

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«ЮЖНО-УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
(национальный исследовательский университет)»
Политехнический институт

Факультет материаловедения и металлургических технологий
Кафедра процессов и машин обработки металлов давлением

РАБОТА ПРОВЕРЕНА
Рецензент

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ
Заведующий кафедрой

_____ /Гойдо М.Е./

_____ /Радионова Л.В./

_____ 2020 г.

_____ 2020 г.

***РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ
ДЕТАЛЕЙ ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ
НАПЛАВКИ***

**ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА
К ВЫПУСКНОЙ КВАЛИФИКАЦИОННОЙ РАБОТЕ МАГИСТРА**

ЮУрГУ – 22.04.02 – 2020 – 160 – 00.00.00 ПЗ

Нормоконтролер

Руководитель работы

_____ д.т.н., проф.

_____ д.т.н., проф.

Самодурова Марина Николаевна

Самодурова Марина Николаевна

_____ 2020 г.

_____ 2020 г.

Автор работы
студент группы П-247

Глебов Лев Александрович
_____ 2020 г.

Челябинск, 2020

АННОТАЦИЯ

Глебов Л.А. Разработка и исследование технологии получения деталей из титановых сплавов методами лазерной наплавки. – Челябинск: ЮУрГУ, ПИ, МиМТ, 2020. 57 – с., 50 ил., 9 табл., библиогр. список - 16 наим.

Данная дипломная работа выполнена в рамках проектного обучения ЮУрГУ. Цель настоящей работы, результаты которой предоставлены в настоящей выпускной квалификационной работе, заключается в разработке и исследовании технологии получения деталей из титановых сплавов методами лазерной наплавки. Для достижения цели был проведен анализ использования титановых сплавов в аддитивных технологиях. Были разработаны и применены две методики выращивания образцов. Исследованы микроструктуры полученных образцов металлографическим способом и на сканирующем электронном микроскопе, проведен химический анализ полученных образцов. Проведены испытания микротвердости по трем направлениям роста образцов. Получены и исследованы образцы четырёх групп из выращенных образцов и исследованы на механические свойства при сжатии. Разработаны рекомендации по использованию методик выращивания деталей сложных геометрических форм в зависимости от эксплуатационных свойств.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1. ПРИМЕНЕНИЕ ТИТАНА И ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ	5
1.1 Традиционное изготовление изделий из титана	6
1.2 Получение изделий из титана методами аддитивных технологий	8
1.3 Материалы для аддитивных технологий	14
2. МЕТОДИКА И ОБОРУДОВАНИЕ.....	15
2.1 Комплекс LMD	15
2.2 Исследование порошка ВТ6.....	17
2.3 Эксперимент по выращиванию	20
3. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУР	24
3.1 Исследование на металлографическом микроскопе	24
3.2 Исследования на сканирующем электронном микроскопе	31
3.3 Химический анализ полученных структур.....	35
4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК	39
4.1 Оборудование для испытания на сжатие	39
4.2 Группа «параллельная»	40
4.3 Группа «перпендикулярная».....	42
4.4 Группа «вертикальная».....	44
4.5 Группа «смешанная».....	46
4.6 Результаты испытаний на сжатие	48
4.7 Исследование твердости.....	52
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	54
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	55

ВВЕДЕНИЕ

Широкое применение титана и его сплавов началось в середине прошлого века, в настоящее время он активно применяется почти во всех высокотехнологичных отраслях: авиа и ракетостроение, судостроение, атомная энергетика, химическая промышленность и медицина. Используются, как и проверенные методы работы с титаном и его сплавами, также внедряются новые технологии, которые требуют изучения.

Титановые сплавы применяются в аддитивных технологиях в двух процессах: SLM (селективное лазерное сплавление) порошок в камере раскладывается тонкими слоями от 20 до 60 мкм, а затем проплавляется лазером по заданной траектории, и LMD или DMD (прямое лазерное сплавление) металлический порошок постоянно подается непосредственно под лазерное излучение, которым происходит спекание. Аддитивные технологии позволяют создавать функциональные изделия с внутренними полостями, сложной геометрией, свойства которых нельзя или затратно получить на станках традиционной обработки. Также аддитивные технологии актуально применять в топологической оптимизации изделий, которая позволяет уменьшить вес и габариты деталей с сохранением ее прочностных и функциональных свойств.

Задачи, которые необходимо было решить в ходе выполнения научно-исследовательской работы:

- изучить преимущества и недостатки аддитивных технологий;
- разработать методику выращивания образцов;
- исследовать металлографические свойства образцов;
- изучить особенности формирования механических свойств в зависимости от технологии выращивания;
- разработать рекомендации по методике выращивания деталей сложной геометрической формы в зависимости от эксплуатационных свойств.

1. ПРИМЕНЕНИЕ ТИТАНА И ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Изделия из титановых сплавов широко востребованы и применяются во многих высокотехнологических областях: авиастроении, ракетостроении, судостроении, химической и нефтяной промышленности, атомной энергетики и медицине. Широкая востребованность титановых сплавов с высокими, а главное с разными свойствами как физико-химическими, так и механическими, вызывает такое обширное применение данных сплавов.

Титан и титановые сплавы своими физико-механическими свойствами и технологичностью превосходят большинство современных конструкционных материалов, таких как сталь и алюминий. Титану и сплавам на его основе характерны высокие температуры плавления и удельное электросопротивление, прочность их сравнима с большинством марок легированных сталей, обладают высокой коррозионной стойкостью на воздухе, воде и химически агрессивных средах, немагнитностью и многими другими полезными свойствами. Удельный вес титана составляет 56% удельного веса стали, легко обрабатывается давлением и имеет биоинертные свойства.

Добавление к титану других металлов, позволяет получать сплавы с определенным уровнем механических и эксплуатационных свойств, их классификация разделена на три группы:

1. Сплавы с α -структурой. У этой группы сплавов отсутствует увеличение хрупкости при длительном воздействии высоких напряжений и температур.

2. Сплавы с $\alpha+\beta$ -структурой. В-фаза более пластичная, сплавы более технологичны и лучше поддаются обработке давлением, чем сплавы α -структуры.

3. Сплавы с β -структурой. Эта группа сплавов обладает хорошей свариваемостью, хорошую технологическую пластичность и высокую прочность.

Легирующие элементы разделены на три группы: α -стабилизаторы к ним относятся: алюминий, кислород, азот, углерод; β -стабилизаторы к ним относятся: ванадий, молибден, железо, хром, никель; нейтральные упрочнители: цирконий, олово, кремний. [1-3]

1.1 Традиционное изготовление изделий из титана

Приготовление, плавление и обработка титана и его сплавов сопряжены с большими трудностями в следствии очень высокой реакционной активности его при повышенной температуре и в особенности в расплавленном виде.

Большое сродство титана с кислородом, растворимость кислорода в титане и значительное увеличение хрупкости металла уже при малом содержании кислорода являются основными препятствиями при получении чистого титана прямым восстановлением его окислов. Поэтому приготовление чистого титана проще, а продукт чище, если исходить из сырья, не содержащего кислород.

Титан обладает большим сродством также к азоту и углероду. В случае взаимодействия с этими элементами при малом их количестве получают твердые растворы, обладающие большой прочностью и хрупкостью, а при значительном их содержании образуются твердые нитрид и карбид. Вследствие этого в процессе приготовления титана доступ углерода и азота в реакционную среду должен быть устранен. Титан образует также твердые и хрупкие силицид, борид и металлические соединения со многими металлами, что, в свою очередь, следует учитывать при аппаратурном оформлении процесса получения ковкого титана. Водород поглощается титаном, образуя хрупкий гидрид. Хотя при нагреве в высоком вакууме можно удалить водород практически полностью, все же всегда надо иметь в виду возможность появления «водородной» хрупкости.

К проблеме плавки титана примыкает проблема литья и прежде всего литейных форм. Литье титана в малых количествах несложных по форме образцов или деталей можно проводить в холодные медные, алюминиевые или

бронзовые формы. Но если форма нагревается, то расплав взаимодействует с материалом формы. При очень же быстром охлаждении возникают трудности, связанные с заполнением формы, которые в некоторой степени могут быть преодолены центробежным литьем и литьем под давлением.

Титан и его сплавы поддаются обработке давлением всеми известными способами: ковка, прокатка в холодном и нагретом состоянии, штамповка, волочение. В общем титан и его сплавы обрабатываются примерно так же, как нержавеющая сталь, но режимы обработки зависят от количества и характера примесей.

Титан поддается резке подобно нержавеющей стали, в качестве материала для инструмента используются быстрорежущие стали и твердые сплавы. Особенно важно в обработке титана резанием следить за остротой инструмента, так как иначе происходит смятие поверхности обрабатываемого материала твердость сильно увеличивается, что сильно затрудняет дальнейшую обработку. Фрезерование тоже возможно на средних и низких скоростях.

Главный нюанс обработки титана и его сплавов заключается в желаемой непрерывной обработке, так как с увеличением трения, из-за затупившегося или вышедшего из строя инструмента, возникает местный наклеп в материале с локальным повышением твердости, что приводит к большим затруднениям при дальнейшей обработке. Также титан имеет свойство налипать на инструмент, при перегреве стружки, что влечет за собой поломку инструмента.

Для сварки титана нужно тщательно обеспечивать защиту от загрязнения кислородом и азотом не только расплавленный металл в зоне сварки, но сильно нагретые части, в том числе и противоположную сторону шва. После сварки рекомендовано проводить термообработку. [4-8]

Для изготовления деталей сложных форм приходится использовать крупные заготовки, над которыми проводятся долгие работы с большим количеством получаемых отходов в некоторых случаях порядка 70-75% от

объема заготовки. Также из-за сложной геометрической конструкции детали не имеется возможность изготовления цельного изделия, для этого приходится разбивать на более простые по своей геометрической форме изделия с дальнейшим их соединением.

1.2 Получение изделий из титана методами аддитивных технологий

Ввиду роста сложности проектирования изделий в авиа и космических отраслях, энергетике и машиностроении, индивидуализации протезирования в медицине были изобретены методы аддитивных технологий, которые позволяют путем послойного и точечного нанесения материала получать сложные геометрические изделия, недоступные для получения по своим характеристикам и геометрическим размерам ранее на станках традиционного производства. Топологическая оптимизация деталей позволяет сохранить все прочностные характеристики традиционной детали, но в ее производство будет вложено меньшее количество дорогостоящего материала, времени на создание, так к примеру в авиастроении со снижением массы изделий появляется возможность увеличения дистанции полета самолета на том же количестве топлива, что и до применения топологической оптимизации, или снижения затрат на топливо с уменьшением влияния на экологическую среду [9-11]. Так с использованием аддитивных технологий можно значительно уменьшить число отходов, созданием уже в близких к реальным геометрическим формам и размерам заготовки, от которой останется уже порядка 10-15% отходов.

Существует два метода аддитивных технологий в металлургии:

1. SLM (Selective Laser Melting) – селективное (выборочное) лазерное плавление – технология изготовления сложных по форме и структуре изделий из металлических порошков по математическим CAD-моделям. Этот процесс заключается в последовательном послойном расплавлении порошкового материала посредством мощного лазерного излучения. SLM открывает перед современными производствами широчайшие возможности, так как позволяет создавать металлические изделия высокой точности и

плотности, оптимизировать конструкцию и снизить вес производимых деталей. Схема работы процесса представлена на рисунке 1.1.

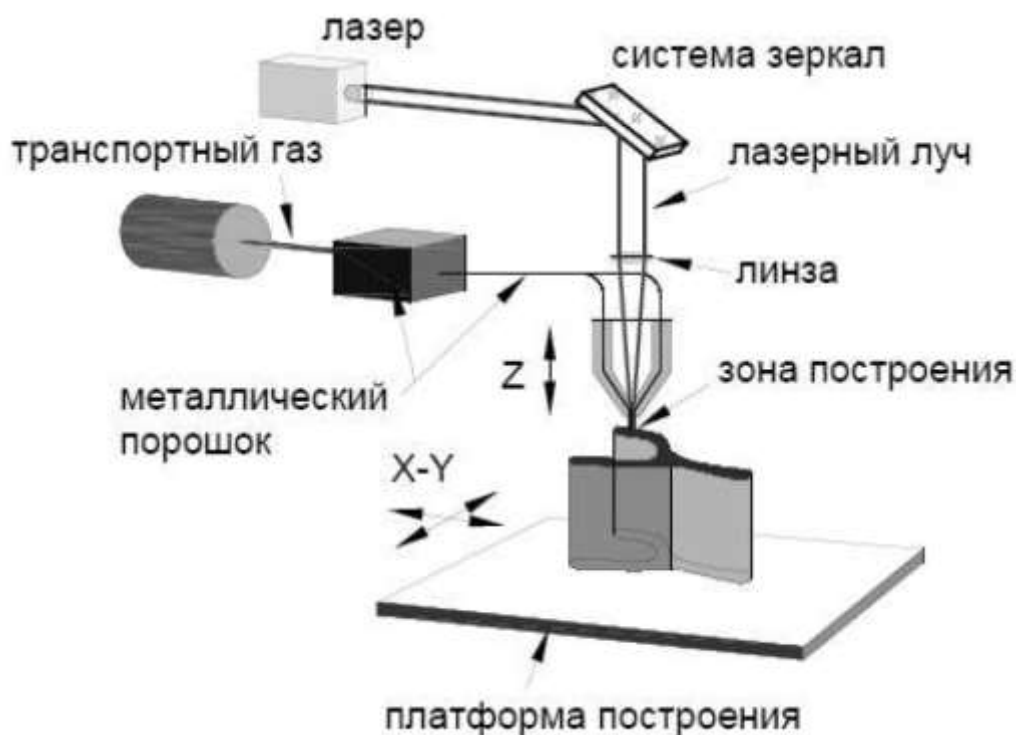


Рисунок 1.1 – Схема процесса SLM.

Селективное лазерное плавление – одна из технологий 3D-печати металлом, которые способны с успехом дополнять классические производственные процессы. Оно дает возможность изготавливать объекты, превосходящие по физико-механическим свойствам продукты стандартных технологий. С помощью SLM-технологии можно создать уникальные сложнопрофильные изделия без использования мехобработки и дорогой оснастки, в частности, благодаря возможности управлять свойствами изделий.

SLM-машины призваны решать сложные задачи на авиакосмических, энергетических, нефтегазовых, машиностроительных производствах, в металлообработке, медицине и ювелирном деле. Их также используют в научных центрах, конструкторских бюро и учебных заведениях при проведении исследований и экспериментальных работ.

Термин «лазерное спекание», который нередко применяют для описания SLM, является не совсем точным, поскольку подаваемый на 3D-

принтер металлический порошок под лучом лазера не спекается, а полностью расплавляется и превращается в однородное сырье.

2. LMD (Laser Metal Deposition) – это технология прямого изготовления металлических деталей является важнейшим шагом в технологиях металлообработки за последние десятилетия. LMD позволяет получить нужные изделия из материалов с улучшенными характеристиками за меньшее время и с меньшими затратами, чем это позволяют традиционные технологии. Схема работы процесса представлена на рисунке 1.2.

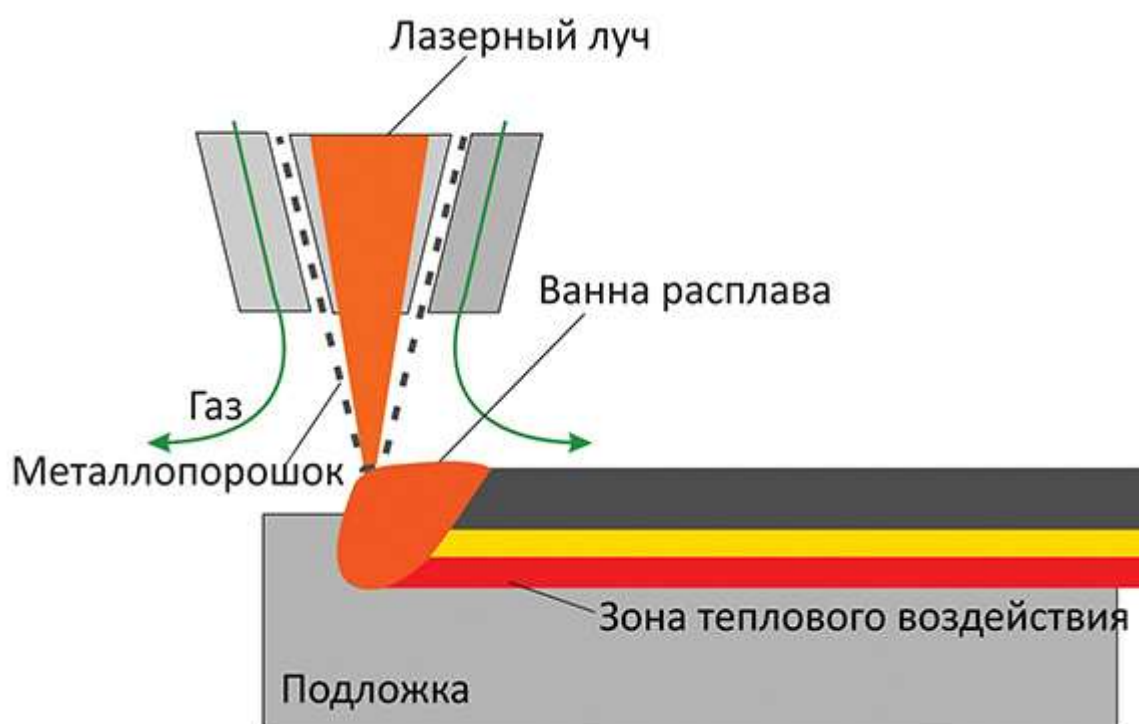


Рисунок 1.2 – Схема процесса LMD.

LMD сочетает в себе пять общеизвестных технологий: лазеры, CAD, CAM, сенсоры и порошковую металлургию. Управляющая программа манипулирует форсункой и оптикой, направляющей CO₂-лазер в соответствии с траекториями движения инструмента (CAM), созданными по трехмерной CAD-модели. Луч лазера фокусируется на заготовку или пре-форму из инструментальной стали для образования зоны расплавленного металла. Металлический порошок, обычно инструментальная сталь (H13, P20, S7 или SS) или чистая медь OFHC подводится из подающего лотка с помощью инертного газа в форсунку и тонкой струей впрыскивается в динамическую

область расплава для увеличения ее объема. Луч лазера, управляемый компьютером, перемещается в соответствии с геометрией детали, послойно выращивает металлическую деталь.

В ходе этого процесса расплавленный металл быстро остывает ($103^{\circ}/\text{сек}$) и отвердевает. В результате получаются металлические детали превосходного качества, обладающие высокой прочностью и имеющие однородную микроструктуру.

Что особенно важно, процесс LMD позволяет быстро изменять состав металла путем инъекции в расплав разных типов металлических порошков. Это дает возможность создавать гибридные или градированные металлические композиты, которых еще не было на рынке.

Благодаря этой лазерной технологии, РОМ может изготовить трехмерные металлические компоненты с малыми допусками и идеальными свойствами непосредственно по данным CAD. Это означает ускорение выпуска изделий на рынок, снижение стоимости оснастки и повышение производительности.

С точки зрения дизайна, CAD-геометрия необходима там, где материал будет добавляться к форме. Существующая геометрия формы вычитается из конструкции новой формы. Разница между двумя геометриями «разрезается» на слои, по которым с помощью обычных пакетов САМ создаются траектории движения инструмента, идентичные тем, которые используются на станках с ЧПУ. Эти «традиционные» САМ-траектории затем обрабатываются, инвертируются, к ним добавляются команды управления лазером и системой подачи порошка в обычных G- и M-кодах ЧПУ. Подготовленные данные передаются на установку LMD.

