегда обеспечивает бóльшую ширину дорожки по сравнению с W-ГК.

Основной причиной является наличие большего количества границ зерен, микротрещин и микропористостей в направлении отвода тепла у СЛС по сравнению с горячекатаным металлом, что может ухудшить теплопроводность. Это утверждение согласуется с результатами измерения теплопроводности чистого вольфрама, выполненного Ванг и соавторами [109], в которых они зафиксировали на 23 % более высокое значение для горячекатаного листа по сравнению с листом, изготовленным методом СЛС. Более того, в настоящем исследовании измеренная температуропроводность (α) составила 38,92 мм²/с, а массовая плотность – 18,5 г/см³ для подложки, имеющей относительную плотность 96,7 % и изготовленной методом СЛС [92]. Используя теплоемкость (C_p) вольфрама, равную 131,28 (Дж/кгК), согласно литературным данным [118], была рассчитана теплопроводность ($k = \alpha \rho C_p$), равная 94,53 (Вт/мК), что представляет собой гораздо большую разницу (92,5 %) между теплопроводностью W-ГК (по данным Ванг и др. [109]) и W-СЛС. Таким образом, подложка W-СЛС, имеющая меньшую теплопроводность, обеспечивает больше времени для растекания расплавленного вольфрама перед затвердеванием, что приводит к образованию более крупных дорожек по сравнению с подложкой W-ГК. Как следствие более низкой теплопроводности, в зоне взаимодействия лазера возникает более высокая пиковая температура, что может привести к усилению конвекционных потоков наружу. Кроме того, неравномерная теплопроводность ввиду локальных микродефектов может усилить градиент температуры. Таким образом, еще одной причиной увеличения ширины дорожки может быть усиление эффекта Марангони при использовании подложки W-СЛС. Число Марангони рассчитано с использованием [119]:

$$M_n = - \frac{\partial \gamma}{\partial T} \frac{w \Delta T}{\mu \alpha} \quad (4)$$

Где γ – поверхностное натяжение,

w – характерный размер ванны расплава,

ΔT – разница между пиковой температурой ванны расплава и температурой солидуса материала,

μ – вязкость расплавленного металла,

α – коэффициент температуропроводности, который прямо пропорционален теплопроводности.

Как видно из уравнения (4) увеличение температурного градиента и уменьшение теплопроводности приводит к увеличению абсолютного значения числа Марангони и усилению конвекционных потоков. Ожидается, что эффект конвекционных потоков будет выше при больших энергозатратах, при бóльшей ванне расплава.

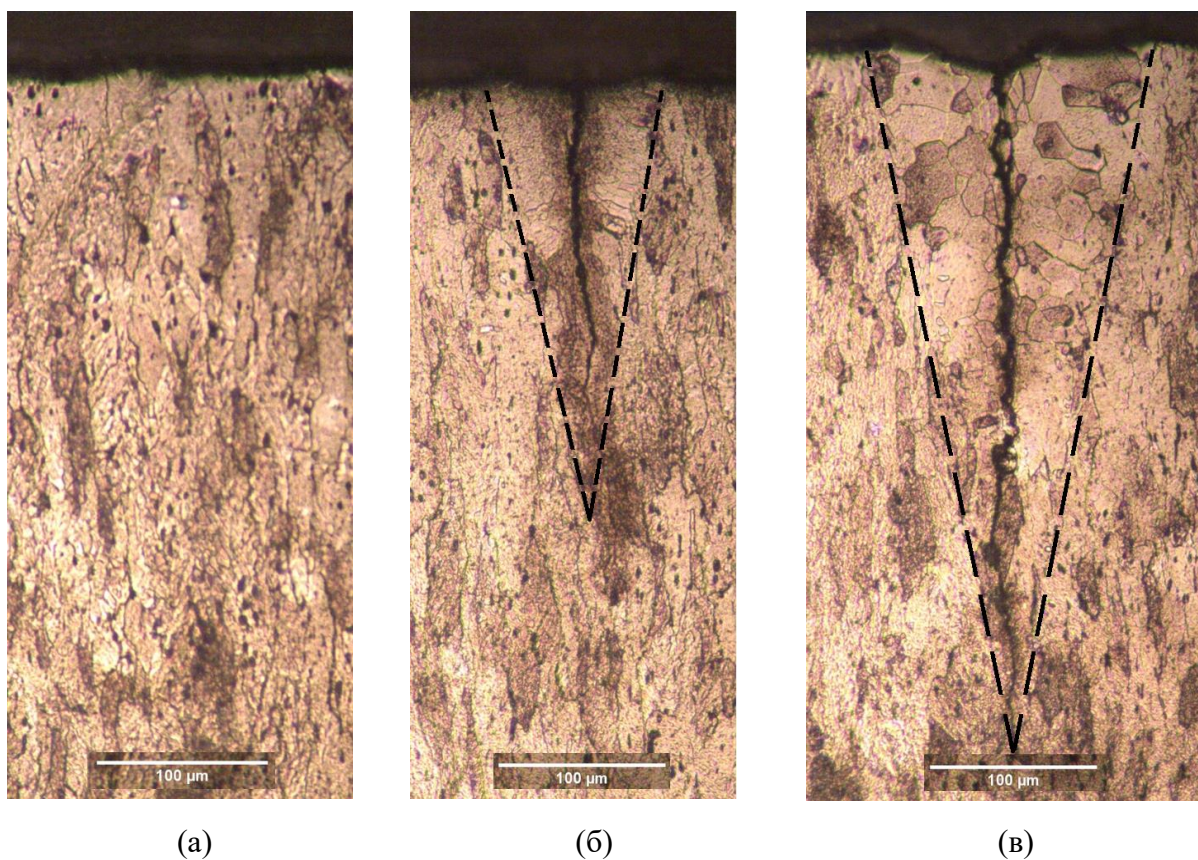
Следует отметить, что для уменьшения влияния шероховатости поверхности, присущей СЛС подложка W-СЛС была отшлифована бумагой с зернистостью Р320. Значения линейной шероховатости R_a для подложек W-ГК и W-СЛС после шлифовки равны $1,28 \pm 0,26$ мкм и $0,35 \pm 0,05$ мкм соответственно. Кроме того, в некоторых областях одиночной дорожки наблюдалась пористость, приводившая к разрушению дорожек при высоких скоростях сканирования. Такие области были исключены из рассмотрения.

Измерение глубины дорожки является нетривиальной задачей поскольку определение границы расплавленных областей на изображении поперечного сечения затруднено, даже после процедуры травления (с оптимальными параметрами) дорожек с низкой плотностью энергии (менее 0,63 Дж/мм). На рисунке 34 представлены изображения поперечных сечений образцов, полученные при помощи оптического микроскопа с 200-кратным увеличением, после электрохимического травления для трех уровней ЛПЭ для образца W-ГК-0. На рисунке 34(а) дорожка не видна вследствие низкого уровня ЛПЭ (0,31 Дж/мм). При умеренной ЛПЭ, такой как 0,88 Дж/мм, на рисунке 34(б) отчетливо видна дорожка с трещиной в центре, что характерно для вольфрама, полученного методом СЛС по причине высокой ТХВП [91]. Наконец, дорожка достигает максимальной глубины при увеличении ЛПЭ до

7 Дж/мм (рисунок 34, в). На рисунке 39 представлен график, содержащий измерения глубины дорожки, в сравнении с результатами моделирования.

2.2 Моделирование одиночных дорожек

Как было показано, в образцах с низкой ЛПЭ, ввиду низкого наблюдается лишь поверхностное переплавление и, как следствие, дорожки на микрофотографиях поперечного сечения не видны. Кроме того, для других образцов (W-ГК-40, W-СЛС-0, W-СЛС-40) определение глубины дорожки было также затруднено. Для определения глубины дорожки и углубления понимания механизмов образования ванны расплава было проведено моделирование процесса. Количественная оценка отношения глубины к ширине дорожки позволит избежать перехода в режим "замочной скважины" и связанной с этим большой пористостью.



(а) 0,31 Дж/мм (250 Вт- 800 мм/с), (б) 0,88 Дж/мм (350 Вт- 400 мм/с) и (в) 7 Дж/мм (350 Вт- 50 мм/с)

Рисунок 34 – Изображение поперечного сечения дорожки для различных уровней ЛПЭ

Моделирование дорожек на горячекатанной подложке (W-ГК-0 и W-ГК-40) было проведено с помощью программного обеспечения KISSAM для всех комбинаций мощностей и скоростей сканирования. В основе KISSAM лежит гидродинамический решатель, адаптированный под специфические задачи аддитивного производства. Программа содержит алгоритм для нанесения порошкового слоя, содержит инструменты для импорта геометрии (импорт CAD-данных, конфигурация треков), визуализации (3D рендеринг процесса, цифровые карты физических величин) и анализа (измерение пористости). Модель включает в себя несколько важных дополнений к стандартному методу решетчатых уравнений Больцмана (LBM): трекинг свободной поверхности с учетом сил поверхностного натяжения (капиллярных сил), смачиваемость, другие действующие силы, такие как конвекция Марангони и силу сопротивления в зоне фазового перехода (Mushy zone), теплопередачу, а также фазовые переходы плавления и затвердевания [120]. Тепловой метод решетчатых уравнений Больцмана (TLBM) основан на методе двойного распределения дискретных функций [121, 122]:

$$f_i(\vec{x} + \vec{c}_i \Delta t, t + \Delta t) = f_i(\vec{x}, t) - \frac{f_i(\vec{x}, t) - f_i^{eq}(\rho, \vec{u})}{\tau_f} + F_i \quad (5)$$

Где $c_i = \{l, m, n\}$, $l, m, n \approx 0, \pm 1$, $i = 0, \dots, 26$ – дискретные векторы скорости, соответствующие дискретным значениям функций распределения f_i , а F_i – силовой вклад [123].

Равновесное распределение выражается следующей полиномиальной формой:

$$f_i^{eq}(\rho, \vec{u}) = w_i \rho \left(1 + \frac{\vec{c}_i \vec{u}}{c_s^2} + \frac{1}{2} \frac{(\vec{c}_i \vec{u})^2}{c_s^4} - \frac{1}{2} \frac{u^2}{c_s^2} \right) \quad (6)$$

Где $\rho(\vec{x}, t) = \sum_i f_i$ – локальная плотность

$\rho(\vec{x}, t) \vec{u}(\vec{x}, t) = \sum_i \vec{c}_i f_i$ – скорость жидкости,

w_i – это вес, определяемый в методе решетчатых уравнений Больцмана,

$$c_s^2 = c^2/3, c = \Delta x / \Delta t$$

Вязкость жидкости определяется как: $\mu = \Delta t c_s^2 \left(\tau_f - \frac{1}{2} \right)$. Для передачи тепла и распределения энергии в S- и F-ячейках используется метод двойного распределения дискретных функции [121, 122]:

$$h_i(\vec{x} + \vec{c}_i \Delta t, t + \Delta t) = h_i(\vec{x}, t) - \frac{h_i(\vec{x}, t) - h_i^{eq}(\rho, \vec{u})}{\tau_h} + Q_i \quad (7)$$

Где Q_i – тепловой вклад.

Равновесное распределение выражается, как:

$$\vec{h}_i^{eq} = w_i E \left(1 + \frac{\vec{c}_i \vec{u}}{c_s^2} + \frac{1}{2} \frac{(\vec{c}_i \vec{u})^2}{c_s^4} - \frac{1}{2} \frac{u^2}{c_s^2} \right) \quad (8)$$

Где $E = \sum_i h_i = E(\vec{x}, t)$ это суммарная энтальпия системы.

Коэффициент температуропроводности равен $\alpha = \Delta t c_s^2 \left(\tau_h - \frac{1}{2} \right)$. Соотношение между суммарной энтальпией и температурой T выглядит следующим образом:

$$T \leq T_{\text{солидус}}, E(T) = E_{\text{твердая фаза}}(T)$$

$$T_{\text{солидус}} < T \leq T_{\text{ликвидус}}, E(T) = E_{\text{солидус}} + L \frac{T - T_{\text{солидус}}}{T_{\text{ликвидус}} - T_{\text{солидус}}}$$

$$T > T_{\text{ликвидус}}, E(T) = E_{\text{солидус}} + L + E_{\text{жидкая фаза}}(T)$$

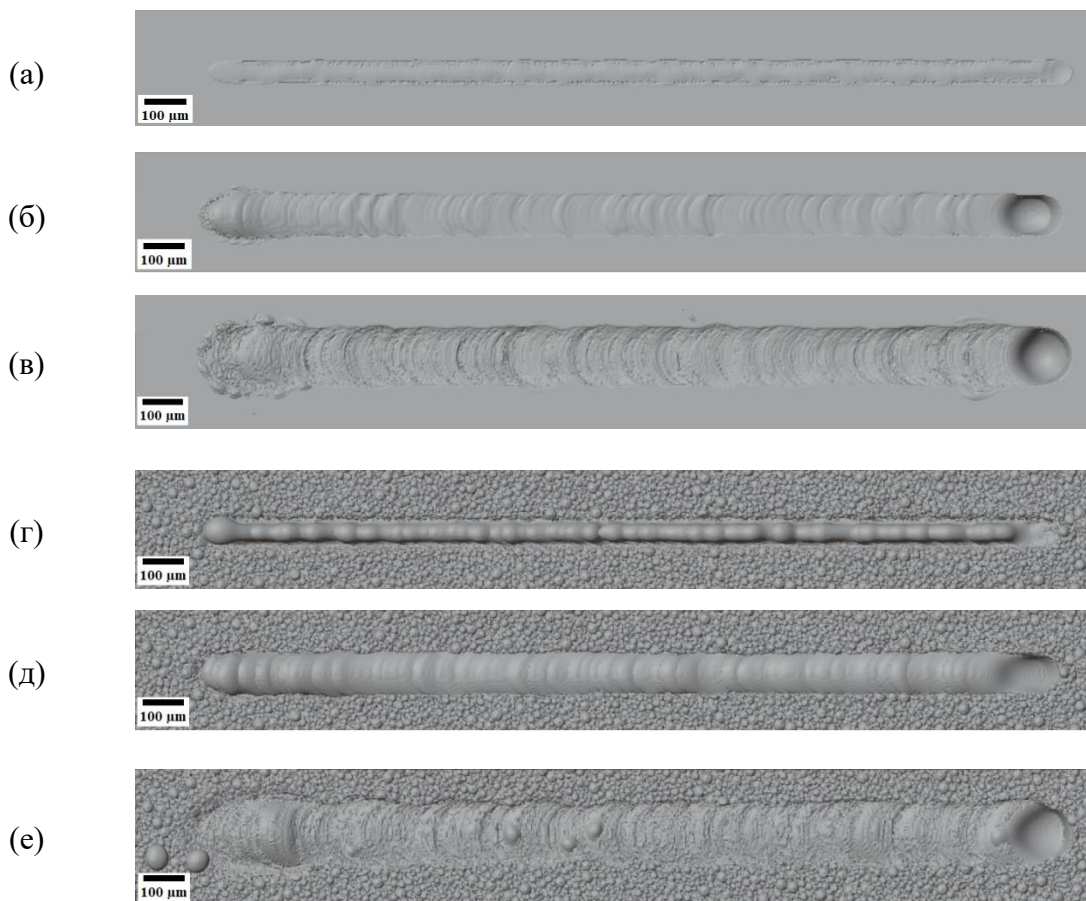
Где $E_{\text{твердая фаза}}(T)$ и $E_{\text{жидкая фаза}}(T)$ представляют собой кусочно-линейные аппроксимации энтальпии E в твердой и жидкой фазах, зависящие от температуры; L – скрытая теплота плавления; $T_{\text{солидус}}$ и $T_{\text{ликвидус}}$ – температуры солидуса и ликвидуса соответственно; и $E_{\text{солидус}} = E_{\text{твердая фаза}}(T_{\text{солидус}})$ – энтальпия при температуре точка солидуса. Тепловой вклад Q_i представляет собой вклад объемного источника тепла, получаемого от лазера. Он вычисляется как $Q_i = w_i E_{\text{источник}}$, где $E_{\text{источник}}$ – объемная плотность энергии.

Исходные данные для вольфрама, такие как теплоемкость, коэффициент температуропроводности, скрытая теплота плавления, кинематическая вязкость и поверхностное натяжение, были адаптированы для моделирования на основе наиболее подходящих экспериментальных уравнений, в литературных данных [118]. Для определения коэффициента температуропроводности использовалась линейная аппроксимация в соответствии с алгоритмом программного обеспечения. Моделирование проводилось для бездефектной вольфрамовой пластины, как со слоем порошка, так и без. Данные о размерах дорожки были получены на основе координат зоны переплавления. Для определения ширины и глубины дорожки данные отбирались следующим образом: из стабилизированной части дорожки (в центре) в пяти и трех точках соответственно. Кроме того, проводилось моделирование морфологии каждой дорожки в 2D и 3D режимах, с определением размера и температуры ванны расплава.

На рисунке 35 представлена 3D-модель дорожки при различных уровнях ЛПЭ: (а) низкая, (б) умеренная и (в) высокая. Это позволяет выделить отличия между единичными дорожками и визуально сравнить их с изображениями СЭМ (рисунки 30, а–е). При низкой ЛПЭ образуется плоская узкая дорожка, как показано на рисунке 35(а). При умеренной ЛПЭ образуется дорожка бóльшей ширины с характерным чешуйчатым рельефом, обусловленным последовательной кристаллизацией ванны расплава (рисунок 35, б). При высокой ЛПЭ образуется наиболее широкая (глубокая) и неоднородная дорожка с большим количеством брызг (рисунок 35, в). На рисунке 35(г-ж) показаны аналогичные дорожки на слое порошка с аналогичными параметрами процесса. Отличие заметно при низкой ЛПЭ: дорожка получается менее ровной и однородной (Рисунок 7, г).

Для визуализации глубины и пористости дорожек, а также формы и размеров ванны расплава были получены температурные поля в продольных и поперечных сечениях. На рисунке 36(а-в) показаны результаты моделирования на подложке (образец W-ГК-0), а на рисунке 36(г-е) – на слое

порошка (образец W-ГК-40). При низкой ЛПЭ в небольшой ванне расплава формируется плоская узкая дорожка малой глубины (рисунок 36, а). При умеренной ЛПЭ образуется более глубокая и широкая ванна расплава (рисунок 36, б). Наконец, при высокой ЛПЭ (7 Дж/мм) в большой ванне расплава формируется наиболее широкая и глубокая неоднородная дорожка с выраженной пористостью и разбрызгиванием (рисунок 36, в).



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

Рисунок 35 – 3D изображение моделируемых дорожек

На глубине наблюдаются крупные поры что связано с режимом «замочной скважины», возникающим при высокой мощности лазера и исходя из эмпирического геометрического критерия соотношения сторон лазерной дорожки ($C_{гш}$). Когда зона теплового воздействия незначительна [124]:

$$C_{ГШ} = \frac{h_t + d_t}{w_t} \quad (9)$$

Где h_t и d_t - высота и глубина дорожки

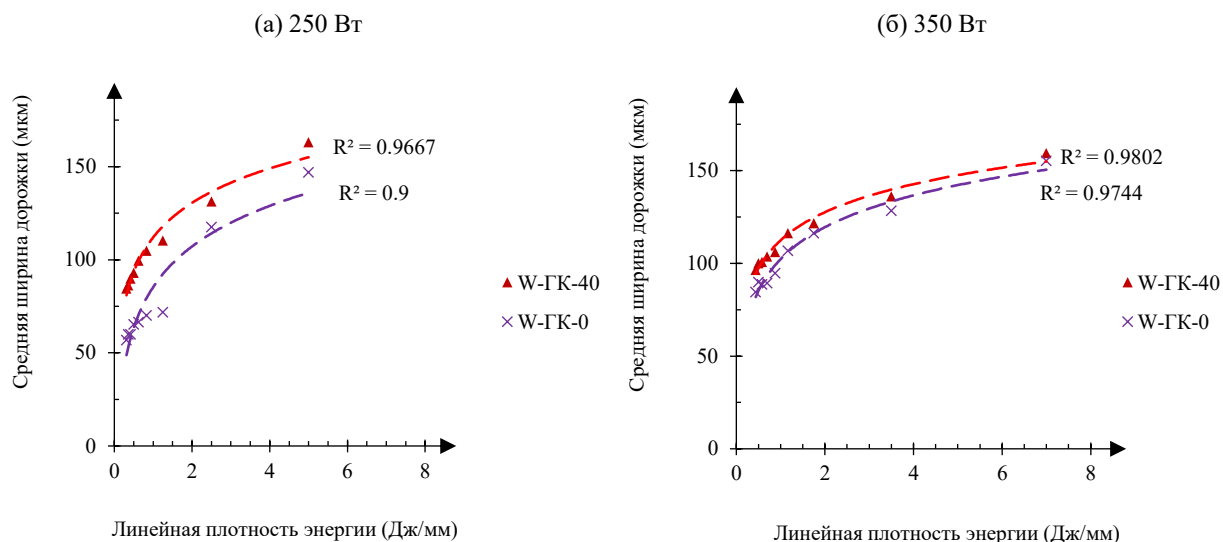
W_t - ширина дорожки.

При $C_{ГШ} > 0,8$ вероятность образования пористости типа «замочной скважины» увеличивается. При высокой ЛПЭ (7 Дж/мм), показанной на рисунке 36(в) и (е), $C_{ГШ}$ значительно превышает допустимые значения (2,9 и 2,5 соответственно).

