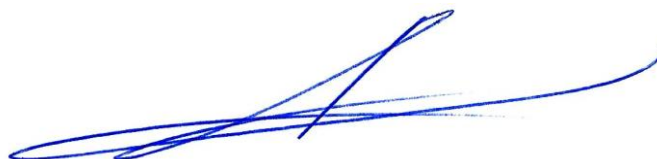


На правах рукописи



ГРИГОРЬЕВ Алексей Владимирович

**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ
МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ**

Специальность 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2018

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор **Попович Анатолий Анатольевич**, директор института металлургии, машиностроения и транспорта, профессор кафедры технологии и исследования материалов ФГАОУ ВО «СПбПУ»

Официальные оппоненты:

доктор технических наук, профессор **Левашов Евгений Александрович**, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”», Директор Научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза «МИСиС-ИСМАН» (г. Москва)

кандидат технических наук, доцент **Фармаковский Борис Владимирович**, ученый секретарь ГНЦ РФ ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина НИЦ «Курчатовский институт» (г. Санкт-Петербург)

Ведущая организация:

ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева-КАИ» (г. Казань)

Защита состоится «24» мая 2018г. в 16⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.229.03 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, главный корпус, ауд. 118.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ФГАОУ ВО «СПбПУ» и на сайте www.spbstu.ru.

Автореферат разослан " " _____ 2018г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.229.03
кандидат технических наук



Швецов О.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Титановые сплавы широко используются в различных отраслях промышленности, например, для изготовления деталей авиационной техники, благодаря своей высокой удельной прочности, коррозионной стойкости и способности работать при относительно высоких температурах. В последние годы наблюдается тенденция увеличения доли титановых деталей от общей массы газотурбинного двигателя. Сплавы на основе орто-фазы Ti_2AlNb считаются наиболее перспективными материалами для изготовления деталей последних ступеней компрессора и турбины двигателей нового поколения, благодаря высоким удельным прочностным свойствам и рабочей температуре ≥ 600 °С. Возможность применения таких сплавов в технологиях аддитивного производства не была исследована как в России, так и за рубежом.

Современные темпы развития промышленности требуют внедрения передовых способов производства металлических изделий. Одним из них являются аддитивные технологии, которые объединяют использование цифрового проектирования для создания компьютерной модели будущей детали и изготовление самого изделия путем послойного добавления материала на специальном оборудовании. В настоящий момент аддитивные технологии достигли такого уровня развития, который позволяет изготавливать не только прототипы деталей, но и функциональные изделия со сложной конфигурацией для авиакосмической отрасли, автомобилестроения, медицины и др. Селективное лазерное плавление металлических порошков является одним из наиболее распространённых и перспективных методов для изготовления металлических изделий путем послойного добавления материала. Этот метод заключается в формировании слоёв порошкового материала, их поочередного расплавления с помощью лазерного излучения и соединения с предыдущим слоем в соответствии с сечением компьютерной модели заготовки.

В качестве исходных материалов в технологии селективного лазерного плавления используются металлические порошки. Производители оборудования для аддитивного производства предъявляют ряд требований к исходным порошковым материалам, в частности порошковые частицы должны иметь сферическую форму, минимальное количество внутренних и поверхностных дефектов, соответствовать определенному химическому и гранулометрическому составу. Порошки для аддитивных технологий, как правило, производят с помощью технологий газовой или плазменной атомизации расплава. В связи со сложностями при производстве порошков сложных сплавов для аддитивных технологий номенклатура коммерчески доступных порошков для аддитивного производства в настоящий момент существенно ограничена.

Решение этой проблемы можно найти при применении альтернативных методов для изготовления изделий из титановых сплавов с помощью аддитивных технологий. Одним из таких направлений является использование механической смеси порошков

отдельных элементов сплава для изготовления из нее изделий методами послойного синтеза, в результате которого будет осуществляться in-situ синтез сплава заданного состава.

Целью настоящей работы является разработка способа синтеза титановых сплавов систем Ti-Al, Ti-Al-Nb из элементных порошков методом селективного лазерного плавления.

Для этого должны быть решены следующие **задачи**:

1. установить влияние основных технологических параметров процесса селективного лазерного плавления на плотность компактного материала при послойном синтезе титановых сплавов из смесей элементных порошков систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb.

2. изучить особенности микроструктуры синтезированных из элементных порошков сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb и сплава ВТ6 (полученного из легированного порошка), изготовленных методом селективного лазерного плавления.

3. установить влияние режимов термической обработки на микроструктуру и фазовый состав компактных сплавов, полученных методом селективного лазерного плавления элементных порошковых смесей;

4. исследовать механические свойства компактных образцов, синтезированных методом селективного лазерного плавления из элементных порошковых смесей сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Установлены закономерности влияния основных параметров процесса селективного лазерного плавления на плотность компактного материала при послойном синтезе титановых сплавов из смесей элементных порошков систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb. Показано, что максимальная относительная плотность титановых сплавов более 99% достигается при плотности энергии лазерного излучения от 63 Дж/мм³ до 76 Дж/мм³.

2. Установлены особенности микроструктуры синтезированных сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb, полученных в результате селективного лазерного плавления элементных порошковых смесей до и после термической обработки. Показано, что использование двух лазеров с различным пятном фокусировки позволяет изменять размер зерен α -Ti от 38 до 58 мкм (± 13 мкм). Установлено, что в сплавах систем Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb полное растворение ниобия происходит после гомогенизирующего отжига при температуре 1350 °C и времени выдержки от 2,5 до 3,5 часов.

Практическая ценность работы:

1. Разработан экономичный способ получения компактных титановых сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb с помощью аддитивных технологий путем послойного лазерного плавления элементных порошковых смесей.

2. Определены технологические параметры процесса селективного лазерного плавления элементных порошковых смесей систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb, позволяющие получать компактный материал с относительной плотностью 97–99 %.

3. Установлено влияние режимов термической обработки на микроструктуру и фазовый состав компактных сплавов систем Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb, позволяющих достичь полное растворение ниобия в сплаве с получением микроструктуры, состоящей из пластинчатых выделений ($\alpha+\beta$)-фаз для системы Ti-6Al-7Nb и зерен В2/бета-фазы с игольчатыми выделениями орто-фазы Ti_2AlNb для системы Ti-22Al-25Nb.

4. Выявлено наличие анизотропии механических свойств компактного сплава ВТ6, изготовленного методом селективного лазерного плавления из легированного порошка, в зависимости от направления выращивания образцов и установлены способы ее устранения.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Экономичный способ получения компактных титановых сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb с помощью аддитивных технологий путем послойного лазерного плавления элементных порошковых смесей.

2. Результаты исследования влияния технологических параметров процесса селективного лазерного плавления на плотность компактного материала при послойном синтезе титановых сплавов из смесей элементных порошков систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb.

3. Результаты экспериментальных исследований структуры и механических свойств компактных образцов, синтезированных методом селективного лазерного плавления из элементных порошковых смесей сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb.

4. Результаты экспериментальных исследований анизотропии механических свойств сплава ВТ6, изготовленного методом селективного лазерного плавления из легированных порошков.

