

# Глава 1. ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЛАЗЕРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Минько Д.В., Белявин К.Е., Шелег В.К.

*Белорусский национальный технический университет  
г. Минск, Беларусь, E-mail: dminko@tut.by*

Получение функционально-градиентных материалов (ФГМ), имеющих сложную пространственную геометрию, анизотропию внутренней структуры и свойств [1], из металлических, керамических и полимерных порошков является сложной и актуальной задачей современной техники. Данная задача может быть решена с помощью селективного лазерного спекания (СЛС) порошков, основанного на принципе послойного построения физической модели или послойного лазерного синтеза [2], в результате которого трехмерный объект заменяется совокупностью плоских слоев, физически связанных между собой.

Возможность применения СЛС для получения порошковых ФГМ базируется на идее использования энергии лазерного излучения для поверхностного оплавления частиц порошка при сохранении твердого ядра, что приводит к образованию межчастичных контактов в присутствии жидкой фазы [3]. Применение импульсного лазерного воздействия за счет точного дозирования тепловой энергии импульса позволяет обеспечить минимальную усадку слоев при отсутствии конгломерации частиц, управлять структурными характеристиками и свойствами изделий, сохранять микроструктуру и фазовый состав исходных материалов. Особенно перспективно использование импульсного лазерного воздействия при получении пористых и компактно-пористых изделий с переменным распределением пор из порошков с крупным размером частиц (100-1000 мкм). Метод позволяет обеспечить внутрислойное и межслойное спекание порошков разного фракционного состава при минимальных нарушениях исходной геометрии частиц и высокой степени пористости материалов.

## **1. Расчет энергии импульса лазерного излучения, необходимой для образования контактов между частицами порошка**

Создание и внедрение в производство аддитивных технологий получения порошковых материалов, в том числе основанных на применении импульсного лазерного воздействия [4,5], является в настоящее время актуальной задачей для развития современных отраслей промышленности. В то же время существующие аддитивные технологии не позволяют получать как пористые материалы, обладающие достаточной прочностью, так и высокопрочные компактно-пористые материалы [6]. Для сокращения времени и средств, необходимых для разработки новой технологии, проведен энергетический расчет процесса получения пористых и компактно-пористых порошковых ФГМ.

Известно [7,8], что поток лазерного излучения при попадании на поверхность порошковой насыпки рассеивается только на двух верхних слоях порошковых частиц, каждый из которых имеет высоту  $h$  равную среднему диаметру  $D_0$  частиц, образуя в местах просветов  $\Phi$  между частицами зоны многократного отражения. Механизм разогрева определяется поглощающими свойствами материала порошка, которые характеризуются коэффициентом поглощения  $\eta$  в области инфракрасного излучения, формирующего на поверхности порошкового слоя тепловой поток  $q$ . Кинетика образования контактов между частицами порошка зависит от энергии  $W$  лазерного излучения. Исходя из этого, предложено под минимальным значением теплового потока  $q_0$  понимать такое его значение, при котором с помощью одного импульса

лазерного излучения обеспечивается получение некоторого структурного элемента диаметром, равным диаметру фокусного пятна  $D_F$  лазерного луча, и высотой  $h=D_0$ .

Формирование структурного элемента порошкового материала (рис.1) происходит или на поверхности предыдущего (нижнего) слоя, или на поверхности компактного материала. При этом в основу механизма контактообразования положено поверхностное оплавление порошковой частицы при сохранении ее твердого ядра, приводящие к образованию жидкометаллических контактных шеек между частицами и поверхностью компактного материала [9,10]. Теплообменом между частицами спекаемого порошка и окружающей средой в расчетах можно пренебречь вследствие малой длительности процесса формирования структурного элемента ( $\sim 10^{-3}$  с).

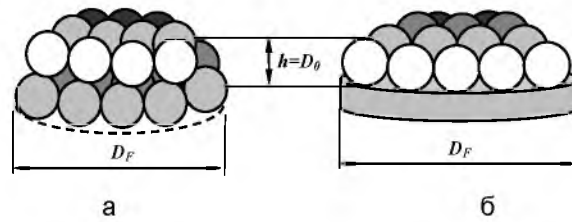


Рисунок 1 – Структурный элемент пористого (а) и компактно-пористого (б) ФГМ

Энергетический расчет процесса образования контактных шеек учитывает явление термокапиллярной конвекции, под которым следует понимать движение жидкости, вызванное действием сил поверхностного натяжения, которые зависят от температуры. Поверхностная плотность элементарного теплового потока  $q_0$ , образующегося в результате поглощения энергии импульса лазерного излучения материалом частиц порошка первого (верхнего) и второго (нижнего) слоев, распределяется следующим образом:

$$q_0 = \frac{\eta}{N} \frac{dW_{\text{имп.}}}{dt dS} = q_{01} + q_{02} \quad (1)$$

Если рассматривать пространственное нестационарное плавление порошковой частицы концентрированным потоком энергии в цилиндрической системе координат  $g, z, \varphi$  (ось  $Oz$  направлена вглубь порошковой частицы), то поверхность фазового перехода определяется уравнением  $z=F(r, t)$ , где

$$F(r, t) = f_s(\tau) \exp(\xi \cdot r^2) \quad (2)$$

$$t = \tau \exp(\xi \cdot r^2) \quad (3)$$

Из анализа работы [11] следует, что движение фронта плавления определяется

$$q_0 t = \rho L s_{\text{ф.п.}}(t) + \frac{\lambda_1}{a_1} \int_0^s (u_1 - T_0) dx + \frac{\lambda_2}{a_2} \int_s^\infty (u_1 - T_0) dx + f_s(\tau) (T_{\text{пл.}} - T_0) \left( \frac{\lambda_2}{a_2} + \frac{\lambda_1}{a_1} \right) \quad (4)$$

где

$$\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda = \frac{\pi^2 \beta^2 n_e l}{3 m_e \nu} T \quad (5)$$

$$a_1 = a_2 = a = \frac{\lambda}{c\rho} \quad (6)$$

$$u_1(x, t) = T_0 + \frac{q_0}{\lambda_1 m} \phi_1(t) \left[ 1 - \frac{x}{q_1(t)} \right]^\xi \quad (7)$$

$$u_2(x,t) = T_0 + \epsilon_{\text{ин}}(T_0 - T_0) \left[ 1 - \frac{x - f_s(t)}{q_2(t)} \right]^\xi \quad (8)$$

Для решения указанной системы уравнений, характеризующих механизм образования порошкового материала при импульсном лазерном воздействии, введем следующие допущения:

- 1) световой поток импульса лазерного излучения является однородным;
- 2) коэффициент поглощения световой энергии импульса лазерного излучения для частиц порошка, с учетом влияния зоны многократного отражения, для первого порошкового слоя будет представлять  $\eta_{01}=0,3$ , а для второго порошкового слоя  $\eta_{02}=0,5$ ;
- 3) частицы порошка имеют сферическую форму;
- 4) размер зоны контакта между частицами порошка мал, поэтому его теплопроводящими свойствами в момент воздействия импульса лазерного излучения можно пренебречь;
- 5) теплопередача через контактные зоны частиц порошка, образующих структурный элемент, происходит равномерно.

Известно [12], что состояние порошка, состоящего из сферических частиц одного диаметра, определяется пористостью  $\Pi$  и просветом  $\Phi$ :

$$\Pi = 1 - \frac{\pi}{6(1 - \cos\alpha)\sqrt{1 + 2\cos\alpha}} \quad (9)$$

$$\Phi = 1 - \frac{\pi}{4\sin\alpha} \quad (10)$$

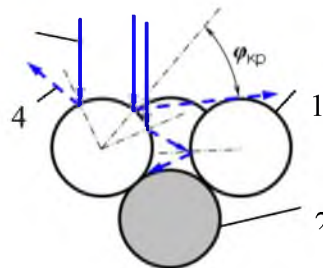
где угол  $\alpha$  определяет взаимное расположение сферических частиц в порошке.

Исходя из того, что угол  $\alpha$  для сферических частиц порошка одного размера при их свободной насыпке, или с использованием предварительного прессования в пределах упругих деформаций, изменяется от 600 до 900, с помощью (9)-(10) была установлена связь между величинами  $\alpha$ ,  $\Pi$  и  $\Phi$  в табличном виде (табл. 1).

Таблица 1 – Связь между величинами  $\alpha$ ,  $\Pi$  и  $\Phi$

$\alpha$	600	650 37'	700 20'	750 32'	790 06'	840 59'	900
$\Pi$	0,259	0,340	0,390	0,430	0,450	0,470	0,476
$\Phi$	0,0931	0,1378	0,1661	0,1902	0,2003	0,2117	0,214

Рассмотрим взаимодействие светового потока лазерного излучения с поверхностью частиц порошка (рис.2).



- 1 – частицы верхнего слоя; 2 – частицы нижнего слоя; 3 – падающие лучи;  
4 – отраженные лучи;  $\varphi_{кр}$  – критический угол отражения

Рисунок 2 – Схема взаимодействия лазерного излучения с поверхностью частиц порошка

Будем считать, что площадь поверхности верхнего слоя частиц порошка, воспринимающей световой поток рассчитывается

$$S_1 \approx 0,75\pi(1 - \Pi)D_F^2 \quad (11)$$

При этом, начиная с некоторого критического угла  $\Phi_{кр}$ , в результате многократного отражения световых лучей создается особая зона, в которой ожидается повышенный разогрев частиц из-за теплопоглощения материала. Площадь поверхности нижнего слоя частиц, воспринимающей световой поток, вычисляется

$$S_2 \approx 0,7\pi\Phi D_F^2 \quad (12)$$

Отсюда следует:

1) световой поток импульса лазерного излучения при попадании на поверхность порошка непосредственно взаимодействует только с первым и вторым слоями частиц, при этом плотность элементарного теплового потока, с учетом указанных допущений, рассчитывается

$$q = \eta \frac{dW_{имп.}}{dt dS} = q_{01} + q_{02} = \left( \frac{\eta_{01}}{S_1} + \frac{\eta_{02}}{S_2} \right) \frac{dW_{имп.}}{dt} \quad (13)$$

2) относительная энергия импульса лазерного излучения между первым и вторым слоями порошка распределяется

$$\omega_1 = \frac{W_1}{W_{имп.}} \approx \frac{1 - \Pi}{1 - \Pi + 0,93\Phi} \quad (14)$$

$$\omega_2 = \frac{W_2}{W_{имп.}} \approx \frac{\Phi}{1,07(1 - \Pi) + \Phi} \quad (15)$$

Используя данные таблицы 1, с помощью (14)-(15) была установлена связь между величинами  $\Pi$ ,  $\Phi$ ,  $\omega_1$  и  $\omega_2$  в табличном виде (табл.2). Из анализа данных таблицы 2 следует, что первый слой порошковых частиц будет разогреваться более интенсивно, чем второй, т.к. при изменении пористости порошковой насыпки в пределах от 0,259 до 0,476, относительное количество тепла, идущего на нагрев второго слоя, изменяется в пределах от 0,212 до 0,276. Это приведет к тому, что в момент взаимодействия первого импульса светового потока с порошком образуется структурный элемент, имеющий элементарный объем

$$V_0 = 0,5\pi D_0 D_F^2 \quad (16)$$

Таблица 2 – Связь между величинами  $\Pi$ ,  $\Phi$ ,  $\omega_1$  и  $\omega_2$

$\Pi$	0,259	0,340	0,390	0,430	0,450	0,470	0,476
$\Phi$	0,0931	0,1378	0,1661	0,1902	0,2003	0,2117	0,214
$\omega_1$	0,788	0,768	0,754	0,741	0,734	0,727	0,724
$\omega_2$	0,212	0,232	0,246	0,259	0,266	0,273	0,276

Определим минимальное значение средней энергии импульса лазерного излучения (без учета явления теплообмена между порошковыми частицами и с окружающей средой), которую необходимо затратить на получение пористого структурного элемента из порошка титана.

