



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное
бюджетное образовательное
учреждение
высшего образования
«Самарский государственный
технический университет»
(ФГБОУ ВО «СамГТУ»)

ул. Молодогвардейская, 244,
гл. корпус, г. Самара, 443100
Тел.: (846) 278-43-11, факс (846) 278-
44-00
E-mail: rector@samgtu.ru
ОКПО 02068396, ОГРН 1026301167683,
ИНН 6315800040, КПП 631601001

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый проректор -
проректор по научной работе
«Самарский государственный
технический университет»,
доктор технических наук, профессор

М. В. Ненашев



сентябрь

2022 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ
о научно-практической ценности диссертации
Баскова Федора Алексеевича

на тему: «Разработка технологии селективного лазерного сплавления сложнопрофильных изделий из жаропрочных никелевых сплавов с интерметаллидным упрочнением»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы

На сегодняшний день жаропрочные никелевые (ЖНС) сплавы являются наиболее распространенным классом материалов, используемых в современном двигателестроении. Это связано с тем, что ЖНС обладающих высокими механическими и эксплуатационными характеристиками при комнатных и повышенных температурах. Однако изготовление деталей из ЖНС всегда являлось трудоемким и дорогостоящим процессом. Это связано с тем, что детали из данного класса материалов имеют сложную форму и плохо поддаются механической обработке. Применение технологии послойного селективного лазерного сплавления (СЛС) позволит значительно ускорить процесс изготовления деталей и уменьшить их стоимость. В свою очередь разработка режимов для каждого из сплавов является индивидуальной и многофакторной задачей, которая требует комплексного подхода. При этом отдельное

внимание стоит уделять особенностям структурообразования исследуемых материалов. Самыми распространенными недостатками технологии СЛС применительно к ЖНС являются подавление выделений упрочняющих фаз (γ' -фаза, карбидные фазы) и образование дефектов в виде пор и трещин, способствующих существенному снижению механических характеристик материалов. В данной работе для устранения перечисленных недостатков применяется последующая пост-обработка, состоящая из горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки (ТО).

Актуальность диссертационной работы заключается в разработке режимов СЛС для ЖНС марок ЭП741НП и АЖК, а также в исследовании влияния различных вариантов пост-обработки на эволюцию структуры и свойств материалов с целью выбора оптимального комплекса пост-обработок. Автором установлено увеличение механических свойств СЛС-образцов при комнатной и повышенных температурах за счет применяемых комбинаций пост-обработок (ГИП и ТО).

Предложенные Басковым Ф.А. новые научные положения строго аргументированы, теоретически обоснованы и экспериментально подтверждены. Приведенные новые научные результаты являются достоверными, и могут быть использованы для решения многих актуальных прикладных задач. Диссертационная работа Баскова Ф.А. на тему: «Разработка технологии селективного лазерного сплавления сложнопрофильных изделий из жаропрочных никелевых сплавов с интерметаллидным упрочнением» посвящена вышеуказанной проблематике и представляет законченную технологию изготовления деталей сложной формы из высоколегированных ЖНС отечественного производства. Одной из особенностей данной работы является изучение влияние основных параметров СЛС на структурообразование и свойства материалов. Современными методами исследована эволюция структуры после применения различных комбинаций пост-обработок таких как ГИП, ТО и ГИП+ТО и влияние её на механические, теплофизические и термомеханические свойства при различных температурах. Показано эффективное применение ГИП для десятикратного уменьшения пористости СЛС-образцов из сплава ЭП741НП за счет уменьшения размера пор и залечивания трещин. По результатам комплексного исследования установлено комбинация ГИП с последующей ТО по типу «закалка + старение» приводит к значительному увеличение механических свойств за счет выделения мелкодисперсной γ' -фазы и карбидных фаз типа МС и $M_{23}C_6$ из матрицы сплавы (γ -фазы). По разработанной технологии получены детали типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и типа «эжектор» из сплава АЖК и проведена аттестация их свойств. Актуальность диссертационной работы подтверждается выполнением её в соответствии с тематическими планами университета по проекту Российского научного фонда № 19-79-10226, федеральной целевой программы по приоритетным направлениям развития

научно-технологического комплекса России № 14.578.21.0260 и Государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ по проекту 0718-2020-0034.