Некоторые особенности LMD особенно незаменимы при изготовлении промышленных форм из инструментальной стали. Что особенно важно, эта технология создает полностью насыщенные формы или формообразующие поверхности из инструментальной стали без какого-либо синтеза или выжигания связующего вещества. Кроме того, точность процесса составляет

$\pm 0,005$ дюйма. Но поскольку LMD создает детали «почти точной формы», они обычно подвергаются доводке на электроэрозионных станках для достижения точных размеров. Рабочий конверт составляет 24 дюйма по всем осям.

Охлаждение форм — другая область, в которой LMD не знает себе равных. Для создания конформных охлаждающих каналов в каждом слое по специальной схеме наносится вспомогательный металл. По окончании построения формы вспомогательный металл выжигается, оставляя канал. Также, добавляя медный порошок в отдельные участки, LMD создает теплоотводы для направленного охлаждения (поверхности остывают в определенном направлении) во избежание дефектов на поверхностях класса А.

Стандартных систем LMD не существует. Размер и конфигурация оборудования зависят от его назначения. Внутри рабочей области зажимы и крепления, характерные для механообработки, отсутствуют: они не нужны для аддитивного процесса. Лазерная головка располагается там, где должен быть вертикальный шпиндель; она соседствует с оптическим устройством обратной связи, содержащим CCD-камеру; именно это устройство и отличает технологию LMD от других. Это очень важная часть оборудования, поскольку она отвечает за ход нанесения слоев. С учетом того, что при построении объекта создаются сотни слоев, обратная связь крайне важна для получения высокого качества. Рядом с сенсором находится труба, подающая металлический порошок в рабочую зону.

Оба метода активно используются во всех ранее перечисленных областях, но в некоторых случаях ограничены своими техническими возможностями.

SLM процесс отличается возможностью подбора таких параметров режима нанесения толщины слоя порошкового материала и параметров лазерного излучения, что изделие, не несущее ответственного назначения, уже будет удовлетворять техническим требованиям шероховатости поверхности даже без финишной обработки: точение и шлифование. Этот процесс

применим больше к мелкосерийным изделиям мелкого и среднего размера, с возможностью создания в них замкнутых каналов охлаждения (рисунок 1.3), что невозможно произвести традиционными способами обработки деталей. Также возможно создание сетчатых структур, для облегчения конструкций, но с эффективным сохранением прочностных характеристик деталей. Активно применяется для создания протезов, создавая специально пористую структуру для лучшего сращивания протеза с костными тканями.



Рисунок 1.3 – Замкнутые внутренние каналы охлаждения детали.

LMD процесс применим для создания неограниченно больших изделий сложной геометрической формы с малыми допусками и высокими свойствами. Также процесс прямого лазерного нанесения применяется для создания новых частей деталей с высокой геометрической сложностью, для создания которой традиционными методами обработки потребовалось бы значительно большее количество часов производства или невозможность создания единого целого изделия с применением разъемных частей. Авиастроители и машиностроители применяют прямое лазерное нанесение для ремонта дорогостоящих изделий, за счет точечного нагрева данным методом, не происходит критического термического воздействия на всю оставшуюся деталь, уменьшаются затраты на создание нового изделия. Процесс прямого лазерного сплавления позволяет создавать градиентные металлические композиты за счет смешения разных по

составу порошков в непрерывном процессе выращивания изделия, тем самым позволяя получить изделия, не имеющие аналогов на рынке.

1.3 Материалы для аддитивных технологий

Современные аддитивные технологии предполагают использование около двадцати протестированных и готовых к эксплуатации материалов, в их числе – инструментальные, нержавеющие, жароупорные сплавы, алюминиевые и титановые сплавы, медицинские кобальт-хром и титан. Для аддитивных технологий чаще всего применяют порошковые материалы фракцией от 4 до 160 мкм, более мелкая фракция применяется в методе SLM, более крупная в LMD процессе. Главные важные свойства металлического порошка для аддитивных технологий [12]:

1. Сферичность – она обеспечивает высокую насыпную плотность материала, высокие характеристики текучести для транспортировки порошка по каналам питания, прямая зависимость пористости от размера частиц.

2. Химический состав – обеспечивает равномерность химического состава в выращенных образцах, что на прямую влияет на однородность материала и механические свойства.

3. Разным металлам требуется разная термообработка, и иногда для этого используются специально подогреваемые платформы. В процессе построения, при плавлении металла, вырабатывается большое количество тепла, которое нужно отводить. Роль радиаторов, отводящих тепло, выполняют поддержки, применяемые при построении изделий. В некоторых случаях сама деталь без поддержек приваривается к рабочему столу, как к радиатору.

4. Структура металлических изделий, полученных аддитивным способом, зависит как от технологии построения, так и от настроек оборудования. Ведущие производители добились плотности металла порядка 99,9% от теоретической. Наряду с селективным лазерным плавлением существуют и менее эффективные, уже устаревшие технологии, сходные с методом SLM, которые обеспечивают меньшую плотность.

5. Внутренняя структура металла – мелкозернистая. Если в дальнейшем мы собираемся уплотнить деталь, то есть воздействовать на нее физически, надо учитывать, что маленькое зерно сжать гораздо сложнее, чем большое. Но при этом мы очень близко подходим к прокатному металлу – т.е. к металлу, который уже уплотнили. Плотность изделий, напечатанных на 3D-принтере, на 10-15% ниже, чем при прокате, но примерно на 50% выше, чем у литейных металлов.

2. МЕТОДИКА И ОБОРУДОВАНИЕ

2.1 Комплекс LMD

В настоящей работе был использован роботизированный комплекс, установленный в НИЛ «Механики, лазерных процессов и цифровых производительных технологий»:

1. Установка предназначена для поверхностной лазерной закалки на плоских деталях и телах вращения.

2. Обработка тел вращения происходит с использованием двухосевого позиционера KUKA DKP-400 и трех-кулачкового патрона ДУ 250.

3. В состав Установки входит иттербиевый волоконный лазер ЛС-4, оптические характеристики в таблице 2.1.

4. По степени лазерной опасности Установка относится к 4 классу (согласно ГОСТ 31581-2012, СанПин 2.2.4.3359-16).

5. Установка оборудована ручным графическим терминалом KUKA Smart Pad для управления промышленным роботом-манипулятором KUKA KR-120 и двухосевым позиционером KUKA DKP-400.

6. Лазерный луч доставляется к Голове оптической FLW-D50L (далее ГО) посредством волоконно-оптического кабеля.

7. Позиционирование ГО в рабочей зоне осуществляется при помощи промышленного робота-манипулятора KUKA KR-120.

В данной установке реализован метод коаксиальной подачи порошка.

Процесс лазерной наплавки титана и сплавов на его основе предполагает использование защитной атмосферы, так как они склонны к активному взаимодействию с кислородом при высоких температурах. в эксперименте была применена технологическая оснастка, которая обеспечивала полную защитную атмосферу вокруг выращиваемого образца. На рисунке 2.1 показана оснастка, состоящая из утепленной емкости, в которую отдельной магистралью была подведена трубка с постоянной подачей чистого аргона.



Рисунок 2.1. Лазерный комплекс с технологической оснасткой.

Таблица 2.1. Оптические характеристики лазера

Характеристики	Значение
Режим работы	Непрерывный
Номинальная выходная мощность, Вт	4000
Поляризация	Случайная
Длина волны излучения, нм	1070
Ширина линии излучения, нм	4,5
Параметр пучка, мм*мрад	3,67
Выходной коннектор, волокно	IPG Laser QBH-типа, 200 мкм
Фокусное расстояние оптической системы, мм	300
Расчетный диаметр пятна в фокусе, мкм	600

2.2 Исследование порошка ВТ6

Предварительно перед началом эксперимента по выращиванию образцов, имеющийся порошок сплава ВТ6 был исследован на сканирующем электронном микроскопе (рисунок 2.2) в НОЦ «Нанотехнологии» ЮУрГУ. Был проведен анализ химического состава порошка (рисунок 2.3) в таблице 2.2 приведены данные испытания и сравнительные данные химического состава порошка ВТ6 по ГОСТ, а также его зарубежный аналог Ti-6Al-4V, исследованы гранулометрический состав, форма частиц порошка, а также однородность смеси.

На рисунке 2.4 мы можем наблюдать, что все частицы правильной сферической формы с ровной поверхностью, на частицах присутствует незначительное количество сателлитов. Открытой пористости на частицах не присутствует [13]. На рисунке 2.5 показано исследование гранулометрического состава порошка ВТ6. Частицы имеют размер от 40 мкм до 95 мкм, что удовлетворяет размерам порошка, применяемого в аддитивных технологиях. На рисунке 2.6 представлена морфология отдельных частиц порошка, видно, что порошок имеет две фазы в своем составе, которые образуют $\alpha+\beta$ -структуру характерную для сплава ВТ6.



Рисунок 2.2 – Сканирующей электронной микроскопии Jeol JSM-7001F, EDS Oxford INCA X-max 80, WDS Oxford INCA WAVE, EBSD и HKL

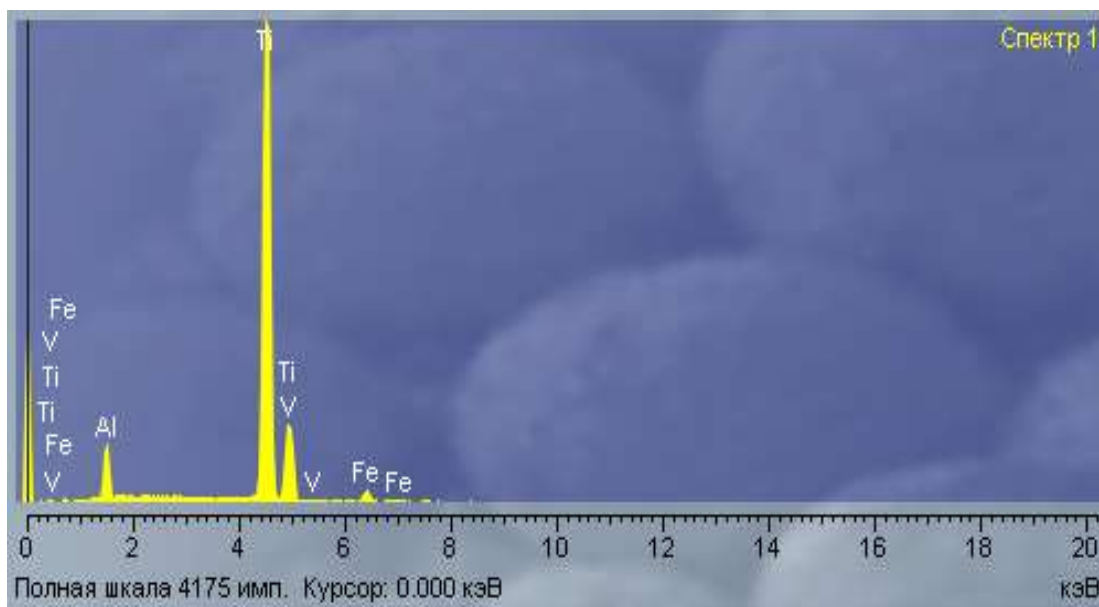


Рисунок 2.3 – Химический анализ порошка.

Таблица 2.2. Химический состав порошка ВТ6.

Материал	Химический состав, %				
	Ti	Al	V	Fe	O
Исследуемый ВТ6	90,6	5,8	3,6	-	-
ВТ6 (ГОСТ)	86,5-90,9	5,3-6,8	3,5-5,3	до 0,6	до 0,2
Ti-6Al-4V	90	6	4	до 0,25	до 0,2

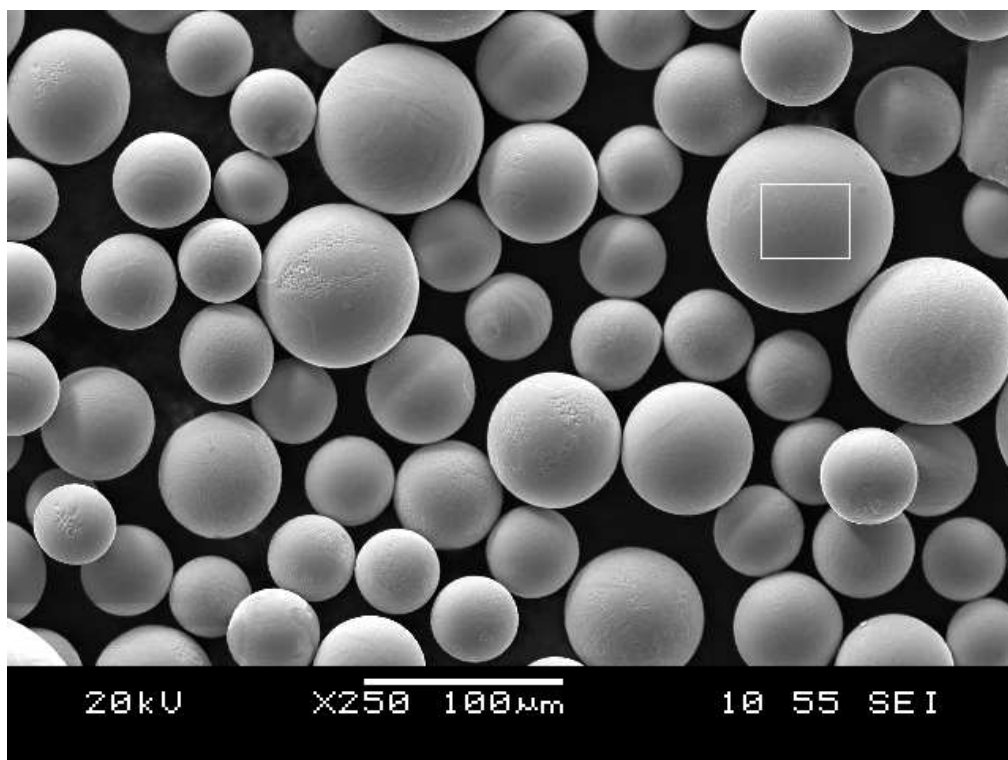


Рисунок 2.4 – Порошок ВТ6 с зоной сканирования химического состава.

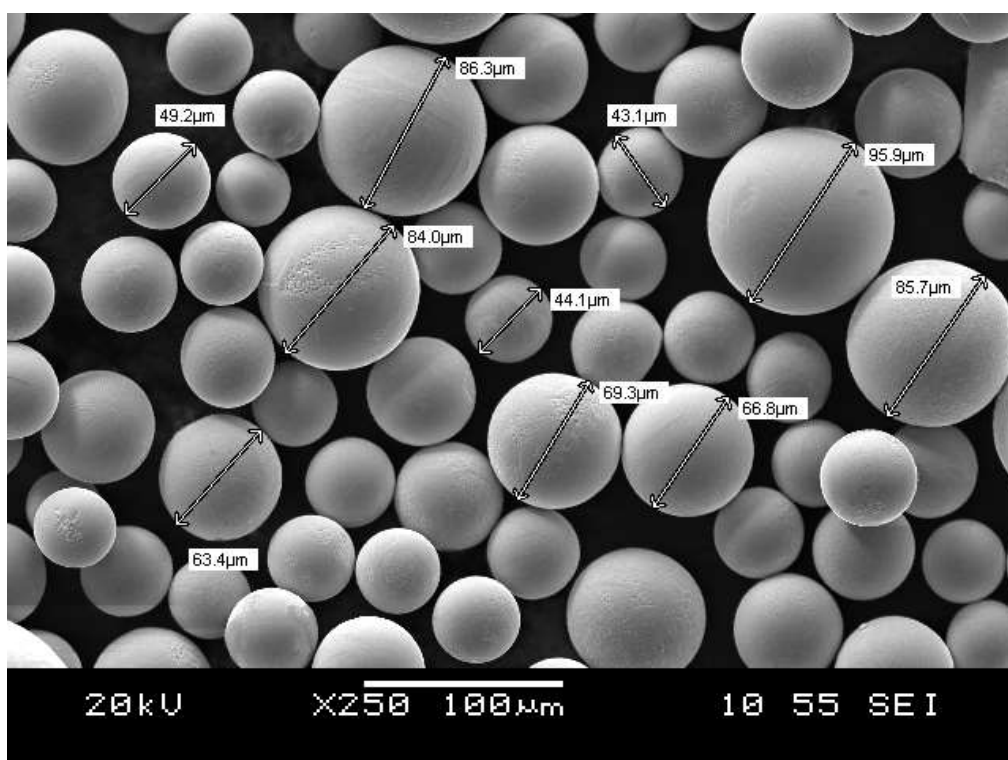


Рисунок 2.5 – Измерение гранулометрии порошка ВТ6 при увеличении в 250 раз

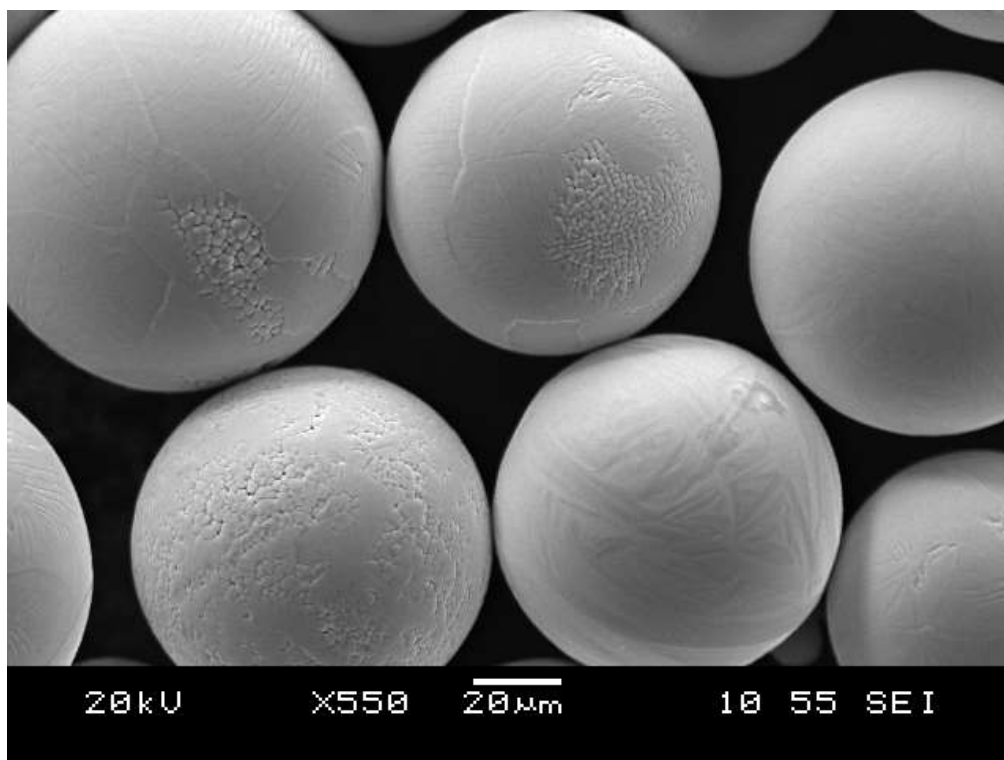


Рисунок 2.6 – Морфология частиц порошка ВТ6 при увеличении в 550 раз.

2.3 Эксперимент по выращиванию

Эксперимент по выращиванию заготовок из сплава ВТ6 заключался в том, что было разработано две методики нанесения порошка в процессе послойного выращивания:

1. Траектория нанесения параллельно, слои накладываются друг на друга (рисунок 2.7).
2. Траектория нанесения параллельно, траектории слоев попеременно смещаются на 90 градусов (рисунок 2.8).

Из результата уже проведенных ранее работ с титановыми порошками ВТ14 и ВТ23 был выбран оптимальный режим нанесения порошка (таблица 2.3), который обеспечивает нужную толщину нанесенного слоя с минимальными затратами порошкового материала.