Пусть диаметр фокусного пятна лазерного луча  $D_F$  принимает значения 0,5 мм, 1 мм, 5 мм и 10 мм, средний диаметр частиц порошка  $D_0$  принимает значения 0,24 мм и 0,35, а пористость насыпки порошка –  $\Pi=0,4$ , тогда значения тепловой энергии, необходимой для разогрева первого слоя порошка до температуры плавления с частичным расплавлением (0,1 от массы порошковой частицы) титана, рассчитываются, с учетом (13), по формуле

$$\begin{aligned} Q_{02} &= 0,5 \left[ \rho_k (1 - \Pi) V_0 (T_{пл} - T_0) + \psi_{пл} m_0 \right] \\ &= 0,25 (c_k + 0,1\psi_{пл}) \rho_k (1 - \Pi) \pi D_F^2 D_0 (T_{пл} - T_0) \end{aligned} \quad (17)$$

при условии, что температура окружающей среды  $T_0 = 291 \text{ K}$  ( $18 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

Средние значения энергии импульса лазерного излучения, вычисляются с помощью выражения

$$W_{\text{имп}} = \frac{Q_{02}}{\eta_{02}\omega_{02}} \quad (18)$$

Значения тепловой энергии, идущей на нагрев первого слоя порошка и его частичное расплавление, с учетом (1) и (13) определяются на основании зависимости

$$Q_{01} = \eta_{01}W_{\text{имп}} = 0,25c_k\rho_k(1-\Pi)\pi D_F^2 D_0(T_{\text{пл}} - T_0) + \chi m_{\text{пл}} \quad (19)$$

Учитывая данные таблиц 1 и 2, а также то, что у титана  $c_k=522$  Дж/(кг·К) и  $T_{\text{пл}}=1941$  К, с помощью (17)-(19) были получены значения минимальной энергии импульса лазерного излучения (табл.3), при которых возможно получение пористого структурного элемента.

Таблица 3 – Минимальные значения энергии импульса лазерного излучения, необходимой для получения пористого структурного элемента из порошка титана

Средний размер частиц $D_0$ , мм	$D_F$ , мм	0,5	1,0	5,0	10
24	W, Дж	0,502	2,01	50,2	201
35	W, Дж	0,732	2,93	73,2	293

Определим минимальное значение энергии импульса лазерного излучения, которую необходимо затратить на получение компактно-пористого структурного элемента. Учитывая (17)-(19) и исходя из условий постановки задачи:

- 1) расплавление 1/3 от массы порошковой частицы;
- 2) диаметр разогреваемой титановой подложки  $D_n=D_F$ ;
- 3) глубина разогрева  $h_n=D_0$ ,

получим минимальные значения энергии импульса лазерного излучения (табл.4), при которых при которых возможно получение компактно-пористого структурного элемента.

Таблица 4 – Минимальные значения энергии импульса лазерного излучения, необходимой для получения компактно-пористого структурного элемента

Средний размер частиц $D_0$ , мм	$D_F$ , мм	0,5	1,0	5,0	10
24	W, Дж	0,541	2,16	54,1	216
35	W, Дж	0,789	3,16	78,9	316

Если предположить, что средняя энергия импульса лазерного излучения  $W_0=3$  Дж, а частота следования импульсов  $f=50$  Гц, то, при отсутствии перекрытия структурных элементов, скорость движения лазерного луча с учетом данных таблиц 3, 4 и выражения

$$v_0 = \frac{2D_0}{t} = 2 \frac{W_0}{W_{\text{имп}}} D_0 f \quad (20)$$

будет иметь значения 12-13 мм/с.

Зная количество структурных элементов  $n$  на поверхности порошкового слоя, можно рассчитать скорость его спекания:

$$v_{\text{сл}} = v_0 n = 2n \frac{W_0}{W_{\text{имп}}} D_0 f \quad (21)$$

Если готовое изделие представить в виде конечного набора  $N$  плоских сечений (слоев) толщиной  $h=D_0$ , каждое из которых состоит из определенного числа структурных элементов, то можно рассчитать общее время его изготовления.

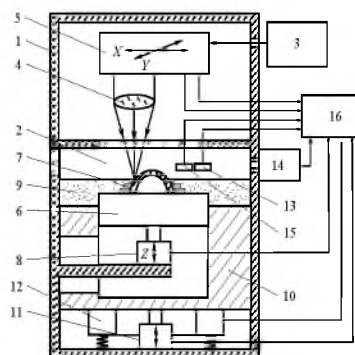
## 2. Оборудование, материалы и методики экспериментальных исследований

Экспериментальные исследования процесса получения порошковых ФГМ проводили на разработанной и изготовленной в Институте порошковой металлургии установке порошковой лазерной стереолитографии УПЛС-1 (рис.3). В основу конструктивного решения установки положена технология СЛС [13], реализующая идею поверхностного оплавления и соединения частиц порошка между собой посредством жидкометаллических контактных шеек при сохранении твердого ядра, так называемый «semisolid process» [3], что обеспечивает минимальную усадку слоев, предотвращает конгломерацию частиц, позволяет получить заданную плотность изделия. Установка [14,15] разработана для получения в защитной атмосфере или в вакууме пористых и компактно-пористых ФГМ из порошков титана со сферической формой частиц, применяемых для изготовления изделий медицинского назначения.

В установке применена схема отдельной манипуляции заготовкой и лазерным лучом. С целью обеспечения эффективного разогрева спекаемого слоя порошка и соединения его с предыдущим слоем лазерное излучение фокусируется и направляется перпендикулярно его поверхности. Процесс СЛС происходит на вертикально перемещающейся с помощью линейного шагового привода технологической платформе, размещенной в рабочей камере с защитной атмосферой. Подача порций порошка на технологическую платформу и формирование на ней порошковых слоев заданной толщины осуществляется с помощью дозатора, снабженного устройством виброукладки. Сканирование лазерного луча в горизонтальной плоскости по заданной траектории с одновременным наблюдением за зоной спекания с помощью видеокамеры производится перемещением оптической системы, установленной на двух соединенных взаимно перпендикулярно линейных шаговых приводах. Лазерное излучение генерируется оптическим квантовым генератором на основе монокристалла алюмоиттриевого граната, легированного трехвалентным неодимом (YAG:Nd<sup>3+</sup>), работающим на длине волны 1064 нм (инфракрасное излучение) с частотой повторения импульсов до 50 Гц. Подготовка виртуальной модели изделия, управление работой установки, задание технологических режимов и их контроль в режиме реального времени осуществляется управляющим компьютером с помощью программы Lithografer 2.0.



а



б

- 1 – корпус; 2 – рабочая камера, изолированная от окружающей атмосферы; 3 – лазерное устройство; 4 – оптическая система; 5 – привод горизонтального перемещения оптической системы по X, Y; 6 – технологическая платформа; 7 – заготовка; 8 – привод вертикального перемещения технологической платформы по Z; 9 – порошок; 10 – дозатор порошка; 11 – привод дозатора; 12 – вибратор; 13 – датчик уровня поверхности порошкового слоя; 14 – устройство подачи защитного газа; 15 – датчик давления защитного газа; 16 – блок управления

Рисунок 3 – Общий вид (а) и функциональная схема (б) установки УПЛС-1

Технические характеристики установки (табл.5) позволяют получать изделия, размеры которых не превышают 50x200x200 мм из порошков титана, имеющих преимущественно сферическую форму частиц диаметром от 100 до 400 мкм.

Таблица 5 – Технические характеристики установки УПЛС-1

Наименование характеристики	Значение
Длина волны лазерного излучения, нм	1064
Режим работы	импульсный
Максимальная частота следования лазерных импульсов, Гц	50
Средняя мощность лазерного импульса, Вт	150
Диапазон длительности лазерного импульса, мс	1-6
Максимальные габариты изделия, мм	50x200x200
Максимальная скорость перемещения оптической системы, мм/мин	1000
Точность позиционирования, мкм	20
Фокусное расстояние объектива, мм	250
Диапазон диаметра пятна фокусировки лазерного луча, мкм	200-500

Определение градиента термических полей в зоне спекания в режиме реального времени обеспечивает специализированная цифровая видеокамера с усилителем яркости, регистрирующая увеличенное в 5 раз изображение зоны лазерного спекания в спектральной области регистрации 600-950 нм и позволяющая измерять динамическое распределение температуры на поверхности спекаемого слоя порошка в диапазоне (1-3)·10<sup>3</sup> К с временным разрешением 100 мкс и относительной погрешностью ±5 %.

В качестве материала для проведения исследований использовали порошок титана марки ВТ1-0 с частицами сферической формы двух фракционных составов: (-0,315+0,2) мм и (-0,4+0,315) мм, а также титановый лист марки ВТ1-0 толщиной 2 мм. Часть порошков проходила предварительную обработку: окисление и травление поверхности. Процесс окисления порошка проводили на воздухе в сушильном шкафу СНОЛ 3,3.5,5/3-ИЗ в течение 5 часов при температуре 250-300 С. Травление поверхности частиц порошка осуществляли составом, содержащим плавиковую кислоту, азотную кислоту и дистиллированную воду в соотношении 1:2:14. По окончании процесса травления, порошок промывали проточной водой и сушили на воздухе в сушильном шкафу СНОЛ 3,3.5,5/3-ИЗ в течение 3 часов при температуре 120°С.

В исследованиях отражающей способности поверхности порошков использовались измерения абсолютных коэффициентов отражения, осуществляемые методом интегрирующей сферы, реализованный в фотометре отражения ФО-1, который предназначен для измерения коэффициента отражения диффузных, зеркально-диффузных и зеркальных образцов, коэффициента пропускания прозрачных твердых образцов, а также для качественной оценки диффузно-рассеивающих образцов по их коэффициенту пропускания. Для дисперсных материалов измерения проводили на дискретных длинах волн излучения в диапазоне 400-930 нм и на  $\lambda=1,06$  мкм, вырезаемых из излучения сплошного спектра лампы накаливания с помощью интерференционных фильтров с шириной полосы пропускания 20-50 нм. Относительная погрешность измерений для коэффициента отражения составляла 3 %.

