

КРИСТАЛОГРАФІЧНА ТЕКСТУРА ЗРАЗКІВ ЗІ СПЛАВУ АЛЮМІНІЮ, ОТРИМАНИХ АДИТИВНИМ ОСАДЖЕННЯМ ТЕРТЯМ З ПЕРЕМІШУВАННЯМ

В. В. УСОВ¹, Д. В. ПАВЛЕНКО², Н. М. ШКАТУЛЯК¹, С. І. ІОВЧЕВ³

¹ Південноукраїнський національний педагогічний університет імені К. Д. Ушинського, Одеса;

² Національний університет "Запорізька політехніка";

³ Одеський національний морський університет

За допомогою обернених полюсних фігур, отриманих рентгенівським методом, досліджено формування кристалографічної текстури зразків сплаву алюмінію АК9ч, виготовлених за технологією адитивного осадження тертям (AFS-D) за кімнатної температури. Виявлено компоненти текстури зсуву, кручення, деформації та рекристалізації для горизонтальних та вертикальних зразків. Текстура зразків обох типів слабо виражена. Це свідчить про можливість отримання виробів зі сплаву АК9ч за використання технології AFS-D.

Ключові слова: адитивне осадження тертям, кристалографічна текстура, сплав алюмінію, обернені полюсні фігури, анізотропія.

The crystallographic texture formation in AK9ch aluminum alloy (9.6% Si; 0.3% Mg; 0.1% Fe; 0.1% Mn, the rest – Al) specimens manufactured using the Additive Friction Stir Deposition (AFS-D) technology at room temperature is investigated. The analysis was conducted using inverse pole figures (IPFs) obtained by X-ray diffraction methods. The results reveal the presence of shear, torsion, deformation, and recrystallization texture components in both types of specimens. The texture of horizontal and vertical samples differs in the set of texture components and the character of their dispersion. The texture intensity of both types of specimens is ill defined. This testifies to the possibility to manufacture AK9ch alloy components using AFS-D technology with reduced anisotropy.

Keywords: additive friction stir deposition, crystallographic texture, aluminum alloy, inverse pole figures, property, anisotropy.

Вступ. Одним із перспективних методів одержання високоміцних виробів з металевих матеріалів є адитивне осадження тертям (AFS-D) [1–3], який поєднує в собі концепцію фрикційного перемішування з подачею матеріалу для виготовлення компонентів, специфічних для конкретного об'єкта [4]. Застосування цієї технології дає можливість виготовляти вироби не тільки з існуючих металів і сплавів, а й створювати нові композиційні сполуки та архітектурні матеріали зі заданими властивостями [3, 5, 6]. На відміну від інших технологій АМ (Additive Manufacturing), методи AFS-D зазвичай не вимагають додаткової обробки (гарячого ізостатичного пресування), що знижує тривалість виробництва та енергоспоживання.

Метод AFS-D, запатентований у 2014 р. [7], все ще є на ранній стадії розвитку [8]. Інтерес до нього зростає, зокрема до дослідження мікроструктури та кристалографічної текстури, яка впливає на анізотропію властивостей виготовлених деталей. На сьогодні існує низка досліджень, присвячених текстуроутворенню в заготовках, отриманих методом AFS-D. Показано [9], що у зразках алюмінієвого сплаву AA2219 текстура змінювалася вздовж поперечного перетину, що корелює-

вало з характеристиками міцності. У праці [10] вивчали сплав AA6061-T6 і встановили різні типи текстур залежно від умов обробки, які впливали на ступінь рекристалізації матеріалу. У дослідженні [11] сплав AA 2024 виявили слабо виражену текстуру, яка змінювалась у напрямку побудови, а у праці [12] вивчали сплав AA7050 і встановили варіацію текстури для різних секцій та шарів конструкції. У праці [13] з вивчення сплаву 6061-T651 показано різні компоненти текстур, які впливали на анізотропію границі плинності. У дослідженні [14] сплаву AA5083 продемонстровано можливість отримання ізотропних властивостей завдяки формуванню специфічної кристалографічної текстури.