Апробация работы

Основные результаты работы докладывались на международных конференциях: на третьей международной конференции «Прорывные технологии 21-го века и их преобразующее воздействие на промышленные структуры и социально-экономическую сферу» (Санкт-Петербург, 2016 г.); на международной научно-технической конференции «Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ'16)» (Санкт-Петербург, 2016 г.); на XII международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии (СММТ'17)» (Санкт-Петербург, 2017 г.); на III международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее» (Москва, 2017 г.); международной конференции «European Advanced Materials Congress» (Стокгольм, Швеция, 2016 г.).

Публикации. Основные положения работы опубликованы в 8 статьях, из них 3 – в журналах, рекомендуемых перечнем ВАК РФ. Разработка защищена 1 патентом РФ.

Личный вклад автора состоит в разработке программы исследований, отработке методик исследования материалов, разработке режимов послойного синтеза и термической обработке образцов, участие в экспериментальных исследованиях и анализе результатов.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы, содержит 149 машинописных листа текста, включая 101 рисунок, 19 таблиц, 110 наименований библиографических ссылок.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы исследования; сформулированы цель и задачи диссертационной работы; сформулированы научная новизна и практическая ценность; сформулированы основные положения работы, выносимые на защиту.

В первой главе на основании литературных данных проведен анализ современного состояния проблемы получения титановых сплавов с помощью аддитивных технологий. Аналитический обзор показал, что существует большое количество отечественных и зарубежных титановых сплавов, обладающих различным комплексом свойств, которые зависят от системы легирования. Интерметаллидным титановым сплавам уделяется большое внимание как к жаропрочным сплавам с высокими удельными прочностными свойствами. Среди них выделяют орторомбические сплавы на основе О-фазы Ti_2AlNb как наиболее перспективные материалы для изготовления деталей последних ступеней компрессора и турбины газотурбинного двигателя нового поколения.

Освоение орто-сплавов сдерживается в связи с трудностями при изготовлении изделий из этих сплавов традиционными методами. Одним из путей для снижения стоимости производства изделий из этих сплавов является использование аддитивных технологий. Однако производство порошков титановых сплавов для использования в аддитивных технологиях является дорогостоящим, альтернативным методом получения интерметаллидных титановых сплавов может являться послойный синтез при селективном лазерном плавлении смеси элементных порошков заданного состава. В этой связи необходима разработка аддитивной технологии синтеза титановых сплавов, в частности орто-сплава, из элементных порошков с возможностью получения гомогенной микроструктуры и удовлетворительных механических характеристик.

На основании вышеизложенного сформулированы цель работы и задачи исследования.

Во второй главе приводятся описания используемых в работе материалов, технологических процессов, исследовательского оборудования, методов и методик исследования.

Для исследования процесса in-situ синтеза титановых сплавов из элементных порошков были выбраны три сплава: VT5 (Ti-5Al (% , масс.)), Ti-6Al-7Nb (% , масс.) и Ti-22Al-25Nb (% , ат.). В качестве исходных порошковых материалов для подготовки

порошковых смесей сплавов этих сплавов использовались порошки титана (CP Ti Grade 2, аналог VT1-0), алюминия (чистота 99,9%) и ниобия (марка НБП-1а, чистота 99,7%). Порошковые смеси подготавливались из исходных порошковых компонентов с использованием лабораторного гравитационного смесителя.

Для приготовления порошка твердого раствора титана и ниобия с помощью механического легирования использовалась планетарная мельница Fritsch Pulverisette 4. Масса исходных порошков титана и ниобия бралась в соотношении 1,5:1. Скорость вращения планетарного диска составляла 200 об/мин: скорость вращения размольных стаканов – -200 об/мин. Время помола – 20 часов (каждые 30 мин осуществлялась остановка на 15 мин). Соотношение массы порошков к массе размольных шаров составляло 1:15. Размольные стаканы предварительно продувались аргоном.

Экспериментальные исследования процесса селективного лазерного плавления осуществляли на установке SLM 280HL производства компании SLM Solutions GmbH. Синтез компактных образцов осуществляется на основной платформе. На нее наносится тонкий слой порошкового материала. Нанесения слоя происходит с помощью специального подвижного блока, который наполняется порошком. Этот блок дозирует порошковый материал при движении над поверхностью платформы и при помощи силиконового ракеля производится распределение и разравнивание слоя порошка по поверхности платформы. Затем осуществляется обработка этого слоя лазерным излучением. Лазерный луч фокусируется на поверхности порошкового слоя, создавая пятно малого диаметра. За счет воздействия лазерного излучения происходит расплавление порошкового материала с последующим образованием твердофазной структуры при одновременном сплавлении текущего слоя с предыдущим. После этого платформа опускается на высоту, равную толщине порошкового слоя, производится нанесение нового слоя порошка и процесс повторяется до завершения обработки всех слоев. Синтез образцов производился в атмосфере аргона.

Установка SLM 280HL имеет два иттербиевых волоконных лазера с длиной волны 1,07 мкм и максимальной мощностью 400 Вт и 1 кВт. Лазер с максимальной мощностью 400 Вт имеет пятно фокусировки диаметром около 80 мкм и Гауссово распределение мощности по пятну, а лазер с максимальной мощностью 1 кВт имеет пятно фокусировки диаметров около 700 мкм с равномерным распределением мощности.

В работе использованы следующие методы исследования состава, структуры и свойств полученных материалов: оптическая микроскопия, сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ, рентгеноспектральный микроанализ, методы контроля химического состава и содержания азота, статические методы испытания механических свойств при растяжении.

Исследование внутренних дефектов также проводилось на микрофокусной системе рентгеновского контроля с функцией компьютерной томографии на базе рентгеновской установки фирмы Nikon Metrology XT H 225.

Третья глава посвящена изучению процесса послойного синтеза альфа-титанового сплава ВТ5 из смеси порошков титана и алюминия методом селективного лазерного плавления.

На первом этапе была получена порошковая смесь сплава Ti-5Al из сферических

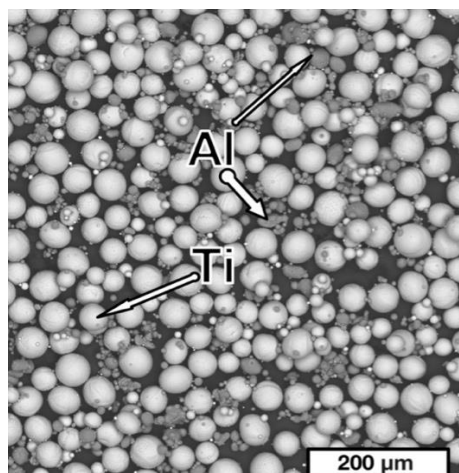


Рис. 1 – Изображение порошковой смеси сплава Ti-5Al

порошков титана (95 % масс.) и алюминия (5 % масс.). Порошки перемешивали в течение 12 часов с помощью гравитационного смесителя. Изображение полученной порошковой смеси приведено на рис. 1.

