https://doi.org/10.15388/vu.thesis.651 https://orcid.org/0009-0007-0263-1411

VILNIAUS UNIVERSITETAS (FIZINIŲ IR TECHNOLOGIJOS MOKSLŲ CENTRAS)

Romuald Petkevič

# Lazerinio metalo dalelių sukepinimo technologijos vystymas ir taikymas

# DAKTARO DISERTACIJA

Technologijų mokslo sritis, Medžiagų inžinerija (T008)

VILNIUS 2024

Disertacija rengta 2019–2024 metais Fizinių ir technologijos mokslų centre, Lazerinių technologijų skyriuje.

Mokslinius tyrimus rėmė Lietuvos mokslų taryba.

**Mokslinis vadovas** – dr. Genrik Mordas (Fizinių ir technologijos mokslų centras, technologijų mokslo sritis, medžiagų inžinerija (T008)).

Gynimo taryba:

**Pirmininkas** – prof. dr. Olegas Černašėjus (Vilniaus Gedimino technikos universitetas, technologijos mokslai, mechanikos inžinerija – T 009).

# Nariai:

Dr. Bogdan Voisiat (Dresdeno technologijos universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – T 008),

Dr. Ona Balachninaitė (Vilniaus universitetas, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – T 008),

Dr. Paulius Gečys (Valstybinis mokslinių tyrimų institutas Fizinių ir technologijos mokslų centras, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – T 008),

Dr. Romualdas Trusovas (Valstybinis mokslinių tyrimų institutas Fizinių ir technologijos mokslų centras, technologijos mokslai, medžiagų inžinerija – T 008).

Disertacija ginama viešame Gynimo tarybos posėdyje 2024 m. rugsėjo mėn. 10 d. 11 val. Fizikos instituto posėdžių salėje. Adresas: Savanorių pr. 231, Vilnius, tel. +37067682681; el. paštas romuald.petkevic@ftmc.lt

Disertaciją galima peržiūrėti bibliotekose ir VU interneto svetainėje adresu: https://www.vu.lt/naujienos/ivykiu-kalendorius

https://doi.org/10.15388/vu.thesis.651 https://orcid.org/0009-0007-0263-1411

VILNIUS UNIVERSITY (State research institute Center for Physical Sciences and Technology)

Romuald Petkevič

# Development and Application of Laser Metal Particles Sintering Technology

**DOCTORAL DISSERTATION** 

Field of technology science, Materials Engineering (T008)

VILNIUS 2024

The dissertation was prepared between 2019 and 2024 at the Department of Laser Technologies of the Center for Physical Sciences and Technology. The research was supported by the Research Council of Lithuania.

Academic supervisor – Dr. Genrik Mordas (Center for Physical Sciences and Technology, Technology Sciences, Material Engineering (T008)).

This doctoral dissertation will be defended in a public/closed meeting of the Dissertation Defence Panel:

**Chairman** - Prof. Dr. Olegas Černašėjus (Vilnius Gediminas Technical University, Technological Sciences, Mechanical Engineering - T 009). **Members:** 

Dr. Bogdan Voisiat (Dresden University of Technology, Technological Sciences, Materials Engineering - T 008),

Dr. Ona Balachninaitė (Vilnius University of Technology, Materials Engineering - T 008),

Dr. Paulius Gečys (State Research Institute of Physical and Technological Sciences, Centre of Physical and Technological Sciences, Technological Sciences, Materials Engineering - T 008),

Dr. Romualdas Trusovas (State Research Institute of Physical and Technological Sciences, Centre of Physical and Technological Sciences, Technological Sciences, Materials Engineering - T 008).

The dissertation shall be defended at a public meeting of the Dissertation Defence Panel at 11:00 on 10 September 2024. in the meeting room of the Institute of Physics. Address: 231 Savanorių pr., Vilnius, tel. +37067682681; e-mail <u>romuald.petkevic@ftmc.lt</u>

The text of this dissertation can be accessed at the libraries, as well as on the website of Vilnius University:

www.vu.lt/lt/naujienos/ivykiu-kalendorius

# SANTRUMPOS

AM	– (angl. additive manufacturing) adityvioji gamyba				
ASTM	– (angl. American Society for Testing and Materials) Amerikos bandymų ir medžiagų draugija				
CAD	– (angl. <i>Computer Aided Design</i> ) kompiuterinis projektavimas				
CJP	– (angl. <i>color jet printing</i> ) spalvotas purkštukinis spausdinimas				
CNC	– (angl. <i>Computer Numerical Control</i> ) programuojamos apdirbimo staklės				
DLP	<ul> <li>– (angl. digital light processing technology) skaitmeninė</li> <li>šviesos apdorojimo technologija</li> </ul>				
DMLM	– (angl. <i>direct metal laser melting</i> ) tiesioginis metalo lydymas lazeriu				
DMLS	– (angl. <i>direct metal laser sintering</i> ) tiesioginis metalo sukepinimas lazeriu				
EBF	– (angl. <i>electron-beam freeform fabrication</i> ) laisvos formos gamyba elektronų pluoštu				
EBM	– (angl. electron-beam melting) lydymas elektronų pluoštu				
FDM	– (angl. <i>fused deposition modeling</i> ) lydomojo nusodinimo modeliavimas				
LMD	– (angl. <i>laser metal deposition</i> ) lazerinis metalo nusodinimas				
MJP	– (angl. multi jet printing) daugiapurkštis spausdinimas				
SLA	– (angl. stereolithography) stereolitografija				
SLM	- (angl. selective laser melting) selektyvus lydymas lazeriu				
SLS	– (angl. <i>selective laser sintering</i> ) selektyvus sukepinimas lazeriu				

# TURINYS

ΤU	JRIN	YS				
ĮV	ADA	.S				
1.	LITERATŪROS APŽVALGA11					
	1.1.	Adityvi gamyba				
	1.2.	Pagrindiniai adityvios gamybos etapai				
	1.3.	Pagrindiniai 3D spausdinimo tipai pagal ASTM standartą 13				
	1.4.	Nukreiptos energijos nusodinimas14				
	1.5.	LMD naudojamos miltelinės medžiagos ir jų gamybos būdai 16				
	1.6.	Medžiagos padavimas LMD sistemoje				
	1.7.	Skyriaus apibendrinimas				
2.	EKS	SPERIMENTŲ IR TYRIMŲ METODIKA				
	2.1.	Metalo milteliai ir jų paruošimas				
	2.2.	Miltelių ir lydinių charakterizavimas				
	2.3.	Lazerinio metalo dalelių nusodinimo metodika				
	2.4.	Eksperimentinis LMD sistemos stendas				
3.	REZ	ULTATAI				
	3.1.	Skaitmeninio modeliavimo rezultatai				
		3.1.1 Purkštuko geometrijos parametrizavimas				
		3.1.2 Purkštukų geometrijos nustatymas				
		3.1.3 Purškiamų metalo dalelių sąveikos su spausdinimo paviršiumi analizė				
		3.1.4 Skaitmeninio modeliavimo rezultatų apibendrinimas				
	3.2.	CoCrMo miltelių tyrimai				
		3.2.1 Miltelių dalelių morfologija				
		3.2.2 Miltelių cheminė sudėtis				
		3.2.3 CoCrMo metalo miltelių tyrimų rezultatų apibendrinimas 60				
	3.3.	LMD technologijos eksperimentinis vystymas				
		3.3.1 LMD purkštuko gamyba				

	3.3.2 LMD purkštuko srauto geometrijos nustatymas	63						
	3.3.3 Metalo dalelių srauto sąveika su paviršiumi	65						
	3.3.4 LMD vystymo darbų apibendrinimo rezultatai	67						
	3.4. LMD formuojamų dangų tyrimo rezultatai	68						
	3.4.1 Metalo dalelių nusodinimas lazerio pagalba	68						
	3.4.2 Metalo dalelių nusodinimo priklausomybė nuo lazer galios	rio 70						
	3.4.3 Nusodinto CoCrMo kiekio priklausomybė nuo lazer galios	rio 73						
	3.4.4 LMD formuojamų dangų tyrimų rezultatų apibendrinimas	75						
4.	BENDROSIOS IŠVADOS	77						
5.	LITERATŪROS SĄRAŠAS	78						
6.	SUMMARY	86						
	6.1. Introduction	86						
	6.2. Literature review summary	88						
	6.3. Summary of numerical simulation results	88						
	6.4. Summary of the results of the material analysis							
	6.5. LMD development summary	90						
	6.6. Summary of LMD coating test results	90						
	6.7. General conclusions	91						
7.	PUBLIKACIJŲ SĄRAŠAS	93						
	7.1. Straipsniai	93						
	7.2. Patentas	93						
8.	DALYVAUTA KONFERENCIJOSE	94						
	8.1. Žodiniai pranešimai	94						
	8.2. Stendiniai pranešimai	94						

# ĮVADAS

Adityvią gamybą (angl. *additive manufacturing*, AM) pradėta vystyti nuo 1980 metų, per tą laiką buvo išrastos ir tobulinamos skirtingos technologijos, kurios leidžia pasluoksniui gaminti trimačius objektus. Pagrindinė adityvios gamybos savybė yra tai, kad galima pagaminti tokios sudėtingos formos gaminius, kurių neįmanoma padaryti naudojant įprastas gamybos technologijas. Daugeliu atvejų tai liečia vidines gaminio uždaras ertmes.

AM technologijas galima suskirstyti pagal jų esminius skirtumus į kelis tipus. Ekstruzinio tipo [1] adityvios technologijos trimačius objektus leidžia gaminti išspaudžiant pasluoksniui konstruktyvinės medžiagos kieki skystos fazės pavidalu, tai gali būti termoplastikai, guma, modeliavimo molis, cemento mišiniai, silikonas, maisto medžiagos ir kitos medžiagos, turinčios ne itin aukštą skystos fazės temperatūrą, o tam, kad pereitų iš skystos fazės į kietą, medžiagą užtenka atvėsinti - išdžiovinti. Panašus yra adityvios technologijos principas, kur yra paduodama metalo viela, kuri ant spausdinamo paviršiaus yra išlydoma elektros srovės [2] arba lazerio pagalba. Stereolitografinio tipo [3] adityvios gamybos technologijos yra pritaikytos skystoms medžiagoms, kurios paveiktos šviesos sukietėja. Granuliuoto tipo adityvios technologijos turi daugiausiai atsišakojimų. Šios technologijos naudoja miltelių pavidalo konstruktyvines medžiagas. Skirtumas tarp šitų technologijų yra būduose, kaip miltelių dalelės surišamos tarpusavyje į vientisa medžiaga. Tiesioginis metalo sukepinimas lazeriu [4-7] plona 20-40 µm metalo miltelių sluoksnį sukepina. Sekantis išvystytas technologijos tipas leidžia gaminti trimačius objektus pagrinde iš keramikos miltelių [8, 9] ipurškiant į juos pasluoksniui skystą rišiklį, kuris gali būti sumaišytas su dažais. Dar viena adityvios gamybos technologija, naudojanti miltelius, tai lazerinis metalo nusodinimas (angl. Laser Metal Deposition, LMD) [10]. Ši technologija lazerio pagalba išlydo metalo paviršiaus sluoksnį ir specialių purkštukų pagalba nusodina papildomą metalo kiekį miltelių pavidalu į išlydytą paviršių.

Kiekviena iš šitų adityvios gamybos technologijų turi savo pranašumų ir ribotumų. Daugumoje kiekviena iš šių technologijų gali naudoti ribotą konstrukcinių medžiagų spektrą, nes yra pritaikyta būtent šioms medžiagoms, be to, dėl medžiagų tam tikrų ypatumų 3D objektai negali būti pagaminti be papildomų formą palaikančių konstrukcijų, kurios padidina galutinio apdirbimo sudėtingumą. Lazerinio metalo nusodinimo technologija leidžia spausdinti sudėtingas objektų formas be arba su mažo kiekio papildomų palaikančių konstrukcijų kiekiu, leidžia naudoti gan platų konstrukcinių medžiagų spektrą. Pagrindinis šios technologijos trūkumas yra spausdinimo raiška, ši technologija puikiai susitvarko su stambiais objektais, kadangi padengimo plotas yra gan didelis, bet negalint sumažinti nusodinamo metalo takelio pločio neįmanoma atlikti smulkesnių objektų spausdinimo. Atradus detalizavimo sprendimą ši technologija galės praplėsti adityvios gamybos galimybes.

# Darbo tikslas ir uždaviniai

Doktorantūros darbo tikslas yra sukurti pažangią lazerinio metalo dalelių nusodinimo technologiją, kuri leistų nusodinti ir sukepinti metalo miltelių daleles bei formuoti metalo dangas.

Šiam tikslui pasiekti planuojama:

- sukurti sistemą, paremta lazerinio metalo nusodinimo technologija, užtikrinančią efektyvų metalo dangų formavimą;
- atlikti skaitmeninį modeliavimą bei pagal gautus rezultatus sukonstruoti, pagaminti ir aprobuoti *de Laval* purkštuką, skirtą LMD technologijai;
- charakterizuoti eksperimentams atlikti naudojamų CoCrMo miltelių chemines ir fizikines savybes, užtikrinti cheminį homogeniškumą;
- 4) nustatyti LMD proceso parametrų įtaką formuojamos dangos kokybei.

## Darbo naujumas ir praktinė reikšmė

Šio darbo metu pirmą kartą panaudotas lazerinio metalo nusodinimo technologijai skirtas purkštukas, kurio *de Laval* geometrija paremta bikubine parametrine kreive. Purkštuko pagalba medžiagos dalelės pasiekia viršgarsinį greitį, sukuria siaurą išeinančių dalelių srautą ir lazerinės spinduliuotės pagalba formuoja metalo dangą.

Sukurta technologija leidžia ne tik formuoti metalo dangas, bet ir gali būti pritaikyta adityviai gamybai. Purkštuko ypatybės, naudojant jį adityviai gamybai, leistų užtikrinti aukštesnę pagamintų objektų skiriamąją gebą nei šiuo metu rinkoje esančios LMD sistemos.

# Ginamieji teiginiai

 Lazerinė metalo nusodinimo technologija leidžia užtikrinti tolygų medžiagos sluoksnio formavimą esant nelygumams iki 4 μm. Formavimo tolygumui įtaką turi LMD purkštuko geometrija, nusodinamų miltelių frakcija ir lazerio parametrai.

- LMD purškiklis, paremtas *de Laval* geometrija, kurio divergencijos zoną aprašo bikubinė parametrinė kreivė, užtikrina dalelių viršgarsinį greitį ir dalelių srauto dispersijos kampą iki 4 laipsnių.
- Pasirenkama miltelių dalelių dydžio frakcija apsprendžia LMD technologijai naudojamų dalelių cheminės sudėties homogeniškumą ir dalelių srauto dispersiją, o lazerio galia ir lazerio dėmės dydis apsprendžia formuojamo takelio aukštį ir plotį.

# 1. LITERATŪROS APŽVALGA

## 1.1. Adityvi gamyba

Adityvi gamyba (AM) – tai grupė technologijų, kuriomis fiziniai objektai kuriami tiesiogiai iš trimačių CAD (angl. *Computer Aided Design*) duomenų. AM sluoksnis po sluoksnio prideda skystų, lakštinių, vielos ar miltelių pavidalo medžiagų, kad suformuotų sudedamąsias dalis, kurioms reikia nedaug arba visai nereikia tolesnio apdorojimo. Šis metodas turi daug privalumų, įskaitant beveik beatliekinį medžiagų panaudojimą, trumpus gamybos terminus ir neprilygstamą geometrinę projektavimo laisvę.

2012-ųjų metų ASTM standartas apibrėžia adityviąją gamybą kaip medžiagų sujungimo procesą, kai objektai gaminami iš 3D modelių duomenų sluoksnis po sluoksnio, priešingai nei taikant įprastas gamybos metodikas, pavyzdžiui, tradicinį mechaninį apdirbimą[11].

Vystantis 3D spausdinimo technologijoms plėtėsi terminologija, todėl atsirado ir įvairių terminų darinių. Pastaruoju metu tai lėmė tam tikrą terminijos nesupratimą ar netinkamą vartojimą, kuris prisidėjo prie jos pažangos "silpnumo". Prie to taip pat prisidėjo naujoviškas technologijos pobūdis ir standartizacijos trūkumas.

Atrodo, kad "greitasis prototipų kūrimas" yra ankstyviausias apibūdinimas, o tendencijos laikomos "sluoksniais pagrįstu apdorojimu, skirtu 3D komponentams kurti, kuris dar tik pradedamas kurti". Tačiau dėl didelės pažangos šioje srityje ši technologija toli peržengė prototipų kūrimo ribas. 3D spausdinimas, terminas, atsiradęs 9-ajame dešimtmetyje, nuo to laiko plačiai vartojamas ir tapo plačiau paplitusiu terminu, skirtu sluoksniuotiems 3D komponentams kurti, plačiau žinomu kaip nebrangus 3D spausdinimas namuose ir kai kurios didesnės komercinės 3D spausdinimo sistemos. Vėliau buvo įvestas terminas "adityvioji gamyba", kuris, atrodo, užėmė pozicijas apibūdinant technologiją apskritai, o konkrečiau - pramoninėms reikmėms ir profesionaliai aukštos klasės įrangai bei taikomosioms programoms.

Pagrindinė tradicinių technologijų problema, gaminant sudėtingos formos detalę, yra ilgas procesas nuo projektavimo iki gamybos ir pristatymo vartotojui. Tradicinės detalių gamybos technologijos grindžiamos nereikalingos medžiagos šalinimu nuo pradinio ruošinio, kuris visada būna didesnis už pagamintą detalę.

Adityvios gamybos metodas, pradėtas naudoti daugiau nei prieš šimtmetį, padeda greitai ir pigiai spręsti minėtas problemas, efektyviai gaminant sudėtingos formos detales. Adityvios gamybos technologijos esmė yra greita prototipų ir komponentų gamyba, pasitelkiant pažangias ir lazerines technologijas. Šios technologijos pagrindas yra medžiagos sluoksniavimas, kuomet reikiama detalė ar gaminys sukuriamas dedant vieną medžiagos sluoksnį ant kito tol, kol gaminys yra baigtas.

1.2. Pagrindiniai adityvios gamybos etapai

Dėl sluoksniais pagrįstos gamybos kartais adityviai gaminamoms dalims reikia papildomo apdirbimo. Dėl šių papildomų etapų AM galima suskirstyti į daugybę kategorijų. Nuo CAD modelio iki tikrosios detalės AM technologija skirstoma į septynis skirtingus etapus [12]:

- 1. Kompiuterinis projektavimas;
- 2. CAD modelio konvertavimas į STL tipo failą;
- 3. STL tipo failo konvertavimas į AM sistemai priimtiną failo tipą;
- 4. AM sistemos paruošimas spausdinimui;
- 5. Spausdinimo procesas;
- 6. Atspausdinto objekto išėmimas iš AM sistemos;
- 7. Papildomas apdirbimas po spausdinimo.

Kompiuterinis projektavimas AM prasideda nuo modelio projektavimo naudojant CAD programinę įrangą. Išvesties modelis turi būti tikrosios dalies 3D arba paviršiaus atvaizdas. Šiam modeliui sukurti taip pat gali būti naudojama skenavimo ir atvirkštinės inžinerijos įranga [12].

Sukūrus CAD modelį, jis turėtų būti išsaugotas STL formatu naudojant CAD programinę įrangą. STL faile CAD modelyje esantis paviršius paverčiamas trikampių tinkleliu. Nuo trikampių skaičiaus priklauso suapvalintų paviršių tikslumas. CAD programinė įranga leidžia naudotojui valdyti šių trikampių skaičių ir dydį [13].

STL failą reikia perkelti į mašiną naudojant individualią kompiuterinę programą, kuri dažniausiai sugeneruoja G-kodą. Reikėtų patikrinti, ar failas yra tinkamo dydžio ir pastatymo orientacijos. Be to, jei yra kelios dalys, jos turėtų būti tinkamai išdėstytos, kad nesidubliuotų su kitomis dalimis.

AM sistemos paruošimas spausdinimui yra labai svarbus proceso etapas. Parametrai ir naudojamos medžiagos turėtų būti tinkamai nustatyti, kad būtų pasiektos gaminamos dalies tolerancijos. Sluoksnio storis, orientacija, tiekiama energija, laikas ir medžiagos tiekimo greitis gali būti įvardyti kaip vieni iš pagrindinių AM sistemos parametrų. Spausdinimas yra pilnai automatizuotas procesas, kurį atlieka pati AM sistema. Norint užtikrinti, kad nebūtų klaidų ir sistemai nepritrūktų medžiagos, reikės dalinės stebėsenos.

Kai AM sistemoje baigiamas spausdinimas, naudotojas turi atspausdintą objektą išimti. Naudotojas turėtų laikytis saugos protokolų ir tinkamų išjungimo procedūrų. Taip bus užtikrinta naudotojo ir mašinos sauga.

Pagaminus detales, joms gali prireikti papildomo apdorojimo, pavyzdžiui, kietinimo, sukepinimo ir valymo. Šiuose etapuose dalys gali būti silpnos, todėl su jomis reikia elgtis atsargiai.