Структура и основное содержание работы

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка использованных источников и 5 приложений. Диссертация изложена на 173 страницах, содержит 53 таблицы, 85 рисунков. Список использованной литературы содержит 168 источников.

Во введении дана общая характеристика работы: её актуальность, основные цели и задачи, научная и практическая значимость полученных результатов, а также положения, выносимые на защиту.

Первая глава представляет собой аналитический обзор научно-технической литературы, в котором рассмотрены основные механизмы упрочнения и особенности легирования ЖНС. Проведен анализ областей применения ЖНС, в ходе которого выявлено, что основная доля приходится на нагруженные элементы газотурбинного двигателя. Показаны основные ограничения при производстве изделий из ЖНС, которые возможно обойти за счет перехода к современным методам аддитивного производства. Проведен обзор технологических особенностей метода селективного лазерного сплавления. Рассмотрено влияние воздействия лазера на сплавляемый материал в процессе синтеза и проанализированы характерные дефекты и структурные особенности СЛС-материалов. Показана необходимость применение пост-обработки для СЛС-образцов, состоящей из первичного отжига, ГИП и ТО.

По результатам анализа литературных данных автором установлены методологические подходы к параметрическим исследованиям процесса СЛС с целью разработки режимов и выявлены наиболее перспективные варианты пост-операций для улучшения структуры и повышения механических характеристик СЛС-образцов из исследуемых сплавов. Проведенный литературный обзор написан в превосходном научном стиле, что безусловно свидетельствует о высокой квалификации диссертанта и его детальном знакомстве с отечественной и зарубежной научно-технической литературой по обсуждаемой тематике.

Во второй главе представлены основные характеристики исходных порошков из сплавов ЭП741НП и АЖК для процесса СЛС и методология исследований. Автором подробно описан процесс разработки режимов СЛС, в том числе указаны технологические особенности оборудования, диапазоны варьирования основных параметров и стратегии сканирования. В полном объеме представлены режимы различных вариантов пост-обработки. Изучение эволюции структуры исследуемых материалов осуществлялось методами оптической, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Механические характеристики

определялись посредством проведения испытаний на растяжение, сжатие и ударный изгиб при комнатной и повышенных температурах. Дополнительно исследовались теплофизические характеристики в широком интервале температур от 20 до 1000 °C. В работе использован современный и редко встречающийся *in-situ* метод просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения для исследования влияние пост-обработки на механизмы пластической деформации при испытаниях на растяжение. Для изготовленных деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и эжектор из сплава АЖК помимо стандартных механических испытаний проводили контроль геометрических размеров при помощи координатно-измерительный манипулятор и осуществляли исследование на предмет выявления дефектов при помощи компьютерной томографии.

В третьей главе приведены результаты параметрических исследований процесса СЛС, на основе которых установлены оптимальные режимы сплавления для сплавов ЭП741НП и АЖК. Автором подробно изучены структурные особенности СЛС-образцов. Выявлено, что макроструктура образцов представлена столбчатыми зернами, ориентированными в направлении преимущественного теплоотвода (перпендикулярно плите построения). На микроуровне структура представляет собой колонии столбчатых первичных дендритов. В междендритной области в результате сегрегации тяжелых элементов-компонентов сплава происходит выделение интерметаллидных фаз Cr₂Nb, Ti₂Ni, Cr₂Hf, CrAl₈, Mo₂Hf и карбидных фаз Nb₄AlC₃, Nb₆C₄. Установлено, что низкие значения прочности СЛС-образцов из сплава ЭП741НП обусловлены образованием и характером распределения микротрещин, а также отсутствием упрочняющей γ'-фазы, формирование и рост которой подавляется из-за высоких скоростей охлаждения расплава. Так, в СЛС-образцах, полученных под углом построения 0° трещины расположены перпендикулярно приложенному напряжению, что способствует сильному разупрочнению материала и его охрупчиванию ($\sigma_b = 1085 \pm 55$ МПа, $\delta = 10,5 \pm 4,3$ %). На прочностные характеристики СЛС-образцов, полученные под углом построения 90°, наличие микротрещин практически не оказывает влияния ($\sigma_b = 1305 \pm 19$ МПа и $\delta = 21,0 \pm 1,3$ %), так как трещины расположены продольно приложенному напряжение при растяжении. В случае с СЛС-образцами из сплава АЖК низкие показатели $\sigma_b = 967 \pm 10$ МПа вероятно обусловлены только отсутствием упрочняющей γ'-фазы.