Ці та низка інших досліджень [15, 16] підкреслюють важливість вивчення кристалографічної текстури для оптимізації характеристик заготовок, виготовлених 3D-друком, для авіаційно-ракетної техніки. Але вони залишають дискусійними питання щодо текстуроутворення заготовок сплаву алюмінію АК9 залежно від напрямку побудови, її вплив на анізотропію фізичних і механічних властивостей, склад і кількість компонент текстури тощо.

Мета роботи – дослідити кристалографічну текстуру зразків сплаву алюмінію АК9ч, отриманих за технологією адитивного осадження тертям у горизонтальному та вертикальному напрямках побудови.

Методи дослідження. Конструювання заготовок фрикційним перемішуванням за допомогою методу AFS-D по суті полягає у зрізанні тонкого шару з кінця обертового витратного стрижня, який притискається до підкладки, і детально описано у праці [8]. Вихідним матеріалом слугували циліндричні стрижні $\varnothing 10\text{ mm}$ зі сплаву АК9ч (9,6% Si; 0,3% Mg; 0,1% Fe; 0,1% Mn; решта – Al). Для конструювання зразків методом AFS-D стрижні закріплювали на спеціальній пружинній оправці, встановленій на вертикальному фрезерному верстаті. Деформували тиском 5 GPa та крученням упродовж 5 повних обертів за кімнатної температури. Швидкість кручення становила 1 rot/min .

Застосування пружинної оправки уможливило регулювання та підтримування на сталому рівні притисної сили, прикладеної кінцем витратного стрижня до підкладки. Як підкладку використовували сталевий брусок.

Осаджені зразки виготовляли методом AFS-D з поздовжньою (горизонтальні зразки) та поперечною (вертикальні) подачею інструменту. За сприятливого поєднання температурних, силових і кінематичних параметрів процесу в обох випадках виходили високоміцні об'ємні зразки. Сформували 3 шари осадженням, що забезпечило достатню товщину зразка для дослідження текстури.

Кристалографічну текстуру вивчали рентгенівським методом [17, 18] у звичайній геометрії з фокусуванням за Бреггом–Брентано (рис. 1) [19] з побудовою обернених полюсних фігур (ОПФ) у напрямку нормалі (НН) до площини поверхні осадження зразків (ОПФ НН) та поперечному напрямку (ПН), перпендикулярному до їх торцевої поверхні (ОПФ ПН).

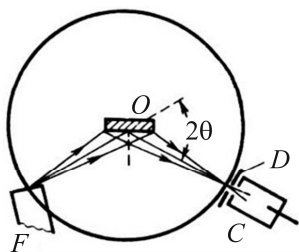


Рис. 1. Схема зйомки текстури за Бреггом–Брентано.
F – фокус рентгенівської трубки; O – плоский зразок;
D – щілина лічильника; C – лічильник; 2θ – кут відбиття.

Fig. 1. Bragg-Brentano geometry for texture measurement.
F – X-ray tube focus; O – flat sample; D – counter slit;
C – counter; 2θ – reflection angle.

Для аналізу текстури використали метод ОПФ, оскільки досліджувані зразки мали малі геометричні розміри, що унеможливлювало зйомку прямих полюсних фігур. Зразки без текстури (еталонні) виготовили з дрібної рекристалізованої стружки досліджуваного сплаву, яку отримали за допомогою дрібного напилу.

Цю стружку відпалювали у вакуумній печі за температури 150°C впродовж 1 h для рекристалізації. Потім її, змішану з клеєм ПВА, нанесли на плоску підкладку зі скла. Після висихання клею отримали еталонний зразок без текстури. Товщина шару стружки ~ 2 mm.

Для зйомки ОПФ ПН використовували набірні зразки у вигляді пакета наклеєних один на одного смужок завширшки 3 mm, вирізаних зі зразків, отриманих методом AFS-D. Для запобігання небажаної дії на текстуру зразків дефектний поверхневий шар полірували хімічним травленням на глибину 0,1 mm. Для побудови відповідних ОПФ використали результати рентгенівської $\theta-2\theta$ дифракції осаджених зразків та відповідних еталонів у фільтрованому MoK_α -випромінюванні на дифрактометрі ДРОН-3м в однакових геометричних умовах зйомки.

