

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
Институт машиностроения, материалов и транспорта

На правах рукописи

Мендагалиев Руслан Валисович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРНОЙ
НЕОДНОРОДНОСТИ И АНИЗОТРОПИИ ХЛАДОСТОЙКИХ СТАЛЕЙ
ПРИ МНОГОКРАТНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ ЛАЗЕРНОГО ИСТОЧНИКА**

Направление подготовки: 15.06.01 «Машиностроение»

Направленность: 15.06.01_07 «Сварка, родственные процессы и технологии»

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

об основных результатах научно-квалификационной работы (диссертации)

Автор работы:

Мендагалиев Руслан Валисович

Научный руководитель:

Туричин Глеб Андреевич,

профессор, доктор технических наук

Санкт Петербург – 2022

Научно-квалификационная работа выполнена в ВШ физики и технологий материалов Института машиностроения, материалов и транспорта федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого».

Директор ВШ: Семенча Александр Вячеславович,
кандидат химических наук

Научный руководитель: Туричин Глеб Андреевич,
профессор, доктор технических наук

Рецензент: Лебедева Надежда Валерьевна,
кандидат технических наук,
доцент ФГУП "ЦНИИ КМ "Прометей"
начальник сектора

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Основной задачей развития судостроения и машиностроения является повышение качества и производительности процесса получения изделий. Для аддитивного производства характерно изготовление деталей с высокими показателями коэффициента использования материала и сокращения производственных циклов. Аддитивные технологии, в том числе прямое лазерное выращивание (ПЛВ) позволяют получать конструкции сложной формы с высокой производительностью из сложных двухфазных сталей, в том числе из бейнитно-мартенситных сталей. Процесс ПЛВ характеризуется рядом особенностей, таких как: протекание сложного комплекса изменений фазового и структурного состояния металла и анизотропией механических свойств.

При высокой производительности процесса ПЛВ из бейнитно-мартенситных сталей, наблюдается анизотропия механических свойств, что характерно для аддитивных технологий. Для устранения анизотропии свойств и дефектов в выращенных образцах возможно применение последующей холодной или горячей пластической деформации. Данные методы позволяют полностью или частично устранить анизотропию и сохранить высокую производительность процесса ПЛВ.

Структурные и фазовые превращения наряду с диффузионными процессами при прямом лазерном выращивании являются более сложными, чем при традиционных технологиях, таких как сварка или литье. Как правило при изготовлении образцов производят наплавку без пауз между проходами или слоями, которая оказывает определяющее воздействие на температурное поле. Более того в существующих стандартах на определение механических свойств наличие или отсутствие паузы никак не регламентируется. Временная пауза между проходами всегда присутствует в условиях изготовления реальных изделий методом ПЛВ. Ее величина зависит от протяженности прохода, количества проходов в слое и от конфигурации

изделия. Такая специфика формирования температурного поля при ПЛВ определяет свойства получаемых изделий, влияющие на их надежность и работоспособность. В процессе выращивания бейнитно-мартенситных сталей формируются продукты незавершенного превращения, за счет критически высоких скоростей охлаждения и повторных нагревов. Пространственно-временные параметры затвердевания можно оценить по локализованному тепловому поведению, которыми можно управлять путем изменения параметров обработки, паузы для получения деталей с ожидаемыми механическими свойствами. Анализ и расчет формирования фазовых составляющих в ПЛВ сложных двухфазных сталей представляет наибольший интерес в мировом научном сообществе.

Цель и задачи диссертационного исследования

Целью работы являлось установление закономерности формирования структурных составляющих и анизотропии механических свойств при многократном воздействии лазерного источника на металлический порошок стали 09ХН2МД.

В диссертационном исследовании решались следующие **задачи**:

1. Исследовано влияние металлического порошка сплава 09ХН2МД в процессе ПЛВ на микроструктуру и механические свойства полученных образцов.
2. Определено влияние режимов ПЛВ на формирование структурной неоднородности, макро и микродефектов, анизотропию механических свойств при средней и высокой производительности процесса.
3. Анализ температурных полей при многократном воздействии лазерного источника и расчет температурного поля полученный методом численного моделирования с использованием программы Ansys.
4. Моделирование процессов термоциклирования на dilatометре и определение фазовых переходов в моделируемых интервалах температур для определения равновесной структуры. Построение термокинетических диаграмм.

5. Проведение исследований процессов формирования структуры и механических свойств после холодного и горячего проката выращенных образцов. Подбор режимов термической обработки выращенных и прокатанных образцов.

6. Разработка методики подбора технологических параметров прямого лазерного выращивания, а также режимов последующей термообработки для обеспечения комплекса механических свойств в различных направлениях для хладостойких сталей, соответствующих требованиям ГОСТ и Российскому морскому регистру судоходства.

Научная новизна

1. Предложен новый (патент 2724210 С1) способ повышения механических свойств стали АБ2-1 (аналог 09ХН2МД). Установлены закономерности влияния режимов ПЛВ на формирование структурно-фазового состава и механических свойств при многократном воздействии лазерного источника.

2. Получены термокинетические диаграммы с различными модельными условиями и интервалами температур.

3. Сопоставлены экспериментальные данные температурного поля бейнитно-мартенситной стали 09ХН2МД при многократном воздействии лазерного источника с расчетными при моделировании температурного поля использовался программный пакет Ansys.

4. Установлены процессы влияния степени деформации образцов на формирование микроструктуры и механических свойств после холодной и горячей пластической деформации выращенных образцов, с последующей термической обработкой.

