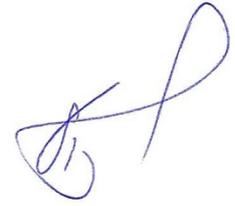


*На правах рукописи*



**ПОЛОЗОВ Игорь Анатольевич**

**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ  
ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ОРТОРОМБИЧЕСКОГО  
АЛЮМИНИДА ТИТАНА ПРИ ИХ ИЗГОТОВЛЕНИИ МЕТОДОМ  
СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ**

Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и  
сплавов

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2020

Работа выполнена в ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

**Научный руководитель:**

доктор технических наук, профессор **Попович Анатолий Анатольевич**, директор Института машиностроения, материалов и транспорта, профессор Высшей школы физики и технологий материалов ФГАОУ ВО «СПбПУ»

**Официальные оппоненты:**

доктор технических наук, доцент **Оглезнева Светлана Аркадьевна**, научный руководитель Научного центра порошкового материаловедения ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (г. Пермь)

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

**Ведущая организация:**

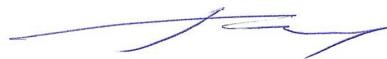
**ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» (Самарский университет)» (г. Самара)**

Защита состоится « 10 » декабря 2020г. в 16<sup>00</sup> часов на заседании диссертационного совета УР 05.16.01 федерального государственного автономного образовательного учреждения 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](http://www.spbstu.ru).

Автореферат разослан "        " ноября 2020г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета УР 05.16.01  
доктор технических наук



Толочко О.В.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

Развитие авиационной промышленности связано с разработкой газотурбинных двигателей (ГТД) с повышенным ресурсом работы, надежностью и пониженным расходом топлива. Применение современных жаропрочных материалов с повышенными характеристиками, а также использование новых методов производства изделий играет ключевую роль в решении этой задачи.

Орторомбические титановые сплавы (орто-сплавы) на базе орто-фазы  $Ti_2AlNb$  считаются одними из наиболее перспективных интерметаллидных титановых сплавов с точки зрения сочетания высокой удельной прочности, жаростойкости и жаропрочности. Однако плохая деформируемость, обрабатываемость резанием, низкая пластичность при комнатной температуре этих сплавов обуславливают множество трудностей при традиционных методах производства, таких как ковка, прокатка, волочение, и существенно ограничивают их применение.

В связи с этим, актуальным является применение аддитивных технологий для изготовления изделий из орто-сплавов, с помощью которых возможно получение изделий сложной конфигурации с формой максимально приближенной к окончательной. Одним из таких методов является селективное лазерное плавление (СЛП). Несмотря на то, что данный метод широко применяется для изготовления изделий из различных свариваемых металлических сплавов, применение интерметаллидных титановых сплавов в аддитивных технологиях требует использования специальных технологических подходов для предотвращения образования трещин, в частности, высокотемпературного подогрева платформы для построения. Другим ограничивающим фактором является отсутствие подходящих порошковых материалов этих сплавов, которые можно использовать при аддитивном производстве. Возможным решением является использование механической смеси элементных порошков для “insitu” синтеза сплава в процессе изготовления изделия, а также применение методов механического легирования (МЛ) и плазменной сфероидизации (ПС) для изготовления предварительно легированных порошков.

**Цель работы:** экспериментальное исследование и анализ особенностей структуро- и фазообразования интерметаллидных титановых сплавов на основе орторомбического алюминида титана и их зависимости от технологических параметров процесса СЛП, термической обработки и типа порошкового материала.

Для достижения поставленной цели при выполнении работы решались следующие **задачи:**

1. Исследование технологий механического легирования и плазменной сфероидизации порошка титанового орто-сплава для его последующего применения в технологии СЛП.
2. Исследование микроструктуры и свойств титанового орто-сплава, изготовленного методом СЛП.

3. Разработка режимов СЛП для изготовления титанового орто-сплава с использованием разных типов порошкового материала.
4. Исследование влияния термической обработки на структурно-фазовое состояние орто-сплава, изготовленного методом СЛП.
5. Разработка практических рекомендаций для изготовления изделий из титанового орто-сплава методом СЛП.

**Научная новизна** диссертационной работы заключается в следующем:

1. Установлена взаимосвязь между структурно-фазовым состоянием титанового орто-сплава, параметрами СЛП и типом исходного порошкового материала. Определены условия для изготовления изделий из титанового орто-сплава с минимальным количеством дефектов.
2. Установлено влияние термической обработки и горячего изостатического прессования на структурно-фазовое состояние и свойства титанового орто-сплава, изготовленного методом СЛП с использованием различных типов порошков. Показано, что для достижения удовлетворительного уровня свойств необходимо проведение горячего изостатического прессования.
3. Установлены температуры фазовых превращений титанового орто-сплава, изготовленного СЛП.
4. Показана возможность получения заданной структуры титанового орто-сплава за счёт варьирования технологических параметров СЛП.

**Методы исследования.**

Изготовление образцов осуществлялось на современных установках СЛП. Отработка режимов получения порошков орто-сплава проводилась на современных мельницах планетарного и атриторного типа, а также установке плазменной сфероидизации. В работе применялись современные методы анализа микроструктуры, фазового и химического анализа, температур фазовых превращений.

**Практическая значимость работы.**

1. Разработаны режимы изготовления титанового орто-сплава методом СЛП, обеспечивающие минимальное количество дефектов в изделии.
2. Экспериментально исследованы свойства титанового орто-сплава, изготовленного методом СЛП.
3. Установлены закономерности структурообразования титанового орто-сплава от температуры подогрева платформы в процессе СЛП.

**На защиту выносятся следующие положения:**

1. Результаты исследований процесса “*insitu*” синтеза титанового орто-сплава методом СЛП и последующей термической обработки.
2. Результаты исследований структурно-фазового состояния и свойств образцов титанового орто-сплава, изготовленного методом СЛП из порошка,

полученного механическим легированием с последующей плазменной сфероидизацией.

3. Зависимость структурно-фазового состояния и свойств образцов титанового орто-сплава, изготовленного из атомизированного порошка, от параметров СЛП.

4. Технологические режимы изготовления изделий из титанового орто-сплава методом СЛП.

### **Апробация работы.**

Основные результаты работы были представлены и обсуждались на следующих конференциях: III, IV и V Международная конференция «Аддитивные технологии: настоящее и будущее» (Москва, 2017, 2018, 2019); 27 и 28 International Conference on Metallurgy and Materials (Metal-2018, Metal-2019, Брно, Чехия, 2018, 2019); II Международная научно-техническая конференция «Современные металлические материалы и технологии» (СММТ'17, Санкт-Петербург, 2017); Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии» (Санкт-Петербург, 2019); Международная научно-техническая конференция "Пром-Инжиниринг" (Сочи, 2019); 11-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка» (Минск, 2019).

**Публикации:** По теме диссертации опубликовано 17 печатных работ, из них 13 в журналах, входящих в наукометрическую базу Scopus, и 1 патент на изобретение.

**Личный вклад автора состоит** в выполнении всех этапов диссертационного исследования: в проведении анализа научно-технической литературы; формировании плана экспериментов; проведении экспериментальных исследований, анализе и обработке результатов экспериментов, подготовке научных статей и выступлении на научных конференциях.

**Структура и объем работы:** Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы, содержит 136 машинописных листа текста, включая 91 рисунок, 8 таблиц, 101 наименование библиографических ссылок.

## **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** показана актуальность темы исследований; сформулированы цель и задачи диссертационной работы; сформулированы научная новизна и практическая значимость; представлены основные положения работы, выносимые на защиту.

**В первой главе** на основании обзора отечественной и иностранной научно-технической литературы проведен анализ систем титановых интерметаллидных сплавов и методов их изготовления. Особое внимание уделяется современным

исследованиям в области аддитивного изготовления титановых интерметаллидных сплавов.

Исходя из данных, полученных из обзора литературных источников, рассмотрены основные технологические и металловедческие аспекты изготовления титановых интерметаллидных сплавов аддитивными технологиями, в частности, методом СЛП. Выбраны наиболее эффективные пути для получения титановых интерметаллидных сплавов с минимальным количеством дефектов. В соответствии с изложенным сформулированы цель и задачи работы.

**Во второй главе** приводится описание используемых в работе технологических процессов, материалов, оборудования и методик экспериментальных исследований.

Объектом исследований в данной работе является титановый орторомбический сплав (орто-сплав). В качестве материалов для исследований были выбраны орто-сплавы следующих систем (в ат. %):

- Ti-22Al-25Nb для проведения исследований “insitu” синтеза сплава в процессе СЛП из смеси порошков отдельных элементов. Данная система считается базовой в случае орторомбических сплавов;

- Ti-22Al-25Nb-0,3Mo-1Zr-0,3Si-0,2Hf-0,4Ta для проведения исследований по синтезу порошка МЛ и ПС с последующим применением в процессе СЛП;

- Ti-24Al-25Nb-1Zr-1,4V-0,6Mo-0,3Si для проведения исследований процесса СЛП с использованием порошка, изготовленного газовой атомизацией.

Образцы из порошков изготавливали методом СЛП с использованием коммерческих установок SLM280HL (SLM Solutions GmbH, Германия) для “insitu” синтеза сплава и AconityMIDI (Aconity3D GmbH, Германия) для изготовления образцов из предварительно легированных порошков. Для подогрева платформы для построения в процессе СЛП использовали модуль индуктивного подогрева с максимальной рабочей температурой 1200 °С. Синтез порошков МЛ проводили на мельницах планетарного и атриторного типа, а сфероидизацию порошков с использованием индуктивно-связанной плазмы. Исследование микроструктуры образцов проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа. Температуры фазовых превращений в сплавах определяли с помощью метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Содержание кислорода в образцах определяли методом восстановительного плавления в потоке гелия. Пористость образцов определяли как металлографическим методом путем анализа изображений микрошлифов, так и с помощью метода компьютерной томографии (КТ). Механические свойства образцов исследовали с помощью универсальной испытательной машины Zwick/Roell Z050, а также испытательного комплекса Gleeble 3800.