Полюсна густина P_i пропорційна відношенню інтенсивності i -ої дифракційної лінії у текстурованому зразку I_i до інтенсивності відповідної лінії I_R зразку без текстури:

$$P_i = K \cdot I_i / I_R. \quad (1)$$

Тут нормувальний множник K за Моррісом [20] визначали за формулою

$$K = 1 / \sum_{\Delta} A_i \cdot (I_i / I_R), \quad (2)$$

де A_i – статистичні ваги i -го рефлексу на ОПФ $\sum_{\Delta} A_i = 1$. Коефіцієнти A_i , які наведені у праці [14], обчислюємо як відсоток площі поверхні стереографічного трикутника навколо нормалі до i -го рефлексу відповідної оберненої полюсної фігури ОПФ. Отже, полюсну густину визначаємо так:

$$P_i = I_i / \sum_{\Delta} A_i \cdot (I_i / I_R). \quad (3)$$

Результати та їх обговорення. Виготовлення заготовки – це осадження на підкладці тонких концентрично розташованих шарів матеріалу обертового інструменту через його тертя й нагрівання під час контакту з підкладкою, а потім з попереднім шаром на кожному наступному кроці.

У місці виходу інструменту спостерігали утворення двох зон, умовно названих основною та периферійною [8]. Досліджували кристалографічну текстуру для основної зони зразків, отриманих методом AFS-D з поздовжньою подачею, де досягнуто стабільності структури матеріалу.

Після підготовки поверхні горизонтальних зразків для дослідження текстури загальна середня товщина та довжина шару 2,5 та 12 mm, відповідно. Вертикальні зразки мали близьку до циліндричної форму. Діаметр та висота вертикальних зразків 10 та 4 mm, відповідно.

Обернені полюсні фігури зразків досліджуваного сплаву, отриманих методом AFS-D, подані на рис. 2. Як бачимо, P_i на ОПФ невелика, що свідчить про слабо виражену текстуру. Густина P_i на ОПФ ПН, знята у площині зразка з вертикальною подачею інструмента під час AFS-D (рис. 2a), має широку область розсіювання поблизу полюса $\langle 110 \rangle$, що охоплює полюси $\langle 331 \rangle$, $\langle 531 \rangle$, $\langle 210 \rangle$, $\langle 320 \rangle$. Крім того, спостерігаємо підвищену густину в полюсах $\langle 533 \rangle$, $\langle 733 \rangle$.

Орієнтації кристалітів у поперечному напрямку цього зразка розділені на дві широкі області з підвищеною полюсною густиною, як видно з ОПФ ПН, знятої з бічної поверхні (рис. 2b) цього зразка. Одна область підвищеної густини навколо полюса $\langle 111 \rangle$ обмежена полюсами $\langle 211 \rangle$, $\langle 533 \rangle$, $\langle 331 \rangle$. Друга навколо $\langle 100 \rangle$ обмежена $\langle 311 \rangle$, $\langle 320 \rangle$, $\langle 210 \rangle$.

Аналіз показав, що текстура складається з комбінації слабких компонент зсуву (110)[100] (текстури Госса) та повернутої текстури кручення (110)[111], текстури деформації (110)[112] (типу латуні), (135)[211] (типу міді) та рекристалізації (120)[211] і (320)[332].