# 1.3. Pagrindiniai 3D spausdinimo tipai pagal ASTM standartą

Amerikos bandymų ir medžiagų draugijos (angl. *American Society for Testing and Materials*, ASTM) komitetas suskirstė AM metodus į septynias dideles grupes [14]:

- 1. Fotopolimerizacija (angl. *VAT Photopolymerization*)- adityvios gamybos procesas, kurio metu skystas fotopolimeras, esantis kubile, selektyviai paveikiamas ultravioletine šviesa taip sukeliant cheminę reakciją ir aktyvuojant polimerizacija [15].
- Medžiagos išspaudimas, dar vadinamas ekstruzija (angl. material extrusion) – adityvios gamybos procesas, kai medžiaga selektyviai dozuojama per antgalio angą. Ekstruzijai naudojamos polimerinės medžiagos yra išlydomos iki lydymosi temperatūros ir dedamos sluoksnis po sluoksnio, kad būtų sukurtas 3D objektas [16].
- 3. Medžiagos purškimas (angl. material jetting) adityvios gamybos procesas, kurio metu selektyviai nusodinami statybinės medžiagos lašeliai. Medžiagų purškimui naudojami lašeliai, kurie sudedami į pasirinktus raštus, sluoksnis po sluoksnio, kad būtų sukurtas objektas. Kiekvienas sluoksnis yra sukietinamas UV spinduliuote.
- Rišamosios medžiagos purškimas (angl. *binder jetting*) adityviosios gamybos procesas, kurio metu skysta rišamoji medžiaga selektyviai nusodinama, kad sujungtų miltelių pavidalo medžiagas į 3D objektą [17].
- Lakštų laminavimas (angl. *laminated object manufacturing*) adityvios gamybos procesas, kurio metu medžiagos lakštai sujungiami, kad suformuotų objektą [11].
- 6. Miltelių sluoksnio lydymas (angl. *powder bed fusion*) adityvios gamybos procesas, kurio metu šiluminė energija selektyviai sulydo miltelių sluoksnio sritis. Miltelių sluoksnio lydymas vykdomas lazerio arba elektronų pluoštu, spinduliuotė išlydo miltelių pavidalo

medžiagą ir sukepiną ją sluoksnis po sluoksnio, kad būtų sukurtas 3D objektas [18].

Nukreiptos energijos nusodinimas (angl. directed energy deposition)

 adityviosios gamybos procesas, kurio metu nukreiptoji šiluminė energija (pvz., lazeris, elektronų pluoštas arba plazmos lankas) naudojama medžiagoms sujungti, joms lydantis nusodinimo metu [19].

## 1.4. Nukreiptos energijos nusodinimas

Nukreiptos energijos nusodinimo technologija iš kitų AM technologijų išsiskiria savo dideliu našumu kartu su galimybe ją taikyti trimačių objektų formavimui iš įvairių metalų ir jų lydinių. Nukreiptos energijos nusodinimo technologija skirstomą į dvi grupes pagal naudojamos energijos tipą: šiluminę arba kinetinę energiją. Šios technologijų grupės toliau gali būti skirstomos į šešias kategorijas pagal naudojamos energijos šaltinį ir spausdinimui naudojamą medžiagą (1 pav.)[20].



1 pav. Nukreiptos energijos nusodinimo kategorijos pagal energijos šaltinį ir žaliavą [20]

Šiame darbe yra naudojama DED technologija, kurioje šiluminė energija, sukurta lazerio spinduliuotės, išlydo miltelių pavidalo konstrukcinę medžiagą. Šią technologiją literatūroje yra įprasta vadinti lazeriniu metalo nusodinimu, o trumpiau – LMD.

Naudojama LMD technologija yra paremta procesu, kuriuo metu lazeris metalo paviršiuje išlydo mažą plotą, į kurį per specialų purkštuką yra paduodami metalo milteliai (2 pav.) Iš nusodintų metalo miltelių yra formuojami lydalo takeliai, iš takelių – plokštumos, o sluoksnis po sluoksnio – trimačiai objektai.



2 pav. Lazerinio metalo nusodinimo technologijos principinė schema

LMD technologijos didžiausias pliusas yra gamybinis lankstumas. LMD technologija vra ne tik tinkama spausdinti didelju matmenu objektams, bet ir jau esančiu gaminiu restauravimui ar paviršiu stipruminiu savybiu gerinimui. Be to, LMD technologija galima apjungti su CNC (angl. Computer Numerical Control) staklėmis ir tokiu būdu sukurti hibridines 3D spausdinimo ir frezavimo sistemas. Atliekant spausdinima su šešiu ašiu pozicionavimo sistema, galima formuoti gaminius nenaudojant palaikančiųjų struktūrų net esant statiems kampams (3 pav.)[21]. Tačiau vienas pagrindinių technologijos minusų yra po spausdinimo gaunamas didelis paviršiaus šiurkštumas. AM technologijose spausdinamo objekto paviršiaus šiurkštumas priklauso nuo rezoliucijos, kurią gali pasiekti konkreti adityvios gamybos technologija. SLM ir DMLS turi didžiausią rezoliuciją: 50 µm stulpelio storis ir 20 µm sluoksnio storis. EBM mažiausias stulpelio storis 140 µm, o sluoksnio storis - 100 μm. LMD mažiausias sluoksnio storis yra 100 μm, tačiau stulpelių storis vra 300 µm [22]. Hibridinių LMD/CNC sistemu panaudojimas vra būdas pagerinti gaminių šiurkštumą bei jų funkcinių paviršių tikslumą.



3 pav. LMD su 6-ais laisvės laipsniais leidžia pasiekti 90° kampą ir tolygų perėjimą be atramų [21]

1.5. LMD naudojamos miltelinės medžiagos ir jų gamybos būdai

LMD technologija leidžia taikyti spausdinimo medžiagas miltelių arba vielos pavidalu. Miltelinės medžiagos suteikia išskirtinę galimybę formuoti tolygiai keičiamos cheminės sudėties metalines struktūras, kurios suranda vis platesnį taikymą funkcinių medžiagų rinkoje. Todėl miltelinės LMD technologijos vystymas, atliekamas šiame darbe, yra perspektyvus ir šiuolaikiškas sprendimas, užtikrinantis LMD technologijos platų pritaikomumą.

Renkantis medžiagą, iš kurios bus gaminamas trimatis objektas, reikia įvertinti jos tinkamumą AM technologijai. Ar medžiaga yra tinkama 3D spausdinimui, o šiuo atveju – LMD technologijai, apsprendžia jos fizikinės, cheminės ir optinės savybės:

- Fizikinės savybės formuojamo lydinio kokybei yra svarbus miltelių pavidalo medžiagos dalelių dydis, dydžių pasiskirstymas bei dalelių forma.
- Cheminės savybės tam tikros miltelių mišiniuose esančios priemaišos gali daryti neigiamą įtaką lydinio formavimui (t.y., gali formuotis įtrūkiai, poros).
- Optinės savybės reikia parinkti medžiagą taip, kad jos sąveika su naudojama lazerio spinduliuote užtikrintų miltelių sluoksnio išsilydymą ir sluoksnio formavimą.

Šios savybių grupės yra kritinės, siekiant užtikrinti, kad galutiniai gaminiai atitiktų reikiamus kokybės ir funkcionalumo standartus.

Tam, kad miltelių pavidalo medžiaga būtų tinkama AM technologijoms, yra svarbus miltelių dalelių dydis ir sferiškumas. Šiuos medžiagai keliamus reikalavimus galima įgyvendinti naudojant skirtingas gamybos technologijas, apžvelgiamas žemiau: mechaninį smulkinimą, išpurškimą inertinėmis dujomis, elektroindukcinį dujų atomizavimą bei plazminį atomizavimą.

**Mechaninio smulkinimo technologijoje** gali būti taikomi skirtingi medžiagų mechaninio smulkinimo būdai, tačiau labiausiai paplitę įvairių rūšių malūnai: rutuliniai, planetariniai, išcentriniai, vibraciniai, atritoriniai ir kiti.

Atritoriai yra didelės energijos smulkinamieji aparatai, kuriuos sudaro nejudamas korpusas su maišikliais, perduodančiais judesį būgne esantiems smulkinimo rutuliams. Atritoriuose būgno ašis būna vertikali, nors yra didelės energijos smulkinamųjų aparatų, turinčių horizontalią būgno ašį. Malūne, susidurdama su judančiais rutuliais, medžiaga smulkinama ir trinama. Medžiagos smulkinimo intensyvumas priklauso nuo rutulių judėjimo trajektorijos būgne. Mechaniniais būdais smulkinamos medžiagos [23]:

- metalai ir jų lydiniai,
- keramika,
- polimerinės medžiagos
- oksidai;
- įvairios kitos trapios medžiagos.

Susmulkinimo dispersiškumas priklauso nuo medžiagos rūšies. Pavyzdžiui, molibdeno ir volframo oksidus galima susmulkinti iki 5 nm, o geležį – iki 10-20 nm. Mechaninio smulkinimo porūšis yra mechaninė sintezė arba mechaninis legiravimas, kai smulkinimo proceso metu susmulkinta medžiaga reaguoja viena su kita ir taip gaunama smulkiagrūdė naujos sudėties medžiaga. Šiuo būdu gaunami legiruotųjų lydinių, tarpmetalinių junginių, silicidų, dispersiškai sukietintų kompozicinių medžiagų nanomilteliai, kurių dalelių dydis yra 5-15 nm. Mechaniniai smulkinimo metodai ganėtinai nesudėtingi, paprastos technologijos, galima sparčiai gauti didelius kiekius susmulkintos medžiagos. Prie mechaninio smulkinimo trūkumų reikia paminėti gaminamų miltelių užterštumą malūnų ritiniais ar rutulių medžiaga. Taip pat, sunku gauti vienodų matmenų miltelių dalelės. Mechaniniai smulkinimo metodai yra rečiau taikomi 3D spausdinimo medžiagų gamyboje [23].

**Išpurškimas inertinėmis dujomis** yra technologija, kurioje lydalas suskaidomas inertinėmis dujomis (paprastai azotu arba argonu) ir tokiu būdu yra apsaugomas nuo oksidacijos (4 pav.). Ši technologija buvo sukurta po

Antrojo pasaulinio karo, kai lydymas vyko ore ir buvo naudojama įvairiems lydiniams. Pagrindinės šio metodo taikymo sritys nuo pat technologijos atsiradimo yra terminio purškimo milteliai, kietasis apdirbimas, litavimas, odontologija, o pastaruoju metu – ir AM. Deguonies kiekis gali būti daug mažesnis nei oro atomizuotuose milteliuose, paprastai 100-500 ppm [24]. Dalelių forma paprastai būna sferinė, tačiau gali atsirasti aglomeracija ir satelizacija. Vidutinis dalelių dydis vyrauja nuo 30 iki 200 µm Fe, Ni, Co lydinių atveju, o viršutinę ribą diktuoja dideli indų dydžiai, reikalingi siekiant išvengti dar ištirpusių didesnių lašelių purslų ant sienelių.



4 pav. Išpurškimo inertinėmis dujomis principinė schema [25]

Elektroindukcinis dujinis atomizavimas (angl. *Electrode Induction Gas Atomization*, EIGA) (5 pav.) yra dujų išpurškimo be keramikos variantas, kai lydalo srautas išpurškiamas ne iš purkštuko antgalio bet lašinant lydalo elektrodą (arba strypą), kuris švelniai sukamas, kad lydymo procesas vyktų tolygiai [26], [27]. Profiliuota indukcinė ritė, paprastai veikianti labai aukštu dažniu (> 50 kHz), kad lydalo atžvilgiu nebūtų pernelyg didelių magnetohidrodinaminių jėgų, išlydo strypo galą į bendrą kūgio formą, o susidaręs išlydyto lydinio lašelių srautas patenka į laisvai krintančių dujų išpurškimo antgalį. Šis procesas dabar plačiai naudojamas Ti lydinio gamybai, tačiau jam trukdo tai, kad srauto vieta yra blogai apibrėžta, o lydymosi greitis gana mažas, paprastai 10-30 kg/h. Dėl to vienam kilogramui miltelių sunaudojamas didelis dujų kiekis. Be to, milteliai pasiskirsto palyginti stambiai (40-100 µm), todėl smulkiųjų dalelių išeiga yra menka. Dalelių forma yra tinkama taikymui AM technologijose, bet kartais pasitaiko aglomeratų.



5 pav. Elektroindukcinis dujinis atomizavimas [27]

**Plazminis atomizavimas** (6 pav.) yra šiek tiek dviprasmiškas terminas, tačiau paprastai juo apibūdinamas 1995 m. Kanados kompanijos *Pyrogenesis* išrastas ir dabar plačiai taikomas procesas Ti ir Ti lydinių milteliams gaminti[27], [28]. Šis procesas be keramikos susideda iš metalinės vielos padavimo į trijų plazminių degiklių, kurie lydo ir išpurškia medžiagą, židinį. Procesas nėra pigus, nes žaliava yra brangi Ti viela, o našumas yra nedidelis, paprastai ~10 kg/h, tačiau neseniai teigta, kad jis padidėjo iki daugiau kaip 20 kg/h. Dabar JAV yra įrenginys, kuriame vienoje vietoje įrengta dešimt sistemų, kad būtų pasiekta didelė gamyba. Dalelių forma yra labai sferinė (dėl labai mažo gamybos greičio ir nedidelių dujų srautų), medžiaga pasižymi mažu priemaišų kiekiu.



6 pav. Plazminio atomizavimo schema [27]

Svarbu paminėti, jog itin sferinės formos mikrodalelės gaunamos plazminės sferoidizacijos gamybos metodu (7 pav.) [29]. Įvairių formų ir dydžių milteliai yra tiekiami į didelės energijos plazmą ir išpurškiami pro įvairių geometrijų tūtas, priklausomai nuo dalelių specifikos. Gaunamos tankios struktūros ir sferinės geometrijos dalelės. Procesas yra ypač tinkamas sunkiai lydžioms dalelėms gaminti, t.y. Ta, W, Nb bei Mo.



7 pav. Indukcinės plazmos sferoidizacijos proceso schema. [29]

# 1.6. Medžiagos padavimas LMD sistemoje

Dauguma LMD technologijos naudojamos medžiagos padavimo sistemos, vadinamos galvutėmis, kuriose lazerio pluoštas yra centre, o metalo milteliai paduodami iš šono kaip parodyta 9 pav. a, b ir c variantai. Taip pat yra galvučių variantai, kai metalo miltelių srautas yra išdėstytas centrinėje ašyje, o lazerio pluoštas iš šono (8 pav. d ir e variantai). Tam, kad būtų padidintas nusodinamų metalo miltelių kiekis ir tuo pačiu metu proceso greitis, buvo sukurtos specialios purškimo galvutės, kurios tolygiai metalo miltelius paduoda aplink lazerio pluoštą iš visų pusių. Šis sprendimas išties padidino proceso greitį, bet tuo pačiu ir sumažino rezoliuciją. Tarpusavyje persidengiantis miltelių srautas uždengia lazerio pluoštą (9 pav.) [30]. Šiuo atveju ne visas metalo miltelių srautas, išlekiantis iš specialaus cilindrinio purkštuko, dalyvauja nusodinimo procese. Kaip matome 9 pav., tik apie pusę miltelių srauto sąveikauja su lazerio spinduliuote ir tik jos dalis yra nusodinama į lazeriu išlydytą paviršiaus plotą.



8 pav. Miltelių srauto padėtis lazerio pluošto atžvilgiu, kai (a), (b) ir (c) – lazerio spinduliuotė centre, o dalelių srautas iš šono. Lazerio spinduliuotė iš šono, o dalelių srautas centre – (d),(e) (lazerio ir miltelių srauto padėtis atitinkamai pažymėta raudona ir pilka spalva) [31]



9 pav. Metalo miltelių srauto ir lazerio spinduliuotės persidengimo schema [30]

Kitas procesas, kuris vyksta, kai metalo miltelių dalelės pralekia pro lazerio spinduliuotę, tai lazerio spinduliuotės dalinis atspindys ir dalinė sugertis, priklausantys nuo srauto tankio greičio ir metalo dalelių dydžio (10 pav.) [30].



10 pav. Lazerio spinduliuotės ir metalo dalelių srauto sąveika. [30]

Visi šie procesai neleidžia padidinti rezoliucijos. Be to, dalis metalo miltelių srauto formuojamų takelių kraštuose prikepa pilnai neišsilydžiusios. Kitas procesas, turintis įtakos LMD technologijos gaminių rezoliucijai, yra metalo miltelių srauto kampas. Ne visos dalelės yra nusodinamos į lazerio pluošto išlydytą gaminio paviršiaus plotą. Kaip jau buvo minėta, dalis metalo miltelių srauto pralekia pro šalį, bet tam tikras dalelių srauto kiekis įklimpsta išlydytame paviršiuje, dėl savo pagreičio jis išlenda už to ploto ribų. Šio proceso pasekmes galima vaizdžiai matyti (11 pav.) plono takelio skersiniame pjūvyje.



11 pav. Ti-6Al-4V nusodinto takelio skersinis pjūvis [32]

Pagrindinis technologijos tikslas yra sukoncentruoti konstrukcinės medžiagos srautą lazerinės spinduliuotės centre, kur stebimas didžiausias energijos intensyvumas. Žiūrint į metalo miltelių srauto pasiskirstymo matavimo rezultatus (12, 13 pav.) abiejų purkštuko tipų atvejais gaunamas gan didelis išbarstymas [33, 34].



12 pav. Šoninio purkštuko metalo miltelių srauto pasiskirstymo matavimas [33]



13 pav. Koaksialinio purkštuko metalo miltelių srauto pasiskirstymo matavimas [34]

Kadangi visos neigiamos LMD technologijos savybės yra susijusios su nusuodinimui paduodamos medžiagos srautu, jau buvo priimti sprendimai perdaryti padavimo galvutę taip, kad miltelių srautas butų centre, o lazerio pluoštas – aplink, ir ją ištirti [35]. Toks sprendimas reikalauja sudėtingos optinės sistemos. Viena iš tokių optinių sistemų buvo sukurta ir pritaikyta lazerinio metalo vielos nusodinimo technologijoje [36]. Čia, prieš pasiekdamas metalo nusodinimo galvutę, lazerio pluoštas buvo nukreiptas iš 50 µm skersmens tiekiančiojo šviesolaidžio į didesnį šviesolaidį su 400 µm skersmens pluoštu, naudojant šviesolaidžių jungtį. Lazerio pluoštas buvo sujungtas su kolimatoriumi metalo nusodinimo galvutės įleidimo angoje. Šioje vietoje lazerio pluoštas yra nukreipiamas į eksikono lęšį, kur Gauso pasiskirstymas keičiamas į žiedą. Tada suformuotas pluoštas praeina per prizmę, dalinančią jį į dvi žiedo puses su anga, reikalinga vielai praeiti. Vielos tiekimas įkišamas per nukreipiamąjį veidrodį, kuriame apdorojimo lazeris atsispindi apdirbimo zonos link. Po šio taško viela eina viduryje lazerio pluošto žiedų pusių. Vėliau lazerio pluošto formavimo procesas yra atvirkštinis, kai pirmiausia dvi atskiros pluošto pusės yra sujungiamos antros prizmės pagalba. Galiausiai žiedo formos lazerio pluoštas praeina pro fokusuojamąjį asferinį lęšį. Žiedo forma projektuojama į priekį einančios vielos. Dėl šio veikimo principo lazerio pluošto židinio vieta, atsižvelgiant į vielos padėtį, turi lemiamą reikšmę proceso stabilumui. Metalo nusodinimo galvutėje taip pat yra apsauginių dujų padavimas ir oro peilis, užtikrinantis, kad optika būtų švari [36].



14 pav. Koaksialinės metalo nusodinimo galvutės veikimo principas su lazerio pluošto formavimo optika [36]

Siekiant gauti siaurą dalelių srautą, šalto purškimo adityvios gamybos technologijoje, minimoje l pav., yra naudojami viršgarsinio srauto purkštukai. Šiai technologijai naudojamų purkštukų [37-39] sukeliamas metalo miltelių viršgarsinis srautas turi maža dispersiją. Panašaus tipo srauto dispersijos sprendimas naudojamas *Cambridge* universitete pavadinimu: "*SprayLaze - Supersonic Laser Deposition*". Remiantis Šalto purškimo technologijos literatūros apžvalga buvo nuspręsta vystyti Lazerinio metalo dalelių sukepinimo technologiją LMD pagrindu taikant šalto purškimo purkštukų principus.

# 1.7. Skyriaus apibendrinimas

Lazerinio metalo nusodinimo technologija yra lanksti dangų ir trimačių objektų formavimo technologija. Lazerinio metalo nusodinimo galvutė, sujungta su šešių laisvės laipsnių pozicionavimo sistema, leidžia spausdinti sudėtingos geometrijos trimačius objektus be papildomų palaikymo konstrukcijų, užtikrinant tolygu paviršių perėjimą. Naudojant gamybai reikalingus metalus miltelių pavidalu, galima juos greitai kaitalioti išgaunant vientisą gaminio formą, sudarytą iš skirtingų metalų. Be to, metalų miltelius galima tarpusavyje sumaišyti, taip suteikiant gaminiui naujų fizikinių savybių.

Deja, ši technologija yra ribota rezoliucijos požiūriu – šiuolaikiniai sprendimai leidžia sumažinti paviršiaus šiurkštumą, bet pagamintų objektų paviršiams vis tiek yra reikalingas papildomas apdirbimas. Siekiant pagerinti LMD technologija gaminamų objektų paviršiaus charakteristikas be papildomo apdirbimo, yra reikalingi išsamūs naujo, tikslesnio miltelių pavidalo medžiagos tiekimo purkštuko sąveikos su lazerio spinduliuote tyrimai.

