

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ

**Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
Национальный исследовательский технологический университет
МИСИС**

Каясова Анастасия Олеговна

**СОЗДАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО
СПЛАВЛЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ МАРТЕНСИТНОСТАРЕЮЩИХ СТАЛЕЙ,
ЛЕГИРОВАННЫХ Ni-Co-Mo**

Специальность 2.6.5

Порошковая металлургия и композиционные материалы

**Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук**

Научный руководитель:
д-р техн.наук, профессор
Левашов Евгений Александрович

Москва, 2024

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Высокопрочная мартенситно-стареющая сталь (МСС) относится к группе высоколегированных марок стали с незначительным содержанием углерода. Легирование стали элементами, замещающими углерод, такими как никель, молибден, кобальт, позволяет повысить уровень механических свойств материала.

Мировым опытом применения и эксплуатации МСС показано, что они обладают высокой степенью надежности, технологичностью производства и другими преимуществами по сравнению с углеродсодержащими сталями. Небольшая твердость низкоуглеродистого мартенсита благоприятствует хорошей механической обрабатываемости и деформируемости в исходном и закаленном состоянии, а старение обеспечивает высокий уровень прочности, пластичности и остаточной деформации. Упрочняющая термообработка сложных по форме тонкостенных деталей сопровождается малым изменением линейных размеров, т.е. отсутствует коробление. Важнейшим преимуществом МСС перед другими классами высокопрочных материалов является сопротивление хрупкому разрушению.

МСС обладают сквозной прокаливаемостью от температуры аустенизации, т.е. образование мартенситной структуры гарантируется независимо от скорости охлаждения и размера сечения полуфабриката или детали. Такие стали хорошо деформируются без подогрева при листовой штамповке и ротационной вытяжке и ковке.

МСС применяют для изготовления ответственных деталей машин и механизмов, узлов рефрижераторных и криогенных установок, а также МСС успешно внедрены в производство изделий авиационной и космической техники.

Для производства сложнопрофильных изделий из МСС перспективным является применение технологии селективного лазерного сплавления (СЛС),

которая существенно сокращает время изготовления изделия и расход материала. Интерес к применению технологии СЛС обусловлен не только высоким комплексом физико-механических свойств, но и практически полным отсутствием изменения геометрической формы в процессе печати ввиду уникальной природы стали.

Наиболее апробируемыми и используемыми в производстве являются зарубежные МСС марок 18Ni300 и 1.2709. В отечественном сегменте исследований по применению МСС в технологии СЛС не достаточно. В связи с этим комплексные исследования по разработке и внедрению технологии СЛС из отечественной марки мартенситно-старееющей стали являются актуальными.

В настоящей работе проведены сравнительные исследования использования порошковых МСС марки CL50 WS (Германия) и ее отечественного аналога ПР-03Н18К9М5ТЮ (АО «Полема», Россия). Разработка технологии СЛС является многофакторной задачей, которая требует комплексного подхода к каждому составу сплава. Изделия, полученные методом СЛС, имеют структурные особенности, связанные со спецификой процесса послойного синтеза. В связи с тем, что для процесса СЛС характерно неполное сплавление частиц, присутствие структурных дефектов, остаточной пористости, микротрещин, приводящее к снижению механических и эксплуатационных свойств изделий, крайне важно проводить постобработку сочетанием горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки (ТО). Постобработка минимизирует остаточную пористость и дефекты структуры, обеспечивая мелкозернистую структуру стали с эффектом дисперсного упрочнения. При этом ТО (закалка с последующим старением) позволяет добиться высокого уровня физико-механических свойств.

Таким образом, создание технологии СЛС для получения ответственных сложнопрофильных деталей машин и механизмов включает в

себя помимо оптимизации режимов сплавления еще и отработку последующих операций ГИП и ТО, для чего требуется анализ эволюции структуры и свойств материала на каждом технологическом переделе.

Актуальность диссертационной работы подтверждается выполнением её в соответствии с тематическими планами университета по проекту № 0718-2020-0034 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

Целью работы являлось создание технологии селективного лазерного сплавления изделий из порошковых мартенситно-старяющих сталей, включающую в себя операции газостатической и термической постобработки.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Разработка технологии СЛС, обеспечивающей изготовление образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ с минимальным количеством дефектов.
2. Выявление особенностей формирования структуры сплавов в процессе сплавления и исследование анизотропии механических свойств образцов.
3. Исследование влияния постобработки (ГИП, ТО) на эволюцию структуры и физико-механические свойства СЛС-образцов из сплавов марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.
4. In-situ исследования влияния постобработки на структурно-фазовые превращения при нагреве и охлаждении СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в колонне просвечивающего электронного микроскопа.
5. Оценка влияния основных климатических факторов на эксплуатационно-технологические свойства СЛС-образцов путем проведения ускоренных климатических испытаний.

6. Разработка комплексной технологии, включающей СЛС и постобработку, и изготовление опытных образцов деталей типа «Ключ», «Переходник», «Корпус» из порошковых МСС марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ и проведение их испытаний.

7. Разработка и внедрение технологической документации на изготовление изделий из CL50 WS CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ. Проведение технико-экономического обоснования созданной технологии в сравнении со стандартным технологическим процессом производства изделий из МСС.

Научная новизна

1. С помощью in-situ исследований СЛС-образцов мартенситно-стареющих сталей в колонне просвечивающего электронного микроскопа установлено, что в интервале температур 700-900 °С происходит переход α -Fe $\rightarrow$ γ -Fe и интенсивный рост аустенитной фазы, а при температуре закалки от 1100 °С - выделение α -Fe со стабилизацией мартенситной структуры.

2. Установлена взаимосвязь между параметрами селективного лазерного сплавления (мощность, скорость), постобработки и структурно-фазовым состоянием сталей, заключающаяся в том, что достигнутая однородная мартенситная структура с дисперсным упрочнением частицами избыточной фазы Ni_3Ti размером до 10 мкм и остаточной пористостью до 0,2 % для сплава CL50 WS и 0.1% для ПР-03Н18К9М5ТЮ обеспечивает высокие показатели прочности и пластичности: $\sigma_{\text{в}} = 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1600$ МПа, $\delta = 8$ %, $\psi = 24,9$ %, что превышает требования ОСТ 3-2600-83 ($\sigma_{\text{в}} = 1600$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1500$ МПа, $\delta = 8$ %, $\psi = 45\%$), предъявляемые к данным сплавам.

Практическая значимость

1. В депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС зарегистрировано ноу-хау № 36-732-2022 ОИС от 27.12.2022 «Создание селективного лазерного сплавления дисперсно-упрочненных мартенситно-старееющих сплавов и режимы термической обработки изделий с целью достижения высокого уровня механических свойств».

2. В АО Корпорация «МИТ» проведены климатические испытания, по результатам которых сделан вывод об отсутствии следов коррозии и ее влияния на механические свойства и эксплуатационно-технические характеристики изделий.

3. Разработаны и внедрены в АО «Корпорация «МИТ» типовые технологические процессы селективного лазерного сплавления и термической обработки изделий из стальных порошков марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ.

4. Введены в действие разработанные технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)». В соответствии с утверждённой конструкторской и технологической документацией в АО «Корпорация «МИТ» изготовлена опытные партии изделий типа «Ключ», «Переходник», «Корпус», которые прошли полный цикл приемо-сдаточных испытаний и приняты в эксплуатацию.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследования, значительным количеством экспериментальных данных (включая изготовление и испытания натурных изделий типа Ключ, Переходник и Корпус) и применением статических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Апробация работы

Основные результаты и положения работы докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: «XI-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2023», Конференции молодых специалистов в АО «Корпорация «МИТ», 15-й Международная научно-технической конференция «Новые материалы и технологии: Порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка», Минск, 14-16 сентября 2022, 12-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: Инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка» (Минск, 7–9 апреля 2021 г.), Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии (СМППТ-2021)» (г. Санкт-Петербург), Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов (Москва, 2021 г.)

Основные положения, выносимые на защиту

1. Взаимосвязь между параметрами процесса СЛС, структурой и механическими свойствами образцов из сплава CL50 WS и отечественного аналога ПР-03Н18К9М5ТЮ.
2. Влияние постобработки (ГИП, ТО) на эволюцию структурно-фазовых превращений и физико-механические свойства СЛС-образцов из сплавов марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.
3. Структурно-фазовые превращения, протекающие при нагреве сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в состоянии СЛС+ГИП+ТО.
4. Изготовленные по разработанной технологии из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ изделия «Ключ», «Переходник», «Корпус».

Публикации

По материалам диссертации имеется 9 публикаций, в том числе 3 статьи в журналах из перечня ВАК и входящих в базы RSCI, Scopus, Web of Science, 7 тезисов докладов в сборниках трудов международных конференций и 1 «Ноу-хау».

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана актуальность работы, сформулированы цель и основные задачи диссертационного исследования, научная новизна и практическая значимость.

В первой главе представлен анализ научно-технической литературы, в котором рассмотрены общие характеристики МСС, принципы легирования и структурные особенности, а также области применения. Установлено, что, благодаря высокому содержанию легирующих компонентов и практически отсутствию содержания углерода, МСС в результате термической обработки обладают уникальными свойствами: высоким уровнем прочности при достаточно высоком уровне пластичности, сопротивлению хрупкому разрушению. В процессе старения железоникелевого мартенсита происходит выделение из твердого раствора упрочняющих дисперсных интерметаллидных фаз: $(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Co})_2\text{Mo}$, Ni_3Ti , $\text{Ni}(\text{Ti}, \text{Al})$, $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$, а структура зависит от содержания никеля и легирующих добавок.

Рассмотрены основные способы получения МСС традиционными технологиями. Сложность получения МСС заключается в том, что механические свойства зависят от чистоты, содержания неметаллических включений и примесей, получаемого сплава. Поэтому выплавка стали должна производиться в вакууме с использованием высокочистых исходных компонентов. Применение в производстве стали порошковой металлургии позволяет получать сплавы с высокой гомогенностью структуры и дисперсностью, отсутствием ликвации. Перспективным способом применения порошковых МСС для изготовления сложнопрофильных изделий является селективное лазерное сплавление (СЛС). Порошок МСС обладает низкой отражательной способностью и хорошей свариваемостью, что позволяет использовать его в технологии СЛС.

Проведен анализ особенностей технологии СЛС и подходов в реализации процесса. Изучены ключевые параметры процесса сплавления

для обеспечения получения приемлемых механических свойств, необходимой микроструктуры. Проанализированы основные виды дефектов, возникающих при СЛС, а также способы их устранения посредством постобработки. Применение ГИП СЛС-заготовок является общепринятым стандартом повышения степени надежности изделий, позволяя не только снять термические напряжения, образующиеся в процессе сплавления, но гомогенизировать структуру и повысить относительную плотность.