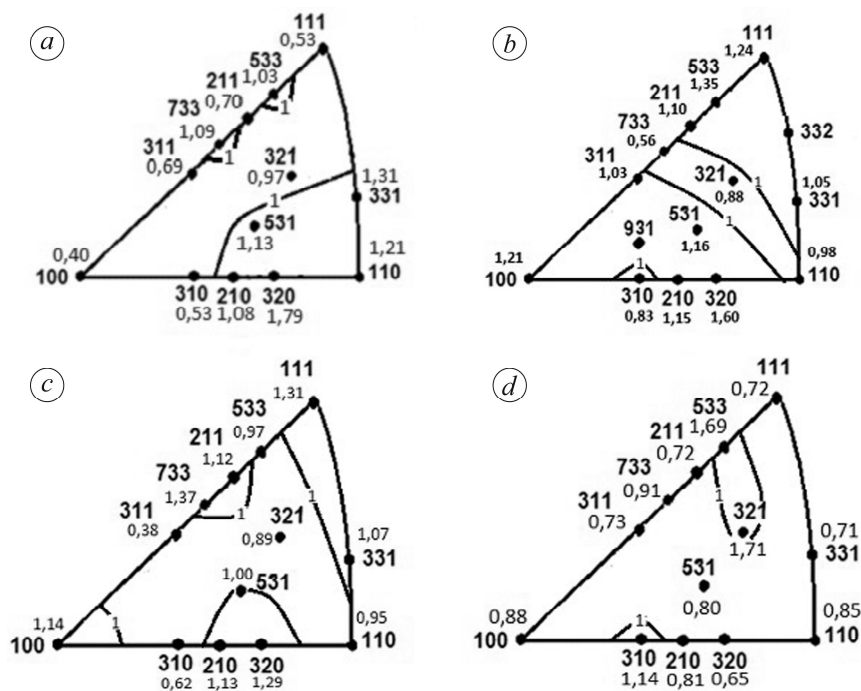


Рис. 2. ОПФ зразків сплаву АК9ч, отриманих методом AFS-D з поперечною (а, b) та поздовжньою (с, d) подачею інструменту: а, с – ОПФ НН; b, d – ОПФ ПН. Темніші цифри – полюси, світліші – полюсні густини.

Fig. 2. Inverse pole figures (IPF) of AK9ch alloy samples obtained by AFS-D method with transverse (a, b) and longitudinal (c, d) tool feed. a, c – IPF of normal direction; b, d – IPF of transversal direction. Darker numbers indicate poles, more light – pole densities.

Полюсна густина на ОПФ НН, знята у площині зразка з поздовжньою подачею інструмента під час AFS-D (рис. 2c), має декілька областей з підвищеними значеннями. Це області орієнтації навколо полюсів $\langle 111 \rangle$, $\langle 331 \rangle$, $\langle 210 \rangle$, $\langle 320 \rangle$, $\langle 100 \rangle$. Области підвищеної густини на ОПФ ПН, знятої з бічної поверхні цього зразка (рис. 2d), компактніші. Вони локалізовані навколо полюсів $\langle 533 \rangle$ та $\langle 321 \rangle$, а також навколо полюса $\langle 310 \rangle$.

Аналіз показав, що текстуру можна описати комбінацією слабких компонентів повернутої текстури кручення (111)[132], повернутої текстури деформації (112)[312] та текстури рекристалізації (001)[310].

Таким чином, текстури зразків досліджуваного сплаву алюмінію, отриманих методом AFS-D з поздовжньою (горизонтальні зразки) та поперечною (вертикальні) подачею інструменту, відрізняються як набором компонент текстури, так і характером розсіювання. Аналіз літератури [9–14] показав, що тип текстури й характер її розподілу залежить від параметрів осадження. Але оскільки текстура обох зразків досліджуваного сплаву алюмінію слабо виражена, слід очікувати, що анізотропія їх фізико-механічних властивостей має бути незначною, що раніше вже відмічено [9–12, 14]. Це контрастує з результатами праць [21, 22] щодо впливу на текстуру та анізотропію металевих сплавів, отриманих за адитивною технологією за допомогою 3D друку. Під час 3D друку зразків сплавів на основі титану [21], нікелю [16], отриманих у горизонтальному та вертикальному напрямках побудови, є достатньо сильно виражена текстура та, відповідно, анізотропія пружних та механічних властивостей.

Порівняння текстури зразків досліджуваного сплаву алюмінію з результатами текстур зразків інших сплавів алюмінію, отриманих методом AFS-D, показало їх подібність [9–14]. Загальним є те, що після такої обробки текстура зразків

різних сплавів алюмінію містить компоненти кручення, зсуву, деформації та рекристалізації, оскільки зазначені процеси є характерними для адитивного осадження тертям з перемішуванням.