5. Разработаны и аттестованы в Российском морском регистре судоходства «Правила классификации и постройки морских судов», часть XIII «Материалы» режимы термической обработки для устранения анизотропии механических свойств выращенных образцов.

Теоретическая и практическая значимость

1. Установлены закономерности формирования структуры и механических свойств бейнитно-мартенситной стали при варьировании технологических режимов ПЛВ. Установлены условия выделения метастабильного остаточного аустенита при варьировании пауз и влияние на анизотропию свойств.

2. Разработаны рекомендации для прямого лазерного выращивания бейнитно-мартенситных сталей на основе расчетных и экспериментальных данных теплового поля в зависимости от пауз при выращивании.

3. Разработаны режимы полной термической обработки и сформулированы основные критерии к проведению термической обработки изделий из бейнитно-мартенситной стали 09ХН2МД, полученной методом прямого лазерного выращивания.

4. Разработан полный цикл получения изделий из бейнитно-мартенситной стали с последующей холодной и горячей прокатки с использованием высокопроизводительных режимов и устранении анизотропии свойств.

Апробация работы

Полученные результаты исследований были представлены на следующих научных конференциях: «Неделя науки СПбПУ» в 2018, «Неделя науки СПбГМТУ» в 2019 и 2021, «Пром-Инжиниринг», (Сочи, 2019), международная научная конференция «NM and TME-2019» СПбПУ, Material Science: Composites, Alloys and Materials Chemistry (MS-CAMC-2019) СПбПУ и «17th Nordic Laser Materials Processing Conference (NOLAMP)» (Норвегия, 2019).

Публикации

Полученные результаты исследования по теме диссертации представлены в 14-и научных публикациях. В международную базу данных SCOPUS входят 10 статей, в базу данных РИНЦ 4 статьи.

Основные положения выносимы на защиту

1. Сформулированы основные критерии подбора технологических режимов прямого лазерного выращивания для изделий из бейнитно-мартенситной стали 09ХН2МД.
2. Представлены экспериментальные и теоретические результаты исследования влияния пауз и образование метастабильного остаточного аустенита на анизотропию механических свойств стали 09ХН2МД.
3. Представлены дилатометрические исследования моделирования процесса прямого лазерного выращивания при варьировании пауз между проходами, а также построена термокинетическая диаграмма с разными скоростями охлаждения выращенной бейнитно-мартенситной стали 09ХН2МД и сопоставление с традиционной диаграммой проката.
4. Проанализированы результаты влияния температурных интервалов и времени выдержки в процессе термообработки выращенной стали 09ХН2МД. Исследовано влияние температуры и времени на микроструктуру и механические свойства выращенных образцов.
5. Определение критерия устранения анизотропии механических свойств с помощью последующей холодной и горячей пластической деформацией выращенной стали. Обобщение и анализ результатов оптимального обжата при прокатке выращенной стали с последующей термической обработкой.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении изложена актуальность темы диссертационного исследования, сформулированы цели и задачи, научная новизна и основные положения, представленные к защите. В диссертационном исследовании обозначена степень достоверности и апробации полученных научных результатов.

В первой главе представлен литературный обзор, посвященный бейнитно-мартенситным сталям, приведено получения данных типов сталей традиционным методом прокатки и методом аддитивных технологий.

Исследовано влияние технологических параметров ПЛВ и их влияние на формирование дефектов в структуре и анизотропии механических свойств. Представлены особенности получения бейнитно-мартенситных сталей, в том числе сплава 09ХН2МД в процессе прямого лазерного выращивания. Произведено сравнение метода прямого лазерного выращивания стали 09ХН2МД с родственными технологиями аддитивного производства.

Из приведенных данных следует, при получении бейнитно-мартенситных сталей, получаемых аддитивными технологиями, наблюдается анизотропия механических свойств, структурная и химическая неоднородность, а также, формирование метастабильного аустенита при неполном распаде аустенита.

В литературных источниках отмечается ряд преимуществ при ПЛВ из сплавов на основе железа, по сравнению с традиционными методами получения сложнопрофильных изделий. Однако, отмечается отсутствие достаточно полных исследований, направленных на изучение закономерностей протекания структурно-фазовых превращений и влияния температурного поля в сложных двухфазных сталях бейнитно-мартенситного класса при высоких и низких скоростях охлаждения.

Во второй главе описана технология прямого лазерного выращивания, оборудование, материалы и методика исследования выращенных, термообработанных и прокатанных стальных образцов.

В качестве исследования выбрана бейнитно-мартенситная сталь 09ХН2МД (аналог АБ2-1). Путем варьирования технологических режимов и межпроходной температуры выращивания показано существенное влияние на формирование фазовых составляющих и механических свойств. Важное влияние на свойства полученных изделий оказывают температурно-временные параметры сплавов на основе железа. Было выделено два основных параметра выращивания, оказывающее основной вклад на эксплуатационные свойства: температурный интервал пребывания в области фазовых превращений и скорость охлаждения материала. Представлены результаты использования метода, основанного на физическом измерении термических циклов с использованием термопары типа К и сопоставлении их с численной моделью расчета. Представлена методика дилатометрического моделирования процесса прямого лазерного выращивания, а именно межпроходной температуры путем варьирования пауз. Сопоставлена термокинетическая диаграмма выращенных образцов и наложены кривые охлаждения моделирующие процесс ПЛВ.

Представлены параметры подбора термической обработки выращенных образцов и методика эксперимента. Представлена методика экспериментальных исследований микроструктурного, рентгеноструктурного, микроструктурного кристаллографического и микрорентгеноспектрального анализа, определения твердости, прочности, пластичности и ударной вязкости при отрицательных температурах. Обсуждена целесообразность выбора данных методов исследования.

