

Металлургия. Материаловедение

Metallurgy. Material Science

Научная статья

УДК 621.762

DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.29306>



Д.П. Ерутин , А.А. Попович, В.Ш. Суфияров

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
Санкт-Петербург, Россия

 erutin@inbox.ru

ВЛИЯНИЕ УГЛА ПОВОРОТА СКАНИРОВАНИЯ НА ПЛОТНОСТЬ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА 1СР/МЕДЬ В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

Аннотация. В работе представлены результаты исследования образцов, полученных с помощью селективного лазерного плавления смеси порошков железного сплава 1СР и чистой меди при использовании различных значений угла поворота сканирования. Исходный порошковый материал был сформирован из порошка железного сплава 1СР и 10 массовых процентов порошка чистой меди путем смешивания. Образцы композиционного материала были получены с помощью установки селективного лазерного плавления с применением варьирования угла поворота сканирования. С помощью оптической микроскопии, рентгеноструктурного анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии были получены данные о макроструктуре, фазовом составе и степени аморфизации образцов. Результаты исследования могут быть использованы для дальнейшего исследования и разработки технологии получения композитных магнитомягких материалов с помощью селективного лазерного плавления.

Ключевые слова: Селективное лазерное плавление, аморфная фаза, магнитомягкий сплав, стратегия сканирования, аддитивное производство.

Благодарности: Грант РНФ "Послойный синтез аморфных и нанокристаллических композиционных материалов на базе Fe и Co, особенности формируемых структур и свойства", №21-73-10008

Для цитирования:

Ерутин Д.П., Попович А.А., Суфияров В.Ш. Влияние угла поворота сканирования на плотность композиционного материала 1СР/меди в процессе селективного лазерного плавления // Глобальная энергия. 2023. Т. 29, № 3. С. 90–99. DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.29306>



D.P. Erutin , A.A. Popovich, V.S. Sufiarov

Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University,
St. Petersburg, Russia

erutin@inbox.ru

EFFECT OF SCANNING ANGLE ON THE DENSITY OF 1CP/COPPER SELECTIVE LASER MELTED COMPOSITE MATERIAL

Abstract. In this work, results of the investigation of selective laser melted samples of a mixture of 1CP and copper powders with varying scanning angle are presented. The initial powder material was formed by mixing 1CP iron alloy powder and 10 wt% pure copper powder. The samples of the composite material were obtained using a selective laser melting setup with a varying scanning angle. Macrostructure, phase composition and amorphization degree data of the samples were obtained using optical microscopy, X-Ray diffraction analysis and differential scanning calorimetry. The investigation results can be used for further research and development of the technology of soft-magnetic composites manufacturing via selective laser melting.

Keywords: Selective laser melting, amorphous phase, soft-magnetic alloy, scanning strategy, additive manufacturing.

Acknowledgements: Grant of the Russian Science Foundation “Layer-by-layer synthesis of amorphous and nanocrystalline composite materials based on Fe and Co, features of the formed structures and properties”, No. 21-73-10008

Citation:

D.P. Erutin, A.A. Popovich, V.S. Sufiarov, Effect of scanning angle on the density of 1CP/copper selective laser melted composite material, Global Energy, 29 (03) (2023) 90–99, DOI: <https://doi.org/10.18721/JEST.29306>

Введение. Нанокристаллические и аморфные сплавы на основе железа являются одними из наиболее перспективных магнитомягких материалов в настоящее время благодаря своим электрическим и магнитным свойствам [1, 2]. В настоящее время в промышленном производстве металлических стекол на основе железа и других элементов широко используются такие методы, как прямое литье [3, 4] и термопластическое формование [5–12], однако существует множество ограничений, связанных с геометрией получаемых изделий и низкой склонностью материала к аморфизации, которые могут быть преодолены с помощью технологии селективного лазерного плавления. Послойное плавление слоев порошка толщиной 20–60 мкм позволяет достичь скорости охлаждения до 108 К/с, что дает возможность использовать селективное лазерное плавление для получения металлического стекла сложной геометрической конфигурации. Однако получение бездефектной структуры материала на основе железа с помощью селективного лазерного плавления затруднено за счет чрезвычайно высокого уровня внутренних напряжений в материале и технологических особенностей процесса [13–18]. Подбор оптимальных параметров процесса и применение стратегий множественного сканирования с использованием различных паттернов позволяют значительно улучшить качество получаемых изделий, но чаще всего не позволяют полностью избавиться от негативного для целевой изотропии магнитных свойств влияния внутренних напряжений.