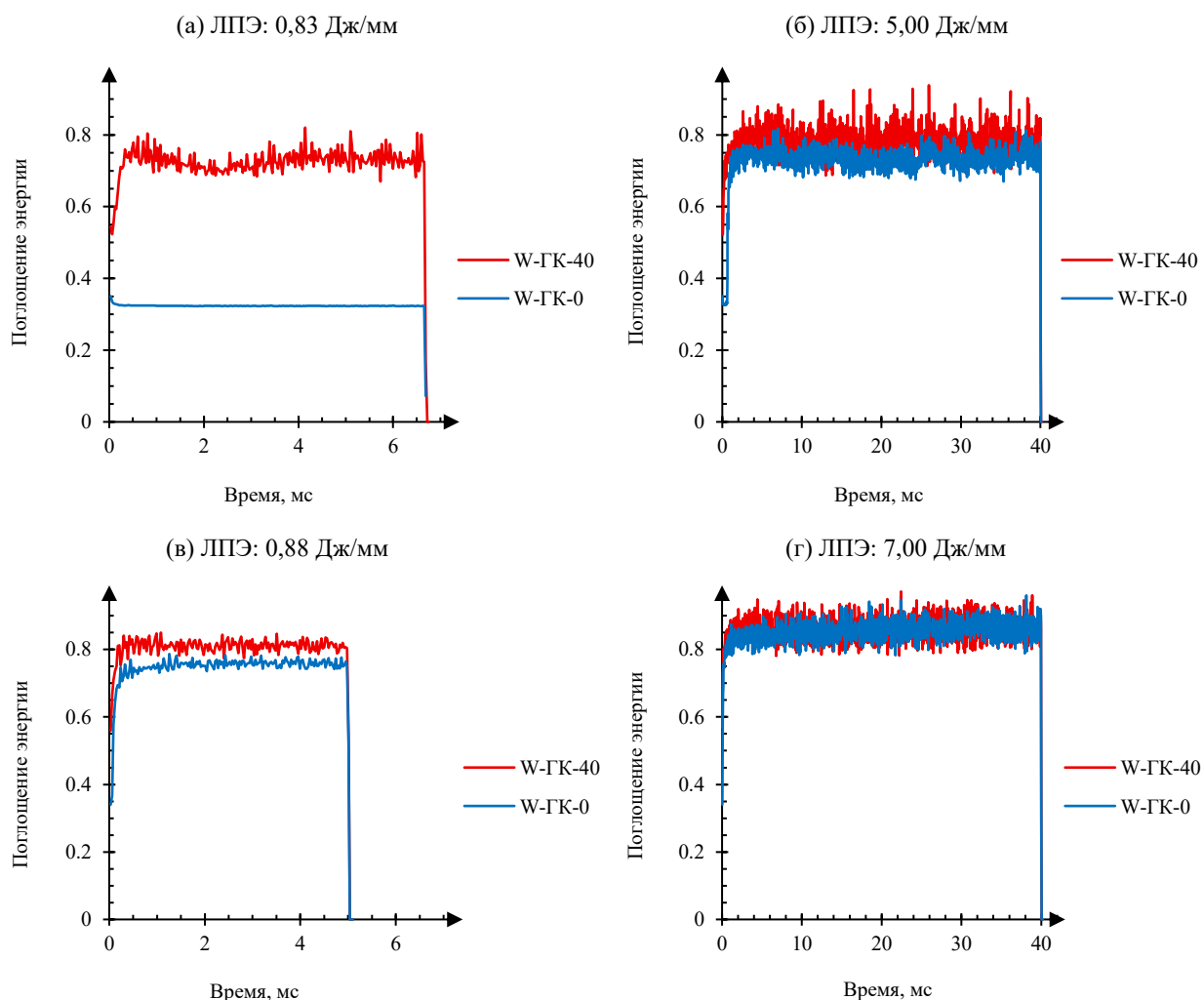
Примечательно, что даже при увеличении ЛПЭ до 7 Дж/мм ванна расплава остается относительно узкой и растет преимущественно вертикально. Такое поведение объясняется высокой температурой плавления вольфрама, значительной энтальпией плавления, а также высокой вязкостью и поверхностным натяжением расплавленного вольфрама, ограничивающими его текучесть и объем ванны. На рисунке 36(г–е) представлены аналогичные дорожки на слое порошка. Основное отличие наблюдается для дорожки с низкой ЛПЭ: верхняя поверхность менее однородна (рисунок 36, г).

Результаты моделирования ширины дорожек позволяют оценить влияние типа подложки. На рисунке 37 видно, что при нанесении одного слоя порошка на подложку ширина дорожек увеличивается. При высокой мощности равной 350 Вт эффект слоя порошка становится меньшим по сравнению с низкой мощностью равной 250 Вт вследствие теплового насыщения при высоком энергокладе.

Для определения влияния порошка на способность поглощения лазерной энергии, по результатам моделирования была построена диаграмма, показанная на рисунке 38. Как предполагалось выше, на рисунке 38(а) можно заметить, что поглощение энергии значительно увеличивается, примерно в два раза, при добавлении слоя порошка толщиной 40 мкм для получения дорожки с ЛПЭ 0,83 Дж/мм (250 Вт- 300 мм/с).



(a) 250 Вт, (б) 350 Вт
Рисунок 37 – Сравнение результатов моделирования ширины дорожки с линейной плотностью энергии на подложке (W-GK-0) и порошке (W-GK-40)



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

Рисунок 38 – Сравнение результатов моделирования энергопоглощения для разных ЛПЭ для W-GK-0 (на подложке) и W-GK-40 (на порошке)

Однако при такой высокой ЛПЭ, как 5,00 Дж/мм (250 Вт- 50 мм/с), при низкой скорости сканирования, как подложка, так и слой порошка поглощают лазерную энергию практически одинаково. С другой стороны, когда мощность достигает 350 Вт, наличие порошка не будет решающим фактором, согласно рисунку 38(в, г), которые относятся к ЛПЭ 0,88 Дж/мм (350 Вт- 400 мм/с) и 7,00 Дж/мм (350 Вт- 50 мм/с), соответственно. Таким образом, можно сделать вывод, что при высокой мощности как подложка, так и порошок могут одинаково поглощать лазерную энергию из-за теплового насыщения.

Подобное сравнение можно провести для исследования влияния типа подложки на глубину дорожки, используя результаты моделирования. Те же тенденции проявляются по тем же причинам, что и для ширины дорожки, о которых говорилось выше (как показано на рисунке 37 для ширины дорожки). Однако наблюдается различие: увеличение мощности лазера оказывает большее влияние на глубину лазерной дорожки, чем на её ширину. На рисунке 39 приведены эти сравнения для мощностей (а) 250 Вт и (б) 350 Вт.

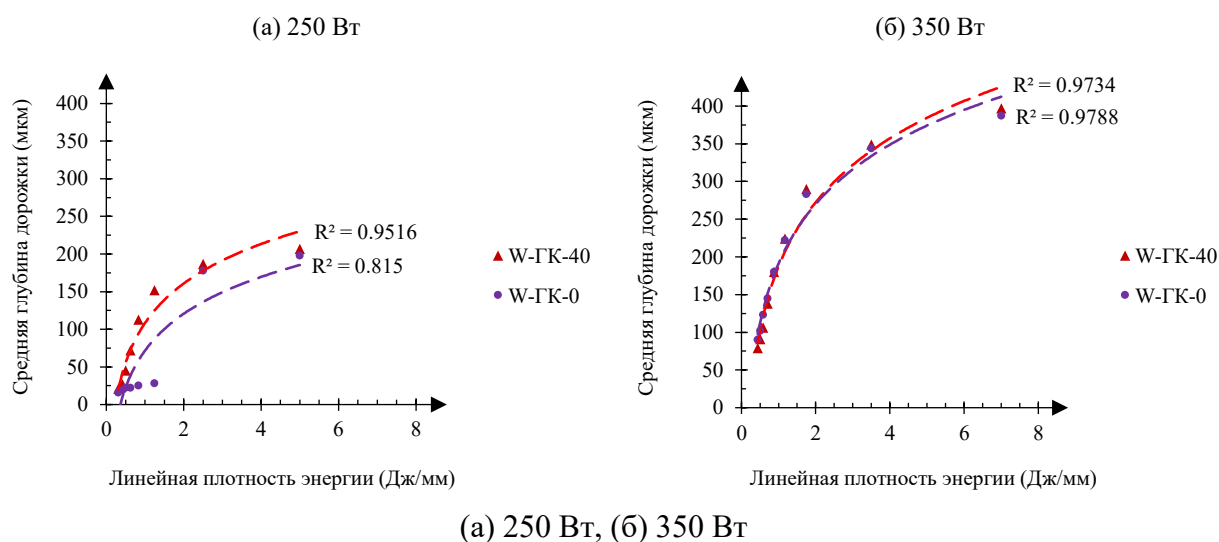
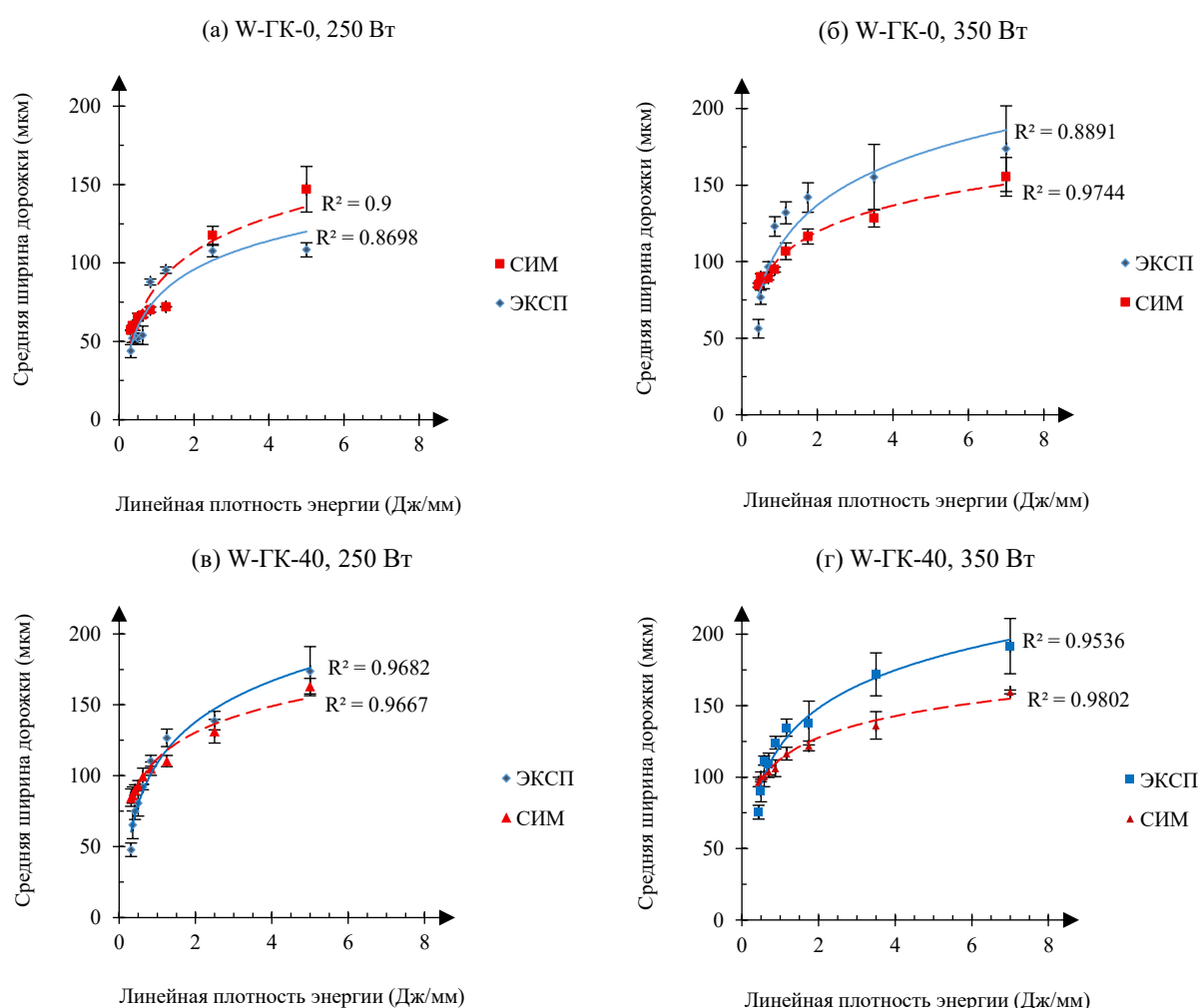


Рисунок 39 – Сравнение результатов моделирования глубины дорожки с линейной плотностью энергии для W-ГК-0 (на подложке) и W-ГК-40 (на порошке)

2.3 Сравнение результатов моделирования с экспериментом

На рисунке 40 показано сравнение моделирования ширины дорожки с результатами соответствующих экспериментов для образцов W-ГК-0 (а, б) и W-ГК-40 (в, г). Как в расчетах, так и в экспериментах наблюдается

логарифмическая зависимость, а корреляция трендов составляет более 72 % для всех дорожек. Таким образом, модель может быть использована для сокращения количества экспериментов, необходимых для прогнозирования ширины дорожки. Это может быть использовано для определения оптимальных технологических параметров для подложек без и с порошком. Следует отметить, что в данной модели не учитываются внутренние дефекты подложки, напряжения при затвердевании, а также несферичность частиц порошка.



W-ГК-0: (а) 250 Вт, (б) 350 Вт; W-ГК-40: (в) 250 Вт и (г) 350 Вт
Рисунок 40 – Зависимость ширины дорожки от ЛПЭ для всех дорожек. Сравнение результатов экспериментов (ЭКСП) с результатами моделирования (СИМ)

На рисунке 41 представлена зависимость глубины дорожек от ЛПЭ, полученных экспериментально и с помощью моделирования для образца W-

ГК-0. Линии тренда для расчетных данных, соответствуют линиям тренда, полученным в экспериментах, более чем на 88 %. Можно заметить, что моделирование позволяет относительно точно предсказывать глубины дорожек даже при очень низкой плотности энергии, когда трудно определить область переплавления на фотографиях поперечного сечения, как, например, на рисунке 34(а). Экспериментальные измерения глубины дорожек при низких ЛПЭ ($\leq 0,63$ Дж/мм) равняются нулю, поскольку плотности энергии недостаточно для образования достаточно глубокой ванны расплава, чтобы на фотографиях микроструктуры поперечного сечения отчетливо отразилось изменение морфологии зерен. В то же время моделирование показывает, что ожидаемая глубина расплава для этих ЛПЭ очень мала (≤ 25 мкм). Таким образом, модель может быть использована для сокращения количества экспериментов, необходимых для прогнозирования глубины дорожки, которая может быть использована для определения оптимальных технологических параметров.

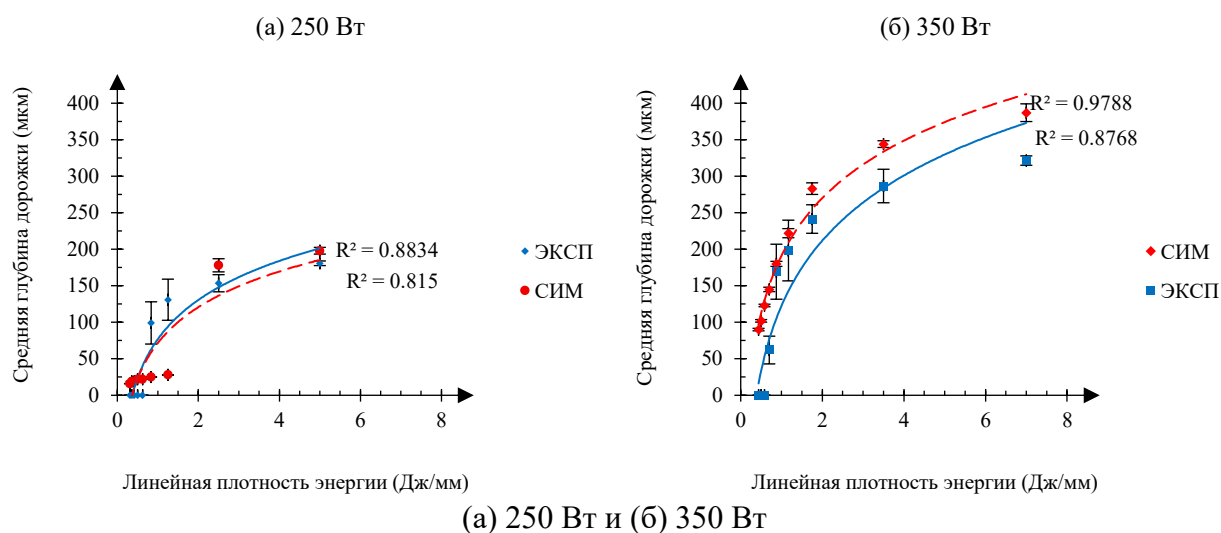


Рисунок 41 – Зависимость глубины дорожки от ЛПЭ для W-ГК-0, сравнение результатов экспериментов (ЭКСП) с результатами моделирования (СИМ)

Изучая поперечное сечение дорожек, определяли глубину дорожки и частоту появления дефектов. Высокая температура хрупко-вязкого перехода вольфрама приводит к образованию горячих трещин, как на рисунке 34 (б, в). Оптимальные условия – достаточная глубина при минимальном размере

трещины. Были построены графики зависимости глубины дорожки от линейной плотности энергии, и значения плотностей энергии, которые не смогли обеспечить достаточное проплавление и были удалены из диапазона. Таким образом, диапазон ЛПЭ обновлен как $P = 250$ Вт; ЛПЭ: 0,83 до 2,50 Дж/мм, $P = 350$ Вт; ЛПЭ: 0,70 до 1,17 Дж/мм.

Глава 3 Объемные образцы

Мультиматериал вольфрам-медь (W-Cu) сочетает в себе высокие прочность и термическую усталость вольфрама с высокой теплопроводностью меди. Это определяет его перспективность для применения в узлах, требующих комплекса специфических эксплуатационных характеристик, например, для изготовления компонентов, обращенных к плазме термоядерных реакторов. Образцы W-Cu могут быть изготовлены методом СЛС с последующей инфильтрацией пористого вольфрамового каркаса медью [92].

Высокое разрешение и точность технологии СЛС [32,33] открыли возможность изготовления металлических решетчатых конструкций [33–42]. Наиболее распространенные типы элементарных ячеек подразделяются на: решетки на основе стержней (балочные) и решетки на основе трижды периодических минимальных поверхностей (ТПМП). Среди структур на основе стержней можно выделить: простую кубическую, объемноцентрированную кубическую, октетную, усеченную кубическую и т.д. Точки соединения стержней (балок) выступают в роли концентраторов напряжений, кроме того, в некоторых конструкциях (кубическая структура) стержни не имеют технологической поддержки (проблема «висящих» элементов), что приводит к дефектам сплавления (неполному проплавлению) в процессе СЛС.

Использование ТПМП структур в АП обеспечивает высокую технологичность благодаря методам АП и предотвращает появление концентраторов напряжений по сравнению с решетками на основе стержней. Гироидная и алмазная структуры, решетка на основе I-WP и примитивной структуры Шварца являются наиболее часто используемыми топологиями ТПМП [34,41,42]. Среди ячеек ТПМП, гироидная обладает высокой суммарной теплоотдачей [35], однородное плато деформации [36] и пониженным коэффициентом трения [37]. Структуры с таким сочетанием

свойств обладают большим потенциалом применения, в качестве радиаторов и теплообменников [34,37], имплантатов и каркасов [38,39], в аэрокосмической и автомобильной промышленности [40]. На сегодняшний день в научной литературе отсутствует информация по изготовлению СЛС гироидных структур из чистого вольфрама.

В настоящей работе вольфрамовые каркасы на основе гироида были изготовлены по технологии СЛС. На следующем этапе пористые структуры каркаса пропитывались медью (инфильтрация медью) для получения мультиматериала W-Cu. Целью данного исследования было изучение процесса инфильтрации, механических свойств и коэффициента температуропроводности W-Cu с учетом макропараметров ячейки гироида. Разработка таких биметаллических материалов позволила бы объединить их свойства и достичь высокого набора свойств.

3.1 Поиск оптимальных параметров селективного лазерного сплавления для вольфрама

Изучение одиночных дорожек позволяет определить оптимальные скорость и мощность лазерного сканирования (Таблица 5). Была выбрана мощность лазера в 350 Вт, поскольку она обеспечивает меньшее потребление энергии и времени и достаточное проплавление материала, как было показано ранее. Исследование объемных образцов вольфрама с помощью СЛС позволяет определить расстояние между штрихами по расчету относительной плотности.

Таблица 5 – Оптимальное окно параметров процесса при изучении одиночных дорожек

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

Изготовление образцов проводилось на установке Addsol D50 (Additive Solutions, Россия). Конструкция системы СЛС была разработана для решения определенных экспериментальных задач. Относительно небольшой объем рабочей зоны установки имеет форму цилиндра высотой 150 мм с круглым основанием диаметром 50 мм. Нагреватель, установленный под основанием, обеспечивает предварительный нагрев до 200 °С. В качестве материала подложки для нанесения первых слоев вольфрамовых образцов использовалась сталь. Установка оснащена волоконным лазером мощностью 400 Вт (IPG Photonics, Россия). Лазер имеет гауссово распределение плотности мощности, лазерное пятно 80 мкм и длину волны 1070 нм.