По результатам анализа литературных источников подтверждена актуальность работы, сформулированы цель и задачи диссертации, установлены методологические подходы к параметрическим исследованиям с целью оптимизации параметров процесса СЛС. Для улучшения структуры и повышения механических характеристик СЛС- образцов выбраны варианты постобработки, включающие: термическую обработку (ТО) путем закалки и старения, а также сочетание ГИП с ТО.

Во второй главе изложено описание исходных сплавов, технологического и аналитического оборудования, методик исследования.

В качестве исходных порошков в работе использовались высокопрочные мартенситно-стареющие стали марок CL50 WS (Германия) и ПР-03Н18К9М5ТЮ (Россия, АО “Полема”), которые являются аналогами стали ЧС4. Порошковые материалы были получены методом газовой атомизации - распылением расплава аргоном. Химический состав (% масс.) порошков приведен в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 - Химический состав порошка марки CL50 WS

Fe	Mo	Ni	Ti	Co	C	Al	O	N
основа	5,0	19,0	0,9	10,0	0,03	0,15	0,146	0,021

Таблица 2 - Химический состав порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ

Fe	Mo	Ni	Ti	Co	C	Al	O	N
основа	5,02	18,2	1,08	9,03	0,02	0,12	0,017	0,003

Порошки обоих марок имеют сферическую форму частиц, газовая пористость отсутствует, но на гранулах присутствуют сателлиты. В таблице 3 представлены основные характеристики порошковых материалов.

Таблица 3 - Характеристики порошковых материалов

Сплав	Фракция ,мкм	Гранулометрический состав, %			Насыпная плотность, г/см ³	Текучес ть,с
		d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀		
CL50 WS	5 - 45	17,7	29,4	48,0	4,544	13,0
ПР- 03Н18К9М5Т Ю	10 - 63	18,6	43,2	72,9	4,378	12,3

Обработку режимов СЛС проводили в среде аргона на промышленном 3D-принтере Concept Laser M2 cusing, оснащенный иттербиевым волоконным лазером мощностью 400 Вт с диаметром лазерного пятна 50 мкм и платформой построения 245 × 245 мм. Подогрев платформы построения составлял 200 °С. Основными варьируемыми параметрами процесса являлись мощность лазера, скорость сканирования. Ширина штриховки оставалась неизменной, так как 3D-принтер обладал особой стохастической стратегией сканирования, позволяющей снизить напряжения в синтезируемом материале. В ходе параметрических исследований варьировались скорость сканирования от 600 до 615 мм/с и мощность от 160 до 200 Вт при

неизменной толщине порошкового слоя 0,03 мм и интервале сканирования 0,05 мм (таблица 4).

Таблица 4 – Параметры оптимизации процесса СЛС для сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ

Параметры СЛС	Режимы параметрических исследований								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Мощность, Вт	160	165	170	175	180	185	190	195	200
Скорость, мм/с	600, 610, 615								
Интервал сканирования, мм	0,05								
Толщина слоя, мм	0,03								

Экспериментальные образцы представляли собой прямоугольные призмы размером 10х10х10 мм и 12х12х80 мм.

ГИП для СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ проводили на газостате HIRP 10/26-200-2000 (ABRA AG, Швейцария). В случае сплава CL50 WS процесс осуществлялся при 920 °С, а для сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ – при четырех температурах: 920 °С (ГИП А), 1000 °С (ГИП Б), 1100 °С (ГИП В), 1140 °С (ГИП Г). После ГИП измеряли пористость, параметры структуры и механические свойства.

ТО представляло собой закалку при температурах 840 – 1100 °С и старение в диапазоне температур 300 – 620 °С. Нагрев осуществляли в камерной печи ПКМ 4,8,2,5 (Россия). Режимы ТО приведены в таблице 5 для сплава CL 50 WS и таблице 6 для ПР-03Н18К9М5ТЮ.

Таблица 5 - Режимы термической обработки образцов стали CL50 WS

№ Режима	Отжиг, °С	Среда охлаждения	Закалка, °С	Среда охлаждения	Старение, °С	Среда охлаждения
А	540	печь	-	-	-	-

Б1-Б3	540	печь	-	-	480-520	печь
В	540	печь	840	воздух	-	-
Г1-Г3	-	-	920	воздух	480-580	печь

Таблица 6 - Режимы термической обработки для материала МСС марки ПР-03Н18К9М5ТЮ

№ Режима	Закалка, °C	Среда охлаждения	Старение, °C	Среда охлаждения
1.1-1.10	920	воздух	480-620	печь
2.1-2.5	920	воздух	300-400	воздух
Двойная закалка				
3	920	воздух	500	печь
	820			
Тройная закалка				
4.1-4.2	920	вода	380-395	воздух
5.1-5.2	1000	воздух	380	воздух
		масло		
6.1-6.10	1100	воздух	380-570	воздух

Контроль внутренних дефектов сплавленного материала производился при помощи компьютерной томографии в системе XTH450 LC (Nikon Metrology, Япония), а пористость определялась также методом рентгеновской томографии с программным обеспечением VGSTUDIO MAX 3.1

Исследования микроструктуры образцов выполнены методом оптической микроскопии (ОМ) на базе Axio Vert A1.MAT (Германия) с программным обеспечением для анализа изображений «SIAMS 800» и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием

микроскопа S-3400 (Hitachi, Япония). Для исследования тонкой структуры образцов использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) высокого разрешения JEM-2100 (Япония). Фольги изготавливали с помощью механического утонения и ионно-лучевого травления на установке PIPS II (Gatan, США).

Твердость определяли методом Роквелла по ГОСТ 9013-59 на твердомере ТК-2М (Россия). Твердость (H, ГПа), модуль упругости (E, ГПа) и степень упругого восстановления (R, %) определялся методом измерительного индентирования на нанотвердомере Nano-Hardness Tester (CSM Instruments, Швейцария) при нагрузке на индентор Берковича 20 мН.

Для оценки механических свойств из заготовок вырезали цилиндрические образцы для испытаний на растяжение с диаметром рабочей части 5 мм (ГОСТ 1497-84, тип III, №7) на токарном станке ИЖ 250 ИТВМ (Россия). Испытания проводили на установке «Shimadzu 100kN» (Япония).

Ускоренные климатические испытания проводились в термокамерах ILKA TV (Германия), обеспечивающих поддержание заданных условий с предельно допустимой погрешностью по температуре $\pm 3^{\circ}\text{C}$ и относительной влажности воздуха $\pm 4\%$.

В третьей главе проведены параметрические исследования и оптимизация процесса СЛС, рассмотрены структурные особенности полученного материала и его механические характеристики.

В результате исследований образцов размером 10x10x10 мм на различных режимах сплавления установлены внутренние дефекты в виде единичных и протяженных трещин, участков несплавлений и микропор. Основная задача параметрических исследований процесса СЛС для МСС состояла в установлении режима, обеспечивающего наименьшее количество некритических дефектов при пористости не более 1%. На рисунке 1 приведена матрица параметрических исследований, в которой приведены значения энерговклада и цветом отмечены области дефектов в зависимости

от величины энерговклада при синтезе образцов. Красным цветом выделены образцы с пористостью более 1 % и/или наличие несплавлений и трещин. Желтым цветом – образцы с пористостью менее 1 %, но имеющие участки несплавлений и/или трещины, а зеленым цветом – образцы с единичными порами при отсутствии дефектов структуры (несплавлений и трещин).

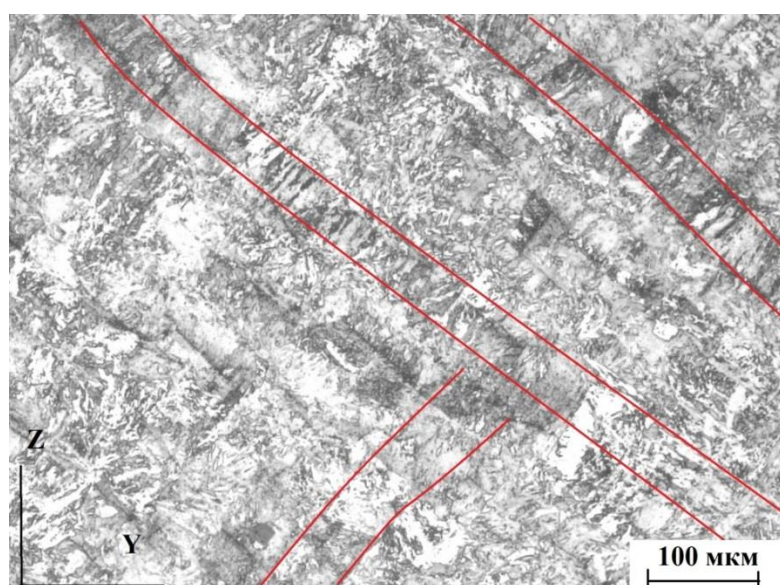
Мощность лазера P, Вт	Скорость сканирования V, мм/с		
	600	610	615
160	<u>1.1</u> 59,3	<u>1.2</u> 58,3	<u>1.3</u> 57,8
165	<u>2.1</u> 61,1	<u>2.2</u> 60,1	<u>2.3</u> 59,6
170	<u>3.1</u> 63,0	<u>3.2</u> 61,9	<u>3.3</u> 61,4
175	<u>4.1</u> 64,8	<u>4.2</u> 63,8	<u>4.3</u> 63,2
180	<u>5.1</u> 66,7	<u>5.2</u> 65,6	<u>5.3</u> 65,0
185	<u>6.1</u> 68,5	<u>6.2</u> 67,4	<u>6.3</u> 66,8
190	<u>7.1</u> 70,4	<u>7.2</u> 69,2	<u>7.3</u> 68,7
195	<u>8.1</u> 72,2	<u>8.2</u> 71,0	<u>8.3</u> 70,5
200	<u>9.1</u> 74,1	<u>9.2</u> 72,9	<u>9.3</u> 72,3

Рисунок 1- Матрица параметрических исследований процесса СЛС с обозначением режимов и значений энерговклада; цветом выделен характер дефектов