Одним из возможных путей дальнейшего улучшения качества металлического материала, полученного селективным лазерным плавлением, является добавление в исходный порошковый материал легкоплавкого элемента или многоэлементного порошка. Основная идея подобного подхода заключается в заполнении трещин матричного материала легкоплавкой вторичной фазой. Кроме того, присутствие вторичного материала может интенсифицировать охлаждение матрицы путем частичного поглощения поступившего в нее тепла и влиять на склонность матрицы к аморфизации за счет диффузии – оба представленных фактора способствуют получению аморфной структуры материала.

Для улучшения качества аморфно-нанокристаллических образцов, получаемых в процессе селективного лазерного плавления, ученые используют различные подходы, такие как выбор оптимальных параметров процесса и применение стратегий множественного сканирования по различным паттернам, что позволяет значительно улучшить качество образцов, но не позволяет полностью преодолеть влияние внутренних напряжений, что является негативным фактором для целевой изотропии магнитных и механических свойств. Помимо качества образцов, одним из важнейших факторов при получении объемных металлических стекол является степень аморфизации получаемого материала. Формирование материала с максимальным содержанием аморфной фазы предполагает подавление процесса кристаллизации как на этапе охлаждения расплава, так и при вторичном нагреве затвердевшего объема материала [1].

В настоящей работе для получения композитного материала с медью методом селективного лазерного плавления был выбран аморфно-нанокристаллический сплав 1CP (FeSiB). Целью данной работы было исследование влияния угла поворота сканирования на макроструктуру и фазовый состав композитного материала, полученного с помощью технологии селективного лазерного плавления

Материалы и методы исследования

В представленной работе были использованы исходные порошки железного сплава 1CP [1] и чистой меди. Смесь порошка 1CP, который был получен при помощи метода газовой атомизации [21], обладающего средним размером частиц 41,8 мкм и 10 масс. % порошка меди со средним размером частиц 26,9 мкм была приготовлена путем смешивания порошков в гравитационном смесителе в течение 24 ч (рис. 1).

Насыпная плотность порошкового материала была измерена путем помещения порошка в воронку, из которой происходило его истекание в емкость объемом 25 см³. Насыпная плотность определялась путем взвешивания порошка в емкости, значение исследуемой величины составило 3,97 г/см³.

Гранулометрический состав порошкового материала был определен лазерной дифракцией на приборе Analysette 22 NanoTec plus (Fritsch, Германия) в общем диапазоне измерения 0,01–2000 мкм. Среднее значение размера частиц смеси составляет 41,2 мкм.

Макроструктура образцов была исследована с помощью оптического микроскопа Leica DMI5000. Анализ изображения был проведен при помощи программного обеспечения ImageJ.

Микроструктура порошка и полученных образцов была исследована с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Tescan Mira3 LMU. Травление образцов проводилось в 25-% растворе азотной кислоты в воде.

Температуры фазовых превращений и энталпии кристаллизации аморфной фазы матричного материала исследовались на дифференциальном сканирующем калориметре (ДСК) Q2000 (TA Instruments). Образцы были нагреты в потоке инертного газа (Ar) до температуры 1000°C со скоростью нагрева 20°C/мин, после чего был проведен повторный нагрев охлажденных образцов до той же температуры. Для композитного образца, содержащего медь, энталпия кристаллизации аморфной фазы матрицы 1CP определялась как увеличенная на 10% энталпия образца.