Для исследования механизма контактообразования между частицами порошка титана на подложке из кварцевого стекла изготавливали экспериментальные образцы пористого материала в виде пластин размером 10x25 мм и дисков диаметром 10 мм толщиной в один слой или в два-три слоя порошка. Для исследования механизма контактообразования между частицами порошка титана и титановым листом

изготавливали экспериментальные образцы компактно-пористого материала в виде дисков диаметром 10 мм с пористым покрытием толщиной в один или в два-три слоя порошка. При получении образцов лазерное сканирование поверхности порошковых слоев осуществляли по кольцевым траекториям с расстоянием между треками, равным среднему диаметру частиц порошка спекаемого фракционного состава (рис.4).

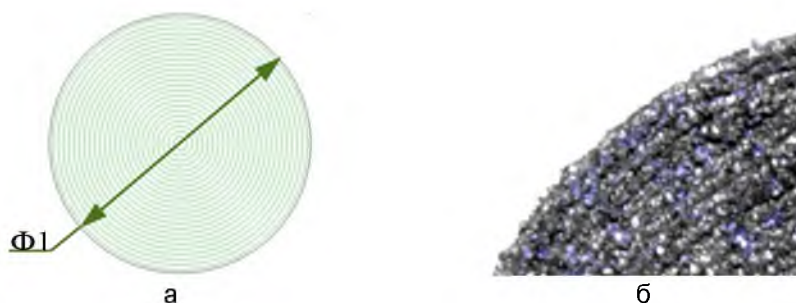


Рисунок 4 – Траектории сканирования сечения компьютерной модели (а) и фрагмент спеченного слоя образца с траекториями движения лазерного луча (б)

Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе MeF-3 (Reichert, Австрия). Микротвердость частиц порошков и структурных элементов экспериментальных образцов определяли на цифровом микротвердомере Micromet (Buehler Met, Германия). Исследование фрактограмм поверхности проводили на сканирующем электронном микроскопе Mira (Tescan, Чехия).

### 3. Исследование градиента температуры на поверхности монослоя частиц порошка при импульсном лазерном воздействии

С целью изучения закономерностей СЛС порошковых ФГМ были проведены исследования кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при получении пористого материала, а также между частицами порошка и компактной подложкой при получении компактно-пористого материала [16-18].

Для исследования зависимости кинетики возникновения и роста контактов между частицами порошка от оптических свойств их поверхности и фракционного состава при импульсном лазерном воздействии проводили окисление и пассивацию поверхности частиц исходных порошков титана ВТ1-0. Исследования морфологии поверхности частиц порошков показали, что в состоянии поставки их поверхность имела гладкую сферическую форму, характерный металлический блеск и светло-серый цвет (рис.5,а). Частицы порошков титана, подвергшихся окислению на воздухе, имели гладкую поверхность с выступающими блоками зерен и беловато-серый тусклый цвет, сопровождаемый появлением в отдельных местах желтоватого оттенка (рис.5,б). Частицы порошка, подвергшиеся воздействию травителя, имели шероховатую поверхность с более сильно выступающими, по сравнению с окисленными частицами, блоками зерен и темно-серый (почти черный) матовый цвет (рис.5,в).

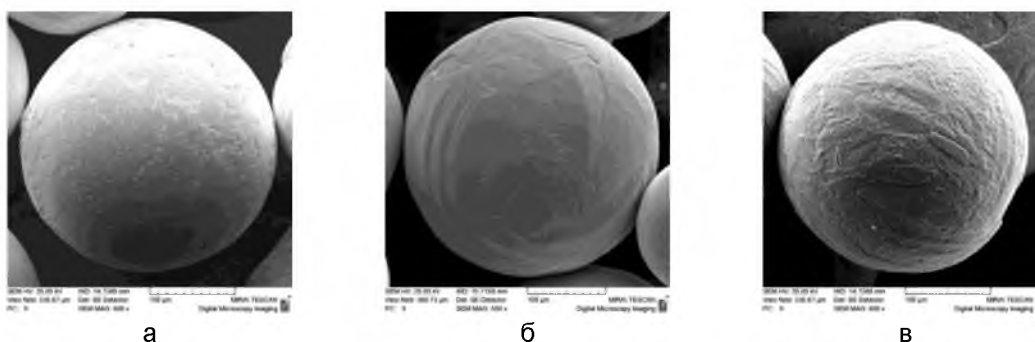


Рисунок 5 – Морфология поверхности исходных частиц порошка титана ВТ1-0 (а) и частиц, подвергшихся окислению (б) и травлению (в)



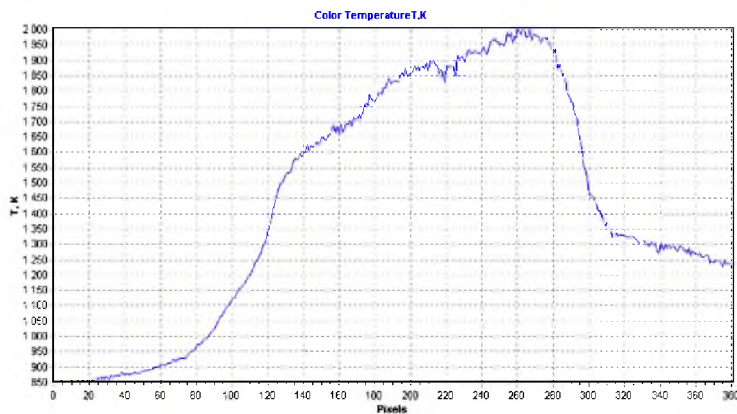
Исследование оптических свойств сферических порошков титана BT1-0 показало, что величины коэффициента отражения  $R$  зависят от состояния поверхности частиц и от фракционного состава порошков (табл.6). Наибольшей величиной коэффициента отражения обладают порошки в состоянии поставки, наименьшей – порошки с протравленной поверхностью частиц (ниже на 39-43 %). Размер частиц порошков на величину коэффициента отражения влияет незначительно, более крупные порошки имеют коэффициент отражения немного больше, причем если у окисленных порошков разница составляет ~3 %, то у протравленных доходит до 15 %.

Таблица 6 – Значения коэффициентов отражения порошков титана BT1-0 с различной морфологией поверхности

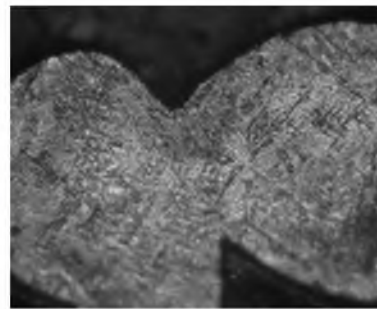
Состояние поверхности	Фракционный состав, мм	Коэффициент отражения $R$ , %
В состоянии поставки	-0,315+0,2	25,2
	-0,4+0,315	26,8
Окисленная поверхность	-0,315+0,2	24,0
	-0,4+0,315	24,8
Протравленная поверхность	-0,315+0,2	14,3
	-0,4+0,315	16,4

Исследуемые порошки были подвергнуты импульсному лазерному разогреву одиночными импульсами мощностью 30, 60, 90, 120 и 150 Вт длительностью 1, 2, 3, 4, 5 и 6 мс с фокусным пятном лазерного луча диаметром 0,5 мм и 1 мм. Экспериментально установлено, что воздействие одиночных импульсов сфокусированного до 0,5 мм лазерного излучения мощностью 0-30 Вт длительностью 1-3 мс на монослой из частиц порошка титана обоих фракционных составов вне зависимости от состояния их поверхности приводит к разогреву зоны воздействия до температур ниже 1000 К и не сопровождается образованием контактов между частицами. В результате воздействия на порошок одиночного импульса лазерного излучения происходит нагревание поверхности частиц в зоне фокусного пятна и быстрый теплоотвод вглубь частиц. В связи с отсутствием металлических контактов между частицами, попавшими в зону фокусного пятна, и частицами, находящимися вне этой зоны, существенный теплоперенос между ними отсутствует. В результате формируется зона с высокими температурными градиентами вблизи границы пятна фокусировки лазерного луча.

Воздействие на монослой частиц порошка титана обоих фракционных составов одиночных импульсов сфокусированного до 0,5 мм лазерного излучения мощностью 30-90 Вт длительностью более 3-4 мс приводит к разогреву зоны воздействия до температур 1900-2000 К (рис.6,а) и образованию структурного элемента диаметром, примерно равным диаметру фокусного пятна. Частицы порошка, попавшие в зону фокусного пятна, соединены друг с другом посредством контактных шеек (рис.6,б), которые не разрушаются при извлечении структурного элемента из технологической камеры установки. В то же время частицы, находящиеся на границе зоны лазерного воздействия, нагреваются до температур всего 900-1000 К и не участвуют в процессе контактообразования.



а



б, x200

Рисунок 6 – Градиент температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана BT1-0 фракционного состава (-0,4+0,315) мм при воздействии одиночного импульса лазерного излучения мощностью 60 Вт длительностью 3 мкс с диаметром фокусного пятна 0,5 мм (а) и образование контактной шейки между частицами (б)

Необходимо отметить, что в результате воздействия одиночного импульса сфокусированного до 0,5 мм лазерного излучения на поверхности частиц порошка в центре пятна фокусировки образуются характерные кратеры (рис.7), возникающие в результате испарения материала частиц. Размеры кратеров зависят от морфологии поверхности частиц порошка. Эксперименты показали, что чем меньше коэффициент отражения поверхности частиц порошка, тем больше размер кратера. При одних и тех же технологических режимах импульсного лазерного воздействия испарение материала с поверхности протравленных частиц происходит более интенсивно, чем с поверхности окисленных частиц и поверхности частиц в состоянии поставки.

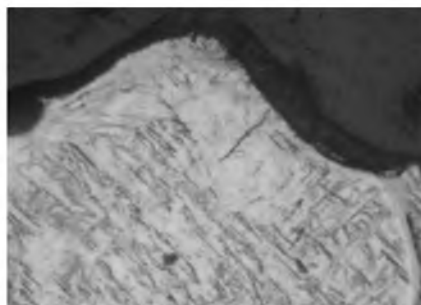
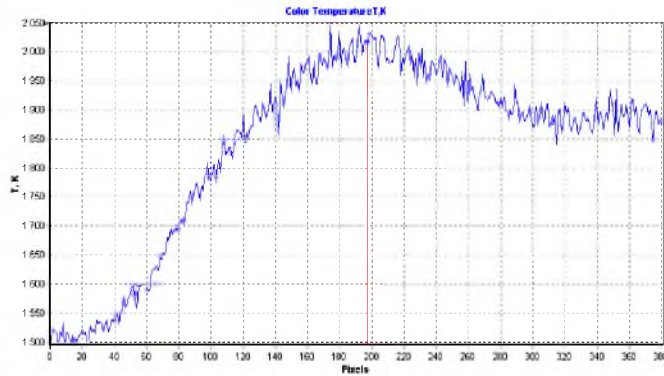
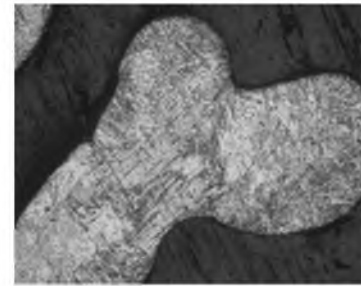


Рисунок 7 – Образование кратера на сферической поверхности частицы титана BT1-0 фракционного состава (-0,4+0,315) мм в результате воздействия одиночного импульса лазерного излучения с диаметром фокусного пятна 0,5 мм, x400

Воздействие сфокусированного до 0,5 мм лазерного излучения мощностью 90-150 Вт и длительностью 4-6 мс приводит к разогреву зоны воздействия до температур 1950-2050 К (рис.8,а). Высокая температура приводит к локальному разогреву поверхности частиц до температуры кипения титана. В результате быстрого теплоотвода при испарении материала дальнейший рост температуры на поверхности частиц прекращается, однако за счет теплоотвода вглубь частиц температура в их объеме резко повышается, при этом вне зависимости от морфологии поверхности частиц порошка происходит их полное или почти полное расплавление и конгломерация в крупные капли (рис.8,б), приводящее к нарушению исходной сферической формы и размеров частиц.