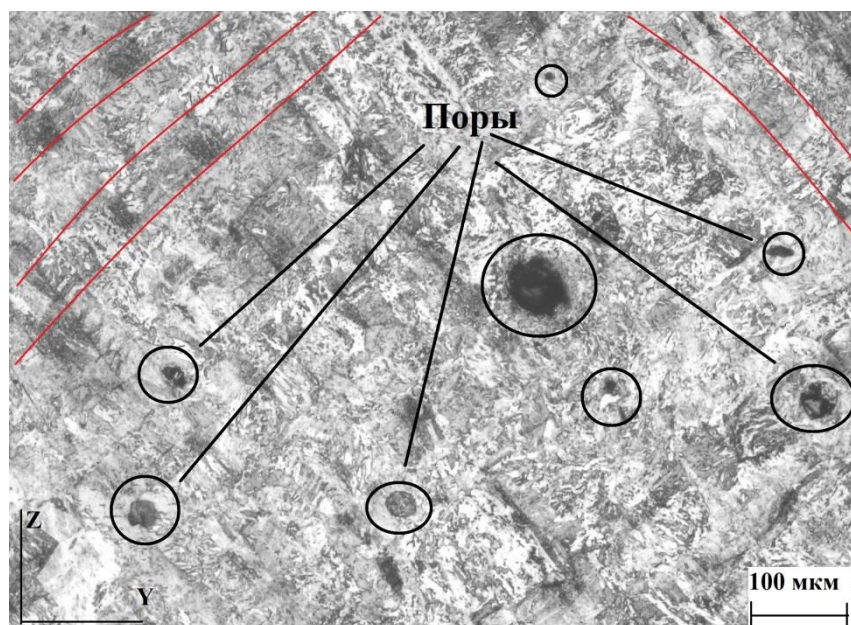
Анализ результатов показал, что величина общего энерговклада не является основным показателем процесса сплавления, объективно отражающем влияние остальных параметров процесса на качество синтезируемого материала. Целью параметрических исследований являлся поиск режима, обеспечивающего сплавление материала с наименьшим количеством дефектов структуры (единичные микропоры). По результатам комплексных исследований в качестве оптимального выбран режим № 5.1 с мощностью лазера 180 Вт и скоростью сканирования 600 мм/с.

На рисунке 2 приведены макроструктуры поперечных сечений (плоскость ZY) образцов, полученных по режимам № 5.1, 5.2, 5.3, 6.1, 6.2, указанным на рисунке 1. Структура всех образцов имеет схожее строение, поскольку образцы изготовлены по идентичной стратегии сплавления и режимам, энерговклады которых имеют близкие значения. Структура представлена зернами, ориентированными по оси Z (красные линии на рисунке 2), образование зерен происходило за ходом лазерного луча в соответствии со стратегией сканирования.

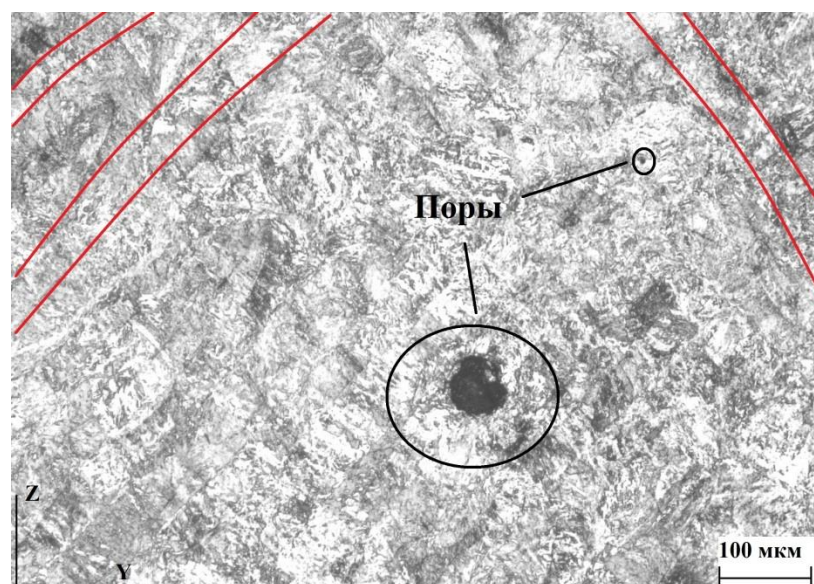
Во всех образцах присутствуют единичные поры различных размеров и морфологии, протяженные несплавления отсутствуют. Однако в образце, изготовленном по режиму № 6.2, обнаружены трещины. В таблице 7 представлены значения остаточной пористости и характер дефектов, обнаруженных в СЛС-образцах.



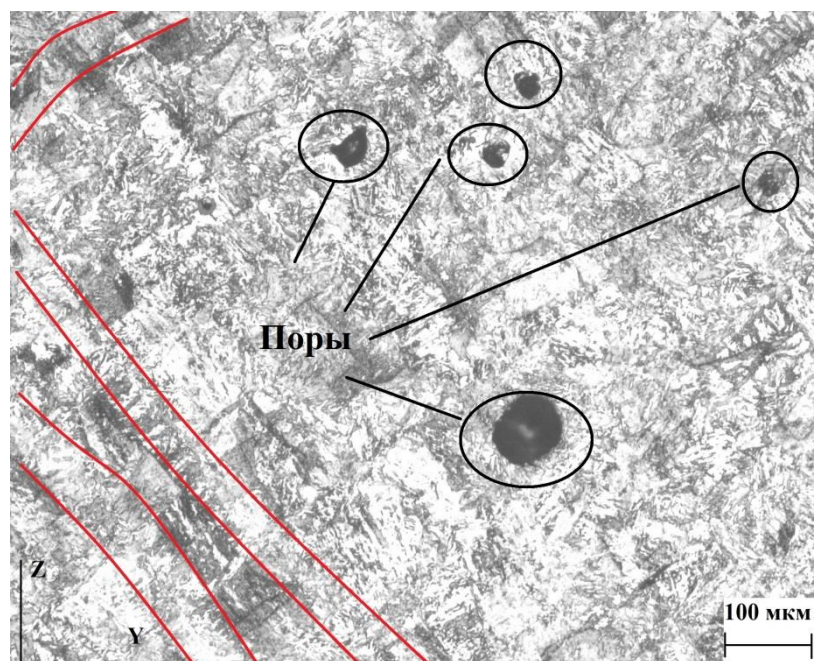
а) x 100



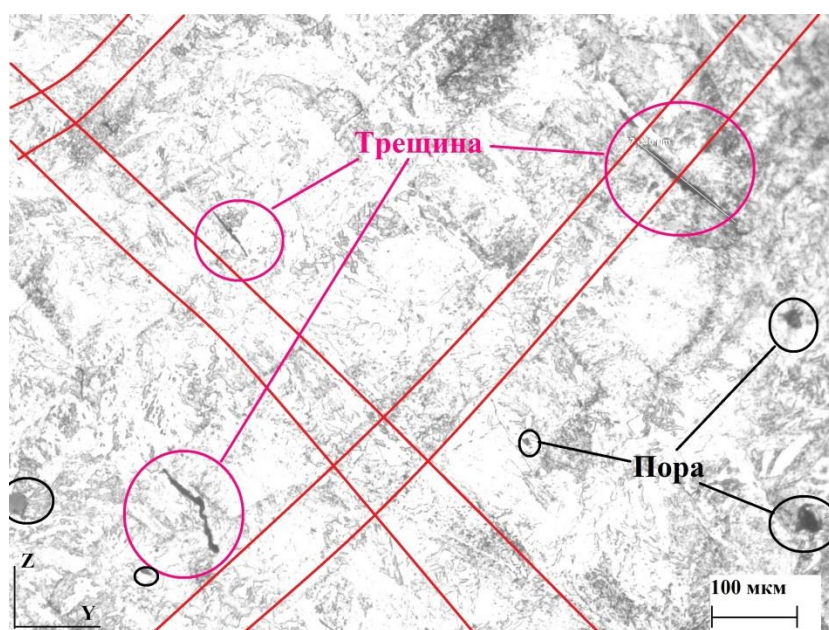
а) x 100



б) x 100



г) x 100



д) x 100

Рисунок 2 - Макроструктура СЛС-образцов, изготовленных по режимам: а) 5.1; б) 5.2; в) 5.3; г) 6.1; д) 6.2

Таблица 7 – Остаточная пористость и дефекты структуры в СЛС-образцах

Номер режима	Пористость, %	Структурные дефекты
5.1	0,35	единичная поры размером до 40 мкм
5.2	0,55	множественная поры размером до 65 мкм
5.3	0,51	единичная поры размером до 70 мкм
6.1	0,63	множественные поры размером до 80 мкм
6.2	0,46	множественные поры размером до 74 мкм; трещины до 78 мкм

В таблице 8 приведены результаты испытаний на растяжение образцов из сплава CL50 WS. Образцы, изготовленные по режиму № 5.1, показали наилучшее сочетание свойств, что объясняется наименьшей пористостью и концентрацией структурных дефектов.

Таблица 8 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава CL50 WS

№ режима	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %
5.1	1035	1292	14,0	45,7
5.2	1020	1287	15,8	48,2
5.3	1015	1282	12,7	32,2
6.1	1015	1288	13,1	40,3
6.2	1019	1289	15,7	54,9

Свойства СЛС-образов, изготовленных на оптимальном режиме, для сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в зависимости от направления построения показаны в таблице 9. Видно, что сплавы, изготовленные на отобранном при параметрических исследованиях режиме, имеют наилучшие

прочностные характеристики. Таким образом, режимы построения могут быть рекомендованы к применению в технологии СЛС.

Таблица 9 – Механические свойства СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в зависимости от направления построения

Угол построения	Материал	Механические свойства				
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %	HRC
0°	CL50 WS	948±20	1099±10	12,8±1,7	58,9±6,5	41±3
	ПР-03Н18К9М5ТЮ	1070±35	1300±20	14,9±2,5	37,4±5	40±2
45°	CL50 WS	938±35	1060±15	13,8±2	55,6±6,7	41±3
	ПР-03Н18К9М5ТЮ	1062±20	1257±25	13,5±2,3	35,1±4,2	40±2
90°	CL50 WS	941±20	1079±15	13,8±2,5	58,6±6,2	41±3
	ПР-03Н18К9М5ТЮ	1065±25	1297±30	14,5±2,7	35,3±4,3	40±2

В четвертой главе представлены результаты исследования эволюции структуры СЛС-образцов, подвергнутых постобработке путем горячего изостатического прессования и термической обработки.

Установлено, что микроструктура СЛС-образцов после ГИП при температуре 920 °С имеет высокую структурную однородность. Типичная для СЛС-образцов субзеренная структура не обнаружена, что свидетельствует о завершении рекристаллизации зерен. Благодаря снижению плотности структурных дефектов и остаточной пористости, отмечается заметный рост прочностных и пластических характеристик материала.

Так, для сплава CL50 WS постобработка ГИП позволила уменьшить пористость с 0,43 до 0.20%. На рисунке 3 представлена микроструктура СЛС-образца из сплава CL50 WS после ГИП. Концентрационное расслоение пересыщенного твердого раствора с выделением упрочняющей фазы происходит на этапе ТО в результате старения, а матрица представляет собой смесь двух фаз α -Fe (темные иглы) и γ -Fe (светлые участки структуры).