ВИСНОВКИ

Кристалографічна текстура зразків сплаву алюмінію АК9ч, отриманих за технологією адитивного осадження тертям (AFS-D) за кімнатної температури з поздовжньою (горизонтальні зразки) та поперечною (вертикальні) подачею витратного інструменту відрізняється як набором компонент текстури, так і характером розсіяння. Текстура зразка, отриманого методом AFS-D з вертикальною подачею витратного інструменту, складається з комбінації слабких компонент зсуву (110)[100] (текстури Госсса) та повернутої текстури кручення (110)[111], текстур деформації (110)[112] (типу латуні), (135)[211] (типу міді) та рекристалізації (120)[211] і (320)[332]. Текстуру зразка, отриманого методом AFS-D з горизонтальною подачею витратного інструменту, можна описати як комбінацію слабких компонентів повернутої текстури кручення (111)[132], повернутої текстури деформації (112)[312] та текстури рекристалізації (001)[310]. Текстура досліджуваних зразків сплаву алюмінію АК9, отриманих за технологією AFS-D, є подібною до текстур інших сплавів алюмінію після осадження методами AFS-D і містить компоненти кручення, зсуву, деформації та рекристалізації, оскільки зазначені процеси є характерними для адитивного осадження тертям з перемішуванням. Незважаючи на відмінність текстур зразків досліджуваного сплаву, отриманих методом AFS-D у горизонтальному та вертикальному напрямках побудови, вона слабо виражена в обох зразках, тому слід очікувати незначної анізотропії фізико-механічних властивостей. Інтенсивність, склад і кількість компонент текстури залежить від технологічних параметрів осадження: швидкості процесу, тиску витратного стрижня, швидкості його обертання та підкладки за подовжнього переміщення. Тому перспективою подальших досліджень є вивчення впливу цих параметрів.

1. Palanivel S. and Mishra R. S. Building without melting: a short review of friction-based additive manufacturing techniques // *Int. J. of Additive and Subtractive Mater. Manufact.* – 2017. – 1, № 1. – P. 82–103. <https://www.inderscience.com/storage/f729510126111483.pdf>
2. *Non-beam-based metal additive manufacturing enabled by additive friction stir deposition* / H. Z. Yu, M. E. Jones, G. W. Brady, R. J. Griffiths, D. Garcia, H. A. Rauch, C. D. Cox, and N. Hardwick // *Scr. Mater.* – 2018. – 153. – P. 122–131. <https://meldmanufacturing.com/wp-content/uploads/2018/08/Non-Beam-Based-Metal-Additive-Manufacturing-Enabled-by-MELD-FKA-Additive-Friction-Stir-Deposition.pdf>
3. Kulekci M. K., Esme U., and Buldum B. Critical analysis of friction stir-based manufacturing processes // *Int. J. of Adv. Manufact. Technol.* – 2016. – 85. – P. 1687–1712. <https://www.scribd.com/document/455366564/25893633>
4. *A perspective on solid-state additive manufacturing of aluminum matrix composites using MELD* / J. Griffiths, M. E. J. Perry, J. M. Sietins, Y. H. Zhu, N. Hardwick, C. D. Cox, H. A. Rauch, and H. Z. Yu // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2019. – 28. – P. 648–656. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3649-3>
5. Sefene E. M. State-of-the-art of selective laser melting process: A comprehensive review // *J. of Manufact. Systems.* – 2022. – 63. – P. 250–274. <https://doi.org/10.1016/j.jmsy.2022.04.002>
6. Li M. Development and prospect of friction surfacing technology // *Proc. of the 5th Int. Symp. on Knowledge Acquisition and Modeling*. Atlantis Press. – 2015. – P. 244–246. <https://doi.org/10.2991/kam-15.2015.67>
7. Patent US8636194 b2 / J. P. Schultz, K. D. Creehan. – Publ. 2014. <https://patents.justia.com/patent/8636194>
8. *High-Pressure Torsion: A simulation approach for additive friction stir deposition processes* / D. V. Pavlenko, D. V. Tkach, Y. V. Vyshnepolskyi, M. O. Schetinina and O. F. Tarasov // *Adv. in Mater. Sci. and Eng.* – 2024. – Article number 7424560. <https://doi.org/10.1155/2024/7424560>