Для исследования влияния параметров процесса СЛП на плотность компактных образцов из порошковой смеси сплава Ti-5Al изготовлены образцы с использованием различных значений основных параметров процесса СЛП. Скорость сканирования варьировалась от 250 до 350 мм/с, мощность лазерного излучения менялась от 650 до 950 Вт. Толщина слоя и расстояние между единичными проходами лазера не варьировались и составляли соответственно 100 мкм и 450 мкм. Определены значения основных параметров процесса СЛП, обеспечивающие синтез компактного материала с относительной плотностью близкой к 99 %. Вне зависимости от скорости сканирования при мощности лазера 650 Вт наблюдается большое количество крупных пор (размером около 300–600 мкм), что может связано с неполным проплавлением порошкового слоя и, как следствие, недостаточной смачиваемостью ванны расплава последующих слоев. С повышением скорости сканирования при наибольшей мощности лазера возникают термокапиллярные эффекты (эффект Марангони), которые приводят к нестабильности ванны расплава. С повышением мощности при скорости 250 мм/с пористость образцов снижается (крупных пор не наблюдается). При этом поры имеют более округлую форму и связаны с испарением металла при перегреве расплава в процессе СЛП. Относительная плотность материала повышается с увеличением плотности энергии в процессе СЛП.

Результаты измерения содержания титана и алюминия в компактном образце вдоль линии показывают, что в целом распределение этих элементов в образце равномерное без наличия областей с повышенным или пониженным содержанием какого-либо из этих элементов. Точечный анализ химического состава синтезированных образцов показал, что при мощности лазера 275 Вт содержание Al составляет 4,73–5,00 % масс., а при мощности лазера 950 Вт – 4,18–6,03 % масс.

Химический состав синтезированного материала соответствует составу сплава ВТ5 как в случае использования лазера с малым пятном фокусировки, так и при использовании лазера с большим пятном фокусировки.

Результаты рентгенофазового анализа синтезированных образцов (рис. 2) показали, что в образцах, изготовленных как при мощности лазера 275 Вт, так и при мощности лазера 950 Вт, присутствует только фаза ГПУ-титана.

Микроструктура компактных образцов состоит из равноосных зерен α -Ti различного размера (рис. 3), при этом при более высокой мощности лазера размер зерен несколько больше, что связано с различием в скорости охлаждения при кристаллизации в процессе СЛП. В случае мощности лазера 275 Вт средний размер зерен составляет 38 ± 13 мкм, а в случае мощности лазера 950 Вт – 58 ± 19 мкм.

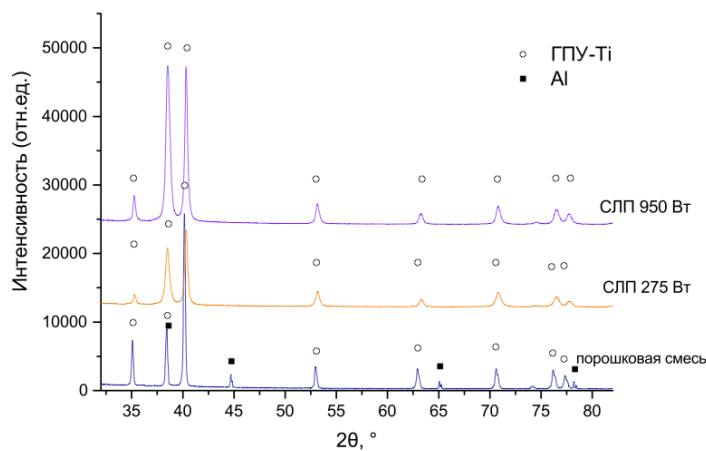


Рис. 2 – Фазовый состав порошковой смеси Ti-5Al и образцов, изготовленных из этой смеси методом СЛП

Предел прочности синтезированных образцов при комнатной температуре составляет 897 ± 7 МПа при относительном удлинении $5,0 \pm 1,2$ %, что сопоставимо со свойствами образцов, изготовленных литьем, с помощью горячего проката либо путем спекания порошков. При этом полученные значения прочности и пластичности превышают требования ГОСТ 26492–85 «Прутки катаные из титана и титановых сплавов. Технические условия» для сплава VT5. Предел прочности синтезированного материала при температуре 400 °С составляет 521 ± 12 МПа, что превышает предел прочности литого сплава VT5 и находится на уровне горячекатаного материала из сплава VT5.

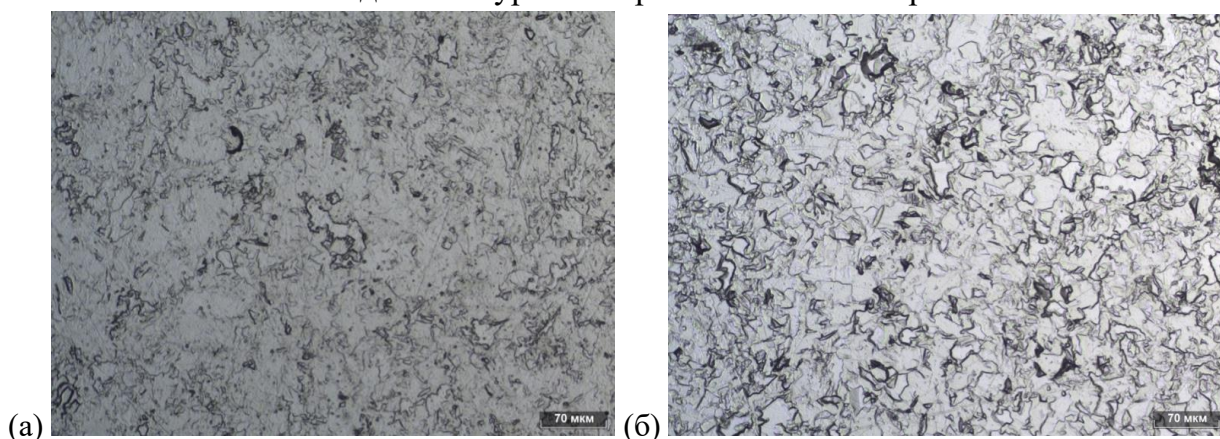


Рис. 3 – Микроструктура образцов, изготовленных из смеси Ti-5Al методом СЛП при мощности лазера 275 Вт (а) и 950 Вт (б)

Четвертая глава посвящена исследованию процесса послойного синтеза двухфазных титановых сплавов Ti-6Al-7Nb и VT6 из элементных и легированных порошков методом СЛП.

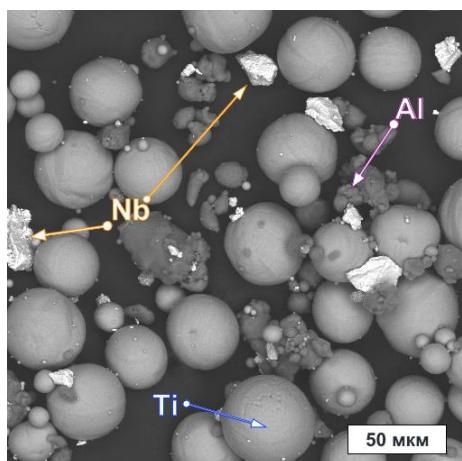


Рис. 4 – Изображение порошковой смеси сплава Ti-6Al-7Nb

На первом этапе получена порошковая смесь сплава Ti-6Al-7Nb из элементарных порошков титана (95 % масс.), алюминия (6 % масс.) и ниобия (7 % масс.). Порошки были перемешаны в течение 12 часов с помощью гравитационного смесителя. Изображение полученной порошковой смеси приведено на рис. 4. Частицы порошков титана и алюминия сохранили свою исходную сферическую форму после перемешивания. Наблюдается коагуляция некоторых мелкодисперсных частиц алюминия. Частицы ниобия и алюминия, в целом, распределены в смеси достаточно равномерно, однако из-за их относительно невысокого содержания имеются участки, где эти частицы отсутствуют.