В четвертой главе представлены результаты исследования влияния ГИП, ТО и ГИП+ТО на структуру СЛС-образцов. Установлено, что ГИП приводит к формированию зеренной структуры, где отсутствует характерная СЛС структура (границы ванны расплава и лазерные треки). В образцах из сплава ЭП741НП после проведений пост-обработок наблюдается сохранение ориентации макрозерен вдоль оси Z, что говорит о структурной анизотропии. В свою очередь в структуре образцов из сплава АЖК после ГИП и ТО зерна имеют более

равноосный вид. Установлено, что ГИП способствует залечиванию трещин в СЛС-образцах из сплава ЭП741НП, что приводит к снижению пористости в 10 раз, а для СЛС-образцов из сплава АЖК наблюдается уменьшение размера и количества пор в 2 раза. По данным РФА в образцах после ГИП наблюдается выделения γ' -фазы, что также подтверждается результатами исследования структуры методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. При помощи высокого разрешение в теле зерна образцов после ГИП зафиксирована карбиды типа МС. Проведение ТО по типу закалка с последующим старением приводит к равномерному выделению мелкодисперсной γ' -фазы, на границе зерен зафиксированы карбиды $M_{23}C_6$, а в теле зерна присутствуют карбиды типа МС.

В пятой главе представлены результаты влияния эволюции структуры после проведения ГИП и ТО на механические свойства СЛС-образцов. За счет залечивания трещин и выделения γ' -фазы после ГИП происходит увеличение σ_b до 19 % и пластичности до 2,5 раз для образцов из сплава ЭП741НП. В работе отмечено, что проведение отдельной операции ТО приводит к увеличению свойств СЛС-образцов, однако установлено, что из-за дефектов, унаследованных после СЛС, происходит преждевременное разрушение образцов. Установлено, что комбинированная пост-обработка, сочетающая ГИП и ТО для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП, полученных под углом построения 0°, приводит к увеличению механических свойств: σ_b^{20} до 1455 МПа (на 34,3 %), δ до 21,4 % (в 2 раза); σ_b^{650} до 1290 ± 43 МПа (на 12 %), δ до $17,2\pm2,4$ % (в 7,5 раз); σ_b^{750} до 1201 ± 21 МПа (на 25 %), δ до $32,0\pm1,1$ % (в 6 раз); КСУ до 57 Дж/см² (в 5 раз). Максимальная прочность и пластичность СЛС-образцов из сплава АЖК достигается после проведения ГИП + ТО и соответствуют при 20 ◻: $\sigma_b^{20} = 1396\pm22$ МПа, δ = 19,0±3 %; при 650 ◻: $\sigma_b^{650} = 1240\pm25$ МПа, δ = 15,8±1,5%, при 750 ◻: $\sigma_b^{750} = 1085\pm23$ МПа, δ = 9,1±2,3%.

Шестая глава посвящена получению опытных образцов деталей из сплавов ЭП741НП и АЖК по разработанной технологии и аттестация их свойств. В работе изготовлена деталь типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и деталь типа «эжектор» из сплава АЖК. По результатам измерений на координатно-измерительном манипуляторе установлено, что геометрия детали типа «крыльчатка» соответствует электронной модели. Исследования при помощи компьютерной томографии не зафиксировали в детали типа «крыльчатка» дефектов (несплошности структуры в виде микротрещин и пор) более 30 мкм. Результаты исследований детали типа «эжектор» показали, что на карте наложений наблюдается незначительное отклонение геометрии относительно заданной 3D- модели, которая не влияет на функциональность детали. Результаты компьютерной томографии показали, что в объеме детали отсутствуют несплошности, трещины, а размер пор не превышает 20 мкм.