В третьей главе представлена кинетика фазовых превращений при многократном воздействии лазерного источника. Сформулирована теоретическая гипотеза формирования структуры и механических свойств в процессе прямого лазерного выращивания и ее практическое подтверждение для сложной двухфазной стали бейнитно-мартенситного класса.

Приведено и проанализировано влияние паузы между проходами на температурное поле в процессе ПЛВ. Рассмотрены современные стандарты для аддитивных технологий и выявлены недостатки для получения

достоверных результатов свойств образцов. Определены новые направления для исследований анизотропии механических свойств.

Далее в главе проводится анализ протеканием сложного комплекса изменений фазового и структурного состояния металла в виду специфических особенностей температурного поля: локальность нагрева концентрированным источником теплоты, периодичность термического воздействия различной амплитуды, большие температурные градиенты. При высоких скоростях нагрева и охлаждения процесс протекания фазовых превращений обусловлен формированием температурного градиента и напряжений. Структурные и фазовые превращения наряду с диффузионными процессами при прямом лазерном выращивании являются более сложными, чем при традиционных технологиях, таких как сварка или литье. Такая специфика формирования температурного поля при ПЛВ определяет свойства получаемых изделий, влияющие на их надежность и работоспособность.

Представлена основная проблема на сегодняшний день при изготовлении образцов аддитивными технологиями. При изготовлении технологических проб выращивание производят без пауз между проходами или слоями, получая недостоверные или неполные результаты исследования. Для определения влияния паузы на микроструктуру и свойства наплавляемого металла была произведена наплавка образцов без паузы и с паузой 30 с, которая характерна для изготовления реального изделия. На рисунке 1(а) представлен термический цикл при наплавке без пауз. Известно, что первичная микроструктура кристаллизующегося металла существенно зависит от скорости охлаждения расплава, которая в свою очередь определяется величиной подогрева. Наплавка последующих проходов приводит к многократному повторному нагреву. Удаление источника теплоты в вертикальном направлении при наплавке последующих слоев приводит к убыванию амплитуды повторных всплесков температуры, а также к постепенному снижению средней температуры. Это связано с процессами конвективной теплоотдачи и распространением теплоты в более холодные

участки наплавки у подложки. После окончания наплавки образца наблюдается плавное охлаждение за счет конвекции. Наличие паузы равной 30 с существенно влияет на температурное поле, как видно на рисунке 1(б). Наличие паузы приводит к существенному охлаждению изделия после наплавки каждого прохода. Амплитуда повторного нагрева от наплавки последующих проходов больше, чем в случае наплавки без пауз. Характерной особенностью термического цикла является наличие роста средней температуры.

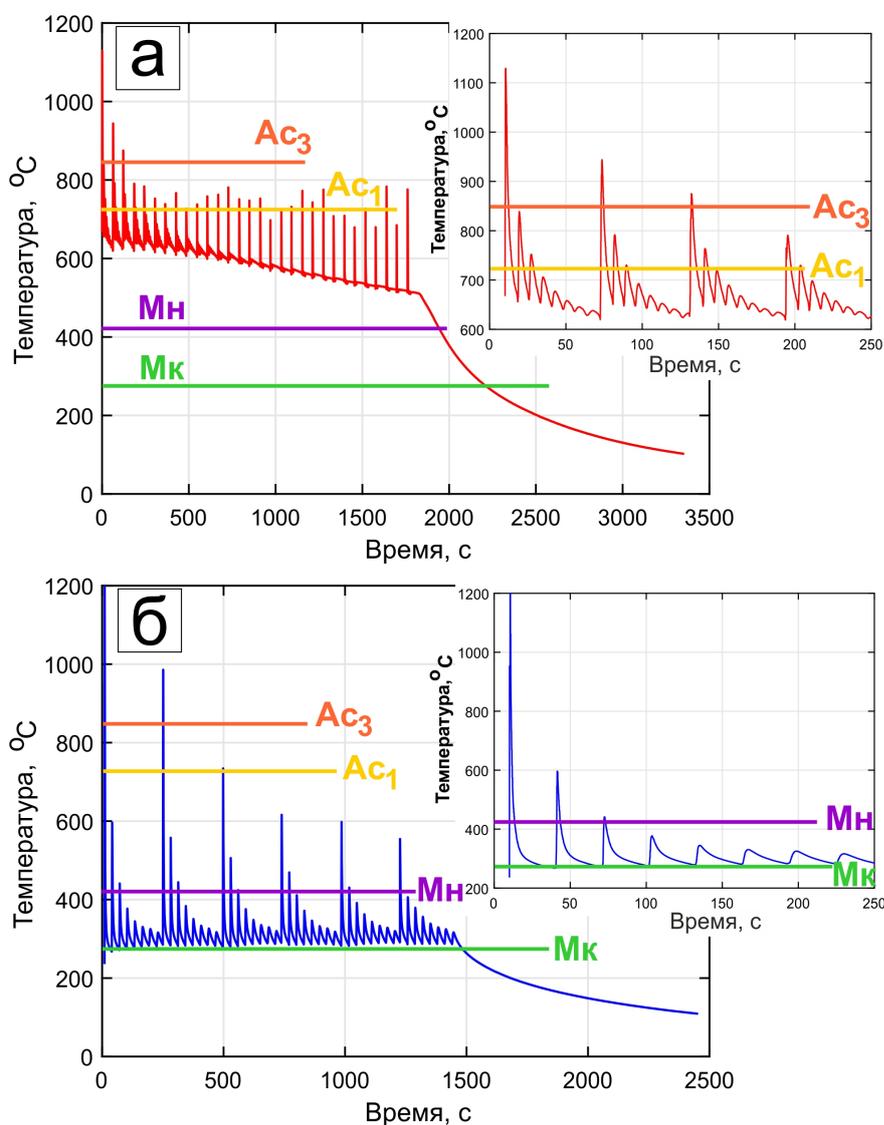


Рисунок 1. Термические циклы в процессе ПЛВ: (а) пауза 0 с; (б) пауза 30 с

Анализ термических циклов, в точках расположенных на разном расстоянии от подложки, позволил построить зависимость температуры