а



б, x100

Рисунок 8 – Градиент температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана BT1-0 фракционного состава (-0,4+0,315) мм при воздействии одиночного импульса лазерного излучения мощностью 120 Вт длительностью 5 мкс с диаметром фокусного пятна 0,5 мм (а) и образование конгломерата из трех частиц (б)

С целью предотвращения образования кратеров на поверхности частиц порошка и их конгломерации была предпринята попытка уменьшить градиент температуры на поверхности монослоя частиц. Установлено, что, расфокусировав лазерный луч до диаметра 1 мм, можно изменить характер распределения мощности лазерного излучения по площади пятна, и, таким образом, уменьшить влияние температурного градиента. При мощности лазерного излучения 120 Вт и длительности 5 мс расфокусировка луча привела к уменьшению температуры до 1350-1450 К (рис.9).

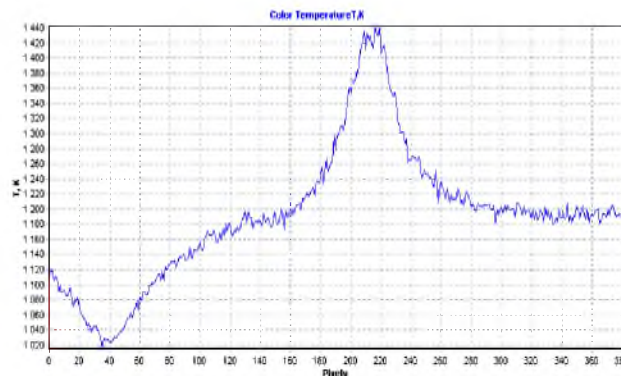
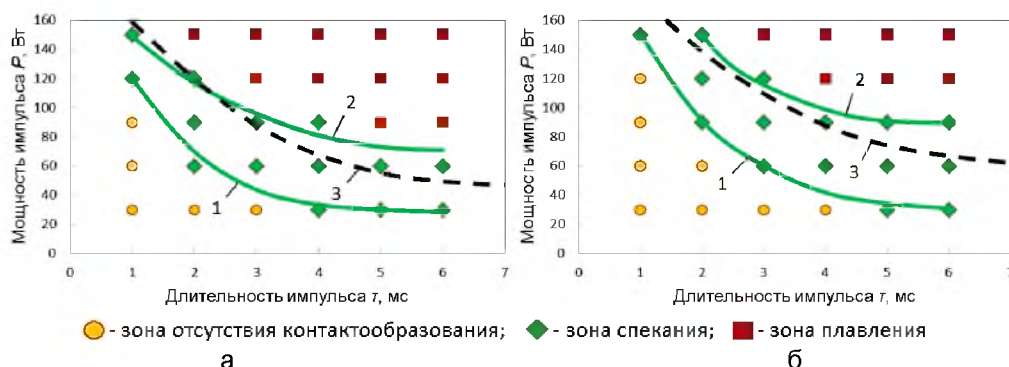


Рисунок 9 – Градиент температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана BT1-0 фракционного состава (-0,4+0,315) мм при воздействии одиночного импульса лазерного излучения мощностью 120 Вт длительностью 5 мкс с диаметром пятна 1 мм

Воздействие одиночного импульса лазерного излучения с диаметром пятна 1 мм на поверхность монослоя частиц сферического порошка титана BT1-0 исследуемых фракционных составов позволило получить структурные элементы диаметром около 1 мм. При этом на поверхности структурных элементов образования кратеров и конгломератов не наблюдалось вследствие изменения распределения мощности, а также в результате рассеяния лазерного излучения при попадании в просветы между частицами порошка и многократного отражения от их поверхности и поверхности кварцевой подложки. Проведенные измерения показали, что температура поверхности окисленных порошков в зоне лазерного пятна была на 30-40 К выше, а протравленных 80-100 К выше, чем температура поверхности исходных порошков.

Дальнейшие экспериментальные исследования позволили установить зоны устойчивого контактообразования частиц исследуемых фракционных составов порошка титана BT1-0 при различных технологических режимах импульсного лазерного воздействия (рис.10). Результаты экспериментов хорошо согласуются с

проведенными теоретическими расчетами [11] критической мощности лазерного излучения, при которой происходит расплавление и конгломерация частиц порошка, сопровождающаяся разрушением контактных шеек.



1 – граница зоны отсутствия контактообразования; 2 – граница зоны расплавления;  
3 – теоретическая кривая критической мощности лазерного излучения

Рисунок 10 – Диаграммы состояния монослоя сферических частиц порошка ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм (а) и  $(-0,4+0,315)$  мм (б) в зависимости от мощности и длительности одиночного импульса лазерного излучения с диаметром пятна 1 мм

Полученные результаты показывают, что требуемая для спекания частиц порошка мощность одиночного импульса лазерного излучения при фиксированных значениях его длительности и диаметра пятна фокусировки зависит от температуры фазовых переходов материала порошка (температур плавления и кипения), среднего размера и коэффициента отражения поверхности частиц. В свою очередь, величина мощности излучения оказывает влияние на динамику образования жидкой фазы на поверхности частиц порошка. Для протекания процесса контактообразования важно подобрать такое значение мощности излучения, при котором количество жидкой фазы не превышало 10-20 % объема частицы, что обеспечивало бы спекание порошка, быстрое остывание расплава за счет теплоотвода, но при этом не приводило к перегреву расплава и его испарению. Увеличение длительности импульса лазерного излучения и уменьшение диаметра фокусного пятна приводят к перегреву области лазерного воздействия и интенсивному испарению материала с поверхности частиц порошка, при этом не наблюдается существенного увеличения доли образовавшейся жидкой фазы. Уменьшение длительности импульса лазерного излучения и увеличение диаметра пятна фокусировки, напротив, приводит к более равномерному разогреву порошкового слоя, при этом поверхность частиц уже не оплавляется, так как тепловая энергия эффективно отводится в объем материала.

#### 4. Исследование влияния технологических параметров импульсного лазерного воздействия на структуру и свойства порошковых ФГМ

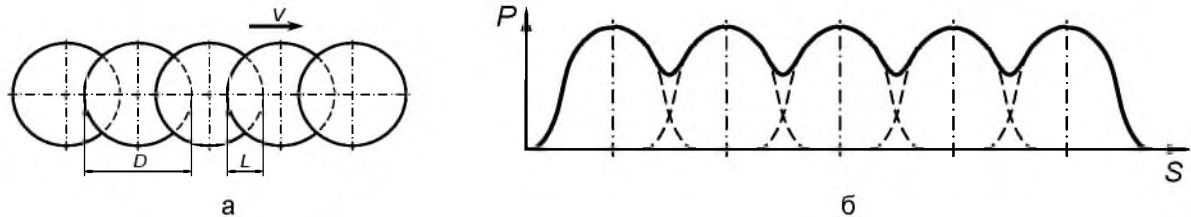
К регулируемым технологическим параметрам импульсного лазерного воздействия при получении экспериментальных образцов порошковых ФГМ относятся: средняя мощность одиночного импульса лазерного излучения  $P$ ; длительность импульса  $\tau$ ; частота следования импульсов  $f$ ; диаметр лазерного пятна  $D$ ; скорость сканирования лазерного луча  $V$ ; шаг сканирования  $t$ .

Проведенное исследование градиентов температур в зоне воздействия одиночного импульса лазерного излучения показали, что консолидация частиц сферического титана ВТ1-0 при отсутствии полного расплавления материала частиц возможна при средней мощности лазерного излучения в диапазоне 30-150 Вт, длительности – в диапазоне 2-5 мс, расфокусированным лучом с диаметром лазерного пятна 1 мм. Конструктивные особенности установки порошковой лазерной

стереолитографии, на которой проводились исследования получения порошковых ФГМ путем импульсного лазерного воздействия, предполагает использование сканирования лазерного луча по поверхности порошковой насыпки по криволинейной траектории (предпочтительно – окружности) с линейной скоростью  $V$  и частотой следования импульсов  $f$ . Скорость сканирования лазерного луча  $V$  в совокупности с частотой следования импульсов  $f$  влияет на количество импульсов, а значит и количество энергии, приходящихся на единицу площади (рис. 11,а).

$$V = fD(1 - k) \quad (22)$$

где  $k = L/D$  – коэффициент перекрытия лазерных пятен ( $k \leq 1$ ).



$V$  – скорость сканирования;  $D$  – диаметр пятен фокусировки;  $L$  – длина перекрытия пятен;

$P$  – мощность лазерного излучения;  $S$  – перемещение при сканировании

Рисунок 11 – Схема перемещения (а) и распределения мощности (б) лазерного луча при сканировании

Шаг сканирования  $t$ , т.е. расстояние между соседними траекториями движения лазерного луча, также необходимо выбирать с учетом перекрытия лазерных пятен.

Т.к. при генерации лазерного излучения распределение его интенсивности по площади лазерного пятна близко к распределению Гаусса, то очевидно, что можно подобрать такую скорость сканирования, при которой количество подведенной энергии равномерно распределится вдоль траектории перемещения центра лазерного луча при сканировании (рис.11,б). При этом создаются условия для осуществления непрерывного плавления слоя порошка импульсным лазерным излучением, в результате чего формируется зона плавления, связанная с движением луча лазера по заданной траектории, распределение температуры вдоль которой неравномерно (рис.12).

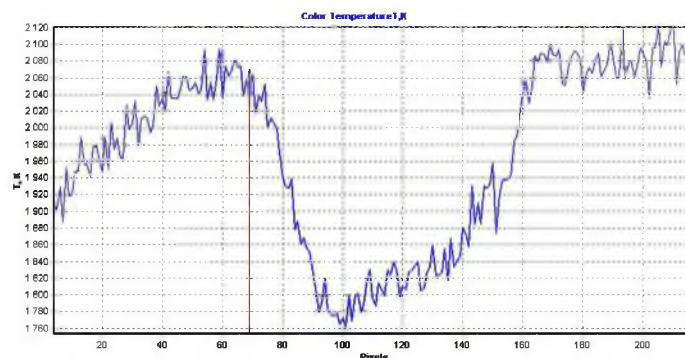


Рисунок 12 – Градиент температуры на поверхности слоя сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм вдоль траектории сканирования лазерного луча при воздействии импульса лазерного излучения мощностью 120 Вт длительностью 5 мкс с диаметром лазерного пятна 1 мм

Необходимая скорость сканирования также выбирается, исходя из отражающей способности частиц порошка и температуры плавления материала частиц – для частиц с большим коэффициентом отражения из более тугоплавких материалов необходимо уменьшать скорость сканирования и, наоборот, для частиц с меньшим коэффициентом отражения из легкоплавких материалов – увеличивать.