Завершают диссертационную работу общие выводы, позволяющие объективно оценить значимость проведенных исследований.

Новизна исследований и полученных результатов, выводов и рекомендаций

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Структура СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК состоит из столбчатых макрозерен, ориентированных в направлении преимущественного теплоотвода перпендикулярно плите построения, а на микроуровне – из колоний сонаправленных первичных осей дендритов, в междендритном пространстве которых формируются фазы Лавеса Cr₂Nb, Co₂Nb, Cr₂Hf.

2. В результате снижения остаточной пористости, залечивания микротрещин, равномерного распределения γ'-фазы размером менее 0,3 мкм, а также выделения карбидов (Ti,W)C, (Nb,Ti)C, Cr₂₃C₆, Cr₂₁(Mo,W)₂C₆ внутри и на границе зерен γ- фазы, комплексная постобработка СЛС-образцов сплавов ЭП741НП и АЖК, сочетающая ГИП с ТО (закалка и старение), увеличивает на 34% (до $\sigma_b = 1455$ МПа) предел прочности на растяжение, приводит к 2-кратному росту пластичности (до 21,4 %) и 5-кратному - (до 57 Дж/см²) ударной вязкости, обеспечивая рост прочности на сжатие при T = 900 ° до значений $\sigma_b = 1127$ МПа, $\sigma_{0,2} = 763$ МПа, $\sigma_{пц} = 656$ МПа.

3. Методом ПЭМ высокого разрешения проведены прямые *in-situ* наблюдения процесса деформации сплавов ЭП741НП, АЖК, полученных сочетанием технологий СЛС, ГИП, ТО. Показано существенное влияние дисперсных выделений карбидов (Nb,Ti)C и Cr₂₃C₆ на механизм деформации и разрушения, заключающееся в том, что частицы карбидов создают дополнительное сопротивление движению трещин, способствуя изменению направления их распространения. При этом предел временного сопротивления при растяжении дисперсно-упрочненных сплавов составляет 700 МПа для ЭП741НП и 470 МПа для АЖК.

Практическая значимость работы заключается в разработанной комплексной технологии изготовления деталей ЖНС, включающей СЛС, ГИП и ТО (ноу-хау зарегистрировано Приказом № 0708-01 от 8 июля 2019 г. в АО «Композит»). Разработана технологическая инструкция ТИ ЛДВТ.251514.1387 на процесс изготовления макетных образцов деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор» методом селективного лазерного сплавления из порошков жаропрочных никелевых сплавов. Разработаны и зарегистрированы технические условия ТУ 24.45.21-956-56897835-2022 «Материал из никелевого сплава марки ЭП741НП, изготовленный методом селективного лазерного сплавления» и ТУ 24.45.21-957-56897835-2022 «Материал из никелевого сплава марки АЖК, изготовленный методом

селективного лазерного сплавления». Осуществлена апробация энергоэффективной технологии получения макетных образцов деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и деталей типа «эжектор» из сплава АЖК методом СЛС с последующей постобработкой. Установлено, что образцы деталей соответствуют исходной 3D-модели и не содержат критических внутренних дефектов в виде трещин и несплавлений. По механическим свойствам материалы превосходят аналоги, полученные по традиционным технологиям (литье, гранульная металлургия).

Степень обоснованности и достоверности каждого научного положения

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, достаточно обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждаются большим объемом экспериментальных данных, их корректной статистической обработкой, применением широкого спектра современного экспериментального и исследовательского оборудования, глубоким анализом полученных результатов в полном соответствии с современными концепциями материаловедения порошковых и композиционных материалов.

