

Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты). 2020 Том 22 № 1 с. 114–135 ISSN: 1994-6309 (print) / 2541-819X (online) DOI: 10.17212/1994-6309-2020-22.1-114-135



Обработка металлов (технология • оборудование • инструменты)



Сайт журнала: http://journals.nstu.ru/obrabotka_metallov

Закономерности структурообразования в материалах, полученных гибридным аддитивно-термомеханическим методом

Анастасия Гусарова^а, Андрей Чумаевский ^{b,*}, Ксения Осипович^с, Татьяна Калашникова^d, Кирилл Калашников^e

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, 634055, Россия

^a b https://orcid.org/0000-0002-4208-7584, g gusarova@ispms.ru, ^b https://orcid.org/0000-0002-1983-4385, tch7av@gmail.com,

^c (b) https://orcid.org/0000-0001-9534-775X, \bigcirc osipovich k@ispms.tsc.ru, ^d (b) https://orcid.org/0000-0002-0388-4011, \bigcirc gelombang@ispms.tsc.ru,

^e b https://orcid.org/0000-0002-0286-7156, 🗢 sso.spektr.asu@gmail.com

ИНФОРМАЦИЯ О СТАТЬЕ

аннотация

УДК 621.791.1:620.184:620.178.152.341

История статьи: Поступила: 15 декабря 2019 Рецензирование: 10 января 2020 Принята к печати: 14 февраля 2020 Доступно онлайн: 15 марта 2020

Ключевые слова: Фрикционная перемешивающая обработка Электронно-лучевая аддитивная технология Структурно-фазовое состояние Механические свойства Полиметаллические материалы Гибридные технологии

Финансирование

Работа по получению и исследованиям структуры образцов методом аддитивного производства и фрикционной перемешивающей обработки выполнены в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013–2020 годы, направление Ш.23. Работы по получению и исследованию материалов системы Си–А1 методом аддитивного электроннолучевого производства выполнены в рамках проекта Российского Научного Фонда № 19-79-00136. Введение. В настоящее время активно развиваются методы аддитивных технологий для получения металличеих материалов различного химического и фазового состава. Проволочная технология, основанная на методе элеконно-лучевого плавления, является олной из наиболее перспективных технологий позволяющих помимо полу-

ских материалов различного химического и фазового состава. Проволочная технология, основанная на методе электронно-лучевого плавления, является одной из наиболее перспективных технологий, позволяющих помимо получения деталей сложной формы создавать материалы с градиентной, слоистой или уникальной структурой. Но такие технологии позволяют получать изделия со структурой литого разупрочненного материала с крупнокристаллическим строением и неравномерным распределением компонентов используемого материала. Для получения однородной структуры получаемых материалов, а также упрочнения материала и измельчения зерен структуры возможно применение дополнительной фрикционной перемешивающей обработки, способной изменить распределение компонентов полиметаллического образца с формированием структуры, недостижимой при получении материалов существующими методами. Исходя из вышесказанного актуальной на настоящее время является проблема измельчения зерна, упрочнения материала и получения однородной структуры при изготовлении полиметаллических материалов из однородных и разнородных металлов и сплавов. В статье для решения этой проблемы используется совмещение методик аддитивного электронно-лучевого производства и фрикционной перемешивающей обработки. Полхол заключается в том что метолом интенсивной пластической леформации возлействуют на гралиентный переход полиметаллического изделия, изготовленного методом аддитивного производства. Целью настоящей работы является исследование макроструктурных закономерностей формирования полиметаллических образцов методом аддитивного электронно-лучевого производства, образующих в зоне контакта механические смеси (Cu-Fe), твердые растворы и интерметаллидные соединения (Cu-Al). В работе исследованы особенности формирования биметаллических образцов из однородных и разнородных металлов, полученных аддитивным методом, и закономерности структурных изменений в материалах системы Си-Fe после гибридной аддитивно-термомеханической обработки. Методами исследования являются оптическая, растровая электронная микроскопия и анализ микромеханических свойств при измерении микротвердости в различных сечениях полученных образцов. Результаты исследования. Выявлены особенности структурных изменений в материалах, полученных аддитивным методом, в зависимости от типов формирующихся фаз в зоне контакта материалов полиметалла. Полученные данные свидетельствуют о более равномерном распределении в зоне структурного градиента компонентов полиметаллического образца, не образующих в зоне контакта интерметаллидных фаз и твердых растворов. Были установлены закономерности пластической деформации и фрагментации в системе Cu-Fe (медь М1 - сталь 12Х18Н9Т) после фрикционной перемешивающей обработки с использованием растровой электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального анализа и оптической микроскопии. Полученные данные свидетельствуют о формировании в зоне перемешивания потоков металла в направлении течения материала по контуру инструмента. Слои имеют различный размер зерна, особенности распределения частиц меди и стали, а также закономерности распределения химических элементов. По краям зоны перемешивания имеет место избыточное замешивание стали в верхние слои материала с нижележащих слоев. В зоне перемешивания проявляется неоднородность строения в распределении отдельных слоев, их толщине, размере зерна и объемной доле различных фаз.

Для цитирования: Закономерности структурообразования в материалах, полученных гибридным аддитивно-термомеханическим методом / А.В. Гусарова, А.В. Чумаевский, К.С. Осипович, Т.А. Калашникова, К.Н. Калашников // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2020. –Т. 22, № 1. – С. 114–135. – DOI:10.17212/1994-6309-2020-22.1-114-135.

Чумаевский Андрей Валерьевич, н.с. Институт физики прочности и материаловедения СО РАН пр. Академический, 2/4, 634055, г. Томск, Россия **Тел.:** 8 (961) 891-41-49, **e-mail:** tch7av@gmail.com

114 Том 22 № 1 2020

CM

Введение

В настоящее время в производстве деталей из металлических материалов аддитивным методом преобладают методики, основанные на плавлении металлического или порошкового материала с послойным формированием изделия. При таком подходе структура изделия представлена литым дендритным строением [1-4], что снижает характеристики механических свойств, ограничивает практическую применимость изделий и в ряде случаев обусловливает необходимость проведения дополнительных термообработок после изготовления деталей. При печати деталей из разнородных металлов (например, Cu-Al) происходит резкое падение прочности в зоне контакта материалов за счет формирования протяженных непрерывных интерметаллидных прослоек, аналогичных наблюдаемым при сварке плавлением. При печати деталей из материалов, не образующих в контакте интерметаллидных фаз или твердых растворов (например Си-Fe), основными дефектами в структуре являются неоднородности распределения компонентов системы в градиентной зоне.

Формирование разупрочненных крупнокристаллических литых структур, получаемых при аддитивном электронно-лучевом методе 3D-печати, приводит к высоким усталостным характеристикам, пластичности и низкой твердости образцов, что определяет высокую стойкость материалов в условиях малоцикловой усталости, а также является причиной низких свойств в тех условиях, когда необходимы повышенные механические свойства и сопротивление изнашиванию.

Для повышения прочности материалов в процессе аддитивного изготовления возможно применение в составе материалов различных порошковых частиц, выступающих в роли центров кристаллизации при затвердевании и препятствующих росту зерна при последующем охлаждении. Возможно также использование в процессе формирования изделия механической или термомеханической обработки, способствующей измельчению зерна, повышению прочности или выравниванию распределения компонентов полиметаллических материалов. В настоящее время таких методик в литературе описано достаточно много, однако их применение в аддитивных технологиях еще не нашло широкой востребованности.

Одной из методик модификации поверхностного слоя с образованием ультрамелкодисперсной структуры с равномерным распределением зерна является технология фрикционной перемешивающей обработки, аналогичная сварке трением с перемешиванием, которая основана на эффекте адгезионного трения между материалами без смазочного слоя [5-17]. В условиях фрикционной перемешивающей обработки и сварки трением с перемешиванием возможно формирование как упрочненного поверхностного слоя с ультрамелкодисперсной зеренной структурой [18-20] и повышенными прочностными свойствами [5, 6, 12, 17] или пластичностью [21-23], так и сложных, в том числе полиметаллических, систем с наличием в структуре упрочняющих фаз различного типа [24-29]. Получение упрочняющих фаз в материалах методом фрикционной перемешивающей обработки возможно путем засыпки в специальные углубления в поверхностном слое порошкового материала, внедрения цилиндрических элементов в материал или посредством обработки пакетов листов [30-32].

Несмотря на большое количество исследований в области применения аддитивных технологий, развитие 3D-печати для получения деталей сложной формы и использование различных материалов, изделия из которых затруднительно или невозможно изготавливать стандартными технологиями [33-38], основной проблемой существующих работ является отсутствие подробных исследований особенностей структурных изменений в материалах при комбинированных воздействиях в процессе получения. Возможность применения помимо порошкового [39] материала проволочных филаментов [1-4] позволяет использовать для печати стандартные проволочные материалы, имеющиеся на рынке. С помощью одновременной или поочередной подачи проволочного материала возможно формирование протяженных градиентных областей. При этом работ по получению материалов совмещением методов фрикционной перемешивающей обработки и аддитивных процессов порошкового/проволочного типа на момент написания настоящей статьи обнаружено немного [40], что, кстати, касается и работ по сварке ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ

трением или сварке трением с перемешиванием аддитивно полученных образцов [41, 42]. Однако в ранее проведенных работах по исследованию закономерностей преобразования структуры в материалах, изготовленных методом фрикционной перемешивающей обработки, сварке трением с перемешиванием и аддитивным электронно-лучевым методом, было сделано предположение о целесообразности применения комбинации вышеуказанных методов для получения образцов со сложной структурой [43].