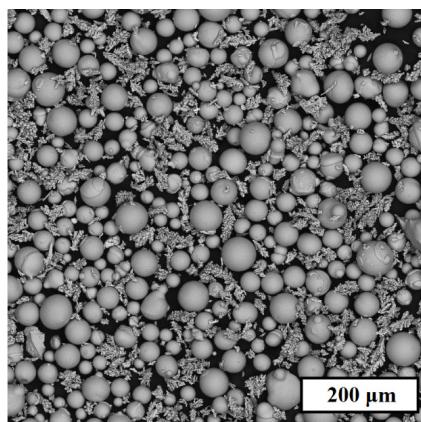


Рис. 1. Смесь порошков 1СР и меди после перемешивания в гравитационном смесителе в течение 24 ч

Fig. 1. Mixture of 1CP and copper powders after mixing in a gravity mixer for 24 hours

Данные о фазовом составе были получены с помощью рентгеновского дифрактометра Bruker D8 Advance (XRD) с использованием медного излучения $\text{K}\alpha$ ($1/4 1,5418 \text{ \AA}$).

Образцы были получены с помощью системы селективного лазерного плавления SLM280HL, оснащенной YLR-лазером с длиной волны 1070 мкм и фокусным размером 80 мкм в атмосфере азота.

Результаты исследования

3 образца геометрии прямоугольной призмы ($5 \times 10 \times 5$ мм) были успешно изготовлены в атмосфере азота. Используемые для изготовления образцов параметры селективного лазерного плавления представлены в табл. 1. Сканирование каждого последующего слоя образцов предполагало поворот траектории движения каждого прохода лазером на угол α относительно предыдущего слоя. Процесс сканирования каждого из образцов предполагал сдвиг каждого прохода сканирования, производимый после поворота, на расстояние, равное половине шага сканирования h в направлении, перпендикулярном траектории движения лазера.

Таблица 1

Режимы селективного лазерного плавления, использованные для получения образцов
 (P – мощность лазера, V – скорость сканирования, h – расстояние между проходами лазера, t – толщина слоя порошка, α – угол поворота сканирования)

Table 1

Selective laser melting parameter presets used to obtain samples (P – laser power, V – scanning speed, h – hatch distance, t – powder layer thickness, α – scanning angle)

| Образец | P, Вт | V, мм/с | h, мм | t, мм | $\alpha, {}^\circ$ |
|---------|-------|---------|-------|-------|--------------------|
| 1 | 90 | 1200 | 0,08 | 0,02 | 0 |
| 2 | 90 | 1200 | 0,08 | 0,02 | 45 |
| 3 | 90 | 1200 | 0,08 | 0,02 | 67 |

Изображения макроструктуры образцов, полученные с помощью оптического микроскопа, представлены на рис. 1.

Полученные изображения свидетельствуют о том, что в структуре полученного композиционного материала отсутствуют макротрещины. Результаты оценки пористости были получены с помощью анализа изображений и представлены в табл. 2.

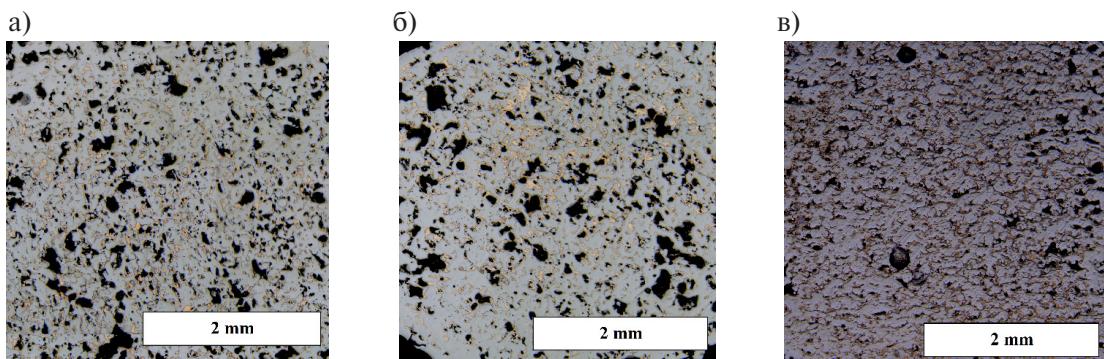


Рис. 2. Макроструктура образцов 1–3 (а–в)