подогрева от высоты изделия (рисунок 2). При отсутствии паузы наблюдается стремительный рост температуры подогрева за счет аккумуляции теплоты. Скорость этого процесса определяется параметрами тепловложения и протяженностью наплаваемых проходов. При выращивании массивных образцов температуры в нижних частях ниже, чем на некотором расстоянии от подложки. Это связано с накоплением теплового поля по мере нанесения последующих слоев. При выращивании без паузы температура образца составила $\sim 600^{\circ}\text{C}$ (рисунок 1а). Данная температура соответствует диапазону высокотемпературных превращений в сталях. В процессе роста образца нижняя часть частично охлаждается и лишь при отдалении на значительное расстояние от области выращивания происходит частичное охлаждение. В процессе выращивания с паузой в 30 секунд температура пластины составляла $\sim 300^{\circ}\text{C}$ (рисунок 1б). Формирование структуры происходит в низкотемпературном диапазоне превращения.

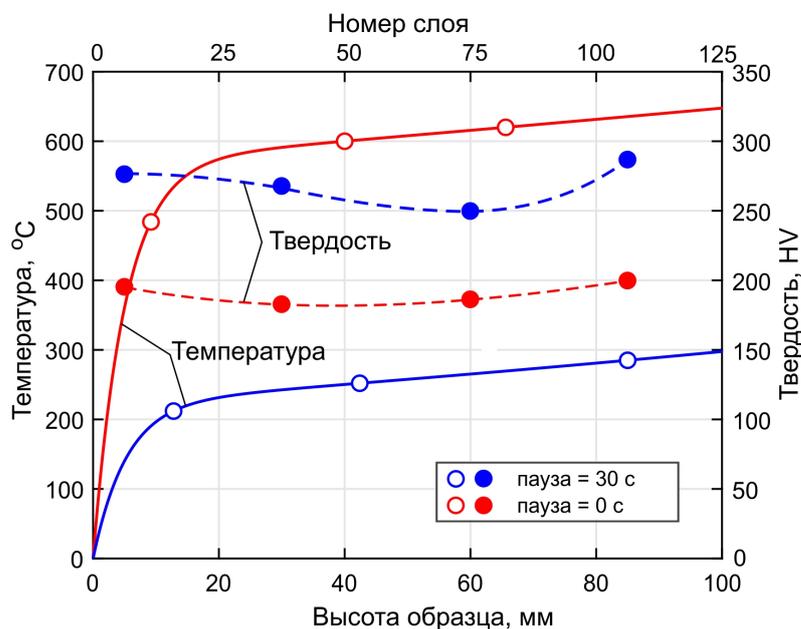


Рисунок 2. Зависимость температуры подогрева и микротвердости от высоты изделия

Уже после наплавки первых 10 мм, что соответствует наплавке 13 слоев, температура подогрева достигает 500°C , далее температурный рост снижается и становится практически постоянным. Наличие паузы значительно замедляет процесс аккумуляции теплоты в изделии. Так за

первые 10 мм наплавки температура подогрева плавно увеличивается до 200°C.

Согласно рисунку 2 распределение твердости по высоте образца зависит от температуры автоподогрева, поскольку она определяет характер формирования структурно-фазового состава. Наплавка без паузы характеризуется ростом зерна, твердость составляет 190-200 HV. При паузе 30 с твердость значительно увеличивается, что связано с формированием бейнитно-мартенситных структур и составляет 250-280 HV. Было установлено, что варьируя паузу между проходами можно управлять структурно-фазовым составом наплавки.

На рисунке 3 представлена рентгенограмма выращенных образцов. При анализе структурных составляющих компонентов из остаточных фаз рентгеновский метод имеет ограничение в разрешающей способности для определения количественного содержания остаточного аустенита и карбидных частиц. Для определения количественного содержания фаз выращенных образцов был применен метод дифракция отраженных электронов (EBSD) и цветное травление Клемма.

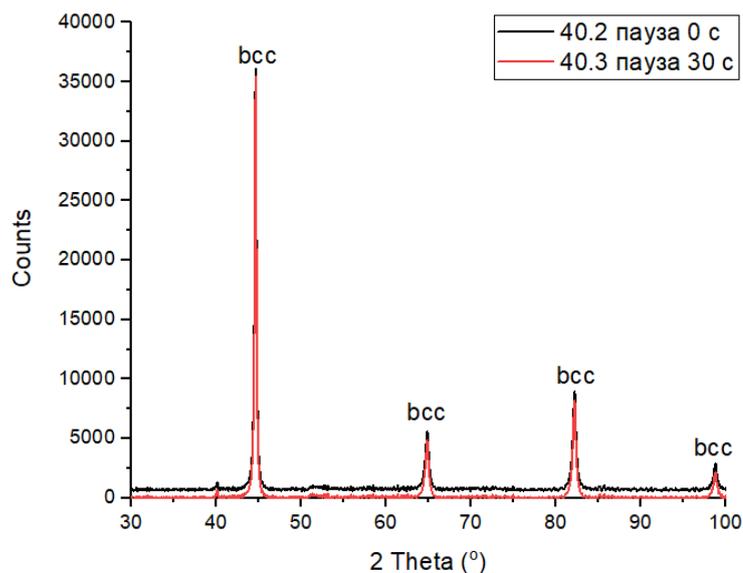


Рисунок 3. Рентгенограмма выращенного образца, с паузой 0 с и 30 с

На рисунке 4 представлен микроструктурный анализ выращенных образцов с паузой 0 с между проходами и с паузой в 30 с.