Процесс сканирования проводился в атмосфере аргона с содержанием кислорода менее 100 частей на миллион. Окна параметров процесса СЛС, использованные в настоящей работе, приведены в таблице 6. Диапазон, приведенный в таблице 5 (одиночные дорожки), дополняется двумя меньшими скоростями сканирования – 100 и 200 мм/с. Исполнительные файлы для машины были подготовлены с помощью программного обеспечения Gliser (ATSS, Россия). Траектория сканирования задавалась штриховкой типа «меандр со смещением» с одним контуром по периметру. Угол поворота вектора сканирования между соседними слоями составлял 67°. Параметр компенсации смещения лазерного луча и шаг штриховки были установлены на 25 мкм и 75 мкм соответственно. По завершению процесса СЛС образцы отделялись от подложки с помощью электроэрозионного проволочно-вырезного станка GX-320L (CHMER EDM, Китай).

Образцы сплошных цилиндров диаметром основания 6 мм были изготовлены на стальной подложке в диапазоне технологических параметров, приведенных в таблице 6. Мощность лазера установлена равной 350 Вт, что близко к номинальной мощности YLR-400, поскольку консолидация вольфрама методом СЛС требует больших энергозатрат.

Таблица 6 – Окно параметров процесса СЛС для сплошных образцов

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

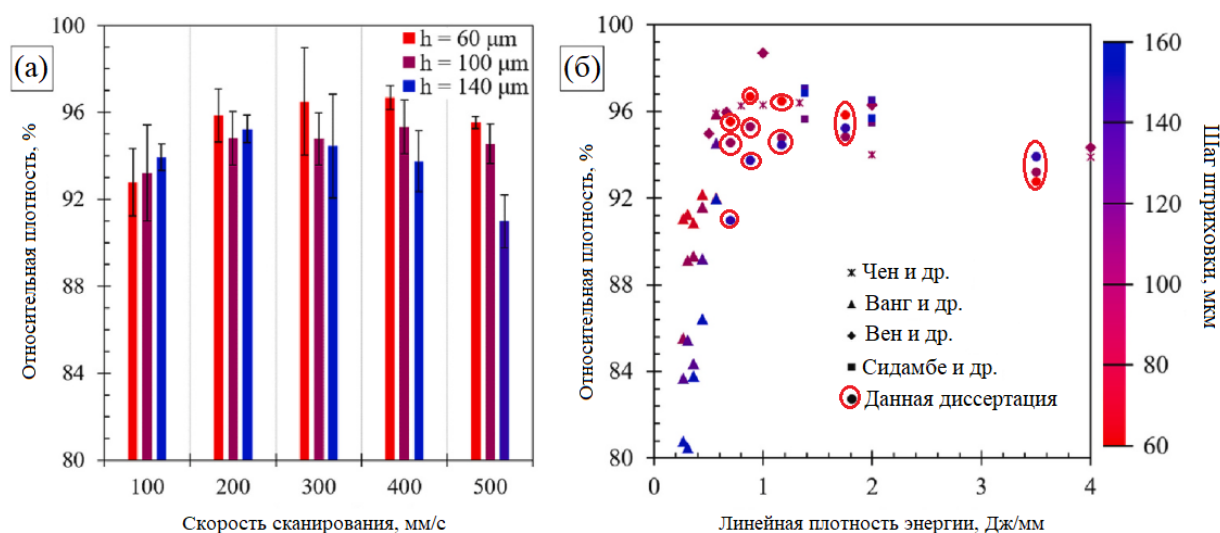
Поскольку исходный порошок имеет относительно небольшой средний размер частиц, а толщина слоя примерно в два раза превышает шаг построения [125], то для изготовления был использован $t = 20$ мкм. Диапазон скоростей сканирования (100-500 мм/с) был выбран на основе анализа одиночных дорожек и литературных данных [126-128]. Шаг штриховки варьировалось в широком диапазоне от 60 до 140 мкм так как в статьях отсутствуют экспериментальные данные по данному технологическому параметру.

После печати методом СЛС на образцах вольфрама не было обнаружено видимых дефектов, таких как коробление, макротрещины или расслоение. Полученные зависимости относительной плотности (ОП) от скорости сканирования представлены на рисунке 42(а) для каждого шага штриховки (h). Измерения плотности проводились методом гидростатического взвешивания (метод Архимеда) с использованием аналитических весов (A&D, Япония). Незначительное снижение ОП наблюдалось при скорости сканирования 100 мм/с для всех трех уровней h . Снижению ОП при более низкой скорости сканирования упоминается в работе [126]. При скорости сканирования 100-200 мм/с разницы в ОП при всех значений шага штриховки не наблюдается. Однако можно увидеть, что увеличение шага штриховки (100 и 140 мкм) приводит к значительному снижению плотности на 400-500 мм/с.

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

На рисунке 42(б) представлены полученные результаты измерения ОП с литературными данными [126-129]. Цветами показано значение шага штриховки показало. Видно, что при меньших ЛПЭ (менее $\sim 1,2$ Дж/мм) уменьшение значения h приводит к увеличению ОП. Это связано с нестабильностью ванны расплава, связанной с недостаточной энергией лазера, и, следовательно, с более высокой вероятностью появления несплавления. Для ЛПЭ $\sim 1,2$ Дж/мм, заметной зависимости не обнаружено. Результаты анализа подтверждают необходимость оптимизации значения шага штриховки для различных значений ЛПЭ. Относительная плотность равная 98,5 % отмечается в работе Вен и др. [128], однако авторы использовали порошок с более сферическими частицами, что привело к более высокой плотности упаковки, что увеличивает плотность консолидированного вольфрама, как было продемонстрировано в предыдущей работе [127]. Можно заметить, что при умеренной ЛПЭ равной 0,7-1,0 Дж/мм и шаге штриховки менее 100 мкм чистый W консолидируется с более высокой ОП.

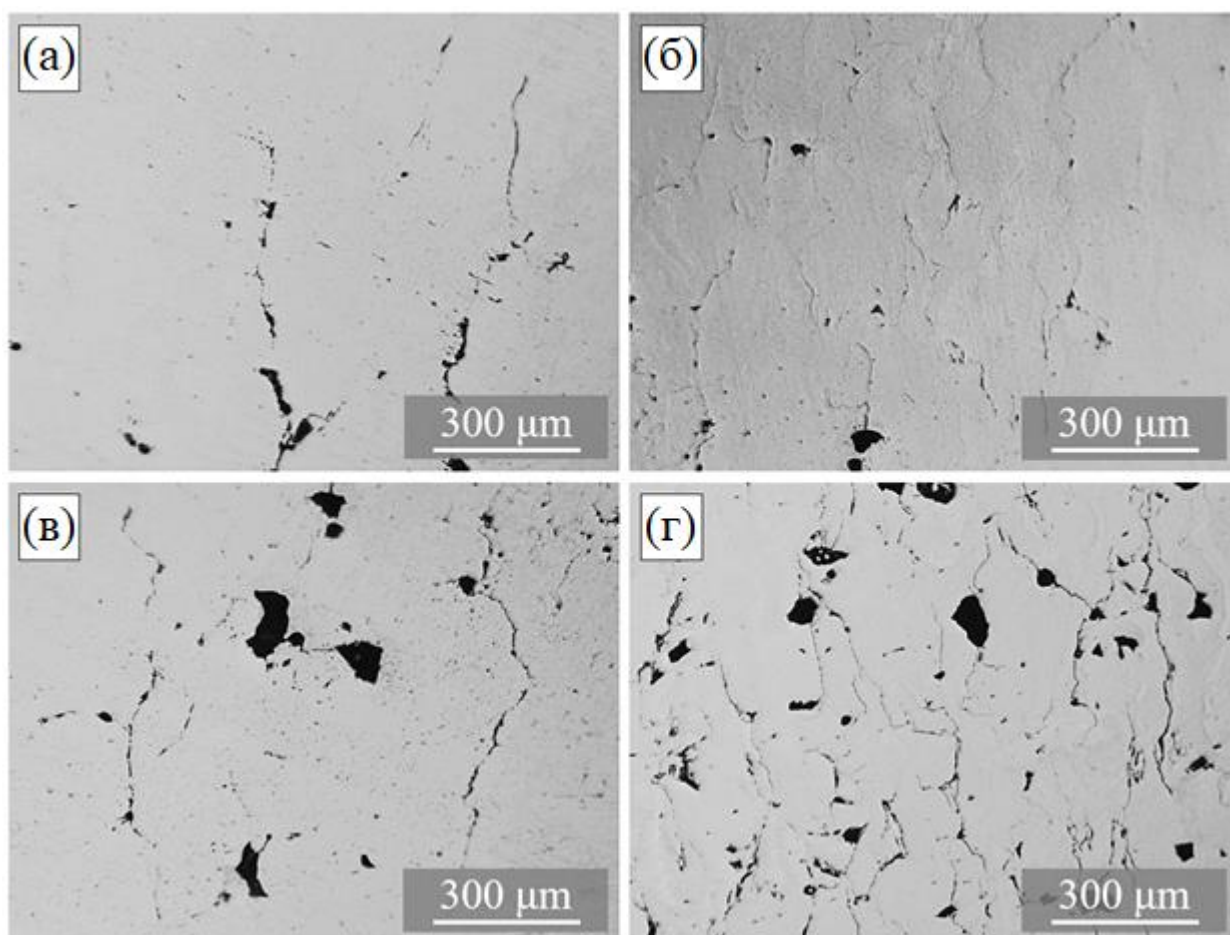
Изображения микроструктуры снимались с использованием оптического микроскопа Axio A1 (CARL ZEISS, Германия). Изображения обрабатывались с помощью ПО ImageJ. Поперечные сечения образцов, изготовленных в различных технологических условиях, были отполированы и представлены на рисунке 43.



(а) зависимость ОП от скорости сканирования при различных шагах штриховки, (б) зависимость относительной плотности от ЛПЭ. Чен и др. [126], Ванг и др. [127], Вен и др. [128] и Сидамбе и др. [129]

Рисунок 42 – Относительная плотность, измеренная методом Архимеда

Наблюдаемые дефекты можно разделить на три категории. К первой категории относятся крупные поры, вызванные недостаточным сплавлением. На соответствующих изображениях оптической микроскопии можно отметить, что эти поры имеют неправильную форму и варьируются в размерах. Было замечено, что дефекты несплавления чувствительны к условиям технологического процесса и, следовательно, их количество может быть сведено к минимуму путем оптимизации параметров печати. На рисунке 43(а) и (б) представлены образцы с высокой плотностью лазерной энергии, а на рисунках 43(в) и (г) с низкой. В последних двух случаях наблюдается увеличенное количество дефектов несплавления. Из рисунка 43(в) и (г) можно заметить, что шаг штриховки играет решающую роль в образовании дефектов поверхности. Недостаточное перекрытие соседних дорожек приводит к быстрому росту пор неправильной формы.



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

Рисунок 43 – Изображения оптической микроскопии полированных образцов вольфрама, полученных методом СЛС при различных режимах

Вторая группа дефектов обусловлена металлургическими порами, формирующимися вследствие попадания газа в ванну расплава во время затвердевания. Такие дефекты в большей степени характерны для режимов плавления, при которой образуется глубокая ванна в форме замочной скважины. Однако интенсивное газовыделение, необходимое для активного поробразования, требует выраженного кипения расплава. В случае вольфрама, обладающего чрезвычайно высокой температурой плавления, развитие кипения маловероятно. Таким образом, количество газовых пор небольшого размера (~ 10 мкм) и сферической формы минимально и не зависело от условий печати.

К третьей категории дефектов относятся микротрещины, которые обнаруживаются во всех сплошных образцах W. Известно, что монокристалл

вольфрама обладает исключительной пластичностью даже при температурах ниже ТХВП для поликристаллического материала [125]. Границы и текстура зерен играют важную роль в механизмах разрушения по причине анизотропии КТР ОЦК. В образцах чистого W наблюдается текстура вдоль направления $\langle 111 \rangle$ [129]. На изображениях рисунка 43 показано, что трещины расширяются по направлению печати вдоль границ зерен и обладают столбчатой формой. Результаты подтверждаются литературными данными [130]. Стоит отметить, что более низкая скорость сканирования может уменьшить количество пор, но стимулировать образование более крупных трещин. На рисунке 43(а) и (б) представлены оптические изображения образцов, полученные при скорости сканирования 200 и 400 мм/с. Появление более крупных микротрещин, особенно вблизи поверхности, может привести к значительному снижению механических свойств.

Следует отметить, что при консолидации вольфрамовых деталей методом СЛС накопление высоких остаточных напряжений неизбежно вследствие высоких температурных градиентов и особой температурной зависимости коэффициента поглощения. Релаксация остаточных напряжений приводит к появлению трещин, о чем говорилось выше. Попытки высокотемпературного СЛС с предварительным нагревом зоны построения до 1000 °С не привели к успеху [89]. Кроме того, система предварительного нагрева платформы построения значительно усложняет конструкцию установки и ограничивает объем рабочего пространства. В связи с этим ведутся активные работы по поиску других возможностей снижения остаточных напряжений.

Во-первых, термические напряжения пропорциональны площади поверхности слоя, который подвергается оплавлению [131]. В связи с этим тонкостенные конструкции будут иметь пониженный уровень остаточных напряжений, в отличие от объемных и монолитных деталей. Во-вторых, детали с острыми углами обладают более высокими остаточными напряжениями по сравнению с закругленными формами [131, 132].

Следовательно, топология детали должна быть оптимизирована или обладать упорядоченной пористой структурой. Еще одним преимуществом является возможность создания двухкомпонентной структуры. Мюллер и др. [89] продемонстрировали подобную методику на сотовидной структуре. Однако полученная деталь рассматривается как 2.5D (по одному направлению сечение не изменяется) объект [133]. В диссертации были разработаны трехмерные пористые структуры для последующей инфильтрации и получения двухкомпонентной детали. Выбор ТПМП обусловлен более высокими механическими свойствами по сравнению с решетками на основе стержней. По сравнению с другими ячейками ТПМП, гироидная структура более широко изучена с точки зрения проницаемости [134, 135], которая также играет решающую роль при пропитке. Преимуществом является концепция “самонесущей” конструкции на основе гироидов.

3.2 Изготовление вольфрамовых каркасов с открытыми порами

Гироидные каркасы с открытыми порами и различными размерами ячейки были изготовлены с использованием оптимальных режимов печати ($P = 350 \text{ W}$, $V = 400 \text{ мм/с}$, $h = 60 \text{ мкм}$ и $t = 20 \text{ мкм}$). Пористые структуры на основе ячеек гироида были разработаны с помощью ПО nTopology (nTopology, США). Поверхность гироида описывается уравнением расположения узлов:

$$\sin\left(\frac{2\pi}{L}x\right)\cos\left(\frac{2\pi}{L}y\right) + \sin\left(\frac{2\pi}{L}z\right)\cos\left(\frac{2\pi}{L}x\right) + \sin\left(\frac{2\pi}{L}y\right)\cos\left(\frac{2\pi}{L}z\right) = t \quad (10)$$

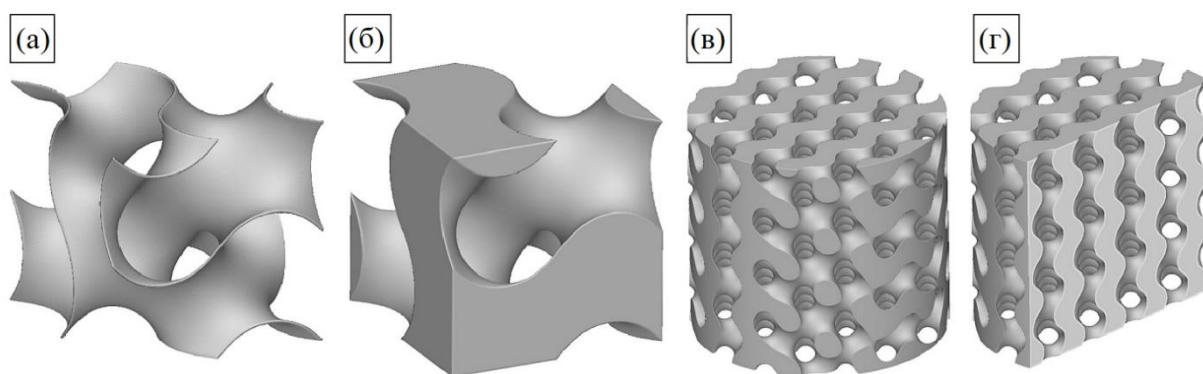
Где L – размер элементарной ячейки;

t – константа, определяющая однонаправленное и двустороннее смещение относительно изоповерхности.

На рисунке 44(а) изображена элементарная ячейка с нулевым смещением срединной поверхности, ограниченная кубом с ребром L . Объем куба в этом случае делится полученной поверхностью на две равные области.

Такая элементарная ячейка может быть преобразована в тонкостенную (путем придания толщины с помощью параметра t) или скелетную гироидную структуру путем присвоения материалу один из доменов ячейки. Скелетный тип гироидной структуры показан на рисунке 44(б).

В данном исследовании были использованы скелетные структуры с размером элементарной ячейки $L = [2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0]$ мм. Были приняты следующие обозначения образцов: W2.0 – вольфрамовая гироидная структура с размером элементарной ячейки 2,0 мм; W-Cu3.5 – мультиматериал W-Cu с $L=3,5$ мм. Для всех размеров элементарной ячейки смещение по срединной поверхности равно нулю, следовательно, содержание каждого компонента в 3D-моделях составляет 50 % по объему. Все образцы скелетной гироидной структуры ограничивались цилиндром диаметром 12,6 мм и высотой 10 мм. Изометрия и поперечное сечение в плоскости x - z образца с размером элементарной ячейки 2,5 мм показаны на рисунке 44(в) и (г) соответственно.



(а) элементарная ячейка поверхности гироида, (б) элементарная ячейки скелета гироида со смещением срединной поверхности на 0, (в) изометрия образца с размером элементарной ячейки 2,5 мм, (г) поперечное сечение образца в плоскости xz

Рисунок 44 – Трехмерные модели

3.3 Инфильтрация меди в вольфрамовые каркасы

Первым этапом гибридного производства является создание структуры с открытыми порами методом СЛС, а затем инфильтрация структуры медью. Эта процедура проводилась с использованием вакуумной печи с графитовыми нагревателями. Схема экспериментальной установки для инфильтрации

медью представлена на рисунке 45. Данная установка позволяет проводить изучение капиллярных взаимодействий при высоких температурах. Главной особенностью установки является возможность проведения съемки с помощью высокоскоростной камеры CP70-2-M/C-1000 (Optronis, Германия) и тепловизора PI 1M (Optris, Германия) в процессе инфильтрации. Это позволяет контролировать процесс инфильтрации при изменении температуры.

Структура с открытыми порами была помещена в тигель, размещенный между двумя медными дисками с нижней и верхней сторон. После инфильтрации мультиматериал W-Cu был извлечен из графитового тигля с помощью поршня. Излишки меди на верхней и нижней сторонах образцов были механически обработаны. Образцы вольфрамового гироида после СЛС были пропитаны медью чистотой 99,99 мас. %.