**В третьей главе** приведены результаты исследований процесса “insitu” синтеза титанового орто-сплава методом СЛП с использованием смеси порошков отдельных элементов, а также исследования влияния горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки на структурно-фазовое состояние сплава.

На первом этапе исследовано влияние технологических параметров процесса СЛП на относительную плотность образцов. Для каждого режима изготовления рассчитывали объемную плотность энергии, сообщаемой лазерным лучом  $E$  (Дж/мм<sup>3</sup>) по формуле:

$$E = \frac{P}{S \cdot h \cdot t},$$

где  $P$  – мощность лазера (Вт),  $S$  – скорость сканирования (мм/с),  $h$  – расстояние между проходами лазера (мм),  $t$  – толщина порошкового слоя (мм).

По результатам исследования получена зависимость относительной плотности синтезированного материала от объемной плотности энергии (рисунок 1). Установлено, что наибольшее значение относительной плотности образцов 99,5% достигается при плотности энергии 55 Дж/мм<sup>3</sup>.

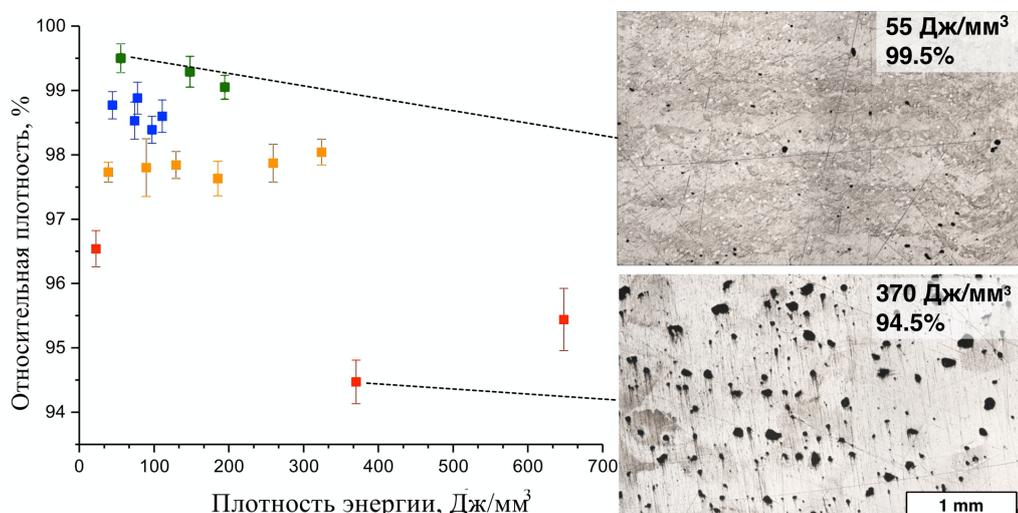


Рисунок 1 – Относительная плотность образцов, изготовленных in-situ синтезом методом СЛП, в зависимости от плотности энергии, и изображения микрошлифов образцов с различной пористостью

Установлено, что с повышением плотности энергии содержание алюминия в сплаве снижается (рисунок 2), что связано с его частичным испарением. При этом доля нерасплавленных частиц ниобия также уменьшается.

Изменение содержания алюминия и количества нерасплавленного ниобия приводит к образованию различной микроструктуры и фазового состава образцов в зависимости от объемной плотности энергии, как показано на рисунке 3. При низкой плотности энергии на изображениях микроструктуры образца видны отдельные границы

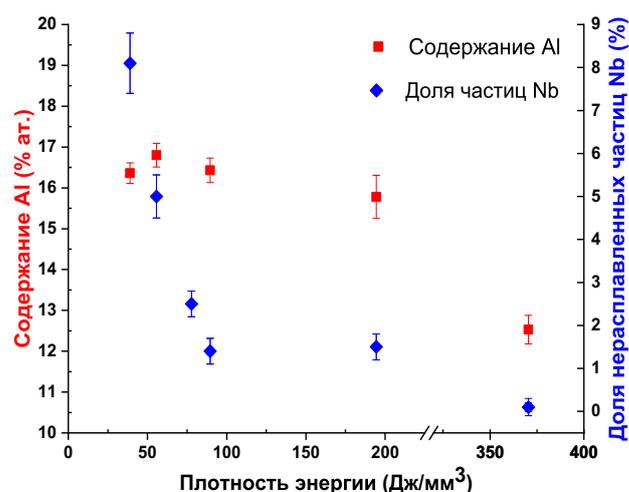


Рисунок 2 – Зависимость содержания алюминия и количества нерасплавленных частиц ниобия от объемной плотности энергии

«застывших» ванн расплава, соответствующих отдельным проходам лазера. Также наблюдаются нерасплавленные сферические частицы ниобия. Некоторое количество частиц ниобия было расплавлено в процессе СЛП, что наблюдается в виде неоднородности внутри застывших ванн расплава на изображениях в режиме обратно-отраженных электронов. Таким образом, микроструктура состоит из твердого раствора титана, алюминия и ниобия различного состава и отдельных частиц ниобия. При высокой плотности энергии произошло полное расплавление ниобия в процессе СЛП. В результате кристаллизации образовался твердый раствор  $\beta/\text{B2}$ -фазы и мелкодисперсные частицы  $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$  фазы.

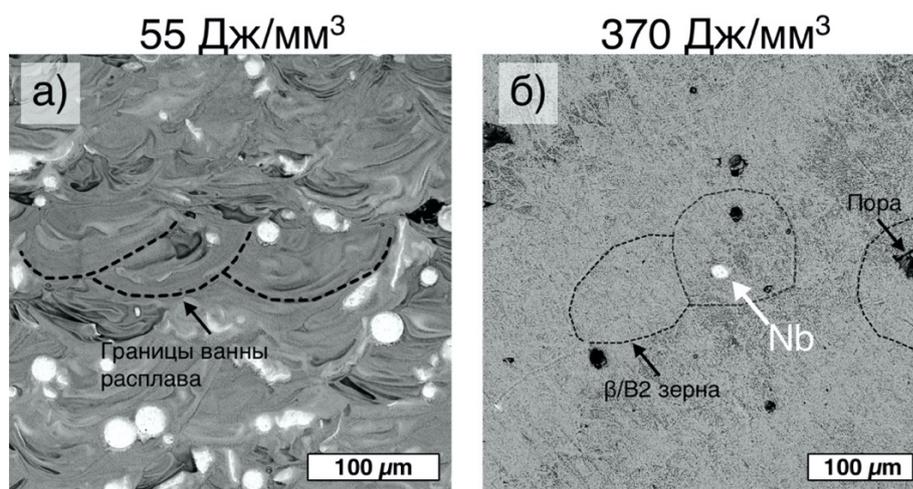


Рисунок 3 – Микроструктура образцов, изготовленных методом СЛП из порошковой смеси Ti-22Al-25Nb при объемной плотности энергии (а) 55 и (б) 370 Дж/мм<sup>3</sup>

В результате ГИП при 1050 °С в течение 3 часов остаточная пористость материала была практически полностью устранена (объемная доля пор <0,1%), но растворения частиц ниобия не произошло (рисунок 4 и рисунок 5, а). После ГИП образцы были дополнительно подвергнуты гомогенизирующему отжигу при температуре 1350 °С в течение 2 часов. Предыдущие исследования показали, что при этой температуре достигается растворение частиц ниобия в матрице сплава. В результате отжига

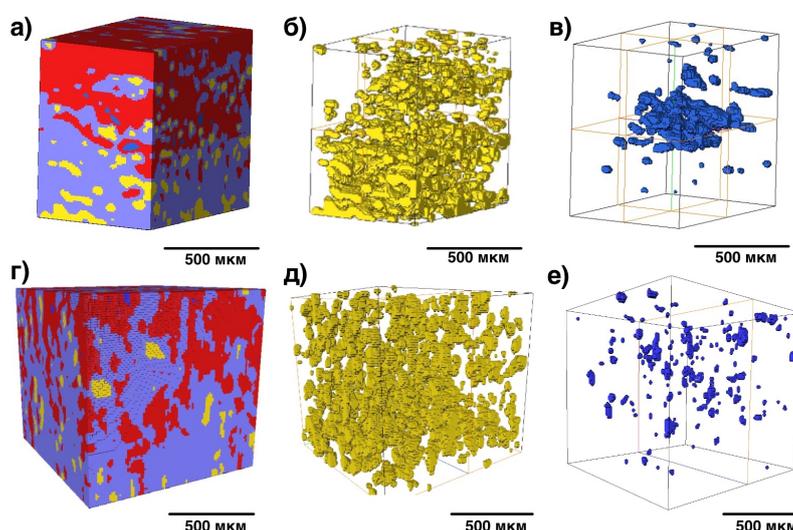


Рисунок 4 – Результаты КТ образцов, изготовленных из смеси порошков (а–в) до и (г–е) после ГИП: (а, г) изображения объемов образцов с обозначением областей Ti-Al-Nb сплава (фиолетовый), областей без Nb (красный), (б, д) распределение частиц ниобия (желтый) и (в, е) пор (синий) в объеме образца

произошло растворение частиц ниобия (рисунок 5, б); рентгенофазовый анализ показал наличие только  $\beta/V_2$ -фазы с ОЦК-решеткой.