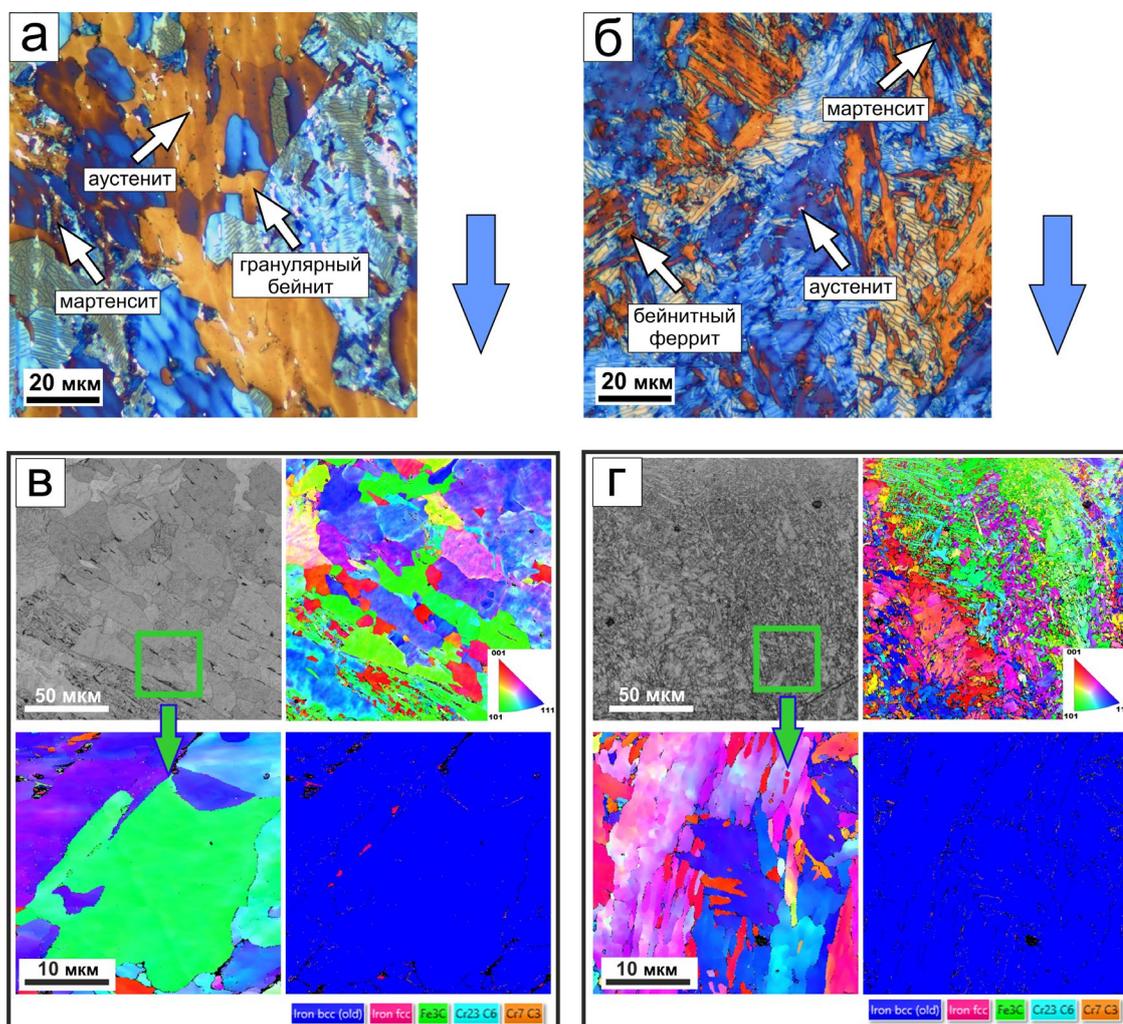


Рисунок 4. Микроструктура стали 09ХН2МД (цветное травление Клемма): а) пауза 0 с; б) пауза 30 с; в) EBSD структура, пауза 0 с; г) EBSD структура, пауза 30 с

Было установлено, что термические циклы оказывают значительное влияние на формирование микроструктуры при критических перепадах выше точек A_{c3} и A_{c1} , также основной вклад в формирование структуры оказывает участок охлаждения, на котором формируются свойства материала. Наиболее хрупким участком является участок крупного зерна, претерпевающий повторный нагрев между критическими точками A_{c3} - A_{c1} – образец полученный без паузы.

При выращивании без пауз (рисунок 4а) формировалась микроструктура из зерен гранулярного бейнита с небольшой долей

мартенсита (темно коричневый цвет) и метастабильного остаточного аустенита (М/А). Микроструктура содержит метастабильный аустенит (белый цвет) и карбидные участки между субблоками бейнита. Остаточный аустенит формируется в виде маленьких островков, распределенных на границах зерен гранулярного бейнита. Доля фаз при EBSD анализе (рисунок 4в) составляла: ОЦК (бейнит-мартенсит) = 99.03%, ГЦК (аустенит) = 0.48%, $Fe_3C = 0.11\%$, $Cr_{23}C_6 = 0.06\%$, $Cr_7C_3 = 0.32\%$.