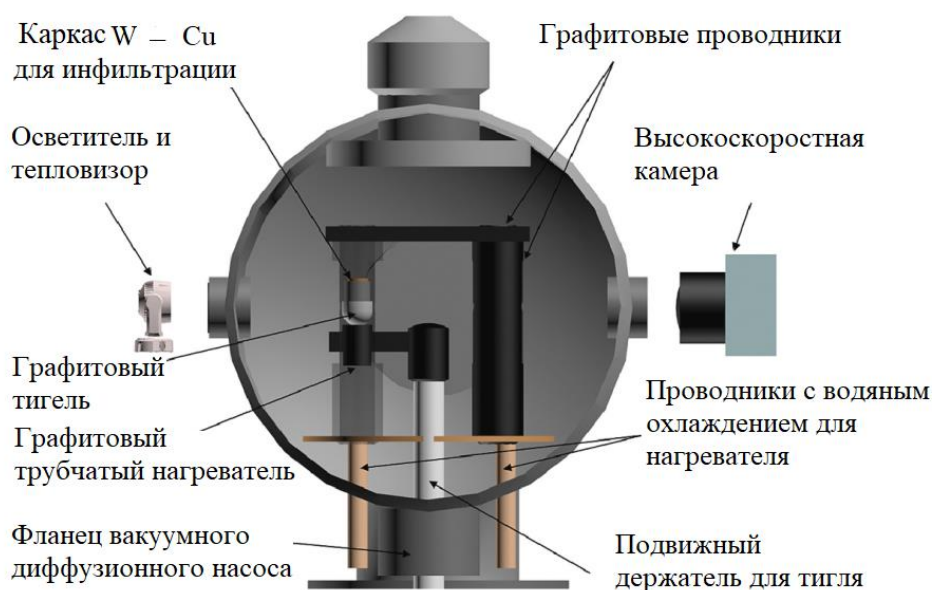
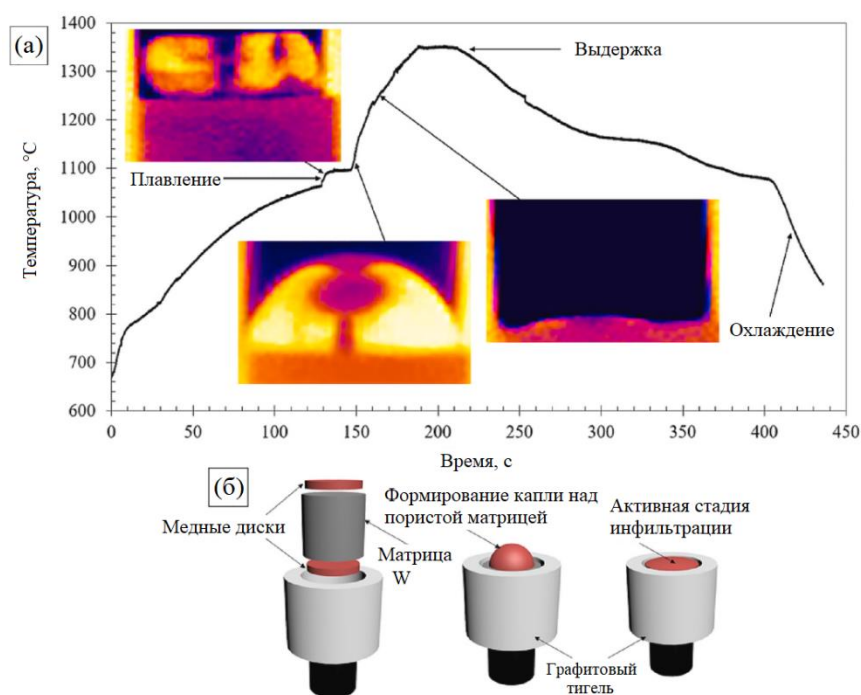


Рисунок 45 – Схема экспериментальной установки для инфильтрации меди и контроля процесса

На рисунке 46(а) показана температурная зависимость инфильтрации меди в вольфрамовой матрицы. При нагревании меди до температуры плавления образуется плато. Сразу после расплавления на вольфрамовой матрице образовалась большая капля с углом смачивания $\sim 90^\circ$, схема на рисунке 46(б). Это указывает на плохие условия смачивания, в результате чего

при такой температуре инфильтрация не наблюдалась. Повышение температуры выше 1250 °С приводит к уменьшению угла смачивания и активному проникновению расплава в пористую структуру (рисунок 46, б).

Таким образом, минимальная требуемая температура для пропитки образцов вольфрамового гироида составляет 1250 °С. Следует отметить, что низкий угол контакта позволяет наносить покрытие безэлектродным методом. Для обеспечения бездефектной инфильтрации необходимо повысить температуру для снижения поверхностного натяжения расплава (рисунок 46, а). Таким образом, были получены оптимальные условия пропитки при температуре 1350 °С с последующей выдержкой. После этого образец был постепенно охлажден и извлечен из графитового тигля.

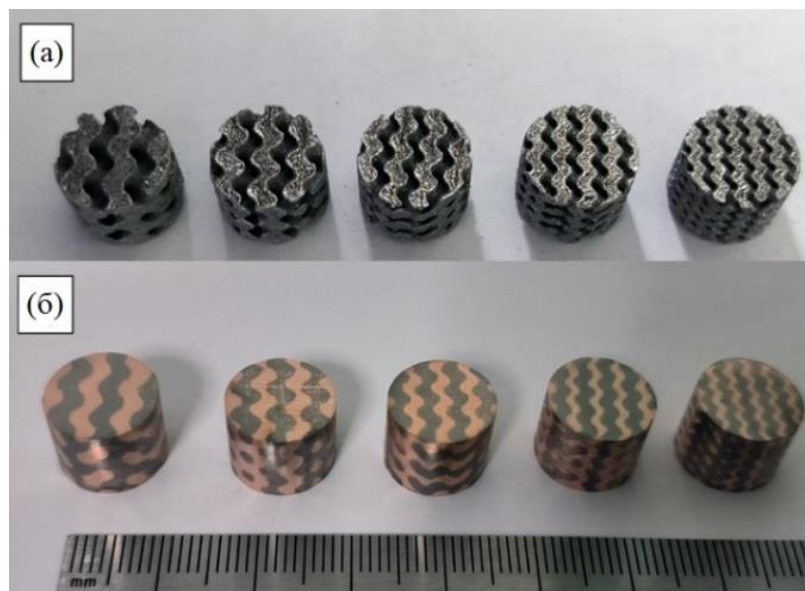


(а) температурная зависимость процесса инфильтрации медью с соответствующими тепловизионными изображениями, (б) принципиальная схема стадий инфильтрации

Рисунок 46 – Контроль процесса инфильтрации

Фотографии образцов скелетной гироидной структуры и мультиматериалов W-Cu после проведения процесса инфильтрации показаны на рисунке 47. На поверхности образцов не наблюдалось полостей и макродефектов. Стоит отметить, что для производства мультиматериала W-Cu

потенциально можно использовать элементарные ячейки меньшего размера. Ограничивающим фактором в размере пор является именно процесс удаления порошка, а не условия его проникновения.



(а) после СЛС и (б) после инфильтрации

Рисунок 47 – Изображения образцов скелетной гироид мультиматериала W-Cu

Геометрическая целостность считается одним из наиболее важных факторов для достижения требуемых механических и термических свойств W-Cu мультиматериалов. Традиционным подходом к контролю отклонения полученных деталей АП является анализ с помощью микрокомпьютерной томографии. Однако сильное поглощение рентгеновского излучения матрицей усложняет исследование структуры. Таким образом, оценка соответствия конструкции была проведена с помощью анализа массовой плотности образцов W-Cu. Предполагаемая плотность была рассчитана на основе соотношения объемов в 3D-моделях ($\frac{V_W}{V_{W-Cu}}$ и $\frac{V_{Cu}}{V_{W-Cu}}$) и экспериментально измеренной плотности компонентов ($\rho_W^{\text{эксп}}$ и $\rho_{Cu}^{\text{эксп}}$) с помощью выражения (11):

$$\rho_{W-Cu}^{\text{Расчетная}} = \frac{V_W}{V_{W-Cu}} \rho_W^{\text{эксп}} + \frac{V_{Cu}}{V_{W-Cu}} \rho_{Cu}^{\text{эксп}} \quad (11)$$

Результаты измерения плотности W-Cu представлены показали, что плотность изготовленных образцов превышает расчетные показатели. Данное расхождение объясняется положительным геометрическим отклонением вольфрамовой матрицы, характерным для деталей, изготовленных по технологии СЛС. Как следствие, содержание вольфрама увеличилось, что привело к увеличению плотности мультиматериала W-Cu. Положительные отклонения наблюдались для всех исследуемых образцов. Более того, было показано, что относительное отклонение увеличивается пропорционально рассчитанной площади поверхности по 3D-моделям. Наибольшее отклонение в 7,58 % наблюдалось при площади поверхности 968 мм² (элементарная ячейка 2,0 мм), а наименьшее значение составило 2,82 % при 579 мм² (элементарная ячейка 4,0 мм).

Появление положительных отклонений объясняется сплавлением окружающего порошка на поверхности изделия в процессе затвердевания. Возникающие потоки газа вблизи слоя порошка, подвергаемого лазерному сканированию, направляются в ванну расплава благодаря температурным градиентам. Последнее вызывает втягивание частиц порошка в ванну расплава, это явление известно, как эффект денудации [136]. Как только воздействие лазера уменьшается, ванна расплава затвердевает, и частицы, которые не были полностью расплавлены, спекаются на краях наплавленного валика. В связи с этим увеличение площади поверхности приводит к появлению отклонения от 3D-модели. Полученные результаты согласуются с результатами предыдущего исследования тонкостенных гироидных структур с использованием микрокомпьютерной томографии [134]. Геометрические отклонения следует учитывать при проектировании конечных деталей из W-Cu мультиматериалов.

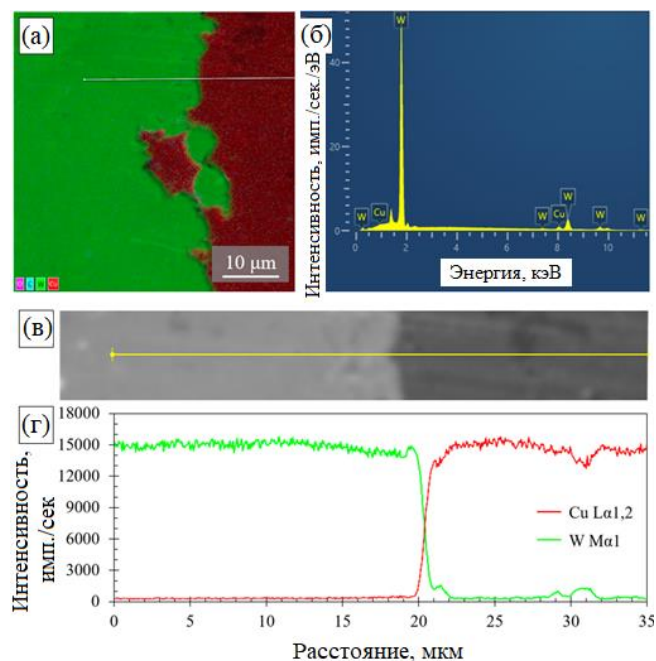
СЭМ-изображение с химическим картированием, полученное для поперечного сечения образца с инфильтрацией гироида, показано на рисунке 48(а). Для шлифования и полировки использовался станок P12Lb (Polilab, Россия). Для резки образцов W-Cu использовали электроэрозионный станок

GX-320L (CHMER EDM, Китай). Поперечные сечения мультиматериалов W-Cu и морфология изломов вольфрамовых образцов были изучены с помощью СЭМ Quattro S (Thermo Fisher Scientific, Нидерланды). Элементный анализ полученных образцов проводили с помощью прибора для энергодисперсионной спектроскопии Quantax XFlash 6 (Bruker, США).

На границе раздела W-Cu наблюдались спеченные и частично расплавленные округлые частицы. Следовательно, морфология поверхности вольфрамового каркаса характеризуется повышенной шероховатостью и небольшими полостями. Полное заполнение микропор медью косвенно указывает на угол смачивания, близкий к нулю, т.е. на хорошую смачиваемость вольфрама расплавом меди. Спектры по всей площади, представленные на рисунке 48(б), содержат только вольфрам, медь и небольшое количество кислорода (других примесей обнаружено не было). Анализ ЭДС вдоль линии, перпендикулярной границе раздела вольфрам-медь (рисунок 48, в), показал, что переходная зона составляет около 2 мкм (переход в области 20-22 мкм, рисунок 48, г). Это соответствует пространственному пределу определения химического состава методом ЭДС и указывает на отсутствие растворения или диффузии между твердым вольфрамом и жидкой медью в течение короткого времени взаимодействия (около 1-3 минут).

3.4 Механические свойства

Оценка механических свойств является критически важной для промышленного применения изготавливаемых деталей. Вследствие высокой хрупкости и отсутствия макропластичности при комнатной температуре, вольфрам и сплавы на его основе не способны выдерживать значительные деформации при растяжении, что ограничивает их использование в узлах с подобными нагрузками. В связи с этим, для количественной оценки механических характеристик чистого вольфрама и сплавов на его основе широко применяется испытание на сжатие.



(а) химическое картирование поперечного сечения вблизи границы раздела W-Cu, (б) спектр ЭДС, (в) вектор для анализа ЭДС границы раздела W-Cu и (г) распределение интенсивности меди (красная линия) и вольфрама (зеленая линия)
Рисунок 48 – Исследование границы раздела фаз W-Cu

3.4.1 Испытания на сжатие

Испытания на сжатие проводились на установке 8801 (Instron, Англия) со скоростью деформации 10^{-4}с^{-1} при комнатной температуре $23\text{ }^{\circ}\text{C}$. Использовались статические датчики с максимальной нагрузкой 150 кН. На рисунке 49 представлены результаты квазистатических испытаний на одноосное сжатие для всех типов образцов. На рисунке 49(а) показано сравнение прочности на сжатие твердых образцов W, изготовленных при постоянной мощности лазера 350 Вт, толщине слоя 20 мкм, шаге штриховки 60 мкм и при скоростях сканирования от 100 мм/с до 500 мм/с. Зависимости напряжения от деформации демонстрируют высокую чувствительность к скорости сканирования, которая, в свою очередь, определяет изменение передаваемой лазерной энергии. Образец, изготовленный со скоростью сканирования 100 мм/с, имел самый низкий предел прочности при сжатии ($\sigma_{\text{в.сж}}$). По мере увеличения скорости сканирования со 100 мм/с до 300 мм/с $\sigma_{\text{в.сж}}$ постепенно повышался до 787 МПа. Максимальный $\sigma_{\text{в.сж}}$, равнялся

789 МПа, что соответствует сплошному образцу, полученному при скорости сканирования 400 мм/с.

Однако, принимая во внимание точность метода, не было обнаружено отличий для образцов, изготовленных со скоростью 300 и 400 мм/с. После дальнейшего увеличения скорости сканирования $\sigma_{в.сж}$ был незначительно снижен до 751 МПа. Эти результаты соответствуют результатам измерений плотности и анализа дефектов, что обсуждались выше. Таким образом, использование умеренной линейной плотности энергии (0,7-1,0 Дж/мм) привело к более высокому значению $\sigma_{в.сж}$. Исходя из полученных результатов, для получения пористых структур на основе гироида с наибольшей плотностью была использована скорость сканирования 400 мм/с. Поскольку образцы, полученные со скоростью сканирования 300 и 400 мм/с, имеют незначительную разницу в пористости, для экономии времени выбор был остановлен на скорости 400 мм/с.

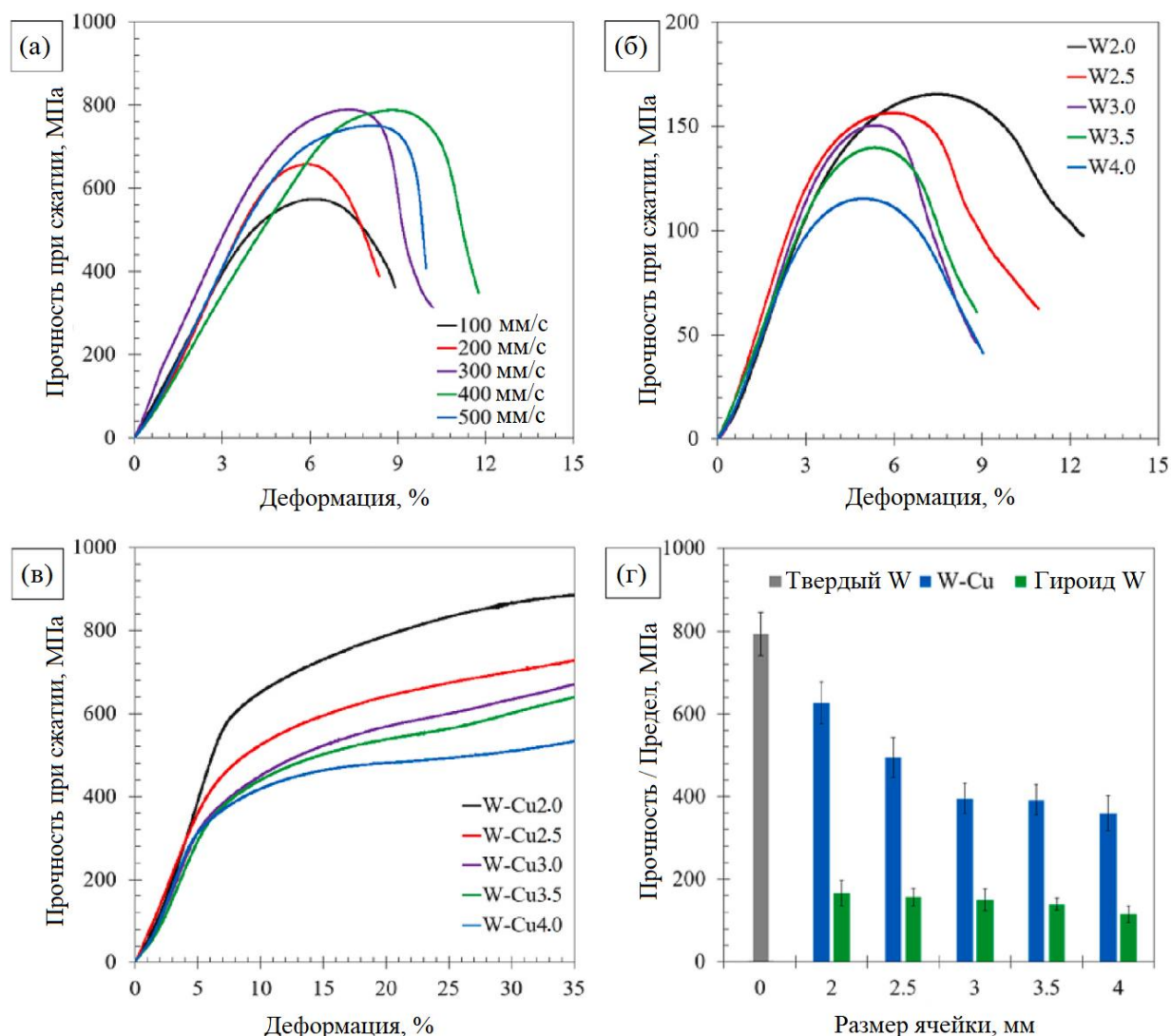
Как показано на рисунке 49(б), гироидные структуры с упорядоченной пористостью характеризуются меньшей прочностью, что соответствует модели Гибсона-Эшби [137, 138]. На рисунке 49(г) показано, что снижение $\sigma_{в.сж}$ для W-гироидных структур составило ~ 80 % по сравнению с твердыми образцами. Данное снижение прочности пористой структуры вполне ожидаемо и обусловлено уменьшением объема материала.

Зависимости напряжения от деформации, полученные для образцов W-Cu, показаны на рисунке 49(в). Все образцы после пропитки медью выдержали деформацию в 35 %. Характер графиков соответствовал типичному реологическому устойчивому состоянию динамического течения до тех пор, пока испытания не были остановлены вручную. Высокая пластичность медного домена в каркасе предотвращала хрупкое разрушение мультиматериалов W-Cu при комнатных температурах. В связи с этим в расчет бралось значение предела текучести (σ_T), которое соответствовало свойствам чистого вольфрама. В образцах W-Cu отмечалось значительное увеличение (более чем в 3 раза) σ_T по сравнению с $\sigma_{в.сж}$ W-гироидных матриц.

Стоит отметить, что зависимость σ_T и $\sigma_{в.сж}$ от размера элементарной ячейки была обнаружена как для образцов W, так и для образцов W-Cu. На рисунке 49(б) и (в) показано, что чем меньше размер элементарной ячейки, тем выше σ_T и $\sigma_{в.сж}$ полученных образцов. Это явление частично связано с положительным отклонением от геометрии после изготовления СЛС, о котором говорилось ранее. Структуры на основе вольфрамовых гироидов имели $\sigma_{в.сж}$ 166 и 115 МПа для образцов W2.0 и W4.0 соответственно. Примечательно, что с увеличением площади поверхности у W-карксов увеличивается значение σ_T . Таким образом, σ_T равное 626 и 359 МПа наблюдалось для пористых структур с элементарными ячейками 2 и 4 мм соответственно. Следует отметить, что максимальное напряжение сжатия равное 885 МПа было достигнуто при деформации 35 % для образца W-Cu2.0.

Чжан и др. [139] показали, что $\sigma_{в.сж}$ мультиматериалов W-Cu, полученных сплавлением порошка, сильно зависит от связности каркаса W. Авторы добились прочности на сжатие 894 МПа при пластичности 31 % при плотности упаковки 0,45. Упрочнение порошков W, покрытых Cu, методом ударной волны без предварительного нагрева привело к слабому соединению W-Cu и низкому $\sigma_{в.сж}$, составляющему 544 МПа [140]. Таким образом, полученные механические свойства подтверждают эффективность структуры ТПМП, которая обеспечивает непрерывность W-матрицы и достаточную связь W-Cu во время инфильтрации. Результат для образца W-Cu2.0 близок к свойствам коммерческого композита W-25 мас. % меди и уступает ультрамелкозернистому композиту, полученному путем жидкофазного спекания и инфильтрации [141].

Более высокая прочность на сжатие - 1500 МПа - была получена для ультрамелкозернистого композита W-20 мас. % Cu, полученного методом искрового плазменного спекания [142], однако образцы обладали практически нулевой пластичностью. Следовательно, усовершенствование микроструктуры способствует повышению $\sigma_{в.сж}$, однако требуется искать компромисс между пластичностью и прочностью на сжатие.