С помощью ДСК-анализа были установлены температуры фазовых превращений в образце, изготовленном “insitu” синтезом методом СЛП с последующим отжигом (рисунок 6). Первый пик при температуре 860 °С соответствует превращению  $O \rightarrow V_2$ . Эндотермический пик при температуре 978 °С соответствует выделению  $\alpha_2$ -фазы. Экзотермический пик при 1069 °С – растворению  $O$ -фазы. Пик при 1238 °С соответствует растворению  $\alpha_2$ -фазы и переходу в однофазную  $\beta/V_2$ -область. Обнаруженные пики по своему характеру соответствуют типичным фазовым превращениям в сплаве системы Ti-22Al-25Nb, однако температуры фазовых превращений сдвинуты в область более высоких температур, что может быть связано с изменением химического состава по сравнению с исходной порошковой смесью в процессе СЛП.

Далее было исследовано влияние температуры старения на структурно-фазовое состояние сплава и микротвердость. Старение проводили при температурах, соответствующих различным

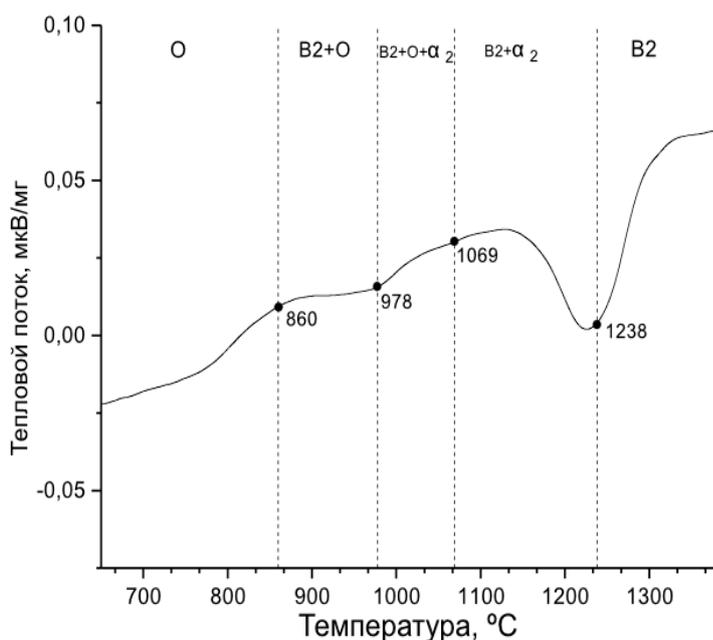


Рисунок 6 – Кривая ДСК-анализа образца, синтезированного из порошковой смеси Ti-22Al-25Nb методом СЛП, после гомогенизирующего отжига

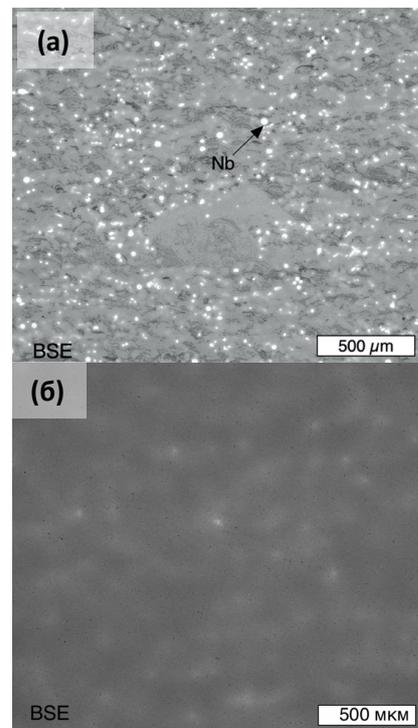


Рисунок 5 – Изображение микроструктуры в режиме обратно-отраженных электронов образца, изготовленного методом СЛП из смеси порошков (а) после ГИП и (б) после гомогенизирующего отжига

фазовым областям. В результате старения в образцах образовались вторичные выделения  $O$ -фазы различного размера, как видно на рисунке 7. Температура старения 800 °С соответствует наибольшему количеству выделений  $O$ -фазы и составляет  $46 \pm 3$  % при их толщине  $0,12 \pm 0,04$  мкм. Старение при 800 °С также привело к наибольшему значению микротвердости материала ( $HV_{0,5} 412$ ) по сравнению с другими режимами обработки. При этом предел прочности материала на сжатие при комнатной температуре составил 1419 МПа  $\pm$  79 МПа и 649 МПа при 650 °С.

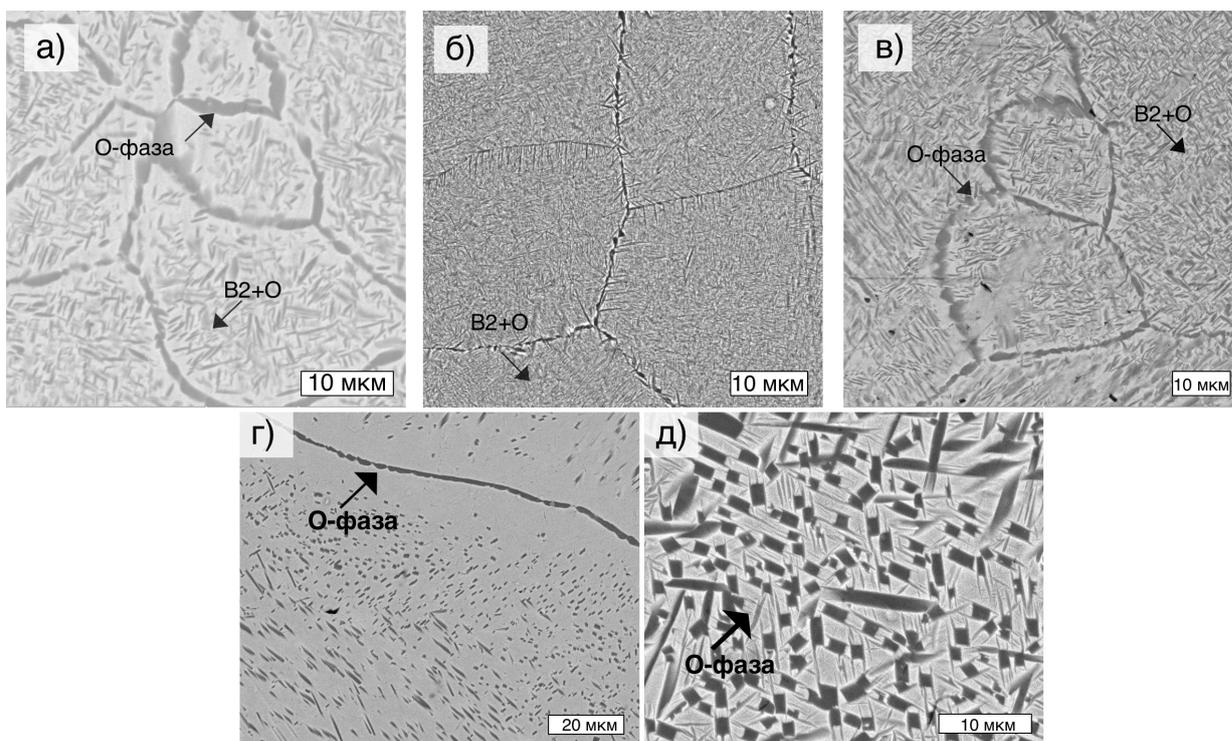


Рисунок 7 – Микроструктура образцов, синтезированных из порошковой смеси Ti-22Al-25Nb методом СЛП, после старения при (а) 700 °С, (б) 800 °С, (в) 900 °С, (г) 1000 °С, (д) 1100 °С в течение 24 часов

**В четвертой главе** представлены результаты исследования по получению порошка титанового орто-сплава с помощью МЛ и ПС и последующего применения изготовленного порошка в технологии СЛП. Предварительные эксперименты по установлению возможности синтеза порошков требуемого состава МЛ проводились с помощью планетарной мельницы в атмосфере аргона в течение 4, 8, 12 часов. Полученные порошки имели неправильную форму частиц, типичную для процессов измельчения, и неоднородное распределение элементов с характерной слоистой микроструктурой. Энергодисперсионный анализ показал, что средний состав соответствует исходной порошковой смеси. Тем не менее, во время МЛ наблюдалось небольшое загрязнение порошков железом (до 1,2% вес.) из-за использования стальных помольных шаров и стаканов. Установлено, что увеличение времени измельчения улучшает однородность порошков. При обработке порошков в течение 12 часов в результате диффузии элементов сплава получено однофазное состояние порошка в виде  $\beta$ /B2-фазы. Для дальнейшего изготовления партии порошков орто-сплава МЛ для последующей сфероидизации и применения в технологии СЛП использовалась мельница атриторного типа. Полученные порошки были обработаны в струе термической плазмы, где в качестве плазмообразующего газа использовался газ Ar-He при мощности плазменной горелки 15 кВт и скорости подачи порошка 15 г/мин. Изображения частиц порошка и их микрошлифов приведены на рисунке 8.