При паузе 30 с (рисунок 4б) формируется бейнитный феррит пакетного типа с небольшим количеством мартенсита и остаточного аустенита по границам зерен. При повышении скорости охлаждения, аустенит превращается в бейнит. В структуре наблюдаются отдельные участки бейнитных зерен, в которых формируются удлиненные частицы М/А-фазы. Вдоль границ формируются участки карбидных частиц. Доля фаз при EBSD анализе (рисунок 4г) составляла: ОЦК (бейнит-мартенсит) = 98.36%, ГЦК (аустенит) = 0.02%, $Fe_3C = 0.55\%$, $Cr_{23}C_6 = 0.17\%$, $Cr_7C_3 = 0.9\%$.

В таблице 1 представлены механические свойства образцов полученных без паузы и с паузой в 30с.

Таблица 1. Механические свойства выращенных образцов

№	Напр.	Предел текучести, $\sigma_{0.2}$ (МПа)	Предел прочности, σ_B (МПа)	Отн. удлинение, δ_5 (%)	Ударная вязкость, KV^{-40} (Дж/см ²)	Твердость, HV^2
ТУ*	–	512	690	18	90-100	200-210
ПЛВ пауза 0 с	X	356	563	27	64	193
	Z	351	562	26.2	21	
ПЛВ пауза 30 с	X	732	762	20.9	156	260
	Z	735	785	15.3	113	

*ТУ5.961-11571-2006 Прокат листовой высокопрочный легированный свариваемый из стали марок 09ХН2МД (АБ2-1), 10ХН3МД (АБ2-2)

В образцах без паузы наблюдается максимальное снижение ударной вязкости, которое обусловлено образованием метастабильного аустенита по границам зерен. Низкие показатели предела текучести и предела прочности

были обусловлены интенсивным ростом зерна, что характерно для гранулярного бейнита. При испытаниях на статическое растяжение анизотропия свойств не прослеживается, а при испытаниях на ударную вязкость разница составляла 32%, что говорит о значительном влиянии метастабильного аустенита и мартенсита по границам зерен в структуре.

В выращенном образце с паузой 30 с между проходами были получены высокие показатели пределов текучести и прочности. Относительное удлинение в направлении выращивания (Z-поперечное) на 27% ниже, чем в продольном (X-продольное), что говорит о существенной анизотропии свойств.

При дилатометрических исследованиях образцов было установлено, что фазовые превращения выращенных образцы (рисунок 5) значительно отличаются по сравнению с традиционными. Поведение кривых превращения сильно зависит от тепловой предыстории.

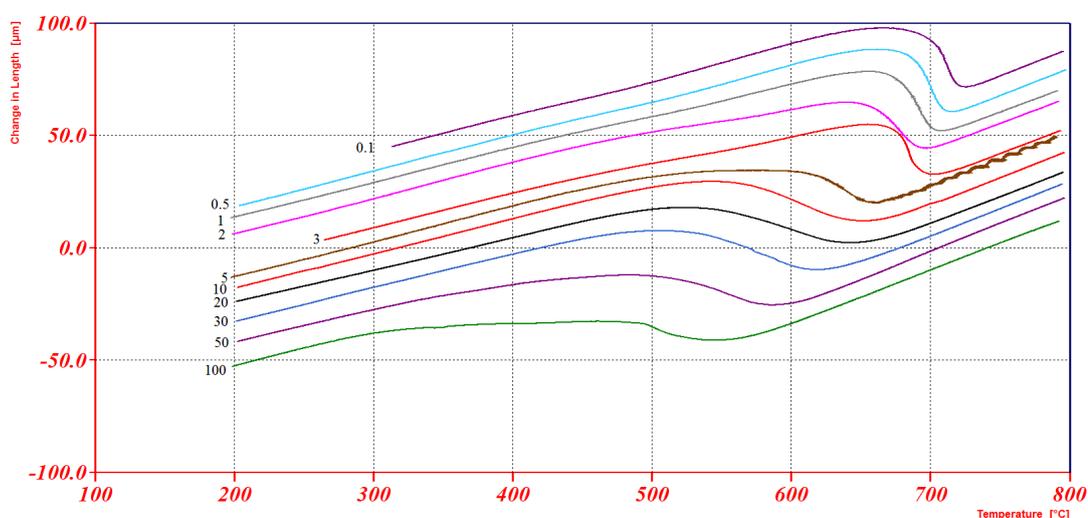


Рисунок 5. Кривые охлаждения образцов стали 09ХН2МД

На рисунке 6 представлена термокинетическая диаграмма (Ткд) стали 09ХН2МД после ПЛВ и в исходном состоянии после проката. В выращенных образцах фазовые превращения сдвигаются влево, что свидетельствует о формировании неравновесной структуры, а также изменяются температуры фазовых переходов.