Таблица 2.3. Режим нанесения порошка

Мощность Р, Вт	Подача порошка, г/мин	Скорость перемещения лазера, мм/с	Смещение трека в плоскости слоя, мм	Смещение трека в вертикальной плоскости, мм	Количество слоев
1800	27	25	2,5	0,3	150

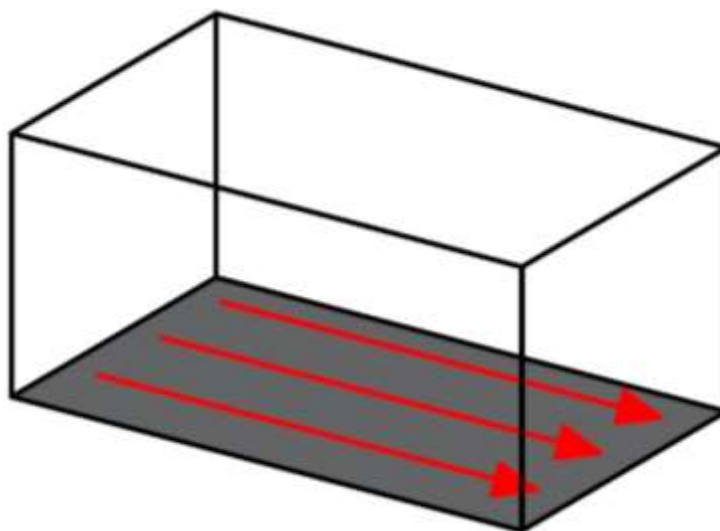


Рисунок 2.7 –

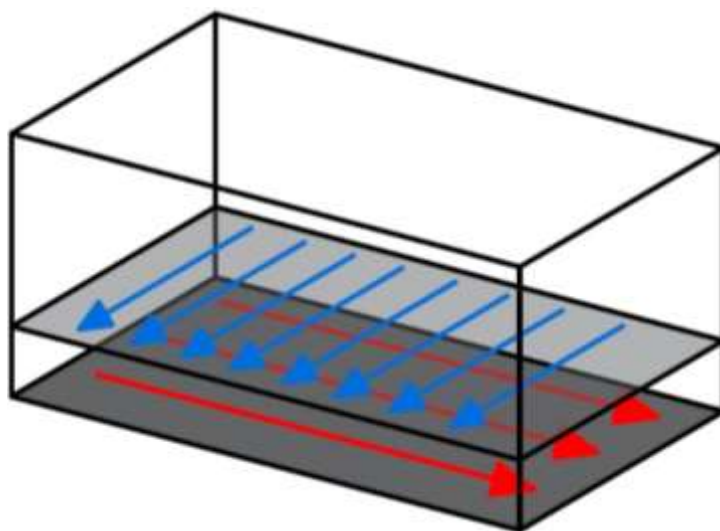


Рисунок 2.8 –

Выращивание каждого образца длилось порядка 1 часа, после чего образец оставался остывать в аргоновой среде до комнатной температуры в 20°C. На рисунке 2.9 показан образец, выращенный по первому методу, на котором имеются потеки и капли расплавленного титанового порошка,

которые образуются в ходе налипания части излишнего подаваемого порошка на уже наплавленный раскаленный выращенный образец. На рисунке 2.10 представлен образец после пескоструйной очистки поверхности от налипших частиц титанового сплава.

На рисунке 2.11 показан образец, выращенный по второму методу, на котором также имеются потеки и налипание излишнего порошкового материала, рисунок 2.12 образец после пескоструйной очистки поверхности.

На рисунке 2.10 характерно видна траектория параллельных треков, лежащих друг на друге в каждом из 150 слоев, в свою очередь на рисунке 2.12 видно, что характерные края треков присутствуют со всех сторон трапециевидного образца, так как слои попеременно смещались на 90 градусов в своем направлении на протяжении 150 слоев, толщина слоя составляет 0,3 мм.

Выращенные образцы не имеют трещин и внешних пор, представляют из себя монолитную неразрывную структуру, что доказывает переплавляемость и надежное сращение уже нанесенного материала с подаваемым порошком в центр пятна лазерного излучения. [2]



Рисунок 2.9 – Образец выращенный по первой методике после остывания.



Рисунок 2.10 – Образец выращенный по первой методике после пескоструйной очистки поверхности



Рисунок 2.11 – Второй образец сразу после остывания.



Рисунок 2.12 – Второй образец после пескоструйной очистки поверхности.

3. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУР

3.1 Исследование на металлографическом микроскопе

Исследование микроструктур двух выращенных образцов было разделено на два этапа: исследование на металлографическом микроскопе и на сканирующем электронном микроскопе. Для начала были получены из каждой заготовки по три образца, для исследования микроструктуры по разным направлениям роста и нанесения треков на рисунке 3.1 представлены плоскости исследования.

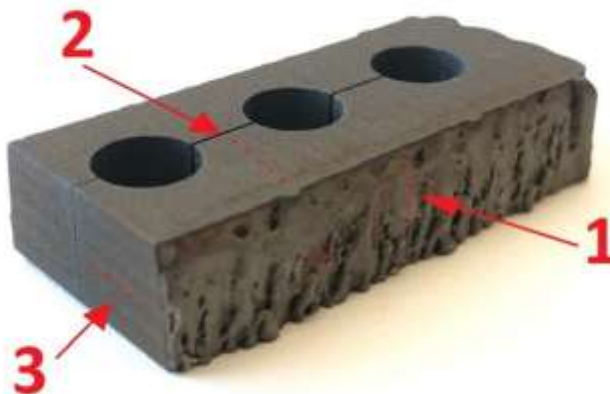
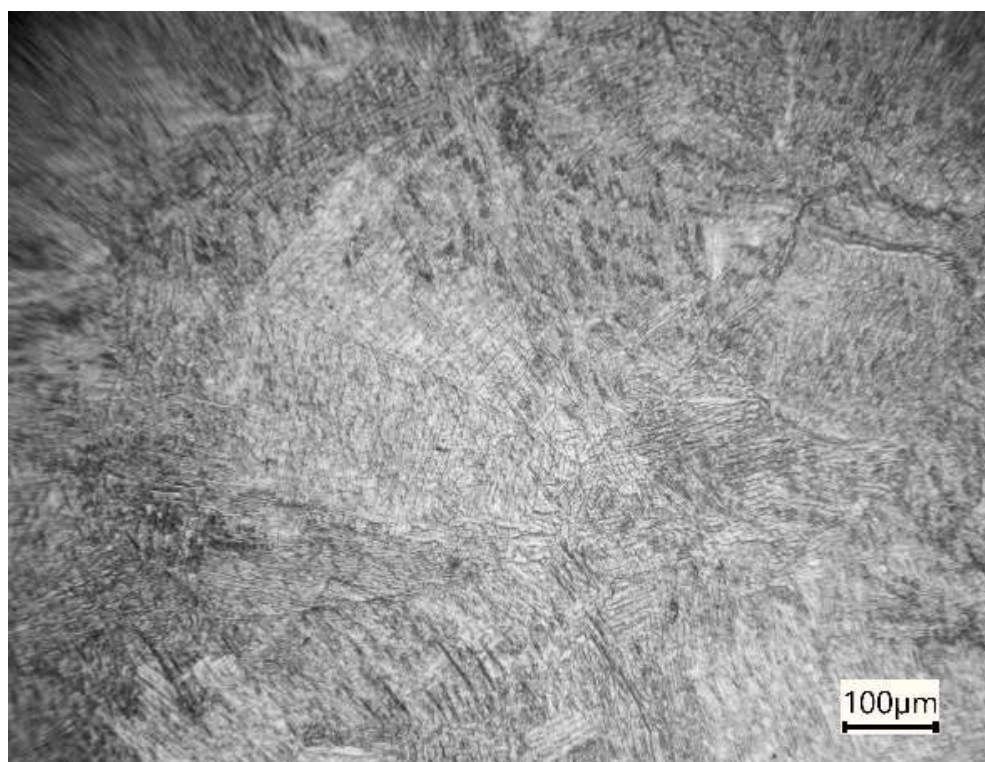


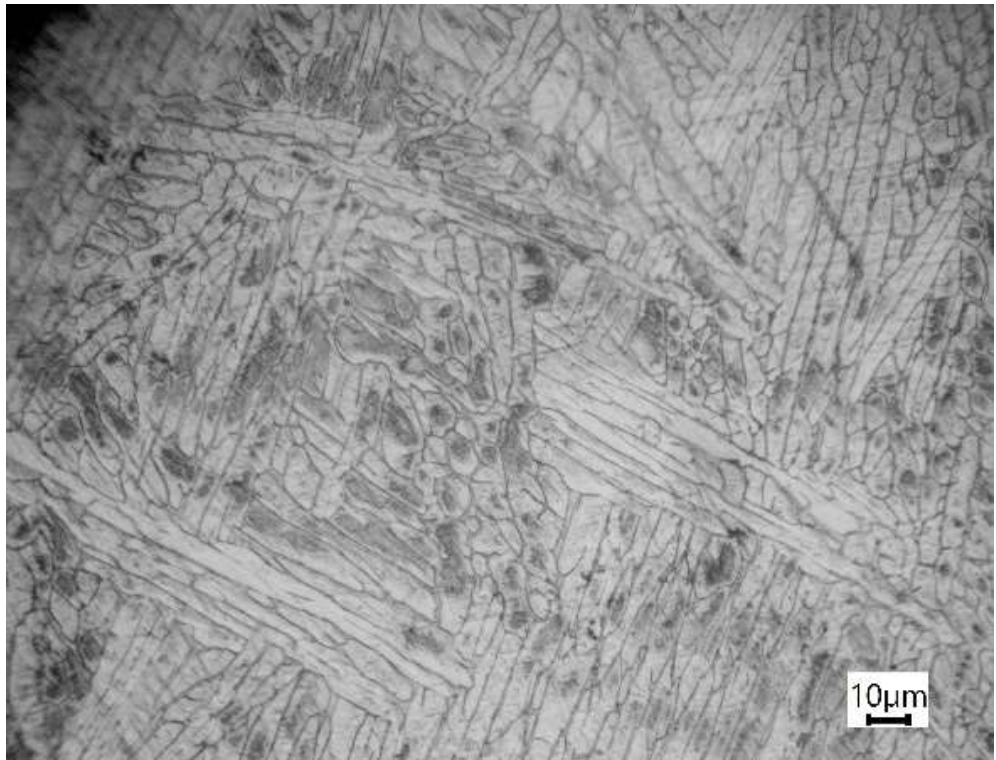
Рисунок 3.1 – Направления исследования микроструктур в образцах.

Так направление «1» позволяет наблюдать структуру роста образцов в вертикальном направлении, при изучении направления «2» мы можем наблюдать нанесенные треки материала сверху, а направление «3» позволяет проследить структуру по длине трека сбоку. Микроструктуры первого образца по направлению «1» под увеличением 100 на рисунке 3.2(а), под увеличением 500 на рисунке 3.2(б). Микроструктуры первого образца по направлению «2» под увеличением 100 на рисунке 3.3(а), под увеличением 500 на рисунке 3.3(б). Микроструктуры первого образца по направлению «3» под увеличением 100 на рисунке 3.4(а), под увеличением 500 на рисунке 3.4(б).

Микроструктуры второго образца по направлению «1» под увеличением 100 на рисунке 3.5(а), под увеличением 500 на рисунке 3.5(б). Микроструктуры второго образца по направлению «2» под увеличением 100 на рисунке 3.6(а), под увеличением 500 на рисунке 3.6(б). Микроструктуры второго образца по направлению «3» под увеличением 100 на рисунке 3.7(а), под увеличением 500 на рисунке 3.7(б).

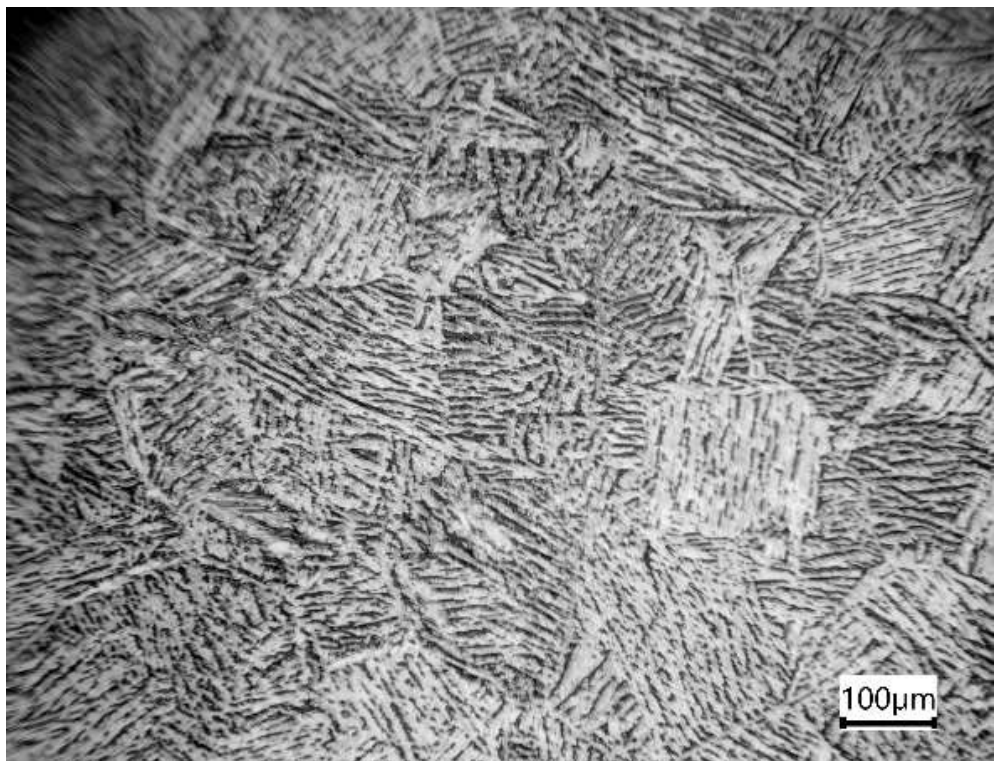


а)

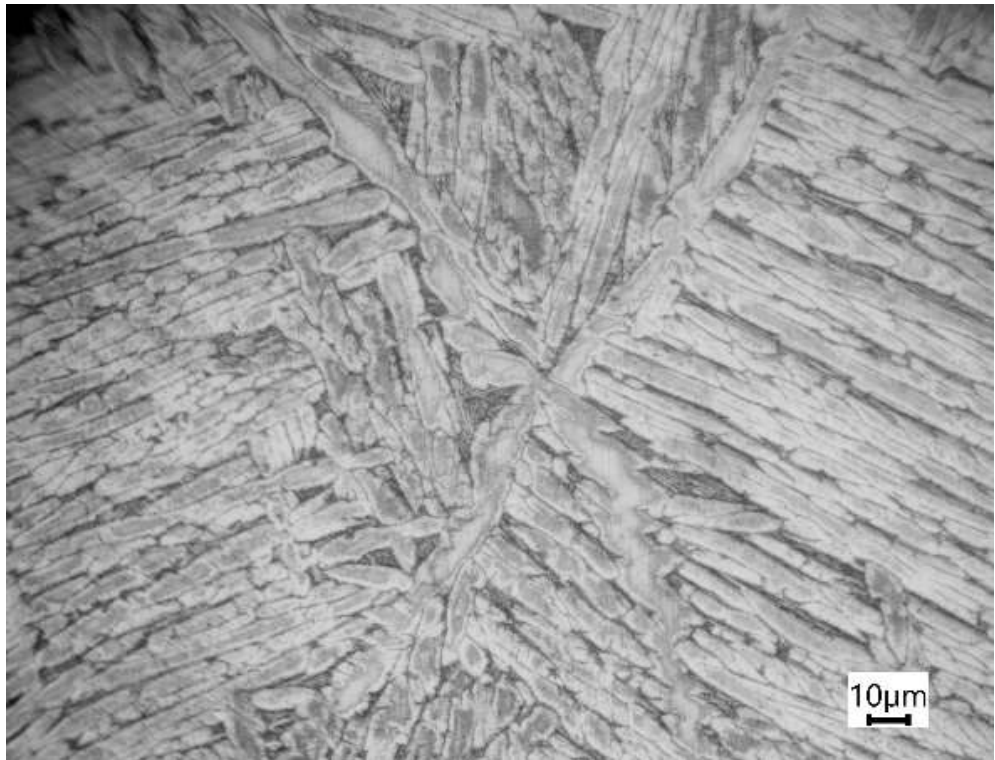


б)

Рисунок 3.2 – Микроструктура первого образца в направлении «1»: а – под увеличением 100, б – под увеличением 500.

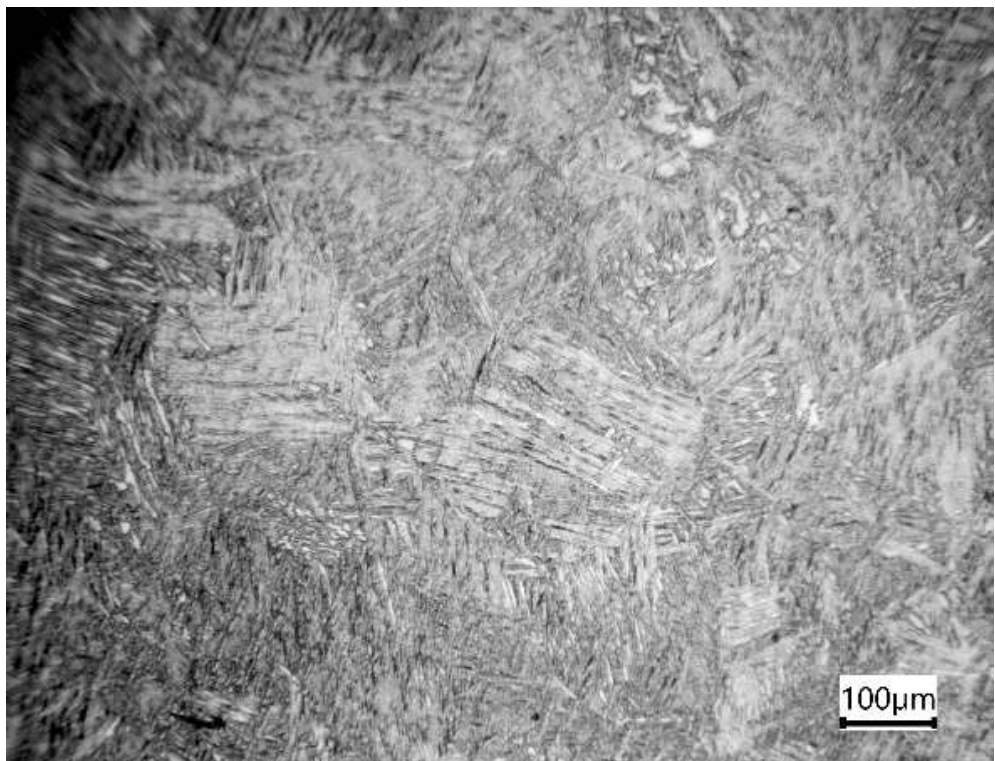


а)

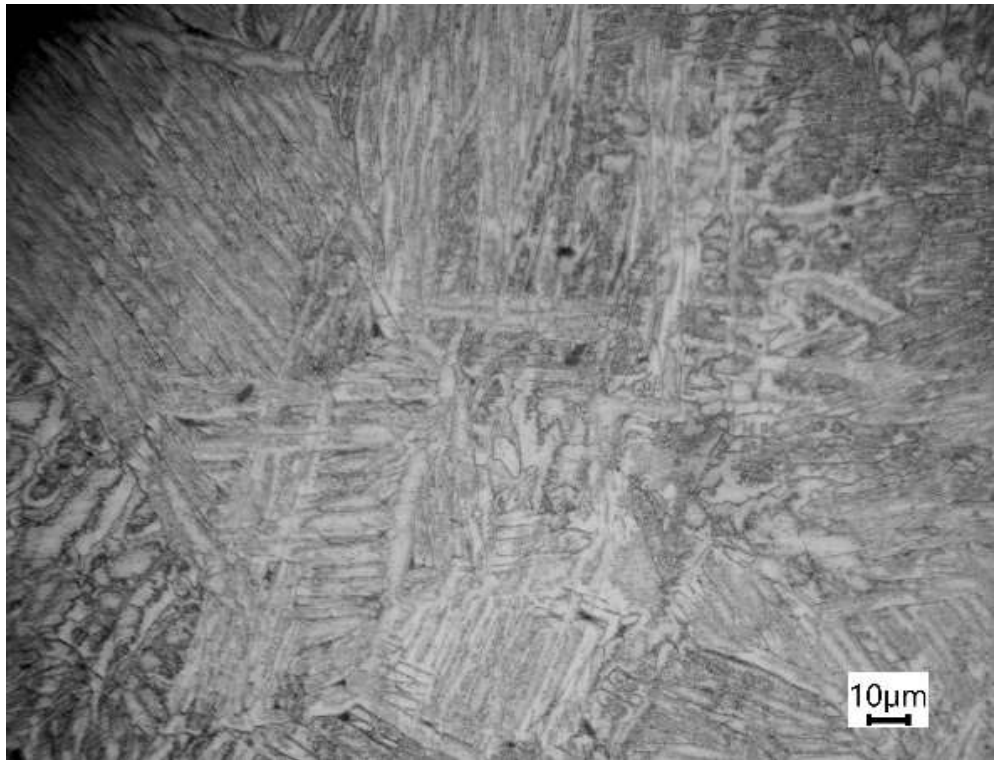


б)

Рисунок 3.3 – Микроструктура первого образца в направлении «2»: а – под увеличением 100, б – под увеличением 500.