Для исследования влияния параметров процесса СЛП на плотность компактных образцов из порошковой смеси сплава Ti-6Al-7Nb были изготовлены образцы с использованием различных значений основных параметров процесса СЛП: скорость сканирования варьировалась от 250 до 350 мм/с, мощность лазерного излучения менялась от 650 до 950 Вт. При этом использовался лазер с максимальной мощностью 1000 Вт с равномерным распределением интенсивности лазерного излучения и диаметром пятна фокусировки около 700 мкм. Толщина слоя и расстояние между единичными проходами лазера не варьировались и составляли соответственно 100 мкм и 450 мкм.

Относительная плотность синтезированного материала варьируется от 95,0 % до 98,9 %. Компактный материал имеет большое количество округлых газовых пор. При этом при наименьшей плотности энергии (мощность 650 Вт, скорость сканирования 350 мм/с) наблюдаются крупные пор неравномерной формы, вызванные неполным проплавлением материала. Увеличение мощности лазера приводит к небольшому повышению плотности материала, однако при наибольшей мощности и скорости сканирования 250 мм/с образуются крупные округлые поры, вызванные перегревом расплава в процессе СЛП. Наименьшей пористостью обладает материал, синтезированный при использовании мощности лазера 850 Вт и скорости сканирования 300 мм/с. с повышением плотности энергии до определенного значения (63 Дж/мм^3) наблюдается увеличение относительной плотности синтезированного материала из смеси Ti-6Al-7Nb. Относительная плотность при этом достигает своего максимального значения (98,9 %). Дальнейшее увеличение плотности энергии снижает относительную плотность образцов.

В микроструктуре синтезированного материала из смеси Ti-6Al-7Nb наблюдаются отдельные нерасплавленные частицы ниобия. В то же время, результаты точечного анализа химического состава показали, что состав областей, где отдельные частицы ниобия не наблюдаются, близок к составу сплава Ti-6Al-7Nb, что говорит об образовании твердого раствора легирующих элементов в титане в этих

участках. Результаты рентгенофазового анализа синтезированного материала (рис. 5) показали, что в исходном состоянии компактный материал состоит из фазы ГПУ-титана и Nb.

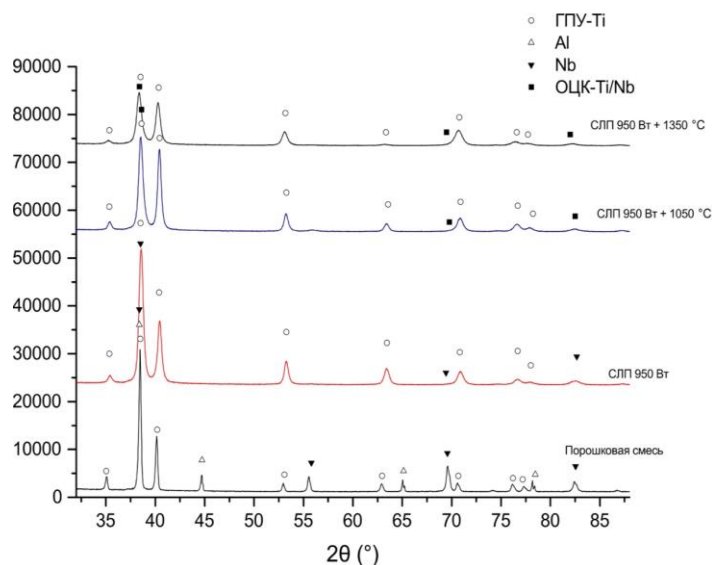


Рис. 5 – Фазовый состав компактных образцов, изготовленных из порошковой смеси Ti-6Al-7Nb методом СЛП

Установлено, что полное растворение отдельных частиц Nb за счет диффузии в матрице осуществляется при температуре отжига 1350 °C и времени выдержки от 2,5 часов. Синтезированный сплав Ti-6Al-7Nb в результате отжига характеризуется равномерным химическим составом и имеет (α + β)-пластинчатую микроструктуру (рис. 6). При повышении температуры и времени отжига наблюдается увеличение объемной доли β -фазы и средней толщины пластин α -фазы (рис. 7). После отжига при 1050 °C объемная доля β -фазы составляет 10–12 %, а после отжига при 1350 °C в течение 3,5 часов – 14–17 %.

Механические испытания показали, что, при комнатной температуре предел текучести синтезированного сплава Ti-6Al-7Nb составляет 774 ± 10 МПа, предел прочности – 850 ± 10 МПа при относительном удлинении $2,0 \pm 0,2$ %.

Прочностные характеристики синтезированного сплава ниже, чем у материала, изготовленного методом СЛП с использованием легированного порошка сплава Ti-6Al-7Nb (предел прочности такого материала достигает 1480 ± 26 МПа). Механические свойства синтезированного из элементных порошков методом СЛП сплава Ti-6Al-7Nb находятся на уровне сплава ВТ6, изготовленного спеканием порошков. При температуре испытания 400 °C предел прочности синтезированного материала составляет 387–433 МПа при относительном

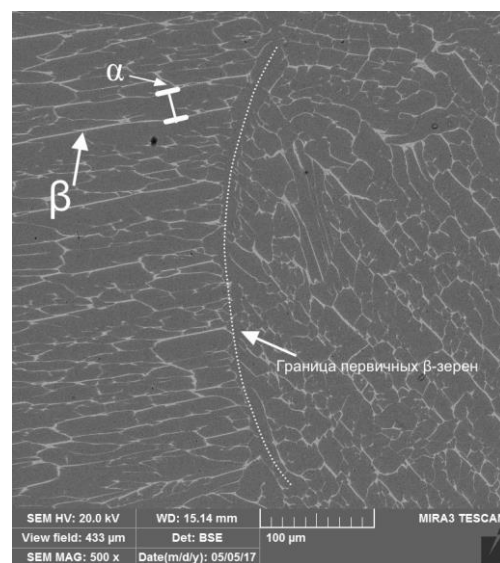


Рис. 6 – Микроструктура образцов из сплава Ti-6Al-7Nb после отжига при 1350 °C в течение 2,5 часов

удлинении 1,8–3,4 %, что ниже, чем у сплава ВТ6, изготовленного спеканием порошков. Пониженные механические характеристики синтезированного сплава могут быть связаны с большим количеством крупных пор в материале (более 1 %). Кроме того, пониженная пластичность может быть вызвана высоким содержанием кислорода в компактном материале (0,21 % масс.). Характер излома образца хрупкий, имеются крупные округлые поры, которые являлись источником разрушения.