# 2. EKSPERIMENTŲ IR TYRIMŲ METODIKA

#### 2.1. Metalo milteliai ir jų paruošimas

Kobalto ir chromo molibdeno milteliai (1lentelė) ir jų lydiniai pagal ASTM F75 standartą pasižymi geru atsparumu korozijai ir dilimui. Dėl didelio biologinio suderinamumo CoCrMo [40], [41] yra vienas iš dažniausiai naudojamų lydinių medicinoje ir odontologijoje, pvz., protezų (klubo sąnarių, kelio sąnarių implantų) gamyboje. Jo atsparumas aukštoms temperatūroms atveria galimybes naudoti jį energetikos versle, įskaitant mentes, pramoninių dujų turbinų mentes ir purkštukus.

Iš EOS CoCrMo miltelių pagamintos detalės atitinka UNS R31538 standarto CoCrMo lydinį. Juose mažai nikelio (< 0,1 %) ir jie pasižymi smulkia, tolygia kristalinių grūdelių struktūra. Pasirinkti CoCrMo milteliai atitinka ISO 5832-4 ir ASTM F75 chemines ir mechanines liejamų CoCrMo implantų lydinių specifikacijas, ISO 5832-12 ir ASTM F1537 specifikacijas, taikomas spausdintiems CoCrMo implantų lydiniams.

Iš EOS CoCrMo miltelių pagamintas dalis galima apdirbti, suvirinti, šlifuoti, poliruoti ir, jei reikia, atlikti padengimą. CoCrMo milteliai tinka naudoti biomedicinoje ir detalėms, kurioms reikalingos aukštos mechaninės savybės esant aukštai temperatūrai (500-1000 °C) jų geras atsparumas korozijai. Dėl adityvios gamybos metodo detalės pasižymi tam tikra anizotropija, kurią galima sumažinti arba pašalinti tinkamu terminiu apdorojimu.

								Dalelių	Dalelių
						dydis	forma		
Со	Cr	Mo	Mn	Si	Fe	Ni	С	10-80 µm	Sferinės
60-	26-	5-7	$\leq$	$\leq$	$\leq$	$\leq$	$\leq$		
65	30		1.0	1.0	0.75	1.0	0.16		

1 lentelė. EOS CoCrMo cheminė sudėtis %

#### Metalo miltelių separavimas

Metalo milteliai buvo separuoti pagal dydį į keturias frakcijas naudojant laboratorinį *Proints* miltelių separatorių (15 pav.) kuris pasižymi dviem sukeliamu vibracijų šaltiniais ir keičiamų sietų rinkiniu. Miltelių separatoriaus 100 W ultragarsinio šaltinio sukeliamų vibracijų dažnis yra 28 kHz. Mechaninio šaltinio vibracijų dažnis yra keičiamas nuo 10 Hz iki 50 Hz. Pakraunamos medžiagos svoris gali siekti 2 kg. Naudojant 60, 40, ir 25 µm pralaidumo sietus ir kintamą mechaninių vibracijų dažnį nuo 20 iki 50 Hz buvo gautos 0-25, 25-40, 40-60 ir 60-140 µm. metalo dalelių dydžio frakcijos.



15 pav. Laboratorinis miltelių separatorius ir jo principinė schema

2.2. Miltelių ir lydinių charakterizavimas

# Metalo dalelių dydžių pasiskirstymas

Laboratorinis dalelių dydžio analizatorius BK-2308C siūlo patikimą ir pakartojamą dalelių dydžio analizę taikant *Lorenco Mi Debajaus* šviesos sklaidos principą. Laboratoriniame dalelių dydžio analizatoriuje BK-2308C naudojamos dviejų ir kelių spektrų aptikimo sistemos ir šoninės šviesos sklaidos aptikimo technologija (16 pav.). BK-2308C turi sausąjį ir šlapiąjį metodus. Taikant šlapiąjį metodą tiriamajai medžiagai disperguoti naudojama distiliuoto vandens dispersinė terpė, o taikant sausąjį metodą dalelėms gabenti naudojamas oro srautas. Kai dalelės patenka į jutiklio zoną, jos yra apšviečiamos lazeriu, kurio galia yra 3 mW (kai bangos ilgis 632,8 nm). Jutiklio zonoje yra matuojama dalelių išsklaidyta šviesa. Įrenginio matavimo diapazonas yra nuo 0,01 µm iki 1200 µm naudojant šlapiąjį metodą ir 0,1 µm -1200 µm naudojant sausąjį metodą.



16 pav. Dalelių dydžių analizatoriaus principinė schema. 1.- lovelis, 2.lazeris, 3.- lęšių sistema, 4.- permatoma plokštė ir pro ją praeinančios mikrodalelės, 5.- detektorių sistema, 6.- skysčio padavimo sistema

Buvo panaudotas šlapias matavimo metodas dėl didesnio matavimo diapazono. CoCrMo metalo milteliai buvo patalpinti į analizatoriaus lovelį (16 pav.) ir ultragarsinės padavimo sistemos dėka tolygiai dozuojami į skysčio padavimo sistemą. Praeinant pro permatomą plokštelę metalo dalelės buvo apšviestos IR lazerio spinduliuote kurios išsklaidyta šviesa pateko į detektorių sistemą.

Didesnio dydžio dalelės sklaido šviesą daugiau nei mažos dalelės [42]. Tada išsklaidyta šviesa patenka į detektorių sistemą. Priklausomai nuo kiekvienam detektoriui tenkančios šviesos intensyvumo, signalas yra paverčiamas į elektrinį. Šis elektrinis signalas, naudojant matematinius algoritmus, yra konvertuojamas į dalelių dydžių pasiskirstymą.

#### Metalo dalelių morfologija (SEM EDS)

Metalo dalelių formai, dydžiui, paviršiaus morfologijai ir cheminei sudėčiai nustatyti buvo pritaikyta dviejų spindulių sistema *Helios NanoLab* 650 (FEI įmonė) su energijos dispersijos rentgeno spektrometru *INCA Energy* (*Oxford Instruments*) ir *X-Max* detektoriumi. Sistema buvo aprūpinta Schottky tipo lauko emisijos elektronų šaltiniu ir fokusuotu Ga jonų šaltiniu. Elementų kartografavimas buvo atliktas esant 8 kV greitintuvui, 3,2 nA pluošto srovei, ir buvo analizuojamos atskiros dalelės bei nusodinto lydinio sluoksnis.

#### Metalo dalelių cheminė sudetis (PIXE)

Dalelių sukelta rentgeno spinduliuotė (PIXE) buvo naudojama miltelių elementinei sudėčiai matuoti. Metalo milteliai buvo presuojami 10 mm skersmens ir 5 mm storio tabletėje, naudojant laidų anglies cementą (CCC).

Tabletė buvo dedama ant 130 µm storio polietileno 2,6 naftalato plėvelės. PIXE matavimai buvo atlikti naudojant elektrostatinį 1 MV dalelių greitintuvą *Tandetron 4110A*. Analizės kameroje mėginio skleidžiami rentgeno spinduliai prasiskverbė pro 25,4 µm storio Be langą ir buvo aptikti *Canberra SL30165* Si(Li) detektoriumi, kurio energijos skiriamoji geba buvo 165 eV esant 5,894 keV, ir analizuojami *Canberra DSA1000 MCA*. Atstumas tarp mėginio ir detektoriaus buvo 59,5 mm (8,5 msr). Rentgeno spindulių spektrai buvo pritaikyti *GupixWin* programinės įrangos paketu kokybinei elementų analizei [26]. Detektoriaus poslinkio įtampa buvo nustatyta į – 700 V. Stiprintuvo formavimo laiko reikšmės nustatytos 18,4 µs kilimo laikui ir 1,2 µs plokščiam viršui. Detektorius buvo kalibruotas naudojant 241Am rentgeno ir  $\gamma$  spindulių šaltinį, o *MCNPX Monte Carlo* kodas taip pat buvo naudojamas detektoriaus efektyvumui modeliuoti.

# Rentgeno Fotoelektroninė Spektroskopija (XPS) ir Auger spektroskopija

XPS duomenys buvo gauti naudojant nuskaitymo XPS mikrozondą *PHI VersaProbe III*, siekiant nustatyti oksido plėvelių chemiją ant EOS CoCrMo miltelių dalelių ir atlikti detalų paviršiaus apibūdinimą. Sužadinimo šaltinis buvo monoatominis Al K $\alpha$ , kurio energija buvo 1486,7 eV. Šaltinio dydis buvo 9 µm, o spindulys buvo nuskaitytas 1300 × 150 µm<sup>2</sup> plote.

Analizatoriaus praėjimo energija buvo 224 eV tyrimams ir 140 eV didelės raiškos / siaurų spektrų skenavimui. Fotoelektronų kilimo kampo kritimas ir emisija buvo 45 laipsniai. CoCrMo miltelių pavyzdys buvo pritvirtintas ant nelaidžios dvipusės juostos. Spektrai buvo renkami naudojant PHI patentuotą dviejų spindulių neutralizavimo sistemą, susidedančią iš mažos energijos (~ 1 eV) elektronų ir mažos energijos (~ 8 eV) argono jonų.

Siaurų nuskaitymo spektrų energijos skalės korekcijos poslinkiai buvo susieti su C 1s smailės C-C jungties padėtimi, kai surišimo energija yra 284,8 eV.

Šiame tyrime naudotas Auger elektronų spektroskopijos (FE-AES) instrumentas buvo PHI 710 skenuojantis Auger nanozondas, aprūpintas termiškai palaikomu Schottky lauko emisijos elektronų pistoletu (FEG) ir bendraašiu cilindriniu veidrodžio analizatoriumi (CMA). SEM ir AES matavimų analizės sąlygos buvo 20 kV pagreičio įtampa, 10 nA srovė ir 30° mėginio pasvirimo kampas nuo paviršiaus, kuris yra normalus elektronų pistoletui. AES gylio profiliavimas buvo atliktas naudojant argono dulkinimą esant 2 keV ir skenuojant jonų pluoštą  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  plote. Purškimo greitis SiO<sub>2</sub> buvo ~ 3,0 nm/min.

## Paviršiaus šiurkštumo matavimas

Paviršiaus šiurkštumas – tai paviršiaus nelygumų rinkinys su santykinai mažais atskaitos ilgio žingsniais. Matuojamas mikrometrais (μm). Paviršiaus šiurkštumui nustatyti buvo naudojamas 3D optinis profilometras SENSOFAR S NEOX, veikiantis pagal ISO 25718 ir ISO 4287 standartus. Prietaisas naudoja interferometrinę mikroskopiją, konfokalinę mikroskopiją ir židinio pokyčius, kas leidžia įvertinti kietų paviršių topografiją. Optiniame profilometre sudėta 5 ašių sistema, daugybė konfokalinių ir interferometrinių lęšių, Z ašies pjezo skaitytuvas ir žiedinė lemputė kartu su pažangia analizės programine įranga (17 pav.).



17 pav. Optinis profilometras "SensoFar PLµ2300" (kairėje) ir jo principinė schema (dešinėje)

## 2.3. Lazerinio metalo dalelių nusodinimo metodika

LMD technologijoje esminę reikšmę turi metalo miltelių srauto geometrija, kadangi kuo stipriau bus suspaustas dalelių srautas, tuo didesnį nusodinimo tankį ir spausdinimo rezoliuciją bus galima pasiekti. Metalo dalelių srauto formavimui buvo sumodeliuota nauja purkštuko geometrija.

## De Laval purkštukų geometrijos parametrizavimas

De Laval purkštukai [43] susideda iš keturių dalių: tiesios dalies, konvergencijos dalies, siauriausios vietos ir divergencijos dalies (18 pav.). Suslėgtų dujų srautas turi didelį turbulencijos laipsnį, o tai nėra palanku dujų susitraukimui purkštuko konvergencijos dalyje. Todėl prieš purkštuko konvergencijos dalį įrengiama tiesi sekcija, užtikrinanti tolygų įleidžiamų dujų srauto greičio pasiskirstymą.

De Laval purkštukas naudojamas iš kapiliaro paduodamiems milteliams paspartinti, todėl centrinėje purkštuko dalyje yra laikiklis, fiksuojantis kapiliarinį vamzdelį centrinėje ašyje. Geometrijos skaičiavimai atlikti naudojant *COMSOL Multiphysics 5.6* programinę įrangą, taikant purkštuko geometrijai aprašyti skirtas 1, 2 ir 3 lygtis.

Siūlomai geometrijai apskaičiuoti naudota didelio Macho skaičiaus srauto, Spalart-Allmaras (RANS modelis) sąsaja [44]. Visiškai suspaudžiamos terpės Navier-Stokes lygtys naudojamos paprastam suspaudžiamam skysčiui [45]. Fizikinėje sasajoje daroma prielaida, kad skystis yra idealiosios dujos. Tai būtina nuoseklioms ileidimo ir išleidimo salygoms suformuluoti. Kapiliaro dujų įleidimo bendrasis slėgis yra 1 baras. Toks kapiliaro dujų slėgis buvo parinktas dėl to, kad dujos patenka iš miltelių dozatoriaus kuriame yra nustatytas atmosferinis slėgis dėl slėginio sprogimo prevencijos. I konvergencijos dalį įleidžiamų dujų bendrasis slėgis yra 4 barai. Šis į de Laval purkštuką paduodamų dujų slėgis pirminiais skaičiavimais yra minimalus ir užtikrina viršgarsini išeinančiu duju greiti. Azoto duju dinaminė klampa, savitoji dujų konstanta ir šiluminė talpa, esant pastoviam slėgiui, yra pateiktos kaip netiesioginė funkcija, priklausanti nuo temperatūros. Dujų dinaminis klampumas kaip analitinė funkcija priklauso nuo temperatūros. Idealių dujų klampa ir šilumini laiduma galima tiksliai aproksimuoti taikant Sutherland dėsnį [46]. Sutherland formulė apytiksliai parodo, kaip dujų klampumas priklauso nuo temperatūros. Šis dėsnis pagristas idealizuotu tarpmolekuliniu jėgų potencialu. Sutherland azoto dujų konstantos pateiktos 2 lentelėje.



18 pav. De Laval purkštukų geometrijos dalys

Temperatūra	Dinaminis	Sutherland	Šiluminis	Sutherland
$T_0(K)$	klampumas	konstanta	laidumas <b>k</b> o	konstanta
	$\mu_0(N\cdot s/m^2)$	<i>S</i> μ( <i>K</i> )	$W(m \cdot k)$	$S_k(K)$
273	$1.663 \cdot 10^{-5}$	107	0.0242	150

2 lentelė. Sutherland parametrai Azoto dujoms.

#### Konvergencijos dalis

Siaurėjanti dalis yra svarbi viršgarsinio purkštuko dalis, kuri tolygiai pagreitina oro srautą, mažina turbulenciją ir pagerina dujų srauto stabilumą. Šiuo metu yra daug konvergencijos dalies projektinių kreivių tipų, dažniausiai pasitaikantys kreivių tipai yra: bikubinė parametrinė kreivė [47] ir jos modifikacijos, *Witoszynski* kreivė [48] ir jos modifikacijos bei tiesi linija formuojanti kūgį. Geriausius greičio ir stabilumo parametrus parodė bikubinė parametrinė kreivė ir *Witoszynski* kreivė [47], [49], [50].

Bikubinė parametrinė kreivė yra kreivių šeima su parametru  $x_m$ . Pasirinkus  $x_m$  padėtį, galima gauti konvergencijos zoną aprašančią daugybę taškų. Smailėjantis profilis *R* apskaičiuojamas pagal (1) lygtį:

$$R = R_{c} + \left(1 - \frac{1}{x_{m}^{2}} \left(\frac{x}{L_{1}}\right)^{3}\right), \quad kai \quad \left(\frac{x}{L_{1}} \le x_{m}\right)$$

$$R = R_{c} + \left(\frac{1}{(1 - x_{m})^{2}}\right) \left(1 - \frac{x}{L_{1}}\right)^{3} (R_{in} - R_{c}), \quad kai \quad \left(\frac{x}{L_{1}} \ge x_{m}\right)$$
(1)

čia:

R - purkštuko skerspjūvio spindulys $R_c - purkštuko kaklelio spindulys$  $R_{in} - dujų įleidimo angos spindulys$  $X_m - kreivių susikirtimo taško koordinatė$  $L_l - konvergencijos dalies ilgis$ 

Čia  $x_m$  yra dviejų kreivių susikirtimo taško koordinatė (nubrėžianti pirmosios kreivės pabaigą ir antrosios kreivės pradžią).

*Witoszynski* kreivė naudojama idealiam, nesuspaustam ir ašiai simetriškam srautui, kuris gali būti naudojamas gerai paskirstytam ir stabiliam dujų srautui gauti. *Witoszynski* kreivė gaunama pagal aprašytą lygtį. (2):

$$R = R_c \left/ \sqrt{1 - \left[1 - \left(\frac{R_c}{R_{in}}\right)^2\right] \times \frac{\left(1 - \frac{x^2}{k_1 L_1^2}\right)^2}{\left(1 + \frac{x^2}{k_2 L_1^2}\right)^3}, \quad (2)$$

čia:

x - taškai išilgai konvergencijos daliesk<sub>1</sub> ir k<sub>2</sub> - Witoszynski kreivės koeficientai

čia  $R_{in}$  yra įleidimo angos spindulys,  $R_c$  yra purkštuko kaklelio spindulys, o R reiškia purkštuko skerspjūvio spindulį bet kuriame x išilgai konvergencijos

atkarpos.  $L_1$  yra konvergencijos atkarpos ilgis, o koeficientai  $k_1$  ir  $k_2$  naudojami *Witoszynski* kreivės susiaurėjimo ryškumui apibūdinti.

## **Divergencijos dalis**

Divergencijos atkarpos geometrijai parinkti buvo panaudota kvadratinė Bezjė kreivė. Kvadratinė Bezjė kreivė gali tolygiai apibūdinti dažniausiai naudojamą divergencijos atkarpos geometriją ir jų variacijas išgaubtoje parabolėje ir kūgyje.

Kvadratinės Bezjė kreivės lygtis apibrėžiama kontrolinių taškų  $P_0$ ,  $P_1$ ,  $P_2$ – $P_n$  rinkiniu, kur *n* nurodo kreivės eiliškumą (n = 1 tiesinei, 2 kvadratinei ir t.t.). Pirmasis ir paskutinis kontroliniai taškai visada yra kreivės galiniai taškai, tačiau tarpiniai valdymo taškai paprastai nėra kreivėje. Kvadratinės Bezjė kreivės lygtis yra (3):

$$P(t) = (1-t)^2 P_0 + 2t(1-t)P_1 + t^2 P_2, \qquad (3)$$

čia:

 $P_{(n)} = (x_0, y_0) - kreivės kontrolinių taškų koordinatės,$  $t = L_2 - divergencijos dalies ilgis.$ 

Atsižvelgiant į valdymo taškų Pn koordinates: pirmasis valdymo taškas turi koordinates  $P_1 = (x_1, y_1)$ , antrasis  $P_2 = (x_2, y_2)$  ir kt., kreivės koordinatės apibūdinamos lygtimi, kuri priklauso nuo parametro t iš atkarpų  $P_0 = (0, R_c)$ ;  $P_1 = (4, 2) P_3 = (L_2, R_{out})$ .

Skaičiavimams naudojami purkštukų parametrai ir jų ribos pateikti 3 lentelėje. Lentelėje išvardyti parametrų diapazonai buvo nustatyti pagal purkštuko geometrijos ribines vertes. Parametrų *L1*, *L2* ir *R*<sub>in</sub> reikšmės buvo pasirinktos fiksuotos, nes atlikus preliminarius skaičiavimus kurie priklausė nuo i purkštuko centrą įstatomo kapiliaro skersmens užtikrina kompaktiškiausio purkštuko gamybą, veikiančio nuo 4 bar. slėgio.

 $k_1$  ir  $k_2$  variacijos žingsniai buvo 10,  $P_1x-1$  mm,  $R_c$ ,  $P_1y$  ir  $R_{out} - 0,1$  mm kiekvienam *Witoszynski* kreivės geometrijos bandymui. Bendras bandymų skaičius buvo 124. Kiekvienam bikubinės kreivės geometrijos testui variacijos žingsniai buvo tokie:  $X_m-0,1$ ,  $P_1x-1$  mm, Rc,  $P_1y$  ir  $R_{out}-0,1$  mm. Iš viso buvo atlikti 124 bandymai.

	Witosz	<i>ynski</i> kreivė	Bicubic Parametric kreivė						
Parametrų diapazonas		Aprašymas	Parametrų diapazonas		Aprašymas				
	Konvergencijos dalis L1								
$k_1$	10-900	Witoszynski kreivę	$X_m$	0.2–0.9	Bicubic kreivę				
$k_2$	10–900	aprašantys koeficientai			aprašantys taškai				
R <sub>c</sub>	0.8–1.5mm	Purkštuko kaklelio skersmuo	Rc	0.8–1.5 mm	Purkštuko kaklelio skersmuo				
$L_1$	14 mm	Konvergencijos dalies ilgis	$L_1$	20 mm	Konvergencijos dalies ilgis				
<i>R</i> <sub>in</sub>	10 mm	Dujų įvedimo angos spindulis	<b>R</b> <sub>in</sub>	10 mm	Dujų įvedimo angos spindulis				
Divergencijos dalis L2									
$P_{1x}$	3–5 mm	Quadratic Bezier	$P_{1x}$	3–5 mm	Quadratic Bezier				
$P_{1y}$	1.6–2 mm	kreivę aprašantys taškai	$P_{1y}$	1.6–2 mm	kreivę aprašantys taškai				
Rout	1.5–2.5 mm	Purkštuko išėjimo angos spindulis	Rout	1.5–2.5 mm	Purkštuko išėjimo angos spindulys				
$L_2$	40 mm	Divergencijos dalies ilgis	$L_2$	40 mm	Divergencijos dalies ilgis				

3 lentelė. Skaitiniams skaičiavimams naudojami parametrai

# 2.4. Eksperimentinis LMD sistemos stendas

Lazerinio metalo nusodinimo technologijos vystymo iškeltiems tikslams pasiekti buvo suprojektuotas LMD sistemos stendas (19 pav.), kuris susideda iš kelių atskirų sistemų:

- 1. Suspaustų dujų ir miltelių padavimo sistema
- 2. Lazerinė sistema
- 3. Dalelių nusiurbimo sistema
- 4. Pozicionavimo sistema.