Одним из преимуществ осуществления метода комбинированного (или гибридного) получения материалов с помощью аддитивной технологии и адгезионно-диффузионного термомеханического процесса является возможность формирования полиметаллических систем с однородной макро- и микроструктурой. При использовании, например, многопроволочной подачи формируется образец с изначально заданными объемными долями компонентов. При последующей фрикционной перемешивающей обработке происходит перераспределение, фрагментация и упорядочение расположения компонентов системы. С использованием только одной из вышеуказанных технологий получить однородную структуру не представляется возможным, так как при фрикционной перемешивающей обработке сложно осуществить контролируемое внедрение в один материал определенной макроскопической объемной доли второго материала, а при аддитивном производстве методом проволочной или порошковой технологии – сформировать мелкодисперсный материал.

В связи с изложенным выше настоящая работа направлена на установление закономерностей формирования структуры материалов при аддитивном электронно-лучевом получении, а также в условиях гибридного аддитивного и термомеханического воздействия при изготовлении деталей из однородных и разнородных материалов.

Методика исследований

Получение образцов из меди марки М1 и стали 12Х18Н9Т, а также из меди М1 и алюминиевого сплава АМг5 производилось на экспериментальной установке в ИФПМ СО РАН при помощи двух податчиков проволочного

116 Том 22 № 1 2020

филамента поочередно в последовательности «12Х18Н9Т-М1» (рис. 1, а) и «М1-АМг5» (рис. 1, в). Сокращенно данные системы полиметаллических материалов в работе обозначаются по основному компоненту алюминиевого сплава и стали как системы «Cu-Al», «Cu-Fe». Значения параметров процесса печати (сила тока пучка и скорость подачи проволоки) определяли эмпирическим путем. Ускоряющее напряжение составляло 30 кВ, развертка пучка – эллипс. Толщина проволочных филаментов составляла 1,2 мм; средняя толщина слоя составляла порядка 0,8...1,0 мм. Экспериментальные образцы были вырезаны в форме плоских параллелепипедов толщиной 4...6 мм (2...3 мм толщина медной, стальной или алюминиевой области). В качестве подложки использовали листовой прокат аустенитной стали 12Х18Н9Т толщиной 10 мм для полиметалла «Cu-Al» и «Cu-Fe». Слои каждого из материалов наносились последовательно со смещением на ширину одного слоя до формирования плоского образца размером не менее 80...120 мм длиной и 60...80 мм шириной. Такой процесс производился последовательно до 3...4 раз с формированием пакета слоев для достижения требуемой толщины.

Получение полиметалла «медь М1 – сталь 12X18Н9Т» производилось в следующей последовательности. Вначале на поверхности подложки из нержавеющей аустенитной стали формировался пакет слоев из стали. Далее посредством плавления электронным лучом от источника 1 проволоки 2 с формированием ванны расплава 3 формировался пакет слоев 4 из меди марки М1 с замешанными в медь частицами стали из нижележащих слоев 5. Для печати использовалась развертка электронного пучка в виде движения по траектории эллипса 6 диаметром 5...6 мм. Посредством развертки регулировалось тепловложение в материал подложки и в материал проволоки. В положении пучка 7 производилось оплавление подложки с формированием оплавленной зоны 12, а в положении 8 луч расплавлял проволоку из меди с образованием ванны расплава 11, в котором при печати происходило перемешивание с оплавленной зоной подложки и формирование градиентной зоны из двух компонентов полиметалла. Подача проволоки осуществлялась с помощью податчика 9 с барабана 10.

См



Рис. 1. Схемы процессов получения образцов системы «М1-12Х18Н9Т» и «М1-АМг5»:

a – методом аддитивного электронно-лучевого производства системы «М1–12Х18Н9Т»; δ – методом аддитивного электронно-лучевого производства системы «М1–12Х18Н9Т» с последующей фрикционной перемешивающей обработкой; s – методом аддитивного электронно-лучевого производства системы «М1–АМг5»; l – электронно-лучевая пушка; 2 – проволочный филамент; 3 – ванна расплава; 4 – градиентный материал системы «М1–12Х18Н9Т», полученный электронно-лучевой технологией; 5 – слои из стали 321, полученные электронно-лучевой технологией; 6 – развертка электронного пучка; 7 – положение пучка в области прогрева подложки; 8 – положение пучка в области плавления проволоки; 10 – барабан с проволокой; 11 – ванна расплава проволоки; 12 – оплавленный металл подложки; F_z – осевое усилие при обработке, ω_z – скорость вращения инструмента; V_x – скорость подачи заготовки при обработке

Fig. 1. Schemes of processes for obtaining samples of the "copper–steel" and "copper–aluminum alloy" systems: a - by the method of electron-beam additive manufacturing of the "copper–steel" system; $\delta - by$ the method of electron-beam additive production of the "copper–steel" system with subsequent friction stir processing; e - by the method of electron-beam additive manufacturing of the "copper–aluminum alloy" system; 1 - electron-beam gun; 2 - wire filament; 3 - molten bath; 4 gradient material of copper-steel system obtained by electron-beam technology; 5 - layers of steel 321 obtained by electron-beam technology; 6 - electron beam scanning type; 7 - beam position in the substrate heating area; 8 - beam position in the wire melting area; 9 - wire feeder; 10 - wire drum coil; 11 - wire molten bath; 12 - molten metal of the substrate; $F_z -$ axial force during processing; $\omega_z -$ tool rotation speed; $V_x -$ workpiece feed speed during processing

Получение полиметалла «М1-АМг5» осуществлялось аналогично получению полиметалла «М1-12Х18Н9Т». В случае полиметалла «М1-АМг5», формировалась протяженная градиентная зона взаимной диффузии с образованием твердых растворов и интерметаллидных фаз (рис. 1, *в*).

Фрикционная перемешивающая обработка образцов из стали 12Х18Н9Т и меди М1 (рис. 1, б) проводилась на лабораторном оборудовании в ИФПМ СО РАН. В процессе обработки вращающийся инструмент внедрялся в поверхность полиметаллического материала и разогревал поверхностный слой. Далее при движении вдоль линии обработки происходило перемешивание компонентов системы за счет адгезионного взаимодействия материала с инструментом и увеличения давления в зоне перед пином инструмента. Инструмент изготовлен из сплава ЖС6У гладкой формы без нарезки в области пина и плеч. Глубина обработки составляла 2,3 мм; скорость продольной подачи – 90 мм/мин; скорость вращения инструмента – 400 об/мин; сила прижатия инструмента – 900 кг. По причине низкой на данный момент стабильности печати в паре материалов «М1-АМг5» проведение дальнейшей обработки трением с перемешиванием не проводилось (причина низкой стабильности рассмотрена далее).

Макроструктура образцов полиметаллических изделий исследовалась на вырезанных электроискровым методом в поперечном сечении образцах с использованием растровой и оптической микроскопии. РЭМ-исследования проводились при помощи растрового электронного микроскопа Zeiss LEO EVO 50 в режиме обратнорассеянных электронов. Химический состав различных структурных составляющих определяли с помощью микрорентгеноспектрального анализа на растровом электронном микроскопе. Оптическую микроскопию проводили на конфокальном микроскопе Olympus LEXT 4100, микротвердость измеряли на микротвердомере Duramin 5.

Результаты и их обсуждение

В процессе электронно-лучевого аддитивного производства полиметаллических образцов системы «медь-сталь» происходило формирование сложной градиентной зоны практически на всю высоту 2,3 мм нанесенных слоев меди. На подложку из нержавеющей стали изначально наносились слои из стали аустенитного класса 12Х18Н9Т. Затем на слои стали 12Х18Н9Т наносились слои меди также из проволочного филамента. По причине существенного оплавления поверхностного слоя стали при нанесении медного филамента происходило достаточно интенсивное перемешивание материала. Оплавленные частицы стали по причине меньшей плотности проявляли тенденции к подъему в верхние слои меди. Так как проплавление поверхностного слоя электронным пучком производилось и при наплавлении последующих слоев, то частицы стали, внедренные в первые слои, поднимались выше и попадали в наиболее высокие слои материала. В результате в поверхностных слоях образца происходило формирование сложной градиентной структуры при переходе от стали к меди (рис. 2, а). При этом в структуре нижнего слоя присутствуют как крупные области замешанной в медную матрицу стали 1, так и области со средним 2, 3, малым 4 и высоким 5 содержанием частиц стали различного размера. Формирование частиц стали в медной матрице обусловлено закономерностями процесса перемешивания материала в жидком состоянии и последующей кристаллизацией дендритов: сначала – аустенита, затем – меди. В области с небольшими по размеру частицами частиц дендритного типа наблюдается небольшое количество. Частицы могут быть разного размера (рис. 2, б-д). Могут быть крупные частицы размером от 50...70 мкм 6, 11, 14 до 200 мкм и более 10. Внутри наиболее крупных частиц у-железа 10, 11 в медной матрице также присутствуют частицы меди, в которых, в свою очередь, могут присутствовать частицы железа (рис. 2, в, г), что свидетельствует о сложном и неоднородном характере перемешивания компонентов системы в жидком состоянии при нанесении слоев на поверхность. Частицы среднего размера 7, 12, 15 формируются в интервале 10...20 мкм. Мелкие частицы 8, 13, 16 имеют размер до 5 мкм.