Соответствие работы требованиям, предъявляемым к диссертациям

Выполнены все требования, предъявляемые к диссертациям. Проведен подробный анализ литературных данных, относящихся к тематике диссертации, корректно установлены цели и задачи исследования, разработаны режимы СЛС для перспективных жаропрочных никелевых сплавов ЭП741НП и АЖК, проведена аттестация свойств полученных деталей по разработанной технологии. Экспериментальные результаты представлены четко, как в виде графиков и фотографий, так и текста, их описывающего. Работа написана ясным языком, хорошо иллюстрирована. Диссертация и автореферат содержат необходимые разделы и соответствуют друг другу.

Основные достоинства и недостатки по содержанию диссертации

Диссертационная работа Баскова Ф.А. выполнена на высоком профессиональном уровне. Полученные результаты обладают научной новизной и имеют высокое фундаментальное и практическое значение.

К недостаткам по содержанию диссертации и автореферата следует отнести следующее:

1. В работе представлены исследования анизотропии структуры и свойств для образов, полученных из сплава ЭП741НП, в то время как для образцов из сплава АЖК данные по анизотропии отсутствуют.

2. По тексту работы имеются отдельные грамматические и стилистические неточности и опечатки. На рисунках 5, 13, 16 подписи приведены на английском языке.

3. В работе не приведены данные РФА для образцов из сплава АЖК после различных пост-обработок. Исследовался ли фазовый состав данного сплава?

4. В таблицах 5, 6 указаны химические составы сплавов ЭП741НП и АЖК. Из работы не ясно, это нормативный (стандартизованный) химический состав сплавов или измеренный химический состав используемых гранул? Производилось ли измерение химического состава непосредственно гранул? Насколько эти данные соответствуют химическому составу сплавов по ГОСТ?

5. В явном виде не отражено наличие или отсутствие такого дефекта как неметаллические включения.

6. Для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после различных комбинаций пост-обработок исследовались механические свойства на растяжение при различных температурах, при этом не приведены результаты испытаний на сжатие при комнатной температуре.

7. В главе 6 представлены изготовленные по разработанной технологии детали типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и типа «эжектор» из сплава АЖК. Для каких еще деталей (изделий) можно рекомендовать разработанную технологию и материалы?

Однако отмеченные недостатки не снижают теоретической и практической значимости выполненных исследований, а полученные в диссертации результаты соответствуют поставленным целям.

Заключение

Диссертационная работа Баскова Ф.А. представляет собой законченное исследование, содержащее решение актуальной научно-практической задачи по разработке технологии изготовления изделий из жаропрочных никелевых сплавов методом селективного лазерного сплавления.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 12 научно-технических конференциях всероссийского и международного уровня и отражены в 3-х статьях, опубликованных в рецензируемых журналах из перечня ВАК и баз данных Scopus и Web of Science.

Диссертационная работа удовлетворяет всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, в том числе п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 года. Диссертация

является научно-квалифицированной работой, в которой содержится решение задачи разработки технологии селективного лазерного сплавления сложнопрофильных изделий из жаропрочных никелевых сплавов с интерметаллидным упрочнением. Автор диссертации, Басков Федор Алексеевич, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и функциональные покрытия.

Отзыв составлен и принят на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций Баскова Ф.А., обсуждения презентации доклада Баскова Ф.А. на заседании кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет», протокол № 2 от 23.09.2022 г.

Заведующий кафедрой «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы», профессор, доктор физико-математических наук
(01.04.17. Химическая физика, в том числе физика горения и взрыва)
Телефон: (846) 242-28-89. E-mail: egundor@yandex.ru


Амосов
Александр Петрович

Ученый секретарь кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы», доцент, кандидат технических наук
(05.16.01. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов)
Телефон: (846) 242-28-89. E-mail: t.pugacheva15@yandex.ru


Пугачева
Татьяна Михайловна

«Подписи рецензентов заверяю»
Ученый секретарь ФГБОУ ВО «СамГТУ»
Доктор технических наук




Ю.А. Малиновская

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Самарский государственный технический университет»
443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, д. 244, главный корпус
Тел.: 8 (846) 278-43-11, Факс: (846) 278-44-00, E-mail: rector@samgtu.ru