19 pav. Eksperimentinės LMD sistemos principinė schema

#### Suspaustų dujų sistema

Purkštuko patikros ir metalo dalelių srauto kampo matavimo atveju buvo naudojamas suspaustas oras, gaunamas iš oro kompresoriaus BOGE C4 LDR, kurio maksimalus pasiekiamas oro slėgis ir srautas yra 10 bar ir 0.31m<sup>3</sup>/min. Kompresorius turi integruotą oro sausintuvą bei tepalų gaudyklę.

Metalo miltelių nusodinimo proceso metu buvo naudojamos suspaustos argono dujos, gaunamos iš slėginių balionų. Naudojamų dujų slėgis buvo ribojamas mechaniniais slėgio reguliatoriais MESSER EN ISO 2503 su integruotais manometrais. Naudojamų dujų kiekis buvo matuojamas mechaniniu srauto matuokliais LZT M-6 kuriu matavimo diapazonas yra 5 - 25 L/min ir 10 – 100 L/min.

## Metalo miltelių dozavimo sistema

Metalo milteliai į purkštuką buvo siurbiami iš miltelių dozatoriaus (20 pav.) kuris buvo suprojektuotas remiantis adityvios gamybos tipiniais dozatorių modeliais [31]. Metalo miltelių dozatorius buvo pagamintas iš PET-G plastiko naudojant FDM technologiją. Dozatorių sudaro miltelių talpa, dozavimo diskas, žingsninis variklis, greičio reguliavimo valdiklis bei elektrinio maitinimo blokas. Iš miltelių talpos metalo dalelės byra ant lėtai besisukančio disko per 0.5 mm diametro skylutę, esančią 0.2 mm atstumu virš disko, tokiu būdu formuojant ploną miltelių takelį ant disko. 180° kampu nuo miltelių talpos skylutės yra įtvirtintas metalinis kapiliaras, per kurį milteliai yra įsiurbiami į purkštuką. Disko sukimosi greitis yra parenkamas taip, kad
užbertas miltelių takelis būtų visiškai įsiurbiamas purkštuko sukeltu neigiamu slėgiu.



20 pav. Diskinis miltelių dozatorius ir jo principinė schema

# Dalelių nusiurbimo sistema

Purkštuko bandymai buvo atliekami uždaroje kameroje, kurioje dujų perteklius su esančiomis nenusodintomis metalo dalelėmis buvo įsiurbiamas per mikrodalelių filtrą naudojant vakuuminį siurblį (21 pav.).



21 pav. Uždaros kameros prijungtos per mikrodalelių filtrą prie oro siurblio nuotrauka

# Purškiamo metalo dalelių srauto kampo matavimas

Metalo dalelių srauto geometrijai nustatyti buvo naudojama *Basler* acA720-520um USB 3.0 kamera su Sony IMX287 CMOS jutikliu, kuris per sekundę sukuria 525 kadrų VGA raiška (22 pav.). Kameros vaizdui išgauti buvo naudojamas programinės įrangos rinkinis Pylon Viewer. Kaip šviesos šaltinis metalo miltelių srautui apšviesti buvo naudojamas 505-520 nm bangos ilgio, 2 mm pločio, <1mW galios lazerinio diodo pluoštas, išgaunamas iš *Huepar 9011G* lazerinio gulsčiuko.



22 pav. Video kamera "Basler acA720-520um" USB 3.0

Vaizdo kamera, lazerinio diodo pluoštas ir LMD purkštukas buvo išdėstyti 90° kampu ir įtvirtinti specialiame laikiklyje (23 pav.), kurio apačioje yra padaryta techninė anga, per kurią vakuuminiu siurbliu metalo dalelės buvo susiurbiamos į filtravimo kamerą tam, kad nesusidarytų dalelių rūkas.



23 pav. Vaizdo kameros, purkštuko ir šviesos šaltinio išdėstymas ant specialaus laikiklio (kairėje) bei metalo dalelių srauto matomumo pavyzdys (dešinėje)

### Naudojamas lazeris ir optiniai komponentai

Tyrimams atlikti buvo naudojamas nuolatinės veikos lazerinis diodas, kuris naudoja galio arsenidą (GaAs) kaip puslaidininkinę medžiagą, kurio maksimali galia siekia 330 W, o bangos ilgis lygus 976 nm. Optinio pluošto šerdies skersmuo 200 µm o NA 0.22

Naudojant du optinius lęšius lazerio pluoštas sufokusuotas į 100 µm dydžio dėmę, židinio nuotolis 150 mm. Kadangi lęšiai dalinai sugeria fotonus ir įšyla, šiluminio plėtimosi stabilizavimui buvo pagamintas pneumatinis fokusatoriaus aušintuvas, kuris atlieka ir sklaidančių ore metalo dalelių nupūtimo nuo lęšių funkciją (24 pav.).



24 pav. Lazerinės spinduliuotės fokusatoriaus su pneumatiniu aušintuvu skerspjūvis

LMD galvutės kampas tarp metalo miltelių srauto ir lazerinės spinduliuotės remiantis literatūros analize [51, 52] turėtu būti kuo mažesnis, bet kadangi fiziškai to neįmanoma įgyvendinti, buvo parinktas mažiausias įmanomas kampas 25<sup>0</sup> (25 pav.). Atstumas nuo substrato plokštelės paviršiaus remiantis šaltiniais [53] buvo parinktas 15 mm., mažinant ši atstumą didėja metalo dalelių srauto atatranka nuo substrato dėl ko sumažėja nusodinamų dalelių kiekis.



25 pav. LMD galvutė sudaryta iš purkštuko ir lazerio fokusatoriaus

# LMD pozicionavimo sistema

LMD galvutei pozicionuoti buvo naudojamos Mini-CNC staklės su keturių ašių USB valdikliu. Staklės buvo patalpintos į polikarbonato dėžę su aliuminio profilio rėmu. Dėžės šone padarytos techninės angos laidams, pneumatikai ir šviesolaidžiui įvesti (26 pav.).



26 pav. Mini-CNC staklės su keturių ašių USB valdikliu patalpintos į polikarbonato dėžę su aliuminio profilio rėmu

# Substratai, naudojami metalo dalelių nusodinimo eksperimentams

Tam kad patikrinti dalelių srauto ir substrato sąveikos skaitmeninio modeliavimo rezultatus su gautais eksperimentiniu būdu buvo naudotas gryno Cu metalo substratas kuris buvo nušlifuotas ir nupoliruotas. Pilnas vario parametrų sąrašas pateiktas 3.1.3.2 skyriaus 5 lentelėje.

Tam kad atlikti LMD formuojamų pavienių takelių ir dangų eksperimentus buvo naudojami EN 10025 standarto, S235J0 markės 4 mm storio plieniniai substratai, kurių:

- Takumo riba 235 MPa
- Atsparumas tempimui 360 MPa
- Tankis:  $7,85g/cm^3$
- Lydymosi temperatūra: 1420-1460 °C

Cheminė pasirinkto substrato sudėtis %: C $\leq$ 0.17; Mn $\leq$ 1.40; P $\leq$ 0.030; S $\leq$ 0.030; N $\leq$ 0.012; Cu $\leq$ 0,55; Fe $\leq$ 97

#### 3. REZULTATAI

#### 3.1. Skaitmeninio modeliavimo rezultatai

#### 3.1.1 Purkštuko geometrijos parametrizavimas

De Laval purkštukas naudojamas milteliams, išeinantiems iš kapiliarų, pagreitinti, todėl centrinėje purkštuko dalyje yra laikiklis, fiksuojantis kapiliarinį vamzdelį centrinėje ašyje. Kadangi dėl preliminariu purkštuko geometrijos skaičiavimų, kurie priklausė nuo parinkto kapiliaro skersmens ir 4 bar. slėgio, de Laval ilgio  $L_1$ ,  $L_2$  ir skersmens  $R_{in}$  parametrai yra fiksuoti, todėl kitų geometrijai įtaką darančių parametrų ribos buvo nustatytos išlaikant purkštuko geometrijos visumą. Geometrijos skaičiavimai atlikti naudojant *COMSOL Multiphysics 5.6* programinę įrangą, taikant pirmiau išvardytas purkštuko geometrijai aprašyti skirtas 1,2 ir 3 lygtis. Skaičiavimams naudoti parametrai ir jų ribos pateikti 3 lentelėje.

Diagramos (27 pav.), kuriose pavaizduota *Witoszynski* ir bikubinės kreivių purkštuko geometrijos parametrų nurodytu 3 lentelėje, įtaka argono dujų srauto slėgiui ir greičiui, rodo, kad *Witoszynski* ir bikubinės kreivių geometrijos skirtingai reaguoja į parametrų poslinkį.



27 pav. Purkštuko geometrijos parametrų poslinkis. Witoszynski kreivės A) slėgis, B) greitis ir bikubinės parametrinės kreivės C) slėgis, D) greitis

Lyginant *Witoszynski* ir bikubinės kreivių purkštuko geometrijos dujų srauto slėgio pokytį, matyti, kad *Witoszynski* geometrija labiau reaguoja į parametrų pokyčius nei bikubinė. Bikubinė parametrinė kreivė pasirodo esanti labai jautri purkštuko kaklelio parametro rodikliui, o *Witoszynski* kreivė rodo didesnį slėgio kritimą kapiliariniame vamzdelyje bei tolygesnį perėjimą tarp parametrų ir mažesnius svyravimus purkštuko išėjime.

Palyginę *Witoszynski* ir bikubinės kreivių purkštuko geometrijos dujų srauto greičio poslinkį, matome, kad *Witoszynski* geometrijos purkštuko dujų srauto greitis kapiliariniame vamzdelyje yra didesnis, bet mažesnis divergentiniame ruože ir staigiau mažėja, lyginant su bikubinės parametrinės kreivės atveju, purkštuko išėjime.

Svarbiausi parametrai kuriant naująjį LMD purkštuką yra dujų srauto greitis, užtikrinantis metalo miltelių įsiurbimą į purkštuko dujų srauto centrą per kapiliarą, ir srauto stabilumas, kuris labai svarbus siekiant išlaikyti suspaustą dalelių srautą. Rezultatai, gauti pagal pateiktus grafikus 27 pav., buvo naudojami nustatant optimalius purkštuko geometrijos parametrus (4 lentelė. Optimalūs purkštuko geometrijos parametrai).

Bandant nustatyti optimalius Witoszynski kreivės purkštuko konvergentinės dalies parametrus, buvo pastebėta, kad koeficientas  $k_1$  turi didesne itaka dujų srauto greičiui, palyginti su  $k_2$ . Optimali vertė  $k_1 = 100$  buvo pasirinkta atsižvelgiant į pakankamą dujų srauto greitį miltelių tiekimo kapiliare ir nedidelius dujų greičio svyravimus už purkštuko išėjimo angos. Kai minėtoji vertė mažesnė nei 100, dujų srauto greitis pradeda didėti purkštuko divergencijos zonoje ir smarkiai sumažėja išėjus iš purkštuko. Kai  $k_l > 100$ , dujų srautas kapiliare sparčiai mažėja, todėl miltelių isiurbimas tampa ne toks efektyvus. Pastebima panaši dujų srauto priklausomybė nuo koeficiento  $k_2$  reikšmės, todėl optimali  $k_2$  reikšmė buvo parinkta tokia pati kaip  $k_1 (k_2 = 100).$ 

Bandant nustatyti optimalius bikubinės kreivės purkštuko konvergentinės dalies parametrus, nustatyta, kad koeficientas  $X_m$  ir koeficientai  $k_1$  bei  $k_2$  *Witoszynski* atveju turi panašų poveikį dujų srauto greičiui. Optimali koeficiento  $X_m$  vertė buvo parinkta 0,7. Kai  $X_m < 0,7$ , dujų srauto greitis didėja kapiliaro viduje, bet mažėja divergentinėje zonoje ir ties išėjimu. Panašūs rezultatai gaunami, kai  $X_m > 0,7$ .

Ploniausios *de Laval* geometrijos dalies spindulys ( $R_c$ ) yra 1 mm. Ta pati vertė buvo pasirinkta *Witoszynski*, ir bikubinės kreivės purkštukams. Kai  $R_c$ <1, dujų srautas didėja kapiliaro viduje, bet mažėja ties išėjimu. Kai  $R_c$  >1, dujų srauto greitis ilgiau išlieka stabilus išėjus iš išleidimo angos. Tačiau srauto greitis kapiliare greitai sumažėja ir tai turi neigiamos įtakos miltelių įsiurbimui i purkštuko dujų srauto centrą. *Witoszynski* ir bikubinės kreivės purkštukų divergencijos dalies parametrai buvo parinkti vienodi, išskyrus parametro  $P_{Iy}$  vertę, kuri *Witoszynski* atveju yra 1,7 mm, nes duju srauto greitis auga tolygiai, o bikubinės kreivės atveju siekia 2 mm. Įtariama, kad skirtumas atsiranda dėl nevienodo *Witoszynski* ir bikubinės kreivių konvergentinės dalies susiaurėjimo, *Witoszynski* atveju ji turi pastovią siaurėjančią formą, bikubinės kreivės atveju - staigų susiaurėjimą. Purkštuko išėjimo spindulys ( $R_{out}$ ) lemia dujų srauto greitį divergentinėje purkštuko dalyje. Didžiausias srauto greitis stebimas, kai  $R_{out}$ = 2 mm. Kai  $R_{out} < 2$  mm, dujų srauto greitis didėja purkštuko viduje, bet staigiai sumažėja ties išėjimu. Kai  $R_{out} > 2$  mm, dujų srauto greičio sumažėjimas kapiliaro viduje yra gerokai didesnis, palyginti su optimalia  $R_{out}$ verte.

## 3.1.2 Purkštukų geometrijos nustatymas

Iš skaitmeninio purkštuko geometrijos skaičiavimo rezultatų buvo siekiama nustatyti optimalius purkštukų geometrinių formų parametrus. Atsižvelgiant į dujų srauto slėgio kritimą kapiliaro gale, didžiausia dujų srauto pasiekiamą greiti divergencijos dalyje ir mažiausia duju srauto greičio kritimą kritiniame atstume nuo purkštuko išėjimo, buvo išbandyta daug įvairių parametrų derinių iš 3 lentelės, pavaizduotu 27 pav. Purkštuko geometrijos parametrų poslinkis. Witoszynski kreivės A) slėgis, B) greitis ir bikubinės parametrinės kreivės C) slėgis, D) greitis Atlikus atranka pagal prieš tai minėtus kriterijus buvo pasirinktos optimalios purkštukų geometrijų parametrų vertės, kurios yra nurodytos 4 lentelėje.

Witoszynski kreivė			Bicubic Parametric Kreivė						
Parametrų diapazonas		Aprašymas	Parametrų diapazonas		Aprašymas				
	Konvergencijos dalis L1								
$k_1$	100	Witoszynski kreivę	<b>Y</b>	0.7	Bicubic kreivę				
$k_2$	100	aprašantys koeficientai	21 m	0,7	aprašantys taškai				
R. 1.0 mm Purkštuko kaklelio		Purkštuko kaklelio	Rc	1.0 mm	Purkštuko kaklelio				
	110 1111	skersmuo	110	110 1111	skersmuo				
L <sub>1</sub> 14 mm		Konvergencijos	$L_1$	20 mm	Konvergencijos				
		dalies ilgis			dalies ilgis				
R.	10 mm	Dujų įvedimo angos	p.	10 mm	Dujų įvedimo angos				
<b>N</b> in	10 11111	spindulis	Km	10 11111	spindulis				
	Divergencijos dalis L2								
$P_{1x}$	4 mm	Quadratic Bezier	$P_{1x}$ 4 mm		Quadratic Bezier				
$P_{1y}$	1,7 mm	kreivę aprašantys taškai	$P_{1y}$ 2 mm		kreivę aprašantys taškai				
P	2 mm	Purkštuko išėjimo		2 mm	Purkštuko išėjimo angos				
Kout		angos spindulis	<b>R</b> out	2 IIIII	spindulys				

4 lentelė. Optimalūs purkštuko geometrijos parametrai

$L_2$ 40 mm Divergencijos dalies $L_2$ 40 mm	Divergencijos dalies ilgis
--	-------------------------------

Norint pasirinkti, kokią purkštuko geometriją naudoti, buvo atliktas greičio ir slėgio palyginimas. Centrinės purkštuko ašies skaičiavimo rezultatai pateikti 28 pav. ir 29 pav.eiksluose. Dujų srautas konvergentinėje purkštuko dalyje, *Witoszynski* ir bikubinės kreivės geometrijose pasiekiamas 180-200 m/s. Patekęs į divergentinę sekciją, srautas pagreitėja iki 640 m/s *Witoszynski* ir 700 m/s bikubinės kreivės geometrijos purkštukuose. Kai srautas pasiekia purkštuko išėjimą, jo greitis sumažėja. Kritinis atstumas nuo purkštuko išėjimo angos iki substrato yra 20 mm, todėl labai svarbu išlaikyti pagreitintą ir stabilų dalelių srautą, kol dalelės pasieks paviršių.

Vidutinis srauto greitis kritiniu atstumu nuo išėjimo iš bikubinės parametrinės kreivės purkštuko yra apie 615 m/s. *Witoszynski* kreivės purkštuko greitis yra apie 435 m/s. Abejuose purkštukuose galima pastebėti greičio svyravimus išėjus iš išėjimo angos. Nepaisant to, kad jie labiau pastebimi bikubinės kreivės purkštuke, vidutinis srauto greitis, palyginti su *Witoszynski* kreivės purkštuku, išlieka didesnis nuo išleidimo angos iki kritinio 20 mm atstumo.



28 pav. Bikubinės ir Witoszynski kreivės purkštukųgeometrijos dujų srauto greičio palyginimas



29 pav. Bikubinės ir Witoszynski kreivės purkštukų geometrijos dujų srauto slėgio palyginimas

Lyginant dujų srauto slėgio kritimą kapiliaro išėjime (29 pav.) matome, kad skirtumas tarp *Witoszynski* ir bikubinės kreivės geometrijos purkštukų dujų srauto slėgio kritimas yra nežymus. Abejose atvejuose duju slėgio kritimas yra pakankamas užtikrinti metalo miltelių padavimą iš dozatoriaus į purkštuko dujų srauto centrą. Todėl remiantis didesniu duju srauto greičiu purkštuko divergencijos zonoje ir mažesniu dujų srauto greičio kritimu kirtiniame atstume nuo purkštuko išejimo angos tolimesnei eksperimentų eigai buvo pasirinktas bikubinės parametrinės kreivės geometrijos purkštukas.

3.1.3 Purškiamų metalo dalelių sąveikos su spausdinimo paviršiumi analizė

3.1.3.1 Dalelių srauto formavimas

Skysčio srauto sąsajos dalelių sekimas naudojamas dalelių judėjimui foniniame skystyje imituoti. Skaičiavimuose nurodome dalelių tankį ir skersmenį. Kadangi mūsu purkštuko veikimo principas yra panašus i šalto purškimo technologiją, buvo nuspręsta dalelių srauto formavimui ir jo sąveikos su substratu skaičiavimus atliekant remtis šaltiniais [54], [55] su šalto purškimo srauto skaičiavimais. Kadangi nebuvo rasta dalelių srauto skaičiavimams reikalingų CoCrMo dalelių parametrų buvo nuspręsta mūsų modeliavime naudoti vario dalelės trijų skirtingų dydžių: 1 µm, 10 µm ir 40 um. Daleliu išsiskvrimo ir sklidimo formulė vra Niutono. Kai dalelės liečiasi su sienele, galime nustatyti atsitrenkimo i sienele salyga, kai daleliu kinetinė energija išlieka ir dalelės veidrodiniu būdu atsispindi nuo sienelės. Skystyje esančias daleles veikia dvi jėgos: pasipriešinimo jėga ir keliamoji jėga. Pasipriešinimo jėga apibrėžiama Stokso pasipriešinimo dėsniu [56]:

$$F_d = \left(\frac{1}{\tau_p}\right) m_p (u - v) \tag{4}$$
čia:

cia:

 $\tau_{\rm p}$  - dalelės greičio reakcijos laikas,

v - dalelės greitis,

u - skysčio greitis kaip dalelės padėtis.

Tam tikro pasipriešinimo dėsnio galiojimas priklauso nuo santykinio Reynoldso skaičiaus ir dalelės greičio reakcijos laiko:

$$Re_{r} = \frac{\rho |u-v|d_{p}}{\mu}$$
(5)  
$$\tau_{p} = \frac{4\rho_{p}d_{p}^{2}}{3\mu C_{d}Re_{r}}$$
(6)

čia:

 $d_p$  - dalelių skersmuo,

 $\rho_p$  - skysčio tankis,

μ - skysčio dinaminė klampa.