При выбранном в настоящей работе способе аддитивного электронно-лучевого получения полиметаллических материалов системы «М1-АМг5» стабилизации процесса формирования материала и структуры добиться не представляется возможным по ряду причин. Основной причиной является интенсивная взаимная диффузия компонентов системы с формированием в зоне структурного градиента неоднородной и высокодефектной структуры (рис. 3). В данном случае одними из основных типов структурных составляющих являются различные твердые растворы и интерметаллидные соединения (по данным ранее проведенной работы [43]), а также их механические смеси (рис. 3, а-в). В твердых растворах 2 интерметаллидные фазы 3 могут присутствовать как отдельные частицы, расположенные хаотично, а также как и тонкие системы мелких частиц или прослоек в междендритных пространствах. В структуре полученного образца в основном наблюдается чередование различных по составу слоев от меди 1 до твердых растворов Al-Cu 2, смеси твердых растворов и интерметаллидов 4, частиц интерметаллидных фаз или непрерывных интерметаллидных прослоек 3. Внутри интерметаллидных прослоек или на границе их с соседними областями возможно формирование дефектов в виде трещин 5, появление которых обусловлено различной величиной коэффициента термического расширения и пластичностью интерметаллидов и твердых растворов.

В зоне перемешивания в жидком состоянии возможно формирование крупных неоднородностей распределения меди и алюминия (6, 7 на рис. 3, ∂), что также влияет на неравномерность структуры по образцу в целом и свидетельствует о низкой стабильности процесса. Такие образования могут иметь сложную конфигурацию и располагаться в различных зонах образца, а также содержать





Рис. 2. Структура образцов системы «М1 – 12Х18Н9Т» после аддитивного электронно-лучевого получения:

1 – большие объемы замешанной стали; 2, 3 – области со средним содержанием частиц стали; 4 – область с низким количеством частиц; 5 – область с высоким содержанием частиц стали; 6, 10, 11, 14 – крупные частицы стали в медной матрице; 7, 12, 15 – частицы среднего размера; 7, 13, 16 – мелкие частицы стали; 10 – частицы меди внутри частиц стали

Fig. 2. Structure of copper-steel system samples after electron-beam additive manufacturing:

1 - large volumes of mixed steel; 2, 3 – areas with medium steel particle content; 4 – area with low particle content; 5 – area with high steel particle content; 6, 10, 11, 14 – large steel particles in copper matrix; 7, 12, 15 – medium sized particles; 7, 13, 16 – small steel particles; 10 – copper particles inside steel particles





1 – медь; 2 – твердые растворы меди и алюминия; 3 – интерметаллидные частицы; 4 – смесь твердых растворов и интерметаллидных фаз; 5 – трещины в интерметаллидных фазах; 6 – большие области неоднородностей строения; 7 – алюминиевый сплав; 8 – граничная зона между медью и алюминием; 9 – дефекты в интерметаллидных слоях; 10 – трещины по границе интерметаллидных фаз и зоны твердых растворов



1 - copper; 2 - solid solutions of copper and aluminum; 3 - intermetallic particles; 4 - mixture of solid solutions and intermetallic phases; 5 - cracks in intermetallic phases; 6 - large areas of structural heterogeneity; 7 - aluminum alloy;
8 - boundary zone between copper and aluminum; 9 - defects in intermetallic layers; 10 - cracks on the boundary between intermetallic phases and solid solution zones

дефекты различного структурно-масштабного уровня. Наиболее существенными дефектами в материале являются структурные неоднородности 8, скопления пор 9 и растрескивание по границе твердых растворов и крупных интерметаллидных прослоек 10, формируемых в зоне контакта меди и алюминиевого сплава при резком градиенте структуры от одного материала к другому. Появление таких дефектов предположительно обусловлено различными характеристиками теплового расширения и пластичности интерметаллидных фаз и твердых растворов. В основном для образования расслоений или растрескиваний по границам различных фаз необходимо формирование сплошных интерметаллидных прослоек большой протяженности. В проведенных исследованиях с выбранным методом нанесения алюминиевого филамента на поверхность медного филамента невозможно контролировать степень взаимной диффузии и плавность градиента полученных структур, что делает появление вышеуказанных дефектов в структуре граничной области полиметалла неизбежным, а также невозможным формирование образцов гибридным методом. По этой причине в настоящем исследовании фрикционная перемешивающая обработка данных материалов не проводилась.

В целом полученные в настоящей работе и предыдущих исследованиях [44] данные свидетельствуют о достаточно неравномерном на микроуровне распределении частиц стали в объеме медной матрицы, причем такой характер распределения частиц сохранялся, но в более узкой области, и при печати с одновременным внедрением в зону печати двух проволочных филаментов из меди и стали. По этой причине в настоящей работе для формирования мелкодисперсной смеси γ-железа и меди были проведены работы по фрикционной перемешивающей обработке. При этом описанные ранее особенности печати полиметаллов системы «М1-АМг5» не позволяют добиться стабильности структуры и требуют изменения методики печати в целом.

В образцах системы «М1-12Х18Н9Т» после фрикционной перемешивающей обработки происходило формирование сложноорганизованной системы из различных по конфигурации слоев материала, расположенных в наплавлении течения по контуру инструмента в процессе обработки (рис. 4). Как показывают исследования процессов, происходящих в материале в зоне выхода инструмента (рис. 4, a), при обработке с нижних стальных слоев формируются крупные потоки материала I снизу вверх по контуру инструмента. В результате в объем медной матрицы происходит избыточное замешивание





а – панорамное изображение зоны выхода инстумента; б – формирование потока стали от нижележащих слоев;
в – изменение структуры после обработки; г, д – формирование слоистой структуры из стали и смеси стали и меди; 1 – крупные потоки стали; 2 – перемешанный материал градиентного слоя; 3 – материал градиентного слоя, не подверженный обработке; 4 – материал градиентного слоя с избыточным замешиванием стали; 5, 6 – потоки стали с измельченной структурой; 7 – потоки смеси меди и стали

Fig. 4. Structural changes in the tool outlet area after processing of copper-steel system samples:

a – panoramic image of the tool outlet area; δ – steel flow formation from the underlying layers; *s* – structural change after processing; *c*, ∂ – steel and copper mixture layer formation; *l* – large steel flows; *2* – gradient layer mixed material; *3* – unprocessed gradient layer material; *4* – gradient layer material with excessive steel mixing; *5*, *6* – steel flows with milled structure; *7* – copper and steel mixture flows

стального материала и образуются слоистые области 2, обогащенные сталью (рис. 4, δ – ∂). При этом области необработанного материала 3 резко контрастируют с областями, прошедшими обработку (рис. 4, δ , ϵ). В областях со слоистым строением происходит чередование слоев стали и слоев ультрамелкодисперсных смесей из зерен меди и γ -железа (5–7, рис. 4, δ - δ).

В зоне перемешивания при этом отсутствуют внедрения крупных объемов стали, которые наблюдались по ее краям (1, рис. 4). В структуре зоны перемешивания наблюдается чередование слоев с различным размером частиц стали в медной матрице (рис. 5). С наступающей стороны можно выделить по контуру зоны перемешивания материалов также крупные объемы стали, располагающиеся от нижних стальных слоев до верхних слоев с наступающей стороны под плечами инструмента (рис. 5, а). В центре зоны перемешивания чередование слоев с различной структурой и размером осуществляется в последовательности слоев с крупными частицами и слоев с мелкими частицами (рис. 5, б, в). Наличие более крупных частиц стали 1 характерно для всех типов слоев: и с мелкодисперсным строением 2, 5, 6, и с грубодисперсной структурой 4. В слоях с крупным размером зерна (рис. 5, е) размер частиц стали в медной матрице может достигать в среднем 3 мкм и более, в то время как в слоях с мелкодисперсной структурой (рис. 5, г, д) средний размер частиц стали в меди может достигать 0,5...1 мкм и меньше.