Установлено, что низкие скорости сканирования при коэффициенте перекрытия  $k > 0,5$  при высоких значениях средней мощности лазерного излучения ( $P = 120-150$  Вт) и длительности импульса ( $\tau = 4-6$  мс) приводят к расплавлению частиц в монослое порошка, сопровождающемуся образованием отдельных более крупных капель (рис.13) при сохранении пористой структуры слоя.



Рисунок 13 – Образование капель в монослое частиц сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм, полученного в результате импульсного лазерного воздействия средней мощностью 120 Вт со скоростью сканирования 1 мм/с (а) и 7 мм/с (б)

Полученные в результате импульсного лазерного воздействия многослойные пористые экспериментальные образцы вне зависимости от состояния поверхности исходных порошков, имели характерный металлический блеск и цвет, аналогичный порошкам в состоянии поставки (рис.14).

В результате сканирования лазерным лучом по поверхности порошкового слоя, происходил разогрев частиц порошка, приводящий к расплавлению их поверхности и образованию жидкометаллических контактных шеек. При этом форма частиц порошка оставалась практически неизменной (рис.14,б), что подтверждает предположение о сохранении твердого ядра частиц.

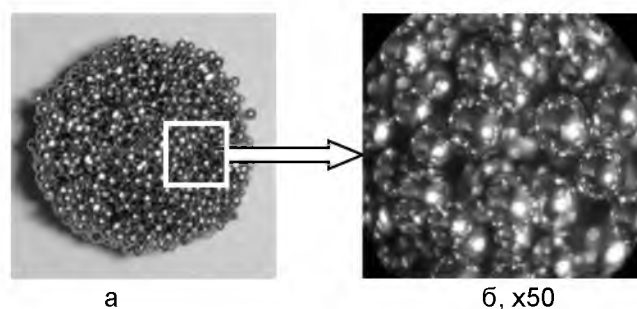


Рисунок 14 – Экспериментальный образец (а) из сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,4+0,315)$  мм и частицы порошка на его поверхности (б) после импульсного лазерного воздействия

Поверхность экспериментальных образцов, независимо от состояния поверхности исходных порошков, после импульсного лазерного воздействия приобретала металлический блеск и цвет, аналогичный блеску и цвету порошков в состоянии поставки. Результаты измерений коэффициента отражения поверхности образцов (табл.7) показывают, что их оптические свойства имели примерно одинаковые значения.

Результаты измерений оптических свойств пористых образцов позволяют сделать вывод, что изменение оптических свойств исходных порошков титана после импульсного лазерного воздействия, скорее всего, происходит в результате растворения оксидной пленки в жидкой фазе, возникающей на поверхности частиц, подвергшихся разогреву в вакууме или в аргоне [19].

Таблица 7 – Значения коэффициентов отражения поверхности образцов из сферического порошка титана BT1-0 с различной исходной морфологией поверхности после импульсного лазерного воздействия

Состояние поверхности исходных порошков	Фракционный состав, мм	Коэффициент отражения R, %
В состоянии поставки	-0,315+0,2	20,3
	-0,4+0,315	22,7
Окисленная поверхность	-0,315+0,2	20,5
	-0,4+0,315	22,5
Протравленная поверхность	-0,315+0,2	20,1
	-0,4+0,315	22,9

Как показывают металлографические исследования, при импульсном лазерном воздействии контактообразование между частицами порошка каждого отдельного слоя идет по механизму жидкофазного спекания. Под действием энергии лазерного излучения поверхность частиц порошка оплавляется и происходит их слияние друг с другом, сопровождаемое растеканием жидкой фазы в горизонтальном направлении. При этом преимущественное образование контактных шеек происходит на глубину проникновения лазерного луча в просветы между частицами порошка (рис.15,а). Измельчение зерна в контактных зонах частиц говорит о быстром разогреве-остывании материала. В тоже время механизм контактообразования между слоями порошка скорее диффузионный, о чем свидетельствуют сравнительно небольшие размеры контактных шеек между частицами верхнего и нижнего слоев и рост зерна внутри частиц порошка (рис. 15,б).



Рисунок 15 – Фрагменты поперечного (а) и продольного (б) сечения двухслойного образца из сферического порошка титана BT1-0 фракционного состава (-0,4+0,315) мм после импульсного лазерного воздействия, x100

Установлено, что чем меньше размер частиц порошка, тем более сильному оплавлению подвергается их поверхность при одних и тех же технологических режимах импульсного лазерного воздействия (рис.16).



Рисунок 16 – Фрагменты поперечного сечения верхнего слоя образцов из сферического порошка титана BT1-0 фракции (-0,315+0,2) мм (а) и (-0,4+0,315) мм (б) после импульсного лазерного воздействия, x100

Эксперименты выявили существенный эффект влияния частоты следования импульсов лазерного излучения на процесс контактообразования частиц. Фактически частота следования импульсов определяет количество импульсов излучения, приходящихся на единицу площади порошкового слоя при заданной скорости сканирования лазерного луча, т.е. определяет количество подведенной энергии в порошковый слой. При этом необходимо учитывать, что изменение частоты следования импульсов оказывает влияние на распределение генерируемой мощности лазерного излучения в течение импульса. С уменьшением частоты резко возрастает пиковое значение мощности лазерных импульсов, что приводит к перегреву области лазерного пятна и интенсивному испарению материала с поверхности частиц порошка, при котором наблюдается существенное снижение доли образовавшейся жидкой фазы. Увеличение частоты следования импульсов приводит к более равномерному разогреву порошкового слоя, при этом резко сокращаются скорости нагрева и охлаждения частиц. Количество жидкой фазы на поверхности частиц сокращается, так как тепловая энергия эффективно отводится в объем материала.

Скорость сканирования лазерного луча в совокупности с частотой следования импульсов определяет величину коэффициента перекрытия лазерных пятен на поверхности порошкового слоя. Эксперименты показали, что увеличение скорости сканирования с 1 до 5 мм/спри частоте следования импульсов 10 Гц приводит к уменьшению глубины расплавленного слоя на поверхности образца в 2,5 раза. При этом ширина трека на поверхности порошкового слоя уменьшается в 1,6 раза. Таким образом, изменяя скорость сканирования лазерного луча, можно эффективно управлять структурой и свойствами получаемого порошкового ФГМ, поскольку это позволяет изменять скорость нагрева частиц порошка и, соответственно, скорость кристаллизации, оказывая влияние на окончательную макро- и микроструктуру и свойства получаемого образца.

Морфология поверхности частиц порошка, главным образом ее коэффициент отражения, влияет на глубину проникновения лазерного излучения в верхний слой порошка. Коэффициент отражения, в конечном счете, определяет кинетику контактообразования между частицами верхнего и нижнего слоев или между частицами верхнего слоя и подложкой. По мере движения луча вдоль поверхности верхнего слоя порошка нижний порошковый слой или подложка постепенно прогреваются и между ними и частицами порошка верхнего слоя возникают контактные шейки. Глубина зоны контактообразования увеличивается, что позволяет создавать порошковые слои с заданной структурой и свойствами, как на поверхности нижнего слоя, так и на поверхности компактной подложки.

Кроме коэффициента отражения глубина проникновения лазерного излучения в верхний слой порошка зависит от его пористости, размера и формы пор, коэффициента поглощения лазерного излучения поверхностью частиц нижнего слоя порошка и т.д. Эти параметры могут значительно изменяться в различных партиях порошка, плохо поддаются регулированию и должны оцениваться экспериментально в каждом отдельном случае.

Анализ процесса лазерного спекания порошка позволил выделить из набора технологических параметров несколько основных, наиболее сильно влияющих на структуру и свойства получаемого порошкового ФГМ. В качестве основных управляющих параметров процесса лучше использовать среднюю мощность одиночного импульса и скорость сканирования лазерного луча, а изменение длительности и частоты следования импульсов применять в качестве дополнительного. Важным параметром является глубина проникновения лазерного излучения, которая, в отличие от основных параметров, не является легко регулируемой, поскольку зависит от способов подготовки порошка перед обработкой.



Тем не менее, учет этого параметра необходим при задании основных технологических параметров импульсного лазерного воздействия.

Установлено, что при скоростях сканирования лазерного луча 0-5 мм/с и средней мощности лазерного излучения 120-150 Вт при длительности импульса более 4-6 мс в верхнем слое спекаемого порошка могут возникать деформации и трещины (рис.17). Это объясняется тем, что формирование каждого слоя представляет собой кристаллизацию части материала частиц из жидкой фазы в условиях высокого градиента температуры, сопровождающуюся возникновением значительных напряжений растяжения-сжатия.

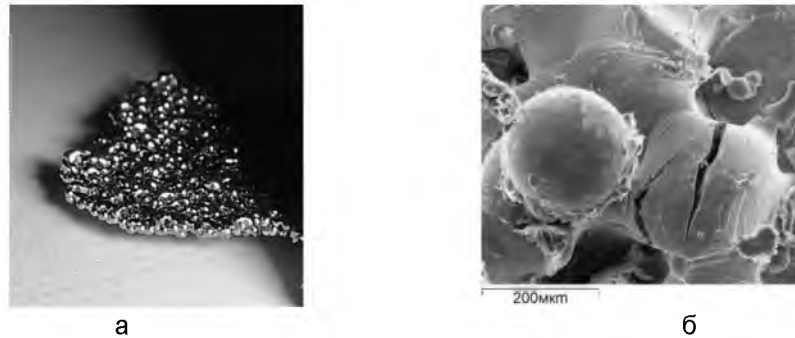


Рисунок 17 – Деформация спеченного монослоя (а) и возникновение микротрещин (б) на поверхности частиц сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава (-0,315+0,2) мм в процессе импульсного лазерного воздействия

Попытка уменьшения градиента термических полей путем предварительного подогрева порошка перед осуществлением импульсного лазерного воздействия не принесла видимых результатов. Некоторое снижение внутренних напряжений было получено при средней мощности импульса лазерного излучения 60-120 Вт и скорости сканирования лазерного луча 5-9 мм/спри значении длительности импульса 3 мс. Увеличение количества наращиваемых слоев препятствует деформации получаемого пористого материала, однако не позволяет устранить до конца причины возникновения внутренних напряжений, снять которые возможно при проведении финишной термообработки.