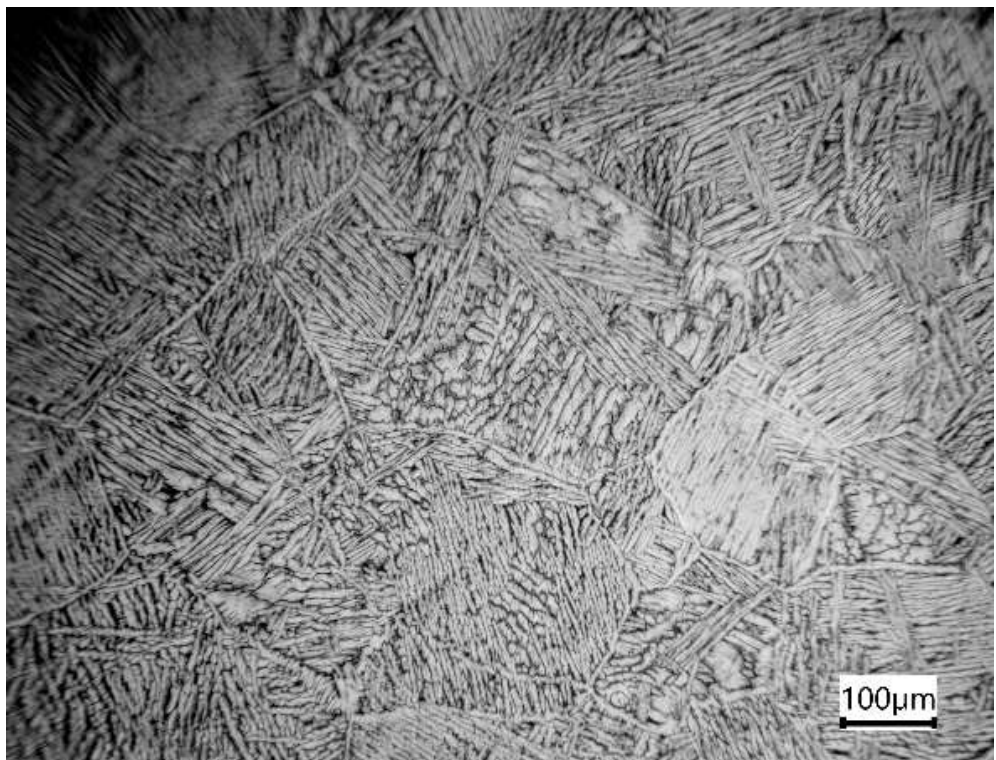


а)

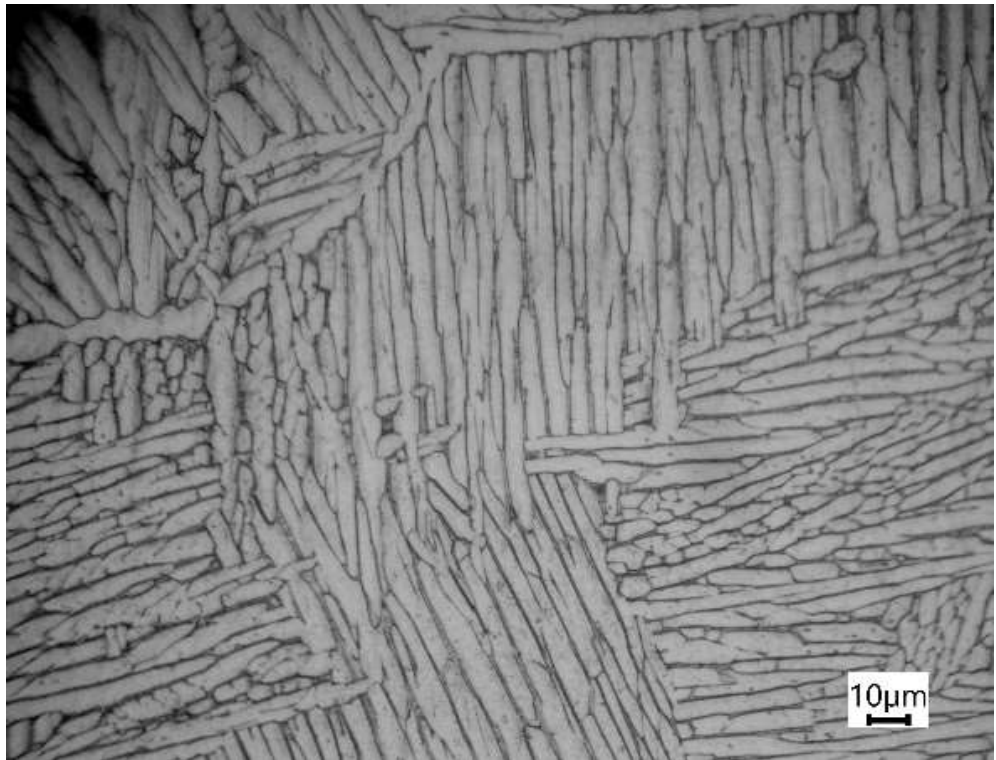


б)

Рисунок 3.4 – Микроструктура первого образца в направлении «3»: а – под увеличением 100, б – под увеличением 500.

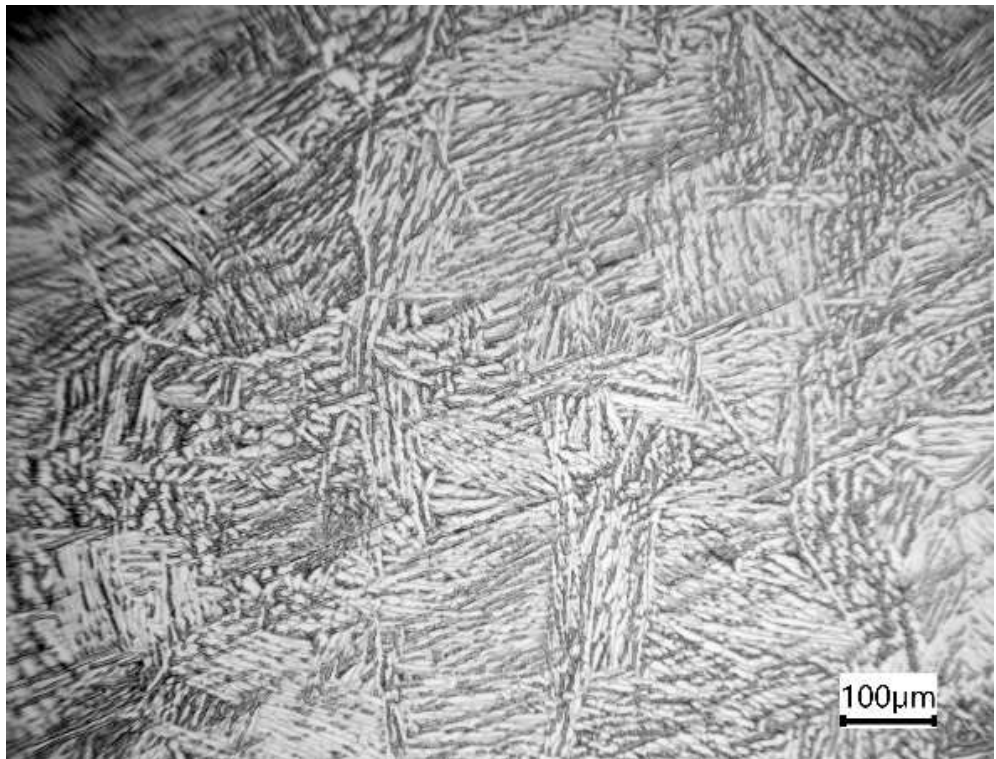


а)

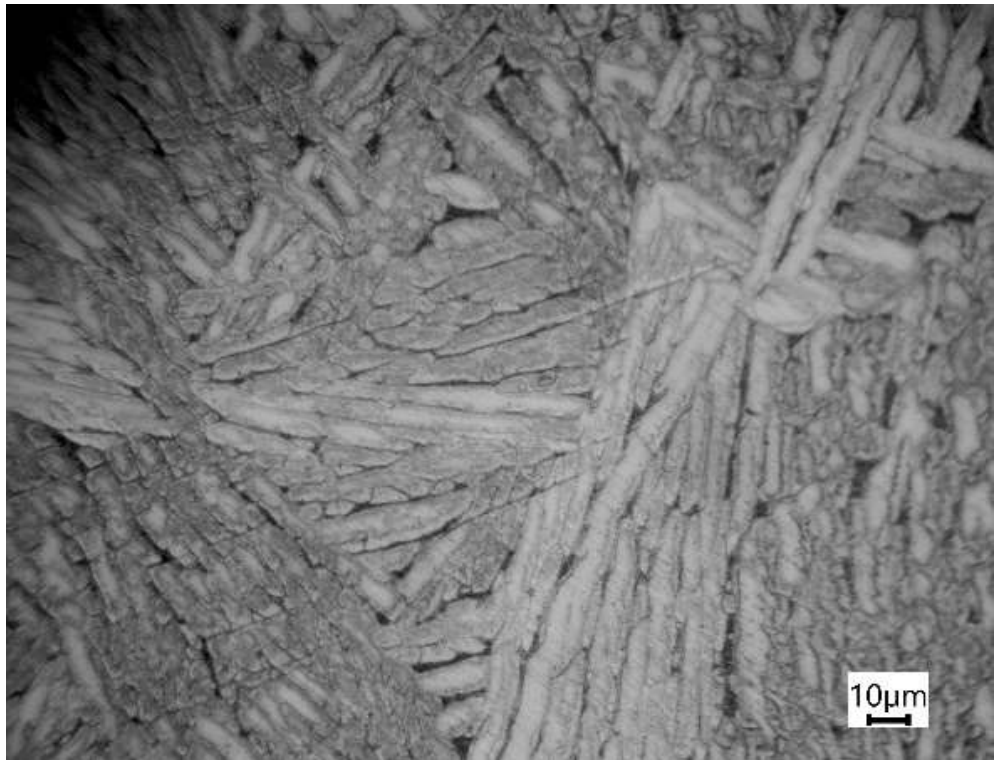


б)

Рисунок 3.5 – Микроструктура второго образца в направлении «1»: а – под увеличением 100, б – под увеличением 500.

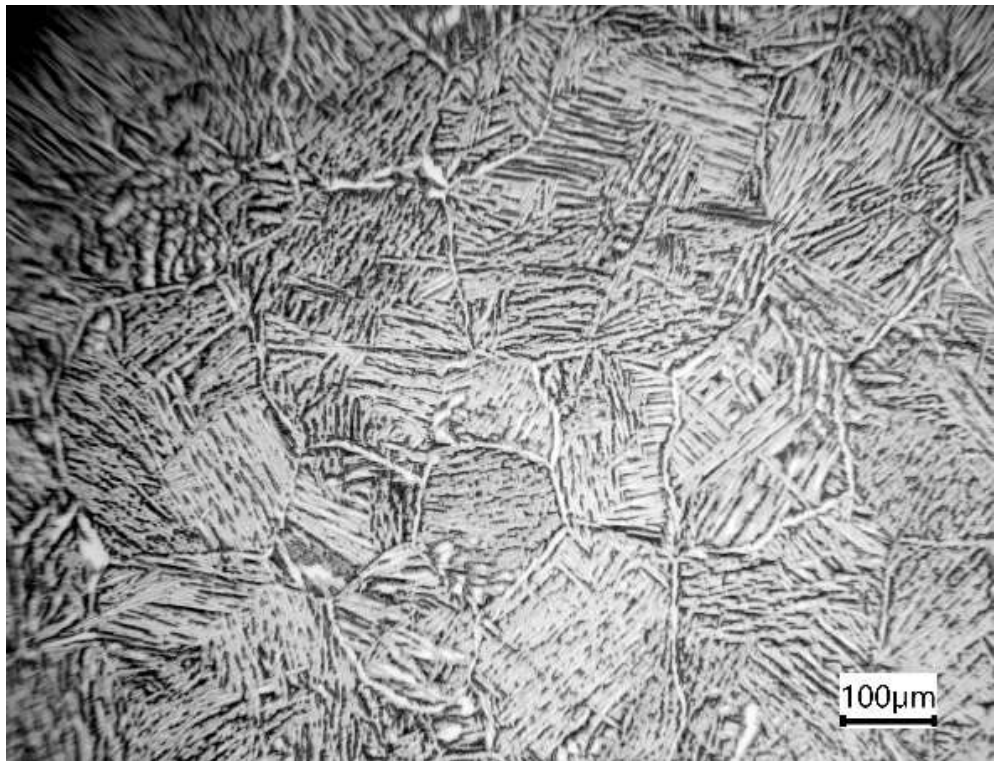


а)

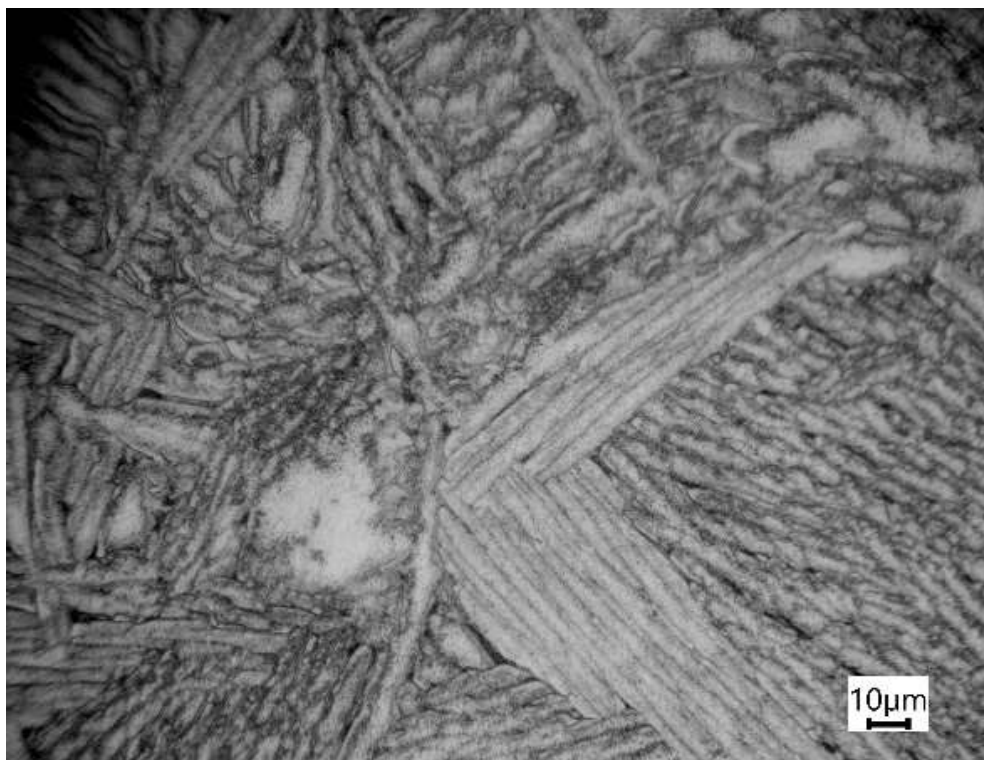


б)

Рисунок 3.6 – Микроструктура второго образца в направлении «2»: а – под увеличением 100, б – под увеличением 500.



а)



б)

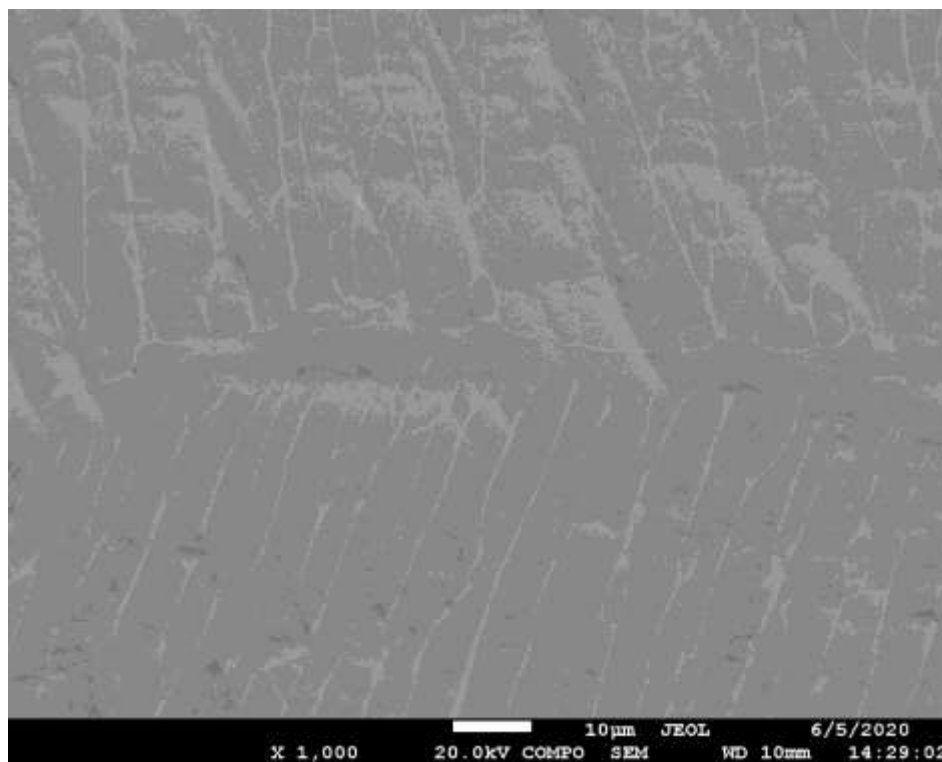
Рисунок 3.7 – Микроструктура второго образца в направлении «3»: а – под увеличением 100, б – под увеличением 500.

Металлографические исследования образцов под увеличениями 100 и 500 показывают, что структуры образцов во всех трех направлениях исследования однородны, не имеют явных признаков расслоения на отдельные треки, рост зерен переходит из одного нанесенного трека в другой. Структура образцов представляет из себя $\alpha+\beta$ сплав мартенситного типа. Пористость образцов не превышает 0,02% исследуемых образцов [14-16].