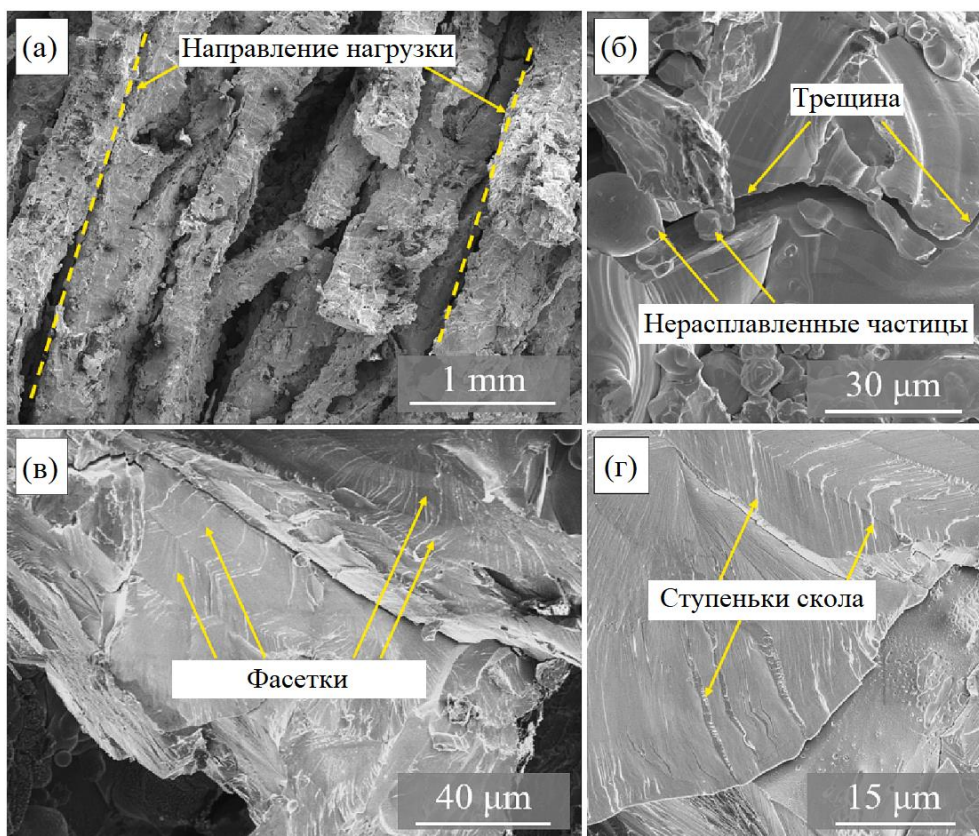


Зависимость напряжение-деформация для (а) твердых образцов W, изготовленных с различной скоростью сканирования и $h = 60$ мкм, (б) гироидных матриц с различным размером элементарной ячейки, (в) W-Cu с различным размером элементарной ячейки, и предел текучести для (г) W-Cu, предел прочности для твердых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

Рисунок 49 – Результаты механических испытаний с испытанием на сжатие

На рисунке 50 показана морфология поверхности разрушения образцов из чистого вольфрама. Эффект осевого раскалывания, присущий некоторым хрупким материалам, наблюдается на сплошном образце W (рисунок 50, а). Как обсуждалось ранее, микротрещины неизбежны при производстве чистого вольфрама методом СЛС. С точки зрения механизмов разрушения, эти трещины классифицируются как первичные трещины. Во время сжимающей нагрузки вторичные трещины образуются вследствие приложенной нагрузки. Согласно работе [143], ширина разобщенных

сегментов определяется расстоянием между вторичными трещинами. На рисунке 50(б) показана поверхность разрушения W гироидной структуры с развитой трещиной вдоль дефектов несплавления и нерасплавленными частицами. На рисунке 50 (в) и (г) показано, что морфология поверхности после разрушения включает в себя фасетки и ступеньки скола.



(а) твердый образец вольфрама, (б) гироидный каркас вольфрама, (в) морфология поверхности трещины и (г) увеличение поверхности трещины
 Рисунок 50 – СЭМ-изображение трещины

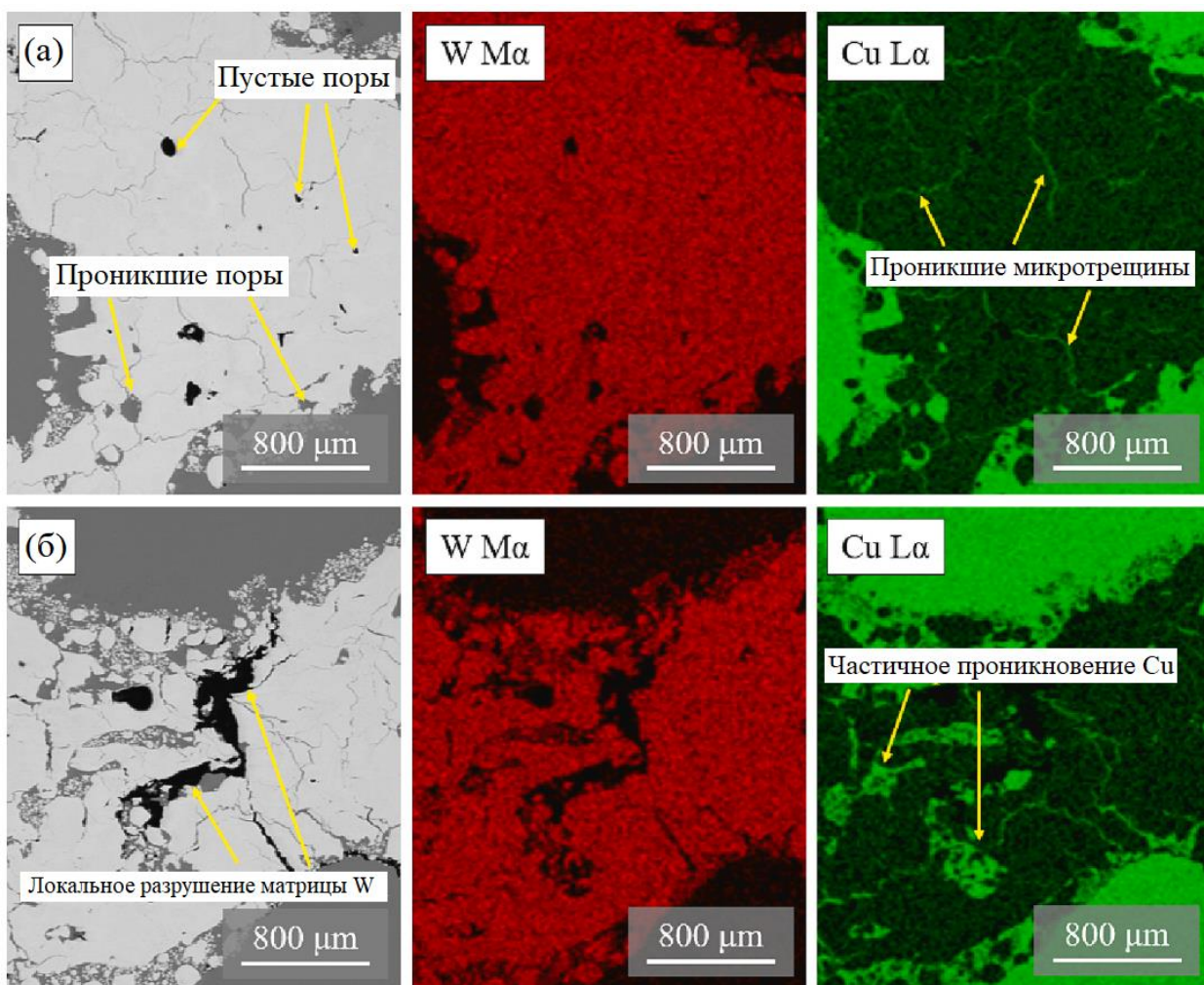
На рисунке 51(а) показано, что структура на основе гироидов содержит поры и микротрещины. До испытаний на сжатие поры в объемной области каркаса были пустыми, однако в процессе инфильтрации поры вблизи поверхности заполнились медью. Полученный результат косвенно указывает на отсутствие достаточной перколяции в топологии пористой системы. Однако химическое картирование выявило наличие меди в микротрещинах каркаса. Причины данного эффекта могут быть следующие. Во-первых, в отличие от закрытых пор, микротрещины могут образовываться на

поверхности W-матрицы. Медь имеет тенденцию проникать в каналы микронного размера благодаря повышенной капиллярной силе. Капиллярный механизм не предполагает существенного массопереноса, следовательно, поры, связанные с инфильтрацией, были пустыми, при этом заполнение микротрещин может улучшить пластичные свойства. Явлению инфильтрации микротрещин необходимо уделить должное внимание в будущих исследованиях. Во-вторых, во время подготовки образцов (резки и полировки) некоторое количество меди могло быть перенесено. На наличие этого эффекта в первую очередь указывает слабый рентгеновский сигнал, исходящий от поверхности поперечного сечения W-матрицы.

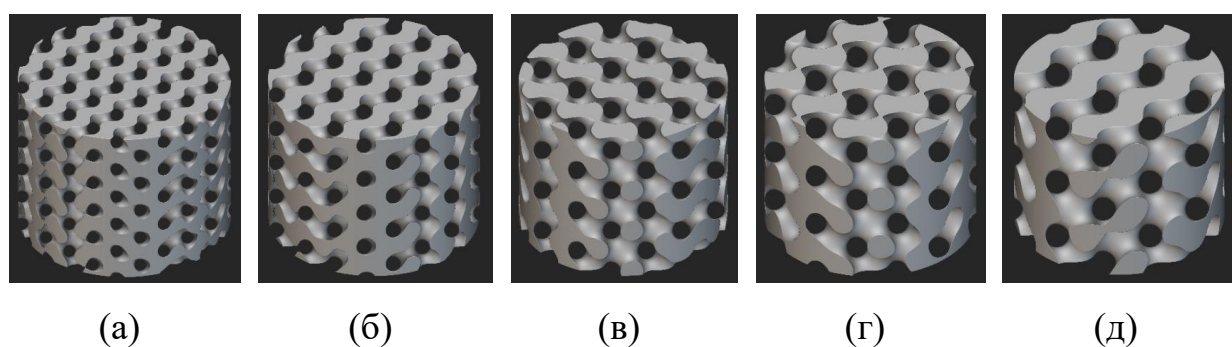
После 35 % деформации в мультиматериалах W-Cu наблюдались макротрещины, при этом структура сохранялась непрерывной. Макротрещины и неоднородности преимущественно появлялись в областях вольфрамовой матрицы (рисунок 51, б). Одним из основных результатов можно назвать изменение механизма разрушения с хрупкого (для чистого W) на пластичный в случае образцов W-Cu. Кроме того, было обнаружено, что несколько макротрещин в матрице W были заполнены медью во время пластической деформации (рисунок 51, б). Данное явление повышает пластичность мультиматериалов W-Cu и обеспечивает более высокую стабильность образцов.

3.4.2 Моделирование испытания на сжатие

Пористые структуры на основе ячеек гироида были разработаны в программе nTopology 5.9.2 (nTopology, США) как описано в разделе 3.2 об изготовлении каркасов. Изометрия геометрических фигур показана на рисунке 52. Геометрия образцов в формате CAD импортировалась в ПО Comsol Multiphysics (версия 6.2, Швеция).



(а) до испытания на сжатие, (б) после испытания на сжатие
 Рисунок – 51 СЭМ-изображения с соответствующим химическим отображением ЭДС для поперечных сечений W-Cu



(а) 2 мм, (б) 2,5 мм, (в) 3 мм, (г) 3,5 мм и (д) 4 мм
 Рисунок 52 – Изометрия образцов с размерами элементарной ячейки

Для получения графиков зависимостей, было проведено моделирование пластичности с учетом эквивалентного напряжения (σ_e) и пластической деформации (ε_{pe}). Моделирование было проведено на основе

теории текучести фон Мизеса и модели изотропного упрочнения Людвики ($\sigma_{ys} = \sigma_{ys0} + k(\varepsilon_{pe})^n$). Для моделирования упрочнения исходные данные (k: модуль прочности, n: показатель деформационного упрочнения) также были получены, путем преобразования зависимости напряжение-деформации и уравнения Холломоны ($\sigma = k(\varepsilon)^n$) в области пластической деформации для W-СЛС (из собственных исследований). Для меди использовались исходные данные стандартной отожженной меди согласно литературе [144, 145]. Все свойства материалов, использованных при моделировании, приведены в таблице 7.

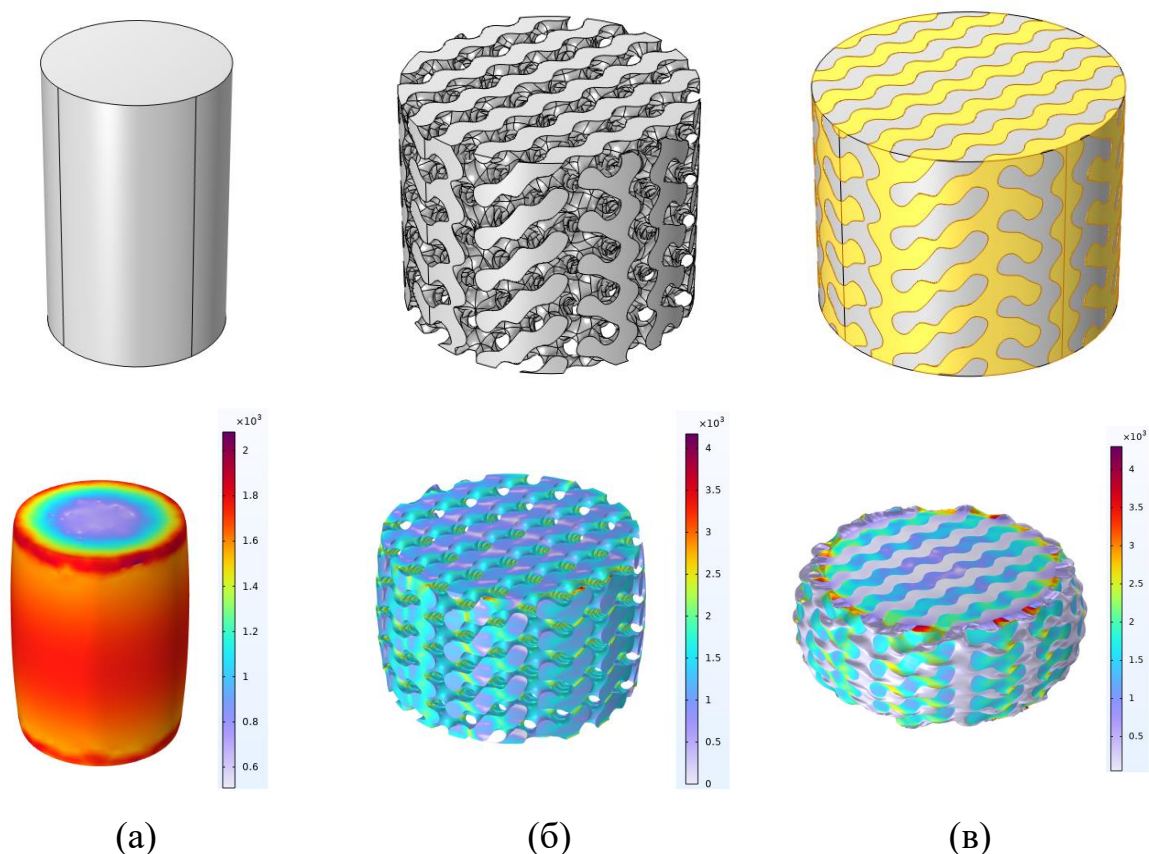
Таблица 7 – Исходные данные для моделирования испытания на сжатие

Материал/ Свойства	E (GPa)	ν	ρ (kg/m ³)	σ_{ys0} (MPa)	k (MPa)	n
W	360	0.28	18566	750	144	0.50
Cu	110	0.35	8960	45	325	0.54

E: модуль Юнга, ν : коэффициент Пуассона, ρ : плотность, σ_{ys0} : начальный предел текучести

Для моделирования процесса сжатия использовались различные моделей: объемные материалы, гироидные структуры и компоненты W-Cu. На рисунке 53 представлены результаты моделирования сжатия методом конечных элементов, по одному примеру для каждого, до и после сжатия с цветной иллюстрацией распределения напряжений.

На рисунке 54 приведены инженерные кривые “напряжение — деформация”, полученные в ходе численного моделирования методом конечных элементов (МКЭ) и экспериментальных испытаний (ЭКСП). На рисунке 54(а) сопоставлены характеристики сплошного вольфрама, пористого гироидного каркаса W2.0 и мультиматериала W-Cu2.0.

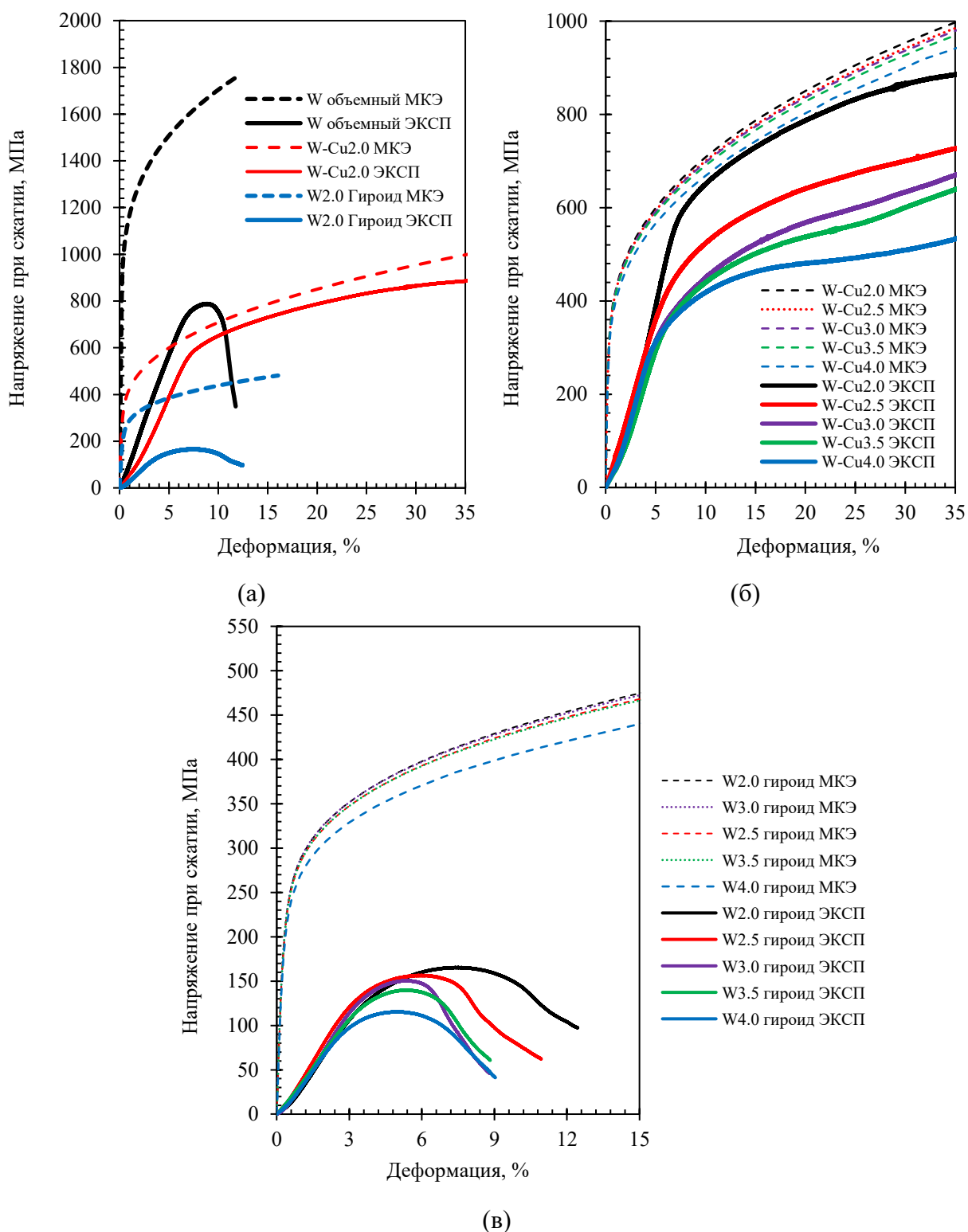


(а) сплошной материал, (б) гироидная структура, (в) мультиматериал до (верхний ряд) и после сжатия (нижний ряд)

Рисунок 53 – Модели МКЭ; распределение напряжений в мегапаскалях

Следует отметить, что используемая модель МКЭ не позволяет прогнозировать момент разрушения, вследствие чего на расчетных кривых отсутствует спад напряжения, что делает невозможным прямое определение предела прочности и относительного удлинения. По этой причине расчет был намеренно остановлен при достижении деформации, равной экспериментальному значению. Кривые, полученные при моделировании, демонстрируют те же тенденции, что и экспериментальные зависимости. Однако для образцов из чистого вольфрама МКЭ предсказывает предел при сжатии, примерно в два раза превышающий экспериментальные значения. Данное завышение обусловлено тем, что в численной модели не учитывались внутренние дефекты материала. Для мультиматериала, содержащего медь, расхождение между расчетом и экспериментом значительно меньше. Это объясняется тем, что микродефекты в вольфраме, обусловленные процессом СЛС, оказывают гораздо более критическое влияние на прочность по

сравнению с дефектами медной матрицы, формирующимися при инфильтрационном литье.