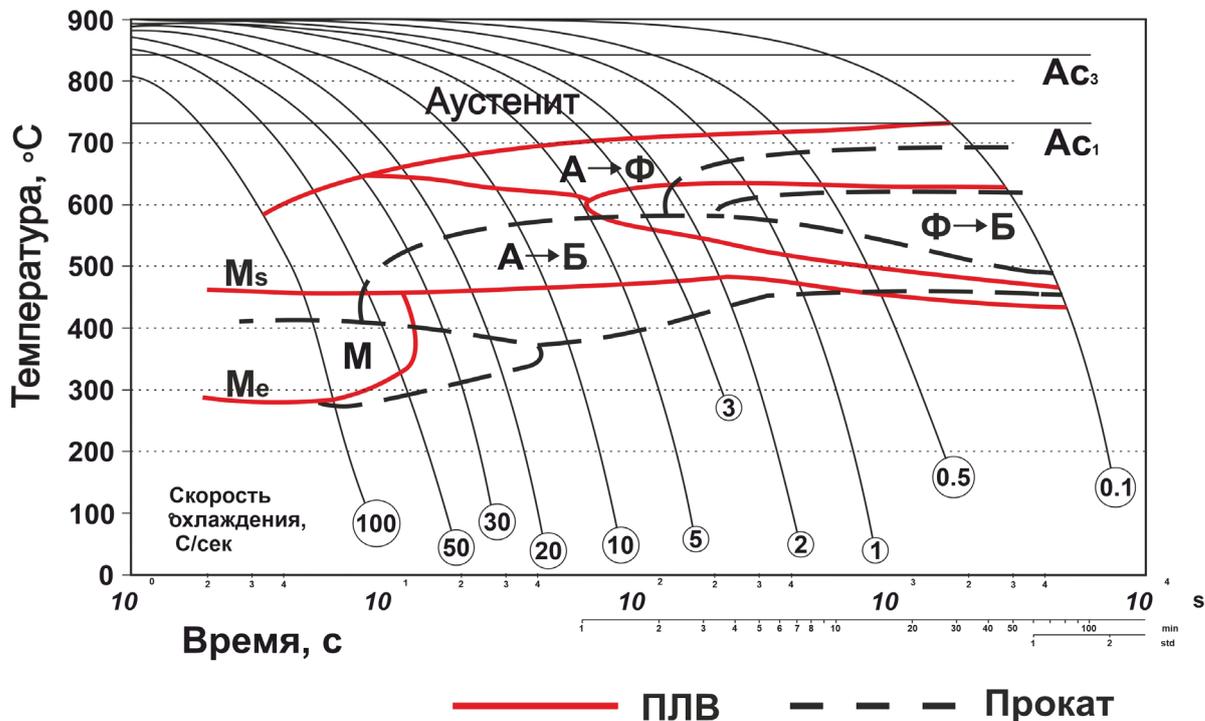


Рисунок 6. Термокинетическая диаграмма стали 09ХН2МД

Для анализа влияния паузы между проходами на образование метастабильного остаточного аустенита цикл нагрева и охлаждения образцов для дилатометрических исследований включал следующие этапы: (1) нагрев образца со скоростью $89999999\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ (2) этап аустенизации, включающий нагрев до температуры $1200\text{ }^\circ\text{C}$ с последующей выдержкой в течении 888888 с; (3) этап, соответствующий экспериментально замеренному термическому циклу ПЛВ. Для точного анализа образования структурных составляющих были аппроксимированы и обработаны экспериментальные термические циклы охлаждения (рисунок 7а).

При этом была предложена гипотеза о том, что кратковременные всплески температуры относительно температуры автоподогрева не достигающие критических температур фазовых превращений не оказывает значительное влияние на конечный структурно-фазовый состав.