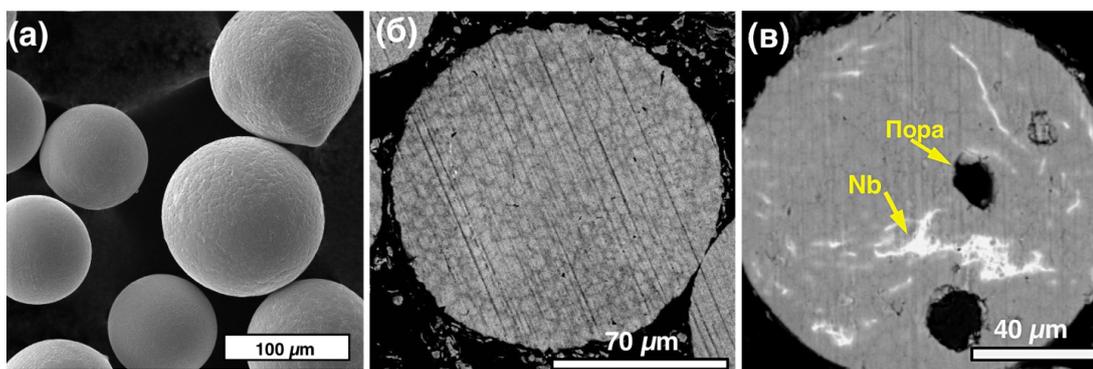


Рисунок 8 – (а) Изображения частиц порошка орто-сплава после ПС и (б, в) их микрошлифов

Химическая однородность значительно улучшилась после ПС по сравнению с исходными порошками. При этом, как показано на рисунке 8, в, присутствуют частицы с внутренними дефектами: порами с размером около 30 мкм, а также областями с нерастворенным ниобием. Согласно результатам рентгенофазового анализа, порошок после ПС состоит из  $\beta$ /B2-фазы, которая образовалась в результате быстрого охлаждения при кристаллизации расплава в процессе плазменной обработки. Пикнометрическая плотность порошков, составляет  $5,12 \text{ г/см}^3$ , что близко к значениям титановых орто-сплавов. Изготовленный порошок имеет следующий химический состав: Ti-16Al-22Nb-0,1Mo-0,3Hf-0,3Ta-1,5Zr-0,8Si-0,9Fe (ат. %). В порошке наблюдается снижение содержания алюминия примерно на 4–6% ат. по сравнению с исходным вследствие его частичного испарения в процессе плазменной обработки. Содержание кислорода в порошке составляет 0,72 % вес., что является высоким значением для титановых сплавов и говорит о необходимости контроля уровня кислорода в рабочей камере при синтезе порошка.

С использованием сфероидизированного порошка орто-сплава проведено исследование влияния технологических параметров СЛП на относительную плотность образцов. По результатам исследования получена зависимость относительной плотности образцов от объемной плотности энергии (рисунок 9). Установлено, что при температуре подогрева платформы 200 °С в образцах образуется большое количество поверхностных трещин. Использование температуры подогрева 700 °С и более позволило предотвратить образование трещин в тестовых образцах из сфероидизированного порошка. Наибольшая относительная плотность образцов  $99,3\% \pm 0,1\%$  была получена при плотности энергии  $77,8 \text{ Дж/мм}^3$  и температуре подогрева 700 °С. Согласно результатам КТ (рисунок 10) средний диаметр пор составляет 30 мкм. Поры имеют преимущественно сферическую форму, что позволяет классифицировать их как газовые поры.

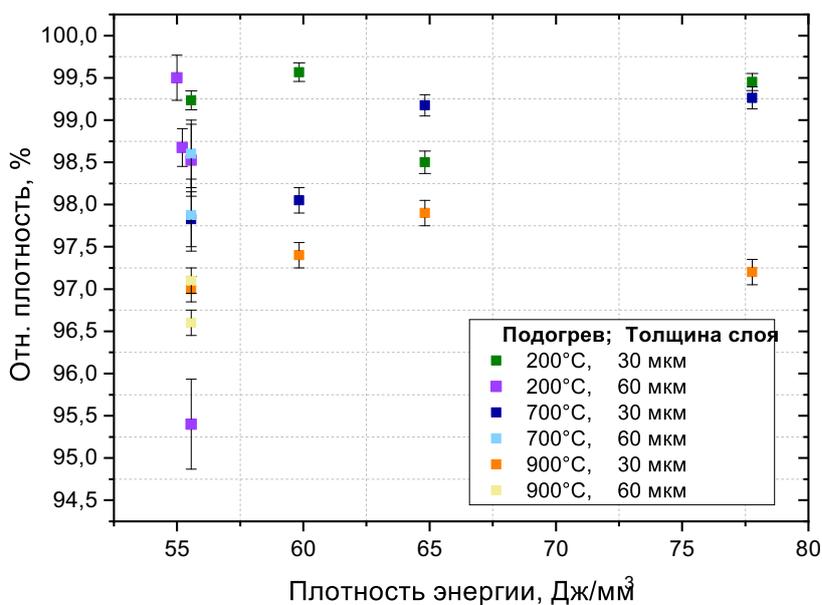


Рисунок 9 – Влияние плотности энергии на относительную плотность образцов, изготовленных из порошка, полученного механическим легированием и плазменной сфероидизацией

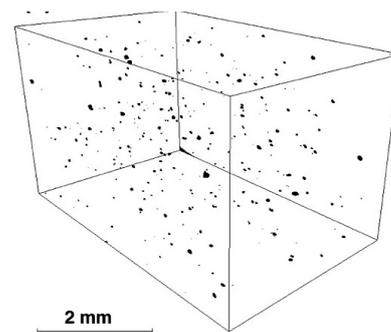


Рисунок 10 – Результаты КТ, показывающие распределение пор в микрообъеме образца, изготовленного при плотности энергии 77,8 Дж/мм<sup>3</sup> и подогреве 700 °C

При изготовлении образцов из сфероидизированного порошка методом СЛП использовались температуры подогрева платформы 200 °C, 700 °C и 900 °C. Как видно из рисунка 11, температура подогрева существенно влияет на микроструктуру орто-сплава. При температуре подогрева 200 °C сплав состоит из B2/ $\beta$ -фазы с ОЦК-решеткой и ячеистой структурой. Высокие скорости охлаждения в процессе СЛП при температуре подложки 200 °C подавляют выделение вторичных фаз, в результате чего образование орто-фазы не происходит. В структуре также наблюдаются области с химической неоднородностью, которые характеризуются повышенным содержанием ниобия. При повышении температуры подложки до 700 °C, которая соответствует (B2+O)-области, наблюдается образование игольчатых выделений орто-фазы внутри зерен  $\beta$ -фазы. Это свидетельствует о том, что при 700 °C в процессе СЛП произошло “insitu” старение сплава. При повышении температуры подогрева подложки химическая однородность повышается вследствие повышенной диффузии. В частности, при использовании температуры подогрева 900 °C участков с нерастворенным ниобием не наблюдается, что говорит о его полном растворении в сплаве. Повышение температуры подложки до 900 °C приводит к снижению объемной доли орто-фазы и укрупнению ее выделений. При температуре подогрева 700 °C толщина выделений O-фазы составляет около 150 нм, при 900 °C – около 800 нм.

В образцах орто-сплава, изготовленных методом СЛП, наблюдается снижение содержания алюминия на несколько атомных процентов (рисунок 12, а) по сравнению с исходным содержанием в порошке независимо от температуры подогрева, что может быть вызвано его частичным испарением в процессе СЛП. В целом, содержание элементов остается на одном уровне при использовании различных значений температуры подогрева платформы.

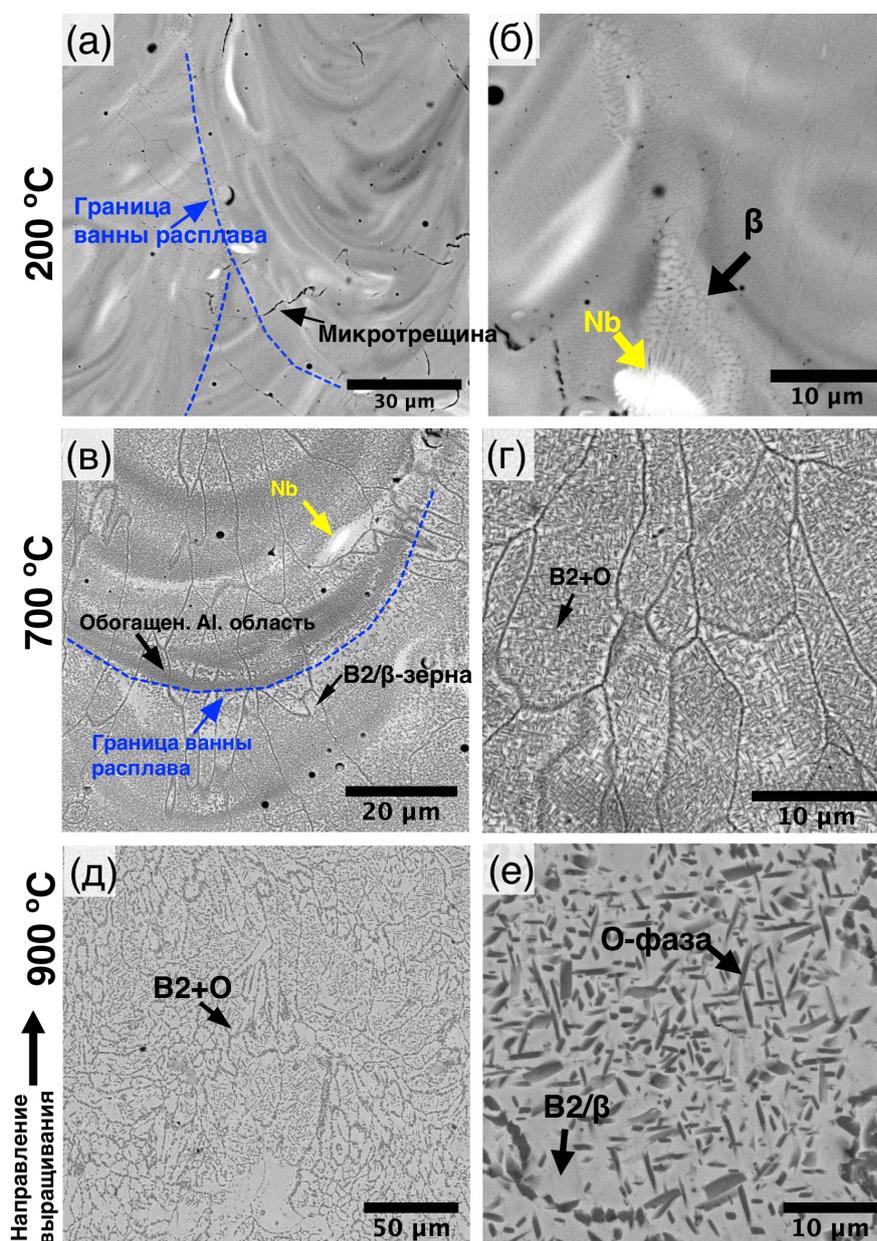


Рисунок 11 – Изображения микроструктуры образцов орто-сплава, изготовленных из сфероидизированного порошка методом СЛП при температуре подогрева платформы (а, б) 200, (в, г) 700, (д, е) 900 °С