Re - Revnoldso skaičiaus funkcija

Mūsu modeliavime naudojama standartinė pasipriešinimo koreliacija su apibrėžtu pasipriešinimo koeficientu kaip santykinio Reynoldso skaičiaus funkcija, kurį mūsų skaitiniuose skaičiavimuose gali siekti iki 1,6·10<sup>4</sup>. Pasipriešinimo koeficientas, kai Reynoldso skaičius yra  $1.2 \cdot 10^4 < \text{Re}_r < 4.4 \cdot 10^4$ , apibrėžiamas taip:

 $\log C_d = -1.9181 + 0.6370w - 0.0636w^2 \quad (7)$ 

Skysčio srautas mūsų sistemoje yra netolygus, nes darome prielaidą, kad skysčio dalelėms pridedame keliamąją jėgą. Sienų sukeliama keliamoji jėga Niutono lygtys (8) taikoma siekiant atsižvelgti į artimų sienų poveikį dalelėms judant kanalu. Sienelės sukelta keliamoji jėga FL yra lygi:

$$F_{L} = \rho \frac{r_{p}^{4}}{D^{2}} \beta \left( \beta G_{1}(s) + \gamma G_{2}(s) \right) n, \qquad (8)$$
  
čia:  
$$\beta = \left| D(n \cdot \nabla) u_{p} \right|,$$
  
$$\gamma = \left| \frac{D^{2}}{2} (n \cdot \nabla)^{2} u_{p} \right|,$$
  
$$u_{p} = \left( I - (n \otimes n) \right) u.$$
  
$$r_{p} - dalelės spindulys,$$

- u skysčio greitis,
- I tapatybės matrica,
- n sienos normalė artimiausiame etaloninės sienos taške,
- D atstumas tarp kanalo sienelių,
- s atstumas nuo dalelės iki etaloninės sienos,
- $G_1$ ,  $G_2$  nedimensinio atstumo iki sienos s funkcijos.

Modeliuojant naudojamų dalelių skaičius yra  $3 \cdot 10^3$  (trys dalelės išleidžiamos į modeliavimo sritį kas 10ns).

Dalelių greičio dydis ir trajektorijos sklaida trims skirtingiems dalelių dydžiams - 1  $\mu$ m, 10  $\mu$ m ir 40  $\mu$ m – pavaizduoti 30 pav.. Dideli dalelių trajektorijų duomenų rinkiniai vizualizuojami kaip fazinis portretas, kuriame X-Y ašyse pavaizduota dalelės padėtis ir spalvomis pavaizduotas dalelės greičio reakcijos laikas. Smulkių dalelių reakcijos laikas yra trumpesnis, todėl ir dispersijos plotas mažesnis. Pagal numatytuosius nustatymus dalelės padėtis laikoma atstumu nuo pradžios (0, 0).



30 pav. 1, 10 ir 40 µm dydžio dalelių greičio dydis ir trajektorijos dispersija

Labai svarbus šalto purškimo proceso aspektas yra dalelių, atsitrenkiančių į substratą elgsena, deformacijos metu. Dėl šios priežasties atlikome keletą skaitinių eksperimentų su vario dalelėmis, nustatytais greičiais atsitrenkiančiomis į varinį substratą. Aerodinamiškai sumodeliuotos dalelių greičių vertės, priklausomai nuo dalelių skersmens (1, 5, 10, 20, 30, 40, 70, 100 µm), pavaizduotos 31 pav..



31 pav. Skirtingo dydžio dalelių greitis 20 mm nuo purkštuko išėjimo

Kontakto analizei būdinga tai, kad mikrodalelių ir plokščių metalinių paviršių kontaktas tiriamas esant dideliems greičiams svyruojantiems nuo 229 iki 668 m/s, todėl būdingas deformacijos greitis yra nuo 2,3  $\cdot$  10<sup>6</sup> s<sup>-1</sup> iki 6,68 $\cdot$ 10<sup>8</sup> s<sup>-1</sup> atitinkamai.

#### 3.1.3.2 Skaitmeninis smūgio eksperimentas

Smūgio eksperimentas aprašomas taip: dalelės smūgio į substratą modeliavimas formuluojamas kaip dviejų kietųjų kūnų sąveika. Mikronų dydžio vario dalelė vaizduojama *r* spindulio rutuliu, smūgiuojančiu į plokščią vario kietojo pagrindo paviršių esant dideliam smūgio greičiu *v*<sub>im</sub>.

Metalų tamprumas apibrėžiamas pagal von Mises takumo įtempių kriterijaus ribines vertes, kai įtempių lygį apibrėžia medžiagos konstanta - takumo įtempis  $\sigma_y$ . Esant dideliems greičiams, takumo įtempis yra dydis, priklausantis ne tik nuo deformacijos, bet ir nuo deformacijos greičio bei temperatūros. Skaičiavimai buvo atliekami remiantis plastiškumo modelių nuo deformacijos greičio priklausomybės apžvalga [57], [58].

Plastiškumo modelis yra trijų funkcijų produktas, išreiškiančių tempimo sukietinimą, tempimo kietėjimo greitį ir terminį minkštėjimą,. Pirmoji funkcija (9) atspindi izotropinį deformacijų sukietėjimą, vadinamą *Ludwiko* plastiškumo modeliu [59]. Jis atitinka klasikinį takumo kriterijų ir apibūdina pradinės takumo ribos  $\sigma_0$  padidėjimą dėl plastinės deformacijos:

$$\sigma_{0s}(\varepsilon) = \sigma_0 + B\varepsilon^n. \tag{9}$$

čia:

B - deformacijos sukietinimo koeficientas,

ε - plastinės deformacijos ekvivalentinė,

n - deformacijos sukietinimo eksponentė.

Įtempimo greičiui įvertinti dažniausiai naudojami [60] ir *Cowper-Symonds* [61] modeliai. Didėjantį deformacijos koeficientą geriau apibūdina eksponentinis modelis, todėl buvo naudojamas *Cowper-Symonds* modelis:

$$g(\dot{\varepsilon}) = 1 + D\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^{\kappa} \tag{10}$$

čia:

D - įtempimo kietėjimo rodiklis,

 $\varepsilon$  - deformacijos greitis,

 $\varepsilon_0$  - etaloninis deformacijos greitis,

k – deformacinio sukietinimo greičio koeficientas.

*Johnson-Cook* empirinis modelis buvo panaudotas siekiant numatyti medžiagos tamprumo priklausomybę nuo medžiagos temperatūros.

$$h(T) = 1 - (T_*)^m$$
 (11)

čia:

m - temperatūrinio minkštėjimo eksponentą,

 $T_*$  - santykinis temperatūros pokytis, apskaičiuojamą taip:

$$T_* = \frac{T - T_{ref}}{T_{melt} - T_{ref}} \qquad (12)$$

Čia:

T - medžiagos temperatūra, T<sub>melt</sub> - lydymosi temperatūra,

 $T_{ref}$  - etaloninė (kambario) temperatūra.

Sujungus konkrečius modelius, apibrėžtus (9-12) lygtimis, gaunama galutinė takumo ribos išraiška:

$$\sigma_{y}(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = (\sigma_{0} + B\varepsilon^{n}) \left(1 + D\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_{0}}\right)^{k}\right) (1 - (T_{*})^{m}) \quad (13)$$

(13) lygtyje pateikta bendra takumo ribos priklausomybės išreiškia, kuri toliau taikomaa atliekant kontaktų analizę.

Matematiniame modelyje derinama dinaminio judėjimo ir šilumos perdavimo lygtis. Susietasis netiesinis termomechaninis uždavinys formuluojamas remiantis *Lagrangian* metodu [62]. Susiejimą lemia abipusis indėlis; šilumos balansą lemia papildoma šiluma dėl plastinės deformacijos, o dinaminį pokytį - mechaninių savybių pokytis dėl temperatūros pokyčių. Jau atliktais tyrimais nustatyta, kad plastiškai deformuotos sistemos atveju išsklaidytos energijos dalis η paversta šiluma, siekia 0,9 [63].

Pirmiau aprašytas termomechaninis modelis buvo įgyvendintas naudojant COMSOL Multiphysics baigtinių elementų programine įranga. Modeliuojant dalelės kontaktą su substratu, analizė pradedama nuo nulinio laiko ir pozicijos momento, kai smūgio greitis  $v_{imp}$ . Toliau stebimas santykinis dalelės ir substrato kontaktas ir deformacija apkrovos metu, kuri vyksta kol pasiekiamas įdubimo maksimumą. Deformuotos metalinės dalelės ir pagrindo būklė kinta dėl tampriosios ir plastinės deformacijos.

Vario daleliu parametrų vertės naudotos *Ludwiko* ir *Johnson-Cook* skaitmeniniams modeliams buvo parinktos iš šaltinių [64], [65] ir atlikto dalelių smūgių modeliavimo rezultatus. Visas šiame dalelės smugio skaitmeniniame modelyje naudojamų parametrų sąrašas pateiktas 5 lentelėje.

Parametras, vienetai	Simbolis	Reikšmė
Tankis, kg/m3	ρ	8700-8950
Tamprumo modulis, Gpa	Е	105-125
Puasono santykis, 1	Ν	0.335
Savitoji šiluminė talpa , J/(kg · K)	С	385-425
Šiluminis laidumas, W/(m · K)	h	395
Šiluminio plėtimosi koeficientas, K <sup>-1</sup>	a	1.65-1.8 (10 <sup>-5</sup> )
Takumo riba, Mpa	А	90
Stiprumo riba, Mpa	В	292
Deformacijos ir grūdinimo eksponentė	n	0.31
Medžiagų konstantos, naudojamos	$\dot{arepsilon_0}$	1
Cowper-Symonds kriterijus (parinktos	D	0.19
autorių)[61]	k	0.18
Terminio minkštėjimo eksponentė	m	1.09
Lydymosi temperatūra, K	Tm	1358
Aplinkos temperatūra, K	Tr	293

5 lentelė. Vario medžiagos parametrų vertės Ludviko ir Džonsono-Kuko modeliams

#### 3.1.3.3 Restitucijos koeficientas

Pagrindiniai skaitinio modeliavimo rezultatai apibūdinami restitucijos koeficientu (angl. *Coefficient of Restitution*, COR) (32 pav.) ir substrato įdubimu (33 pav.). COR naudojamas energijos nuostoliams smūgio metu nustatyti ir apibrėžiamas kaip smūgio ir atšokimo greičių santykis. Kaip

parodyta 32 pav., musų pasirinkto purkštuko geometrijos atveju COR yra didžiausias, kai dalelių skersmuo yra 30 µm. Mažesnių dalelių greitis yra didesnis, todėl dėl padidėjusios smūgio kinetinės energijos COR sumažėja. Didesnių nei 30 µm dalelių COR sumažėja dėl padidėjusios jų masės.

Nedimensinis įdubimas rodo modelio pritaikomumą skirtingo dydžio dalelėms. Jis apibrėžiamas kaip substrato įdubimo ir smūgiuojančios dalelės skersmens santykis. Iš 33 pav. parodytas nedimensinis įdubimas labai panašus į dalelių greičio grafiką (31 pav.). Tačiau šie grafikai skiriasi tuo, kad, nors dalelių greitis šiek tiek mažėja didėjant dalelių dydžiui, įdubimas šiek tiek didėja, kai dalelių dydis viršija 40 µm.



32 pav. Restitucijos koeficientas



33 pav. Nedimensinių įdubimų kitimas pagal dalelių dydį

Vario dalelių ir substrato smūginio kontakto plastinės deformacijos skaitmeninio modeliavimo rezultatai pavaizduoti 34 pav. Buvo pasirinktos ribinės 1, 30 ir 100 µm dalelių dyžio vertės iš COR skaičiavimo rezultatų, jų greičio vertės pateiktos 31 pav. Sukeltos plastinės deformacijos spalvinis grafikas pateiktas 34 pav., o gautos temperatūros - 35 pav.. 30 ir 100 µm skersmens dalelių plastinė deformacija panaši (34b, 34c pav.). Panašūs rezultatai matomi ir 33 pav. pavaizduotiems didžiausiems nedimensiniams įdubimams. Mažesnių dalelių atveju deformacija yra daug didesnė (34a pav.). Nors 30 ir 100 µm skersmens dalelių deformacija yra panaši, skirtingo dydžio dalelių temperatūros pasiskirstymas kinta. Mažos dalelės kaupia temperatūrą substratui.



34 pav. Ekvivalentinė plastinė deformacija didžiausio įdubimo momentu 1 μm (a), 30 μm (b) ir 100 μm (c) dydžio dalims



35 pav. Temperatūra didžiausio įdubimo momentu 1  $\mu$ m (a), 30  $\mu$ m (b) ir 100  $\mu$ m (c) dydžio dalelėms

#### 3.1.4 Skaitmeninio modeliavimo rezultatų apibendrinimas

Atliktas naujo tipo purkštuko skaitmeninis modeliavimas. Palyginus bikubinio parametrinio ir *Witoszynski* purkštukų geometriją nustatyta, kad bikubinės parametrinės kreivės geometrijos purkštukas išvysto didesnį dujų srauto greitį purkštuko išėjime kuris yra 700 m/s, be to turi mažesnį greičio kritimą dujų srautui tolstant nuo purkštuko išėjimo, todėl mūsų tolesniam tyrimui buvo taikomas purkštukas su bikubine parametrine kreive. Skaitmeninio modeliavimo pagalba įvertinta galvutės išėjime susidarančio metalo dalelių srauto dispersijos priklausomybė nuo dalelių dydžio. Nustatyta, kad metalo dalelės iki 10 µm dydžio įgauna viršgarsinį greitį 360- 668 m/s, dėl ko jų reakcijos laikas su aplinka yra trumpesnis, todėl srauto dispersijos plotas mažesnis. Didėjant metalo dalelių dydžiui mažėja jų greitis ir didėja jų srauto dispersija.

Iš purkštuko išlėkusiu metalo dalelių kontakto su paviršiumi skaitmeninio modeliavimo gauti rezultatai buvo palyginti su eksperimentiniais ir modeliavimo rezultatais, pateiktais [66]. Mūsų rezultatai rodo standesnę reakciją, kuriai būdingos didesnės nuo deformacijos greičio priklausančios takumo ribos vertės. Šį skirtumą galima paaiškinti tuo, kad plastiškumo modeliui kalibruoti buvo naudojami skirtingi eksperimentiniai duomenys. Mūsų modelio duomenys pagrįsti Hassani [67] eksperimentiniais duomenimis, o Razavipour [66] - mažesnėmis plastiškumo ribos reikšmėmis, kurias pateikė Tong [68] ir Meyers [69].

Iš mūsu purkštuko išlėkusios metalo dalelės iki 10 μm dydžio turi didžiausia tikimybe prikibti prie paviršiaus. Metalo dalelės virš 10 μm dydžio reikalauja papildomos energijos prikibimui prie paviršiaus.

Remiantis anksčiau minėtais skaičiavimų rezultatais metalo dalelių dydis turi įtakos LMD purkštuko dalelių srauto dispersijai ir nusodinimo koeficientui.

### 3.2. CoCrMo miltelių tyrimai

#### 3.2.1 Miltelių dalelių morfologija

CoCrMo miltelių metalo dalelių vaizdai pateikti 36 pav.. Vaizdai parodė, kad EOS CoCrMo milteliams yra būdingas polidispersinis dalelių dydžio pasiskirstymas nuo 10 iki 80 µm. Dauguma dalelių atrodo sferinio tipo. Nesferinio tipo dalelės susidaro kai mažesnės dalelėms prisitvirtina prie didesnių sferinių. Daugelis sulipusių dalelių sudarė grubaus tipo aglomeratus. Didžiausias aglomerato dydis buvo apie 80 µm. Didžiausias dalelės dydis buvo apribotas dėl miltelių gamybos proceso, kai dalelės buvo surenkamos ir pertrinamos per 80 μm sietą. Mažiausių dalelių dydį lėmė metalo milteliams gaminti naudojamo purkštuvo purkštuko skersmuo [27]. Mūsų tyrime buvo pastebėtos net 1 μm dalelės.



36 pav. CoCrMo miltelių SEM vaizdai. Pasirinktos mastelio juostos yra 200 ir 50 μm

Pažymėtina, kad sferinės dalelės turėjo grūdėto tipo paviršiaus struktūrą (37a pav.). Tai liudija, kad idealios sferinės dalelės susidaro purškiant skystą metalą ir greitai besikristalizuojant lašeliams. Jei skysti lašeliai atsitrenkia į kitus skystos busenos lašelius, jie gauna didesnį šiluminės energijos kiekį ir lašelių kristalizacijos greitis mažėja. Dėl to susidaro nelygaus tipo dalelių aglomeratai (37b pav.). Kai kurie nesusikristalizavę lašeliai atsitrenkia į sukietėjusią dalelę, tada susidaro nesferinė dengta dalelė (37c pav.). Šiame tyrime ištyrėme visus tris CoCrMo miltelių dalelių tipus.



37 pav. Atskirų CoCrMo miltelių dalelių SEM vaizdai

3.2.2 Miltelių cheminė sudėtis

## SEM-EDS analizė

Gamintojo EOS GmbH pateiktų miltelių cheminė sudėtis yra nurodyta kaip numatytoji cheminė sudėtis [70] (at.%) 6 lentelėje. SEM-EDS analizė pateikė 10 dalelių vidutinės cheminės sudėties rezultatus. Jie parodė elementų kiekį tame pačiame diapazone kaip ir numatytoji cheminė sudėtis (6 lentelė).

Elementai	EOS MPI					
	Numatytas	SEM-EDS	PIXE			
Fe	$\leq 0.75$	0.09	$0.05 \pm 0.05$			
Co	60–65	61.8	$63.72\pm0.50$			
Cr	25-30	29.4	$27.57\pm0.19$			
Ni	$\leq 0.1$	0.01	-			
Mo	5–7	6.9	$7.42 \pm 1.33$			
С	$\leq 0.16$	-	-			
Mn	$\leq 1.0$	0.8	$0.93 \pm 0.13$			
Si	$\leq 1.0$	0.9	$0.36 \pm 0.04$			

6 lentelė. CoCrMo miltelių cheminė sudėtis (at.%)

Be to, norint išsamiau ištirti EOS CoCrMo metalo miltelių cheminę sudėtį, buvo pritaikytas plataus pluošto dalelių sukeltos rentgeno spinduliuotės (PIXE) metodas, naudojant 1, 8 MeV protonus. PIXE analizė yra vienas iš greitųjų jonų pluošto analizės metodų, kurių jautrumas iki ppm lygio [71].

# Rentgeno spindulių fotoelektroninė spektroskopija

EOS CoCrMo yra metalo lydinio milteliai kobalto, chromo ir molibdeno pagrindu. Pirma, buvo atrinktos Trijų tipų dalelės pavaizduotos SEM 37 pav.. Kaip matote, dalelės dažniausiai buvo taisyklingos sferinės formos, kai kurios sudarė netaisyklingos formos aglomeratus. Šių dalelių tipai buvo tiriami XPS analize, siekiant išsiaiškinti jų paviršiaus cheminę sudėtį. Gebėjimas atskirti skirtingas oksidacijos būsenas ir cheminę aplinką yra vienas iš svarbiausių XPS technikos pranašumų. C, O, Mn, Mo, Cr ir Co tyrimas ir didelės skiriamosios gebos XPS spektrai buvo gauti tiek ant lygių, tiek ant šiurkščių dalelių ir parodė iš esmės panašius kiekvieno elemento kiekius (7 lentelė).

7 lentelė. CoCrMo aglomeratų ir sferinio tipo dalelių paviršiaus cheminė sudėtis (%) naudojant XPS

Dalelės:	С	0	Cr	Mn	Со	Мо
Sferinės	13.1	39.5	19.6	3.3	22.2	2.3
Aglomeratai	12.3	44.3	20.6	3.8	16.3	2.7

Dalelių aglomeratai turėjo daugiau Cr ir O, o sferinio tipo dalelė turėjo daugiau Co ir C. Iš pradžių atominė anglies koncentracija kiekvienoje dalelėje buvo ~ 40% dėl didelio paviršiaus užteršimo. Kad aiškiai matytųsi dalelių paviršiaus cheminė sudėtis, jos buvo purškiamos sukamuoju būdu ~ 4 min. naudojant 1 kV monoatominį Ar+, kad dalelės būtų tolygiau išvalytos. Taikant visų eksperimentiškai nustatytų XPS spektrų analizavimą, buvo nustatytas skirtingų XPS smailių aukštis ir plotas, identifikuojant jas pagal energijų poslinkius [72]. Tokie poslinkiai XPS spektruose yra lengvai pastebimi ir interpretuojami. Įdomu pastebėti, kad, išskaidžius C1s smailes, be atsitiktinės anglies priemaišos (8 lentelė), rasta abiejose dalelėse karbidų (apie 11.2 ir 20.4 % nuo bendro C kiekio). *M. Mori ir kiti* [73] savo tyrime atskleidė anglies sutvirtinimo ir didelio CoCrMo lydinio patvarumo apribojimus išlydžius šiuos miltelius.