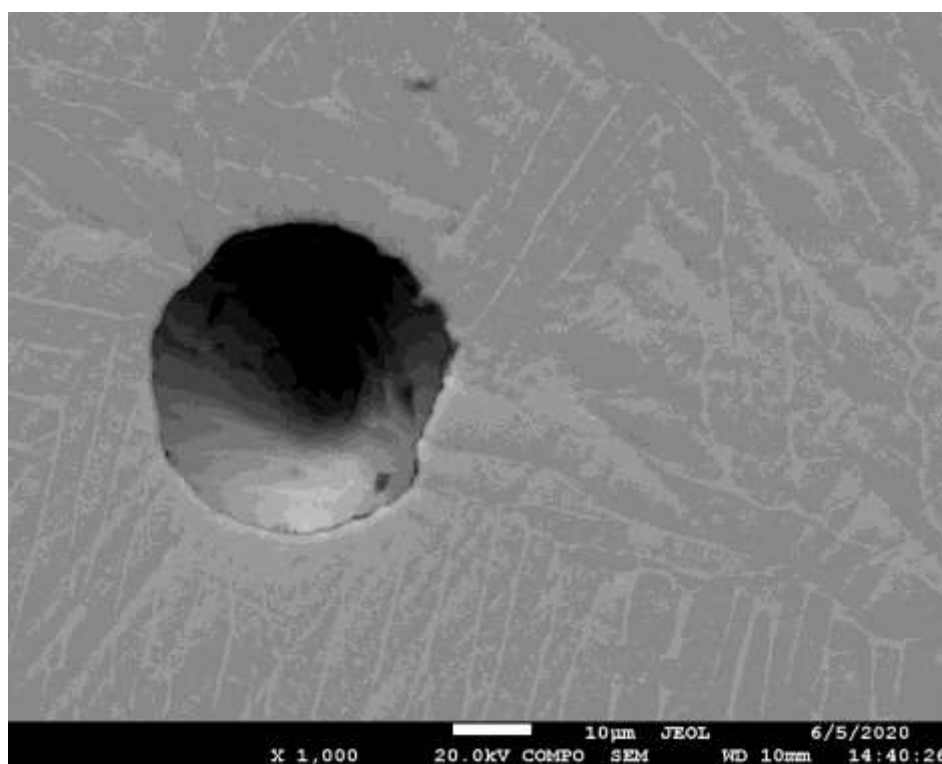
3.2 Исследования на сканирующем электронном микроскопе

Далее были проведены исследования образцов на сканирующем электронном микроскопе, были изучены микроструктуры на однородность, был проведен поиск пор и сравнительный химический анализ однородных участков микроструктуры с участками, на которых были обнаружены поры. Сравнение микроструктур первого и второго образцов под увеличением 1000 показали, что в образцах идентичная микроструктура не зависимо от направления нанесения треков в них. Микроструктуры первого и второго

образцов по направлению «1» представлены на рисунке 3.8, по направлению «2» на рисунке 3.9, по направлению «3» на рисунке 3.10.

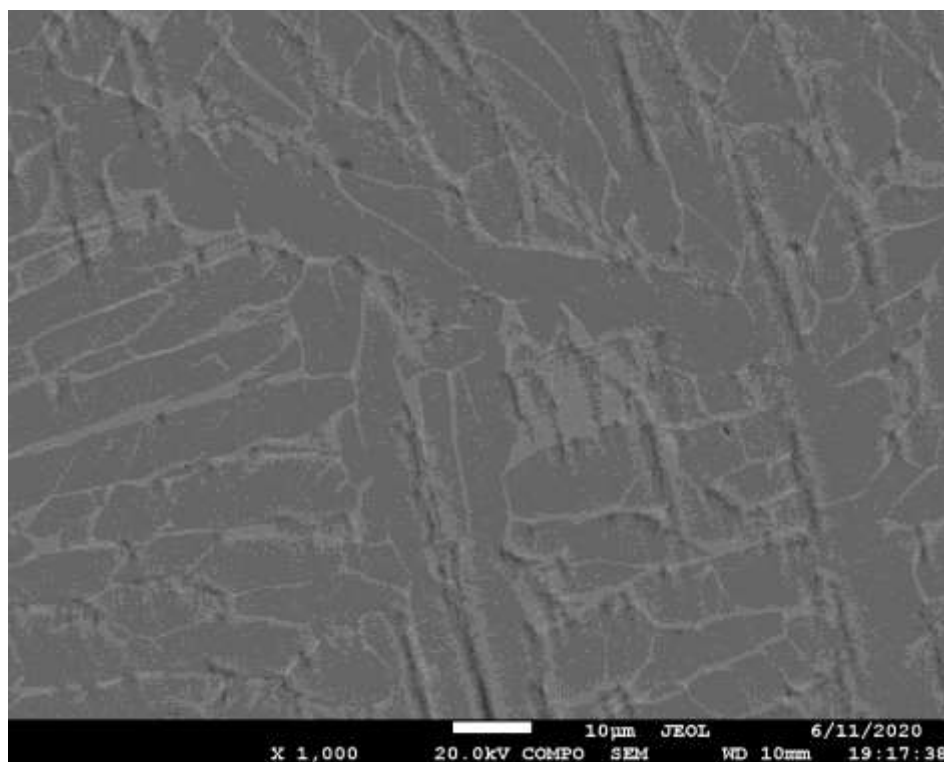


а)

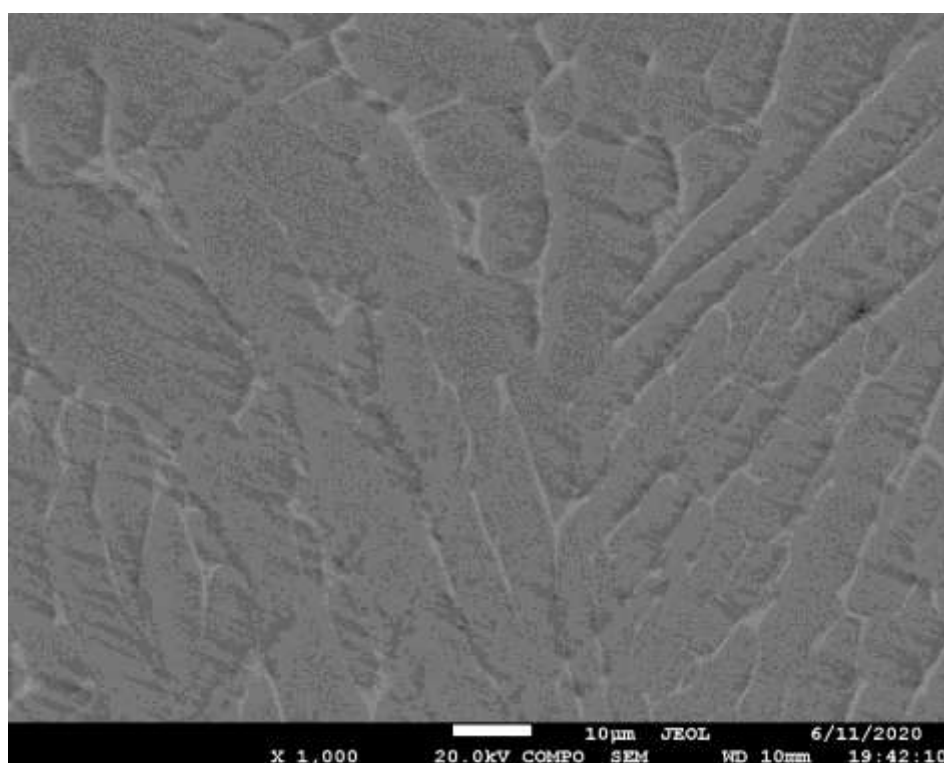


б)

Рисунок 3.8 – Сравнение микроструктур направление «1»: а – первый образец, б – второй образец.

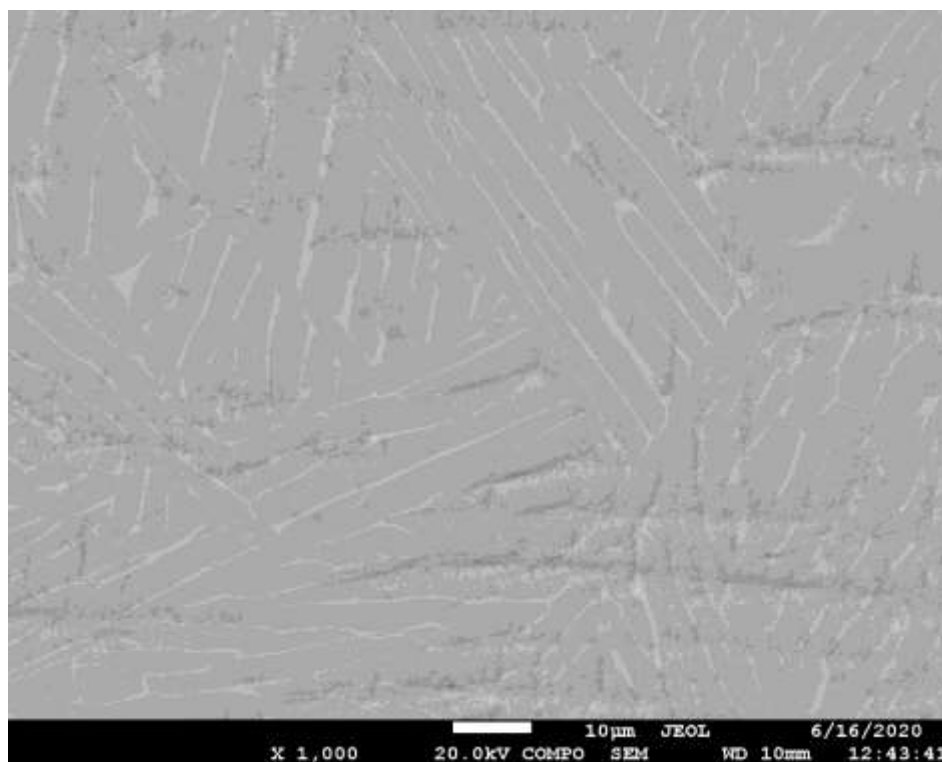


а)

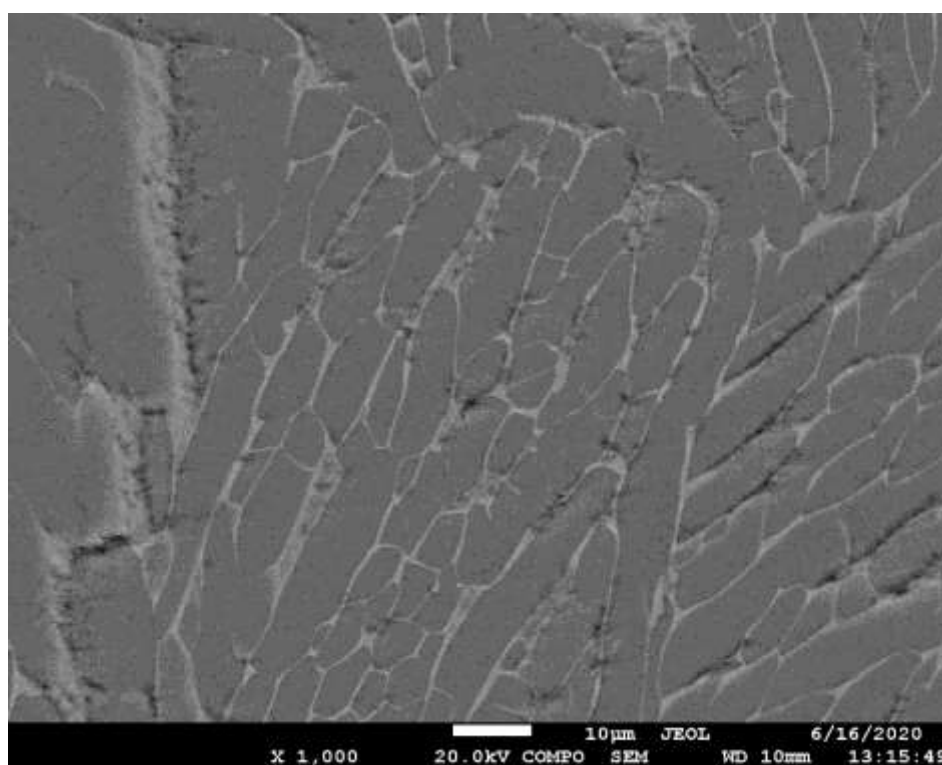


б)

Рисунок 3.9 – Сравнение микроструктур направление «2»: а – первый образец, б – второй образец.



а)



б)

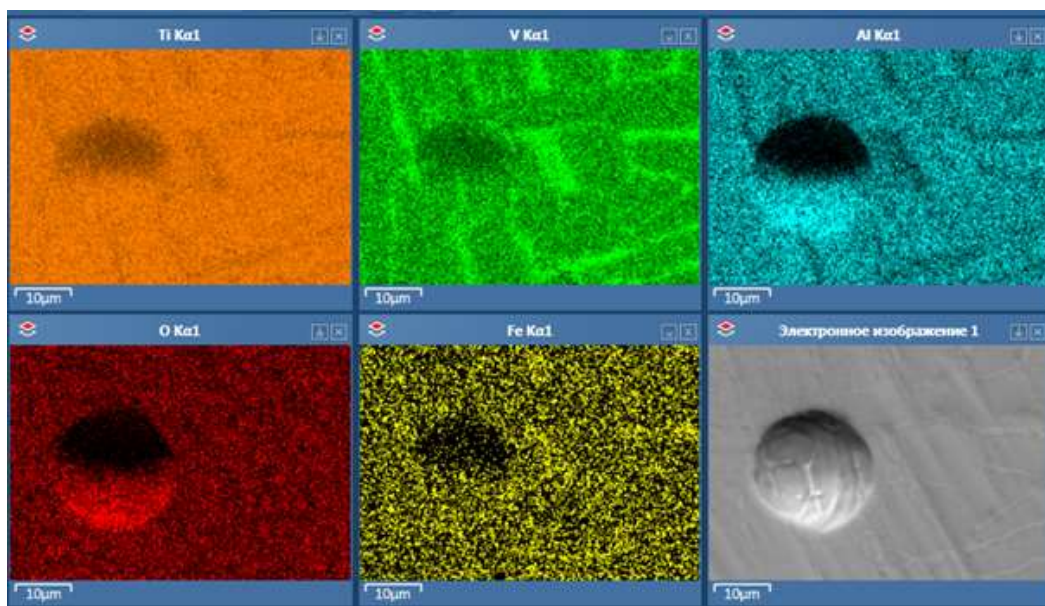
Рисунок 3.10 – Сравнение микроструктур направление «З»: а – первый образец, б – второй образец.

3.3 Химический анализ полученных структур

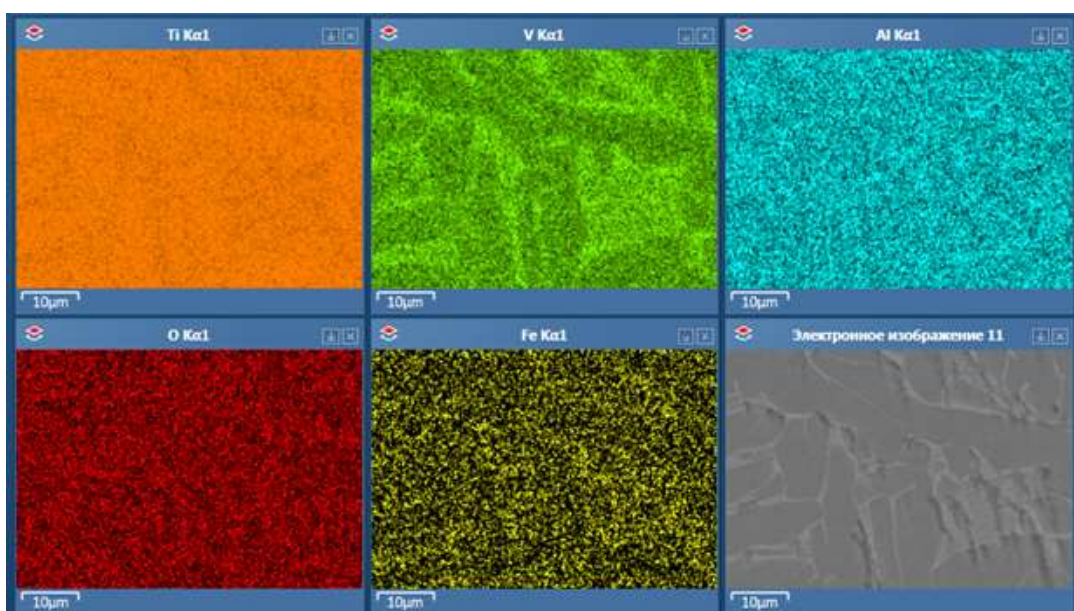
Далее был проведен химический анализ и составлены карты распределения химических элементов в полученных образцах, а также проведен сравнительный химический анализ однородной структуры со структурой имеющую поры. В таблице 3.1 представлены результаты сравнения химического анализа первого и второго образца. На рисунке 3.11 представлены карты распределения химических элементов в зоне сканирования первого образца, так мы можем видеть, что область поры не отличается по химическому составу от однородной области. На рисунке 3.12 представлены карты распределения химических элементов в зоне сканирования второго образца, также как и в первом образце химический состав области возле и внутри поры не отличается от однородной структуры. По характеру пор в первом и втором образце, представленных на рисунке 3.13, можно определить, что поры образованы во время сплавления и имеют ровную округлую форму, что дает нам понять, что внутри поры заключался газ, а именно аргон, так как он использовался в качестве защитной среды. Среднее количество пор в образцах не превышает 0,02% [14], этим подтверждается теория о том, что изделия, полученные аддитивными технологиями, имеют такую же однородную структуру что и литые изделия.

Таблица 3.1. Результаты сравнительного химического анализа.

Mass %		Al	Si	Ti	V	Fe	Сумма
1 образец	С порой	5.91	0.13	89.09	4.66	0.22	100.00
	Без пор	5.98	0.09	89.15	4.58	0.20	100.00
2 образец	С порой	5.86	0.11	89.25	4.64	0.15	100.00
	Без пор	5.92	0.12	89.48	4.29	0.18	100.00

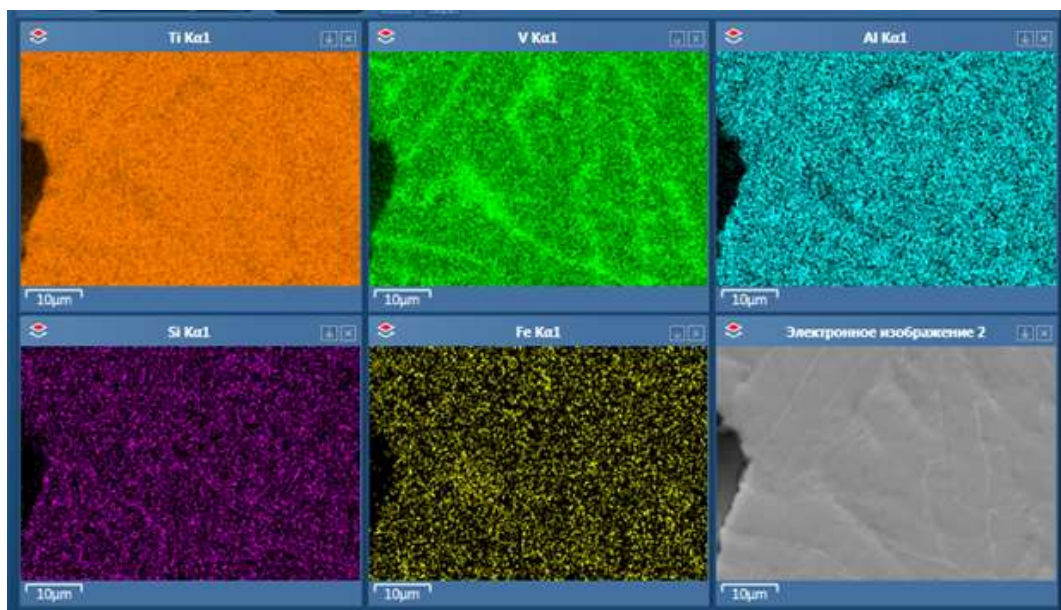


а)

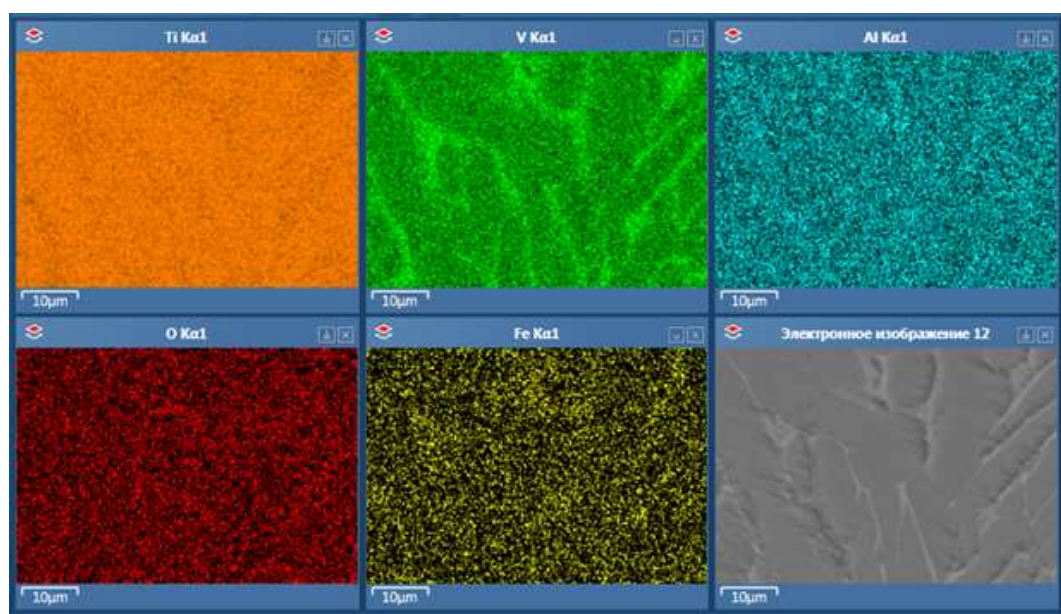


б)

Рисунок 3.11 – Карты распределения химических элементов в зоне сканирования первого образца: а – зона поры, б – однородная зона.