Различие в размере частиц стали в медной матрице внутри слоев связано, прежде всего, с физической природой процесса фрикционной перемешивающей обработки. Часть перемешиваемого материала имеет контакт непосредственно с инструментом для фрикционной обработки и испытывает большую пластическую деформацию, чем материал, увлекаемый за счет когезионных сил и разницы давлений (спереди и сзади пина) за инструментом. Вследствие этого формируется структура с более мелкодисперсными частицами в одних слоях и с более крупными – в других. При более детальном рассмотрении частиц по размеру можно выделить слои с бимодальным или тримодальным распределением.

Крупные частицы стали (3, рис. 6, *a*) и средние частицы 2 в структуре медной матрицы *1* необработанного материала при фрикционной перемешивающей обработке деформируются, фрагментируются и разрушаются (рис. 6, б-г). В материале после обработки в большом количестве имеются частицы 4, 7, 8, которые разрушились под действием интенсивной пластической деформации. Причем более интенсивное разрушение частиц наблюдается в слоях с мелкодисперсной структурой б, чем в слоях с грубодисперсной 5. Частицы в стадии разрушения (рис. 6, в) хорошо иллюстрируют процесс деформации и фрагментации при обработке, приводящей на заключитальном этапе к формированию мелкодисперсной структуры 8 с более равномерным распределением стали и меди. Из проведенных исследований можно предположить, что выполнение многопроходных обработок позволит еще больше повысить степень деформации и разрушения крупных частиц стали и увеличить равномерность распределения компонентов полиметалла.

Химический анализ методом микрорентгеноспектрального анализа на растровом электронном микроскопе полиметаллических образцов системы «сталь-медь» до обработки (рис. 7, a-d) и после обработки (рис. 7, $e-\kappa$) показывает, что в материалах, полученных аддитивным методом, распределение меди и железа четко контрастируют между собой (рис. 7, δ , d). Железо и хром демонстрируют равномерное распределение (рис. 7, c, d). Распределение никеля (рис. 7, b) за исключением крупных частиц достаточно равномерно по причине хорошей взаимной растворимости меди и никеля.

Распределение никеля в материале после обработки аналогично: в крупных частицах содержание никеля существенно выше, в областях с мелкодисперсным строением распределение никеля более равномерно (рис. 7, 3). Распределение железа и хрома также идентично (рис. 7, u, κ). Изменяется закономерность в распределении меди и железа (рис. 7, κ , κ). В слоях с грубодисперсной структурой медь и железо также четко контрастируют, но в слоях с мелкодисперсной структурой распределение меди и железа становится настолько однородным, что данные элементы становятся слабо различимыми.

При анализе структуры и химического состава необработанного (рис. 8, *a*, *c*) и обработан-









а, б – край зоны перемешивания с наступающей стороны; в, г – формирование грубодисперсных и мелкодисперсных структур; д, е – слои с мелкодисперсным и крупнокристаллическим строением; 1 – крупные частицы; 2 – слои мелкодисперсного строения; 3 – крупные объемы стали, затянутые с нижележащих слоев; 4 – слои грубодисперсного состава; 5, 6 – формирование слоев с различным содержанием стали

Fig. 5. Structure of the stir zone of copper-steel system samples after deposition and processing:

a, δ – edge of a stir zone at the advancing side; *e*, *z* – formation of coarse disperse and fine-disperse structures; ∂ , *e* – layers with fine-disperse and large-crystalline structure; *I* – rather large particles; *2* – layers of fine-disperse structure; *3* – large volumes of steel tightened from underlying layers; *4* – layers of coarse disperse composition; *5*, *6* – formation of layers with different steel content







а – крупные частицы в градиентной зоне необработанного образца; б, в, г – разрушение крупных частиц при фрикционной перемешивающей обработке; 1 – медная матрица; 2 – средние частицы; 3 – крупные частицы; 4 – частицы между слоями в процессе разрушения; 5 – слои с грубодисперсной структурой; 6 – слои мелкодисперсного строения; 7 – крупная частица в состоянии разрушения; 8 – отделившийся от частицы материал в стадии измельчения; 9 – направление течения материала

Fig. 6. Coarse particles in the structure of the copper-steel system samples gradient layer and their destruction during friction stir processing:

a – coarse particles in the gradient zone of the untreated sample; δ , *e*, *z* – destruction of coarse particles during friction stir processing; *l* – copper matrix; *2* – medium sized particles; *3* – coarse particles; *4* – particles between layers in the destruction process; *5* – layers with coarsely dispersed structure; δ – layers of finely dispersed structure; *7* – coarse particle in fracture state; δ – material separated from the particle at the stage of refinement; *9* – direction of material flow

ного материала (рис. 8, δ , e, d) можно также установить, что в материале, не прошедшем обработку, изменение концентрации химических элементов происходит скачкообразно (рис. 8, a) вдоль секущей. В материале после обработки распределение химических эле

ментов в слоях с грубодисперсной структурой изменяется тоже скачкообразно, но в слоях с мелкодисперсной структурой распределение элементов происходит более однородно и изменяется достаточно плавно (рис. 8, б). При анализе изменения содержания химических

в







а



Рис. 7. Химический анализ градиентной зоны образцов микрорентгеноспектральным методом на растровом электронном микроскопе:

а-*д* – необработанный материал; *е*-*к* – обработанный материал; *а*, *е* – изображения в режиме обратно-рассеяных электронов; б-д, ж-к – карты распределения химических элементов

Fig. 7. Micro-X-ray chemical analysis of the gradient zone

of samples performed using the scanning electron microscope:

 $a-\partial$ – unprocessed material; $e-\kappa$ – processed material; a, e – images in the backscattered electron mode; $\delta-\partial, \mathcal{M}-\kappa$ – maps of chemical elements distribution



Рис. 8. Химический анализ градиентной зоны образцов микрорентгеноспектральным методом на растровом электронном микроскопе:

а-*в* – графики распределения химических элементов; *г*, *д* – изображения в режиме обратно-рассеянных электронов с указанием места съемки содержания химических элементов; *а*, *г* – необработанный образец; *б*, *в*, *д* – обработанный образец

Fig. 8. Micro-X-ray chemical analysis of the gradient zone of samples performed using the scanning electron microscope:

a-e – graphs of chemical elements distribution; c, ∂ – images in the mode of backscattered electrons with indication of the chemical elements content location; a, c – unprocessed sample; δ, e, ∂ – processed sample

элементов вдоль слоев с мелкодисперсной структурой можно выделить более плавное и равномерное изменение содержания химических элементов вдоль слоя с высоким содержанием меди и железа.

Изменение механических свойств в материале образцов также может существенно различаться в зависимости от области образца. В горизонтальном сечении в верхней части образца 1 изменение значений микротвердости происходит более однородно (рис. 9, a), чем в центральной 2. При этом в центральной части образца имеет место наибольшая величина микротвердости, о чем свидетельствуют результаты измерений микротвердости в вертикальном сечении (1, 2, рис. 9, δ). Такое положение связано с более неоднородным распределением компонентов системы в центральной





а – в горизонтальном направлении; *б* – в вертикальном направлении; *I* – область с равномерным перемешиванием в приповерхностной зоне; *2* – область с неравномерной слоистой структурой в центральной части образца

Fig. 9. Microhardness of the sample stir zone:

a – in the horizontal direction; δ – in the vertical direction; l – area with uniform stirring in the near-surface area; 2 – area with irregular layered structure in the central part of the sample

части образца с наличием большего количества крупных частиц стали в медной матрице, для которых характерны наибольшие значения микротвердости. За пределами зоны перемешивания микротвердость медной матрицы меньше, чем в зоне перемешивания по причине наличия большого количества распределенных по матрице мелких частиц γ-железа. Замешивание крупных областей стали по краям зоны перемешивания четко выделяется на графике распределения микротвердости: на рис. 9, *а* показана протяженная зона/область с высоким значением.

Заключение

В проведенной работе методом аддитивной электронно-лучевой технологии получены полиметаллические материалы из разнородных металлов с высокой и низкой степенью взаимной растворимости компонентов. В материалах с высокой степенью взаимного растворения компонентов, т. е. в полиметаллах системы «медь М1 – алюминиевый сплав АМг5», происходит формирование сложной и высокодефектной структуры границы раздела. Такое положение обусловлено, прежде всего, помимо свойств

ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ

материалов и соответствующей им диаграммы состояния выбранной схемой процесса аддитивной печати, при которой в граничной зоне происходит неконтролируемая взаимная диффузия материалов в ванне расплава за счет оплавления подложки и плавления проволочного филамента с последующим нанесением на поверхность подложки. Это приводит к образованию трещин и неоднородностей строения. По этой причине использование твердофазного термомеханического воздействия затруднительно для получения однородного строения на микроструктурном уровне.