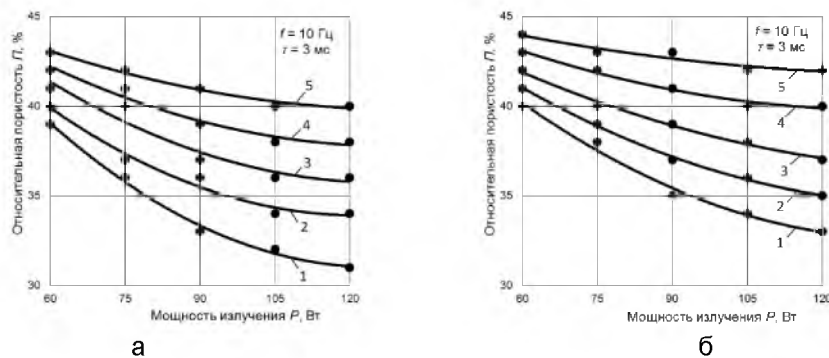
Проведенное исследование позволило установить диапазоны регулирования технологических параметров импульсного лазерного воздействия, при которых происходит жидкофазное спекание частиц порошка титана ВТ1-0 при сохранении твердого ядра.

Исследование влияния технологических параметров импульсного лазерного воздействия на структуру и свойства порошковых ФГМ проводили в диапазонах средней мощности  $P=60-120$  Вт и скорости сканирования  $V=5-9$  мм/спри частоте следования импульсов  $f=10$  Гц и длительности импульса  $t=3$  мс. В заданном диапазоне скорости сканирования при диаметре лазерного пятна  $D=1$  мм коэффициент перекрытия лазерных пятен  $k$  составлял от 0,1 до 0,5 при шаге сканирования  $t=0,8$  мм. В указанных диапазонах из исследуемых порошков титана ВТ1-0 были получены пористые экспериментальные образцы диаметром 10 мм и толщиной 12 мм, однородные и с чередующимися по высоте слоями из порошков с разным фракционным составом. В качестве подложки использовали титановый лист марки ВТ1-0 толщиной 2 мм.

Полученные зависимости относительной пористости образцов от средней мощности импульса лазерного излучения при разных значениях скорости сканирования (рис.18) и от скорости сканирования лазерного луча при разных значениях средней мощности импульса лазерного излучения (рис.19) позволили

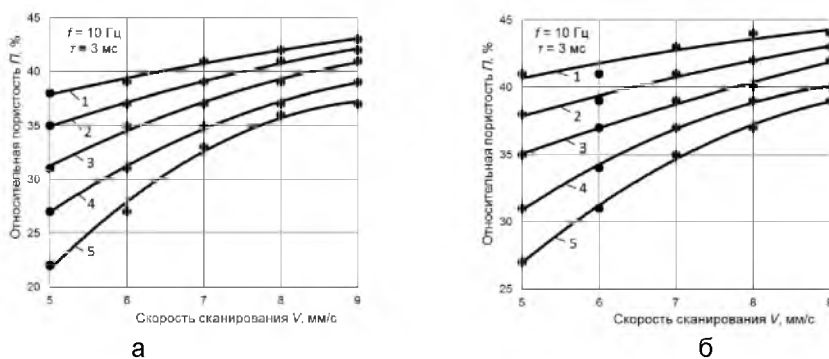
определить диапазоны регулирования основных параметров процесса спекания с целью получения требуемого градиента относительной пористости.

Анализ полученных зависимостей показывает, что повышение средней мощности импульса лазерного излучения  $P$  от 60 до 120 Вт при фиксированных значениях частоты следования лазерных импульсов  $f=10$  Гц и их длительности  $\tau=3$  мс приводит к уменьшению величины относительной пористости образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм с 43 % до 40 % при скорости сканирования лазерного луча  $V=9$  мм/с и с 39 % до 31 % при скорости сканирования лазерного луча  $V=5$  мм/с. Аналогичная картина наблюдается при получении образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,4+0,315)$  мм. При повышении средней мощности импульса лазерного излучения величина относительной пористости уменьшается с 44 % до 42 % при скорости сканирования лазерного луча  $V=9$  мм/с и с 40 % до 33 % при скорости сканирования лазерного луча  $V=5$  мм/с. При этом величина относительной пористости образцов из порошка более крупного фракционного состава изменяется в меньших пределах, что объясняется необходимостью больших энергозатрат на разогрев порошкового слоя и более эффективным теплоотводом с поверхности крупных частиц по сравнению с мелкими.



1 –  $V=5$  мм/с; 2 –  $V=6$  мм/с; 3 –  $V=7$  мм/с; 4 –  $V=8$  мм/с; 5 –  $V=9$  мм/с

Рисунок 18 – Зависимость относительной пористости образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм (а) и  $(-0,4+0,315)$  мм (б) от мощности импульса лазерного излучения с диаметром пятна 1 мм при разных скоростях сканирования  $V$



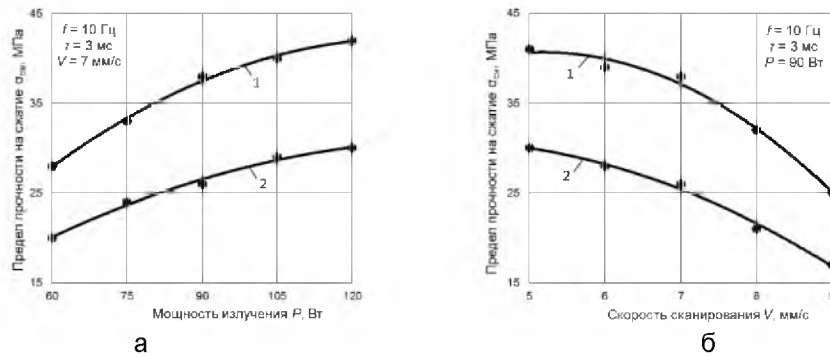
1 –  $P=60$  Вт; 2 –  $P=75$  Вт; 3 –  $P=90$  Вт; 4 –  $P=105$  Вт; 5 –  $P=120$  Вт

Рисунок 19 – Зависимость относительной пористости образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм (а) и  $(-0,4+0,315)$  мм (б) от скорости сканирования лазерного луча с диаметром пятна 1 мм при разной мощности импульса лазерного излучения  $P$

Увеличение скорости сканирования, наоборот, приводит к повышению пористости образцов из порошков обоих исследуемых фракционных составов. Это объясняется уменьшением коэффициента перекрытия лазерных пятен  $k$  с 0,5 до 0,1 при фиксированном значении частоты следования лазерных импульсов  $f=10$  Гц, что

приводит к уменьшению удельной энергии импульса лазерного излучения, снижению интенсивности разогрева поверхности порошкового слоя и препятствует протеканию процесса контактообразования.

Исследование механических свойств позволило установить зависимости предела прочности на сжатие пористых образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 различного фракционного состава от мощности импульса лазерного излучения (рис.20,а) и скорости сканирования (рис.20,б) лазерного луча с диаметром пятна 1 мм.



1 – фракция (-0,315+0,2) мм; 2 – фракция (-0,4+0,315) мм

Рисунок 20 – Зависимость предела прочности на сжатие пористых образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 различного фракционного состава от мощности импульса лазерного излучения (а) и скорости сканирования (б) лазерного луча с диаметром пятна 1 мм

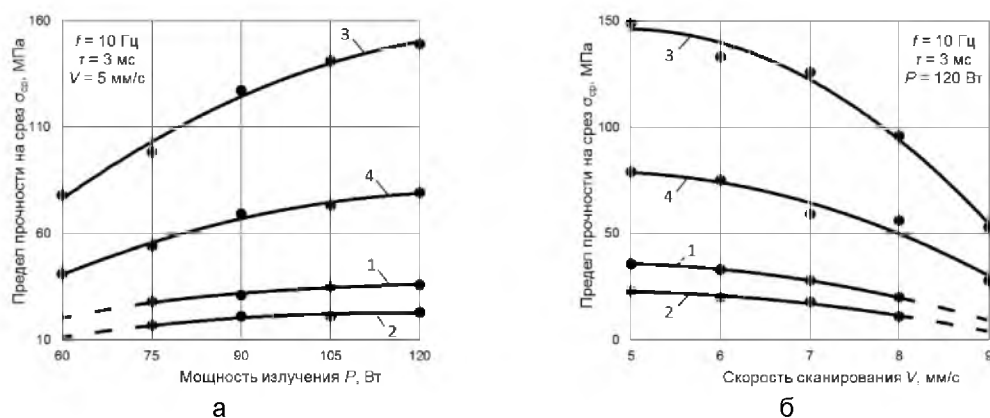
Из полученных зависимостей видно, что с увеличением средней мощности импульса лазерного излучения и с уменьшением скорости сканирования лазерного луча в исследуемых диапазонах значения предела прочности на сжатие увеличиваются на 50-76 %, причем это увеличение не является монотонным. При значениях средней мощности импульса лазерного излучения 120-150 Вт и значениях скорости сканирования 0-5 мм/с наблюдалось даже некоторое снижение прочности, объясняемое коагуляцией расплавленных частиц в крупные капли, температурной деформацией и растрескиванием получаемых образцов. Вызванные этими явлениями нарушения геометрической формы и размеров не всегда позволяло определить прочностные свойства образцов.

Изучение прочности сцепления порошкового слоя с подложкой из компактного титана ВТ1-0 после импульсного лазерного воздействия позволило установить, что применяемые для получения пористых образцов технологические параметры не могут быть использованы для надежного закрепления порошкового слоя на титановой подложке. Прочность контактов между частицами порошка первого слоя и титановой подложкой оказалась значительно меньше, чем между частицами порошка лежащих выше слоев (рис.21, кривые 1 и 2). По-видимому, это объясняется недостаточным образованием жидкой фазы из-за быстрого отвода тепловой энергии лазерного излучения с поверхности вглубь подложки. Обозначенные пунктиром зоны на кривых говорят о разрушении образцов при их извлечении из технологической камеры установки порошковой лазерной стереолитографии.

Попытки усиления интенсивности процесса тепловыделения путем изменения оптических свойств поверхности подложки, создания макро- и микронеровностей не дали положительного результата.

Увеличение средней мощности импульса лазерного излучения до 120-150 Вт и уменьшение скорости сканирования лазерного луча до 0-5 мм/с привело к полному расплавлению частиц порошкового слоя на поверхности подложки (рис.22), не расплавив ее поверхность.

Решить проблему позволила фокусировка лазерного луча до диаметра пятна 0,5 мм. Образующиеся при этом дефекты (кратеры) на поверхности частиц порошка первого слоя можно перекрыть путем нанесения последующих слоев, спекаемых расфокусированным до диаметра 1 мм лазерным лучом.