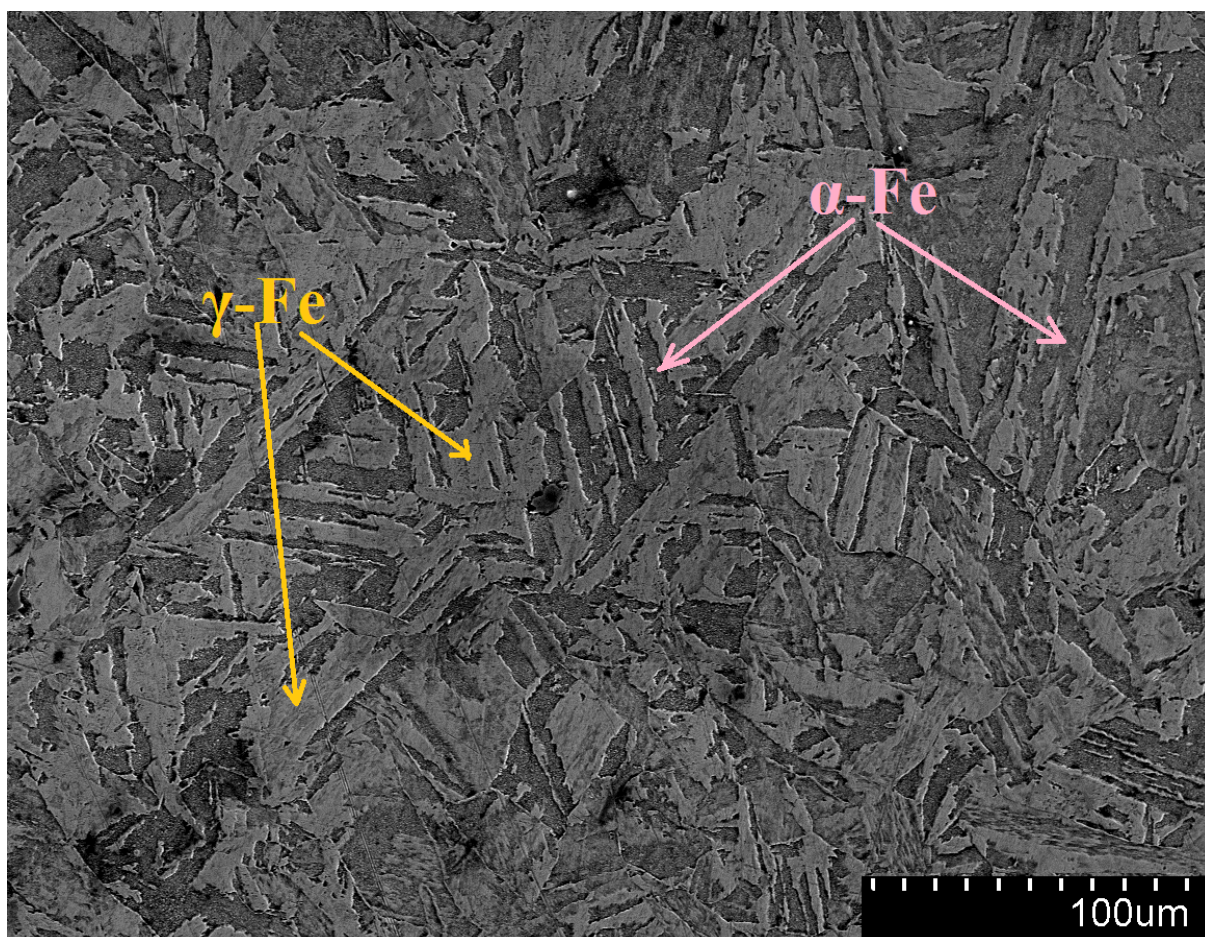
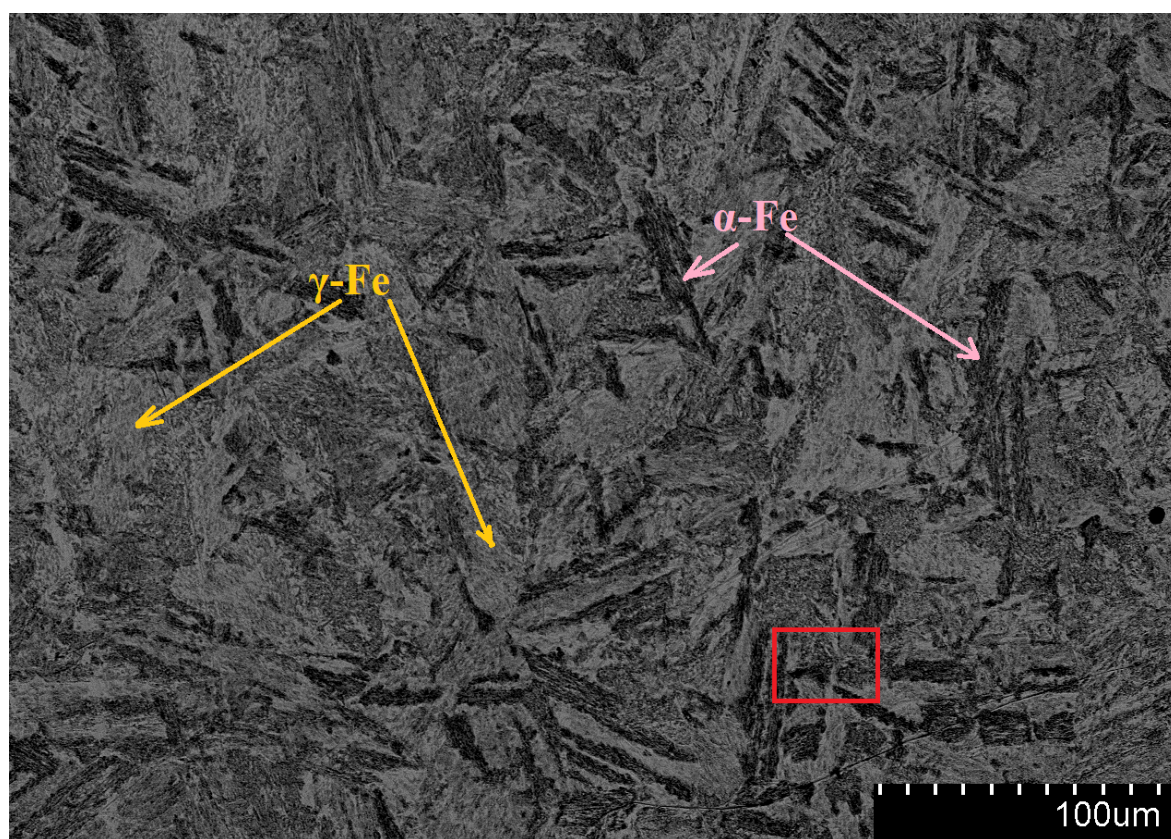


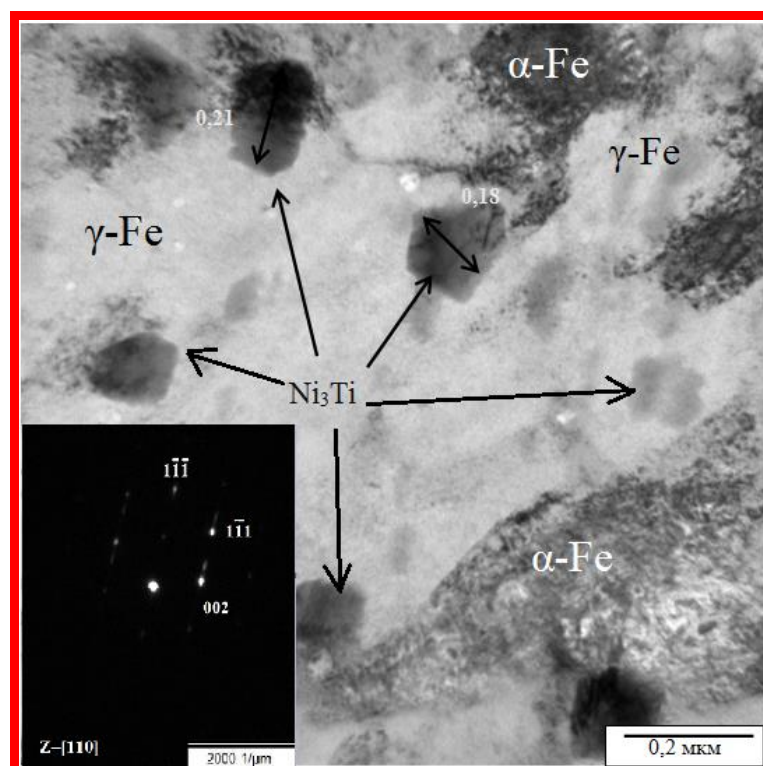
Рисунок 3 – Микроструктура сплава CL50 WS в состоянии СЛС+ГИП.

Термообработка, представляющая собой закалку с последующим старением, привела к образованию равномерной мартенситной структуры с незначительным содержанием остаточного аустенита (γ -Fe) (рис.4). В результате «мартенситного» старения легирующие элементы образуют пластичную матричную фазу – мартенсит замещения, армированный дисперсными высокопрочными равномерно распределенными выделениями

избыточной интерметаллидной фазы Ni_3Ti со средним размером кристаллитов 8-10 мкм. Методом ПЭМ в междендритном пространстве обнаружены зерна избыточной фазы Ni_3Ti . В результате расчета параметров кристаллических решеток частиц по Фурье трансформациям определены параметры ОЦК решетки: $a = 0,210-0,247 \text{ \AA}$ при табличных значениях $a = 0,289-0,607 \text{ \AA}$. Для данного типа стали характерно образование двойников. Незначительное отклонение параметров кристаллических решеток выявленных фаз от табличных значений связано с растворением в них легирующих и примесных элементов.



a)