(а) характеристики W, W2.0 и W-Cu2.0; (б) сравнение образцов мультиматериалов; (в) сравнение гироидных каркасов

Рисунок 54 – Инженерные кривые «напряжение — деформация»: сопоставление результатов моделирования методом конечных элементов (МКЭ) с экспериментальными данными

Сравнение результатов для образцов W-Cu, полученных экспериментально и с помощью МКЭ приведено на рисунке 54(б). Как эксперимент, так и моделирование показывают одну тенденцию, чем мельче размер элементарной ячейки, тем выше устойчивость к сжатию. При моделировании влияние размера ячейки оказалось слабее, чем в экспериментах. Наконец, на рисунке 54(в) показана аналогичная зависимость прочности от размера гироидного элемента для структур с открытыми порами: чем меньше размер элементарной ячейки, тем выше прочность. Существует только одно исключение (размер элемента равен 3), которое может быть связано с ограничением метода по точности.

3.5 Теплофизические свойства

В диссертации рассматриваются тепловые характеристики компонентов такие, как коэффициент теплопроводности (k), температуропроводности (α) и удельная теплоемкость (C_p). Теплопроводность является основным фактором, определяющим эффективность теплопередачи конструкции КОП. Однако точная оценка теплофизических свойств многофазного материала является сложной задачей [146, 147].

Одним из простых методов является использование комбинаторных правил, это означает, что равные объемы структуры представляют равную эффективную теплопроводность структуры [148]. Другим методом является использование более сложных подходов, в которых теплопроводность рассматривается как функция, изменяющаяся экспоненциально в зависимости от положения и линейно/экспоненциально в зависимости от температуры с некоторыми неизвестными коэффициентами. Методика была адаптирована для анализа нелинейных функционально-градиентных материалов с помощью метода фундаментальных решений в сочетании с симплекс-методом Нелдера-Мида [149]. На ряду с теоретическими исследованиями, встречаются

экспериментальные работы в этой области [150-153], однако результаты сложно применимы для различных целей и условий эксплуатации [154].

Тепловое поведение материала описывается такими параметрами, как коэффициент теплопроводности и коэффициент температуропроводности. Если теплопроводность характеризует способность материала передавать тепло как в стационарном, так и в нестационарном режимах, то температуропроводность определяет скорость установления теплового равновесия и применяется исключительно для описания переходных (нестационарных) процессов. Взаимосвязь между этими величинами выражается следующим уравнением [155]:

$$\alpha = \frac{k}{\rho C_p} \quad (12)$$

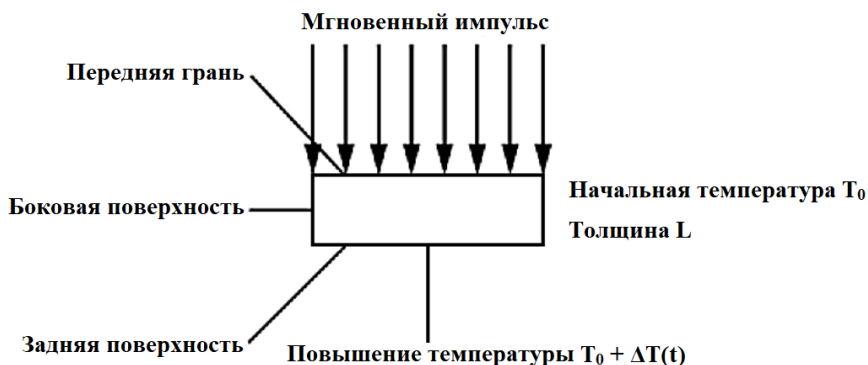
3.5.1 Исследование теплофизических свойств методом вспышки

Метод лазерной вспышки (МЛВ) – это экспериментальный метод, предложенный Паркером и др. [156] для измерения коэффициента теплопроводности, теплоемкости и температуропроводности. МЛВ изначально разработан для однородных и изотропных материалов, однако при определённых допущениях может быть распространён на макроскопически неоднородные среды, в том числе композиты и многокомпонентные материалы. Измерение коэффициента температуропроводности проводилось для твердых образцов вольфрама и мультиматериалов W-Cu методом лазерной вспышки с использованием LFA 457 (Netzsch, Германия). Лазерный луч был откалиброван таким образом, чтобы после вспышки на нижней поверхности образца энергия достигала значения 15 Дж. Измерения методом лазерной вспышки, как показано на рисунке 55, заключается в следующем: на поверхность объекта (обычно в форме диска) толщиной в несколько миллиметров подается импульс высокой интенсивности, в это время

термопара измеряет температуру задней поверхности и фиксируется время повышения температуры.



(а)



(б)

(а) оборудование LFA 457 (Netzsch, Германия), (б) схематическая иллюстрация стандарта ASTM E1461 [157]

Рисунок 55 – Метод вспышки

Каждый образец устанавливался в держатели диаметром 6,0 или 12,6 мм. Для получения температурной зависимости коэффициента температуропроводности образец нагревали в вакууме (1 Па) и измеряли 5 раз при каждой температуре. Диапазон температур был установлен равным [50, 100, 200, 300, ..., 800 °C]. Для расчета коэффициента температуропроводности был использован метод Коуэна. На рисунке 56 представлены температурные зависимости коэффициента теплопроводности для твердых W- и W-Cu мультиматериалов, измеренные МЛВ. Для W-Cu во всем диапазоне температур коэффициент теплопроводности выше, чем для чистого W.

Коэффициент температуропроводности зависит от размера элементарной ячейки W-Cu незначительно. Это объясняется обратной зависимостью геометрического отклонения от размера элементарной ячейки (площади поверхности). Увеличение поверхности W приводит к уменьшению объема для инфильтрации. Таким образом, образцы с меньшими размерами элементарных ячеек обладают меньшим значением коэффициента температуропроводности, так как уменьшается содержание меди. Изменение

коэффициента температуропроводности образцов W-Cu коррелирует с относительным отклонением плотности (2-7 %). Подводя итог, можно сделать вывод, что образец с наименьшим размером ячейки в 2 мм обладает улучшенными механическими свойствами и меньшей температуропроводностью, и наоборот.

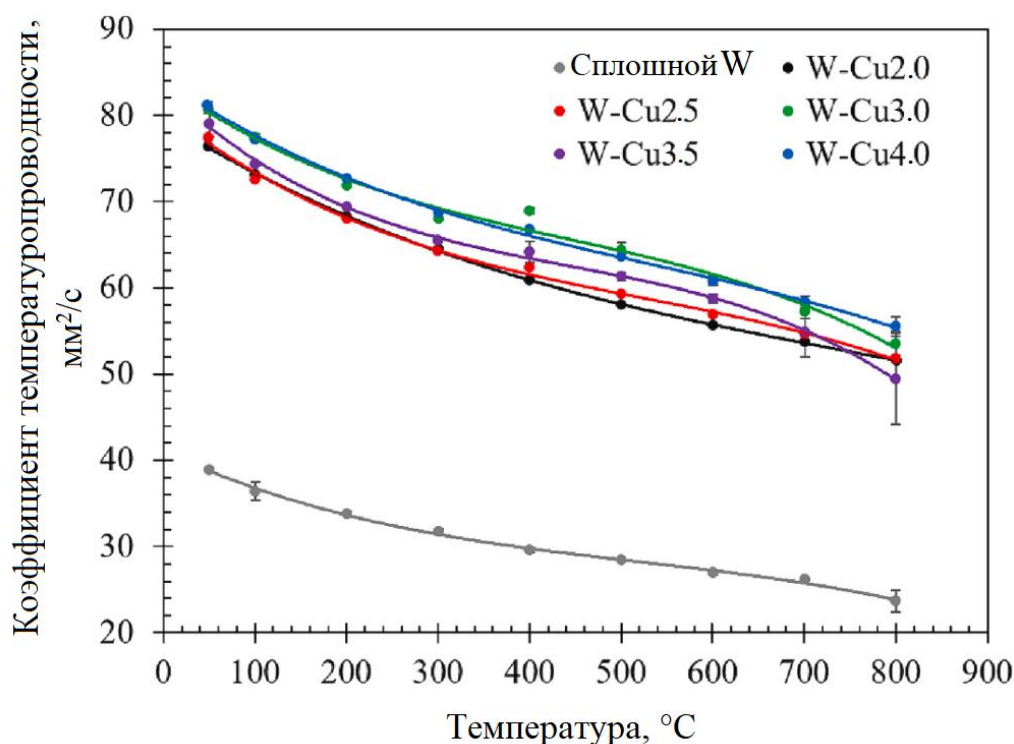


Рисунок 56 – Температурные зависимости коэффициента температуропроводности для W-СЛС и W-Cu

Температурный коэффициент температуропроводности ($\alpha_{diff} = \frac{\Delta\alpha}{\Delta T}$) для твердых W и W-Cu составляют 0,0155 и 0,0326 $\frac{\text{мм}^2}{\text{с К}}$ соответственно. Этот фактор следует учитывать при проектировании конструкций W-Cu для КОП. Возможности создания градиентных свойств в W-Cu мультиматериалах могут быть дополнительно расширены за счет изменения размера элементарной ячейки во всей структуре. Такой подход позволяет оценить целесообразность использования системы W-Cu.

3.5.2 Моделирование метода вспышки

Метод конечных элементов зарекомендовал себя как надежный инструмент для точного расчета теплофизических свойств широкого спектра материалов [158]. Таким образом, МКЭ используется в данном исследовании для моделирования метода вспышки и расчета эффективной температуропроводности для мультиматериала, изготовленного на основе вольфрамовой гироидной структуры, пропитанной медью. Для данных образцов проводится моделирование теплофизических свойств с целью расчета их температуропроводности, теплопроводности и теплоемкости в зависимости от температуры с помощью ПО Comsol Multiphysics (версия 6.2, Швеция). Определение данных свойств имеет решающее значение для КОП.

Следует отметить, что метод вспышки основан на предположении об одномерном и однонаправленном тепловом потоке. Метод вспышки был разработан в качестве усовершенствования по сравнению с традиционными методами, поскольку для него требуются образцы в форме дисков меньшего размера, толщиной 0,5-3 мм и поперечными размерами ~ 10 мм. Следует отметить, что в этом исследовании использовались цилиндры высотой 10 мм для пропускания импульса через несколько элементарных ячеек, чтобы проверить влияние конструкции элементарной ячейки на теплопроводность. Для проверки гипотезы об отсутствии влияния увеличенной высоты цилиндра на результаты эксперимента были проведены аналогичные эксперименты и моделирование на тонких образцах (толщиной 3 мм). Сравнение подтвердило гипотезу. Время измерения зависит от толщины образца и коэффициента температуропроводности и обычно составляет от 10 до 1000 миллисекунд.

В простейшем случае, когда можно предположить, что поверхности образца адиабатичны, а тепловой поток одномерен, коэффициент температуропроводности (α) связан с толщиной образца (L) и временем, необходимым для того, чтобы задняя поверхность образца поднялась до половины своей равновесной температуры ($t_{1/2}$).

$$\alpha \approx 0.1388 \frac{L^2}{t_{1/2}} \quad (13)$$

Хотя уравнение (13) справедливо только для однородных материалов, метод вспышки был применен и к гетерогенным материалам. Использование уравнения (13) для расчета коэффициент температуропроводности композита может привести к ошибкам из-за несоответствия предположению об однонаправленном тепловом потоке. В результате данные экспериментальных измерений для этих типов материалов требуют гораздо более точной интерпретации, чем для простых однородных материалов [159]. Для проверки предположения было проведено моделирование теплового потока W-Cu методом конечных элементов (рисунок 57). Замечено, что значительное количество тепла отводится прямо в противоположном направлении, что свидетельствует о соблюдении требования условия теплового потока.

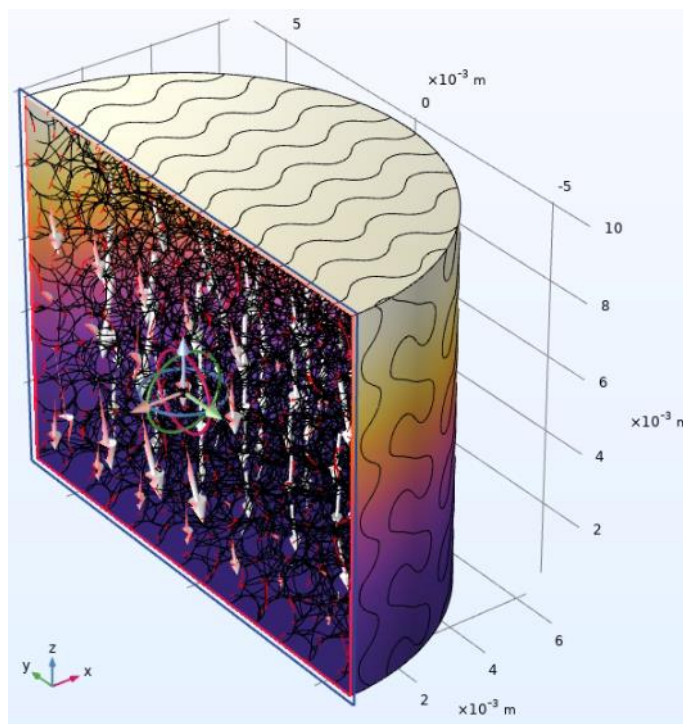


Рисунок 57 – Поперечное сечение образца W-Cu после воздействия теплового потока сверху с помощью COMSOL Multiphysics, направление теплового потока показано белыми стрелками

Для моделирования метода вспышки необходимые данные для W и Cu ($k(T)$, $C_p(T)$, $\rho(T)$) были взяты из литературы [3, 160]. Для исследования

температурной зависимости свойств ($\alpha(T)$, $k(T)$, $C_p(T)$) моделирование было проведено в диапазоне температур от 300 до 1200 К. Тепловой поток задавался гауссовой функцией импульса, как показано на рисунке 58. В модели принималось, что импульс подается на верхнюю поверхность, в то время как прочие поверхности были изолированы.

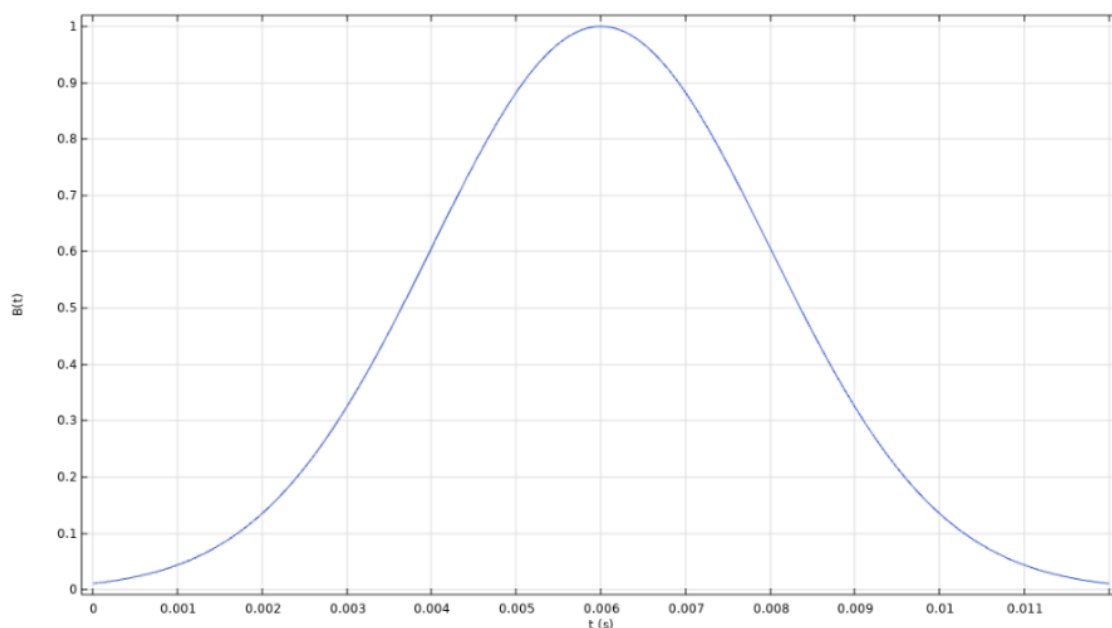
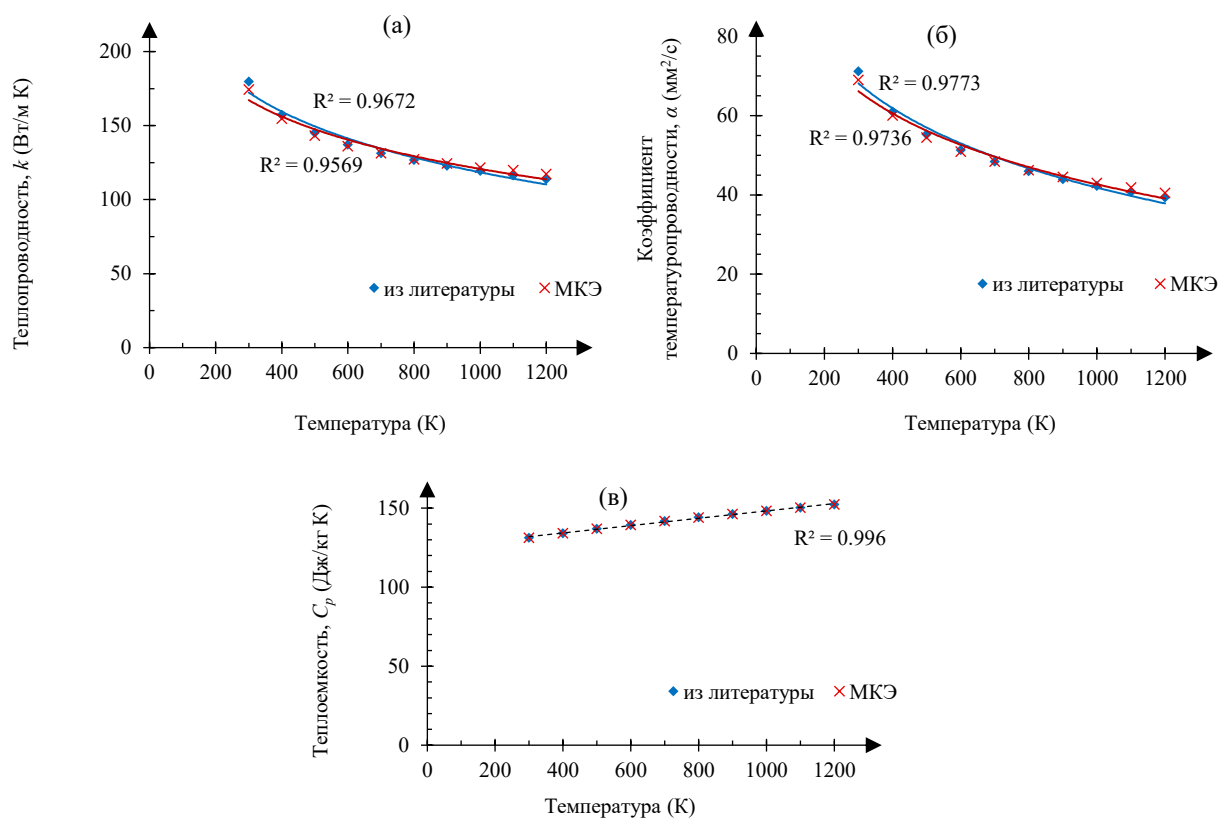
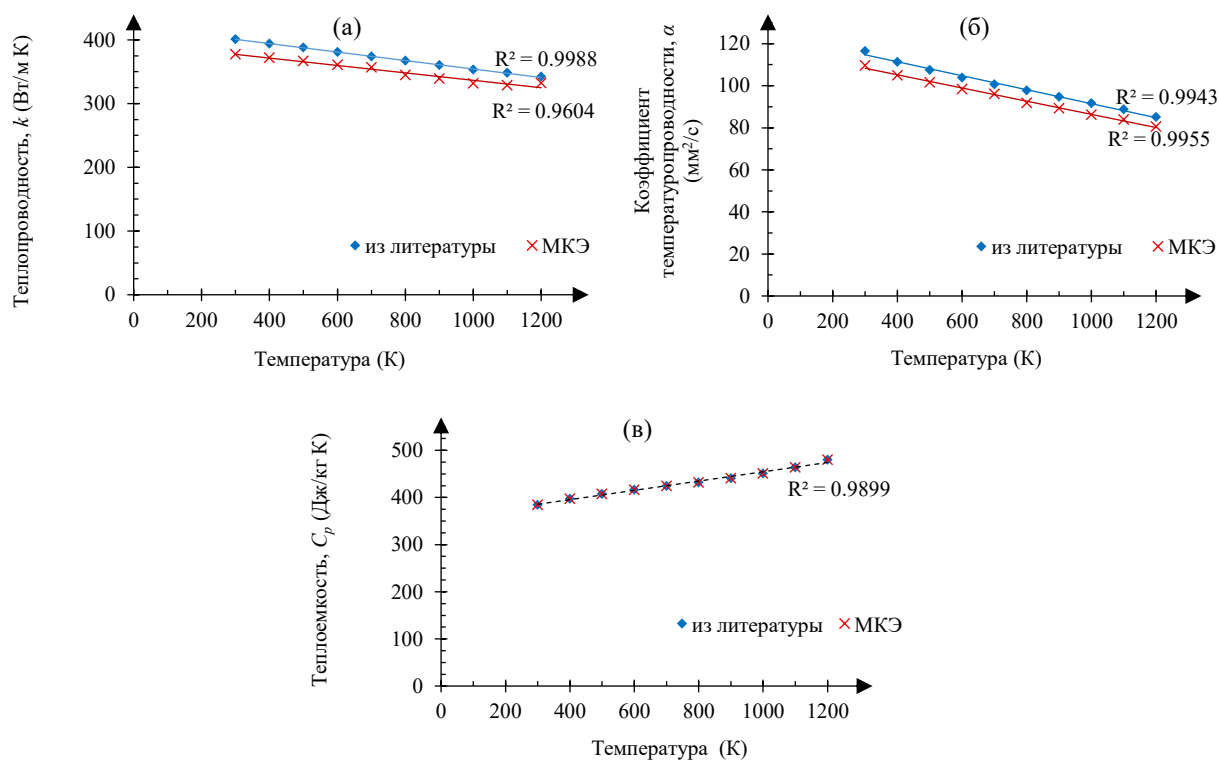


Рисунок 58 – Гауссова функция импульса, выбранная в качестве функции теплового потока при моделировании метода вспышки

Первоначально модель была апробирована на отдельных материалах. Сравнение полученных результатов с экспериментальными данными, приведенными в литературе (рисунки 59 и 60) для вольфрама и меди, свидетельствует о высокой точности модели. Хорошее совпадение аналитических и экспериментальных зависимостей указывает на то, что тепловой поток в исследуемом композите был преимущественно направленным [159].