Fig. 2. Macrostructure of samples 1–3 (a–c)

Таблица 2

Результаты оценки пористости полученных образцов

Table 2

Results of porosity assessment of the obtained samples

| Образец | Пористость, % |
|---------|---------------|
| 1 | 12,85 |
| 2 | 12,05 |
| 3 | 4,36 |

Данные о пористости полученных образцов свидетельствуют о том, что увеличение угла поворота сканирования в исследованном диапазоне приводит к формированию более плотной структуры материала. Процент пористости образца 3, характеризующегося применением наибольшего угла поворота сканирования из исследованного диапазона, примерно втрое меньше процента пористости образца, полученного с нулевым углом поворота сканирования.

Фазовый состав образцов был исследован с помощью рентгеноструктурного анализа (рис. 3).

Фазовый состав образцов характеризуется присутствием раствора α -Fe и борида железа Fe_2B . Дифракционная образцов также содержит пики, связанные с кристаллической медью. Отсутствие аморфного гало на дифрактограмме свидетельствует о малом или нулевом содержании аморфной фазы во всех образцах. Энталпия кристаллизации аморфной фазы образцов была исследована с помощью ДСК (рис. 4), численные данные представлены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты дифференциальной сканирующей калориметрии образцов

Table 3

Differential scanning calorimetry results of the samples obtained

| Образец | Энталпия кристаллизации аморфной фазы, Дж/г |
|---------|---|
| 1 | 2,50 |
| 2 | 1,17 |
| 3 | 1,75 |

Сравнение энталпий кристаллизации аморфной фазы в образцах позволяет сделать вывод о том, что наибольшей степенью аморфизации обладает матрица образца, полученного с нулевым