Зависимость микротвердости образцов, объемной доли орто-фазы и температуры подогрева приведена на рисунке 12, б. Наименьшие значения микротвердости были получены при температуре подогрева платформы 200 °С (405 HV<sub>0.5</sub>). С увеличением температуры подогрева до 700 °С микротвердость увеличилась, достигнув наибольшего значения 435 HV<sub>0.5</sub>. При этой температуре подогрева платформы 700 °С соответствует максимальная доля выделений орто-фазы. Дальнейшее увеличение температуры подогрева в процессе СЛП до 900 °С приводит к снижению микротвердости, что коррелирует с содержанием орто-фазы в образцах. Результаты испытаний показали, что образцы, изготовленные из механически легированного и сфероидизированного порошка, имеют предел прочности на сжатие при комнатной температуре 1433 МПа ± 88 МПа и 765 МПа при 650 °С.

**В пятой главе** приведены результаты исследования титанового орто-сплава, изготовленного методом СЛП с использованием коммерческого порошка сплава Ti-24Al-25Nb-1Zr-1.4V-0.6Mo-0.3Si (ат. %), полученного газовой атомизацией. Первоначально проведено исследование влияния технологических параметров СЛП на относительную плотность и образование трещин в образцах орто-сплава. При изготовлении образцов варьировались мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между проходами лазера, толщина слоя и температура подогрева платформы. Показано, что для предотвращения холодных трещин в образцах орто-сплава в процессе СЛП необходимо использовать температуру подогрева платформы не менее 600 °С, т.к. при использовании меньших температур в образцах наблюдается большое количество горизонтальных трещин, образованных вследствие слишком высоких термических напряжений, как показано на рисунке 13. Содержание кислорода в изготовленных образцах составило около 0,17 % вес., что говорит о повышении его содержания на 0,03 % вес. по сравнению с исходным порошком, что также могло негативно сказаться на склонность к образованию трещин из-за охрупчивания материала.

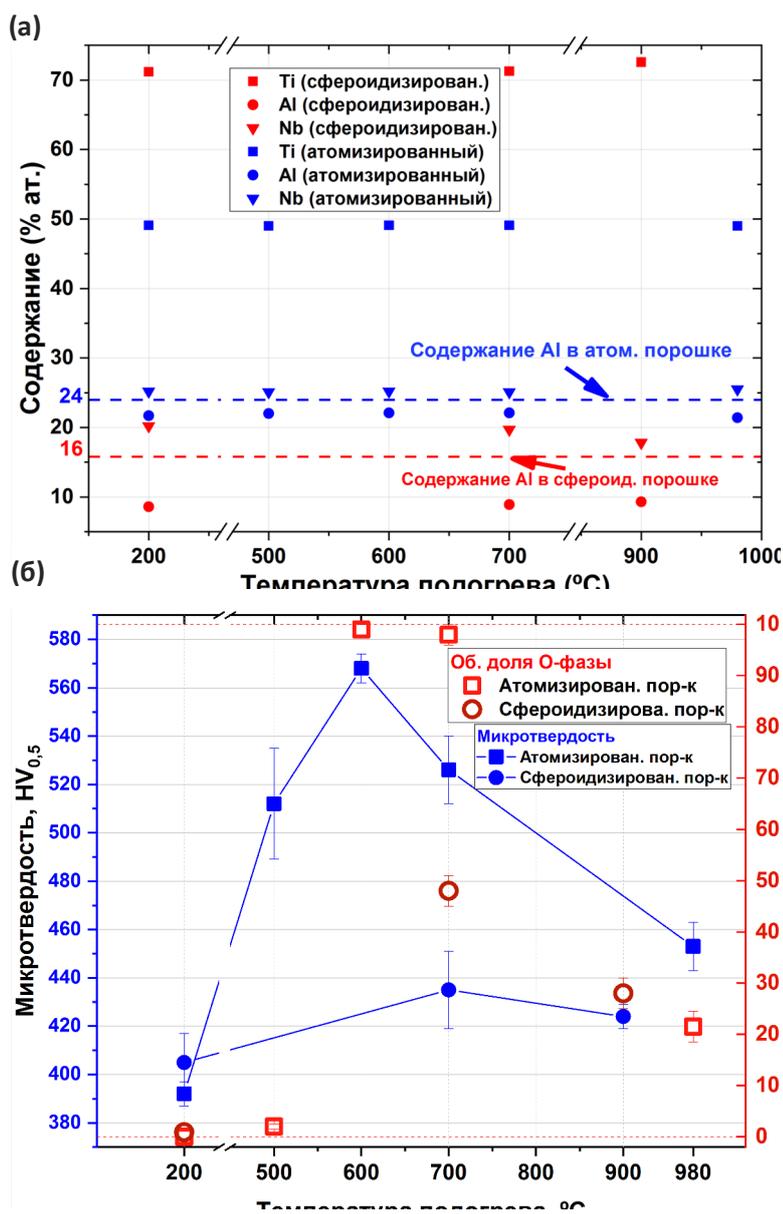


Рисунок 12 – Влияние температуры подогрева платформы в процессе СЛП на (а) содержание основных элементов и (б) микротвердость и объемную долю орто-фазы

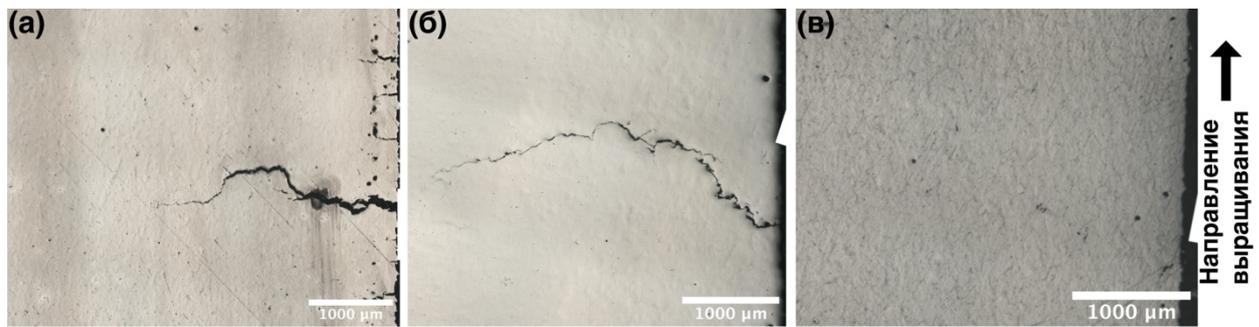


Рисунок 13 – Изображения шлифованных поверхностей образцов, изготовленных из атомизированного порошка при температуре подогрева платформы (а) 200 °С, (б) 500 °С, (в) 600 °С

На рисунке 14 приведена зависимость относительной плотности образцов от объемной плотности энергии. Наибольшая относительная плотность ( $99,9 \pm 0,1$  %) была получена при плотности энергии  $45,8 \text{ Дж/мм}^3$  и  $54,9 \text{ Дж/мм}^3$  при температуре подогрева 600 °С и 700 °С соответственно. Достигнутые значения относительной плотности в целом выше по сравнению с порошком, изготовленным механическим легированием и плазменной сфероидизацией. Результаты КТ (рисунок 15) показали, что объем обнаруженных пор в образце составляет менее 0,05% при их среднем диаметре около 25 мкм.