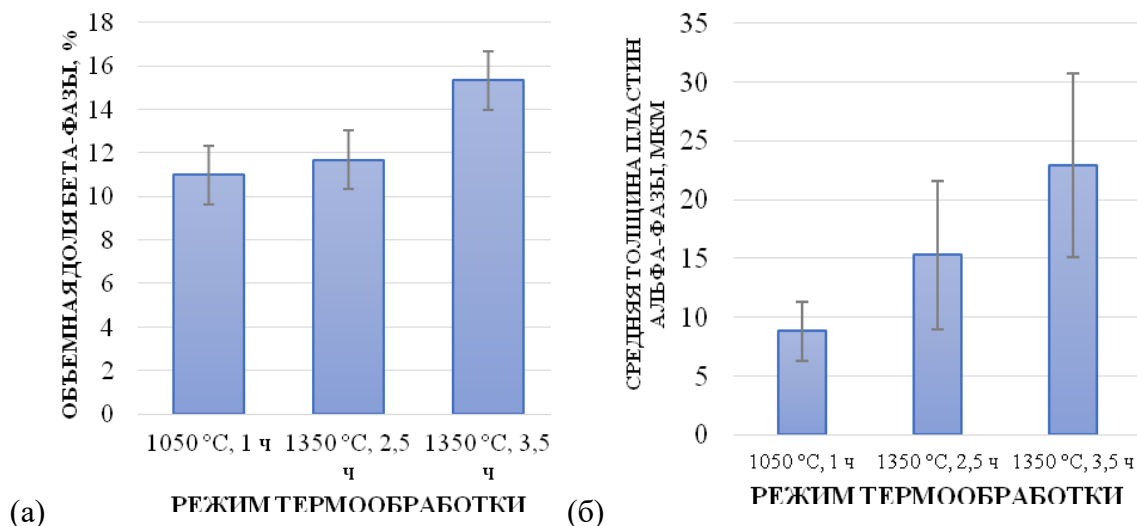


Рис. 7 – Изменение объемной доли β-фазы (а) и средней толщины пластин α-фазы (б) в структуре сплава Ti-6Al-7Nb после отжига по различным режимам

Микроструктура сплава ВТ6, синтезированного методом СЛП из легированного порошка, представляет собой мелкодисперсные иглообразные выделения мартенситной α'-фазы (рис. 8, а). После вакуумного отжига наблюдается появление α- и β-фаз в виде свободных от иглообразного мартенсита образований (рис. 8, б), сформировавшихся на границах зерен. Наблюдаемые размеры игл мартенсита укрупнились в размерах, границы округлились по сравнению с образцом без термической обработки.

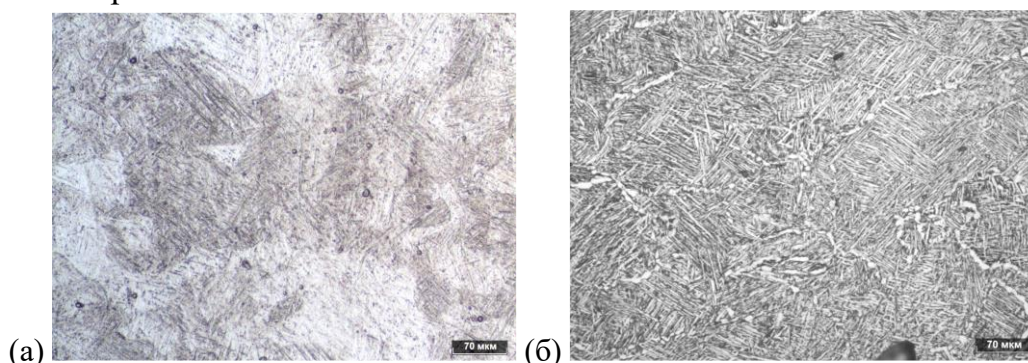


Рис. 8 – Микроструктура сплава Ti6Al4V до (а) и после (в) термической обработки

Механические испытания образцов, синтезированных методом СЛП из порошков сплава Ti-6Al-4V, полученных газовой и плазменной атомизацией, показали, что они имеют схожие значения, но образцы, изготовленные из плазменно-распыленного порошка, имеют меньший разброс прочностных и пластических характеристик и имеют более стабильный результат.

Проведенные исследования механических свойств компактных образцов из сплава Ti-6Al-4V показали, что их свойства отличаются в зависимости от направления выращивания. У вертикально расположенных на платформе образцов прочностные свойства при испытании на растяжение ниже, а ударная вязкость выше, чем у размещенных горизонтально. Установлено, что после проведения термической обработки образцы, изготовленные в горизонтальном положении, имеют более высокие показатели при испытании на ударный изгиб ввиду устранения влияния остаточных напряжений. Отличие прочностных свойств образцов может быть связано с присутствием направленных дефектов и особенностями формирующейся микроструктуры материала в процессе СЛП.

Форма зерен у образца прямоугольной формы вытянута вдоль направления выращивания (рис. 9, а). При изготовлении тонких элементов сетки за счет меньшего их сечения тепловые процессы в ней протекают иначе, что сказывается на условиях кристаллизации и формирующейся микроструктуре: в зависимости от угла наклона элемента сетчатой конструкции изменяются направление и форма зерен (рис. 9, б). Таким образом, влияющими факторами на присутствующую анизотропию механических свойств изделий, изготовленных селективным лазерным плавлением порошковых материалов, являются: остаточные напряжения, которые устраняются путем термической обработки; плоские поры, расположенные перпендикулярно направлению выращивания; вытянутая вдоль направления изготовления зеренная микроструктура.

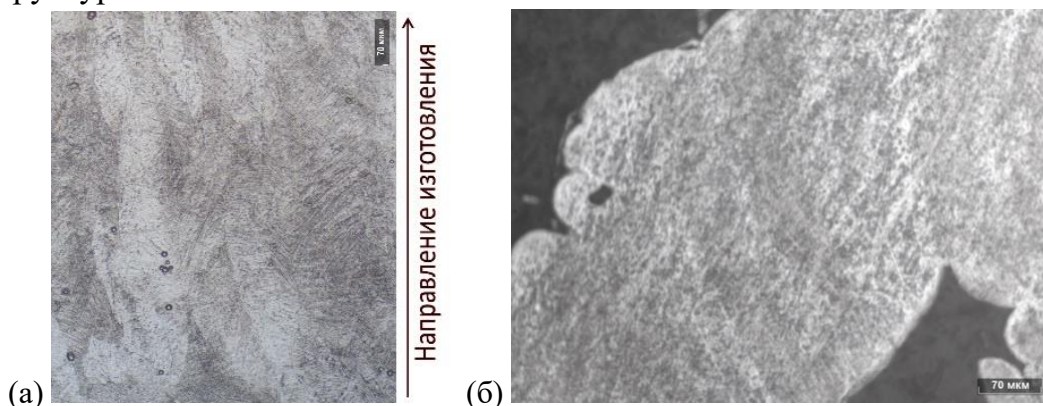


Рис. 9 – Микроструктуры тестовых образцов из сплава Ti-6Al-4V: а – прямоугольный образец; б – образец сетчатой конструкции

Исследование внутренних дефектов в компактном материале из сплава ВТ6 методом рентгеновской компьютерной томографии показало, что пористость исследуемых сечений образца, изготовленного методом СЛП, составляет 1,19–1,71 %. При отдалении от поддерживающих структур количество внутренних дефектов в образце уменьшается (рис. 10). Таким образом, при изготовлении изделий методом СЛП необходимо учитывать повышенное количество внутренних дефектов в области изделий у поддерживающих структур. Размер внутренних пор в образце составляет 30–40 мкм.