Pozicija	Skaidymas	kiekis, %						
Sferinio tipo dalalė								
283.02	0.00	20.35	Carbide					
284.75	1.72	55.58	C–C					
286.14	3.11	18.62	С–О–С, С–ОН, С*–О–С=О					
288.12 5.10 5.45		5.45	C-O-C* = O					
	Aglomeratai							
283.08	0.00	11.17	Carbide					
284.70	1.62	56.63	C–C					
286.13	3.05	22.81	С–О–С, С–ОН, С*–О–С=О					
287.64	4.56	9.40	C-O-C* = O					

8 lentelė. C1s XPS smailių skaidymas atliekant didelės raiškos skenavimą

#### Auger spektroskopija

Tolesniems tyrimams CoCrMo milteliai buvo įspausti į indžio foliją analizei naudojant PHI 710 skenuojantį Auger nanozondą. Kadangi AES naudoja sufokusuotą elektronų pluoštą iki < 10 nm skersmens, galima gauti informacijos apie dalelės paviršiaus plotų chemine sudetį. Mūsų eksperimentai parodė reikšmingus S, Cr, Co ir Si kiekių skirtumus (38 pav.). Remiantis AES žemėlapiais, analizei buvo pasirinktos trys sritys (9 lentelė).



38 pav. a) AES analizei pasirinktų sričių SEM vaizdas. b) S elemento pasiskirstymo AES žemėlapis c) Si elemento pasiskirstymo AES žemėlapis d) AES žemėlapio spalvos perdanga: Co žalia, Cr raudona

|--|

Daleliu tipai:	Со	Cr	Mo	Mn	0	С	Si	S
1 Mažo dydžio dalelė	10.4	13.7	2.0	2.5	57.3	10.6	2.6	1.0
2 Sferinio tipo dalelė	33.3	5.5	1.9		54.1	5.2		
3 Aglomeratas	29.6	6.0	1.4		57.5	5.5		

Visų dalelių tipų paviršiaus teršalai atrodė palyginti ploni, o dalelių cheminė sudėtis panaši. Atkreipiame dėmesį, kad Mn buvo aptiktas paviršiuje, bet ne didelių dalelių.

Antroji matavimo vieta, parodyta 39 pav., buvo naudojama didelės S koncentracijos dalelės paviršiaus plotas (1 sritis), Sferinio tipo dalelės paviršiaus plotas (2 sritis) ir dalelių aglomerato paviršiaus plotas (3 sritis) gylio profiliui sudaryti, siekiant ištirti iki 45 nm dalelės gylio cheminės sudėties pokytį. AES duomenys parodė, kad deguonies atominis procentas palaipsniui mažėjo didėjant gyliui, todėl visų metalinių elementų atominiai procentai didėja didėjant gyliui.



39 pav. pasirinktų CoCrMo miltelių dalelių SEM vaizdas, kuriame parodytos trys pasirinktos sritys, naudojamos AES gylio profiliavimui

Pasirinktų CoCrMo dalelių AES paviršiaus cheminės sudeties tyrimas 1, 2 ir 3 srityse (39 pav.) rodo pagrindines Augerio spektrų smailių, kurios priskiriamos O, C, Co, Cr, S, Si, Mn, ir Mo, pasiskirstymas. Šių dalelių paviršiuje cheminė sudėtis (%) visose trijose srityse buvo gana skirtinga (10 lentelė).

	Со	Cr	Mo	Mn
1 sritis: Maža dalelė su S	22.2	19.1	1.7	4.6
2 sritis: Sferinio tipo dalelė	14.6	8.7	1.5	
3 sritis: Daleliu aglomeratas	16.8	6.5	0.8	

10 lentelė. Elementų sudėtis (%) trejų pasirinktų dalelių paviršiuje.

AES gylio cheminės sudėties tyrimo duomenys rodo, kad visų metalinių elementų koncentracija didėjo iki 15 nm gylio (40 pav. b, d, f). Nuo 15 iki 45 nm metalo chėminių elementų koncentracijos skyrėsi nežymiai. Tuo tarpu Mn ir S koncentracijos sumažėjo iki nulio iki 5 nm gylio. Atitinkamai, atominiai O ir C koncentracijos procentai palaipsniui mažėjo didėjant gyliui. Rezultatai rodo, kad visų tirtų CoCrMo miltelių dalelių tūrinė metalo sudėtis (at.%) buvo panaši į produkto sertifikate nurodytą cheminę sudėtį: Co – 53.8 $\div$  60.9; Cr – 27.1  $\div$ 30.3; Mo – 6.3  $\div$ 8.7. Tačiau atskiros dalelės turėjo reikšmingų O, C ir Si koncentracijos gylio profiliavimo skirtumų.



40 pav. Pasirinktų CoCrMo dalelių Auger paviršiaus tyrimo spektrai ir AES gylio cheminės sudėties profiliai.

3.2.3 CoCrMo metalo miltelių tyrimų rezultatų apibendrinimas

Ištyrėme EOS CoCrMo miltelių savybes naudojant SEM-EDS, XPS, AES ir PIXE technologijas. Mūsų tyrimai parodė, kad:

EOS CoCrMo miltelių dalelių dydžio pasiskirstymas yra polidispersinis, nuo kelių mikrometrų iki 80 µm. Dauguma dalelių atrodo sferinio tipo su matomomis grūdelių ribomis. Miltelių cheminė sudėtis, nustatyta SEM-EDS ir PIXE metodais, buvo panaši į gamintojo numatytąsias charakteristikas (Co -61,8–63,7 at.%, Cr 27,6–29,4 at.%, Mo 6,9–7,4 at.%, Mn < 1,0 at. .%).

XPS duomenimis, atskirų dalelių paviršiaus cheminės sudėties skirtumai yra nedideli. Dalelių aglomeratai turėjo daugiau Cr ir O, o sferinio tipo dalelė turėjo daugiau Co ir C. Si ir S elementai buvo pastebėti ant mažų dalelių.

Remiantis Auger tyrimo spektrais, mažiausiose dalelėse Co ir Cr oksidų koncentracija buvo maža, o sferinio tipo – didesnis metalų oksidų kiekis. S ir Si priemaišos (formuojančios defektus lydiniuose) buvo pastebėtos mažų dalelių paviršije.

Manome, kad pagrindinis Si ir S šaltinis buvo 1–10 µm dalelės, esančios CoCrMo milteliuose. Juos galima lengvai pašalinti sijojant miltelius.

Atlikus EOS CoCrMo metalo miltelių separavimą į keturias frakcijas (41 pav.): 0-25 μm, 25-40 μm, 40-60 μm ir 60+ μm. ir ištyrus jas dalelių dydžio analizatorius BK-2308C pagalba buvo gautos keturių frakcijų metalo dalelių dydžio pasiskirstymo kreivės, iš kurių matomas frakcijų persidengimas. Dalelės iki 10 μm su kenksmingomis priemaišomis buvo maksimaliai atskirtos i 0-25 μm frakcija.

Tolimesniems eksperimentams buvo pasirinkta 25-40 µm frakcija.



41 pav. CoCrMo metalo miltelių dydžio frakcijų pasiskirstymo paliginimas

## 3.3. LMD technologijos eksperimentinis vystymas

### 3.3.1 LMD purkštuko gamyba

Naudojant CAD modeliavimo programą *SolidWorks* buvo sukurtas skaitmeninis LMD purkštuko modelis 42 pav., kurio geometrija atitinka skaitmeninio parametrizavimo rezultatus.



42 pav. Dešinėje CAD purkštuko modelis, kairėje SLA būdu pagamintas purkštukas

CAD purkštuko modelio pjūvyje parodyti vidiniai purkštuko kanalai su dujų srauto laminarizatoriais. Per pneumatines jungtis, kurios yra parodytos paveikslėlyje dujos patenka į žiedinę kamerą kuri yra sujungta su grotelėmis kurių dėka dujų srautas yra tolygiai paskirstomas į ilgus kanalus turinčius išėjimą purkštuko gale. Šie kanalai yra skirti sukurti papildomą apiputimą aplink centrinį metalo dalelių srautą. Per kitas dvi pneumatines jungtis, išdėstytas kryžmai pirmų dvejų atžvilgiu, dujos patenka į dvigubą žiedinę kamerą, sujungtą keturiomis skilutėmis, po kurios seka centrinis dujų srauto laminarizatorius trumpų siaurėjančių kanalų pavidalu. Šie visi kanalai ir kameros užtikrina tolygu duju srauto pasiskirstymą purkštuko viduje. Dujos praėjusios centrinį laminarizatorių patenką į *de Laval* purkštuko konvergencijos dalį kurios dėka praeinant siauriausią vietą įgyja viršgarsini greitį ir sukuria kapiliaro gale neigiamą slėgį. Kapiliaro vaidmenį atlieka standartiniai kapiliarai G22 skirti įvairių skysčių dozavimui naudojant švirkštą. Kapiliaras yra įklijuojamas centrinėje purkštuko ašyje naudojant silikonini hermetiką ir centravimo vamzdelį. Hermetiškumui užtikrinti kapiliaras yra papildomai prispaudžiamas įsukant penktą pneumatinę jungtį skirtą metalo dalelių dozatoriaus pajungimui.

Dėl kanalų vidinės struktūros sudėtingumo purkštuko pagaminimui buvo panaudota SLA technologija kuri leidžia atsispausdinti iš fotopolimerinės dervos sudėtingas struktūras su gana aukšta precizija už mažą savikainą. Detalės pagamintos iš fotopolimėrinės dervos yra pakankamai kietos ir tvirtos tam kad atlaikyti keletą valandų aukšto slėgio metalo dalelių srautą, ko pakanta LMD purkštuko testavimui.

Prie pagaminto purkštuko centinėje ašyje esančios pneumatinės jungties prijungus vakuumini manometrą ir paleidus duju srautą i centrinę purkštuko dalį buvo atliktas jo kalibravimas kurio metu buvo nustatytas optimalus i purkštuką paduodamų dujų srauto slėgis – 4 bar, kas atitinka skaitmeninio modeliavimo parametrus. Esant tokiam slėgiui milteliu įsiurbimo kanale pasiekiamas maksimalus slėgio kritimas iki -0,54 bar.

#### 3.3.2 LMD purkštuko srauto geometrijos nustatymas

Norint nustatyti pagaminto purkštuko purškiamų metalo dalelių srauto geometriją, purkštukas buvo prijungtas prie metalo dalelių dozatoriaus. Keičiant metalo dalelių dozatoriaus disko sukimosi greitį buvo ieškomas įsiurbiamų metalo daleliu optimumas kuri padidinus sukeliamas paduodamų miltelių perteklius dėl kurio atsiranda miltelių srauto pulsacijos ir kapiliaras užsikemša.

Atlikus suprojektuotos ir pagamintos metalo miltelių dozavimo sistemos kalibravimą kartu su pagamintu purkštuku naudojant 4 barų dujų srauto slėgį nustatytas optimalus miltelių įsiurbimo greitis – 0,4 g/min prie kurio formuojasi tolygus nusiurbtų metalo dalelių takelis 43 pav..



43 pav. Tolygus nusiurbtų metalo dalelių takelis

Naudojant sparčią vaizdo kamerą buvo atlikti išeinančių iš purkštuko metalo miltelių srauto geometrijos matavimai paduodant 0-25 µm, 25-40 µm ir 40-60 µm metalo dalelių dydžio frakcijas.

Naudojant sparčios kameros ekspozicijos išlaikymo trukmė 1000 ms. buvo padarytos metalo milteliu srauto nuotraukos ir išmatuotas išeinančių metalo dalelių srauto dispersijos kampas priklausomai nuo metalo dalelių dydžio frakcijos 44 pav.. Naudojant 0-25  $\mu$ m dalelių dydžio frakciją miltelių srauto dispersijos kampas 3<sup>0</sup>, naudojant 25-40  $\mu$ m – kampas 4.2<sup>0</sup>, naudojant 40-60  $\mu$ m – kampas 4.96<sup>0</sup>.



44 pav. LMD purkštuko metalo dalelių srauto nuotraukos

3.3.3 Metalo dalelių srauto sąveika su paviršiumi

Remiantis skaitmeninio metalo dalelių sąveikos su paviršiumi modeliavimo rezultatais buvo atliktas bandymas nusodinti 0-25 µm metalo dalelių frakciją ant varinio ir plieninio substratų. Atlikus paviršiaus šiurkštumo matavimus buvo pastebėtas paliginus su paliktais įdubimais nedidelis varinės plokštelės paviršiuje įstrigusių CoCrMo dalelių kiekis 45 pav.. Tuo tarpu ant plieninio substrato nebuvo pastebėtos įstrigusios dalelės, tik daugybė nuo dalelių susidūrimo su plokštelės paviršiumi paliktų įdubimų 46 pav.45 pav..



45 pav. Varinės plokštelės paviršiuje įstrigusios dalelės nuo 7 μm iki 16 μm



46 pav. CoCrMo dalelių srauto paveikto plieninio substrato paviršiaus SEM nuotrauka

Metalo dalelių nusodinimo metu paveikus plieninio substrato paviršių susidūrimo zonoje 100W galios 976 nm lazerio 100 µm diametro dėme buvo pastebėtas nedidelis CoCrMo dalelių kiekis 47 pav.. Šis rezultatas rodo

lazerinės spinduliuotės būtinumą norint atlikti CoCrMo dalelių nusodinimą ant kietų metalo paviršių.



47 pav. 100 W lazerio pagalba ant plieninio substrato paviršiaus nusuodintų CoCrMo dalelių SEM nuotrauka

3.3.4 LMD vystymo darbų apibendrinimo rezultatai

Pagal skaitmeninio modeliavimo parametrus suprojektavus ir naudojant SLA technologiją pagaminus purkštuką, buvo atliktas jo kalibravimas kurio metu buvo nustatytas optimalus i purkštuką paduodamų dujų srauto slėgis – 4 bar, kas atitinka skaitmeninio modeliavimo parametrus. Esant tokiam slėgiui miltelių įsiurbimo kanale pasiekiamas maksimalus slėgio kritimas iki -0,54 bar.

Atlikus suprojektuotos ir pagamintos metalo miltelių dozavimo sistemos kalibravimą kartu su pagamintu purkštuku nustatytas optimalus miltelių įsiurbimo greitis – 0,4 g/min prie kurio išeinančių iš purkštuko metalo miltelių srautas yra pastovus. Didinant paduodamų miltelių kiekį atsiranda miltelių srauto pulsacijos ir kapiliaras užsikemša.

Naudojant *Basler acA720-520* μm sparčią kamerą nustatyta išeinančių metalo dalelių srauto plėtimosi priklausomybė nuo metalo dalelių dydžio. Naudojant 0-25 μm frakciją plėtimosi kampas 3 laipsniai, naudojant 25-40 μm – kampas 4.2 laipsnio, naudojant 40-60 μm – kampas 4.96 laipsnio.

## 3.4. LMD formuojamų dangų tyrimo rezultatai

# 3.4.1 Metalo dalelių nusodinimas lazerio pagalba

Norint surasti optimalius LMD spausdinimo proceso parametrus buvo atliktas eksperimentas naudojant pagamintą purkštuką ir sufokusuotą lazerinę spinduliuotę.

Eksperimento sąlygos:

- Argono dujų slėgis ir srautas: 4 bar, 25 l/min. (nustatytas atlikus suprojektuoto ir pagaminto purkštuko kalibravimą).
- Metalo miltelių padavimo greitis: 0,4 g/min. (nustatytas atlikus suprojektuotos ir pagamintos metalo miltelių dozavimo sistemos kalibravimą).
- Fiksuotas purkštuko judėjimo greitis: 16 ir 10 mm/s. (parinktas remiantis šaltiniu [74])
- Metalo frakcija: 25-40 µm. (parinkta remiantis CoCrMo miltelių cheminė sudėties tyrimų rezultatais)
- 976 nm lazerio galia: 100W 240W (žingsnis kas 10W)
- Lazerio fokuso dėmės diametras: 100 µm ir 250 µm (nustatytas minimalus tam, kad pasiekti minimalų nusodinamo metalo takelio plotį, ir platesnis tam, kad padengti didesnį plota formuojant tolygų nusodinamo metalo sluoksnį)
- Atstumo tarp lazerio formuojamų takelių centrų parinktas 1mm tam, kad nustatyti minimalų nusodinamo metalo takelio plotį, ir 0,25mm tam, kad nusodinami metalo takeliai persidengtu formuojant tolygų nusodinamo metalo sluoksnį

Keičiant lazerio spinduliuotės galią, purkštuko judėjimo greiti ir lazerio dėmės diametrą buvo nusodinti CoCrMo milteliai ant plieninių substrato plokštelių (48 pav.) formuojant pavienius takelius esant 1 mm atstumui tarp takelių ir formuojant vientisą paviršiu kai atstumas tarp takelių 0,25 mm.



48 pav. CoCrMo nusodinto ant plieninių plokštelių naudojant numatytus parametrus nuotrauka

Pasižiūrėjus į vieno milimetro atstumu formuojamo metalo takelių plotį naudojant optinį mikroskopą matome kad jis beveik nesiskiria nuo lazeriu paveikto paviršiaus pločio 49 pav.. Naudojant 110W galios 100 µm lazerio dėme paviršiuje formuojasi terminio poveikio zona, kurios plotis 300 µm nežymiai skiriasi nuo nusodinto metalo takelio pločio, kuris vidutiniškai sudaro 330 µm esant 230W lazerio galiai.



49 pav. Formuojamų metalo takelių optinio mikroskopo nuotraukos, kairėje lazerio galia 110 W, dešinėje lazerio galia 230 W kai dėmės diametras 100 μm

Tuo tarpu naudojant 250 µm lazerio dėme paviršiuje paliekamas platesnis įkaitinto metalo pėdsakas kurio 480 µm plotis esant 110W lazerio galios taip pat nežymiai skiriasi nuo nusodinto metalo takelio pločio kuris vidutiniškai sudaro 430 µm esant 230W lazerio galiai 50 pav..



50 pav. Formuojamų metalo takelių optinio mikroskopo nuotraukos, kairėje lazerio galia 110 W, dešinėje lazerio galia 230 W kai dėmės diametras 250 µm

Iš gautu rezultatų matome kad mūsų atveju kai lazerio spinduliuotės poveikis yra nukreiptas į spausdinamą paviršiu o ne į purškiamų metalo miltelių srautą nusodinto metalo takelio plotis tiesiogiai priklauso nuo lazerio dėmės paveikto paviršiaus pločio.

3.4.2 Metalo dalelių nusodinimo priklausomybė nuo lazerio galios

Metalo dalelių nusodinimo priklausomybei nuo lazerio galios nustatymui buvo ištirtos plieninės plokštelės su nusodintais CoCrMo takeliais naudojant optini profilometrą. Takelių aukščio vidurkio nustatymui buvo matuojamas 2x3mm<sup>2</sup> paviršiaus plotas (51 pav.) apimantis trejų nusodintų takelių 2 mm atkarpas.



51 pav. Optinio profilometro CoCrMo pavienių takelių nuotrauka

Žiūrint į optinio profilometro išmatuoto paviršiaus mikro neligumų skersinį pjūvį 52 pav. matome kad iš dešinės šalia nusodintų CoCrMo pavienių takelių, iš tos pačios pusės kur krenta lazerio spinduliuotė, formuojasi įdubimai.



52 pav. Optinio profilometro išmatuoto paviršiaus mikronelygumų skersinis pjūvis

Atlikus visų plokštelių paviršiaus mikronelygumų matavimus ir išvedus trijų takelių aukščių ir įdubimų gylių vidurkius buvo sudaryti grafikai, rodantys takelio aukščio ir šalia esančio įdubimo gylio dydžių priklausomybe nuo lazerio galios.



53 pav. Takelio aukščio ir šalia esančio įdubimo gylio dydžių priklausomybė nuo lazerio galios, D lazerio dėmės diametras, V skenavimo greitis, tarpai tarp takelių centrų 1 mm

Iš grafikų (53 pav.) matome, kad nusodinamų 1 mm tarpais metalo takelių aukštis pradeda augti nuo 130 W lazerio galios ir sparčiausiai kyla 100 μm lazerio dėmės atveju. Taip pat šiuo atveju nepasireiškia skenavimo greičio įtaka nusodinimui 250 μm lazerio dėmės atveju skenavimo greičio įtaka pasireiškia 16 mm/s atveju, dėl sumažėjusio greičio energijos tankio greičiausiai nepakanka nusodinti didesnį metalo miltelių kiekį. Virš 170 W lazerio galios sparčiai didėja įdubimų gylis, kai lazerio dėmė yra 250 μm, o skenavimo greitis 16 mm/s, kitais atvejais įdubimai auga virš 190 W lazerio galios.

Nusodinamų 0,25 mm tarpais metalo takelių atveju formuojasi tolygus paviršius kurio išmatuotas šiurkštumas pradeda augti nuo 120 W lazerio galios kai lazerio dėmė yra 100 µm ir sparčiausiai kyla (54 pav.). Kai lazerio dėmė yra 250 µm šiurkštumas pradeda augti nuo 140W lazerio galios ir 10 mm/s skenavimo greičio, o 16 mm/s skenavimo greičio atveju šiurkštumas ženkliai pradeda augti virš 170W lazerio galios.



54 pav. Paviršiaus ploto šiurkštumo priklausomybe nuo lazerio galios, D lazerio dėmės diametras, V skenavimo greitis, tarpai tarp takelių 0,25 mm

Taip pat šiuo atveju kai tarpas tarp takelių yra 0,25mm pasireiškia skenavimo greičio įtaka nusodinimui. 100 µm lazerio dėmės atveju didesnis skenavimo greitis sumažina energijos tanki kurio nepakanka nusodinti metalo miltelių kiekį kurio dėka takeliai tarpusavyje persidengtu. Tai aiškiai matyti iš įdubimų esančių tarp takelių aukščio priklausomybės atvaizduotos 55 pav.. Kai lazerio dėmė yra 250 µm o skenavimo greitis 10mm/s, paviršiaus
šiurkštumas pradeda sparčiai augti nuo 140W lazerio galios. Tuo tarpu kai skenavimo greitis 16mm/s paviršiaus šiurkštumas pradeda sparčiai augti nuo 170W lazerio galios. Šiuo atveju mažesnis skenavimo greitis padidina energijos tanki dėl ko tikėtina atsiranda skysto metalo turbulentiniai sūkuriai kurių netolygi kristalizacija padidina bendrą paviršiaus šiurkštumą.