В материалах с низкой степенью взаимного растворения компонентов в полиметаллах системы «медь М1 – сталь 12Х18Н9Т» происходит формирование сложной и неоднородной структуры с наличием крупных частиц стали в медной матрице, областей с неравномерным распределением компонентов структуры и больших объемов стали, замешанных в медную матрицу, с наличием внутри медных частиц. Это связано с низкой степенью взаимной растворимости (меди в железе ≈ 5.8 % при температуре 1083° С; железа в меди 2,8 % при температуре 1083° С [45]), не образующей в зоне перемешивания в жидком состоянии интерметаллидных прослоек и твердых растворов. В таких материалах формируемые структуры в основном не имеют дефектов в виде пор, несплошностей, растрескиваний или расслоений, но имеются выше обозначенные неоднородности структуры, связанные с неконтролируемостью процесса взаимодействия ванны расплава, формируемой при оплавлении стальной подложки и нанесением на ее поверхность расплавленного металла медного филамента.

В работе для устранения вышеуказанных недостатков применяли фрикционную перемешивающую обработку поверхности инструментом из никелевого жаропрочного сплава на глубину несколько больше толщины градиентной зоны. Полученная структура обладает слоистым строением с чередованием слоев с более крупными зернами и с зернами размером менее 0,5...1 мкм. Часть слоев формируется из наиболее деформированного материала и имеет средний размер зерен меди и частиц стали 0,5...1 мкм и меньше. Часть слоев характеризуется размером частиц стали в медной матрице 3 мкм и более. Кроме того, в слоях возможно наличие частиц стали двух или трех размеров. По химическому составу в материалах с обработанной структурой в слоях с крупными частицами четко различаются медь и у-железо. В слоях с мелкодисперсным строением медь и железо слабо контрастируют. Распределение хрома при этом четко коррелирует с распределением железа, распределение никеля практически равномерно по всему объему как в обработанном материале, так и в необработанном. Распределение химических элементов в материале до обработки отличается существенной скачкообразностью: в материале после обработки в грубодисперсных структурах такое положение также имеется, но в слоях с более однородным характером перемешивания распределение элементов выравнивается и изменяется плавно вдоль слоя. Крупные частицы γ-железа в медной матрице при обработке начинают разрушаться, причем более интенсивное разрушение наблюдается в области слоев с мелкокристаллическим строением, что обусловлено более интенсивными деформационными процессами.

Основными недостатками полученных на данном этапе структур в полиметаллических материалах, изготовленных гибридным аддитивно-термомеханическим методом, являются неоднородности строения слоистой структуры, наличие в зоне перемешивания крупных частиц стали и формирование по краям зоны перемешивания замешиваемых слоев стали с нижележащих областей.

Таким образом, с применением комбинированного гибридного процесса, состоящего из аддитивного электронно-лучевого получения материала и фрикционной перемешивающей обработки, возможно создание в объеме поверхностных структур с изначально заданной механической смесью разнородных материалов с низкой степенью взаимного растворения. В дальнейшей работе планируется снизить неоднородность распределения компонентов полиметаллического образца после обработки и увеличить степень измельчения и перемешивания путем проведения двух, трех или многократных проходов инструментов вдоль линии обработки.

Список литературы

1. The effect of wire feed geometry on electron beam freeform 3D printing of complex-shaped samples from Ti-6Al-4V alloy / K.N. Kalashnikov, V.E. Rubtsov,

CM

N.L. Savchenko, T.A. Kalashnikova, K.S. Osipovich, A.A. Eliseev, A.V. Chumaevskii // International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2019. – Vol. 105 (7–8). – P. 3147–3156. – DOI: 10.1007/s00170-019-04589-y.

2. Microstructural evolution and chemical corrosion of electron beam wire-feed additively manufactured AISI 304 stainless steel / S.Yu. Tarasov, A.V. Filippov, N.N. Shamarin, S.V. Fortuna, G.G. Maier, E.A. Kolubaev // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – Vol. 803. – P. 364–370. – DOI: 10.1016/j. jallcom.2019.06.246.

3. The features of structure formation in chromiumnickel steel manufactured by a wire-feed electron beam additive process / A.V. Kolubaev, S.Yu. Tarasov, A.V. Filippov, Yu.A. Denisova, E.A. Kolubaev, A.I. Potekaev // Russian Physics Journal. – 2018. – Vol. 61, iss. 8. – P. 1491–1498. – DOI: 10.1007/s11182-018-1561-9.

4. Effect of heat input on phase content, crystalline lattice parameter, and residual strain in wire-feed electron beam additive manufactured 304 stainless steel / S.Yu. Tarasov, A.V. Filippov, N.L. Savchenko, S.V. Fortuna, V.E. Rubtsov, E.A. Kolubaev, S.G. Psakhie // International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2018. – Vol. 99, iss. 9–12. – P. 2353–2363. – DOI: 10.1007/s00170-018-2643-0.

5. Ultrasonic assisted second phase transformations under severe plastic deformation in friction stir welding of AA2024 / A.A. Eliseev, T.A. Kalashnikova, D.A. Gurianov, V.E. Rubtsov, A.N. Ivanov, E.A. Kolubaev // Materials Today Communications. – 2019. – Vol. 21. – P. 100660. – DOI: 10.1016/j. mtcomm.2019.100660.

6. Towards aging in a multipass friction stirprocessed AA2024 / K.N. Kalashnikov, S.Yu. Tarasov, A.V. Chumaevskii, S.V. Fortuna, A.A. Eliseev, A.N. Ivanov // International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2019. – Vol. 103, iss. 5–8. – P. 2121–2132. – DOI: 10.1007/s00170-019-03631-3.

7. *Abbasi M., Givi M., Bagheri B.* Application of vibration to enhance efficiency of friction stir processing // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2019. – Vol. 29, iss. 7. – P. 1393–1400. – DOI: 10.1016/S1003-6326(19)65046-6.

8. Review of friction stir processing of magnesium alloys / R.A. Kumar, S. Ramesh, E.S. Kedarvignesh, M.S.A. Arulchelvam, S. Anjunath // Materials Today: Proceedings. – 2019. – Vol. 16, iss. 2. – P. 1320–1324. – DOI: 10.1016/j.matpr.2019.05.230.

9. *Ma Z.Y.* Friction stir processing technology: a review // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2008. – Vol. 39, iss. 3. – P. 642–658. – DOI: 10.1007/s11661-007-9459-0.

10. Understanding the mechanisms of friction stir welding based on computer simulation using particles / A.Y. Smolin, E.V. Shilko, S.V. Astafurov, E.A. Kolubaev, G.M. Eremina, S.G. Psakhie // Defence Technology. – 2018. – Vol. 14, iss. 6. – P. 643–656. – DOI: 10.1016/j. dt.2018.09.003.

11. On the Similarity of deformation mechanisms during friction stir welding and sliding friction of the AA5056 alloy / A.V. Kolubaev, A.A. Zaikina, O.V. Sizova, K.V. Ivanov, A.V. Filippov, E.A. Kolubaev // Russian Physics Journal. – 2018. – Vol. 60, iss. 12. – P. 2123–2129. – DOI: 10.1007/s11182-018-1335-4.

12. Radioscopy of remnant joint line in a friction stir welded seam / S.Yu. Tarasov, V.E. Rubtsov, E.A. Kolubaev, S.F. Gnyusov, Y.A. Kudinov // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2015. – Vol. 51, iss.9.–P.573–579.–DOI: 10.1134/s1061830915090090.

13. Structural phase evolution in ultrasonicassisted friction stir welded 2195 aluminum alloy joints / A.A. Eliseev, S.V. Fortuna, T.A. Kalashnikova, A.V. Chumaevskii, E.A. Kolubaev // Russian Physics Journal. – 2017. – Vol. 60, iss. 6. – P. 1022–1026. – DOI: 10.1007/s11182-017-1172-x.

14. General regularities of the microstructure formation during friction stir welding and sliding friction / A.V. Kolubaev, E.A. Kolubaev, O.V. Sizova, A.A. Zaikina, V.E. Rubtsov, S.Yu. Tarasov, P.A. Vasiliev // Journal of Friction and Wear. – 2015. – Vol. 36, iss. 2. – P. 127–131. – DOI: 10.3103/s1068366615020087.

15. *Kolubaev E.A.* Investigation of the microstructure of joints of aluminum alloys produced by friction stir welding // Russian Physics Journal. – 2015. – Vol. 57, iss. 10. – P. 1321–1327. – DOI: 10.1007/s11182-015-0384-1.

16. Microstructure modification of 2024 aluminum alloy produced by friction drilling / A.A. Eliseev, S.V. Fortuna, E.A. Kolubaev, T.A. Kalashnikova // Materials Science and EngineeringA.-2017.-Vol. 691. -P. 121-125. - DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.040.

17. Ultrasonic-assisted aging in friction stir welding on Al-Cu-Li-Mg aluminum alloy / S.Yu. Tarasov, V.E. Rubtsov, S.V. Fortuna, A.A. Eliseev, A.V. Chumaevsky, T.A. Kalashnikova, E.A. Kolubaev // Welding in the World. – 2017. – Vol. 61 (4). – P. 679– 690. – DOI: 10.1007/s40194-017-0447-8.

18. Reactive mechanism and mechanical properties of in-situ hybrid nano-composites fabricated from an Al–Fe2O3 system by friction stir processing / G. Azimi-Roeen, S.F. Kashani-Bozorg, M. Nosko, P. Švec // Materials Characterization. – 2017. – Vol. 127. – P. 279– 287. – DOI: 10.1016/j.matchar.2017.03.007.

