



**САМАРСКИЙ
ПОЛИТЕХ**
Опорный университет

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
ОКПО02068396, ОГРН1026301167683,
ИНН 6315800040, КПП 631601001

01.11.24 № 01.10.05/3173

На № _____ от _____



«УТВЕРЖДАЮ»
Первый проректор –
проректор по научной работе
ФГБОУ ВО «СамГТУ»,
доктор технических наук,
профессор
Ненашев
Максим Владимирович

« 01 » ноября 2024 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

о научно-практической ценности диссертации Каясовой Анастасии Олеговны
на тему: «Создание технологии селективного лазерного сплавления изделий из
мартенситностареющих сталей, легированных Ni-Co-Mo»,
представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.5 - Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы

Достижение высокой конструктивной прочности изделия происходит за счет изготовления из материала, обладающего высоким уровнем прочности и сопротивлению хрупкому разрушению. В значительной степени этими требованиями обладают мартенситностареющие стали (МСС). В настоящее время одним из перспективных способов применения порошковых МСС для изготовления изделий является внедрение в производство методов аддитивных технологий, а именно селективное лазерное сплавление (СЛС). Высокие физико-механические свойства и технологичность по сравнению со сталями других классов позволяют использовать МСС для изготовления ответственных изделий. Развитие производства за счет внедрения в производственный процесс методов аддитивных технологий, а именно СЛС, расширяет возможности изготовления изделий сложной конфигурации, которые традиционными способами

изготавливается за несколько циклов механической обработки, которые требуют дополнительных затрат.

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 сплавления. 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.

Актуальность диссертационной работы заключается в разработке режимов СЛС для МСС марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ, а также в исследовании влияния различных вариантов постобработки на эволюцию структуры и свойств материалов с целью выбора оптимального комплекса постобработок.

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.

Структура и основное содержание работы

Диссертационная работа состоит из введения и 5 основных глав, выводов, списка использованных источников и приложений.

Литературный обзор (глава 1) основан на анализе литературных источников, характеризуется полнотой освещения темы диссертационной работы и описывает проблематику, связанную с созданием технологии селективного лазерного сплавления, включающую в себя операции газостатической и термической обработки.

Во второй главе описаны исследуемые порошковые мартенситностареющие стали марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ, изложено описание оборудования, использованного в диссертационной работе и методов исследования, синтезированных материалов. При выполнении работы автором использованы передовые методы анализа материалов, в частности, использован современный и мало распространенный метод просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения для *in situ* исследования термической стабильности и структурно-фазовых превращений, происходящий при нагреве и охлаждении.

В третьей главе проведены параметрические исследования и оптимизация процесса СЛС, рассмотрены структурные особенности синтезированного материала и его механические характеристики. По результатам комплексных исследований в качестве оптимального выявлен

режим синтезирования № 5.1 с мощностью лазера 180 Вт и скоростью сканирования 600 мм/с, позволивший получить по технологии СЛС материал из сплавов CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ с пористостью 0,2%, отсутствием 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. По результатам этой главы разработан технологический процесс синтезирования изделий методом СЛС из мартенситностареющих сталей марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.

Четвертая глава посвящена исследованию эволюции структуры СЛС-образцов при горячем изостатическом прессовании и термической обработке. Установлено, что при нагреве в интервале температур 700-900 °С происходит интенсивный рост аустенитной фазы и обратный переход α -Fe $\rightarrow$ γ -Fe, а при T=1100 °С происходит выделение пересыщенного твердого раствора α -Fe и стабилизация мартенситной структуры.

В главе пять представлены результаты механических свойств СЛС-образцов в состоянии ГИП и ТО, а также приведены результаты ускоренных климатических испытаний.

Найдены оптимальные режимы ГИП и последующей термической обработки (закалка, старение), 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. Выявлено, что климатические факторы не оказывают существенного влияния на эксплуатационно-технические характеристики, так как механические свойства остались на том же уровне, что и у образцов до проведения ускоренных климатических испытаний. По результатам этой главы разработан технологический процесс термической обработки изделий, синтезированных из мартенситностареющих сталей марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ, а также технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал, синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)».

В шестой главе представлены изготовленные по разработанной технологии изделия, соответствующие требованиям конструкторской и технологической документации.

В приложениях А-Ж представлены акты, технологическая документация, технические условия, ноу-хау, выпущенные по результатам диссертационной работы.

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. С помощью in-situ исследований СЛС-образцов мартенситностареющих 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 работы заключается в разработанной комплексной технологии изготовления изделий из МСС, включающей СЛС, ГИП и ТО (зарегистрировано в депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС № 36-732-2022 ОИС от 27 декабря 2022 года, номер государственного учета РИД 623011100337-5). 7. В АО Корпорация «МИТ» была внедрена нижеследующая разработанная технологическая документация:

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

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 мартенситностареющих сталей марок ПР-03Н18К9М5ТЮ и CL50 WS. 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 Каясовой А.О. 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 параметрические исследования по подбору режимов СЛС, но скорость сплавления варьируется только от 600 до 615 мм/с, поэтому на основании чего выбирался данный диапазон исследуемых режимов при оптимизации процесса СЛС?

2. В таблицах 1, 2 указаны химические составы сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ. Из работы не ясно, это нормативный (стандартизованный) химический состав сплавов или измеренный химический состав используемых материалов? Производилось ли измерение химического состава непосредственно материалов? Насколько эти данные соответствуют химическому составу сплавов по ГОСТ?

3. По тексту работы имеются отдельные грамматические и стилистические неточности и опечатки.

4. Не в полном объеме раскрыт принцип подбора термической обработки сплавленного материала.

5. Почему подбор параметрических режимов и изготовление производилось на зарубежном СЛС-оборудовании, если на данный момент существует парк отечественных СЛС-машин?

6. В главе 6 представлены по разработанной технологии детали типа «Корпус», «Ключ», «Переходник», для каких еще изделий можно рекомендовать разработанную технологию?

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

Заключение

Диссертационная работа Каясовой А.О. представляет собой законченное исследование, содержащее решение актуальной научно-практической задачи по разработке технологии изготовления изделий из мартенситностареющих сталей методом селективного лазерного сплавления.

Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации. Результаты диссертационной работы, выносимые на защиту, прошли апробацию на 7 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 изделий из мартенситностареющих сталей с последующей термической обработкой, включающей ГИП и ТО (закалка и старение). Автор диссертации, Каясова Анастасия Олеговна, 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 Каясовой А.О., обсуждения презентации доклада Каясовой А.О. на заседании кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Самарский государственный технический университет, протокол № 2 от 31.10.2024 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.pugacheva@yandex.ru

 Пугачева
Татьяна Михайловна

Подписи А.П. Амосова и Т.М. Пугачевой заверяю
Ученый секретарь ФГБОУ ВО «СамГТУ»,
доктор технических наук

 Ю.А. Малиновская

« 07 » ноября 2024 г.

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@samgru.ru