1, 3 – фракция  $(-0,315+0,2)$  мм; 2, 4 – фракция  $(-0,4+0,315)$  мм

Рисунок 21 – Зависимость предела прочности на срез компактно-пористых образцов из сферического порошка титана ВТ1-0 различного фракционного состава от мощности импульса лазерного излучения (а) и скорости сканирования (б) лазерного луча с диаметром пятна 1 мм (кривые 1 и 2) и 0,5 мм (кривые 3 и 4)

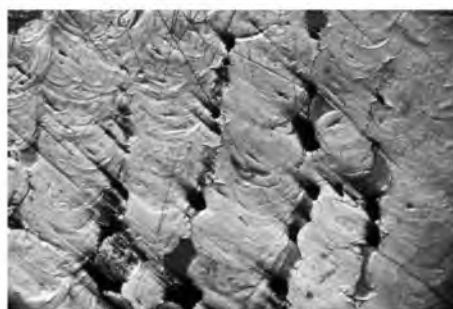


Рисунок 22 – Расплавление поверхности порошкового слоя сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм на подложке из титана ВТ1-0,  $\times 100$

Экспериментальные образцы компактно-пористого материала, полученные путем сканирования первого слоя частиц лазерным лучом с диаметром пятна  $D=0,5$  мм, а последующих слоев – лазерным лучом с диаметром пятна  $D=1$  мм, показали повышение прочности на срез до 6-7 раз (рис. 21, кривые 3 и 4).

Повышенная прочность сцепления с подложкой более мелких частиц порошка объясняется большим относительным количеством жидкой фазы, образующимся в результате импульсного лазерного воздействия с одной и той же удельной энергией импульса. Эту закономерность можно использовать при создании слоистых ФГМ на компактной подложке путем последовательного нанесения слоев с все более крупным размером частиц по мере удаления от ее поверхности.

### 5. Исследования микроструктуры порошковых ФГМ, полученных путем импульсного лазерного воздействия

С целью изучения кинетики образования и роста межчастичных контактов при импульсном лазерном воздействии был проведен электронографический и металлографический анализ образцов пористого и компактно-пористого материала. При изучении результатов импульсного лазерного воздействия на монослой частиц порошка титана хорошо видно (рис.23), что большинство частиц порошка сохранили

свою сферическую форму и соединены друг с другом контактными шейками, образовав пористую структуру, что подтверждает идею поверхностного нагрева и оплавления лучом лазера.

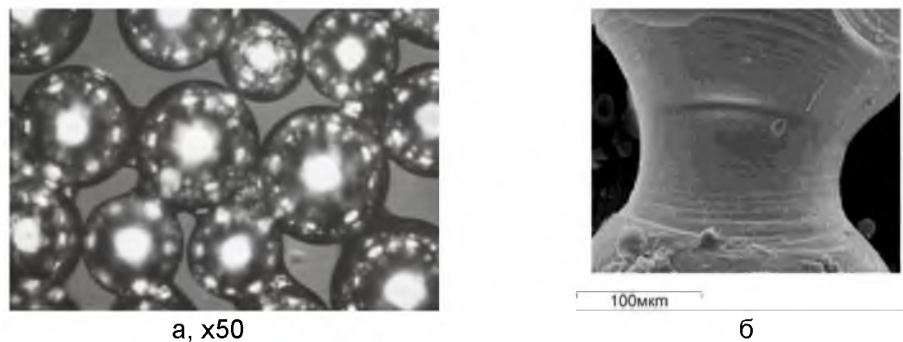


Рисунок 23 – Оптическая фотография монослоя из сферических частиц титана VT1-0 (а) и СЭМ-фотография контактной шейки между частицами (б) после импульсного лазерного воздействия

Механизм такого образования контактов между частицами подтверждается сравнительными исследованиями микроструктуры исходных порошков и пористых образцов (рис.24). В отличие от микроструктуры сферических частиц исходного порошка титана VT1-0, состоящей из тонких первичных зерен  $\alpha$ -фазы (темные), заключенных в матрице из мартенситных зерен  $\beta$ -фазы (светлые), микроструктура поверхности частиц пористых образцов состоит из более грубых первичных зерен  $\alpha$ -фазы игольчатой формы. Большая часть зерен  $\beta$ -фазы в центре частиц сохраняется, а часть, на поверхности, трансформируется через мартенситное превращение в  $\alpha'$ -фазу. Эта, так называемая видманштеттова микроструктура, соответствует охлаждению с высокой скоростью в области температур полиморфного превращения.

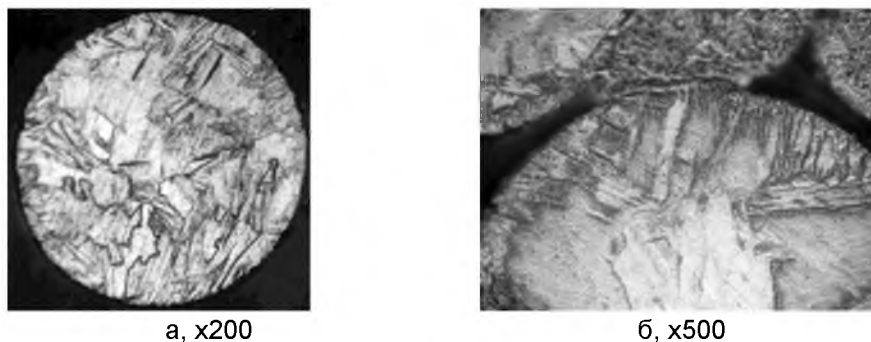


Рисунок 24 – Микроструктура сферической частицы порошка титана VT1-0 (а) и изменение микроструктуры поверхности частицы после импульсного лазерного воздействия (б)

В результате оплавления поверхности частиц лучом лазера и последующей рекристаллизации происходит измельчение зёрненной структуры титана на поверхности частиц порошка, что свидетельствует о том, что образование контактной шейки при импульсном лазерном воздействии происходит за счет поверхностного оплавления частиц порошка с сохранением твердой фазы в центре.

Проведенные электронографические и металлографические исследования позволили получить информацию об изменениях структуры и свойств исходных материалов при воздействии импульсного лазерного излучения на частицы порошка и подложку. Показано, что в результате воздействия импульсного лазерного излучения на первый слой частиц порошка, расположенный на поверхности подложки, в результате подвода высокой плотности тепловой энергии происходит поверхностное расплавление частиц при сохранении твердого ядра (рис.25,а). Часть лазерного

излучения, проникающего в просветы между частицами, разогревает и расплавляет локальные участки поверхности подложки, что приводит к образованию жидкометаллических шеек между частицами и подложкой (рис.25,б). При этом на глубину примерно равную диаметру частиц от поверхности подложки образуется зона термического воздействия, имеющая более мелкозернистую неравновесную структуру (рис.25,в), сильно отличающуюся от исходной ячеистой структуры титановой подложки (рис.25,г).

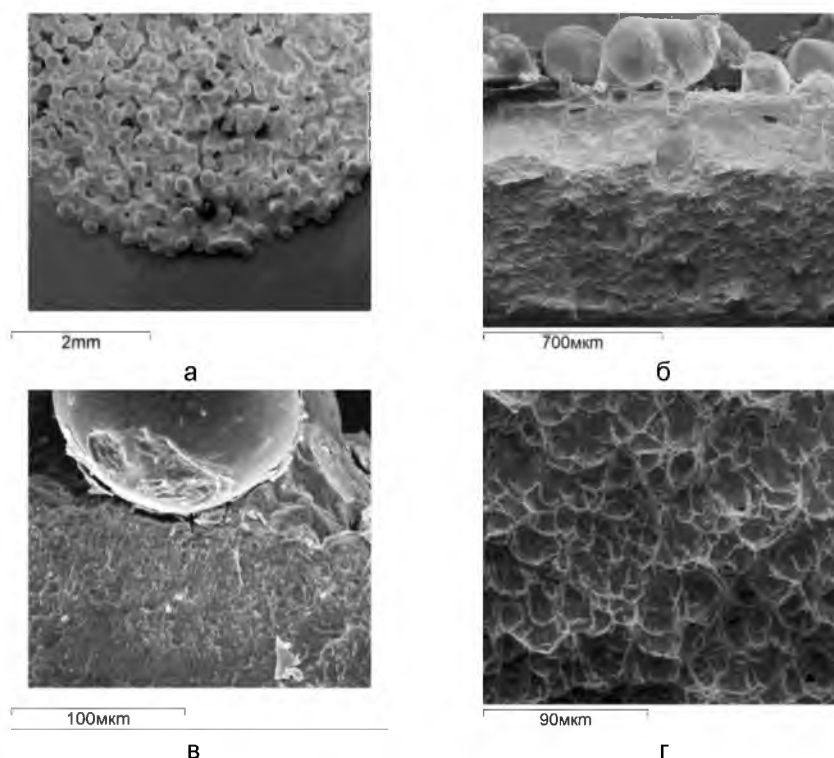


Рисунок 25 – СЭМ-фотографии поверхности порошкового слоя сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм на подложке из титана ВТ1-0 (а), поперечного хрупкого излома порошкового слоя и подложки (б), мелкозернистой поверхностной (в) и ячеистой исходной (г) структуры подложки

Поверхность частиц порошка под воздействием сфокусированного до диаметра 0,5 мм лазерного луча сильно оплавляється и теряет свою первоначальную форму, на ней образуются кратеры (рис.26,а). Расплавленный материал частиц проникает в материал подложки, образуя зоны проплавления иногда на глубину, равную диаметру частиц (рис.26,б).

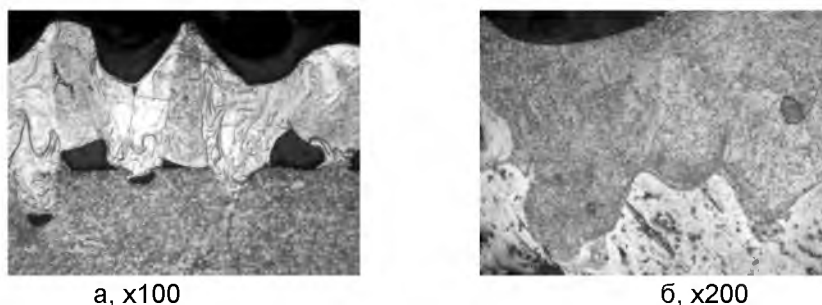


Рисунок 26 – Изменение формы частиц сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм (а) и образование контактных зон с подложкой из титана ВТ1-0 (б) после импульсного лазерного воздействия сфокусированным до диаметра 0,5 мм лазерным лучом

Измерения микротвердости по Виккерсу при нагрузке 100 г частиц исходных сферических порошков титана ВТ1-0 и образцов ФГМ (табл.8), показали, что исходный порошок имел значения микротвердости  $HV=1,87-2,21$  ГПа, компактная подложка –  $1,63-1,83$  ГПа, что близко совпадает с известными значениями  $1,8-2,0$  ГПа [20]. Измеренные значения микротвердости частиц пористого материала и контактных шеек между ними (рис.27), а также значения микротвердости компактно-пористого материала в различных зонах (рис.28) подтверждают предложенный механизм контактообразования при импульсном лазерном воздействии. Существенное увеличение микротвердости отдельных структурных зон материала, подвергшихся полному расплавлению и быстрому остыванию, и сохранение ее исходных значений в зонах, избежавших высокотемпературного воздействия, подтверждает существование механизма контактообразования в условиях поверхностного оплавления частиц порошка при сохранении твердого ядра. Целенаправленное создание зон с повышенными физико-механическими свойствами открывает дополнительные перспективы для разработки новых порошковых ФГМ. Изложенные результаты убедительно показывают, что реализация процесса СЛС в условиях расфокусированного луча позволяет не только получать ФГМ с заданным комплексом эксплуатационных характеристик, но и существенно снизить временные и энергетические затраты при изготовлении из них изделий.