19. Ram influence of multi-pass friction stir processing on wear behaviour and machinability of an Al-Si hypoeutectic A356 alloy / S.K. Singh, R.J. Immanuel, S. Babu, S.K. Panigrahi, G.D. Janaki // Journal of Materials Processing Technology. - 2016. - Vol. 236. -P. 252–262. – DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.05.019.

20. Cast aluminium matrix composites modified with using FSP process - Changing of the structure and mechanical properties / P. Kurtyka, N. Rylko, T. Tokarski, A. Wójcicka, A. Pietras // Composite Structures. -2015. - Vol. 133. - P. 959-967. - DOI: 10.1016/j. compstruct.2015.07.122.

21. Friction-stir welding of ultra-fine grained sheets of Al-Mg-Sc-Zr alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering: A. - 2015. - Vol. 624. - P. 132-139. -DOI: 10.1016/j.msea.2014.11.079.

22. Superplasticity of friction-stir welded Al-Mg-Sc sheets with ultrafine-grained microstructure alloy / S. Malopheyev, S. Mironov, I. Vysotskiy, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering: A. - 2016. -Vol. 649. – P. 85–92. – DOI: 10.1016/j.msea.2015.09.106.

23. Friction-stir welding of an Al-Mg-Sc-Zr alloy in as-fabricated and work-hardened conditions / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering: A. - 2014. - Vol. 600. - P. 159-170. -DOI: 10.1016/j.msea.2014.02.018.

24. Fullerene/A5083 composites fabricated by material flow during friction stir processing/ Y. Morisada, H. Fujii, T. Nagaoka, K. Nogi, M. Fukusumi // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. - 2007. - Vol. 38. - P. 2097-2101. -DOI: 10.1016/j.compositesa.2007.07.004.

25. Lee C.J., Huang J.C. High strain rate superplasticity of Mg based composites fabricated by friction stir processing // Materials Transactions. -2006. - Vol. 47. - P. 2773-2778. - DOI: 10.2320/ matertrans.47.2773.

property 26. Microstructure and mechanical of nano-SiCp reinforced high strength Mg bulk composites produced by friction stir processing / K. Sun, Q.Y. Shi, Y.J. Sun, G.Q. Chen // Materials Science and Engineering: A. - 2012. - Vol. 547. - P. 32-37. -DOI: 10.1016/j.msea.2012.03.071.

27. Dixit M., Newkirk J.W., Mishra R.S. Properties of friction stir-processed Al 1100-NiTi composite // Scripta Materialia. - 2007. - Vol. 56. - P. 541-544. -DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.11.006.

28. Fabrication and mechanical properties of bulk NiTip/Al composites prepared by friction stir processing / D.R. Ni, J.J. Wang, Z.N. Zhou, Z.Y. Ma // Journal of Alloys and Compounds. - 2014. - Vol. 586. -P. 368–374. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.10.013.

29. Microstructure and mechanical property of multi-walled carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites fabricated by friction stir processing / Q. Liu, L. Ke, F. Liu, C. Huang, L. Xing // Materials & Design. -2013. - Vol. 45. - P. 343-348. - DOI: 10.1016/j. matdes.2012.08.036.

30. A novel way to produce bulk SiCp reinforced aluminum metal matrix composites by friction stir processing / W. Wang, Q.-Y. Shi, P. Liu, H.-K. Li, T. Li // Journal of Materials Processing Technology. -2009. - Vol. 209. - P. 2099-2103. - DOI: 10.1016/j. jmatprotec.2008.05.001.

31. Fabrication of a new Al-Al2O3-CNTs composite using friction stir processing (FSP) / Z. Du, M.J. Tan, J.F. Guo, G. Bi, J. Wei // Materials Science and Engineering: A. - 2016. - Vol. 667. - P. 125-131. -DOI: 10.1016/j.msea.2016.04.094.

32. Debroy T., Wei H.L., Zuback J.S., et al. Additive manufacturing of metallic components -Process, structure and properties / T. Debroy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang // Materials Science and Engineering. - 2018. - Vol. 92. -P. 112-224. - DOI: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.

33. Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys / S. Gorsse, C. Hutchinson, M. Gouné, R. Banerjee // Science and Technology of Advanced Materials. - 2017. - Vol. 18, iss. 1. - P. 1-27. - DOI: 10.1080/14686996.2017.1361305.

34. Progress in additive manufacturing on new materials: a review / N. Li, S. Huang, G. Zhang, R. Qin, W. Liu, H. Xiong, G. Shi, J. Blackburn // Journal of Materials Science & Technology. - 2019. - Vol. 35, iss. 2. - P. 242-269. - DOI: 10.1016/j.jmst.2018.09.002.

35. Basak A., Das S. Epitaxy and microstructure evolution in metal additive manufacturing // Annual Review of Materials Research. -2016. -Vol. 46. -P. 125-149. - DOI: 10.1146/annurev-matsci-070115-031728.

36. Design of novel materials for additive manufacturing - Isotropic microstructure and high defect tolerance / J. Günther, F. Brenne, M. Droste, M. Wendler, O. Volkova, H. Biermann, T. Niendorf // Scientific Reports. - 2018. - Vol. 8. - P. 1-14. - DOI: 10.1038/ s41598-018-19376-0.

37. Wang Z., Palmer T.A., Beese A.M. Effect of processing parameters on microstructure and tensile properties of austenitic stainless steel 304L made by directed energy deposition additive manufacturing // Acta Materialia. - 2016. - Vol. 110. - P. 226-235. -DOI: 10.1016/j.actamat.2016.03.019.

38. Characterization of wire additively arc manufactured titanium aluminide functionally graded material: microstructure, mechanical properties and oxidation behavior / J. Wang, Z. Pan, Y. Ma, Y. Lu, C. Shen, D. Cuiuri, H. Li // Materials Science and Engineering: A. - 2018. - Vol. 734. - P. 110-119. -DOI: 10.1016/j.msea.2018.07.097.

OBRABOTKA METALLOV

CM

39. *Liu W.P., DuPont J.N.* Fabrication of functionally graded TiC/Ti composites by laser engineered net shaping // Scripta Materialia. – 2003. – Vol. 48, iss. 9. – P. 1337–1342. – DOI: 10.1016/s1359-6462(03)00020-4.

40. Microstructure and surface analysis of friction stir processed Ti-6Al-4V plates manufactured by electron beam melting / F. Rubino, F. Scherillo, S. Franchitti, A. Squillace, A. Astarita, P. Carlone // Journal of Manufacturing Processes. – 2019. – Vol. 37. – P. 392–401. – DOI: 10.1016/j.jmapro.2018.12.015.

41. Friction welding of electron beam melted Ti-6Al-4V / P.T. Qin, R. Damodaram, T. Maity, W.W. Zhang, C. Yang, Z. Wang, K.G. Prashanth // Materials Science and Engineering A. – 2019. – Vol. 761. – P. 138045. – DOI: 10.1016/j.msea.2019.138045.

42. Friction stir welding of additively manufactured Ti-6Al-4V: microstructure and mechanical properties / A.K. Singh, B. Kumar, K. Jha, A. Astarita, A. Squillace, S. Franchitti, A. Arora // Journal of Materials Processing Technology. – 2020. – Vol. 277. – P. 116433. – DOI: 10.1016/j. jmatprotec.2019.116433.

43. Закономерности формирования материалов с композитной структурой с использованием аддитивной электронно-лучевой технологии, сварки трением с перемешиванием и фрикционной перемешивающей обработки / Т.А. Калашникова, А.В. Гусарова, А.В. Чумаевский, Е.О. Княжев, М.А. Шведов, П.А. Васильев // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2019. – Т. 21, № 4. – С. 94–112. – DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.4-94-112.

44. Peculiarities of structure formation in copper/ steel bimetal fabricated by electron-beam additive technology / K.S. Osipovich, A.V. Chumaevskii, A.A. Eliseev, K.N. Kalashnikov, E.A. Kolubaev, V.E. Rubtsov, E.G. Astafurova // Russian Physics Journal. – 2019. – Vol. 62, iss. 8. – P. 1486–1494. – DOI: 10.1007/s11182-019-01867-w.