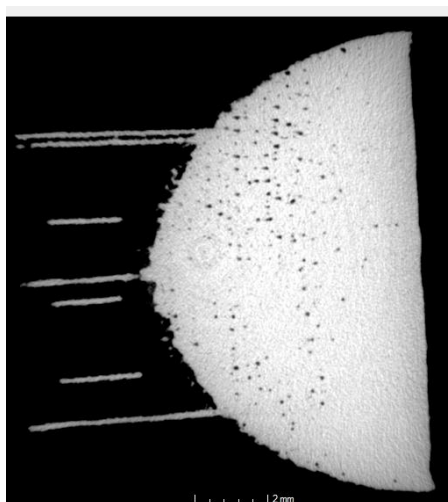


Рис. 10 – Изображение произвольного сечения, полученное методом компьютерной томографии, для образца из сплава ВТ6, изготовленного методом СЛП

Пятая глава посвящена исследованию процесса послойного синтеза орторомбического титанового сплава Ti-22Al-25Nb из смеси порошков титана, алюминия и ниобия методом СЛП.

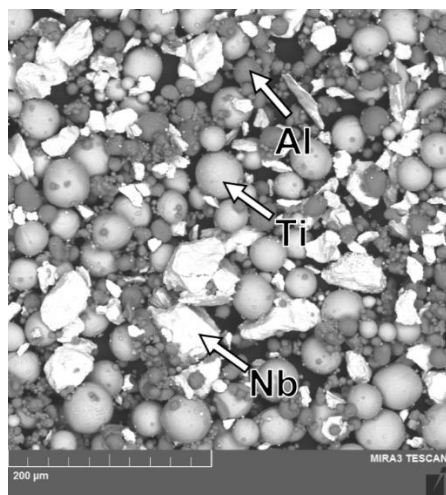


Рис. 11 – Изображение порошковой смеси сплава Ti-22Al-25Nb

На рис. 11 представлено изображение порошковой смеси сплава Ti-22Al-25Nb, полученной путем перемешивания элементарных порошков титана (46,5 % масс.), алюминия (10,9 % масс.) и ниобия (42,6 % масс.). Частицы отдельных элементов сплава равномерно перемешаны в порошковой смеси.

Для исследования влияния параметров процесса СЛП на плотность компактных образцов из порошковой смеси сплава Ti-22Al-25Nb изготавливали образцы с использованием различных значений основных параметров процесса СЛП. Установлено, что при наименьшей мощности лазера (650 Вт) в образцах наблюдаются крупные поры и трещины. При повышении мощности при наименьшей скорости сканирования (250 мм/с) поры становятся меньше, их количество уменьшается. Наименьшей относительной плотностью (91,5 %) обладают образцы, изготовленные при наименьшей плотности энергии. При повышении плотности энергии относительная плотность компактного материала увеличивается, достигая значения 97,3 %.

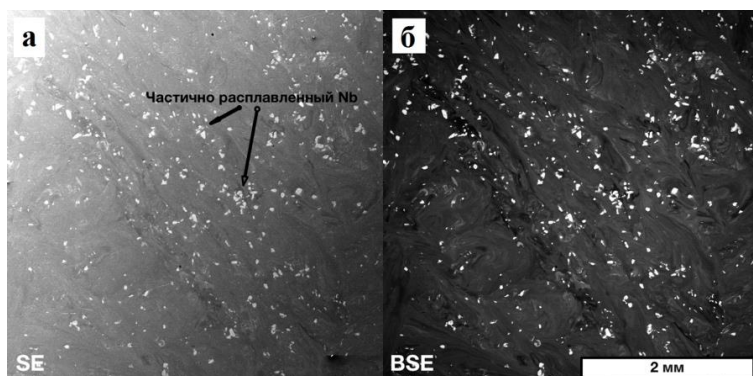


Рис. 12 – СЭМ-изображения в режиме вторичных (а) и отраженных (б) электронов микрошлифа сплава Ti-22Al-25Nb, изготовленного методом СЛП

компактный материал состоит из В2/β-фазы и Nb.

На шлифованной поверхности синтезированного методом СЛП образца из смеси Ti-22Al-25Nb (рис. 12) видны отдельные нерастворенные частицы Nb (белого цвета), неравномерно расположенные в объеме образца. Результаты рентгенофазового анализа синтезированного материала (рис. 13) показали, что в исходном состоянии

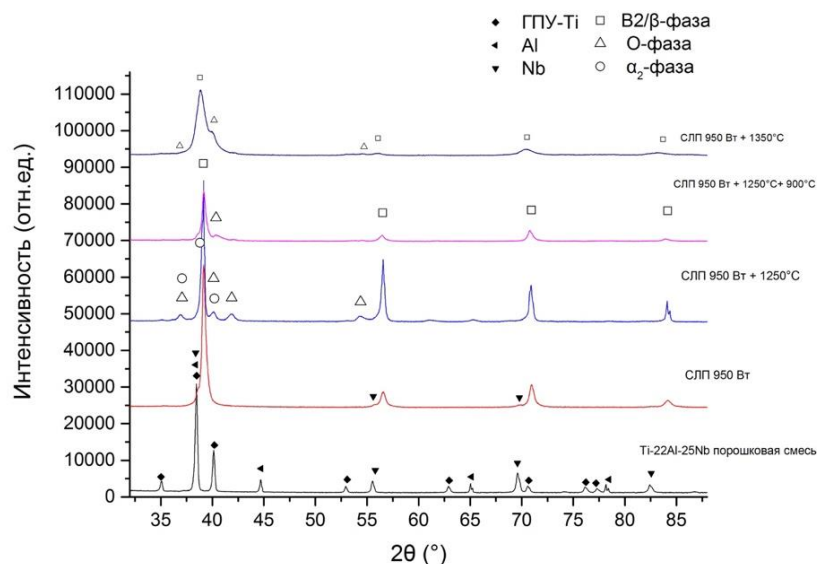


Рис. 13 – Фазовый состав компактных образцов, изготовленных из порошковой смеси Ti-22Al-25Nb методом СЛП

Для получения более равномерного распределения химических элементов в компактном материале без проведения отжига проведена попытка использования механически легированного порошка Ti-Nb. В планетарной мельнице из частиц порошка Ti и Nb получали твердый раствор этих элементов друг в друге с целью снижения температуры плавления. При содержании Nb 40% масс. температура твердого раствора снижается более чем на 400 °C по сравнению с чистым Nb. На рис. 14 приведено СЭМ-изображения микрошлифа частицы порошка Ti-Nb после механического легирования и распределение элементов в объеме этой частицы. Частицы порошка после механического легирования имеют слоистую структуру, состоящую из отдельных слоев Ti и Nb. Распределение элементов в частицах неравномерное. Присутствуют как частицы, в которых преобладает содержание Nb, так и частицы, в которых преимущественно содержится Ti.