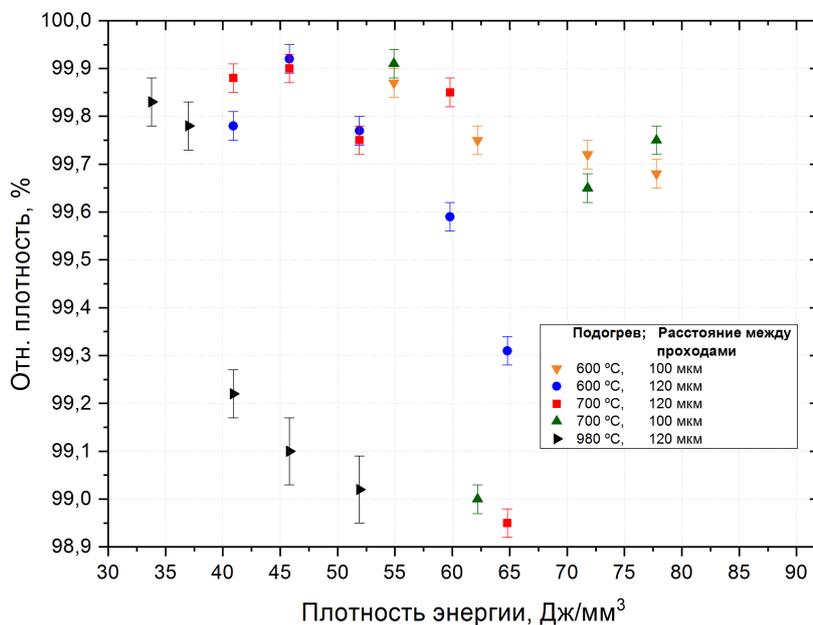


Рисунок 14 – Влияние плотности энергии на относительную плотность образцов, изготовленных из атомизированного порошка

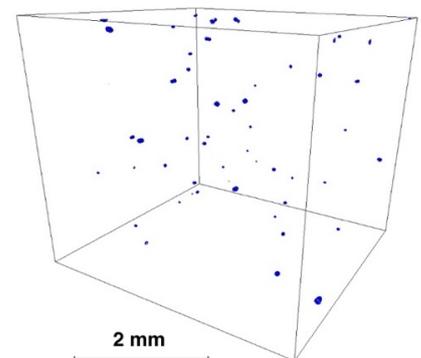


Рисунок 15 – Результаты КТ, показывающие распределение пор в микрообъеме образца, изготовленного из атомизированного порошка при плотности энергии  $45,8 \text{ Дж/мм}^3$  и подогреве 700 °С

Далее с использованием атомизированного порошка проведено исследование влияния температуры подогрева платформы в процессе СЛП на структурно-фазовое состояние титанового орто-сплава. При изготовлении образцов из атомизированного порошка в процессе СЛП использовались температуры подогрева 200, 500, 600, 700,

980 °С. Соответствующие изображения микроструктуры приведены на рисунке 16. При использовании низкой температуры подогрева платформы 200 °С микроструктура образца (рисунок 16, а) состоит только из  $\beta$ / $B2$ -фазы, что также подтверждается результатами рентгенофазового анализа. При повышении температуры подогрева до 500 °С образуется двухфазная микроструктура, состоящая из  $\beta$ / $B2$ - и О-фаз (рисунок 16, б).

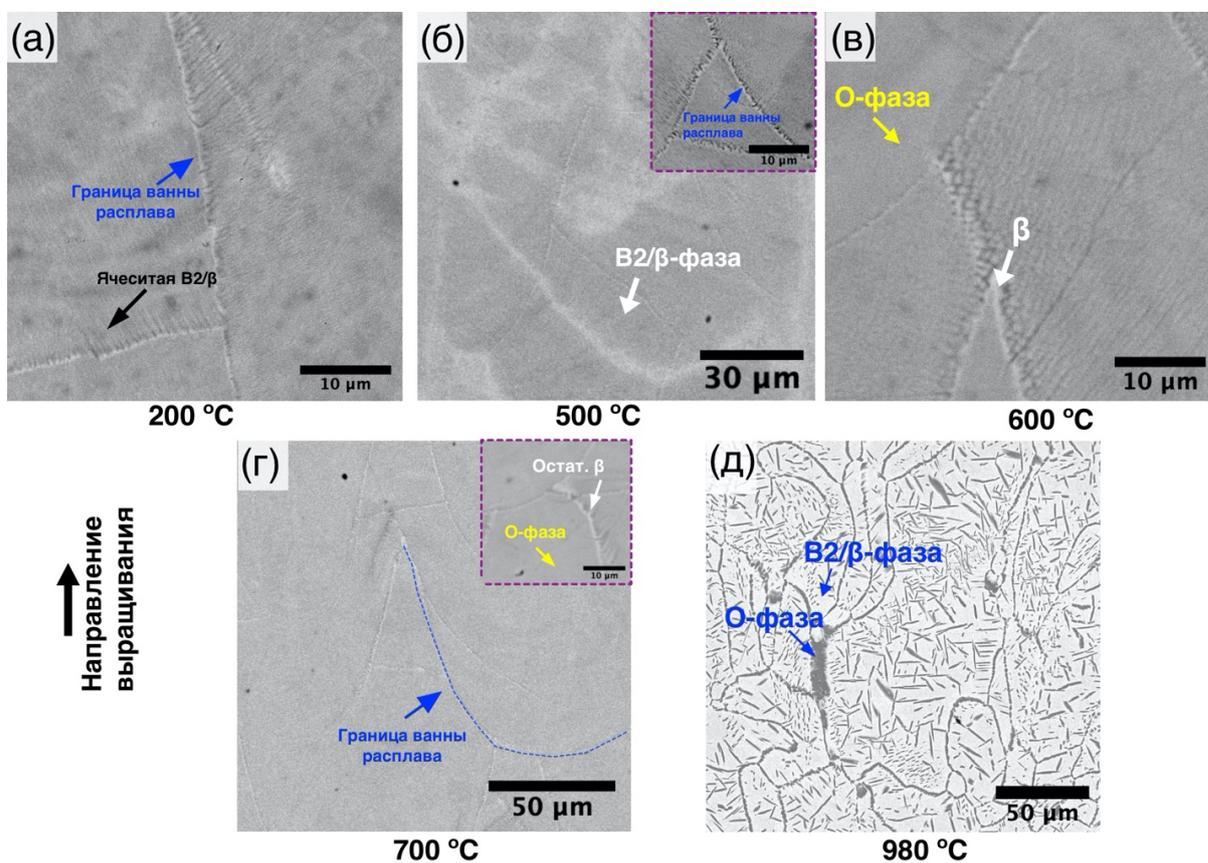


Рисунок 16 – Микроструктура образцов, изготовленных методом СЛП из атомизированного порошка орто-сплава при различных температурах подогрева платформы: (а) 200 °С, (б) 500 °С, (в) 600 °С, (г) 700 °С, (д) 980 °С

При повышении температуры подогрева платформы до 600 и 700 °С микроструктура образца почти полностью состоит из интерметаллидной О-фазы с небольшим количеством остаточной  $\beta$ -фазы у границ ванн расплава (рисунок 16, в, г). При использовании температуры подогрева платформы в процессе СЛП, равной 980 °С, была получена двухфазная ( $B2+O$ )-микроструктура образцов (рисунок 16, д). Мелкодисперсные игольчатые выделения О-фазы образовались внутри  $\beta$ / $B2$ -зерен, а также вдоль границ зерен.

Наибольшая объемная доля орто-фазы была получена при температуре подогрева 600–700 °С, что соответствует однофазной области на диаграмме состояния системы Ti-22Al-xNb (рисунок 17, а). При этом в случае атомизированного порошка объемная доля орто-фазы значительно выше, чем при использовании порошка, изготовленного механическим легированием и сфероидизацией. Это можно объяснить разницей в химическом составе в исходных порошках и, как следствие, в

изготовленных образцах (рисунок 12, а). При температуре подогрева 500 °С основной фазой является  $\beta$ /B2-фаза, а доля выделений орто-фазы составляет около 1–2%. В данном случае скорость охлаждения в процессе СЛП была недостаточно низкая, чтобы предотвратить образование  $\beta$ /B2-фазы. Предполагается, что выделения орто-фазы образовались в результате повторяющихся термических циклов при лазерной обработке вышележащих слоев материала и нагрева областей материала выше температуры B2 $\leftrightarrow$ O превращения. Согласно результатам ДСК-анализа (рисунок 17, б) температура B2 $\leftrightarrow$ O превращения составляет 631 °С. В процессе лазерной обработки нижележащие ранее кристаллизованные области материала повторно нагреваются до некоторой температуры, что приводит к образованию вторичных фаз. Температура 980 °С соответствует трехфазной области  $\alpha_2$ +B2+O согласно результатам ДСК-анализа. Однако образцы, изготовленные при данной температуре имели двухфазную B2+O микроструктуру с игольчатыми выделениями орто-фазы. Это может быть вызвано недостаточным временем выдержки для образования  $\alpha_2$ -фазы в случае изготовления образцов небольших размеров.

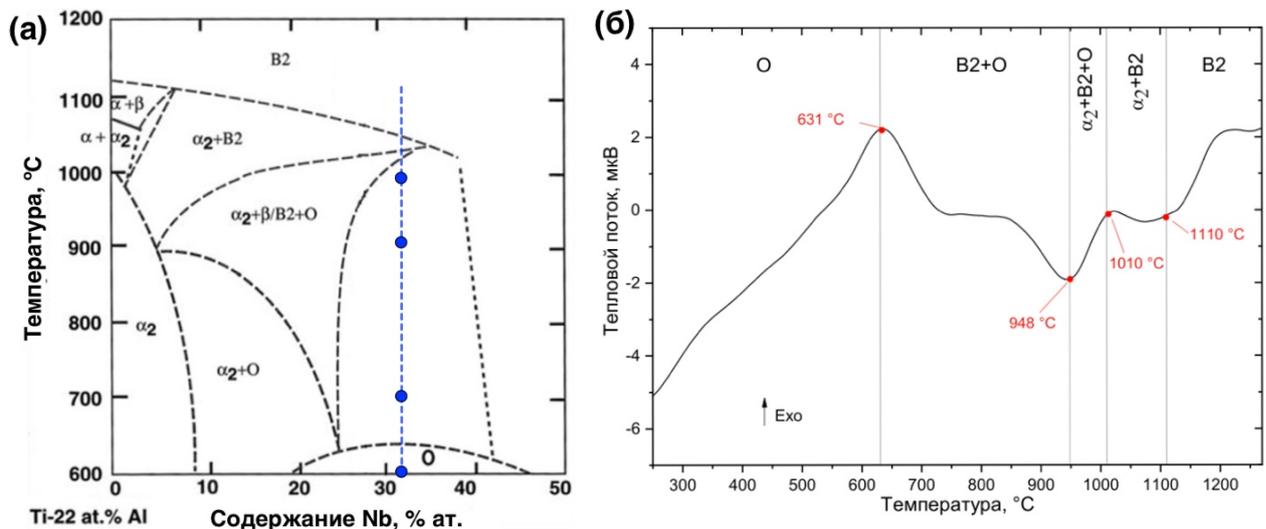


Рисунок 17 – (а) Псевдо-бинарная диаграмма состояния для системы Ti-22Al-xNb (точками обозначены температуры подогрева платформы) и (б) результаты ДСК-анализа образца, изготовленного из атомизированного порошка