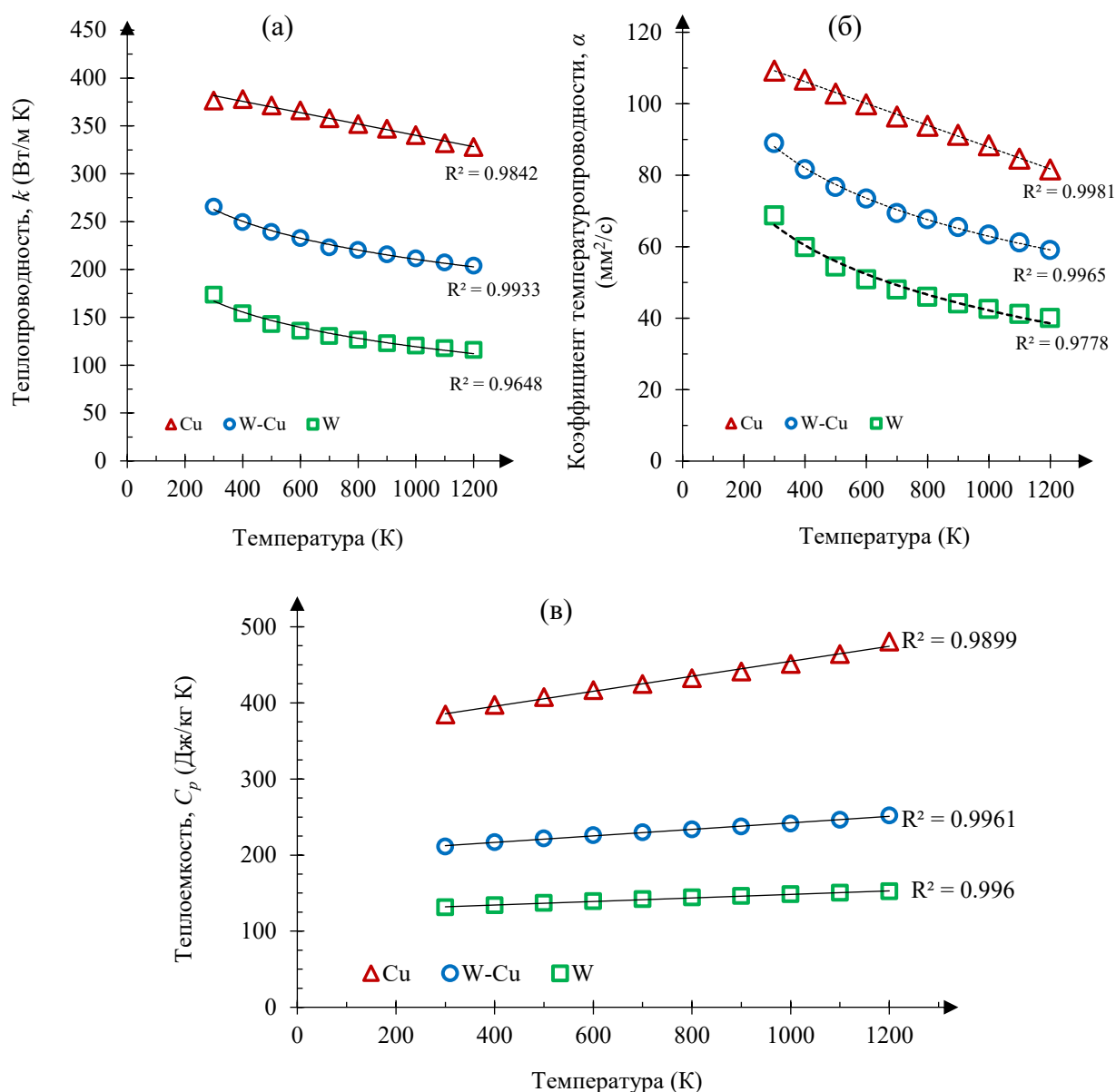
(а) k , логарифмический тренд, (б) α , логарифмический тренд, (в) C_p , линейный тренд
Рисунок 59 – Сравнение результатов, полученных по методу конечных элементов (МКЭ) с экспериментальными литературными данными для W



(а) k , (б) α , (в) C_p

Рисунок 60 – Сравнение результатов, полученных по методу конечных элементов (МКЭ) с экспериментальными литературными данными для меди, линейный тренд

На рисунке 61 представлены результаты моделирования образца W-Cu2.0. Данная модель применима и к остальным образцам, поскольку объемная доля каждого компонента в них составляет 50 %. Как можно заметить, характеристики композита зависят от соотношения фаз, однако эта зависимость не является прямой.



(а) k , логарифмический тренд для W и W-Cu, линейный тренд для Cu, (б) α , логарифмический тренд для W и W-Cu, линейный тренд для Cu, (в) C_p , линейный тренд
Рисунок 61 – Сравнение результатов, полученных по МКЭ для каждого компонента W-Cu

Сравнение результатов МКЭ с экспериментальными данными приведено на рисунке 62.

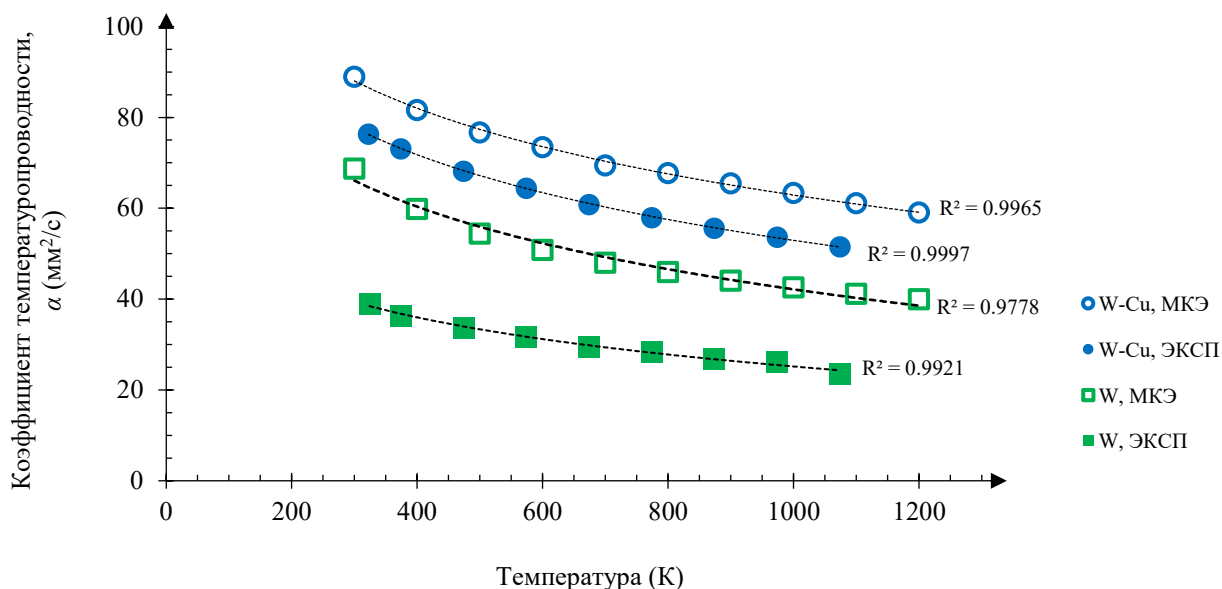


Рисунок 62 – Сравнение результатов МКЭ с экспериментальными данными

Температурная зависимость носит логарифмический характер. Обозначение «W, ЭКСП» относится к образцам вольфрама, изготовленным методом СЛС. Материал W-Cu изготовлен гибридным методом СЛС-инфильтрации (обозначается как «W-Cu, ЭКСП»). Как для одного материала, так и для мультиматериалов результат моделирования МКЭ существенно отличается от экспериментальных данных. Расхождение между результатами МКЭ и экспериментальными данными для чистого вольфрама выражено сильнее. Основной причиной этого могут быть дефекты структуры, характерные для СЛС (такие как пористость и микротрещины), которые снижают теплопроводность и, соответственно, коэффициент температуропроводности.

Выводы:

В данной диссертационной работе был применен системный подход для изучения влияния типа подложки и порошкового слоя на морфологию ванны расплава и одиночных дорожек после лазерного сканирования. Далее в данной работе были изучены сплошные образцы из вольфрама и гироидные каркасы консолидированные методом СЛС. На последнем этапе проводили исследования мультиматериалов W-Cu изготовленных с помощью инфильтрации меди в вольфрамовые каркасы. Механические и теплофизические свойства были изучены для трех групп образцов, а именно для сплошных вольфрама, гироидных структур и W-Cu мультиматериалов. На основании полученных результатов были сделаны следующие выводы:

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

2. Моделирование формирования ванны расплава на подложке с порошком вольфрама и без него показало, что добавление порошкового слоя увеличивает эффективный коэффициент абсорбции лазерного излучения до двух раз за счет дополнительных переотражений. Как следствие глубина и ширина переплавления значительно увеличиваются, что хорошо согласуется с экспериментальными данными ($> 72\%$). Однако, данный эффект становится все менее выраженным с ростом ЛПЭ за счет изменения механизма абсорбции

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

3. Относительная плотность в 96,7 % была достигнута для сплошных образцов из чистого вольфрама при оптимальных условиях СЛС: $P = 350$ Вт, $V = 400$ мм/с, $h = 60$ мкм, $t = 20$ мкм. Микротрещины присутствовали во всех проанализированных образцах из-за высоких остаточных напряжений. Самые низкие скорости сканирования (100-200 мм/с) приводили к уменьшению количества дефектов недостаточного сплавления; однако более крупные микротрещины снижали предел прочности при сжатии ($\sigma_{в.сж}$). Умеренная скорость сканирования в 400 мм/с позволила получить наиболее высокие механические свойства сплошных образцов вольфрама ($\sigma_{в.сж} = 789$ МПа).

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

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

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

Список использованных источников

1. Seyam, M.S., P. Koshy, and M.A. Elbestawi, *Laser Powder Bed Fusion of Unalloyed Tungsten: A Review of Process, Structure, and Properties Relationships*. Metals, 2022. **12**(2).
2. Lee, S.H., S.Y. Kwon, and H.J. Ham, *Thermal conductivity of tungsten–copper composites*. Thermochimica Acta, 2012. **542**: p. 2–5.
3. Tolias, P., *Analytical expressions for thermophysical properties of solid and liquid tungsten relevant for fusion applications*. Nuclear Materials and Energy, 2017. **13**: p. 42–57.
4. You, J.H., et al., *Progress in the initial design activities for the European DEMO divertor: Subproject “Cassette”*. Fusion Engineering and Design, 2017. **124**: p. 364–370.
5. Di Maio, P.A., et al., *Thermal-hydraulic behaviour of the DEMO divertor plasma facing components cooling circuit*. Fusion Engineering and Design, 2017. **124**: p. 415–419.
6. You, J.H., et al., *European divertor target concepts for DEMO: Design rationales and high heat flux performance*. Nuclear Materials and Energy, 2018. **16**: p. 1–11.
7. Nastasi, M., et al., *Stability of amorphous Cu/Ta and Cu/W alloys*. Journal of Applied Physics, 1985. **58**(8): p. 3052–3058.
8. Hussain, M., et al., *A Review on the Additive Manufacturing of W-Cu Composites*. Metals, 2025. **15**(2).
9. Merola, M., et al., *ITER plasma-facing components*. Fusion Engineering and Design, 2010. **85**(10-12): p. 2312–2322.
10. You, J.-H., *A review on two previous divertor target concepts for DEMO: mutual impact between structural design requirements and materials performance*. Nuclear Fusion, 2015. **55**(11): p. 113026.
11. You, J.H. and H. Bolt, *Analysis of singular interface stresses in dissimilar material joints for plasma facing components*. Journal of Nuclear Materials, 2001. **299**(1): p. 1–8.
12. Loh, G.H., et al., *An overview of functionally graded additive manufacturing*. Additive Manufacturing, 2018. **23**: p. 34–44.
13. Wei, C., et al., *Embedding anti-counterfeiting features in metallic components via multiple material additive manufacturing*. Additive Manufacturing, 2018. **24**: p. 1–12.
14. Pant, H., et al., *Applications of wire arc additive manufacturing (WAAM) for aerospace component manufacturing*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2023. **127**(11-12): p. 4995–5011.
15. Liu, Z.H., et al., *Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy*. Materials Characterization, 2014. **94**: p. 116–125.

16. Mumtaz, K.A. and N. Hopkinson, *Laser melting functionally graded composition of Waspaloy® and Zirconia powders*. Journal of Materials Science, 2007. **42**(18): p. 7647–7656.
17. Sing, S.L., et al., *Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Intermetallic phase formation between AlSi10Mg and C18400 copper alloy*. Materials Characterization, 2015. **107**: p. 220–227.
18. Tan, C., K. Zhou, and T. Kuang, *Selective laser melting of tungsten-copper functionally graded material*. Materials Letters, 2019. **237**: p. 328–331.
19. Koopmann, J., J. Voigt, and T. Niendorf, *Additive Manufacturing of a Steel–Ceramic Multi-Material by Selective Laser Melting*. Metallurgical and Materials Transactions B, 2019. **50**(2): p. 1042–1051.
20. Kang, N., et al., *A novel approach to in-situ produce functionally graded silicon matrix composite materials by selective laser melting*. Composite Structures, 2017. **172**: p. 251–258.
21. Liou, Y.C.a.F.W. *Additive Manufacturing of Metal Functionally Graded Materials: A Review*. in *Proceedings of the 29th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. 2018. University of Texas at Austin: Intelligent Systems Center.
22. Wei, C., et al., *Multi-material additive-manufacturing of tungsten - copper alloy bimetallic structure with a stainless-steel interlayer and associated bonding mechanisms*. Additive Manufacturing, 2022. **50**.
23. Chadha, U., et al., *Performance evaluation of 3D printing technologies: a review, recent advances, current challenges, and future directions*. Progress in Additive Manufacturing, 2022. **7**(5): p. 853–886.
24. Madhavadas, V., et al., *A review on metal additive manufacturing for intricately shaped aerospace components*. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 2022. **39**: p. 18–36.
25. Liu, Y., et al., *Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder*. Materials & Design, 2015. **87**: p. 797–806.
26. Kruth, J.P., et al., *Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing*. CIRP Annals, 2007. **56**(2): p. 730–759.
27. Murr, L.E., et al., *Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies*. Journal of Materials Science & Technology, 2012. **28**(1): p. 1–14.
28. Contuzzi, N., S. Campanelli, and A. Ludovico, *3 d finite element analysis in the selective laser melting process*. International Journal of Simulation Modelling, 2011. **10**(3): p. 113–121.
29. Sing, S.L., et al., *Laser and electron-beam powder-bed additive manufacturing of metallic implants: A review on processes, materials and designs*. J Orthop Res, 2016. **34**(3): p. 369–85.
30. Zhang, J., et al., *A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends*. Journal of Materials Science & Technology, 2019. **35**(2): p. 270–284.

31. Zhang, Y., et al., *Amorphous alloy strengthened stainless steel manufactured by selective laser melting: Enhanced strength and improved corrosion resistance*. Scripta Materialia, 2018. **148**: p. 20–23.
32. Yang, Y., et al., *Accuracy and density optimization in directly fabricating customized orthodontic production by selective laser melting*. Rapid Prototyping Journal, 2012. **18**(6): p. 482–489.
33. Song, B., et al., *Fabrication of NiCr alloy parts by selective laser melting: Columnar microstructure and anisotropic mechanical behavior*. Materials & Design, 2014. **53**: p. 1–7.
34. Costa, M.M., et al., *Multi-material NiTi-PEEK hybrid cellular structures by Selective Laser Melting and Hot Pressing: Tribological characterization*. Tribology International, 2021. **156**.
35. Patil, Y., et al., *Powder feeding mechanisms in additive manufacturing: a review*. Advances in Lightweight Materials and Structures: Select Proceedings of ICALMS 2020, 2020: p. 673–681.
36. Metel, A.S., et al. *Power Density Distribution for Laser Additive Manufacturing (SLM): Potential, Fundamentals and Advanced Applications*. Technologies, 2019. **7**, DOI: 10.3390/technologies7010005.
37. Mohamed, O.A., S.H. Masood, and W. Xu, *Nickel-titanium shape memory alloys made by selective laser melting: a review on process optimisation*. Advances in Manufacturing, 2022. **10**(1): p. 24–58.
38. Wang, D., et al., *Recent progress on additive manufacturing of multi-material structures with laser powder bed fusion*. Virtual and Physical Prototyping, 2022. **17**(2): p. 329–365.
39. Yap, C.Y., et al., *Review of selective laser melting: Materials and applications*. Applied Physics Reviews, 2015. **2**(4).
40. Rahmani, R., et al., *Overview of Selective Laser Melting for Industry 5.0: Toward Customizable, Sustainable, and Human-Centric Technologies*. Machines, 2023. **11**(5).
41. Wei, C., et al., *An overview of laser-based multiple metallic material additive manufacturing: from macro- to micro-scales*. International Journal of Extreme Manufacturing, 2020. **3**(1).
42. Rankouhi, B., et al., *Characterization of multi-material 316L-Hastelloy X fabricated via laser powder-bed fusion*. Materials Science and Engineering: A, 2022. **837**.
43. Wei, C., et al., *Additive Manufacturing of Horizontal and 3D Functionally Graded 316L/Cu10Sn Components via Multiple Material Selective Laser Melting*. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2019. **141**(8).
44. Rankouhi, B., et al., *Compositional grading of a 316L-Cu multi-material part using machine learning for the determination of selective laser melting process parameters*. Additive Manufacturing, 2021. **38**.
45. Kavousi Sisi, A., et al., *Functionally graded multi-materials by laser powder bed fusion: a review on experimental studies*. Progress in Additive Manufacturing, 2024.

46. Yan, L., Y. Chen, and F. Liou, *Additive manufacturing of functionally graded metallic materials using laser metal deposition*. Additive Manufacturing, 2020. **31**: p. 100901.
47. Zhang, R., et al., *Review of Additive Manufacturing Techniques for Large-Scale Metal Functionally Graded Materials*. Crystals, 2022. **12**(6).
48. Mussatto, A., *Research progress in multi-material laser-powder bed fusion additive manufacturing: A review of the state-of-the-art techniques for depositing multiple powders with spatial selectivity in a single layer*. Results in Engineering, 2022. **16**.
49. Han, C., et al., *Titanium/hydroxyapatite (Ti/HA) gradient materials with quasi-continuous ratios fabricated by SLM: Material interface and fracture toughness*. Materials & Design, 2018. **141**: p. 256–266.
50. Zhang, B., et al., *Additive Manufacturing of Functionally Graded Material Objects: A Review*. Journal of Computing and Information Science in Engineering, 2018. **18**(4).
51. Venkata Karthik Nadimpalli, T.D., Emilie Hørdum Valente, Sankhya Mohanty, David Bue Pedersen, *Multi-material additive manufacturing of steels using laser powder bed fusion*, in *euspen's 19th International Conference & Exhibition* R.K.L. C. Nisbet, D. Billington, D. Phillips Editor. 2019, The European Society for Precision Engineering and Nanotechnology: Spain. p. 240–243.
52. Bai, Y., et al., *Dual interfacial characterization and property in multi-material selective laser melting of 316L stainless steel and C52400 copper alloy*. Materials Characterization, 2020. **167**.
53. Wen, Y., et al., *Laser powder bed fusion of compositionally graded CoCrMo-Inconel 718*. Additive Manufacturing, 2021. **40**.
54. Nadimpalli, V.K., et al., *Interface engineering of functionally graded steel-steel composites by laser powder bed fusion*. Manufacturing Letters, 2021. **28**: p. 46–49.
55. Lesko, C., et al., *Functionally Graded Titanium–Tantalum in the Horizontal Direction Using Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing*. Jom, 2021. **73**(10): p. 2878–2884.
56. Beal, V.E., et al., *The effect of scanning strategy on laser fusion of functionally graded H13/Cu materials*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2006. **30**(9-10): p. 844–852.
57. Yin, S., et al., *Hybrid additive manufacturing of Al-Ti6Al4V functionally graded materials with selective laser melting and cold spraying*. Journal of Materials Processing Technology, 2018. **255**: p. 650–655.
58. Bartolomeu, F., et al., *Additive manufacturing of NiTi-Ti6Al4V multi-material cellular structures targeting orthopedic implants*. Optics and Lasers in Engineering, 2020. **134**.
59. Narvan, M., et al., *Laser powder bed fusion of functionally graded bi-materials: Role of VC on functionalizing AISI H13 tool steel*. Materials & Design, 2021. **201**.