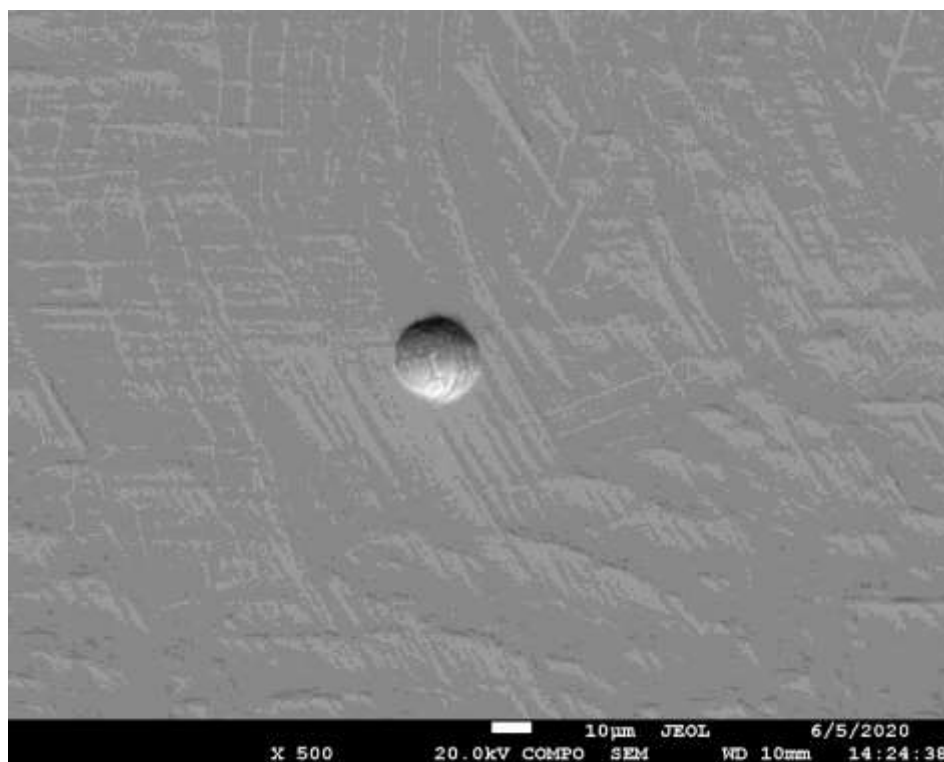


а)

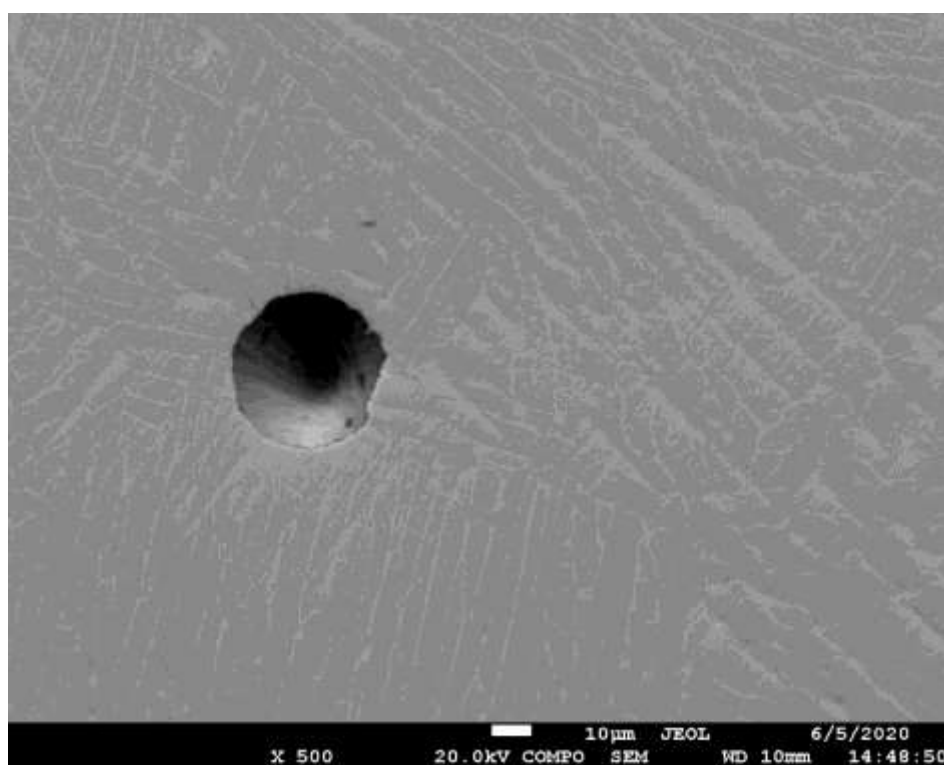


б)

Рисунок 3.12 – Карты распределения химических элементов в зоне сканирования второго образца: а – зона поры, б – однородная зона.



а)



б)

Рисунок 3.13 – Геометрическая форма пор: а – первый образец, б – второй образец.

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Следующим этапом эксперимента было получение образцов для испытания на сжатие. Из двух выращенных образцов было получено четыре группы образцов, с разными направлениями траекторий треков и слоев: параллельная, перпендикулярная, вертикальная, смешанная. На рисунке 4.1 представлен образец для испытания на сжатие, который был вырезаны на электроэрозионном станке с ЧПУ, размеры образцов для сжатия: высота 10 мм, диаметр 8 мм.



Рисунок 4.1 – Готовый образец для испытания на сжатие.

4.1 Оборудование для испытания на сжатие

Для проверки механических свойств выращенных образцов из титанового сплава ВТ6, были проведены испытания на сжатие для проверки максимально возможного напряжения, при котором образцы разрушаются. Нагружение задавалось с помощью испытательной машины INSTRON 5882 (рисунок 4.2), максимальное нагружение равняется 10 тоннам, скорость деформации 2 мм/минуту. Для каждого образцов, выращенных по разным траекториям, была проведена серия из трех нагружений, результаты которых приведены ниже.



Рисунок 4.2 – Испытательная машина INSTRON 5882.

4.2 Группа «параллельная»

Первая группа образцов была выращенная по траектории, представленной на рисунке 4.3, треки лежат параллельно в основании направления роста образца, слои накладываются друг на друга без смещения. На рисунке 4.4 представлены сравнительные графики зависимости «Напряжения» от «Деформации» до полного разрушения образцов, на рисунке 4.5 представлены сравнительные графики «Силы» от «Деформации». В таблице 4.1 представлены максимальные показатели испытания для образцов группы.

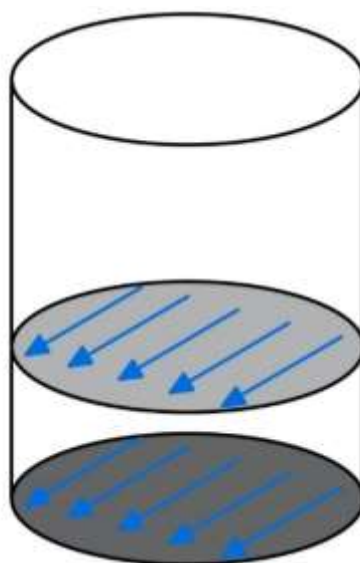


Рисунок 4.3 – Расположение треков роста в образцах группы «параллельная»

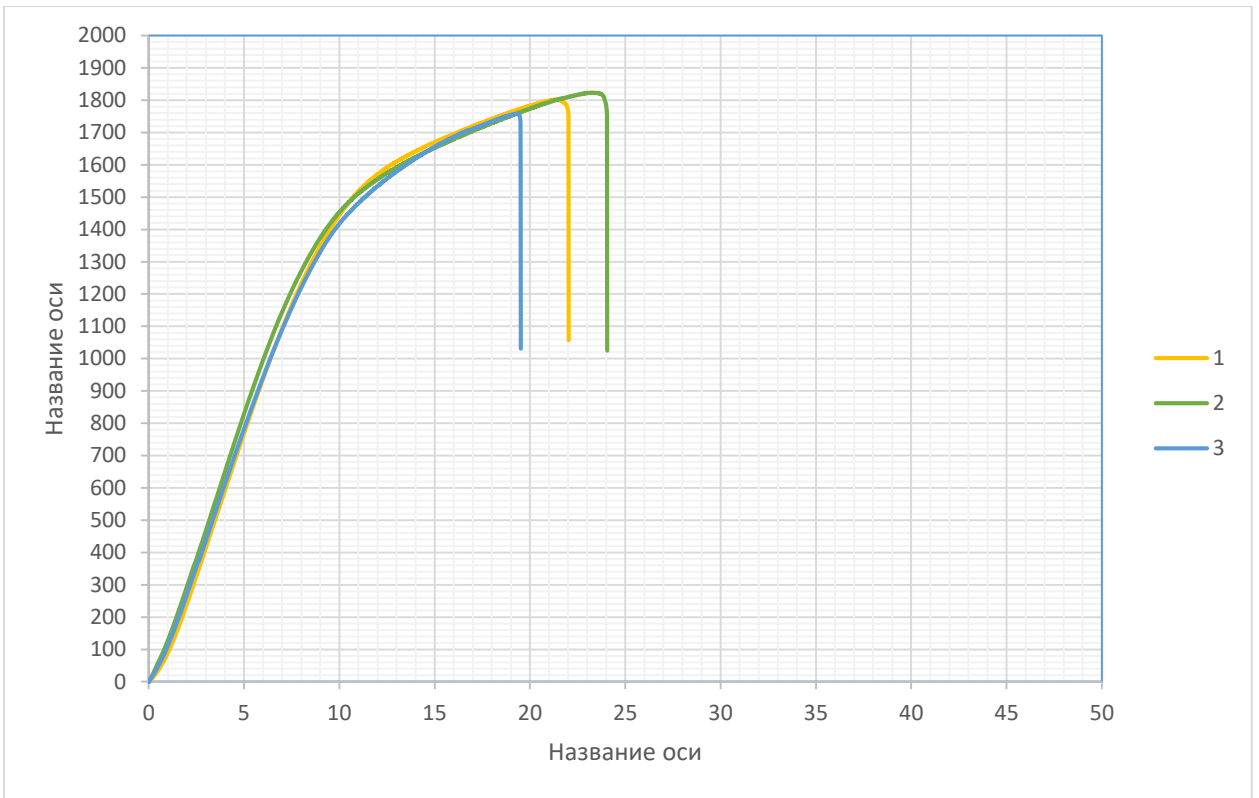


Рисунок 4.4 – Графики зависимости Напряжения от Деформации для образцов группы «параллельная»

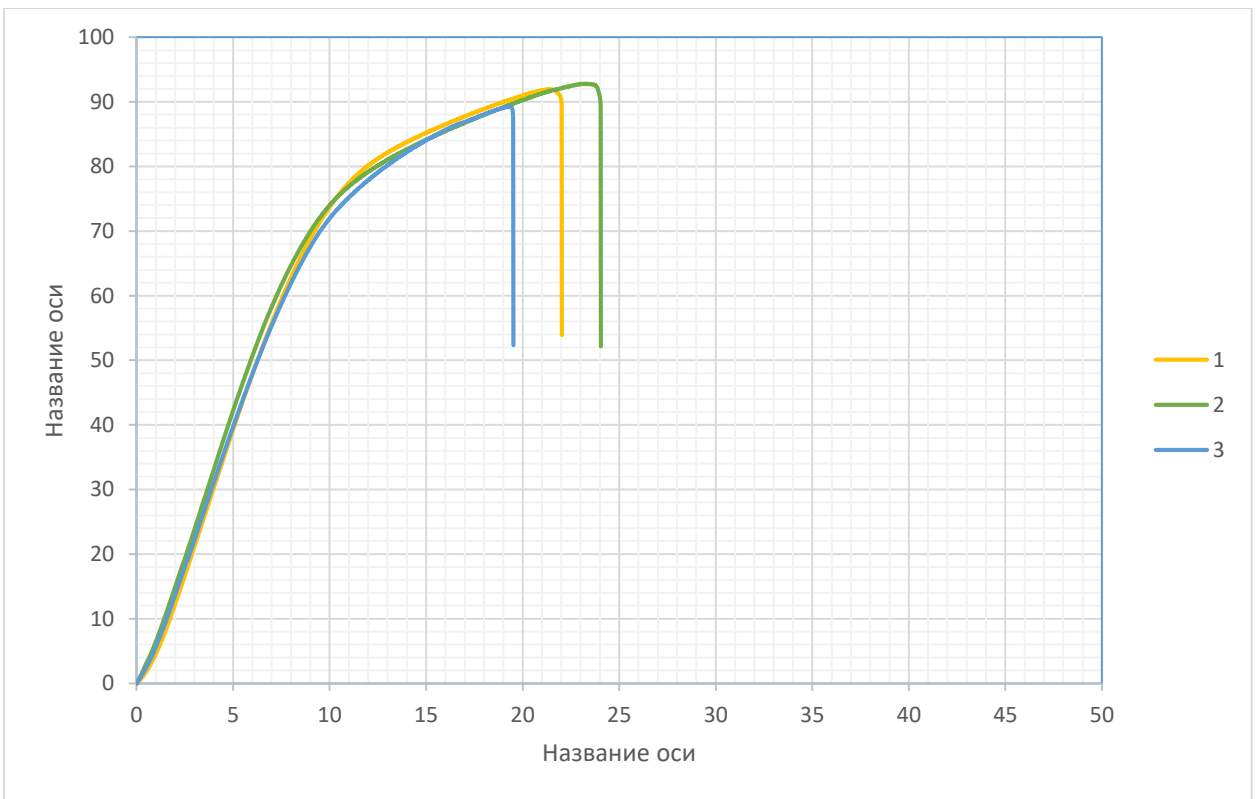


Рисунок 4.5 – Графики зависимости Силы от Деформации для образцов группы «параллельная»

Таблица 4.1. Максимальные значения показателей в образцах группы «параллельная»

	Сила, кН	Деформация, %	Модуль Юнга, МПа	Напряжение на сжатие, МПа
1	91,94	21,39	17745,07	1801,9
2	92,8	23,25	17907,82	1823,3
3	89,23	19,3	17273,47	1757,57
Среднее	91,32	21,31	17642,12	1794,25

4.3 Группа «перпендикулярная»

Вторая группа образцов была выращенная по траектории, представленной на рисунке 4.6, треки лежат параллельно в основании направления роста образца, слои накладываются друг на друга со смещением на 90°. На рисунке 4.7 представлены сравнительные графики зависимости «Напряжения» от «Деформации» до полного разрушения образцов, на рисунке 4.8 представлены сравнительные графики «Силы» от «Деформации». В таблице 4.2 представлены максимальные показатели испытания для образцов группы.

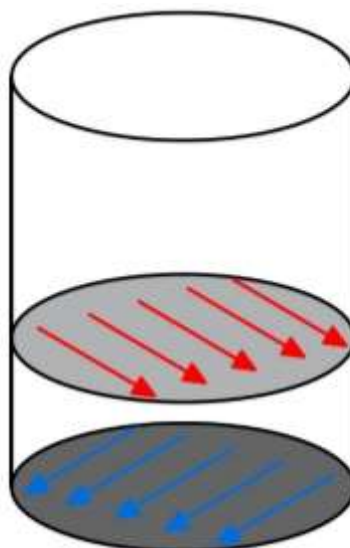


Рисунок 4.6 – Расположение треков роста в образцах группы «перпендикулярная»

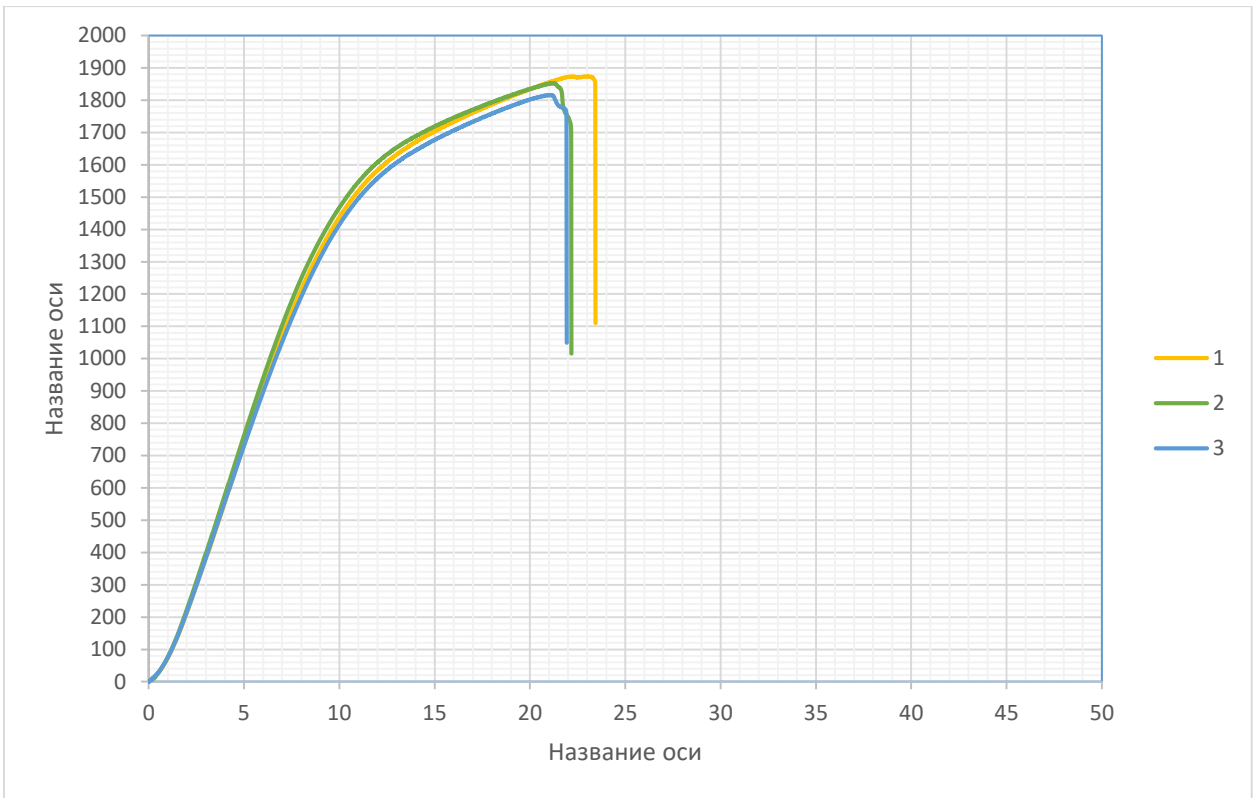


Рисунок 4.7 – Графики зависимости Напряжения от Деформации для образцов группы «перпендикулярная»