45. Шухардина С.В. Двойные и многокомпонентные системы на основе меди. – М.: Наука, 1979. – 247 с.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

© 2020 Авторы. Издательство Новосибирского государственного технического университета. Эта статья доступна по лицензии Creative Commons «Attribution» («Атрибуция») 4.0 Всемирная (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)



Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science. 2020 vol. 22 no. 1 pp. 114–135 ISSN: 1994-6309 (print) / 2541-819X (online) DOI: 10.17212/1994-6309-2020-22.1-114-135



Patterns of Structure Formation in Materials obtained by Hybrid Additive-Thermomechanical Method

Anastasia Gusarova^a, Andrey Chumaevskii^{b,*}, Ksenia Osipovich^c, Tatiana Kalashnikova^d, Kirill Kalashnikov^e

Institute of Strenght Physics and Materials Sciences SB RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russian Federation

a 🔟 https://orcid.org/0000-0002-4208-7584, 😋 gusarova@ispms.ru, b 🔟 https://orcid.org/0000-0002-1983-4385, 😋 tch7av@gmail.com,

c (b) https://orcid.org/0000-0001-9534-775X, \bigcirc osipovich_k@ispms.tsc.ru, d (b) https://orcid.org/0000-0002-0388-4011, \bigcirc gelombang@ispms.tsc.ru,

e 🕞 https://orcid.org/0000-0002-0286-7156, 😇 sso.spektr.asu@gmail.com

ARTICLE INFO

ABSTRACT

Article history: Received: 15 December 2019 Revised: 10 January 2019 Accepted: 14 February 2020 Available online: 15 March 2020

Keywords: Friction stir processing Electron-beam additive manufacturing Structural-phase state Mechanical properties Polymetallic materials Hybrid technologies

Funding

The work on obtaining and studying the samples structure through the additive manufacturing method and the friction stir processing was performed within the frame of the Fundamental Research Program of the State Academies of Sciences for 2013-2020, line of research III.23. The works on obtaining the materials of the Cu-Al system using the electron-beam additive manufacturing method were supported by the Russian Scientific Foundation (project № 19-79-00136).

Introduction. At present, the methods of additive manufacturing technologies for obtaining metallic materials of different chemical and phase composition are being actively developed. Wire technology is based on the electron-beam melting method and is one of the most promising technologies that allows, in addition to obtaining complex shaped components, to create materials with unique gradient layered structure. But such technologies allow obtaining products with the structure of cast unhardened material with a coarse crystalline structure and irregular component distribution of the used material. In order to achieve a homogeneous structure of the obtained materials, as well as to strengthen the material and refine the grains, it is possible to use additional friction stir processing, which can change the distribution of polymetallic sample components with the formation of the structure, which is not achievable by any available methods. From the above, the problem of grain refinement, material hardening and obtaining a homogeneous structure during the polymetallic materials manufacturing from similar and dissimilar metals and alloys is an important one at present. In this paper, a combination of additive electron-beam manufacturing and friction stir processing techniques is used to solve this problem. The approach consists in the effect of the severe plastic deformation method on the gradient transition of a polymetallic product fabricated by additive manufacturing. The aim of this work is to study the macrostructural regularities of polymetallic samples formation by the additive electron-beam manufacturing method, which forms mechanical mixtures (Cu-Fe), solid solutions and intermetallic compounds (Cu-Al) in the contact zone. The peculiarities of bimetal samples formation from similar and dissimilar metals, obtained by additive method, and regularities of structural changes in materials of Cu-Fe system after hybrid additive-thermomechanical processing are investigated in the work. The research methods are optical and scanning electron microscopy as well as analysis of micromechanical properties by the microhardness measurement in different sections of the obtained samples. Results of the study. The structural changes in the materials obtained by additive method depending on the polymetallic material phase types are revealed. The received data indicate a uniform distribution of the polymetallic sample components in the structural gradient zone, which do not form intermetallic phases and solid solutions in the contact zone. The regularities of plastic deformation and fragmentation in the Cu-Fe system (copper M1 - steel 321) after friction stir processing were determined using scanning electron microscopy, micro-X-ray spectral analysis and optical microscopy. The data obtained demonstrate the formation of metal flows in the stir zone towards the contour of the tool. The material layers have different grain size, peculiarities of copper and steel particles distribution, and also chemical elements distribution regularities. On the edges of the stir zone there is excessive mixing into the upper material layers from the underlying steel layers. In the stir zone there is a heterogeneity of structure that occurs in the distribution of individual layers, their thickness, grain size and volume fraction of different phases.

For citation: Gusarova A.V., Chumaevskii A.V., Osipovich K.S., Kalashnikova T.A., Kalashnikov K.N. Patterns of Structure Formation in Materials obtained by Hybrid Additive-Thermomechanical Method. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2020, vol. 22, no. 1, pp 114–135. DOI: 10.17212/1994-6309-2020-22.1-114-135. (In Russian).

* Corresponding author Chumaevskii Andrey V., Scientific associate Institute of Strenght Physics and Materials Sciences SB RAS, 2/4, pr. Akademicheskii, 634055, Tomsk, Russian Federation Tel.: 8 (961) 891-41-49, e-mail: tch7av@gmail.com

CM

References

1. Kalashnikov K.N., Rubtsov V.E., Savchenko N.L., Kalashnikova T.A., Osipovich K.S., Eliseev A.A., Chumaevskii A.V. The effect of wire feed geometry on electron beam freeform 3D printing of complex-shaped samples from Ti-6Al-4V alloy. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, vol. 105, iss. 7–8, pp. 3147–3156. DOI: 10.1007/s00170-019-04589-y.

2. Tarasov S.Yu., Filippov A.V., Shamarin N.N., Fortuna S.V., Maier G.G., Kolubaev E.A. Microstructural evolution and chemical corrosion of electron beam wire-feed additively manufactured AISI 304 stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 803, pp. 364–370. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.06.246.

3. Kolubaev A.V., Tarasov S.Yu., Filippov A.V., Denisova Yu.A., Kolubaev E.A., Potekaev A.I. The features of structure formation in chromium-nickel steel manufactured by a wire-feed electron beam additive process. *Russian Physics Journal*, 2018, vol. 61, iss. 8, pp. 1491–1498. DOI: 10.1007/s11182-018-1561-9.

4. Tarasov S.Yu., Filippov A.V., Savchenko N.L., Fortuna S.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Psakhie S.G. Effect of heat input on phase content, crystalline lattice parameter, and residual strain in wire-feed electron beam additive manufactured 304 stainless steel. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2018, vol. 99, iss. 9–12, pp. 2353–2363. DOI: 10.1007/s00170-018-2643-0.

5. Eliseev A.A., Kalashnikova T.A., Gurianov D.A., Rubtsov V.E., Ivanov A.N., Kolubaev E.A. Ultrasonic assisted second phase transformations under severe plastic deformation in friction stir welding of AA2024. *Materials Today Communications*, 2019, vol. 21, p. 100660. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2019.100660.

6. Kalashnikov K.N., Tarasov S.Yu., Chumaevskii A.V., Fortuna S.V., Eliseev A.A., Ivanov A.N. Towards aging in a multipass friction stir–processed AA2024. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, vol. 103, iss. 5–8, pp. 2121–2132. DOI: 10.1007/s00170-019-03631-3.

7. Abbasi M., Givi M., Bagheri B. Application of vibration to enhance efficiency of friction stir processing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of Chin*, 2019, vol. 29, iss. 7, pp. 1393–1400. DOI: 10.1016/S1003-6326(19)65046-6.

8. Kumar R.A., Ramesh S., Kedarvignesh E.S., Arulchelvam M.S.A., Anjunath S. Review of friction stir processing of magnesium alloys. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 16, iss. 2, pp. 1320–1324. DOI: 10.1016/j. matpr.2019.05.230.

9. Ma Z.Y. Friction stir processing technology: a review. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2008, vol. 39, iss. 3, pp. 642–658. DOI: 10.1007/s11661-007-9459-0.

10. Smolin A.Y., Shilko E.V., Astafurov S.V., Kolubaev E.A., Eremina G.M., Psakhie S.G. Understanding the mechanisms of friction stir welding based on computer simulation using particles. *Defence Technology*, 2018, vol. 14, iss. 6, pp. 643–656. DOI: 10.1016/j.dt.2018.09.003.

11. Kolubaev A.V., Zaikina A.A., Sizova O.V., Ivanov K.V., Filippov A.V., Kolubaev E.A. On the similarity of deformation mechanisms during friction stir welding and sliding friction of the AA5056 alloy. *Russian Physics Journal*, 2018, vol. 60, iss. 12, pp. 2123–2129. DOI: 10.1007/s11182-018-1335-4.

12. Tarasov S.Yu., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Gnyusov S.F., Kudinov Y.A. Radioscopy of remnant joint line in a friction stir welded seam. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2015, vol. 51, iss. 9, pp. 573–579. DOI: 10.1134/s1061830915090090.

13. Eliseev A.A., Fortuna S.V., Kalashnikova T.A., Chumaevskii A.V., Kolubaev E.A. Structural phase evolution in ultrasonic-assisted friction stir welded 2195 aluminum alloy joints. *Russian Physics Journal*, 2017, vol. 60, iss. 6, pp. 1022–1026. DOI: 10.1007/s11182-017-1172-x.

14. Kolubaev A.V., Kolubaev E.A., Sizova O.V., Zaikina A.A., Rubtsov V.E., Tarasov S.Yu., Vasiliev P.A. General regularities of the microstructure formation during friction stir welding and sliding friction. *Journal of Friction and Wear*, 2015, vol. 36, iss. 2, pp. 127–131. DOI: 10.3103/s1068366615020087.