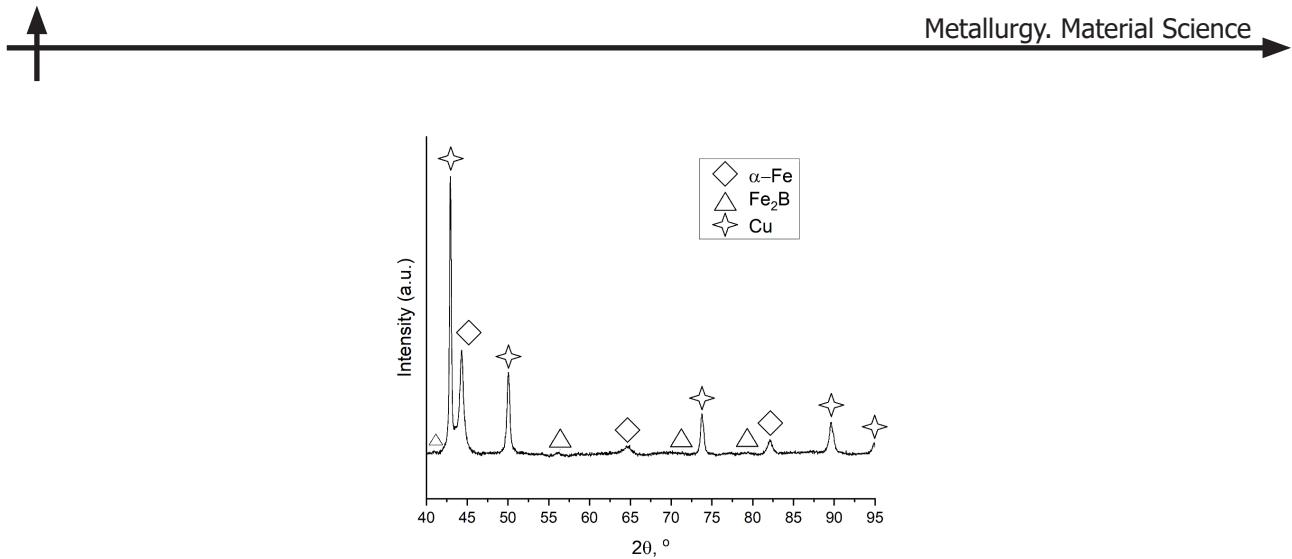


Рис. 3. Дифрактограмма образца 1 (идентична для всех полученных образцов)
Fig. 3. X-Ray diffraction pattern of sample 1 (identical for all the samples obtained)

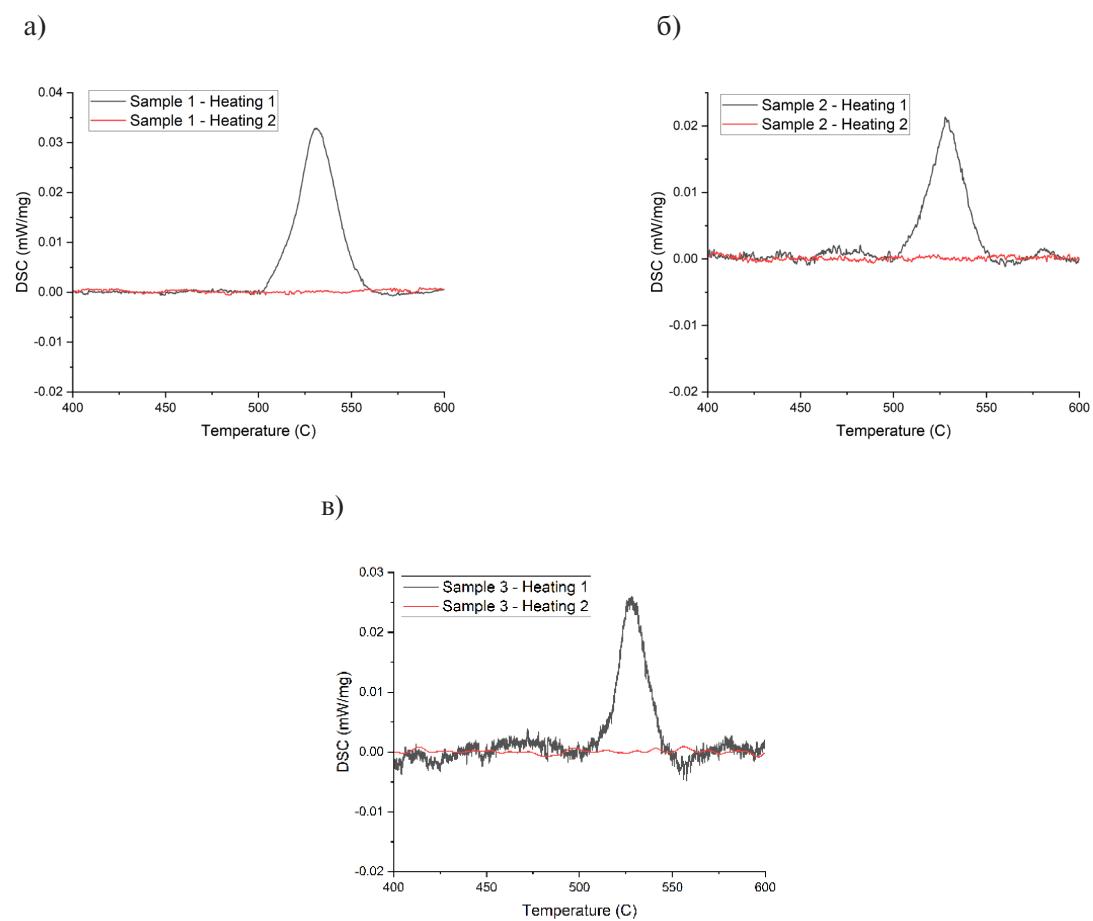


Рис. 4. Кривые ДСК образцов 1–3 (а–в)
Fig. 4. DSC curves of samples 1–3 (a–c)