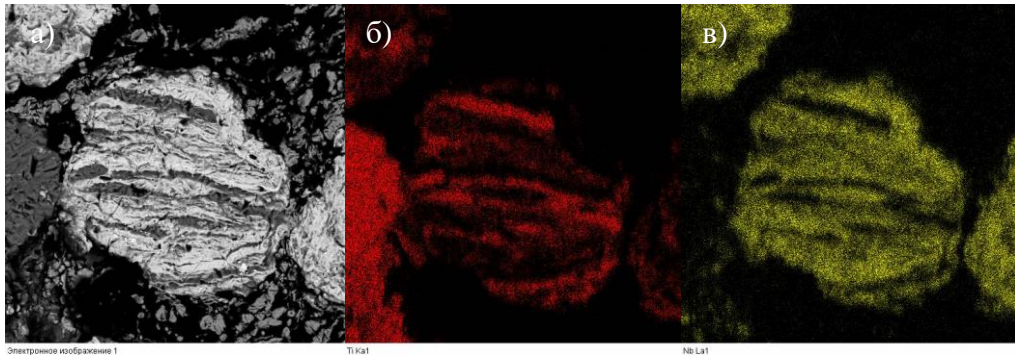


Рис. 14 – СЭМ-изображение микрошлифа частицы порошка Ti-Nb, полученного механическим легированием (а) и распределение Ti (б) и Nb (в) в объеме частицы

Полученный механическим легированием порошок использовался для приготовления порошковой смеси, соответствующей сплаву Ti-22Al-25Nb. С использованием этой смеси методом СЛП изготовлены компактные образцы. Использование порошка, полученного механическим легированием, не привело к более равномерному распределению Nb в компактном материале. В нем также наблюдаются отдельные нерастворенные частицы Nb. Вероятно при механическом легировании не был получен полностью твердый раствор, а некоторые частицы состояли из неравномерных слоев Nb и Ti.

Установлено, что после отжига синтезированного материала из смеси Ti-22Al-25Nb при 1250 °C в течение 2,5 часов в микроструктуре материала наблюдаются отдельные частицы Nb, как и в исходном материале. При этом в участках, где предварительно произошло растворение легирующих элементов, наблюдается образование игольчатых выделений O-фазы. При увеличении времени выдержки до 4 часов при температуре 1250 °C в материале также имеются нерастворенные частицы Nb (рис. 15, а). Кроме этого наблюдаются области, где Nb частично растворился, но его содержание в этих областях повышенное, в результате этого в этих участках отсутствуют выделения O-фазы. При повышении температуры отжига до 1350 °C и увеличении времени выдержки до 3,5 часов частицы ниобия растворяются полностью, при этом областей с его повышенным содержанием не наблюдается. Микроструктура материала состоит из зерен B2/бета-фазы с игольчатыми выделениями орто-фазы Ti₂AlNb (рис. 15, б). Было выявлено, что с повышением времени выдержки и температуры отжига доля вторичных выделений увеличивается (рис. 16). После отжига при 1250 °C в течение 2,5 часов она составляет около 10%, при 1350 °C и 3,5 часах – около 35%.

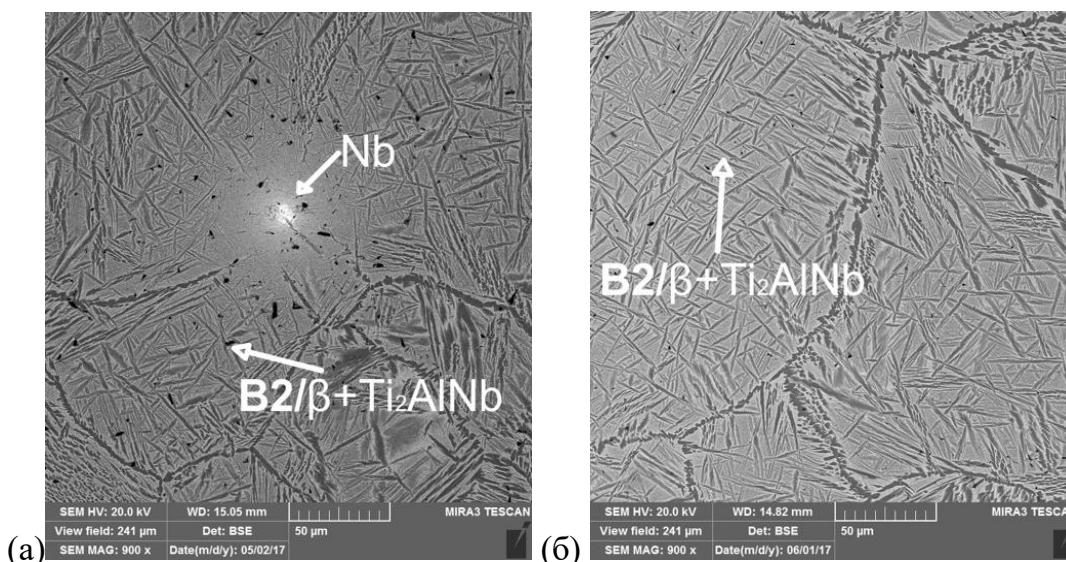


Рис. 15 – СЭМ-изображения в режиме обратно-отраженных электронов образцов из сплава Ti-22Al-25Nb после отжига при 1250 °C в течение 2,5 часов (а) и при 1350 °C в течение 3,5 часов (б)

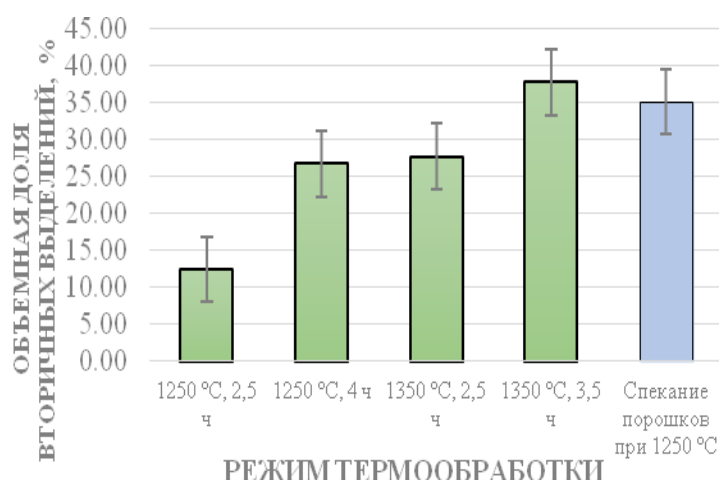


Рис. 16 – Изменение объемной доли вторичных выделений в структуре сплава Ti-22Al-25Nb после различной термической обработки

Для исследования механических свойств синтезированного методом СЛП сплава Ti-22Al-25Nb были компактные заготовки, которые были термически обработаны при 1350 °C в течение 3,5 часов. Затем из них с помощью механической обработки изготовлены образцы для проведения испытаний на растяжение согласно ГОСТ 1497–84. При температуре испытания 20 °C предел прочности на разрыв синтезированного материала составил 286 МПа, а при 400 °C –

200 МПа. Полученные значения механических характеристик для образцов из смеси Ti-22Al-25Nb находятся на низком уровне. При изготовлении цилиндрических заготовок методом СЛП в образцах образуются трещины в следствие высоких термических напряжений, а также повышенного содержания кислорода в материале (0,146 %, масс.). Трещины в совокупности с пористостью в образцах привели к низким значениям механических свойств образцов, изготовленных из смеси Ti-22Al-25Nb. Сводные данные о механических свойствах и фазовом составе синтезированных из элементных порошков титановых сплавов представлены в табл. 1.