9. *Influence of texture and grain refinement on the mechanical behavior of AA2219 fabricated by high shear solid state material deposition* / O. G. Rivera, P. G. Allison, L. N. Brewer, O. L. Rodriguez, J. B. Jordon, T. Liu, W. R. Whittington, R. L. Martens, Z. McClelland, C. J. T. Mason, L. Garcia, J. Q. Su, and N. Hardwick // *Mater. Sci. and Eng.: A*. – 2018. – **724**, № 2. – P. 547–558. <https://meldmanufacturing.com/wp-content/uploads/2018/11/Influence-of-Texture-and-Grain-Refinement-on-the-Mechanical-Behavior-of-AA2219-Fabricated-by-High-Shear-Solid-State-Material-Deposition.pdf>
10. *Solid-state additive manufacturing of aluminum and copper using additive friction stir deposition: Process-microstructure linkages* / R. J. Griffiths, D. Garcia, J. Song, V. K. Vasudevan, M. A. Steiner, W. Cai, and H. Z. Yu // *Materialia*. – 2021. – **15**. – Article number 100967. https://www.researchgate.net/publication/347343328_Solid-state_additive_manufacturing_of_aluminum_and_copper_using_additive_friction_stir_deposition_Process-microstructure_linkages#fullTextFileContent
11. *Morphological and microstructural investigation of the non-planar interface formed in solid-state metal additive manufacturing by additive friction stir deposition* / M. E. Perry, R. J. Griffiths, D. Garcia, J. M. Sietins, Y. Zhu, and H. Z. Yu // *Additive Manufact.* – 2020. – **35**. – Article number 101293. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101293>
12. *Process-structure-property relations for as-deposited solid-state additively manufactured high-strength aluminum alloy* / C. J. T. Mason, R. I. Rodriguez, D. Z. Avery, B. J. Phillips, B. P. Bernarding, M. B. Williams, S. D. Cobbs, J. B. Jordon, and P. G. Allison // *Additive Manufact.* – 2021. – **40**. – Article number 101879. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.101879>
13. *Interfacial grain structure, texture and tensile behavior of multilayer deformation-based additively manufactured Al 6061 alloy* / W. Tang, X. Yang, C. Tian, and Y. Xu // *Materials Characterization*. – 2023. – **196**. – Article number 112646. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2023.112646>
14. *Sharifi A., Khodabakhshi F., and Gerlich A. P. Suppressing anisotropy in additive manufacturing by shear crystallographic texture development during multi-layer friction stir deposition* // *Mater. Sci. and Eng.: A*. – 2024. – **903**. – Article number 146640. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146640>
15. *Texture and anisotropy of mechanical properties of Inconel 718 alloy products obtained by 3D-printing from powders* / V. V. Usov, N. M. Shkatuliak, N. I. Rybak, M. O. Tsarenko, D. V. Pavlenko, D. V. Tkach, and O. O. Pedash // *Metallofizika i Noveishie Tekhnologii*. – 2023. – **45**, № 1. – P. 111–125. <https://doi.org/10.15407/mfint.45.01.0111>
16. *Anisotropy of elastic properties of Inconel 718 alloy specimens obtained by 3D printing* / V. V. Usov, N. M. Shkatuliak, D. V. Pavlenko, and O. M. Tkachuk // *Materials Science*. – 2023. – **59**, № 4. – P. 414–419. <https://doi.org/10.1007/s11003-024-00792-9>
17. *Gorelik S. S., Rastorguev L. N., and Skakov Yu. A. Roentgenography and electron-optical analysis* // *Metallurgy*. – 1981. – 370 p. <https://dokumen.tips/download/link/-5572124c497959fc0b9064de.html>
18. *Borodkina M. M. and Spector E. N. Roentgenographic analysis of the texture of metals and alloys* // *Metallurgy*. – 1981. – 272 p. URL: https://www.studmed.ru/borodkina-mm-spektor-e-rentgenograficheskiy-analiz-tekstury-metallov-i-splavov_3247096b89c.html
19. *X-ray diffraction (XRD)*. URL: <https://ywcmatsci.yale.edu/xrd>
20. *Morris P. R. Reducing the effects of nonuniform pole distribution in inverse pole figure studies* // *J. of Appl. Phys.* – 1959. – **30**, № 4. – P. 595–596. <https://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.1702413>
21. *Lavrys S. M., Pohrelyuk I. M., and Shliakhetka K. Corrosion resistance of additively manufactured titanium alloys in hydrochloric acid* // *Materials Science*. – 2023. – **58**, № 5. – P. 585–590. <https://doi.org/10.1007/s11003-023-00702-5>
22. *Adzhamskyi S. V., Kononenko G. A., and Podolskyi R. V. Mechanical properties of Inconel 718 alloy produced using selective laser melting technology with dynamic focusing on application surface* // *Materials Science*. – 2023. – **59**, № 4. – P. 420–425. <https://doi.org/10.1007/s11003-024-00793-8>

Одержано 25.06.2024