На рисунке 18 приведено изображения заготовки образца для испытаний на растяжение, изготовленного при температуре подогрева 980 °С из атомизированного порошка, а также изображения микроструктуры, соответствующие его нижней и верхней частям. Микроструктура и фазовый состав значительно отличаются в зависимости от высоты образца, что говорит о различной температуре в разных участках в процессе СЛП. Микроструктура нижней части соответствует зернам B2/ $\beta$ -фазы с игольчатыми выделениями орто-фазы. По границам зерен имеются более крупные выделения  $\alpha_2$ -фазы, которые образовались в результате долгой выдержки при температуре около 980 °С (рисунок 18, г, д). В верхней части микроструктура состоит из (B2+O)-фаз с большим количеством игольчатых выделений орто-фазы. Также в верхней части образца имеются микротрещины, что говорит о том, что температура

образца была недостаточной для снижения остаточных напряжений и предотвращения трещин. Т.к. микротрещины являются закрытыми, то для их устранения целесообразным является использование ГИП.

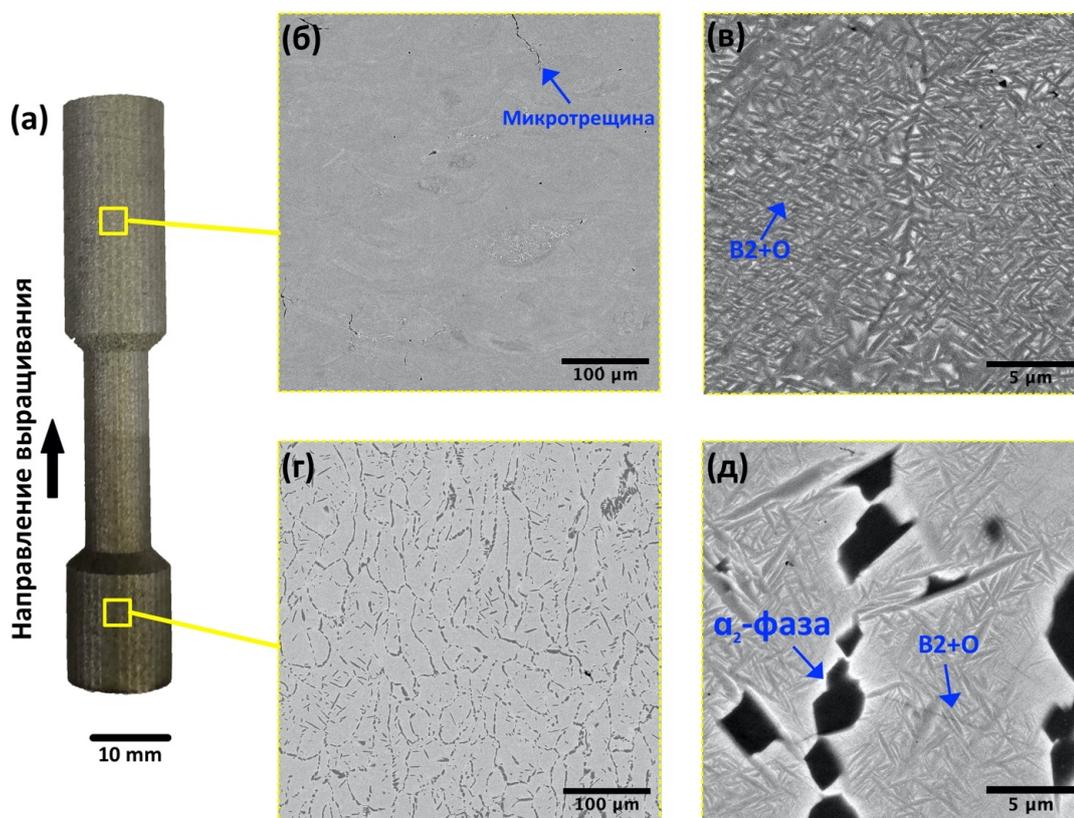


Рисунок 18 – Изображение заготовки образца для испытания на растяжение (а), изготовленной при температуре подогрева 980 °С, и изображения микроструктуры в его верхней (б, в) и нижней (г, д) части

Проведено исследование влияния термической обработки и ГИП на структурно-фазовое состояние и механические свойства образцов орто-сплава. В результате отжига (B2+O)-области при 950 °С в течение 1,5 часов с охлаждением с печью произошло  $O \rightarrow B2$  фазовое превращение, в результате которого образовалась пластинчатая микроструктура, состоящая из (B2+O)-фаз. Выделения O-фазы имеют пластинчатую морфологию, при этом первичные зерна B2/ $\beta$ -фазы имеют равноосную форму (рисунок 19, а). При повышении температуры отжига до 1050 °С объемная доля O-фазы снизилась (рисунок 19, б).

Микроструктура орто-сплава после ГИП при 1160 °С, давлении 160 МПа и выдержки 3 часа состоит из равноосных зерен  $\beta$ /B2-фазы размером около 70–100 мкм. По границам зерен имеются равномерно распределенные выделения орто-фазы (рисунок 19, в). Внутри зерен образовались мелкодисперсные игольчатые выделения орто-фазы. При этом внутренние поры или иные дефекты не были обнаружены.

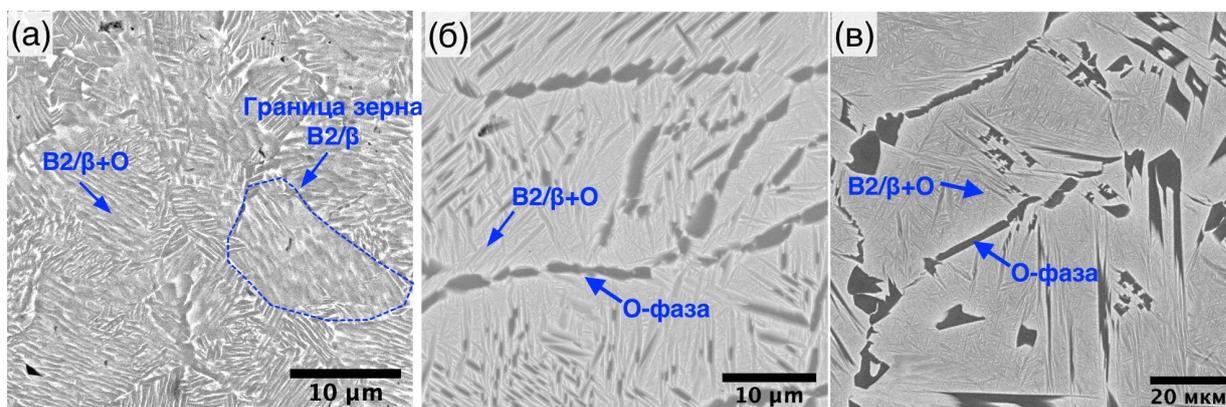


Рисунок 19 – Микроструктура образцов орто-сплава после отжига (а) при 950 °С, (б) 1050 °С и (в) после ГИП при 1160 °С

В таблице 1 приведено сравнение механических характеристик образцов титанового орто-сплава, изготовленного методом СЛП с использованием различного типа исходного материала, с характеристиками сплавов-аналогов, изготовленных традиционными методами.

Таблица 1 – Сравнение механических характеристик орто-сплава, изготовленного методом СЛП, с характеристиками сплавов-аналогов, изготовленных традиционными методами

Технология изготовления	$\sigma_{\text{В}}^{20}$ , МПа	$\sigma_{\text{В}}^{650}$ , МПа	$\sigma_{\text{В}}^{700}$ , МПа	$\sigma_{\text{В}}^{20}$ (сжатие), МПа	$\sigma_{\text{В}}^{650}$ (сжатие), МПа	$\delta^{20}$ , %	Микротвердость, HV <sub>0,5</sub>
СЛП (атомизированный порошок), после ГИП	950–1000	800–850	700–750	2400–2500*	1350–1450*	1,0–1,2	360–370
Вакуумное спекание под давлением	600–850	-	400–650	-	-	2,5–3,9	-
Искровое плазменное спекание	1100	800	-	2500	1500	9,4	380
Пластическая обработка	1100	-	800	-	-	4,3	450

\*До проведения ГИП

Установлено, что ГИП привело к улучшению механических свойств образцов орто-сплава. Предел прочности при комнатной температуре составил 950–1000 МПа, что близко к значениям предела прочности орто-сплава, изготовленного с помощью пластической обработки с последующей термической обработкой. При этом образцы имеют хрупкий характер разрушения и низкие значения относительного удлинения. При повышенных температурах образцы продемонстрировали удовлетворительные значения предела прочности (800–850 МПа при 650 °С и 700–750 МПа при 700 °С) на уровне материала, изготовленного с помощью пластической обработки. Для дальнейшего улучшения механических характеристик может быть применена термическая обработка с режимами, оптимизированными для сплава, изготовленного методом СЛП.