55 pav. Takelio aukščio ir šalia esančio įdubimo gylio dydžių priklausomybe nuo lazerio galios, D lazerio dėmės diametras, V skenavimo greitis, tarpai tarp takelių 0,25 mm

Paviršiaus su nusodintu CoCrMo sluoksniu atliktų šiurkštumo matavimų rezultatai parodė kad šalia pavienių takelių formuojasi įdubimai ir jų gylis didėja didėjant lazerio galiai. Įtariant paviršiaus išgarinimą buvo sulygintas kelių plieninių plokšteliu svoris prieš ir po nusodinimo ir rastas 0,4-0,8 g svorio sumažėjimas.

3.4.3 Nusodinto CoCrMo kiekio priklausomybė nuo lazerio galios

Norint nustatyti optimalią lazerio galią prie kurios ant plieninio substrato yra nusodinamas didžiausias CoCrMo kiekis buvo atliktas SEM-EDS paviršiaus cheminės sudėties tyrimas. Remiantis šiurkštumo matavimo rezultatais buvo pasirinkta plokštelė su 1mm atstumu nusodintais takeliais paveikiant nusodinimo paviršiu 100 µm lazerio dėmės ir 10 mm/s skenavimo greičiu. Pasirinktu takelių cheminė sudėtis pateikta 10 lentelėje.

procentuis								
Lazerio	0	Si	Cr	Mn	Fe	Со	Мо	Iš viso
galia (W)								
150	24.73	3.00	11.91	5.27	50.72	3.34	1.03	100
170	28.87	6.50	10.19	9.43	42.80	1.66	0.54	100
190	30.20	5.02	7.84	8.90	46.49	1.03	0.51	100
230	26.55	1.43	3.08	1.31	62.44	4.48	0.71	100

8 lentelė. SEM-EDS nusodinto CoCrMo takelio cheminės sudėties analizė procentais

Iš 11 lentelėje nurodytų rezultatų matome kad 150 W lazerio galios atveju yra didžiausias Cr kiekis. Esant 170 W lazerio galiai nustatytas mažiausias Fe kiekis ir didžiausias Si kiekis. Esant lazerio galiai 190 W ir aukštesnei matomas Fe kiekio augimas o Cr ir Mn kiekio kritimas.

Jeigu nekreipti dėmesio i skirtingų cheminių elementų kiekio svyravimus nusodintų takelių paviršiuje o palyginti rezultatus remiantis sumine cheminė elementu koncentracija netiesiogiai leidžia vertinti nusodinto CoCrMo kiekio priklausomybė nuo lazerio galios 56 pav. iš kurios matome, kad paveikiant substrato paviršių 170W lazerio galia nusodinamo CoCrMo koncentracija yra didžiausia.



56 pav. Nusodinto CoCrMo kiekio priklausomybė nuo lazerio galios

Žiūrint į ant plieno substrato nusodintų pavienių takelių padarytas SEM nuotraukas 57 pav. iš kuriu buvo gauti paviršiaus EDS cheminės koncentracijos duomenys, matome 170 W lazerio galios atveju tolygiausią takelio paviršių. Kai metalo dalelėms nusodinti yra naudojama 190 ir 230 W lazerio galia matomi ženklus takelio netolygumai iš lazerio spinduliuotės kritimo pusės.



57 pav. SEM nuotraukos pavienių takelių nusodintų naudojant, A 150 W, B 170 W, C 190 W, D 230 W lazerio galios 100 μm dėmę

## 3.4.4 LMD formuojamų dangų tyrimų rezultatų apibendrinimas

Priklausomai nuo lazerio pluošto dėmės dydžio formuojasi skirtingo pločio takeliai – esant 100 µm lazerio dėmiai formuojasi siauresni ir aukštesni takeliai, kurie galėtų būti pritaikomi *lattice* struktūrų gamyboje. Esant 250 µm dėmės diametrui formuojasi platesni ir tolygesni takeliai, kurie gali būti taikomi atliekant paviršiaus padengimą.

Išmatavus 1mm atstumu ant plieninio substrato nusodintų metalo takelių aukštį buvo pastebėtas ženklus takelio aukščio augimas jau nuo 140 W lazerio spinduliuotės galios. Nuo 190 W lazerio galios stebimas šalia nusodintų takelių ženklus paviršiaus įdubimų gylio augimas, remiantis sumažėjusiu plokštelių svoriu ir paviršiaus EDS cheminės sudėties tyrimu manome kad lazerio galiai esant virš 170 W prasideda paviršiaus išgarinimas.

Sumažinus atstumą tarp takelių iki 0,25 mm ir naudojant 250 µm lazerio dėmę esant 170 W lazerio galiai ir 16 mm/s skenavimo greičiui susidaro tolygus paviršius su 4 µm šiurkštumu.

Keičiant skenavimo greitį kinta energijos tankis, kas atsispindi nusodinto takelio aukštyje. Esant 16 mm/s skenavimo greičiui ir 100 µm lazerio dėmiai gaunamas didesnis pavienių nusodintų takelių aukštis, tuo tarpu esant 10 mm/s skenavimo greičiui ir 0,25mm fokuso diametrui gaunamas tolygesnis paviršiaus padengimas (kai atstumas tarp takelių 0,25 mm.)

# 4. BENDROSIOS IŠVADOS

- Lazerinė metalo nusodinimo technologija yra efektyvus purškiamų metalo dangų formavimo būdas, kurio pagalba galima tolygiai padengti metalo substratą pasiekiant paviršiaus šiurkštumą iki 4 μm.
- LMD technologija, paremta *de Laval* purškikliu, kurio divergencijos zonos geometriją aprašoma bikubine kreive, užtikrina dalelių greitį iki 600 m/s, dėl to mažos (<10 μm) dydžio dalelės tiesiogiai nusodinamos ant paviršiaus, o didelėms (>10 μm) dalelėms reikalingas papildomas paviršiaus pašildymas.
- Siekiant užtikrinti dalelių cheminį homogeniškumą būtina atlikti miltelių medžiagos atskyrimą į frakcijas, nes mažos dalelės (<10 μm) turi C, Si priemaišų, o didelės pasižymi nesferine (skeveldrų) forma. Tinkamiausia CoCrMo miltelių dydžio frakcija yra 25-40 μm.
- Efektyviam CoCrMo miltelių 25-40 μm frakcijos LMD nusodinimui rekomenduojama naudoti 976 nm CW lazerinį diodą, kurio lazerio galia sudarytų 170W, lazerio pluošto diametras 250 μm, o skenavimo greitis būtų 16mm/s.

# 5. LITERATŪROS SĄRAŠAS

- X. Xu, H. Ren, S. Chen, X. Luo, F. Zhao, and Y. Xiong, "Review on melt flow simulations for thermoplastics and their fiber reinforced composites in fused deposition modeling," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 92. Elsevier Ltd, pp. 272–286, Apr. 28, 2023. doi: 10.1016/j.jmapro.2023.02.039.
- [2] Q. Yin *et al.*, "Microstructure evolution and magnetic shielding effect of permalloy deposition on molybdenum substrate by electron beam freeform fabrication," *Addit Manuf*, vol. 56, Aug. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102936.
- [3] A. Zhakeyev, M. Abdulrhman, Y. Zhang, F. Li, G. Chen, and J. Marques-Hueso, "Upconversion 3D printing enables singleimmersion multi-material stereolithography," *Appl Mater Today*, vol. 32, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.apmt.2023.101854.
- [4] K. Ishfaq, M. Abdullah, and M. A. Mahmood, "A state-of-the-art direct metal laser sintering of Ti6Al4V and AlSi10Mg alloys: Surface roughness, tensile strength, fatigue strength and microstructure," *Optics and Laser Technology*, vol. 143. Elsevier Ltd, Nov. 01, 2021. doi: 10.1016/j.optlastec.2021.107366.
- [5] P. Kulinowski *et al.*, "Selective laser sintering (SLS) technique for pharmaceutical applications—Development of high dose controlled release printlets," *Addit Manuf*, vol. 38, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101761.
- [6] T. Yang, Z. Feng, Y. Qiu, W. Han, and L. Kong, "Selective laser melting of glass with irregular shaped powder," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 26, pp. 7259–7272, Sep. 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.09.011.
- [7] W. T. Carter *et al.*, "A large format DMLM system using a continuously rotating powder bed," *Addit Manuf*, vol. 31, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2019.100983.
- [8] Z. Wang *et al.*, "Innovative color jet 3D printing of levetiracetam personalized paediatric preparations," *Asian J Pharm Sci*, vol. 16, no. 3, pp. 374–386, May 2021, doi: 10.1016/j.ajps.2021.02.003.
- [9] M. Mieloszyk, A. Andrearczyk, K. Majewska, M. Jurek, and W. Ostachowicz, "Polymeric structure with embedded fiber Bragg grating sensor manufactured using multi-jet printing method," *Measurement (Lond)*, vol. 166, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.measurement.2020.108229.

- [10] H. González-Barrio, A. Calleja-Ochoa, L. Norberto López de Lacalle, and A. Lamikiz, "Hybrid manufacturing of complex components: Full methodology including laser metal deposition (LMD) module development, cladding geometry estimation and case study validation," *Mech Syst Signal Process*, vol. 179, Nov. 2022, doi: 10.1016/j.ymssp.2022.109337.
- [11] "Designation: F2792 12a", doi: 10.1520/F2792-12A.
- [12] "IannGibsonn DaviddRosen BrenttStucker Additive Manufacturing Technologies 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing Second Edition."
- [13] V. O. Husiev and T. D. Nikiforova, "ANALYSIS OF FILES IN STL-FORMAT AS THE BASIS OF MODELING FOR 3D PRINTING OF BUILDING OBJECTS," Ukrainian Journal of Civil Engineering and Architecture, no. 2 (020), pp. 41–50, Jun. 2024, doi: 10.30838/J.BPSACEA.2312.260324.41.1041.
- Y. W. Adugna, A. D. Akessa, and H. G. Lemu, "Overview study on challenges of additive manufacturing for a healthcare application," *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, vol. 1201, no. 1, p. 012041, Nov. 2021, doi: 10.1088/1757-899x/1201/1/012041.
- [15] M. Pagac *et al.*, "A review of vat photopolymerization technology: Materials, applications, challenges, and future trends of 3d printing," *Polymers*, vol. 13, no. 4. MDPI AG, pp. 1–20, Feb. 02, 2021. doi: 10.3390/polym13040598.
- [16] J. Butt, R. Bhaskar, and V. Mohaghegh, "Investigating the effects of extrusion temperatures and material extrusion rates on FFF-printed thermoplastics", doi: 10.1007/s00170-021-07850-5/Published.
- [17] M. Mariani, P. Di Milano, N. Lecis, R. Beltrami, and M. Mariani, "Binder jetting 3D printing of 316 stainless steel: influence of process parameters on microstructural and mechanical properties," 2021.
   [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/352249008
- [18] R. Singh *et al.*, "Powder bed fusion process in additive manufacturing: An overview," in *Materials Today: Proceedings*, Elsevier Ltd, 2019, pp. 3058–3070. doi: 10.1016/j.matpr.2020.02.635.
- [19] D. Svetlizky *et al.*, "Directed energy deposition (DED) additive manufacturing: Physical characteristics, defects, challenges and applications," *Materials Today*, vol. 49. Elsevier B.V., pp. 271–295, Oct. 01, 2021. doi: 10.1016/j.mattod.2021.03.020.
- [20] T. Özel, H. Shokri, and R. Loizeau, "A Review on Wire-Fed Directed Energy Deposition Based Metal Additive Manufacturing," *Journal of*

*Manufacturing and Materials Processing*, vol. 7, no. 1. MDPI, Feb. 01, 2023. doi: 10.3390/jmmp7010045.

- [21] A. A. Hassen *et al.*, "Scaling Up metal additive manufacturing process to fabricate molds for composite manufacturing," *Addit Manuf*, vol. 32, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101093.
- [22] F. I. Azam, A. M. Abdul Rani, K. Altaf, T. V. V. L. N. Rao, and H. A. Zaharin, "An In-Depth Review on Direct Additive Manufacturing of Metals," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Institute of Physics Publishing, Mar. 2018. doi: 10.1088/1757-899X/328/1/012005.
- [23] I. Levitsky and D. Tavor, "Improved atomization via a mechanical atomizer with optimal geometric parameters and an air-assisted component," *Micromachines (Basel)*, vol. 11, no. 6, pp. 1–15, Jun. 2020, doi: 10.3390/mi11060584.
- [24] A. Perminov, G. Bartzsch, A. Franke, H. Biermann, and O. Volkova, "Manufacturing Fe–TiC Composite Powder via Inert Gas Atomization by Forming Reinforcement Phase In Situ," *Adv Eng Mater*, vol. 23, no. 3, Mar. 2021, doi: 10.1002/adem.202000717.
- [25] G. Matsagopane, E. O. Olakanmi, A. Botes, and S. Kutua, "Conceptual Design Framework for Setting Up Aluminum Alloy Powder Production System for Selective Laser Melting (SLM) Process," *JOM*, vol. 71, no. 5, pp. 1840–1857, May 2019, doi: 10.1007/s11837-019-03431-w.
- [26] S. Feng, M. Xia, and C. C. Ge, "Consecutive induction melting of nickel-based superalloy in electrode induction gas atomization," *Chinese Physics B*, vol. 26, no. 6, Jun. 2017, doi: 10.1088/1674-1056/26/6/060201.
- [27] J. J. Dunkley, "Metal powder atomisation methods for modern manufacturing," *Johnson Matthey Technology Review*, vol. 63, no. 3, pp. 226–232, Jul. 2019, doi: 10.1595/205651319X15583434137356.
- [28] A. S. Baskoro, S. Supriadi, and Dharmanto, "Review on Plasma Atomizer Technology for Metal Powder," *MATEC Web of Conferences*, vol. 269, p. 05004, 2019, doi: 10.1051/matecconf/201926905004.
- [29] C. F. Yolton and F. H. Sam Froes, "Conventional titanium powder production," in *Titanium Powder Metallurgy: Science, Technology* and Applications, Elsevier Inc., 2015, pp. 21–32. doi: 10.1016/B978-0-12-800054-0.00002-2.
- [30] "Review on Laser Deposition Welding From Micro to Macro".

- [31] A. Singh, S. Kapil, and M. Das, "A comprehensive review of the methods and mechanisms for powder feedstock handling in directed energy deposition," *Additive Manufacturing*, vol. 35. Elsevier B.V., Oct. 01, 2020. doi: 10.1016/j.addma.2020.101388.
- [32] J. Zhang, F. Liou, W. Seufzer, and K. Taminger, "A coupled finite element cellular automaton model to predict thermal history and grain morphology of Ti-6Al-4V during direct metal deposition (DMD)," *Addit Manuf*, vol. 11, pp. 32–39, Jul. 2016, doi: 10.1016/j.addma.2016.04.004.
- [33] Y. Huang, M. B. Khamesee, and E. Toyserkani, "A comprehensive analytical model for laser powder-fed additive manufacturing," *Addit Manuf*, vol. 12, pp. 90–99, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.addma.2016.07.001.
- [34] Z. Wang, K. Hu, L. Yang, J. Zhang, H. Ding, and Z. Pan, "Coupling Characteristics of Powder and Laser of Coaxial Cone Nozzle for Laser Direct Metal Deposition: Numerical Simulation and Experimental Study," *Materials*, vol. 16, no. 9, May 2023, doi: 10.3390/ma16093403.
- [35] Z. Xia, J. Xu, J. Shi, T. Shi, C. Sun, and D. Qiu, "Microstructure evolution and mechanical properties of reduced activation steel manufactured through laser directed energy deposition," *Addit Manuf*, vol. 33, May 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101114.
- [36] M. Motta, A. G. Demir, and B. Previtali, "High-speed imaging and process characterization of coaxial laser metal wire deposition," *Addit Manuf*, vol. 22, pp. 497–507, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.05.043.
- [37] G. Bongiorno *et al.*, "Nanocrystalline metal/carbon composites produced by supersonic cluster beam deposition," *J Nanosci Nanotechnol*, vol. 5, no. 7, pp. 1072–1080, 2005, doi: 10.1166/jnn.2005.161.
- [38] O. A. Azarova, "Supersonic flow control using combined energy deposition," *Aerospace*, vol. 2, no. 1, pp. 118–134, Mar. 2015, doi: 10.3390/aerospace2010118.
- [39] S. Hu, H. Li, L. Zhang, and Y. Xu, "Cold Spray Process for Co-Deposition of Copper and Aluminum Particles," *Coatings*, vol. 13, no. 11, Nov. 2023, doi: 10.3390/coatings13111953.
- [40] J. V. Giacchi, C. N. Morando, O. Fornaro, and H. A. Palacio, "Microstructural characterization of as-cast biocompatible Co-Cr-Mo alloys," *Mater Charact*, vol. 62, no. 1, pp. 53–61, Jan. 2011, doi: 10.1016/j.matchar.2010.10.011.

- [41] A. Azidin *et al.*, "Investigation of mechanical properties for open cellular structure CoCrMo alloy fabricated by selective laser melting process," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Institute of Physics Publishing, Dec. 2015. doi: 10.1088/1757-899X/100/1/012033.
- [42] D. L. Clark, D. A. Geeson, R. J. Hanrahan, and D. Matthew Wayne,
  ""Particle Size Distribution Analysis' in: The Plutonium Handbook
  2nd edition; edited by." [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/337228378
- [43] D. H. Tan, P. K. Herman, A. Janakiraman, F. S. Bates, S. Kumar, and C. W. Macosko, "Influence of Laval nozzles on the air flow field in melt blowing apparatus," *Chem Eng Sci*, vol. 80, pp. 342–348, Oct. 2012, doi: 10.1016/J.CES.2012.06.020.
- [44] L. F. N. Sá, P. V. M. Yamabe, B. C. Souza, and E. C. N. Silva, "Topology optimization of turbulent rotating flows using Spalart– Allmaras model," *Comput Methods Appl Mech Eng*, vol. 373, p. 113551, Jan. 2021, doi: 10.1016/J.CMA.2020.113551.
- [45] F. Ferreira, M. Kischinhevsky, and N. Henderson, "Application of the Path Tubes Method to the Navier-Stokes Equations," *Proceedia Comput Sci*, vol. 108, pp. 1963–1972, Jan. 2017, doi: 10.1016/J.PROCS.2017.05.182.
- [46] A. Díez, J. Largo, and J. R. Solana, "Structure and thermodynamic properties of Sutherland fluids from computer simulation and the Tang–Lu integral equation theory," *Fluid Phase Equilib*, vol. 253, no. 1, pp. 67–73, Apr. 2007, doi: 10.1016/J.FLUID.2007.01.011.
- [47] D. Hou, W. Jiang, W. Zhao, J. Bian, Y. Liu, and X. Lai, "Effect of linetype of convergent section on supersonic condensation characteristics of CH4-CO2 mixture gas in Laval nozzle," *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, vol. 133, pp. 128–136, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.cep.2018.09.016.
- [48] Y. Liu, J. Zhang, J. Wei, and X. Liu, "Optimum structure of a laval nozzle for an abrasive air jet based on nozzle pressure ratio," *Powder Technol*, vol. 364, pp. 343–362, Mar. 2020, doi: 10.1016/J.POWTEC.2020.01.086.
- [49] J. Chen, W. Jiang, C. Han, and Y. Liu, "Numerical study on the influence of supersonic nozzle structure on the swirling condensation characteristics of CO2," *J Nat Gas Sci Eng*, vol. 88, Apr. 2021, doi: 10.1016/j.jngse.2020.103753.
- [50] Y. Liu, J. Zhang, J. Wei, and X. Liu, "Optimum structure of a laval nozzle for an abrasive air jet based on nozzle pressure ratio," *Powder*

*Technol*, vol. 364, pp. 343–362, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.powtec.2020.01.086.

- [51] A. Jeromen, A. Vidergar, M. Fujishima, G. N. Levy, and E. Govekar, "Powder particle–wall collision-based design of the discrete axial nozzle-exit shape in direct laser deposition," *J Mater Process Technol*, vol. 308, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2022.117704.
- [52] N. Sobhanieh, J. Akbari, and M. Moradi, "A new method for calculating laser intensity distribution on workpiece surface in laserdirected energy deposition process by considering powder stream distribution and laser attenuation," *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 121, no. 1–2, pp. 337–348, Jul. 2022, doi: 10.1007/s00170-022-09301-1.
- [53] Y. Nogdhe, A. K. Rai, and M. Manjaiah, "Numerical study of powder flow characteristics of coaxial nozzle direct energy deposition at different operating and design conditions," *Progress in Additive Manufacturing*, 2024, doi: 10.1007/s40964-024-00652-7.
- [54] S. Hu, H. Li, L. Zhang, and Y. Xu, "Cold Spray Process for Co-Deposition of Copper and Aluminum Particles," *Coatings*, vol. 13, no. 11, Nov. 2023, doi: 10.3390/coatings13111953.
- [55] M. Fukumoto, H. Terada, M. Mashiko, K. Sato, M. Yamada, and E. Yamaguchi, "Deposition of copper fine particle by cold spray process," *Mater Trans*, vol. 50, no. 6, pp. 1482–1488, Jun. 2009, doi: 10.2320/matertrans.MRA2008223.
- [56] J. A. K. Horwitz and A. Mani, "Correction scheme for point-particle models applied to a nonlinear drag law in simulations of particle-fluid interaction," *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 101, pp. 74–84, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.ijmultiphaseflow.2018.01.003.
- [57] A. Hor, F. Morel, J. Lou Lebrun, and G. Germain, "Modelling, identification and application of phenomenological constitutive laws over a large strain rate and temperature range," *Mechanics of Materials*, vol. 64, pp. 91–110, Sep. 2013, doi: 10.1016/J.MECHMAT.2013.05.002.
- [58] H. Sedaghat, W. Xu, L. Zhang, and W. Liu, "On the Constitutive Models for Ultra-High Strain Rate Deformation of Metals," *International Journal of Automotive Technology*, vol. 20, pp. 31–37, Nov. 2019, doi: 10.1007/s12239-019-0125-5.
- [59] P. Ludwik, *Elemente der Technologischen Mechanik*. Springer Berlin Heidelberg, 1909. doi: 10.1007/978-3-662-40293-1.
- [60] G. R. Johnson and W. H. Cook, "Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and

pressures," *Eng Fract Mech*, vol. 21, no. 1, pp. 31–48, Jan. 1985, doi: 10.1016/0013-7944(85)90052-9.