углом поворота сканирования, что может быть связано с уменьшенным термическим влиянием проходов последующего слоя за счет их расположения над менее нагретыми участками предыдущего слоя. Однако, величина энталпии кристаллизации аморфной фазы в образцах не уменьшается монотонно с увеличением угла поворота сканирования: образец, полученный при значении угла поворота, равном 67° , обладает большей степенью аморфизации по сравнению с образцом, полученным с поворотом сканирования на 45° . Оптимальным с точки зрения совокупности уровня пористости и степени аморфизации является образец 3, полученный с использованием поворота сканирования на 67° .

Заключение

В ходе проведенного исследования были получены данные о макроструктуре и фазовом составе образцов композитного материала 1СР/Си, произведенного с помощью селективного лазерного плавления. Результаты исследования свидетельствуют о том, что пористость образцов монотонно уменьшается с увеличением угла поворота сканирования. Величина энталпии кристаллизации аморфной фазы в матрице образцов не демонстрирует монотонности: наибольшей степенью аморфизации обладает матрица образца, полученного с нулевым углом поворота сканирования, однако, образец, полученный при использовании поворота сканирования на 67° , обладает большей степенью аморфизации относительно образца, полученного при применении поворота сканирования на 45° . Совокупность данных о пористости и степени аморфизации матрицы образцов позволяет сделать вывод о том, что в исследуемом интервале величины угла поворота сканирования оптимальным значением является 67° .

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- [1] Sufiarov V., Erutin D., Kantyukov A., Borisov E., Popovich A., Nazarov D. Structure, Mechanical and Magnetic Properties of Selective Laser Melted Fe-Si-B Alloy, Materials. 15 (12) (2022) 4121.
- [2] Erutin D., Borisov E., Popovich A., Sufiarov V. Magnetic anisotropy of a selective laser melted Fe-Si-B alloy, Proceedings of the 2022 8th Asia Conference on Mechanical Engineering and Aerospace Engineering, Wuhan. 2361 (2022) 012011.
- [3] Schroers J., Paton N. Amorphous metal alloys form like plastics, Advanced Materials and Processes. 164 (2006) 61–63.
- [4] Schroers J. Processing of bulk metallic glass, Advanced Materials. 22 (2010) 1566–1597.
- [5] Frey M., Wegner J., Neuber N., Reiplinger B., Bochtler B., Adam B., Ruschel L., Riegler S.S., Jiang H.R., Kleszczynski S., Witt G., Busch R. Thermoplastic forming of additively manufactured Zr-based bulk metallic glass: A processing route for surface finishing of complex structures, Materials & Design. 198 (2021) 109368.
- [6] Song S.M., Liao Y.C., Li T.H., Lee C.K., Tsai P.H., Jang J.S.C., Huang J.C. Thermoplastic deformation behavior of a Fe-based bulk metallic glass within the supercooled liquid region, Journal of Materials Research and Technology. 8 (2) (2019) 1907–1914.
- [7] Li J., Li C., Wang S., Wang H., Kou S. Thermal processing map and thermoplastic forming map of Zr-based bulk metallic glass in the supercooled liquid region, Journal of Non-Crystalline Solids. 570 (2021) 121008.
- [8] Savaedi Z., Motallebi R., Mirzadeh H., Malekan M. Superplasticity of bulk metallic glasses (BMGs): A review, Journal of Non-Crystalline Solids. 583 (2022) 121503.
- [9] Li N., Xia T., Heng L.P., Liu L. Superhydrophobic Zr-based metallic glass surface with high adhesive force, Applied Physics Letters. 102 (2013) 251603.