60. Ghoncheh, M.H., et al., *On the solidification characteristics, deformation, and functionally graded interfaces in additively manufactured hybrid aluminum alloys*. International Journal of Plasticity, 2020. **133**.
61. Tan, C., et al., *Additive manufacturing of steel–copper functionally graded material with ultrahigh bonding strength*. Journal of Materials Science & Technology, 2021. **72**: p. 217–222.
62. Borisov, E., et al., *Structure and Properties of Ti/Ti64 Graded Material Manufactured by Laser Powder Bed Fusion*. Materials (Basel), 2021. **14**(20).
63. Mao, S., et al., *Effects of process parameters on interfacial characterization and mechanical properties of 316L/CuCrZr functionally graded material by selective laser melting*. Journal of Alloys and Compounds, 2022. **899**.
64. Hu, Z., et al., *Functionally graded materials with grain-size gradients and heterogeneous microstructures achieved by additive manufacturing*. Scripta Materialia, 2023. **226**.
65. Ghanavati, R., et al., *Design and development of SS316L-IN718 functionally graded materials via laser powder bed fusion*. Materials Letters, 2023. **349**.
66. Zhang, X., et al., *Additive manufacturing of three-dimensional metal-glass functionally gradient material components by laser powder bed fusion with in situ powder mixing*. Additive Manufacturing, 2020. **33**.
67. Chueh, Y.-H., et al., *Additive Manufacturing of Polymer-Metal/Ceramic Functionally Graded Composite Components via Multiple Material Laser Powder Bed Fusion*. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2020. **142**(5).
68. Wang, D., et al., *Interface microstructure and mechanical properties of selective laser melted multilayer functionally graded materials*. Journal of Central South University, 2021. **28**(4): p. 1155–1169.
69. Wits, W.W. and E. Amsterdam, *Graded structures by multi-material mixing in laser powder bed fusion*. CIRP Annals, 2021. **70**(1): p. 159–162.
70. Gu, H., et al., *Numerical and experimental study of molten pool behaviour and defect formation in multi-material and functionally graded materials laser powder bed fusion*. Advanced Powder Technology, 2021. **32**(11): p. 4303–4321.
71. Schneck, M., et al., *Capability of Multi-Material Laser-Based Powder Bed Fusion—Development and Analysis of a Prototype Large Bore Engine Component*. Metals, 2021. **12**(1).
72. Walker, J., et al., *Multi-material laser powder bed fusion additive manufacturing in 3-dimensions*. Manufacturing Letters, 2022. **31**: p. 74–77.
73. Wei, C., et al., *Cu10Sn to Ti6Al4V bonding mechanisms in laser-based powder bed fusion multiple material additive manufacturing with different build strategies*. Additive Manufacturing, 2022. **51**.
74. Daram, P., T. Hiroto, and M. Watanabe, *Microstructure and phase evolution of functionally graded multi-materials of Ni–Ti alloy fabricated by laser powder bed fusion process*. Journal of Materials Research and Technology, 2023. **23**: p. 5559–5572.

75. Mehrpouya, M., et al., *Multimaterial powder bed fusion techniques*. Rapid Prototyping Journal, 2022. **28**(11): p. 1–19.
76. Mercelis, P. and J.P. Kruth, *Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting*. Rapid Prototyping Journal, 2006. **12**(5): p. 254–265.
77. Tan, C., et al., *Selective laser melting of high-performance pure tungsten: parameter design, densification behavior and mechanical properties*. Science and Technology of Advanced Materials, 2018. **19**(1): p. 370–380.
78. Chueh, Y.-H., et al., *Additive manufacturing of hybrid metal/polymer objects via multiple-material laser powder bed fusion*. Additive Manufacturing, 2020. **36**: p. 101465.
79. Hamidi, A.G., H. Arabi, and S. Rastegari, *Tungsten–copper composite production by activated sintering and infiltration*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2011. **29**(4): p. 538–541.
80. Gupta, V.K., et al., *Thin intergranular films and solid-state activated sintering in nickel-doped tungsten*. Acta Materialia, 2007. **55**(9): p. 3131–3142.
81. Campbell, S.A., et al., *Corrosion and Galvanic Compatibility Studies of a High-Strength Copper-Nickel Alloy*. CORROSION, The Journal of Science and Engineering, 2002. **58**(1): p. 57–71.
82. Old, C.F., *Liquid metal embrittlement of nuclear materials*. Journal of Nuclear Materials, 1980. **92**(1): p. 2–25.
83. Wang, C.P., et al., *Formation of core-type macroscopic morphologies in Cu-Fe base alloys with liquid miscibility gap*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2004. **35**(4): p. 1243–1253.
84. Nakagawa, Y., *Liquid immiscibility in copper-iron and copper-cobalt systems in the supercooled state*. Acta Metallurgica, 1958. **6**(11): p. 704–711.
85. de Macedo, H.R., A.G.P. da Silva, and D.M.A. de Melo, *The spreading of cobalt, nickel and iron on tungsten carbide and the first stage of hard metal sintering*. Materials Letters, 2003. **57**(24): p. 3924–3932.
86. Braun, J., et al., *Molybdenum and tungsten manufactured by selective laser melting: Analysis of defect structure and solidification mechanisms*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2019. **84**: p. 104999.
87. Giannattasio, A., et al., *Brittle–ductile transitions in polycrystalline tungsten*. Philosophical Magazine, 2010. **90**(30): p. 3947–3959.
88. Ren, C., et al., *Methods for improving ductility of tungsten - A review*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2018. **75**: p. 170–183.
89. Müller, A.v., et al., *Additive manufacturing of pure tungsten by means of selective laser beam melting with substrate preheating temperatures up to 1000 °C*. Nuclear Materials and Energy, 2019. **19**: p. 184–188.
90. Kinefuchi, K., et al., *Additive-manufactured single-piece thin multi-layer tungsten heater for an electrothermal thruster*. Rev Sci Instrum, 2021. **92**(11): p. 114501.
91. Li, K.-L., et al., *A review of tungsten fabricated via laser powder bed fusion*. Tungsten, 2021. **3**(2): p. 218–233.

92. Chernyshikhin, S.V., et al., *Mechanical and thermal properties of Gyroid-based W Cu composites produced via laser powder bed fusion assisted by infiltration*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2024. **122**.
93. Müller, A.v., et al., *Progress in additive manufacturing of pure tungsten for plasma-facing component applications*. Journal of Nuclear Materials, 2022. **566**.
94. Li, H., B.-M. Roh, and X. Xiao, *In-situ laser powder bed fusion: real-time assessment of residual stress through thermal gradient analysis*. International Journal on Interactive Design and Manufacturing (IJIDeM), 2024. **19**(7): p. 5417–5430.
95. Howard, L., G.D. Parker, and X.Y. Yu, *Progress and Challenges of Additive Manufacturing of Tungsten and Alloys as Plasma-Facing Materials*. Materials (Basel), 2024. **17**(9).
96. Hekmatjou, H., et al., *Layerwise rolling in laser powder bed fusion of tungsten refractory materials: Effects and mechanisms*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2025. **132**.
97. Ramakrishnan, T., et al., *Crack-Free Tungsten Fabricated via Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing*. Advanced Functional Materials, 2023. **34**(12).
98. Verma, K.K., et al., *Effect of rhenium on evolution of microstructure in tungsten-rhenium fabricated by laser powder bed fusion*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2025. **128**.
99. Xu, H., et al., *Synergistic crack suppression in laser powder bed fusion of tungsten via low-alloying, process optimization and post-treatment*. Materials Science and Engineering: A, 2025. **947**.
100. Chen, J., et al., *Cracking mechanisms in additively manufactured pure tungsten from printing single tracks, thin walls and cubes*. Materials & Design, 2023. **234**.
101. Guo, M., et al., *Formation of scanning tracks during Selective Laser Melting (SLM) of pure tungsten powder: Morphology, geometric features and forming mechanisms*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2019. **79**: p. 37–46.
102. Rebesan, P., et al., *Tungsten Fabricated by Laser Powder Bed Fusion*. BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 2021. **166**(5): p. 263–269.
103. Ren, X., et al., *Effects of processing parameters on the densification, microstructure and mechanical properties of pure tungsten fabricated by optimized selective laser melting: From single and multiple scan tracks to bulk parts*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2021. **96**.
104. Sharma, S., et al., *Laser based additive manufacturing of tungsten: Multi-scale thermo-kinetic and thermo-mechanical computational model and experiments*. Acta Materialia, 2023. **259**.

105. Wang, M., et al., *Molten pool behaviors and printability of tungsten anti-scattering grids with extremely thin wall thickness fabricated via laser powder bed fusion*. Additive Manufacturing, 2024. **94**.
106. Kavousi Sisi, A., et al., *A new approach for single track consolidation analysis in laser powder bed fusion of pure tungsten*. Journal of Alloys and Compounds, 2026. **1062**.
107. Qin, E., et al., *Simulation and Experimental Investigation on Additive Manufacturing of Highly Dense Pure Tungsten by Laser Powder Bed Fusion*. Materials (Basel), 2024. **17**(16).
108. Karra, V., et al., *Solidification cracking of laser melted commercial-purity tungsten*. Sci Rep, 2025. **15**(1): p. 42578.
109. Wang, C., et al., *Microstructures, Thermal and Mechanical Properties of Pure Tungsten—A Comparison Between Selective Laser Melting and Hot Rolling*. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2022. **35**(1).
110. Zakirov, A., et al., *Predictive modeling of laser and electron beam powder bed fusion additive manufacturing of metals at the mesoscale*. Additive Manufacturing, 2020. **35**.
111. Nakapkin, D.S., et al. *Finding optimal parameter ranges for laser powder bed fusion with predictive modeling at mesoscale*. in *Sim-AM 2019: II International Conference on Simulation for Additive Manufacturing*. 2019. CIMNE.
112. Korneev, B., et al., *A numerical study of powder wetting influence on the morphology of laser powder bed fusion manufactured thin walls*. Additive Manufacturing, 2023. **74**.
113. Korneev, B., et al., *Spot melting improves the morphology of ultrathin wall builds: a numerical study*. Progress in Additive Manufacturing, 2025. **10**(12): p. 10477–10485.
114. Bogdanova, M., et al., *Mesoscale Simulation of Laser Powder Bed Fusion with an Increased Layer Thickness for AlSi10Mg Alloy*. Journal of Manufacturing and Materials Processing, 2024. **8**(1).
115. Qin, Y., et al., *Light absorption of W-Cu powders in laser powder bed fusion*. Optics & Laser Technology, 2023. **162**.
116. Wei, L.C., et al., *Thermal conductivity of metal powders for powder bed additive manufacturing*. Additive Manufacturing, 2018. **21**: p. 201–208.
117. Trapp, J., et al., *In situ absorptivity measurements of metallic powders during laser powder-bed fusion additive manufacturing*. Applied Materials Today, 2017. **9**: p. 341–349.
118. Tolias, P. and E.M. Team, *Analytical expressions for thermophysical properties of solid and liquid tungsten relevant for fusion applications*. Nuclear materials and energy, 2017. **13**: p. 42–57.
119. Nikam, S.H., J. Quinn, and S. McFadden, *A simplified thermal approximation method to include the effects of Marangoni convection in the melt pools of processes that involve moving point heat sources*. Numerical Heat Transfer, Part A: Applications, 2021. **79**(7): p. 537–552.

120. Zakirov, A., et al., *KiSSAM: efficient simulation of melt pool dynamics during PBF using GPUs*. Progress in Additive Manufacturing, 2024. **9**(5): p. 1491–1508.
121. Chatterjee, D. and S. Chakraborty, *A hybrid lattice Boltzmann model for solid–liquid phase transition in presence of fluid flow*. Physics Letters A, 2006. **351**(4-5): p. 359–367.
122. Attar, E. and C. Körner, *Lattice Boltzmann model for thermal free surface flows with liquid–solid phase transition*. International Journal of Heat and Fluid Flow, 2011. **32**(1): p. 156–163.
123. Sukop, M.C. and D.T. Thorne Jr, *Lattice Boltzmann modeling: an introduction for geoscientists and engineers*. 2006: Springer.
124. Mohan Krishna Sai, M. and A. Mandal, *Prediction of laser process parameters for diverse melting regimes in laser powder bed fusion process through normalized enthalpy framework*. Optics & Laser Technology, 2025. **192**.
125. Butler, B.G., et al., *Mechanisms of deformation and ductility in tungsten – A review*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2018. **75**: p. 248–261.
126. Chen, J., et al., *The effect of hot isostatic pressing on thermal conductivity of additively manufactured pure tungsten*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2020. **87**.
127. Wang, D., et al., *Dense Pure Tungsten Fabricated by Selective Laser Melting*. Applied Sciences, 2017. **7**(4).
128. Wen, S., et al., *High-density tungsten fabricated by selective laser melting: Densification, microstructure, mechanical and thermal performance*. Optics & Laser Technology, 2019. **116**: p. 128–138.
129. Sidambe, A.T., et al., *Effect of processing parameters on the densification, microstructure and crystallographic texture during the laser powder bed fusion of pure tungsten*. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2019. **78**: p. 254–263.
130. Zhou, Z., et al., *Grain structure and cracks behaviors of tungsten with different geometrical shapes and support structure prepared by laser powder bed fusion*. Journal of Manufacturing Processes, 2022. **82**: p. 253–264.
131. Chen, C., et al., *Residual stress of typical parts in laser powder bed fusion*. Journal of Manufacturing Processes, 2020. **59**: p. 621–628.
132. Song, J., et al., *Understanding processing parameters affecting residual stress in selective laser melting of Inconel 718 through numerical modeling*. Journal of Materials Research, 2019. **34**(08): p. 1395–1404.
133. Mamuti, M., L. Chao, and Z. Tian, *2.5D porous structure design based on principal stress line*. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, 2023. **45**(10).
134. Chernyshikhin, S.V., et al., *In-plane measurements and computational fluid dynamics prediction of permeability for biocompatible NiTi gyroid scaffolds fabricated via laser powder bed fusion*. International Journal of Bioprinting, 2023. **10**(1): p. 0119.

135. Lumba, L.T., et al., *The assessment of permeability of biological implant structure using DLP-manufactured TPMS lattice physical models*. Materials Today: Proceedings, 2023.
136. Matthews, M.J., et al., *Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes*. Acta Materialia, 2016. **114**: p. 33–42.
137. Gibson, L.J., *Cellular Solids*. MRS Bulletin, 2003. **28**(4): p. 270–274.
138. Yan, C., et al., *Chapter 3 - Metal alloys uniform TPMS structures*, in *Triply Periodic Minimal Surface Lattices Additively Manufactured by Selective Laser Melting*. 2021, Academic Press. p. 39–130.
139. Zhang, Y., et al., *The influence of pre-sintering temperature on the microstructure and properties of infiltrated ultrafine-grained tungsten-copper composites*. Journal of Alloys and Compounds, 2020. **823**.
140. Zhou, Q. and P. Chen, *Fabrication of W–Cu composite by shock consolidation of Cu-coated W powders*. Journal of Alloys and Compounds, 2016. **657**: p. 215–223.
141. Zhang, Q., S. Liang, and L. Zhuo, *Ultrafine-grained W–25 wt-% Cu composite with superior high-temperature characteristics*. Materials Science and Technology, 2017. **33**(17): p. 2071–2077.
142. Han, T., et al., *W–Cu composites with excellent comprehensive properties*. Composites Part B: Engineering, 2022. **233**.
143. Renshaw, C.E. and E.M. Schulson, *Universal behaviour in compressive failure of brittle materials*. Nature, 2001. **412**(6850): p. 897–900.
144. Callister, W.D. and D.G. Rethwisch, *Fundamentals of materials science and engineering*. 2022: John Wiley & Sons.
145. Kalpakjian, S. and S. Schmid, *Manufacturing engineering and technology*. Sekar, KV ed. ed: Prentice Hall, Pearson Education South Asia Pte Ltd., Singapore, 2014.
146. Li, K.-Q., D.-Q. Li, and Y. Liu, *Meso-scale investigations on the effective thermal conductivity of multi-phase materials using the finite element method*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2020. **151**.
147. Akiyoshi, M., et al., *Thermal diffusivity of irradiated tungsten and tungsten-rhenium alloys*. Journal of Nuclear Materials, 2021. **543**.
148. Wang, J., et al., *A new approach to modelling the effective thermal conductivity of heterogeneous materials*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2006. **49**(17-18): p. 3075–3083.
149. Chen, B., W. Chen, and X. Wei, *Characterization of space-dependent thermal conductivity for nonlinear functionally graded materials*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2015. **84**: p. 691–699.
150. Zhang, X., H. Gu, and M. Fujii, *Experimental Study on the Effective Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity of Nanofluids*. International Journal of Thermophysics, 2006. **27**(2): p. 569–580.
151. Opoku, A., et al., *Thermal conductivity and thermal diffusivity of timothy hay*. Canadian Biosystems Engineering, 2006. **48**: p. 3.

152. Cernuschi, F., et al., *Thermal Diffusivity Measurements by Photothermal and Thermographic Techniques*. International Journal of Thermophysics, 2004. **25**(2): p. 439–457.
153. Cernuschi, F., et al., *In-plane thermal diffusivity evaluation by infrared thermography*. Review of Scientific Instruments, 2001. **72**(10): p. 3988–3995.
154. Jiang, F. and A.C.M. Sousa, *Effective thermal conductivity of heterogeneous multi-component materials: an SPH implementation*. Heat and Mass Transfer, 2006. **43**(5): p. 479–491.
155. Potenza, M., et al., *Numerical Simulation of Thermal Diffusivity Measurements With the Laser-Flash Method to Evaluate the Effective Property of Composite Materials*. Journal of Heat Transfer, 2021. **143**(7).
156. Parker, W.J., et al., *Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity*. Journal of Applied Physics, 1961. **32**(9): p. 1679–1684.
157. *Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method*. 2022, ASTM International: United States. p. 11.
158. Szczepaniak, R., J. Terpiłowski, and G. Woroniak, *The Possibility of Using the Finite Element Method for Determining Thermal Diffusivity on the Example of Nickel Using the Classic and The Modified Pulse Method*. Advances in Science and Technology Research Journal, 2023. **17**(6).
159. Alway-Cooper, R.M., et al., *Transient heat flow in unidirectional fiber–polymer composites during laser flash analysis: Experimental measurements and finite element modeling*. Journal of Composite Materials, 2012. **47**(19): p. 2399–2411.
160. White, G. and M. Minges, *Thermophysical properties of some key solids: an update*. International Journal of Thermophysics, 1997. **18**: p. 1269–1327.

ПРИЛОЖЕНИЕ А



НИИЭФА
РОСАТОМ

**Акционерное общество
«НИИЭФА им. Д.В. Ефремова»
(АО «НИИЭФА»)**

дорога на Металлострой, дом 3,
поселок Металлострой, Санкт-Петербург,
196641

Телефон (812) 464-89-63, факс (812) 464-79-79

E-mail: mail@niiefa.spb.su

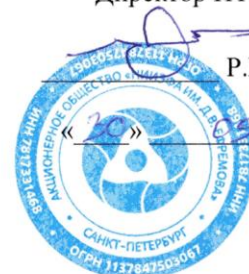
ОКПО 08626377, ОГРН 1137847503067,

ИНН / КПП 7817331468 / 781701001

№ _____
На № _____ от _____

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора по
термоядерным и магнитным технологиям -
Директор НТЦ «Синтез»



Р.Ш. Еникеев

2026 г.

АКТ

об использовании результатов диссертационной работы Кавуси Сиси Али на тему
«Аддитивное производство вольфрам-медных мультиматериалов методом селективного
лазерного сплавления с последующей инфильтрацией»

Настоящим актом подтверждается, что результаты диссертационной работы на тему «Аддитивное производство вольфрам-медных мультиматериалов методом селективного лазерного сплавления с последующей инфильтрацией», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, выполненной Кавуси Сиси Али по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», внедрены в деятельность АО «НИИЭФА» в части разработки и практического применения технологии изготовления вольфрам-медных мультиматериалов методом селективного лазерного сплавления с последующей инфильтрацией меди.

Разработанная в работе технология получения вольфрам-медных мультиматериалов была успешно использована для изготовления макетов компонентов, обращенных к плазме, предназначенных для последующего проведения теплонагруженных испытаний на стенде «Цефей-М». Практическое применение результатов работы осуществлено на основании договора № 892697 от 18.08.2025.

Практическая реализация результатов диссертационной работы позволяет применять разработанный технологический подход для изготовления вольфрам-медных мультиматериалов и макетов компонентов, обращенных к плазме, с целью их дальнейшего экспериментального исследования и проведения теплонагруженных испытаний.

Начальник лаборатории

М.С. Колесник