15. Kolubaev E.A. Investigation of the microstructure of joints of aluminum alloys produced by friction stir welding. *Russian Physics Journal*, 2015, vol. 57, iss. 10, pp. 1321–1327. DOI: 10.1007/s11182-015-0384-1.

16. Eliseev A.A., Fortuna S.V., Kolubaev E.A., Kalashnikova T.A. Microstructure modification of 2024 aluminum alloy produced by friction drilling. *Materials Science and Engineering A*, 2017, vol. 691, pp. 121–125. DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.040.

17. Tarasov S.Yu., Rubtsov V.E., Fortuna S.V., Eliseev A.A., Chumaevsky A.V., Kalashnikova T.A., Kolubaev E.A. Ultrasonic-assisted aging in friction stir welding on Al-Cu-Li-Mg aluminum alloy. *Welding in the World*, 2017, vol. 61, iss. 4, pp. 679–690. DOI: 10.1007/s40194-017-0447-8.

18. Azimi-Roeen G., Kashani-Bozorg S.F., Nosko M., Švec P. Reactive mechanism and mechanical properties of in-situ hybrid nano-composites fabricated from an Al–Fe2O3 system by friction stir processing. *Materials Characterization*, 2017, vol. 127, pp. 279–287. DOI: 10.1016/j.matchar.2017.03.007.

OBRABOTKA METALLOV

19. Singh S.K., Immanuel R.J., Babu S., Panigrahi S.K., Janaki G.D. Ram Influence of multi-pass friction stir processing on wear behaviour and machinability of an Al-Si hypoeutectic A356 alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 2016, vol. 236, pp. 252–262. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.05.019.

20. Kurtyka P., Rylko N., Tokarski T., Wójcicka A., Pietras A. Cast aluminium matrix composites modified with using FSP process – Changing of the structure and mechanical properties. *Composite Structures*, 2015, vol. 133, pp. 959–967. DOI: 10.1016/j.compstruct.2015.07.122.

21. Malopheyev S., Mironov S., Kulitskiy V., Kaibyshev R. Friction-stir welding of ultra-fine grained sheets of Al-Mg-Sc-Zr alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 624, pp. 132–139. DOI: 10.1016/j. msea.2014.11.079.

22. Malopheyev S., Mironov S., Vysotskiy I., Kaibyshev R. Superplasticity of friction-stir welded Al–Mg–Sc sheets with ultrafine-grained microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 649, pp. 85–92. DOI: 10.1016/j.msea.2015.09.106.

23. Malopheyev S., Kulitskiy V., Mironov S., Zhemchuzhnikova D., Kaibyshev R. Friction-stir welding of an Al–Mg–Sc–Zr alloy in as-fabricated and work-hardened conditions. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 600, pp. 159–170. DOI: 10.1016/j.msea.2014.02.018.

24. Morisada Y., Fujii H., Nagaoka T., Nogi K., Fukusumi M. Fullerene/A5083 composites fabricated by material flow during friction stir processing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2007, vol. 38, pp. 2097–2101. DOI: 10.1016/j.compositesa.2007.07.004.

25. Lee C.J., Huang J.C. High strain rate superplasticity of Mg based composites fabricated by friction stir processing. *Materials Transactions*, 2006, vol. 47, pp. 2773–2778. DOI: 10.2320/matertrans.47.2773.

26. Sun K., Shi Q.Y., Sun Y.J., Chen G.Q. Microstructure and mechanical property of nano-SiCp reinforced high strength Mg bulk composites produced by friction stir processing. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 547, pp. 32–37. DOI: 10.1016/j.msea.2012.03.071.

27. Dixit M., Newkirk J.W., Mishra R.S. Properties of friction stir-processed Al 1100–NiTi composite. *Scripta Materialia*, 2007, vol. 56, pp. 541–544. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.11.006.

28. Ni D.R., Wang J.J., Zhou Z.N., Ma Z.Y. Fabrication and mechanical properties of bulk NiTip/Al composites prepared by friction stir processing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 586, pp. 368–374. DOI: 10.1016/j. jallcom.2013.10.013.

29. Liu Q., Ke L., Liu F., Huang C., Xing L. Microstructure and mechanical property of multi-walled carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites fabricated by friction stir processing. *Materials & Design*, 2013, vol. 45, pp. 343–348. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.08.036.

30. Wang W., Shi Q.-Y., Liu P., Li H.-K., Li T. A novel way to produce bulk SiCp reinforced aluminum metal matrix composites by friction stir processing. *Journal of Materials Processing Technology*, 2009, vol. 209, pp. 2099–2103. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2008.05.001.

31. Du Z., Tan M.J., Guo J.F., Bi G., Wei J. Fabrication of a new Al-Al2O3-CNTs composite using friction stir processing (FSP). *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 667, pp. 125–131. DOI: 10.1016/j. msea.2016.04.094.

32. DebRoy T., Wei H.L., Zuback J.S., Mukherjee T., Elmer J.W., Milewski J.O., Beese A.M., Wilson-Heid A., De A., Zhang W. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Materials Science and Engineering*, 2018, vol. 92, pp. 112–224. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.

33. Gorsse S., Hutchinson C., Gouné M., Banerjee R. Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2017, vol. 18, iss. 1, pp. 1–27. DOI: 10.1080/14686996.2017.1361305.

34. Li N., Huang S., Zhang G., Qin R., Liu W., Xiong H., Shi G., Blackburn J. Progress in additive manufacturing on new materials: a review. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019, vol. 35, iss. 2, pp. 242–269. DOI: 10.1016/j.jmst.2018.09.002.

35. Basak A., Das S. Epitaxy and microstructure evolution in metal additive manufacturing. *Annual Review of Materials Research*, 2016, vol. 46, pp. 125–149. DOI: 10.1146/annurev-matsci-070115-031728.

36. Günther J., Brenne F., Droste M., Wendler M., Volkova O., Biermann H., Niendorf T. Design of novel materials for additive manufacturing – Isotropic microstructure and high defect tolerance. *Scientific Reports*, 2018, vol. 8, pp. 1–14. DOI: 10.1038/s41598-018-19376-0.

37. Wang Z., Palmer T.A., Beese A.M. Effect of processing parameters on microstructure and tensile properties of austenitic stainless steel 304L made by directed energy deposition additive manufacturing. *Acta Materialia*, 2016, vol. 110, pp. 226–235. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.03.019.

CM

38. Wang J., Pan Z., Ma Y., Lu Y., Shen C., Cuiuri D., Li H. Characterization of wire arc additively manufactured titanium aluminide functionally graded material: microstructure, mechanical properties and oxidation behavior. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 734, pp. 110–119. DOI: 10.1016/j.msea.2018.07.097.

39. Liu W.P., DuPont J.N. Fabrication of functionally graded TiC/Ti composites by laser engineered net shaping. *Scripta Materialia*, 2003, vol. 48, iss. 9, pp. 1337–1342. DOI: 10.1016/s1359-6462(03)00020-4.

40. Rubino F., Scherillo F., Franchitti S., Squillace A., Astarita A., Carlone P. Microstructure and surface analysis of friction stir processed Ti-6Al-4V plates manufactured by electron beam melting. *Journal of Manufacturing Processes*, 2019, vol. 37, pp. 392–401. DOI: 10.1016/j.jmapro.2018.12.015.

41. Qin P.T., Damodaram R., Maity T., Zhang W.W., Yang C., Wang Z., Prashanth K.G. Friction welding of electron beam melted Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering A*, 2019, vol. 761, p. 138045. DOI: 10.1016/j. msea.2019.138045.

42. Singh A.K., Kumar B., Jha K., Astarita A., Squillace A., Franchitti S., Arora A. Friction stir welding of additively manufactured Ti-6Al-4V: microstructure and mechanical properties. *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 277, p. 116433. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2019.116433.

43. Kalashnikova T.A., Gusarova A.V., Chumaevskii A.V., Knyazhev E.O., Shvedov M.A., Vasilyev P.A. Regularities of composite materials formation using additive electron-beam technology, friction stir welding and friction stir processing. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science*, 2019, vol. 21, no. 4, pp. 94–112. DOI: 10.17212/1994-6309-2019-21.4- 94-112. (In Russian).

44. Osipovich K.S., Chumaevskii A.V., Eliseev A.A., Kalashnikov K.N., Kolubaev E.A., Rubtsov V.E., Astafurova E.G. Peculiarities of structure formation in copper/steel bimetal fabricated by electron-beam additive technology. *Russian Physics Journal*, 2019, vol. 62, iss. 8, pp. 1486–1494. DOI: 10.1007/s11182-019-01867-w.

45. Shukhardina S.V. *Dvoinye i mnogokomponentnye sistemy na osnove medi* [Binary and multicomponent systems based on copper]. Moscow, Nauka Publ., 1979. 247 p.

Conflicts of Interest

The authors declare no conflict of interest.

© 2020 The Authors. Published by Novosibirsk State Technical University. This is an open access article under the CC BY license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).