- [10] **Chen W., Liu Z., Robinson H.M., Schroers J.** Flaw tolerance vs. performance: a tradeoff in metallic glass cellular structures, *Acta Materialia*. 73 (2014) 259–274.
- [11] **Liu Z., Chen W., Carstensen J., Ketkaew J., Mota R.M.O., Guest J.K., Schroers J.** 3D metallic glass cellular structures, *Acta Mater. Mater.* 105 (2016) 35–43.
- [12] **Li N., Li D.J., Liu L.** Correlation between flow characteristics and interfacial friction behaviour of a Zr-based metallic glass during micro-extrusion, *Philosophical Magazine*. 93 (2013) 1859–1872.
- [13] **Safia A., Rima D., Nouredine F.** Effect of the Laser Scan Rate on the Microstructure, Magnetic Properties, and Microhardness of Selective Laser-Melted FeSiB, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*. 31 (2018) 3565–3567.
- [14] **Nam Y.G., Koo B., Chang M.S., Yan S., Yu J., Park Y.H., Jeong J.W.** Selective laser melting vitrification of amorphous soft magnetic alloys with help of double-scanning-induced compositional homogeneity, *Materials Letters*. 261 (2020) 1–4.
- [15] **Zou Y., Wu Y., Li K., Tan C., Qiu Z., Zeng D.** Selective laser melting of crack-free Fe-based bulk metallic glass via chessboard scanning strategy, *Materials Letters*. 272 (2020) 127824.
- [16] **Jiang Q., Zhang P., Jie T., Zhishui Y., Tian Y., Ma S., Wu D.** Influence of the microstructure on mechanical properties of SLM additive manufacturing Fe-based bulk metallic glasses, *Journal of Alloys and Compounds*. 894 (2021) 162525.
- [17] **Jung H.Y., Choi S.J., Konda S.J., Mihai S., Sergio S., Yi S., Uta K., Kim D.H., Kim K.B., Jürgen E.** Fabrication of Fe-based bulk metallic glass by selective laser melting: A parameter study, *Materials and Design*. 86 (2015) 703–708.
- [18] **Żrodowski L., Wysocki B., Wróblewski R.** New approach to amorphization of alloys with low glass forming ability via selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds*. 771 (2019) 769–776.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ЕРУТИН Данил Петрович – инженер, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, без степени.
 E-mail: erutin@inbox.ru
 ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2797-0316>

ПОПОВИЧ Анатолий Анатольевич – директор ИММиТ, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, д-р техн. наук.
 E-mail: popovicha@mail.ru
 ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5974-6654>

СУФИЯРОВ Вадим Шамилевич – ведущий научный сотрудник, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, канд. техн. наук.
 E-mail: vadim.spbstu@yandex.ru
 ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1889-4183>

REFERENCES

- [1] **V. Sufiarov, D. Erutin, A. Kantukov, E. Borisov, A. Popovich, D. Nazarov**, Structure, Mechanical and Magnetic Properties of Selective Laser Melted Fe-Si-B Alloy, *Materials*. 15 (12) (2022) 4121.
- [2] **D. Erutin, E. Borisov, A. Popovich, V. Sufiarov**, Magnetic anisotropy of a selective laser melted Fe-Si-B alloy, *Proceedings of the 2022 8th Asia Conference on Mechanical Engineering and Aerospace Engineering*, Wuhan. 2361 (2022) 012011.