- [61] G. Mahalle, N. Kotkunde, A. K. Gupta, and S. K. Singh, "Cowper-Symonds Strain Hardening Model For Flow Behaviour Of Inconel 718 Alloy," *Mater Today Proc*, vol. 18, pp. 2796–2801, Jan. 2019, doi: 10.1016/J.MATPR.2019.07.145.
- [62] N. R. Morgan and B. J. Archer, "On the Origins of Lagrangian Hydrodynamic Methods," *Nucl Technol*, vol. 207, no. sup1, pp. S147– S175, 2021, doi: 10.1080/00295450.2021.1913034.
- [63] Y. Mebdoua, Y. Fizi, and N. Bouhelal, "Cold sprayed copper coating: Numerical study of particle impact and coating characterization," *EPJ Applied Physics*, vol. 74, no. 2, 2016, doi: 10.1051/epjap/2015150316.
- [64] V. K. Champagne, D. J. Helfritch, M. D. Trexler, and B. M. Gabriel, "The effect of cold spray impact velocity on deposit hardness," *Model Simul Mat Sci Eng*, vol. 18, no. 6, 2010, doi: 10.1088/0965-0393/18/6/065011.
- [65] G. LI, X. fang WANG, and W. ya LI, "Effect of different incidence angles on bonding performance in cold spraying," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 17, no. 1, pp. 116–121, Jan. 2007, doi: 10.1016/S1003-6326(07)60058-2.
- [66] M. Razavipour and B. Jodoin, "Material Model for Predicting Dynamic Response of Copper and Nickel at Very High Strain Rates Under Cold Spray Conditions," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 30, no. 1–2, pp. 324–343, Jan. 2021, doi: 10.1007/s11666-020-01137-z.
- [67] M. Hassani, D. Veysset, K. A. Nelson, and C. A. Schuh, "Material hardness at strain rates beyond 106 s-1 via high velocity microparticle impact indentation," *Scr Mater*, vol. 177, pp. 198–202, Mar. 2020, doi: 10.1016/J.SCRIPTAMAT.2019.10.032.
- [68] T. Zheng *et al.*, "Development of a novel mobile industrial-scale fluidized adsorption process for emergency treatment of water polluted by aniline: CFD simulation and experiments," *Advanced Powder Technology*, vol. 27, no. 4, pp. 1576–1587, Jul. 2016, doi: 10.1016/J.APT.2016.05.021.
- [69] M. A. Meyers *et al.*, "Laser-induced shock compression of monocrystalline copper: characterization and analysis," *Acta Mater*, vol. 51, no. 5, pp. 1211–1228, Mar. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(02)00420-2.
- [70] "EOS\_CobaltChrome\_MP1\_en".

- [71] V. M. Rotello, "Core Concepts in Supramolecular Chemistry and Nanochemistry By Jonathan W. Steed (Durham University, U.K.), David R. Turner (Monash University, Australia), and Karl J. Wallace (University of Southern Mississippi). John Wiley & Sons, Ltd: Chichester. 2007. xii + 308 pp. \$50. ISBN 978-0-470-85867-7.," *J Am Chem Soc*, vol. 129, no. 46, pp. 14524–14524, Nov. 2007, doi: 10.1021/ja0769853.
- [72] S. Surviliene, V. Jasulaitiene, A. Češuniene, and A. Lisowska-Oleksiak, "The use of XPS for study of the surface layers of Cr–Co alloy electrodeposited from Cr(III) formate–urea baths," *Solid State Ion*, vol. 179, no. 1–6, pp. 222–227, Mar. 2008, doi: 10.1016/J.SSI.2007.12.052.
- [73] M. Mori, K. Yamanaka, K. Kuramoto, K. Ohmura, T. Ashino, and A. Chiba, "Effect of carbon on the microstructure, mechanical properties and metal ion release of Ni-free Co–Cr–Mo alloys containing nitrogen," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 55, pp. 145–154, Oct. 2015, doi: 10.1016/J.MSEC.2015.05.058.
- [74] X. Zhang, W. Li, and F. Liou, "Additive manufacturing of cobaltbased alloy on tool steel by directed energy deposition," *Opt Laser Technol*, vol. 148, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.optlastec.2021.107738.

#### 6. SUMMARY

#### 6.1. Introduction

Additive Manufacturing - AM has been in development since 1980, during which time various technologies have been invented and developed to enable the layered production of three-dimensional objects. The key feature of additive manufacturing is that it can produce complex shapes that cannot be made using conventional manufacturing techniques. In many cases, this involves the internal cavities of the product.

AM technologies can be divided into several types according to their fundamental differences. Extrusion-type [1] additive technologies allow three-dimensional objects to be produced by extruding a sub-layer of a structural material in the form of a liquid slurry, which may include thermoplastics, rubber, modelling clays, cement mixes, silicones, food materials and other materials with a low liquid phase temperature, and where the material only needs to be cooled to dry in order to pass from the liquid phase to the solid phase. A similar principle is used in additive technology, where a metal wire is fed and melted onto the printed surface by means of an electric current [2] or laser. Liquid materials that solidify when exposed to light are used in stereolithography [3] additive manufacturing technologies. Granular-type additive technologies are the most widespread. Powdered building materials are used in these technologies. The difference between these technologies lies in the way the powder particles are bonded together to form a coherent material. Direct laser sintering of metal [4-7] sinters a thin layer of 20-40 µm of metal powder. The next type of technology developed allows the production of three-dimensional objects based on ceramic powders [8,9] by injecting a liquid binder into the layer, which can be mixed with paint. Another additive manufacturing technology using powders is laser metal deposition [10]. This technology uses a laser to melt the metal surface layer. Additional powdered metal is then deposited onto the molten surface using special nozzles.

Each of these additive manufacturing technologies has its advantages and limitations. In most cases, each of these technologies can only use a limited range of constituent materials because they are tailored to those materials. In addition, due to the particular properties of the materials, 3D objects cannot be produced without additional support structures that increase the complexity of the final processing. Laser metal deposition technology allows complex object shapes to be printed with little or no additional support structures and allows the use of a fairly wide range of structural materials. The main disadvantage of this technology is the print resolution, which is well suited to large objects as the area of coverage is quite large and can be increased but not reduced. With the discovery of a detailing solution, this technology will be able to extend the possibilities of additive manufacturing.

## Aim and objectives

The aim of the PhD thesis is to develop an advanced laser metal particle deposition (LMD) technology for the deposition and sintering of metal powder particles and the formation of metal coatings.

In order to achieve this objective, it is planned to:

- 1. Develop a system based on laser metal deposition technology for the efficient formation of metal coatings;
- 2. Carry out numerical simulations and, based on the results, design, manufacture and validate a de Laval nozzle for LMD technology;
- 3. Characterise the chemical and physical properties of the CoCrMo powder used in the experiments to ensure chemical homogeneity;
- 4. Determine the influence of the LMD process parameters on the quality of the formed coating.

## Novelty and practical significance

A nozzle with a *de Laval* geometry based on a bicubic parametric curve is used for the first time in laser metal deposition technology. The nozzle is used to propel material particles to supersonic velocity, create a narrow stream of ejected particles and form a metallic coating using laser radiation.

The technology being developed is not only suitable for the formation of metal coatings, but can also have applications in the field of additive manufacturing. The characteristics of the nozzle, if used for additive manufacturing, would allow a higher resolution of the produced objects than the LMD systems currently available on the market.

## **Defended** claims

- Laser metal deposition technology allows for uniform formation of the material layer at irregularities down to 4  $\mu$ m. The geometry of the LMD nozzle, the fraction of the powder to be deposited and the laser parameters influence the uniformity of formation.

- The LMD nozzle, based on the de Laval geometry with a divergence zone described by a bicubic parametric curve, provides a supersonic particle velocity and a particle flow dispersion angle of up to 4 degrees.

- The particle size fraction of the powder chosen determines the homogeneity of the chemical composition of the particles used in the LMD technology and the dispersion of the particle flow, while the laser power and the size of the laser spot determine the height and width of the track to be formed.

#### 6.2. Literature review summary

Laser Metal Deposition (LMD) is a flexible technology for forming coatings and three-dimensional objects. Three-dimensional objects with complex geometries can be printed without additional support structures using a laser metal deposition head coupled with a six-degrees-of-freedom positioning system. The use of powdered metals allows for rapid exchange of materials to create a single product shape made up of different metals. In addition, the powdered metals can be mixed to give the product new physical properties.

Unfortunately, this technology is limited in terms of resolution - modern solutions allow a reduction in surface roughness, but the surfaces of the manufactured objects still require additional machining. In order to improve the surface properties of objects produced by LMD technology without additional machining, detailed studies of the interaction of a new, more precise nozzle-shaped powder flow with the laser beam are required.

## 6.3. Summary of numerical simulation results

Numerical simulations of a new type of nozzle have been carried out. Comparing the geometry of the bicubic parametric and Witushinski nozzles, it was found that the nozzle with a bicubic parametric curve geometry develops a higher gas flow velocity at the nozzle outlet of 700 m/s and has a lower velocity drop as the gas flow moves away from the nozzle outlet, so the nozzle with a bicubic parametric curve was used for our further investigation.

The particle size dependence of the dispersion of the metal particle flow at the head outlet was evaluated by numerical simulations. It was found that metal particles up to 10  $\mu$ m in size have a supersonic velocity of 360-668 m/s, which results in a shorter reaction time with the environment and therefore a smaller area of flow dispersion. As the size of the metal particles increases, the velocity decreases and the flow dispersion increases.

Numerical modelling of metal particle contact with the surface after the nozzle has shown that metal particles up to  $10 \,\mu\text{m}$  have the highest probability of adhering to the surface. Metal particles larger than  $10 \,\mu\text{m}$  require additional energy to adhere to the surface.

Based on the above calculation results, the size of the metal particles has an influence on the particle flow dispersion and the deposition coefficient of the LMD nozzle.

## 6.4. Summary of the results of the material analysis

We have studied the properties of a cobalt-chromium-molybdenum based EOS superalloy powder using sophisticated techniques (SEM-- EDS, XPS, AES and PIXE). Our studies showed that CoCrMo has a highly polydisperse particle size distribution ranging from a few microns to 80  $\mu$ m. Most of the particles appear to be quite spherical with discrete grain boundaries. The particles were composed of at least two phases: Cr0.32Mo0.04Co0.64 and Mo0.1Co0.9.

The chemical composition of the powders, as determined by SEM-EDS and PIXE, was similar to the standard characteristics (Co -61.8-63.7 at.%, Cr 27.6-29.4 at.%, Mo 6.9-7.4 at.%, Mn < 1.0 at.%).

The XPS data showed significant differences in the chemical composition of the individual particles; in particular, the surface of the coarse particles contained higher levels of metallic Cr and Co compared to the surface of the smooth particles, which were dominated by metal oxides. In addition, the coarse particles had 40% more carbon contamination.

According to the Auger spectra, the smallest particles had low concentrations of Co and Cr oxides, while the smooth particles had higher metal oxide content. In the AMgamed CoCrMo master alloy, the elements (Co, Cr, Mo) were evenly distributed on the surface with concentrations of 40.9, 21.3 and 2.6 at.% respectively. The concentrations of S, Ni and Fe were low (< 0.1 at.%) and did not form large concentration groups. The main impurities were C and Si. High concentrations (C 80.8 at.%, Si 1.6 at.%) were observed in certain areas of the surface and in the volume of the alloy samples produced.

We believe that the main source of Si was the 1-10  $\mu$ m particles present in the MP1 powder. These can be easily removed by sieving the CoCrMo powder.

Separation of the CoCrMo metal powder into four fractions: 0-25  $\mu$ m, 25-40  $\mu$ m, 40-60  $\mu$ m and 60+  $\mu$ m, and analysis with a BK-2308C particle size analyser provided metal particle size distribution curves for the four fractions,

showing fraction overlap. Particles up to  $10 \ \mu m$  with harmful impurities were maximally separated in the 0-25  $\mu m$  fraction.

The 25-40 um fraction was selected for further experiments.

#### 6.5. LMD development summary

A nozzle was designed and manufactured using SLA technology based on numerical simulation parameters. Calibration was carried out to determine the optimum flow pressure of 4 bar, which is consistent with the numerical simulation parameters. At this pressure, a maximum pressure drop of -0.54 bar is achieved at the powder inlet.

Calibration of the designed and manufactured metal powder feed system, together with the manufactured nozzle, resulted in an optimum powder feed rate of 0.4 g/min at which the metal powder flow out of the nozzle is constant. Increasing the amount of powder fed causes pulsations in the powder flow and clogging of the capillary.

Using a *Basler acA720-520*  $\mu$ m high speed chamber, the flow expansion of the outgoing metal particles was found to be dependent on the metal particle size. The angle of expansion is 3 degrees for the 0-25  $\mu$ m metal powder fraction, 4.2 degrees for the 25-40  $\mu$ m fraction and 4.96 degrees for the 40-60  $\mu$ m fraction.

## 6.6. Summary of LMD coating test results

Depending on the size of the laser spot, different track widths are formed, with 100  $\mu$ m laser spots forming taller tracks of 330  $\mu$ m width, which could be used to produce lattice structures. A 250- $\mu$ m spot produces more uniform tracks of 480  $\mu$ m, which could be used for surface coating.

By measuring the height of the deposited metal tracks at 1mm spacing, a significant increase in track height was observed at 140 W laser power. From 190 W laser power, a significant increase in surface pits near the deposited tracks was observed, and based on the reduced weight of the plates and the chemical composition of the surface, we believe that above 170 W laser power, surface erosion begins.

Reducing the track spacing to 0.25 mm and using a 250  $\mu$ m laser spot at 170 W laser power and 16 mm/s scan speed results in a smooth surface with minimal roughness.

Varying the scan speed changes the energy density, which is reflected in the amount of metal deposited: A scan speed of 16 mm/s and the smallest focal diameter results in a higher deposition rate of individual tracks, while a scan speed of 10 mm/s and a focal diameter of 0.25 mm results in a more uniform surface coverage (with a track spacing of 0.25 mm).

# 6.7. General conclusions

- 1. Laser metal deposition technology is an efficient method of forming sprayed metallic coatings that can uniformly coat a metal substrate with a surface roughness of up to 4  $\mu$ m.
- 2. LMD technology, using the *de Laval* spray gun with a bicubic curve to describe the geometry of the divergence zone, provides particle velocities of up to 600 m/s, allowing small (<10 $\mu$ m) particles to be deposited directly onto the surface, while large (>10 $\mu$ m) particles require additional surface heating.
- 3. Fractionation of the powder material is necessary to ensure chemical homogeneity of the particles, as small particles ( $<10\mu$ m) contain C, Si impurities and large particles have a non-spherical (fragmented) shape. The most suitable fraction of CoCrMo powder is 25-40 µm.
- 4. For efficient deposition of CoCrMo powder in the 25-40  $\mu$ m fraction of the LMD, a 976 nm CW laser diode with a laser power of 170 W, a laser beam diameter of 250  $\mu$ m and a scan speed of 16 mm/s is recommended.

# 8. PADĖKA

Nuoširdžiai dėkoju visiems, kurie prisidėjo rengiant šią disertaciją. Dėkoju mano vadovui dr. Genrik Mordas už visus patarimus, nurodymus, ir visokeriopą pagalbą, ypač keičiant mąstyseną iš inžinerinės į mokslinę. Dėkoju skyriaus vadovui dr. Gediminui Račiukaičiui už palaikymą, entuziazmą ir juokus, keliančius nuotaiką. Dėkoju prof. dr. Olegui Černašėjui ir dr. Romualdui Trusovui už visas įžvalgas, patarimus ir palaikymą.

Dėkoju kolegoms Adai Steponavičiūtei, Karoliui Stravinskui ir Ričardui Petkui už draugiškumą, gerą nuotaiką ir pagalbą skiriant laiką ir jėgas. Ačiū visiems straipsnių ir patentų bendraautoriams už bendrą darbą.

Taip pat už palaikymą ir kantrybę dėkoju savo šeimai, o labiausiai mylimai žmonai Irenai.

# 9. PUBLIKACIJŲ SĄRAŠAS

#### 9.1. Straipsniai

#### STRAIPSNIS 1:

Genrik Mordas, Vitalija Jasulaitienė, Ada Steponavičiūtė, Mindaugas Gaspariūnas, **Romuald Petkevič**, Aušra Selskienė, Remigijus Juškėnas, Dennis F. Paul, Jennifer E. Mann, Vidmantas Remeikis, Gediminas Račiukaitis. "Characterisation of CoCrMo powder for additive manufacturing". The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. December 2020, 111(11-12):1-11, DOI: 10.1007/s00170-020-06236-3

Autorių indėlis:

Konceptualizavimas ir rašymas - G.M.; V. J. - atliko XPS eksperimentus ir surinko duomenis; A. S. - atliko SEM, SEM-EDS duomenų analizę; M. G. - atliko PIXE matavimus; **R. P.** - XPS ir Auger spektroskopijos duomenų analizė; A. S. - atliko SEM, SEM-EDS eksperimentus ir surinko duomenis; R. J. - atliko XRD eksperimentus ir duomenų analizę; D. F. P. – atliko Augerio spektroskopijos eksperimentus; J. E. M. – miltelių medžiagos paruošimas Auger eksperimentams; V.R. - PIXE duomenų analizė; G. R. - priežiūra ir metodika.

#### STRAIPSNIS 2:

**Romuald Petkevič**, Giedrius Jočbalis, Ada Steponavičiūtė, Karolis Stravinskas, Aleksej Romanov, Rimantas Kačianauskas, Sergejus Borodinas, Genrik Mordas. "Numerical Study of Powder Flow Nozzle for Laser-Assisted Metal Deposition". Mathematics 2021., no9. 22: 2913. doi.: 10.3390/math9222913

Autorių indėlis:

Konceptualizavimas - **R.P.** ir G.M.; Formali analizė - **R.P.**, S.B. ir G.J.; Tyrimas - **R.P.**, G.J., R.K. ir S.B.; Metodologija - **R.P.**, A.S. ir G.M.; Ištekliai - K.S. ir A.R.; Priežiūra - G.M. ir R.K.; Rašymas, pirminis projektas - **R.P.**, S.B. ir G.J.; Rašymas, peržiūra ir redagavimas - A.S., G.J. ir R.K.

#### 9.2. Patentas

Lietuvos patentas "Lazerinio metalo nusodinimo galvutė" Patento numeris: LT 6827 B. Išduotas 2021. Išradėjai: Sergejus Borodinas, Genrik Mordas, Ada Steponavičiūtė, **Romuald Petkevič**, Karolis Stravinskas.

## 10. DALYVAUTA KONFERENCIJOSE

10.1. Žodiniai pranešimai

**Romuald Petkevič** "Aukštos Skiriamosios Gebos Lazerinio Metalo Nusodinimo Galvutė" Fiz Tech 2021;

**Romuald Petkevič** "Aukštos Skiriamosios Gebos LMD Galvutės Spausdinimo Parametrų Įtaka Pavienio Takelio Formavimui" Fiz Tech 2022.

10.2. Stendiniai pranešimai

**Romuald Petkevič**, Ada Steponavičiūtė, Sergejus Borodinas, Genrik Mordas. "Development Of The Lasermetaldeposition Technology" Open Readings 2020;

**Romuald Petkevič**, Ada Steponavičiūtė, Sergejus Borodinas, Genrik Mordas. "Development Of The Laser Metal Deposition"; Functional Materials & Nanotechnologies 2020;

**Romuald Petkevič**, Sergejus Borodinas, Genrik Mordas. "Centered Metal Powder Flow For Precision Laser Metal Powder Deposition"; Open Readings 2021;

**Romuald Petkevič**, Giedrius Jočbalis, Sergejus Borodinas, Genrik Mordas. "Investigation Of Powder Flow For Metal Deposition Nozzle"; Open Readings 2022;

**Romuald Petkevič**, Genrik Mordas. "Deposition of Metals With a Super Sonic Nozzle"; Open Readings 2022;

# UŽRAŠAMS

Vilniaus universiteto leidykla Saulėtekio al. 9, III rūmai, LT-10222 Vilnius El. p. info@leidykla.vu.lt, www.leidykla.vu.lt bookshop.vu.lt, journals.vu.lt Tiražas 20 egz.