Табл. 1 – Данные о механических свойствах и фазовом составе синтезированных из элементных порошков титановых сплавов

Температура испытания, °С	Сплав	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Фазовый состав
20	Ti-5Al	855 ± 15	897 ± 7	5,0 ± 1,2	ГПУ-Ti
	Ti-6Al-7Nb	774 ± 10	850 ± 10	2,0 ± 0,2	(α+β)-Ti
	Ti-22Al-25Nb	–	286	–	B2/β + Ti ₂ AlNb
400	Ti-5Al	412 ± 10	521 ± 12	9,7 ± 1,1	ГПУ-Ti
	Ti-6Al-7Nb	334–386	387–433	1,8–3.4	(α+β)-Ti
	Ti-22Al-25Nb	–	200	–	B2/β + Ti ₂ AlNb

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Установлено влияние основных технологических параметров процесса селективного лазерного плавления на плотность компактного материала при послойном синтезе титановых сплавов из смесей элементных порошков систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb. Показано, что в системе Ti-5Al компактный материал имеет наибольшую относительную плотность 99,4 % при плотности энергии 76 Дж/мм³; в системе Ti-6Al-7Nb – 98,9 % достигается при плотности энергии 63 Дж/мм³; в системе Ti-22Al-25Nb – 97 % при плотности энергии 84 Дж/мм³.

2. Установлены особенности микроструктуры синтезированных из элементных порошков сплавов систем Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, Ti-22Al-25Nb и сплава ВТ6, полученного из легированного порошка, изготовленных методом селективного лазерного плавления. Для системы Ti-5Al химический состав синтезированного материала соответствует составу сплава ВТ5 как при использовании лазера с малым пятном фокусировки, так и при использовании лазера с большим пятном фокусировки. Микроструктура компактных образцов состоит из равноосных зерен α-Ti различного размера, при этом при более высокой мощности лазера размер зерен больше, что связано с различием в скорости охлаждения при кристаллизации в процессе СЛП. У сплава Ti-6Al-7Nb в структуре синтезированного материала наблюдаются отдельные нерасплавленные частицы ниобия. В то же время состав областей, где отдельные частицы ниобия не наблюдаются, близок к составу сплава Ti-6Al-7Nb, что говорит об образовании твердого раствора легирующих элементов в титане в этих участках. В случае сплава Ti-22Al-25Nb компактный материал состоит из B2/β-фазы и отдельных частиц Nb, неравномерно расположенных в объеме образца.

3. Установлено влияние режимов термической обработки на микроструктуру и фазовый состав компактных сплавов Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb, полученных методом селективного лазерного плавления элементных порошковых смесей. В

сплаве Ti-6Al-7Nb полное растворение отдельных частиц Nb за счет диффузии в матрице осуществляется при температуре отжига 1350 °C и времени выдержки от 2,5 часов. Синтезированный сплав Ti-6Al-7Nb в результате отжига характеризуется равномерным химическим составом и имеет ($\alpha+\beta$)-пластинчатую микроструктуру. При повышении температуры и времени отжига наблюдается увеличение объемной доли β -фазы и средней толщины пластин α -фазы. В сплаве Ti-22Al-25Nb при температуре отжига 1350 °C и времени выдержки 3,5 часа частицы ниобия растворяются полностью, при этом областей с его повышенным содержанием не наблюдается. Микроструктура материала состоит из зерен В2/бета-фазы с игольчатыми выделениями орто-фазы Ti₂AlNb. Показано, что с повышением времени выдержки и температуры отжига доля вторичных выделений увеличивается. После отжига при 1250 °C в течение 2,5 часов она составляет около 10%, при 1350 °C и 3,5 часах – около 35%.

4. Предел прочности синтезированных образцов из сплава Ti-5Al при комнатной температуре составляет 897 ± 7 МПа при относительном удлинении $5,0 \pm 1,2$ %, что сопоставимо со свойствами образцов, изготовленных литьем, с помощью горячего проката либо путем спекания порошков. При температуре испытания 400 °C предел прочности составляет 521 ± 12 МПа, что превышает предел прочности литого сплава VT5 и находится на уровне горячекатаного материала из сплава VT5. При комнатной температуре предел текучести синтезированного сплава Ti-6Al-7Nb составляет 774 ± 10 МПа, предел прочности – 850 ± 10 МПа при относительном удлинении $2,0 \pm 0,2$ %. Прочностные характеристики синтезированного сплава ниже, чем у материала, изготовленного методом СЛП с использованием легированного порошка сплава Ti-6Al-7Nb, что связано с большим количеством крупных пор и высоким содержанием кислорода в компактном материале. Полученные значения механических свойств для образцов из смеси Ti-22Al-25Nb находятся на низком уровне (предел прочности при комнатной температуре составляет 286 МПа) вследствие образования трещин и микропор в компактном материале в процессе селективного лазерного плавления.

5. С целью повышения механических свойств титановых сплавов систем Ti-6Al-7Nb и Ti-22Al-25Nb необходимо: контролировать содержание кислорода в исходных порошках, процесс СЛП проводить на платформе с подогревом, после гомогенизирующего отжига осуществить процесс горячего изостатического прессования.

Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:

1. Grigoriev A., Polozov I., Sufiiarov V., Popovich A. In-situ synthesis of Ti₂AlNb-based intermetallic alloy by selective laser melting // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2017. – Vol. 704. – P. 434-442.

2. Popovich A.A., Sufiiarov V.Sh., Borisov E.V., Polozov I.A., Masaylo D.V., Grigoriev A.V. Anisotropy of Mechanical Properties of Products Manufactured Using

Selective Laser Melting of Powdered Materials // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2017. – Vol. 58 №. 4. – pp. 389–395.

3. Григорьев А.В., Разумов Н.Г., Попович А.А., Самохин А.В. Плазменная сфероидизация порошков на основе сплавов Nb-Si, полученных механическим легированием // Научно-технические ведомости СПбПУ. Естественные и инженерные науки. – 2017. – Т. 23. №. 1. – С. 247–255.

4. Grigoriev A.V., Razumov N.G., Popovich A.A., Samokhin A.V. Obtaining of Nb-16Si spherical powders alloy for additive technologies by mechanical alloying and spheroidization in electric arc discharge thermal plasma // ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences. – 2017. – Vol. 12 № 23. – pp. 6644-6648.

5. Григорьев А.В., Гюлиханданов Е.Л., Попович А.А., Разумов Н.Г., Суфияров В.Ш. К вопросу разработки принципов легирования жаропрочных сплавов применительно к новым технологиям их получения // Труды международной научно-технической конференции Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ'2016, 21–25 июня 2016). С. 134–137.

6. Григорьев А.В., Попович А.А., Разумов Н.Г. Исследование влияния легирования на микроструктуру и свойства компактных образцов из порошков системы Nb-Si, полученных механическим легированием // Труды международной научно-технической конференции Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ'2016, 21–25 июня 2016). С. 418–423.

7. Popovich A.A., Sufiiarov V.S., Grigoriev A.V. Additive Technologies-The Basis of Digital Custom Manufacturing // Industry 4.0. – Springer International Publishing, 2017. – P. 219-230.

8. Аддитивные технологии : учеб. пособие / А.И. Рудской, А.А. Попович, А.В. Григорьев, Д.Е. Каледина. – СПб. : Изд-во Политехн. ун-та, 2017. – 252 с.

По теме диссертации получен 1 патент РФ на изобретение:

1. Патент РФ 2635204. Способ получения интерметаллидного ортосплава на основе титана / Григорьев А.В., А.А. Попович, И.А. Полозов, В.Ш. Суфияров, Е.В. Борисов. // Опубликовано 09.11.2017 Бюл. № 31.