- [3] **J. Schroers, N. Paton**, Amorphous metal alloys form like plastics, *Advanced Materials and Processes*. 164 (2006) 61–63.
- [4] **J. Schroers**, Processing of bulk metallic glass, *Advanced Materials*. 22 (2010) 1566–1597.
- [5] **M. Frey, J. Wegner, N. Neuber, B. Reiplinger, B. Bochtler, B. Adam, L. Ruschel, S.S. Riegler, H.R. Jiang, S. Kleszczynski, G. Witt, R. Busch**, Thermoplastic forming of additively manufactured Zr-based bulk metallic glass: A processing route for surface finishing of complex structures, *Materials & Design*. 198 (2021) 109368.
- [6] **S.M. Song, Y.C. Liao, T.H. Li, C.K. Lee, P.H. Tsai, J.S.C. Jang, J.C. Huang**, Thermoplastic deformation behavior of a Fe-based bulk metallic glass within the supercooled liquid region, *Journal of Materials Research and Technology*. 8 (2) (2019) 1907–1914.
- [7] **J. Li, C. Li, S. Wang, H. Wang, S. Kou**, Thermal processing map and thermoplastic forming map of Zr-based bulk metallic glass in the supercooled liquid region, *Journal of Non-Crystalline Solids*. 570 (2021) 121008.
- [8] **Z. Savaedi, R. Motallebi, H. Mirzadeh, M. Malekan**, Superplasticity of bulk metallic glasses (BMGs): A review, *Journal of Non-Crystalline Solids*. 583 (2022) 121503.
- [9] **N. Li, T. Xia, L.P. Heng, L. Liu**, Superhydrophobic Zr-based metallic glass surface with high adhesive force, *Applied Physics Letters*. 102 (2013) 251603.
- [10] **W. Chen, Z. Liu, H.M. Robinson, J. Schroers**, Flaw tolerance vs. performance: a tradeoff in metallic glass cellular structures, *Acta Materialia*. 73 (2014) 259–274.
- [11] **Z. Liu, W. Chen, J. Carstensen, J. Ketkaew, R.M.O. Mota, J.K. Guest, J. Schroers**, 3D metallic glass cellular structures, *Acta Mater*. 105 (2016) 35–43.
- [12] **N. Li, D.J. Li, L. Liu**, Correlation between flow characteristics and interfacial friction behaviour of a Zr-based metallic glass during micro-extrusion, *Philosophical Magazine*. 93 (2013) 1859–1872.
- [13] **A. Safia, D. Rima, F. Nouredine**, Effect of the Laser Scan Rate on the Microstructure, Magnetic Properties, and Microhardness of Selective Laser-Melted FeSiB, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*. 31 (2018) 3565–3567.
- [14] **Y.G. Nam, B. Koo, M.S. Chang, S. Yan, J. Yu, Y.H. Park, J.W. Jeong**, Selective laser melting vitrification of amorphous soft magnetic alloys with help of double-scanning-induced compositional homogeneity, *Materials Letters*. 261 (2020) 1–4.
- [15] **Y. Zou, Y. Wu, K. Li, C. Tan, Z. Qiu, D. Zeng**, Selective laser melting of crack-free Fe-based bulk metallic glass via chessboard scanning strategy, *Materials Letters*. 272 (2020) 127824.
- [16] **Q. Jiang, P. Zhang, T. Jie, Y. Zhishui, Y. Tian, S. Ma, D. Wu**, Influence of the microstructure on mechanical properties of SLM additive manufacturing Fe-based bulk metallic glasses, *Journal of Alloys and Compounds*. 894 (2021) 162525.
- [17] **H.Y. Jung, S.J. Choi, G.P. Konda, S. Mihai, S. Sergio, S. Yi, K. Uta, D.H. Kim, K.B. Kim, E. Jürgen**, Fabrication of Fe-based bulk metallic glass by selective laser melting: A parameter study, *Materials and Design*. 86 (2015) 703–708.
- [18] **L. Żrodowski, B. Wysocki, R. Wróblewski**, New approach to amorphization of alloys with low glass forming ability via selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds*. 771 (2019) 769–776.

INFORMATION ABOUT AUTHORS

Danil P. ERUTIN – *Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University*.
E-mail: erutin@inbox.ru
ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-2797-0316>

Anatoliy A. POPOVICH – *Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University*.
E-mail: popovicha@mail.ru
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5974-6654>

Vadim S. SUFIAROV – *Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University.*

E-mail: vadim.spbstu@yandex.ru

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1889-4183>

Поступила: 15.05.2023; Одобрена: 23.06.2023; Принята: 29.06.2023.

Submitted: 15.05.2023; Approved: 23.06.2023; Accepted: 29.06.2023.