Продemonстрировано, что путем изменения температуры подогрева платформы в процессе СЛП возможно изготовление образцов орто-сплава с градиентной структурой (рисунок 20). Первая часть образца изготавливалась при температуре подогрева платформы 980 °С, что соответствует  $\alpha_2 + B2 + O$  области. После этого платформа охлаждалась до температуры 700 °С (О-область) и изготавливалась вторая часть образца. Нижняя часть образца состоит из B2+O микроструктуры, которая представляет собой зерна B2-матрицы с выделениями орто-фазы внутри зерен и по их границам (рисунок 20, а). В середине образца в области, где осуществляли изменение температуры подогрева, наблюдается переходная область, в которой изменяется морфология и состав микроструктурных составляющих (рисунок 20, б). Выше переходной области образец состоит полностью из орто-фазы (рисунок 20, в).

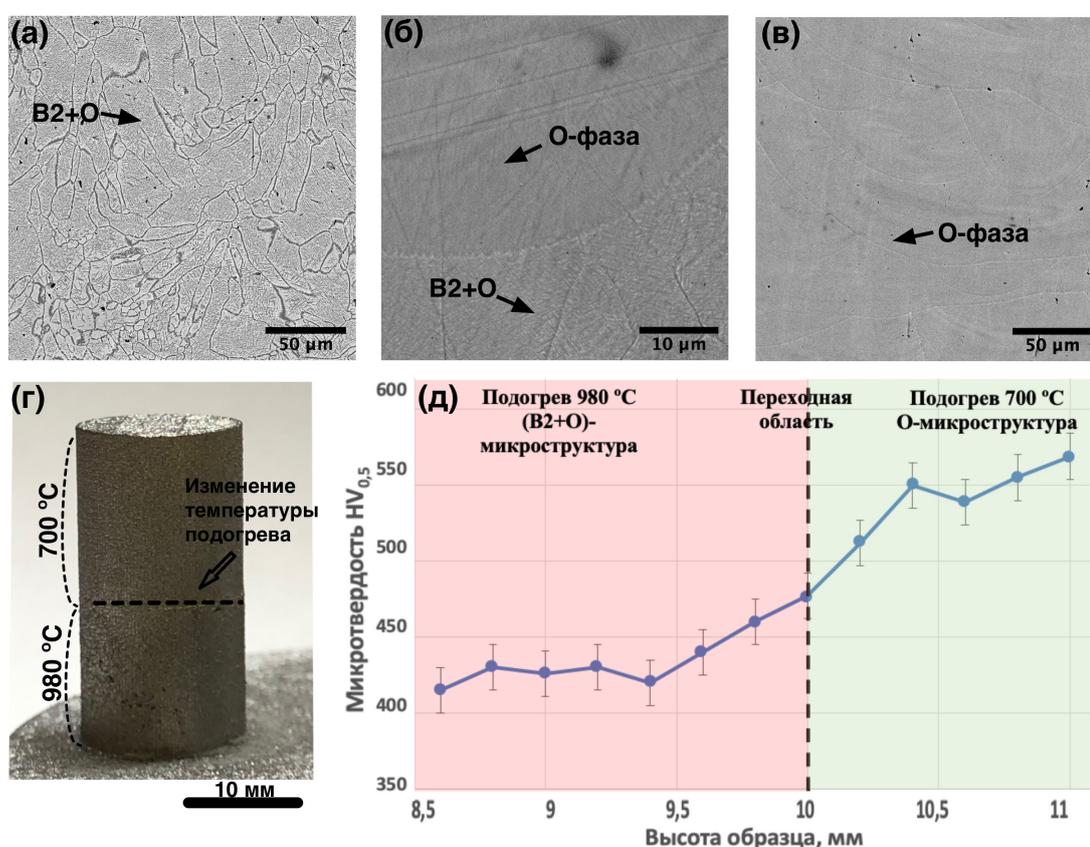


Рисунок 20 – Изображения микроструктуры в (а) нижней, (в) средней и (г) верхней частях образца орто-сплава; (г) фотография образца и (д) изменение микротвердости вдоль высоты образца с градиентной микроструктурой

Изменение микроструктуры вдоль направления выращивания образца привело к изменению микротвердости (рисунок 20, д). В случае двухфазной B2+O микроструктуры микротвердость находится на уровне 415–430 HV<sub>0.5</sub>. Выше переходной области микротвердость резко повышается и достигает значений около 560–570 HV<sub>0.5</sub>. Таким образом, заданное изменение температуры подогрева в процессе СЛП позволяет изготавливать образцы с переменной вдоль направления выращивания микроструктурой и свойствами.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Разработан способ изготовления титанового орто-сплава методом СЛП с использованием высокотемпературного подогрева платформы, позволяющий получать титановый орто-сплав с заданной структурой, минимальным количеством внутренних дефектов в изделии и высокими механическими свойствами при комнатной и повышенной температурах. Изготовленный из атомизированного порошка титановый орто-сплав системы Ti-24Al-25Nb-1Zr-1,4V-0,6Mo-0,3Si (ат. %) имеет предел прочности до 1000 МПа при комнатной температуре и до 700 МПа при 700 °С, что соответствует уровню механических характеристик титанового орто-сплава, изготовленного традиционными технологиями.

2. Предложен метод изготовления сферических порошков титанового орто-сплава с помощью механического легирования и последующей плазменной сфероидизации. Установлено, что в результате механического легирования и плазменной сфероидизации порошок состоит из  $\beta$ /V2-фазы, при этом в порошке увеличивается количество кислорода с одновременным образованием железа вследствие намола.

3. Определены параметры селективного лазерного плавления, позволяющие изготавливать титановый орто-сплав с минимальным количеством дефектов и отсутствием холодных трещин в образцах из предварительно легированных порошков. Установлено, что для предотвращения образования трещин необходимо использовать температуру подогрева платформы от 600 °С, т.к. при использовании меньших температур вследствие высоких термических напряжений образуются горизонтальные холодные трещины. Наибольшая относительная плотность ( $99,9 \pm 0,1$  %) получена при объемной плотности энергии 46 Дж/м<sup>3</sup> и 55 Дж/мм<sup>3</sup> при температуре подогрева платформы 600 °С и 700 °С соответственно. Использование температуры подогрева от 900 °С приводит к увеличению объемной доли сферических пор в образцах орто-сплава при тех же плотностях энергии вследствие перегрева материала в процессе селективного лазерного плавления.

4. Исследованы состав, микроструктура и свойства образцов титанового орто-сплава, изготовленного по различным режимам селективного лазерного плавления, а также после термической обработки. Показано, что температура подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления существенно влияет на морфологию микроструктуры, фазовый состав и свойства титанового орто-сплава. В зависимости от температуры подогрева изготовленные из атомизированного порошка компактные образцы имеют  $\beta$ /V2-ячеистую микроструктуру, O-микроструктуру и ( $\beta$ /V2+O)-микроструктуру с различной морфологией и соотношением отдельных фаз. Установлено, что для достижения удовлетворительного уровня механических свойств необходимо проведение горячего изостатического прессования образцов после их изготовления селективным лазерным плавлением. Прочностные характеристики изготовленного орто-сплава после ГИП близки к значениям орто-сплава, изготовленного пластической обработкой.

5. Установлено, что при изготовлении деталей из титанового орто-сплава методом СЛП минимальное количество внутренних дефектов обеспечивает использование атомизированного порошка и последующее ГИП изделия.

6. Экспериментально показана возможность изготовления образцов титанового орто-сплава с градиентной структурой и свойствами путем варьирования температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления.

**Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:**

1. Polozov I., Sufiiarov V., Kantyukov A., Razumov N., Goncharov I., Makhmutov T., Silin A., Starikov K., Shamshurin A., Popovich A. Microstructure, densification, and mechanical properties of titanium intermetallic alloy manufactured by laser powder bed fusion additive manufacturing with high-temperature preheating using gas atomized and mechanically alloyed plasma spheroidized powders //Additive Manufacturing. – 2020. – P. 101374.
2. Polozov I., Razumov N., Makhmutov T., Silin A., Kim A., Popovich A. Synthesis of titanium orthorhombic alloy spherical powders by mechanical alloying and plasma spheroidization processes //Materials Letters. – 2019. – Vol. 256. – P. 126615.
3. Polozov I., Sufiiarov V., Kantyukov A., Popovich A. Selective laser melting of Ti<sub>2</sub>AlNb-based intermetallic alloy using elemental powders: Effect of process parameters and post-treatment on microstructure, composition, and properties //Intermetallics. – 2019. – Vol. 112. – P. 106554.
4. Popovich A., Sufiiarov V., Polozov I., Grigoriev A. Selective laser melting of the intermetallic titanium alloy //Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2019. – Vol. 60. – №. 2. – P. 186-193.
5. Polozov Igor, Sufiiarov Vadim, Kantyukov Artem, Popovich Anatoliy. Effect of heat treatment on microstructure and properties of Ti-22Al-25Nb alloy fabricated by Selective Laser Melting // Proceedings 28th International Conference on Metallurgy and Materials. 2019. P. 1511–1516.
6. Polozov I., Sufiiarov V., Popovich A., Masaylo D., Grigoriev A. Synthesis of Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, and Ti-22Al-25Nb alloys from elemental powders using powder-bed fusion additive manufacturing //Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – Vol. 763. – P. 436-445.
7. Grigoriev A., Polozov I., Sufiiarov V., Popovich A. In-situ synthesis of Ti<sub>2</sub>AlNb-based intermetallic alloy by selective laser melting //Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – Vol. 704. – P. 434-442.
8. Polozov I., Sufiiarov V., Kantyukov A., Masaylo D., Popovich A. Tailoring microstructure and properties of graded Ti-22Al-25Nb/SiC and Ti-22Al-25Nb/Ti-6Al-4V alloys by in-situ synthesis during selective laser melting //Materials Today: Proceedings. – 2020. – Vol. 30, Part 3, P. 672-678.
9. 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.