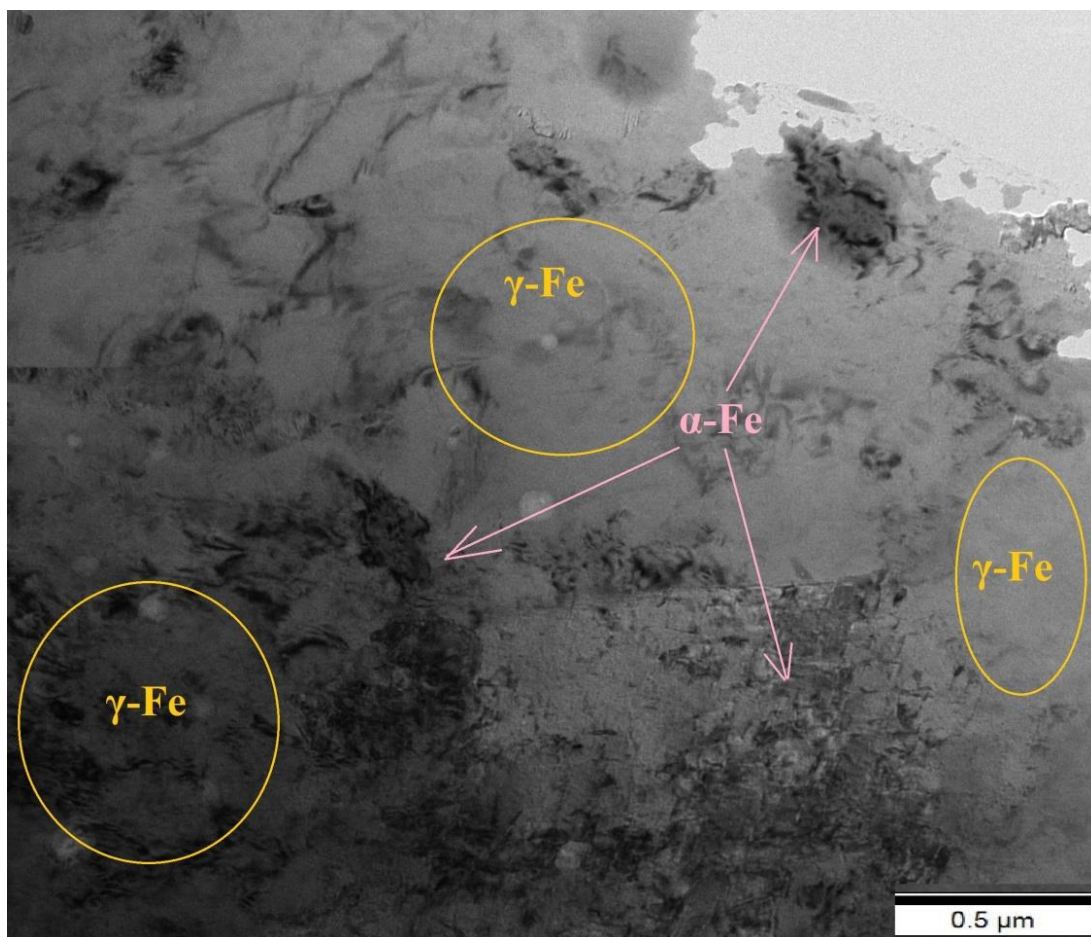
б)

Рисунок 4 - Микроструктура сплава CL50 WS в состоянии СЛС+ГИП+ТО: СЭМ-изображение (а) с выделенным красным квадратом места изготовления фольги для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ); ПЭМ-изображение с частицами фазы Ni_3Ti (б) и соответствующая им электронограмма

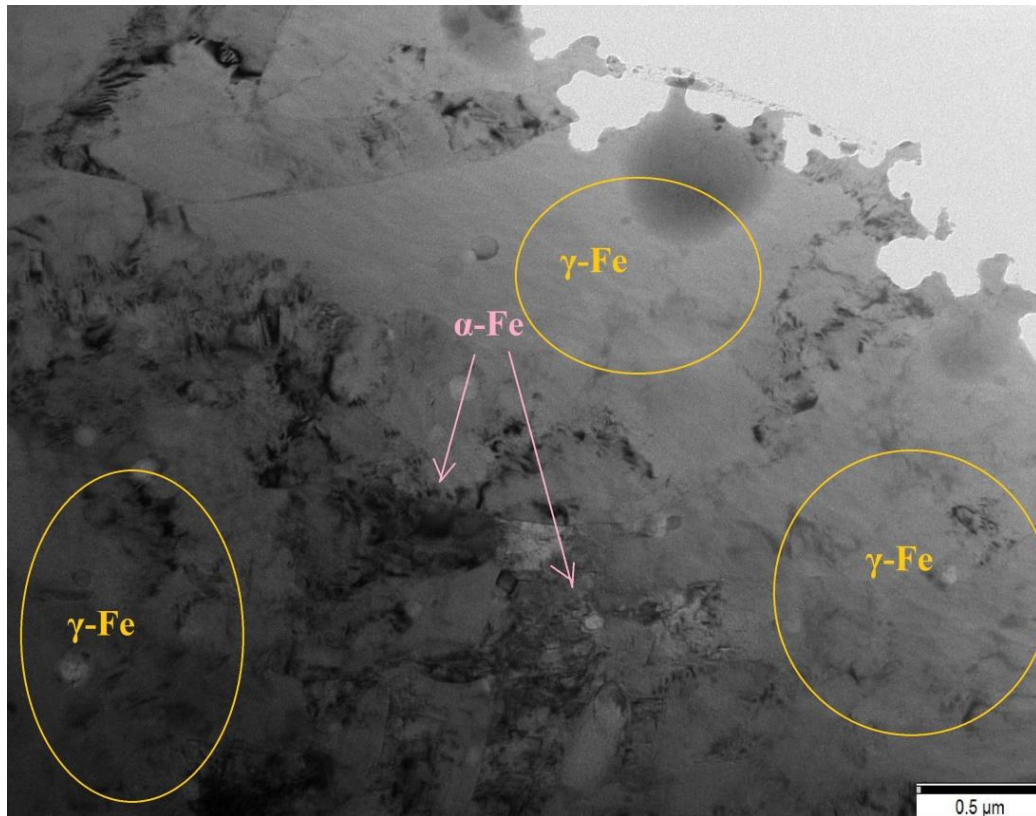
ГИП обработка СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ позволила снизить пористость с 0,6 % до 0,37 % (режим ГИП А), 0,2% (ГИП Б), 0,1% (ГИП В), 0,46 % (ГИП Г). Микроструктура после ГИП аналогична сплаву CL50 WS.

In-situ исследования тонкой структуры образцов в состоянии СЛС+ГИП+ТО методом ПЭМ при нагреве ламели позволили проследить эволюцию структурно-фазовых превращений, происходящих в стали при нагреве и охлаждении. Установлено, что при нагреве в диапазоне температур 700-900 °С происходит интенсивный рост аустенитной фазы и обратный переход из $\alpha\text{-Fe}$ в $\gamma\text{-Fe}$ (рис.5 а, б, в). Данный переход является

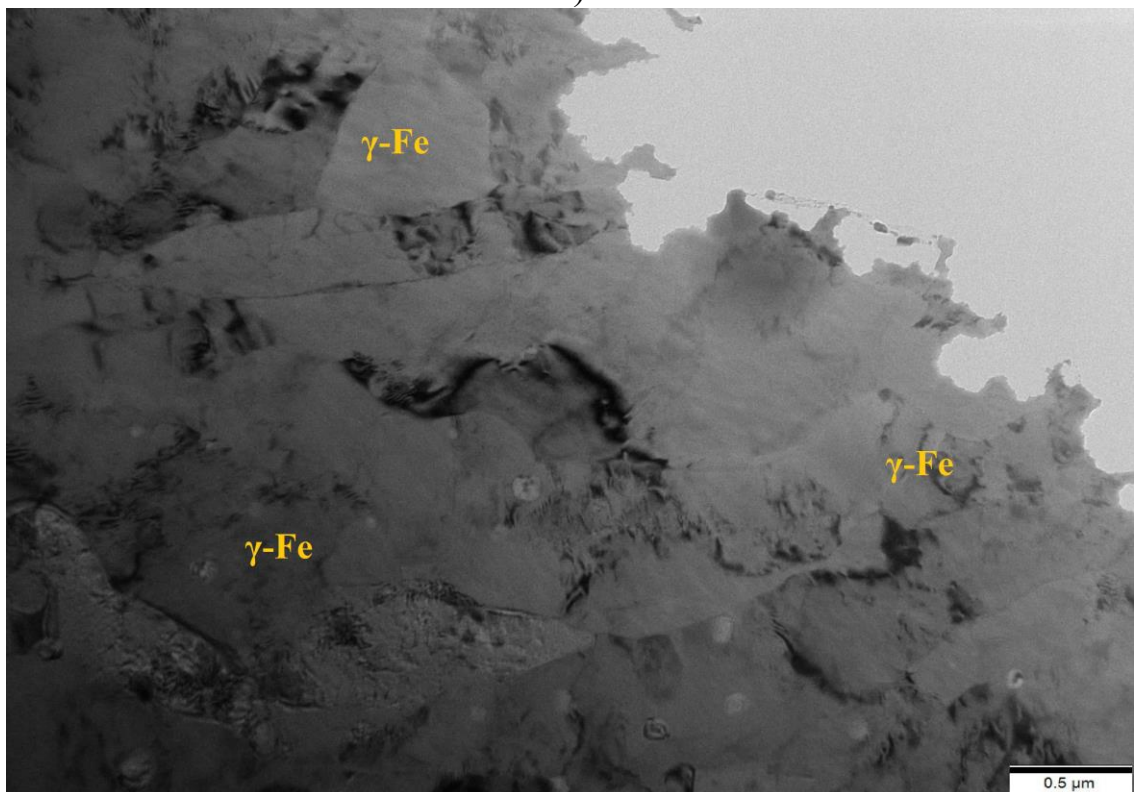
нежелательным, поскольку образование аустенита приводит к потере прочности. Однако при температуре 1100 °С выделяется фаза α -Fe и стабилизируется мартенситная структура. На электронограмме обозначены пятна мартенситной матрицы (наиболее яркие отклики) и пятна аустенитной фазы (рис.5 г).