Таблица 8 – Значения микротвердости исходных материалов и образцов порошковых ФГМ в различных структурных зонах

Зона измерения	Величина микротвердости HV, ГПа
Частица порошка	1,87-2,21
Подложка	1,63-1,83
Частица пористого материала - на поверхности; - в центре	2,64-2,96 1,83-2,04
Контактная шейка между частицами пористого материала	2,82-3,11
Частица пористого слоя компактно-пористого материала	2,39-2,76
Подложка компактно-пористого материала - под пористым слоем; - снизу	1,74-1,98 1,59-1,76
Контактная шейка между частицей и подложкой компактно-пористого материала	2,85-2,99
Контактная шейка между частицами компактно-пористого материала	2,44-2,75



а, x100



б, x200

Рисунок 27 – Измерения микротвердости частицы сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм (а) и контактной зоны между ними (б) после импульсного лазерного воздействия лучом диаметром 1 мм

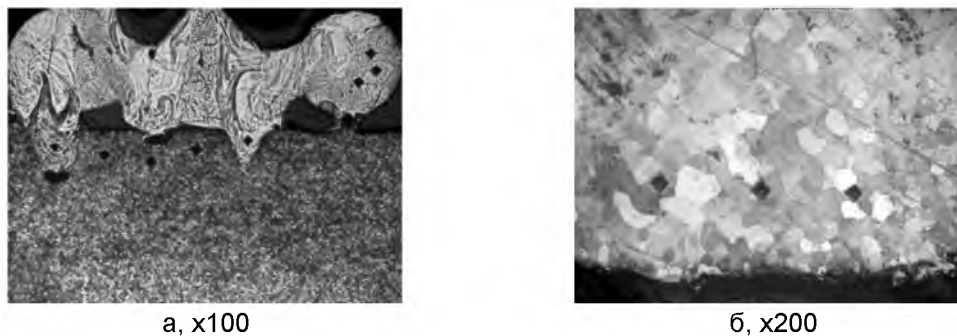


Рисунок 28 – Измерения микротвердости в различных зонах компактно-пористого материала из частиц сферического порошка титана ВТ1-0 фракционного состава  $(-0,315+0,2)$  мм и компактного титана ВТ1-0 (а) и нижней части подложки (б) после импульсного лазерного воздействия лучом диаметром 0,5 мм

### Заключение

Существующие в настоящее время технологии, основанные на методе импульсного лазерного воздействия, позволяют получать широкий спектр материалов, предназначенных для использования во многих отраслях техники. Одной из характерных особенностей метода является возможность управления структурной неоднородностью материалов, что открывает возможность регулирования неоднородности их физических свойств.

Проведенные исследования показали, что получение порошковых ФГМ путем импульсного лазерного воздействия – сложный физический процесс, связанный с неоднородным распределением тепловой энергии лазерного излучения по поверхности и объему частиц порошка и формированием за счет выделившегося тепла межчастичных контактов. Для целенаправленного выбора технологических режимов импульсного лазерного воздействия, обеспечивающих формирование пористых и компактно-пористых материалов с заданным градиентом структуры и свойств, необходимо установить связь между характеристиками исходных порошков, параметрами процесса и свойствами получаемых материалов. С целью установления указанной взаимосвязи предварительно теоретически исследованы закономерности теплообмена и теплораспределения в зоне контактов частиц порошка под действием импульсов лазерного излучения. Показана возможность формирования пористых и компактно-пористых градиентных структур поверхностным оплавлением частиц порошка при сохранении твердого ядра, приводящего к образованию межчастичных контактов в присутствии жидкой фазы. Предложена методика расчета энергии одиночного импульса лазерного излучения, необходимой для формирования отдельных структурных элементов при импульсном лазерном воздействии на сферические частицы порошка, учитывающая явление термокапиллярной конвекции под действием сил поверхностного натяжения. Рассмотрено взаимодействие светового потока импульса лазерного излучения с поверхностью частиц порошка при многократном отражении. Определено минимальное значение энергии импульса лазерного излучения, необходимой для получения пористого структурного элемента из сферического порошка титана. Определена минимальная скорость сканирования лазерного луча, позволяющая формировать порошковые слои ФГМ из отдельных структурных элементов. Экспериментально показана возможность получения порошковых материалов с функционально-градиентной структурой путем управления технологическими параметрами импульсного лазерного воздействия. Установлено, что точное дозирование тепловой энергии и количества импульсов лазерного излучения позволяет обеспечить минимальную усадку слоев порошка при отсутствии конгломерации частиц, управлять структурными характеристиками и свойствами изделий, сохранять микроструктуру и фазовый состав исходных материалов.



Получены результаты, свидетельствующие о повышении микротвердости в отдельных структурных зонах в результате кратковременного теплового воздействия.

Высокие градиенты температуры, вызванные импульсным лазерным воздействием, малая длительность процесса нагревания-охлаждения, совмещение в технологических операций формования и спекания позволяют получать материалы из порошков на основе тугоплавких металлов и метастабильных соединений, химически активных материалов, склонных к быстрому окислению, плохо формуемых сферических порошков. Особо следует отметить перспективность применения технологий, связанных с импульсным лазерным воздействием, для получения материалов со специальными свойствами, таких как металлические стекла, ФГМ, композиты из разнородных материалов – твердых сплавов и сталей, сложных механически легированных материалов, металлов с включениями из сверхтвердых материалов.

#### Список литературы:

1. Гордиенко, А.И. Разработка и применение функционально-градиентных материалов / А.И.Гордиенко, В.В.Ивашко, И.И.Вегера // Вестник Гомельского государственного технического университета им. П.О. Сухого, 2007. -№2 (29). –С.51-57.
2. Meteinick, J. The technology of rapid prototyping. -Innovation Summer, 1992. -P.30-32.
3. Yasuda, H. Fabrication of Metallic Porous Media by Semisolid Processing Using Laser Irradiation / H. Yasuda, I. Ohnako, H. Kaziura, Y. Nishivaki // Materials Transactions, 2001. -V.42. -№2. -P.309-315.
4. Белявин, К.Е. Лазерное спекание порошковых слоев в процессах «выращивания» изделий / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, М.Л.Хейфец, О.П.Голубев // Республиканский межведомственный сборник научных трудов «Порошковая металлургия», 2007. -Вып.30. –С.250-251.
5. Витязь, П.А. Процессы послойного синтеза и сборки изделий сложной формы из композиционных порошковых и листовых материалов / П.А.Витязь, А.Ф.Ильющенко, Д.В.Минько, М.Л.Хейфец, С.В.Кухта, Д.Н.Свирский // Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе. Материалы докладов Международного симпозиума, 21-22 октября 2008 г. –Минск: Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ НАН Беларуси, 2008 г. –С.196-206.
6. Толочко, Н.К. Лазерное селективное послойное спекание порошков: проблемы и перспективы / Н.К.Толочко, С.Е.Мозжаров, Н.В.Соболенко и др. // Порошковая металлургия, 1995. -№3/4. -С.32-37.
7. Belyavin, K.E. New Technology of Selective Laser Sintering / K.E.Belyavin, D.V.Minko, Yu.A.Chivel, V.K.Pavlenko // EURO PM2005 Congress and Exhibition. Proceedings. 2-5 October 2005, Prague, Czech Republic. -2005, -V.2. -P.171-176.
8. Белявин, К.Е. Новая лазерная технология получения пористых порошковых изделий / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, Ю.А.Чивель, В.К.Павленко // Современное материаловедение: достижения и проблемы. MMS-2005. Тезисы докладов международной конференции, Киев, Украина, 26-30 сентября 2005 г. / под ред. В.В.Скорохода. -Киев: Академперіодика, 2005. -Т.1. -С.178-179.
9. Белявин, К.Е. Исследование процесса селективного лазерного спекания сферического порошка титана / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, О.О.Кузнечик, В.К.Павленко, Ю.А.Чивель, М.В.Петрушина // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия: 6-я междунар. науч.-техн. конф., Минск, 6-7 апреля 2004 г.: Материалы докл. / Ред. кол.: А.Ф. Ильющенко и др. –Мн.: ОДО «Тонпик», 2004. -С.324-325.
10. Белявин, К.Е. Исследование влияние мощности импульсно-периодического лазерного излучения на устойчивость жидкометаллических контактов между частицами

порошка при селективном лазерном спекании / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, Р.П.Быков, О.О.Кузнечик // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. -Минск: НАН Беларуси, 2006. -Вып. 29. -С.268-272.

11. Смуров, И.Ю. Тепловые процессы при плавлении и абляции // Воздействие концентрированных потоков энергии на материалы: Сб. статей. -М.: Наука, 1985. - С.108-136.

12. Пористые проницаемые материалы: справ.изд. / Под ред. Белова С.В. -М.: Металлургия, 1987. -335 с.

13. Deckard, C. Process and control issues in selective laser sintering / C.Deckard, J.J.Beaman. ASME, Production Engineering Division (Publication) PED, 1988. -V.33. -P.191-197.

14. Патент РБ 1757 от 31.03.2004 на полезную модель. Установка для послойного лазерного спекания порошковых материалов / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, О.О.Кузнечик, Ю.А.Чивель, В.К.Павленко. Оpubл. 30.03.2005.

15. Патент РФ 2299787 от 21.10.2004 на изобретение. Установка порошковой лазерной стереолитографии / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, О.О.Кузнечик, Ю.А.Чивель, В.К.Павленко. Оpubл. 27.05.2007. Бюл. №5.

16. Белявин, К.Е. Селективное лазерное спекание пористых материалов и покрытий из порошков титана с частицами сферической формы / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, Р.П.Быков // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. -Минск: НАН Беларуси, 2008. -Вып.31. - С.200-205.

17. Белявин, К.Е. Селективное лазерное спекание порошковых материалов из титановых сплавов / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, Р.П.Быков, О.О.Кузнечик // Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 25-29 мая 2009 г.: сборник тезисов/ УО «ВГТУ»; гл. ред. В.В.Рубаник. -Витебск, 2009. -С.200-201.

18. Белявин, К.Е. О припекании сферических порошков титана под воздействием твердотельного лазера / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, О.О.Кузнечик, Р.П.Быков, Д.А.Затягин. -Порошковая металлургия. -2008. -№7/8. -С.155-160.

19. Колачев, Б.А. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов / Б.А.Колачев, Р.М.Габидуллин, Ю.В.Пигузов // Учебное пособие для вузов. - М.: Металлургия, 1980. -280 с.

20. Курзина, И.А. Эволюция структуры и механических свойств ультрамелкозернистого титана / И.А.Курзина, И.А.Божко, М.П.Калашников, А.Ю.Ерошенко, Ю.П.Шаркеев. -Материаловедение, 2010. -№5. -С.48-55.