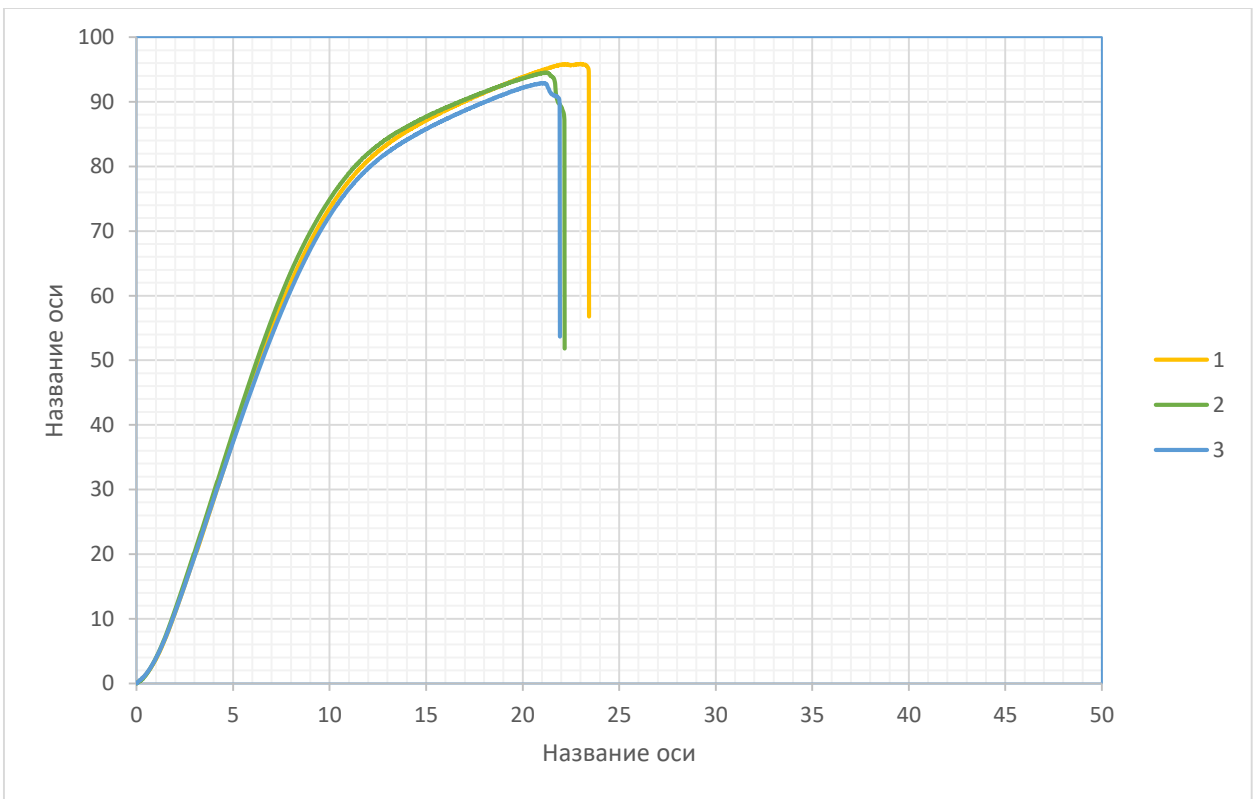


Рисунок 4.8 – Графики зависимости Силы от Деформации для образцов группы «перпендикулярная»

Таблица 4.2. Максимальные значения показателей в образцах группы «перпендикулярная»

	Сила, кН	Деформация, %	Модуль Юнга, МПа	Напряжение на сжатие, МПа
1	95,87	23,0	17520,64	1874,31
2	94,53	21,18	18051,9	1852,79
3	92,9	21,13	17461,84	1816,17
Среднее	94,43	21,77	17678,13	1847,76

4.4 Группа «вертикальная»

Третья группа образцов была выращенная по траектории, представленной на рисунке 4.9, треки лежат параллельно направлению оси роста образца, слои накладываются друг на друга без смещения. На рисунке 4.10 представлены сравнительные графики зависимости «Напряжения» от «Деформации» до полного разрушения образцов, на рисунке 4.11 представлены сравнительные графики «Силы» от «Деформации». В таблице 4.3 представлены максимальные показатели испытания для образцов группы.

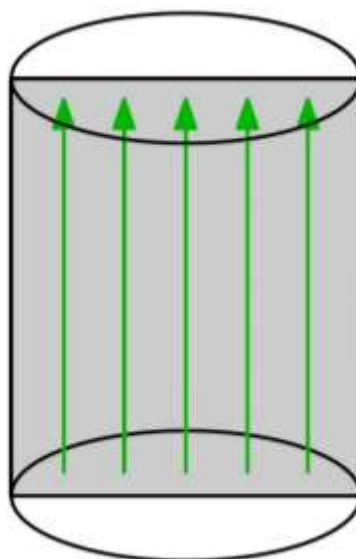


Рисунок 4.9 – Расположение треков роста в образцах группы «вертикальная»

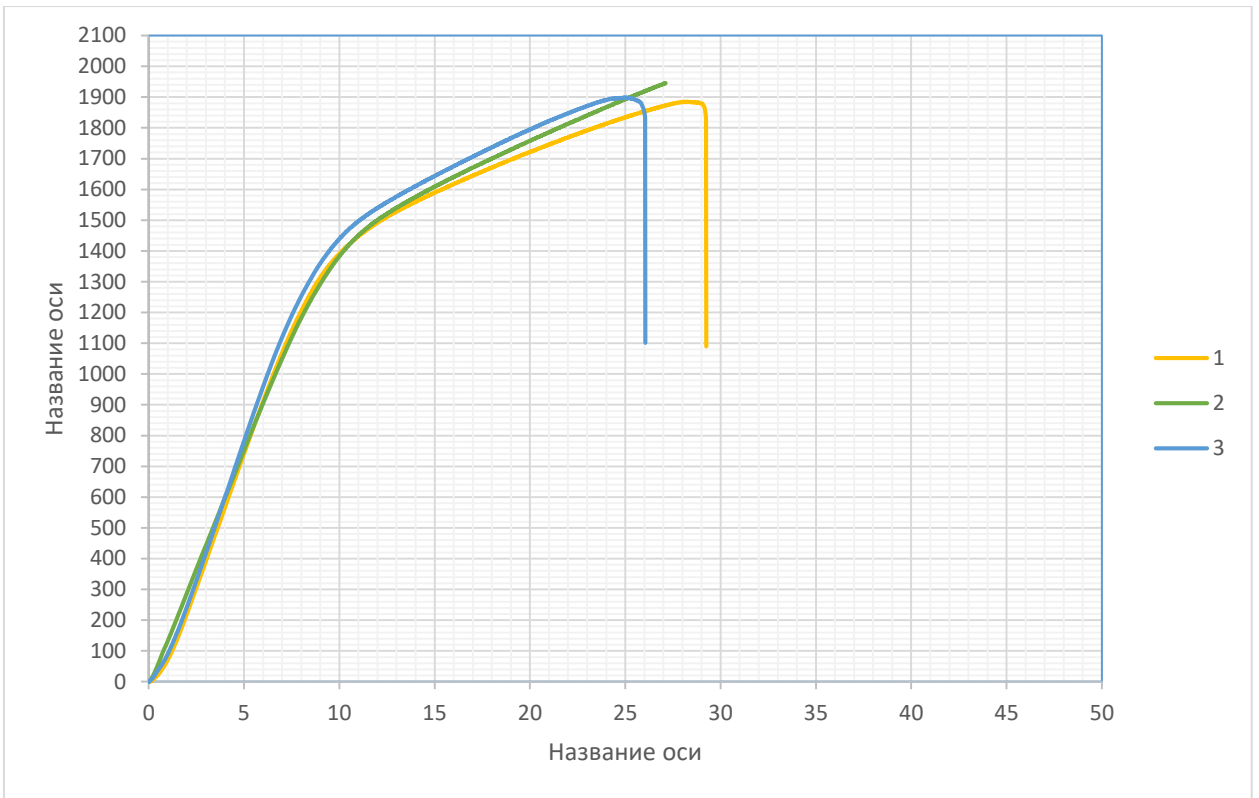


Рисунок 4.10 – Графики зависимости Напряжения от Деформации для образцов группы «вертикальная»

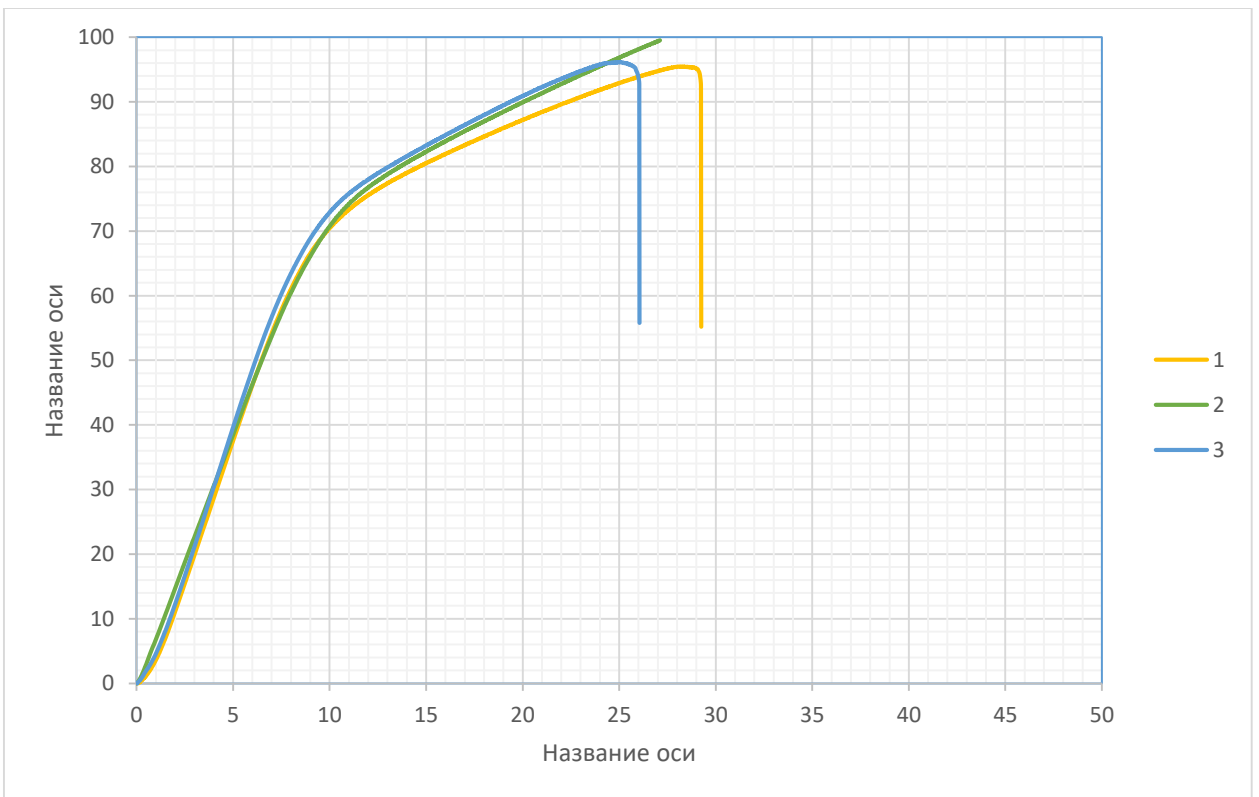


Рисунок 4.11 – Графики зависимости Силы от Деформации для образцов группы «вертикальная»

Таблица 4.3. Максимальные значения показателей в образцах группы «вертикальная»

	Сила, кН	Деформация, %	Модуль Юнга, МПа	Напряжение на сжатие, МПа
1	95,47	28,1	17442,67	1885,09
2	99,52	27,11	15388,07	1945,72
3	96,16	25,09	18163,14	1898,74
Среднее	97,05	26,76	16997,96	1909,85

4.5 Группа «смешанная»

Четвертая группа образцов была выращенная по траектории, представленной на рисунке 4.12, треки лежат параллельно в основании направления роста образца, а также пересекаются с треками, лежащими параллельно направлению оси роста образца. На рисунке 4.13 представлены сравнительные графики зависимости «Напряжения» от «Деформации» до полного разрушения образцов, на рисунке 4.14 представлены сравнительные графики «Силы» от «Деформации». В таблице 4.4 представлены максимальные показатели испытания для образцов группы.

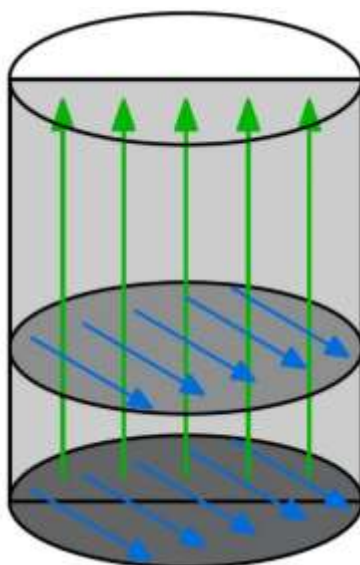


Рисунок 4.12 – Расположение треков роста в образцах группы «смешанная»

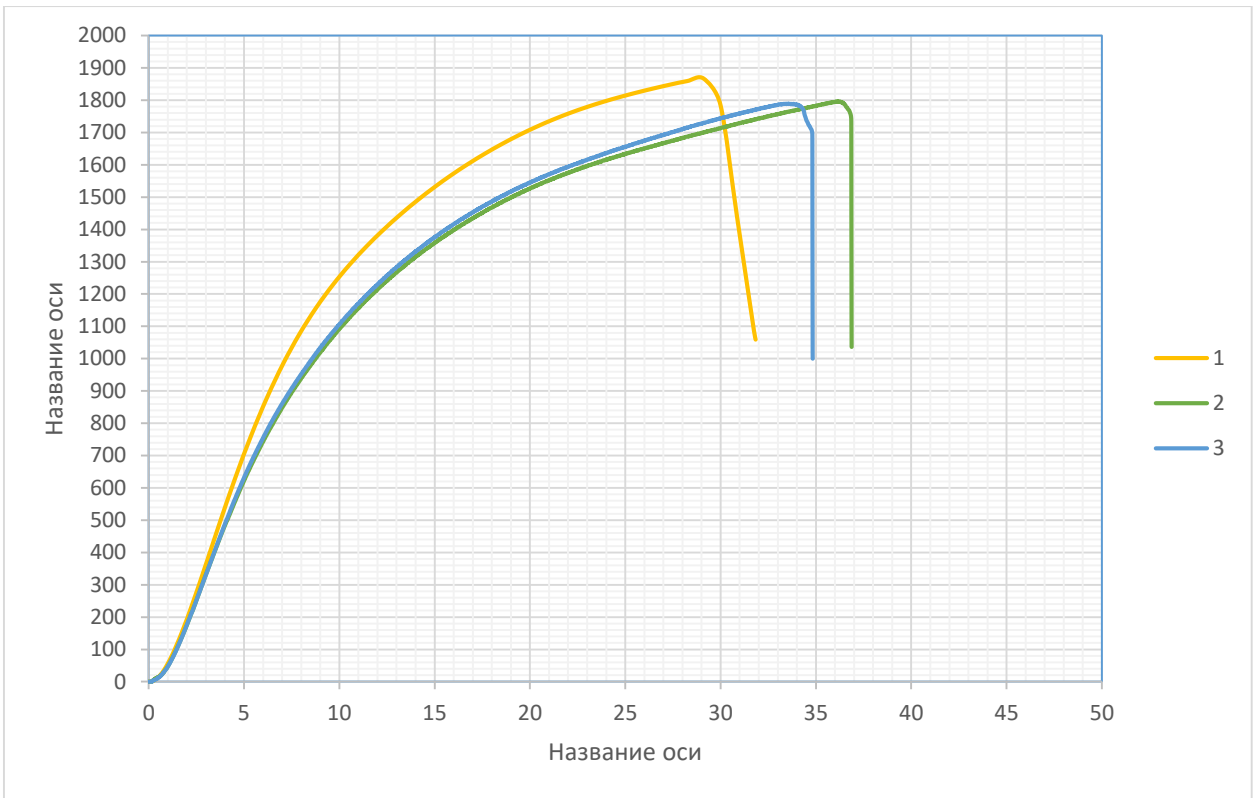


Рисунок 4.13 – Графики зависимости Напряжения от Деформации для образцов группы «смешанная»

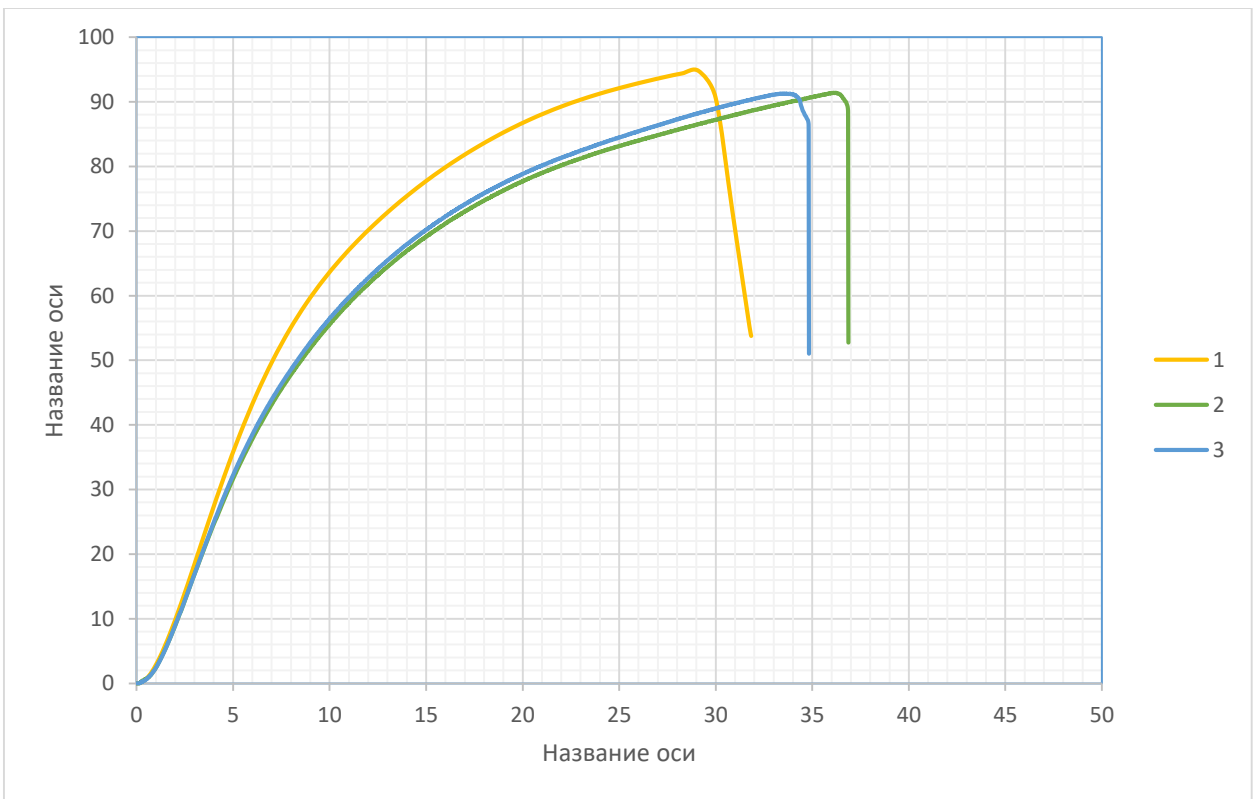


Рисунок 4.14 – Графики зависимости Силы от Деформации для образцов группы «смешанная»

Таблица 4.4. Максимальные значения показателей в образцах группы «смешанная»

	Сила, кН	Деформация, %	Модуль Юнга, МПа	Напряжение на сжатие, МПа
1	94,78	29,11	17374,04	1866,81
2	91,4	36,1	14537,58	1795,92
3	91,28	33,72	15178,25	1789,1
Среднее	92,49	32,98	15696,62	1817,28

4.6 Результаты испытаний на сжатие

В таблице 4.5 приведены для сравнения средние максимальные показатели испытаний на сжатие всех четырех групп образцов, из которой мы можем сделать вывод, что направление треков нанесения материала, влияет на прочностные характеристики образцов. Так образцы «параллельной» группы оказались самыми хрупкими с меньшим процентом деформации до разрушения. На рисунке 4.15 представлен разрушенный образец, все образцы разрушались характерно по диагонали рисунок 4.16. Самыми прочными оказались образцы «вертикальной» группы, в ходе испытания, один образец данной группы не разрушился (рисунок 4.17), испытания на нем были прерваны на моменте достижения 99,7% от максимального значения нагружения в 10 тонн. Максимальную деформацию до момента разрушения испытывали образцы «смешанной» группы. На рисунке 4.18 изображены графики зависимости напряжения от деформации для всех групп образцов, из графика можно проследить зависимость степени деформации от направления треков. Так графики образцов «параллельной» и «перпендикулярной» групп показывают схожие данные. У образцов «вертикальной» группы повышается показатель силы, которая была нагружена, для полного разрушения образцов, так как направление сжатия и направления нанесения треков в образце были расположены в одном направлении. Образцы группы «смешанная» показали средние результаты по испытанной силы для разрушения.