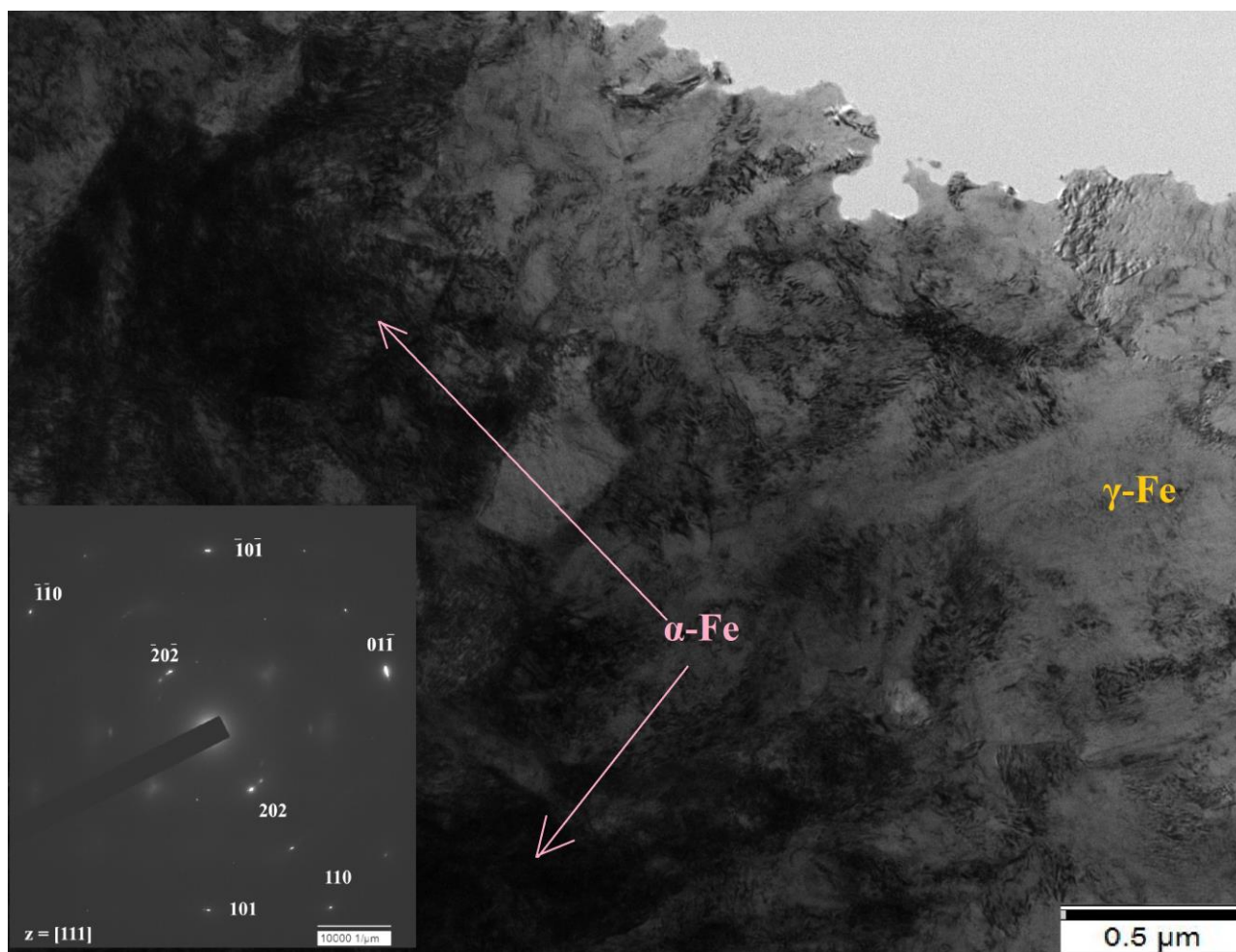
a)



6)



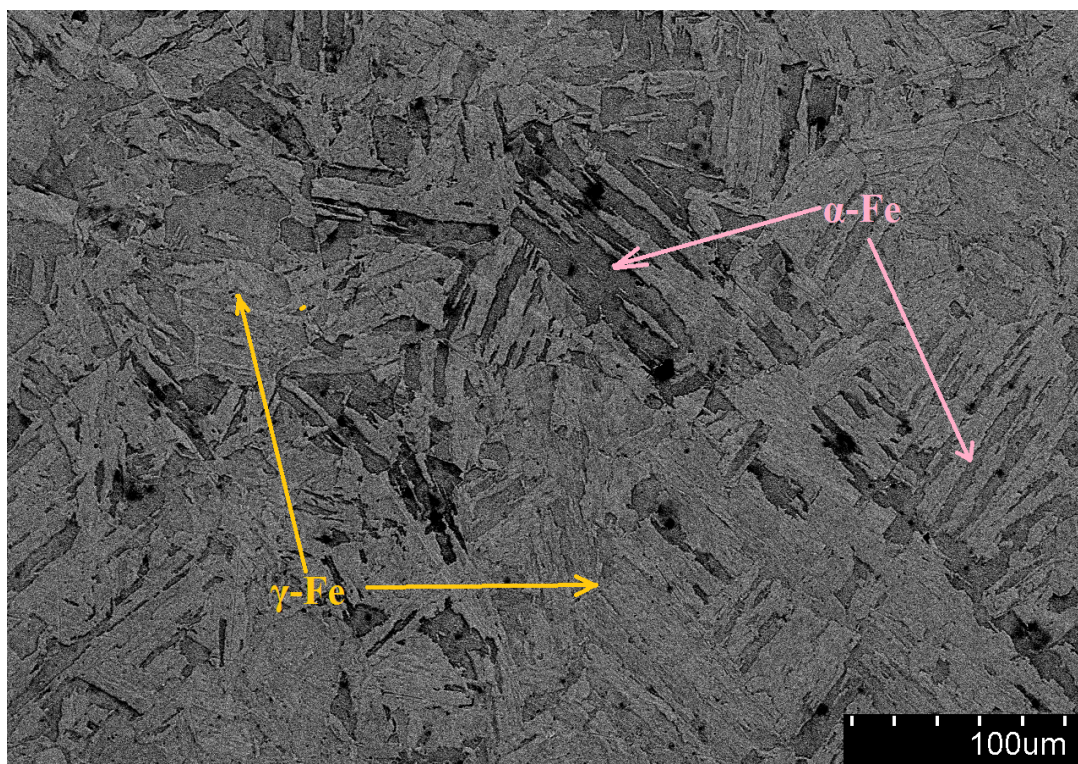
B)



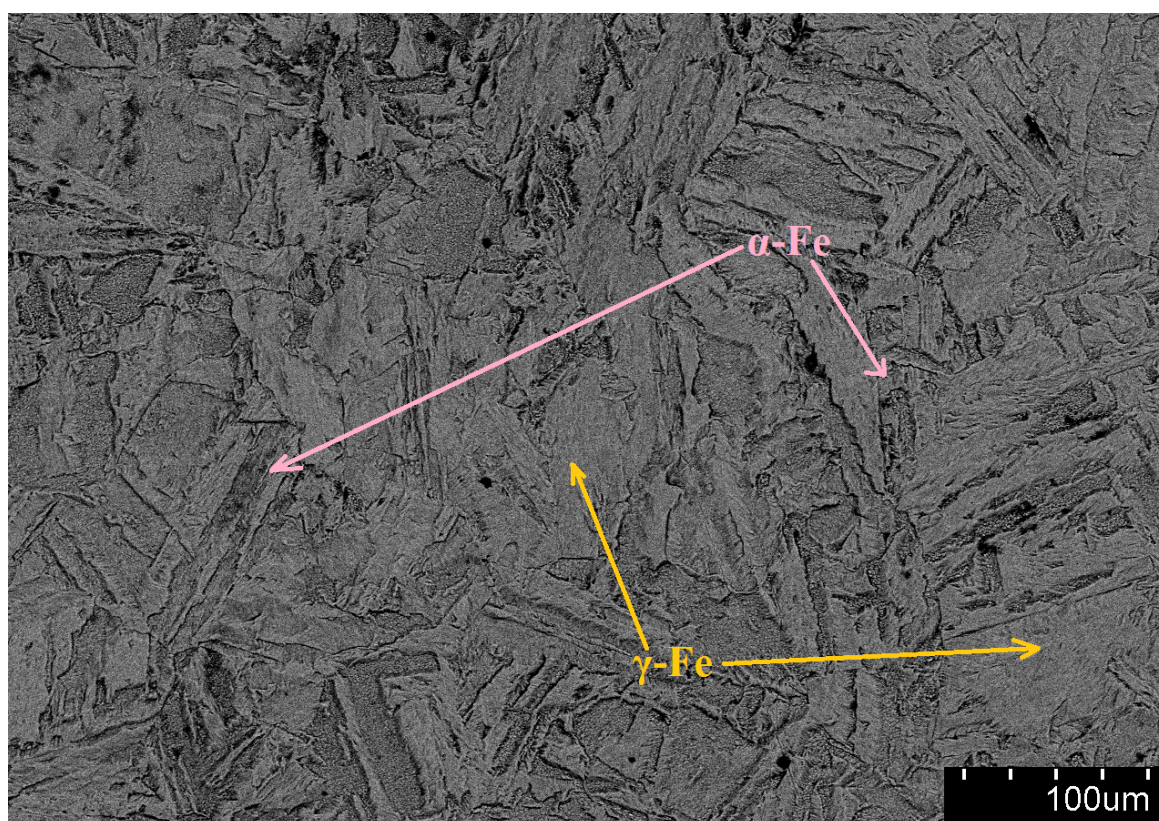
г)

Рисунок 5 - ПЭМ-изображения структурно-фазовых превращений при in situ нагреве фольги до температуры: а) 700 °С; б) 800 °С; в) 900 °С; г) 1100°С и электронограмма зерна α-Fe

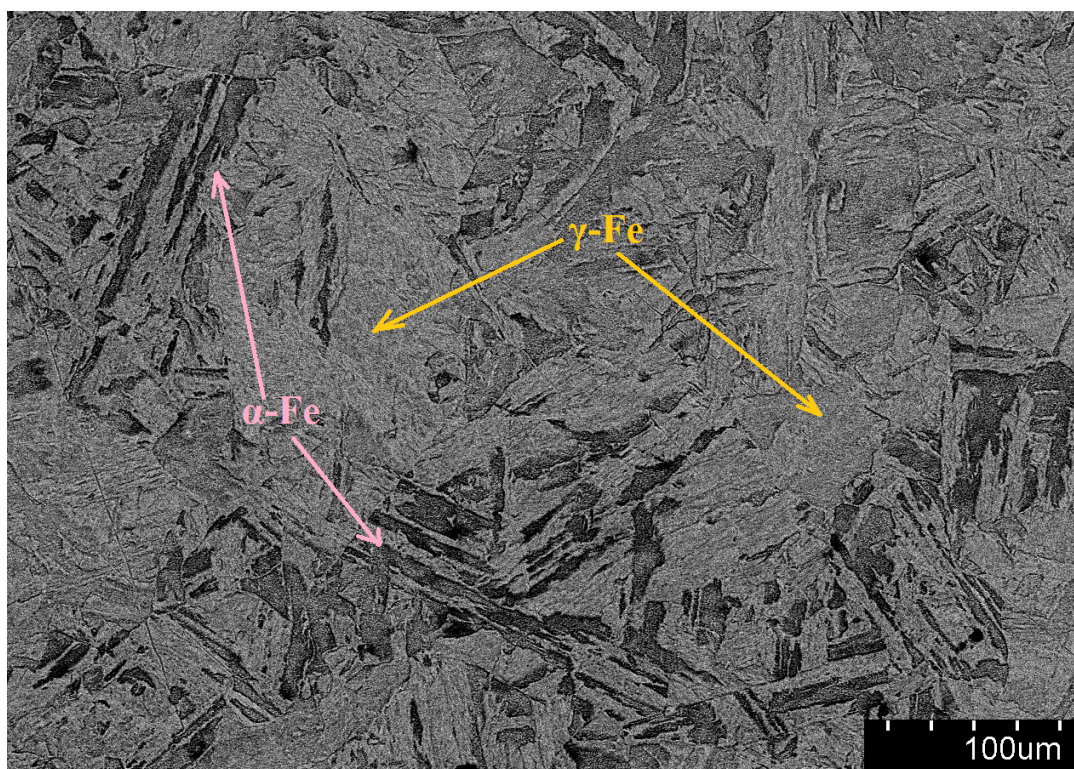
На рисунке 6 представлены микроструктуры СЛС-образцов в результате: а) ГИП А + ТО по режиму № 6.3 (табл. 6); б) ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; в) ГИП В + ТО по режиму № 6.3; г) ГИП Г + ТО по режиму № 6.3. Светлыми участками выделены фазы γ -Fe, темными - иглы α -Fe. Структура характеризуется четко выраженными границами зерен. В состоянии СЛС+ГИП+ТО структура сплава ПР-03Н18К98М5ТЮ имеет более равновесную мартенситную структуру, в отличие от сплава CL50 WS.