На рисунке 4.19 представлена сравнительная диаграмма испытанной деформации образцами всех четырех групп с указанием средней деформации для группы, из мы можем наблюдать, что в направления нанесения треков материала влияет на характеристики деформации материала. Так можно сделать вывод, что образцы групп «параллельная» и «перпендикулярная» треки, в которых нанесены в плоскости основания образца, испытывают приблизительно одинаковые деформации до момента разрушения, которые равны 21-22%. Образцы группы «вертикальная» треки, которой нанесены вдоль оси роста образца, испытывает большую деформацию по сравнению с группами «параллельная» и «перпендикулярная», которая равна приблизительно 27%. Образцы группы «смешанная» треки, которой скомбинированы так, что они располагаются и в плоскости основания образца, и в направлении оси роста образца, благодаря своей разнонаправленности испытывают наибольшую деформацию до разрушения, которая равна почти 33%.

Таблица 4.5. Средние максимальные значения показателей всех образцов

Образцы	Сила, кН	Деформация, %	Модуль Юнга, МПа	Напряжение на сжатие, МПа
Параллельная	91,32	21,31	17642,12	1794,25
Перпендикулярная	94,43	21,77	17678,13	1847,76
Вертикальная	97,05	26,76	16997,96	1909,85
Смешанная	92,49	32,98	15696,62	1817,28



Рисунок 4.15 – Разрушенный образец.



Рисунок 4.16 – Разрушение образцов по диагонали.



Рисунок 4.17 – Неразрушенный образец «вертикальной» группы.

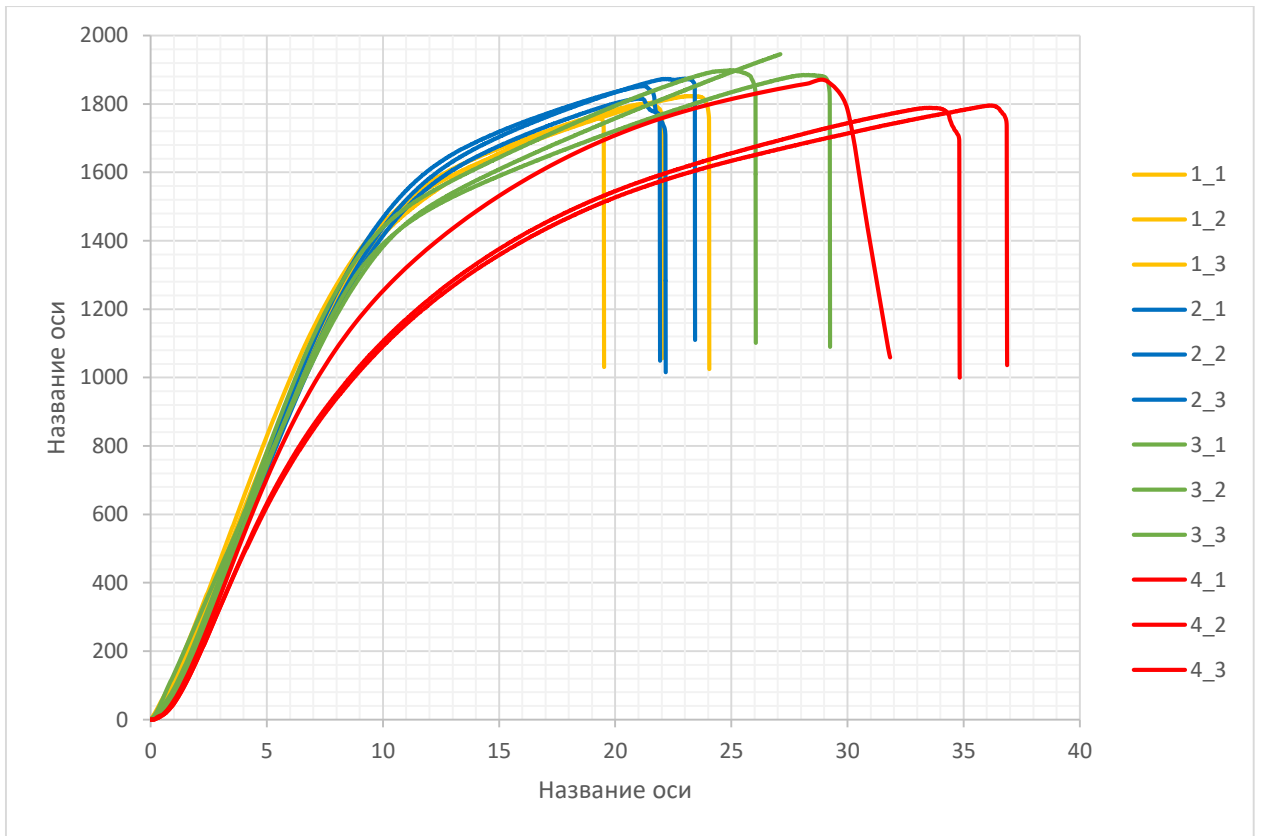


Рисунок 4.18 – Сравнительный график Напряжения от Деформации всех четырех группы образцов

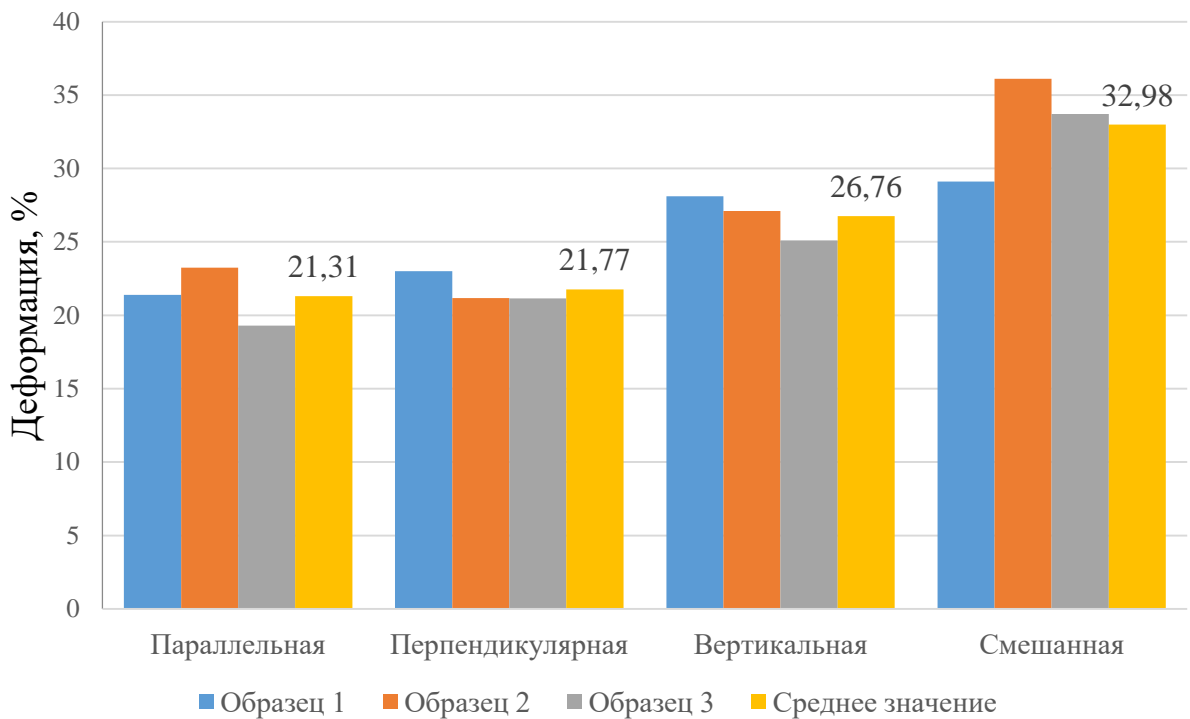


Рисунок 4.19 – Сравнительная диаграмма испытанной деформации образцами четырех групп.

4.7 Исследование твердости

Измерение проводилось в трех плоскостях: «Направление 1», «Направление 2» и «Направление 3» (рисунок 3.1), это дало представление, как твердость образцов зависит от траектории нанесения порошка. Результаты измерения микротвердости проводились по Виккерсу на стационарном электронном твердомере HR-150 (рисунок 4.20).



Рисунок 4.20 – Стационарный электронный твердомер HR-150.

На рисунке 4.21 изображены графики твердости по трем направлениям первого образца, из графиков твердости видно, что твердость в «направление 1» от 386 до 442 HV среднее значение 409 HV, в «направление 2» от 449 до 494 HV среднее значение 472 HV, в «направление 3» от 486 до 533 HV среднее значение 504 HV. На рисунке 4.22 изображены графики твердости по трем направлениям второго образца, из графиков твердости видно, что твердость в «направление 1» от 428 до 467 HV среднее значение 445 HV, в «направление 2» от 460 до 498 HV среднее значение 476 HV, в «направление 3» от 482 до 536 HV среднее значение 511 HV. Так видно, что методика нанесения треков в образце и методика измерения твердости по области нанесения, влияют на значения микротвердости.

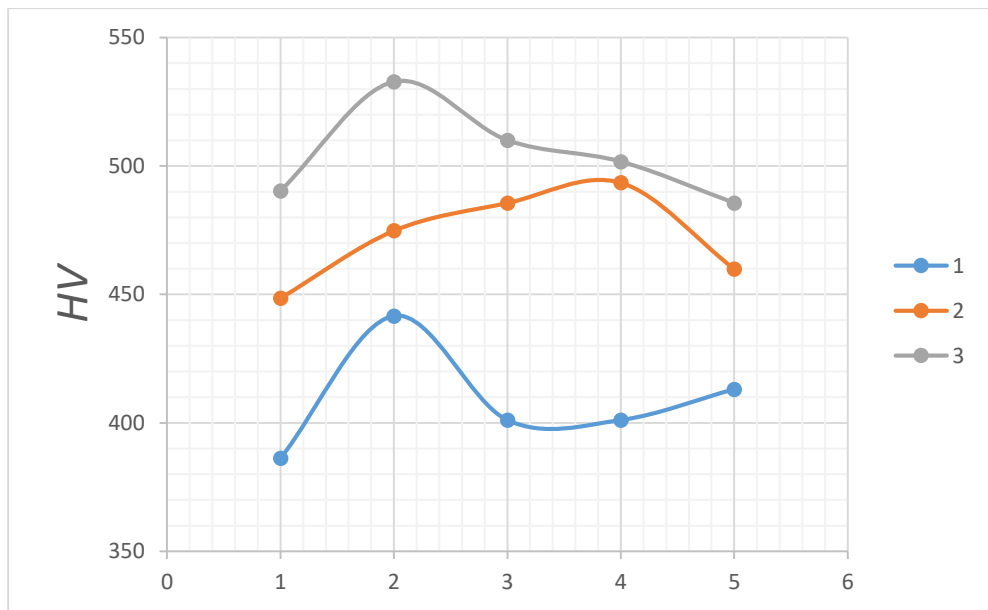


Рисунок 4.21 – Графики твердости первого образца

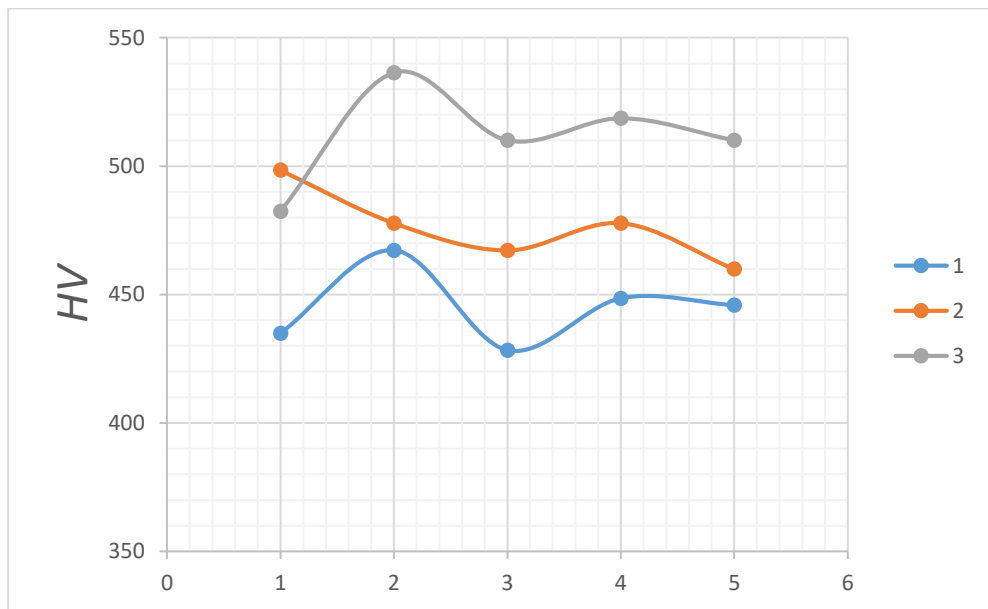


Рисунок 4.22 – Графики твердости второго образца

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В представленной работе исследованы технологии получения деталей из титановых сплавов методами прямого лазерного сплавления. Работа проводилась в НИЛ «Механики, лазерных процессов и цифровых производительных технологий».

Итогами работы можно считать разработку и применение двух методик выращивания образцов из титанового сплава ВТ6 в условиях защитной среды, для предотвращения окисления сплава. Исследованы микроструктуры полученных образцов металлографическим способом и на сканирующем электронном микроскопе, доказывающие, что изделия, полученные аддитивными технологиями не отличаются по структуре от литых изделий, произведенных традиционными методами. Пористость полученных структур не превышает 0,02% от объема изделия, структура образцов однородна и представляет сплав $\alpha+\beta$ фаз. Проведен химический анализ полученных образцов в однородных зонах образцов, так и в областях с обнаруженными редкими порами, результаты показали, что химический состав областей однородного материала не отличается от областей материала с порами. Проведены испытания микротвердости по трем направлениям роста образцов. Получены и исследованы образцы четырех групп из выращенных образцов и исследованы на механические свойства на сжатие.

Так образцы четырех групп показали разные результаты испытаний на сжатие и деформирование, которые доказывают, что при применении технологии LMD в производстве деталей и узлов механизмов в различных высокотехнологических областях, нужно опираться на исследования механических свойств материалов, выращенных по различным траекториям. Для этого нужно проводить поиск других комбинаций направлений роста изделий, углубленные исследования механических свойств, исследование структур полученных образцов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Машиностроение. Энциклопедия / ред. Совет: К.В. Фролов (пред.) и др. М.: Машиностроение
2. Цветные металлы и сплавы. Композиционные металлические материалы. Т. II-3 / И.Н. Фридляндер, О.Г. Сенаторова, О.Е. Осинцев и др.; Под общ. Ред. И.Н. Фридляндера. 2001. 880с., ил.
3. Бубнов Валерий Андрианович, Князев Андрей Николаевич Титан и его сплавы в машиностроении // Вестник Курганского государственного университета. 2016. №3 (42).
4. Ю. Шашкова Современные и перспективные направления применения титана и титановых сплавов // Экспозиция Нефть Газ. 2008. №5.
5. Электронный ресурс: https://www.metotech.ru/art_titan_2.htm (дата обращения 15.04.2020)
6. В.Н. Еременко, «Титан и его сплавы», 1960, 495с.
7. J. Nam, R. Veneklasen, Foundry, 1954, 82 (2), 94.
- А. N. Robertson, J. Inst. Metals, 1957, 86 (1), 1; Разработка литья титана и циркония в U. S. Bureau of Mines
8. Г.А. Смолянов, Г.И. Кручер, «Цветная металлургия», 1956, 5, 94.
9. Электронный ресурс: <https://www.tadviser.ru/a/394648> (дата обращения 21.05.2020)
10. Современные и перспективные направления применения титана и титановых сплавов в России единственным производителем губчатого титана и титановых изделий является корпорация «ВСМПО-Ависма». Это крупнейшая в мире титановая компания. // Экспозиция Нефть Газ. 2008. №4.
11. Чемодуров Андрей Николаевич Применение аддитивных технологий в производстве изделий машиностроения // Известия ТулГУ. Технические науки. 2016. №8-2.
12. Кубанова Анастасия Николаевна, Сергеев Александр Николаевич, Добровольский Николай Михайлович, Гвоздев Александр Евгеньевич, Медведев Павел Николаевич, Малий Дмитрий Владимирович особенности

материалов и технологий аддитивного производства изделий // Чебышевский сборник. 2019. №3 (71).

13. Князев А.Е., Неруш С.В., Алишин М.И., Куко И.С. Исследования технологических свойств металлопорошковых композиций титановых сплавов ВТ6 и ВТ20, полученных методом индукционной плавки и газовой атомизации // Труды ВИАМ. 2017. №11 (59).

14. Глебов Л. А., Радионова Л. В., Пашкеев К. Ю. Металлографическое исследование образцов из сплава ТI-6AL-4V, полученных методом прямого лазерного сплавления // Аддитивные технологии в цифровом производстве. Металлы, сплавы, композиты. 2019. №1.

15. Байтимеров Рустам Миндияхметович, Лыков Павел Александрович, Радионова Людмила Владимировна, Сафонов Евгений Владимирович. Определение оптимальных параметров селективного лазерного сплавления титанового сплава TiAl6V4 углекислотным лазером // Вестник ЮУрГУ. Серия: Машиностроение. 2017. №3.

16. Пучков Ю. А., Березина С. Л., Седова Л. А. Влияние растягивающих напряжений на коррозионную стойкость в морской среде $\alpha+\beta$ титанового сплава ВТ22 // Машиностроение и компьютерные технологии. 2015. №4.