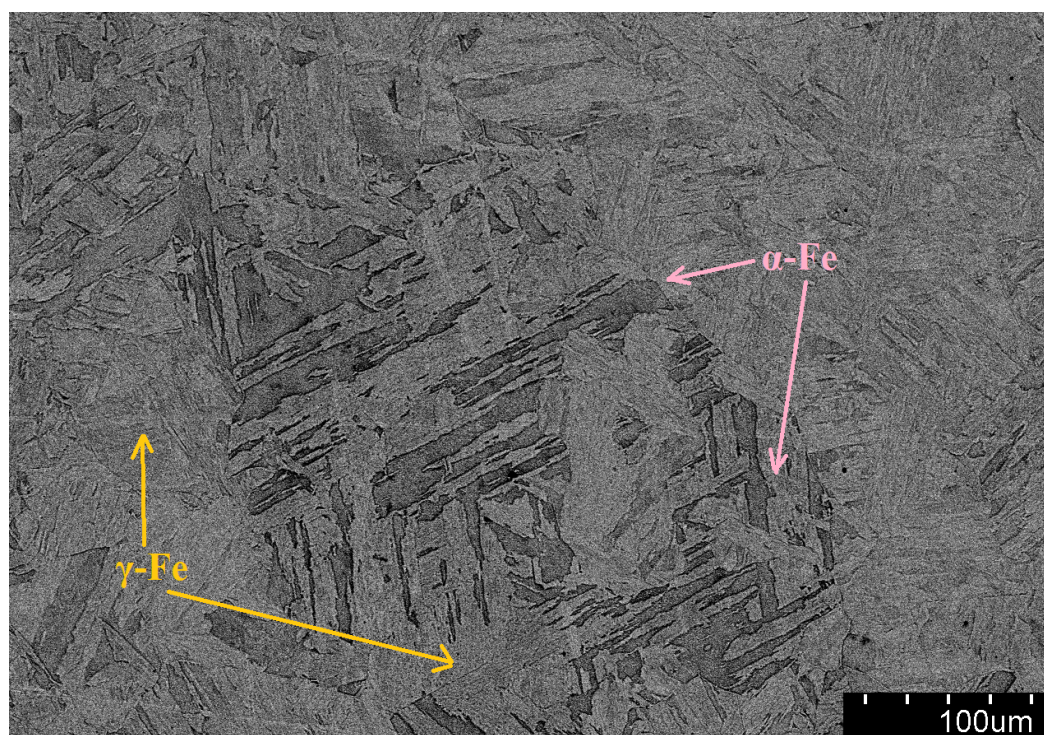
a)



b)



в)



г)

Рисунок 6 - СЭМ- изображения микроструктуры СЛС-образцов после обработки:
а) ГИП А + ТО по режиму № 6.3 (табл. 6); б) ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; в) ГИП
В + ТО по режиму № 6.3; г) ГИП Г + ТО по режиму № 6.3

В главе пять представлены механические свойства СЛС-образцов, подвергнутых ГИП и ТО.

Изучено влияние режимов постобработки на механические свойства СЛС-образцов. Основным технологическим преимуществом МСС является возможность посредством корректировки режимов старения получить высокую прочность и пластичность. В таблице 10 приведены механические свойства СЛС-образцов из сплава CL50 WS. Видно, что оптимальным вариантом постобработки является сочетание операций ГИП и ТО, поскольку, наряду с высокими прочностными свойствами, материал обладает приемлемым уровнем пластичности.

Таблица 10 - Механические свойства СЛС-образцов из сплава CL50 WS после проведения ГИП и ТО

Режим постобработки	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %
СЛС+ТО по режиму № ГЗ (табл. 5)	1550	1690	8,0	20,0
СЛС+ГИП	950	1100	13,0	59,0
СЛС+ГИП +ТО по режиму № ГЗ (табл. 5)	1500	1650	10,0	24,0

В связи с тем, что сплав ПР-03Н18К9М5ТЮ имеет несколько большее количество легирующих добавок, чем CL50 WS, то происходит сдвиг температурных режимов, необходимых для достижения удовлетворительных свойств. Наибольшее влияние оказывают добавки титана и молибдена, которые сдвигают температуру старения. В тоже время, согласно литературным данным и ТУ АДИ 513-2011, упрочняющую термическую

обработку проводят при температуре старения 400-510 °С. В связи с этим режимы ГИП и ТО для СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ требовали корректировки.

В таблице 11 приведены механические свойства (при комнатной температуре) СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ, зависящие от режимов постобработки.

Таблица 11 - Механические свойства СЛС-образцов после проведения ГИП и ТО

Режим постобработки	Угол постр оения	Механические характеристики				
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	HRC
ТО по режиму № 2.5	0°	1510±50	1660±50	11,0±1,5	22,0±7	48±2
	90°	1530±50	1670±50	7,0±2,5	18,0±8	
ТО по режиму № 6.3 (табл. 6)	0°	1540±50	1730±10	7,0±1,6	11,0±5,6	48,5±1
	90°	1530±50	1710±10	6,0±2,7	15,0±7	
ГИП А + ТО по режиму № 6.3	0°	1380±50	1570±50	11,0±2	37,0±4	44±1
	45°	1390±50	1550±50	8,0±2,5	25,0±4,6	
	90°	1390±50	1570±50	8,0±2	27,0±5	
ГИП Б + ТО по режиму № 6.3	0°	1390±50	1590±50	10,0±2,5	32,0±6,3	45±2
	45°	1330±50	1520±50	12,0±2,7	46,0±6	
	90°	1420±50	1610±50	11,0±2,5	44,0±6,8	
ГИП В + ТО по режиму № 6.3	0°	1600±50	1790±50	8,0±3,1	25,0±7,1	49±2
	45°	1510±50	1720±50	11,0±3	37,0±6,5	
	90°	1540±50	1700±50	10,0±2,8	43,0±6,7	
ГИП Г+ ТО по режиму № 6.3	0°	1430±50	1640±50	10,5±3,2	31,0±7	47±2
	45°	1410±50	1590±50	13,0±2,9	49,0±6,7	
	90°	1530±50	1710±50	11,0±2,7	39,0±5,9	

Установлено, что ТО СЛС-образцов без газостатирования также обеспечивает прирост показателей прочности, поскольку в процессе старения происходит выделение в пластичной матрице дисперсных частиц избыточной фазы Ni_3Ti , а также распад пересыщенного твердого раствора,

сопровожающийся миграцией атомов легирующих элементов к дислокациям. Механические свойства сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ превысили показатели для сплава CL50 WS. Это обусловлено повышенным содержанием легирующих элементов. Так с ростом содержания титана увеличивается степень упрочнения в результате старения. Кроме того, упрочнению способствовала добавка кобальта.

Комплексная постобработка (ГИП+ТО) позволила достичь максимального предела прочности СЛС-образцов, наряду с высокими показателями относительного удлинения и сужения.

Из таблицы 11 видно, что механические свойства материала, изготовленного в направлениях 0° , 45° , 90° относительно платформы построения, находятся на одинаковом уровне, что свидетельствует об отсутствии анизотропии материала.

Влияние режимов постобработки можно проследить на кривых измерительного индентирования (рис.7, табл.12). Видно, что твердость (Н), модуль упругости (Е) возрастают от значений $H = 4,6$ ГПа и $E = 194$ ГПа для образца в состоянии СЛС+ГИП до $H = 8,5$ ГПа, $E = 256$ ГПа для образца в состоянии СЛС+ГИП +ТО.

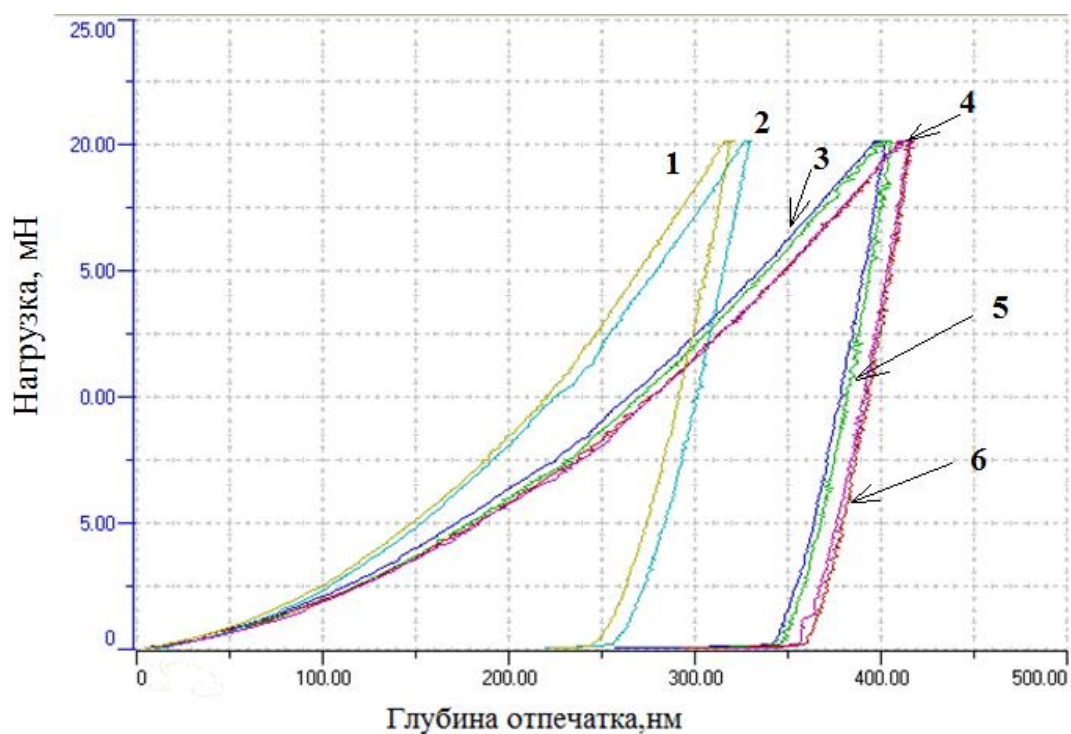


Рисунок 7 – Кривые измерительного индентирования СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ, подвергнутых постобработке по режимам:

- 1) ГИП А + ТО по режиму № 6.3; 2) ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; 3) ГИП А;
4) ГИП Г; 5) ГИП Б; 6) ГИП В

Таблица 12 - Значения твердости (Н), модуля упругости (Е) и глубины отпечатка (h_p) СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ, подвергнутых постобработке по различным режимам

Состояние образца	Н, ГПа	Е, ГПа	h_p , нм
ГИП А	5,1	209	340
ГИП Б	4,8	203	342
ГИП В	4,6	195	357
ГИП Г	4,7	196	350
ГИП А + ТО по режиму № 6.3	8,0	240	245
ГИП В + ТО по	8,5	256	256

режиму № 6.3			
--------------	--	--	--

Оценка влияния основных климатических факторов на эксплуатационно-технические характеристики заключается в проведении ускоренных климатических испытаний (УКИ). УКИ представляли собой имитацию воздействия климатических факторов в течении трех лет в условиях изготовления и 20 лет в условиях эксплуатации материала при температуре от -50 до 80 °С и влажности до 96 %. Внешний вид образцов до и после ускоренных климатических испытаний (УКИ) представлен на рисунке 8.



а





б

Рисунок 8 - Внешний вид СЛС-образцов до (а) и после (б) ускоренных климатических испытаний

МСС марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ не содержат в своем составе хрома, поэтому их коррозионная стойкость находится на уровне среднелегированной конструкционной стали типа СН. В связи с этим после имитации воздействия климатических факторов на поверхностях образцов появились продукты коррозии в виде пятен.

Для оценки эксплуатационно-технических характеристик сплавленного материала после УКИ были проведены механические испытания на растяжение. Результаты испытаний показали, что после УКИ уровень механических свойств остался неизменным (таблица 13). Таким образом, внешние воздействия климатических факторов не оказали влияние на эксплуатационно-технические характеристики.

Таблица 13 – Механические свойства CL 50 WS до и после УКИ

Состояние образца	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %
СЛС+ГИП+ТО по режиму № ГЗ (табл. 5)	1550	1690	9,3	23,0
СЛС+ГИП+ТО по режиму № ГЗ+УКИ	1500	1650	11,7	22,3
	1510	1660	11,3	20,8

Шестая глава посвящена применению разработанной технологии в производстве ответственных изделий.

В соответствии с технологической инструкцией ABC 25.000.00089К была изготовлена опытная партия изделий типа «Ключ» и «Переходник» из сплавов CL50WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ (рис.9 а,б). Данные изделия имеют различные варианты исполнения и нестандартные размеры, что затрудняет их получение путем фрезерной и гидроабразивной резки. Изготовленные по технологии СЛС изделия требуют лишь доводки, шлифовки и полировки. Изделия типа «Ключ» и «Переходник» используются при проведении сборочных работ. Изготовленные по разработанной технологии изделия успешно прошли испытания в АО «Корпорация «МИТ».

В соответствии с технологическими процессами ABC 01265.00010К, ABC 01250.00065К и ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ было изготовлено изделие «Корпус» (рис.9 в). «Корпус» является составной частью откидной опоры. Опоры предназначены для восприятия поперечных нагрузок, действующих на изделие при эксплуатации.

Методом компьютерной томографии изделий внутренние дефекты не обнаружены, а контроль механических свойств на образцах-свидетелях подтвердил соответствие изготовленных деталей требованиям конструкторской и технологической документации.



а)



б)



в)

Рисунок 9 - Изготовленные по технологии СЛС-изделия: а) «Переходник»; б) «Ключ»; в) «Корпус»

Основные выводы и результаты работы

1. Установлены оптимальные значения скорости и мощности сканирования, позволившие получить методом СЛС материал из сплавов CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ с пористостью не более 0,2%, при отсутствии несплавлений, трещин, с пределом прочности (σ_b) до 1300 МПа, пределом текучести ($\sigma_{0,2}$) - 1070 МПа, относительным сужением (δ) и удлинением (ψ) - не менее 14,9 % и 45,7 %, соответственно.

2. Ориентация СЛС-образцов относительно платформы построения в интервале от 0° до 90° не оказала заметного влияния на значения

прочности, пластичности и твердости, так как значительных структурных изменений не происходит. Разрушение образцов происходит по смешанному механизму отрыва и среза.

3. С помощью in-situ исследований СЛС-образцов мартенситно-стареющих сталей в колонне просвечивающего электронного микроскопа установлено, что в интервале температур 700-900 °С происходит переход α -Fe $\rightarrow$ γ -Fe и интенсивный рост аустенитной фазы, а при температуре закалки от 1100 °С - выделение α -Fe со стабилизацией мартенситной структуры.

4. Установлено, что в процессе ГИП происходит рекристаллизация субзеренной структуры СЛС- образцов мартенситно-стареющей стали с образованием однородной структуры. В результате старения легирующие элементы образуют пластичную матричную фазу мартенсита замещения, дисперсно-упрочненную выделениями избыточной фазы Ni_3Ti .

5. Найдены оптимальные режимы постобработки (ГИП и ТО), обеспечивающие снижение пористости СЛС- изделий из сплава CL50 WS в 2 раза (до 0,2 %) и сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ - в 6 раз (до 0.1%), при достижении рекордного уровня механических свойств: $\sigma_b = 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1603$ МПа, $\delta = 7,9$, $\psi = 24,9$, твердость $H = 8$ ГПа, модуль упругости $E = 243$ ГПа. Разрушение образцов проходило путем среза и отрыва по вязко-ямочному механизму с образованием изломов смешанного типа.

6. Климатические факторы не оказали существенного влияния на эксплуатационно-технические и механические свойства СЛС-образцов. Продукты коррозии в виде пятен на поверхности, образовавшиеся в результате ускоренных климатических испытаний, не уходят вглубь образцов и легко удаляются посредством механической обработки. Межкристаллитная коррозия не обнаружена.

7. В АО Корпорация «МИТ» была внедрена нижеследующая разработанная технологическая документация:

- Типовой технологический процесс синтеза изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;
- Технологическая инструкция на изготовление изделий типа «Переходник» из стального порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ (CL50 WS) методом СЛС;
- Типовой технологический процесс термической обработки изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;
- Технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)».

8. По разработанной технологии изготовлены опытные партии изделий типа «Ключ», «Переходник», «Корпус», которые прошли полный цикл приемо-сдаточных испытаний и приняты в эксплуатацию.

Список основных публикаций по теме диссертации

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК и входящие в базы данных Web of Science и Scopus:

1. Геров М.А., **Каясова А.О.**, Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Колмаков А.Г. Механические свойства и особенности разрушения высокопрочной мартенситно-старееющей стали, полученной селективным лазерным сплавлением // Деформация и разрушение материалов, 2021 № 9. С.2-10. [DOI: 10.31044/1814-4632-2021-9-2-10](https://doi.org/10.31044/1814-4632-2021-9-2-10)

Gerov M.V., **Kayasova A.O.**, Kolmakov A.G., Prosvirnin D.V. Mechanical properties and fracture of high-strength maraging steel fabricated by selective laser melting // Russian Metallurgy (Metally), Vol. 2022, No. 4, P.309-315. <https://doi.org/10.1134/S0036029522040139>

2. **Каясова А.О.**, Левашов Е.А. Особенности влияния горячего изостатического прессования и термообработки на структуру и свойства мартенситно-старееющей стали, полученной методом селективного лазерного сплавления // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2022; 4 (16): 84–92. <http://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-4-84-92>

3. **Каясова А.О.**, Басков Ф.А., Лобова Т.А., Левашов Е.А. Особенности структуры и механические свойства стали ПР-03Н18К9М5ТЮ, полученной методом селективного лазерного сплавления в сочетании с постобработкой // Известия вузов. Цветная металлургия. 2024;30(1):70–80. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2024-1-70-80>

Публикации в материалах научно-технических конференций:

1. **Каясова А.О.**, Левашов Е.А. Влияние ГИП и термообработки на структуру и свойства мартенситно-старееющей стали марки CL50WS (ЧС4), полученной методом селективного лазерного сплавления // Материалы 15-й Международной научно-технической конференции «Новые материалы и

технологии: Порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка», Минск, 14-16 сентября 2022, под ред. А.Ф. Ильющенко и др., Белорусская наука, 2022, с.234-237, ISBN 978-985-08-2851-4

2. **Каясова А. О.** (Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия). Особенности влияния термической постобработки на структуру и свойства мартенситно-старееющей стали, полученной по технологии селективного лазерного сплавления // Порошковая металлургия: Инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка. Сборник докладов 12-го Международного симпозиума (Минск, 7–9 апреля 2021 г.), 240-245

3. **Каясова А.О.** (Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия). Влияние термической постобработки на структуру и свойства мартенситно-старееющей стали CL50 WS, полученной по технологии селективного лазерного сплавления //Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов. Сборник тезисов, 2021. С.85

4. **Каясова А.О.** Левашов Е.А. «Влияние термической постобработки на структуру и свойства мартенситно-старееющей стали CL50WS, полученной методом селективного лазерного сплавления // Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии (СМПТ-2021)» (г. Санкт-Петербург);

5. **Каясова А.О.** «Механические свойства мартенситно-старееющей стали марки CL50 WS, полученной методом селективного лазерного сплавления. Влияние климатических факторов на структуру и механические характеристики синтезированного материала» // Сб. трудов XI-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ-2023. 18-20 апреля 2023. – Москва, НИТУ МИСИС

Результаты интеллектуальной деятельности:

Каясова А.О., Левашов Е.А. Способ селективного лазерного сплавления дисперсно-упрочненных мартенситно-стареющих сплавов и режимы термической обработки изделий с целью достижения высокого уровня механических свойств. Зарегистрировано в депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС № 36-732-2022 ОИС от 27 декабря 2022 года, номер государственного учета РИД 623011100337-5.