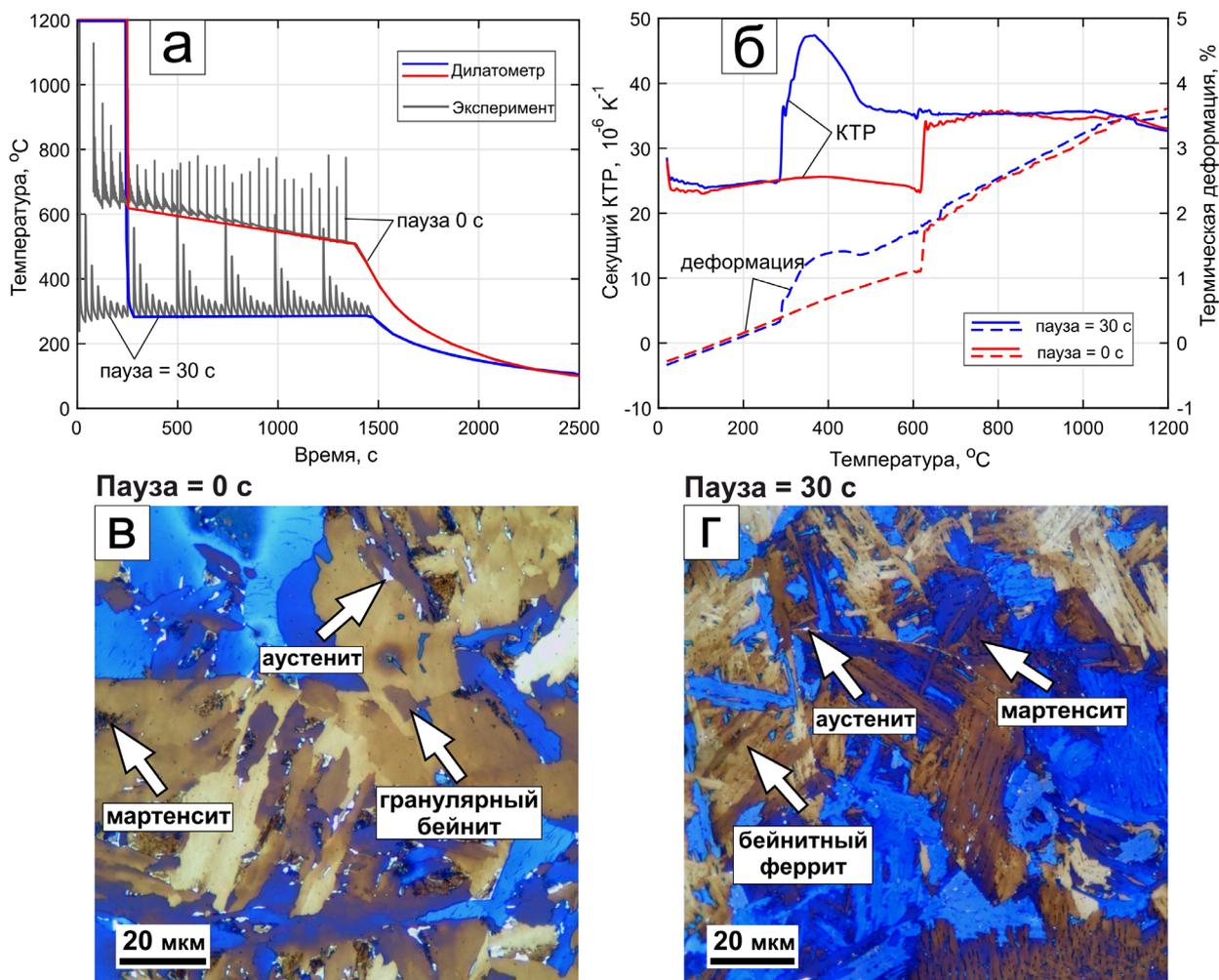


Рисунок 7. Дилатометрические исследования: а) термический цикл нагрева образцов; б) температурные зависимости коэффициента температурного расширения и температурной деформации; в) моделирование при паузе 0 с; г) моделирование при паузе 30 с

Образец, выращенный без паузы (рисунок 7б) претерпевает несколько фазовых переходов, согласно Ткд стали 09ХН2МД (рисунок 8): (1) при нахождении в высокотемпературной области и незначительном охлаждении образец проходит через бейнитное превращение при 620°C , (2) ферритное, феррито-бейнитное и бейнитное превращение при $620-450^{\circ}\text{C}$. При моделировании с паузой, образец проходит (1) бейнитное превращение при $600-450^{\circ}\text{C}$, (2) мартенситное при $450-320^{\circ}\text{C}$ и последующее плавное охлаждение.

Представленная на рисунке 7 (в, г) микроструктура после испытания на дилатометре практически идентична структуре наплавов, полученных с соответствующими паузами. Более того, анализ микротвердости показал, что

средние значение практически точно совпадает с выращенными образцами: при отсутствии паузы – 193 HV (ПЛВ) и 191 HV (дилатометр); пауза 30 с – 260 HV (ПЛВ) и 250 HV (дилатометр).

Поэтому описание распада аустенита при ПЛВ следует проводить с учетом кинетики фазовых превращений Ткд. На рисунке 8 представлена Ткд стали 09ХН2МД после ПЛВ.

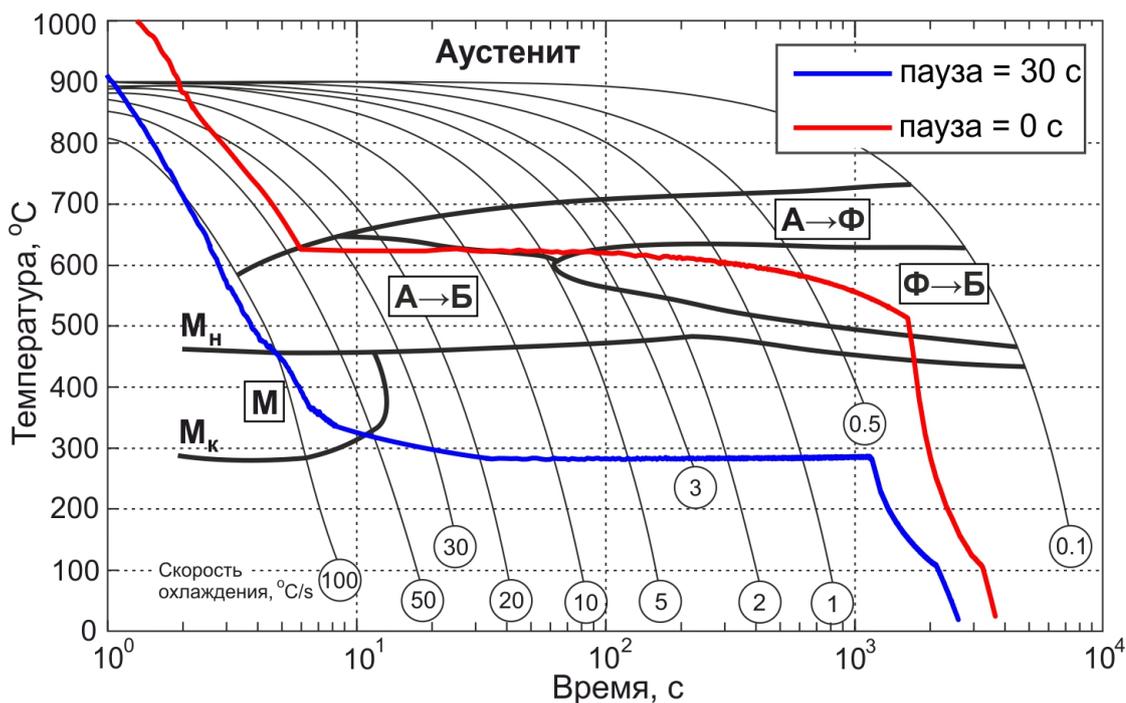


Рисунок 8. Термокинетическая диаграмма стали 09ХН2МД

Анализ построенной Ткд диаграммы выращенных образцов показал, что в образцах при скоростях охлаждения от 40 до 100°С/с формируются преимущественно бейнитно-мартенситные структуры, от 5 до 40°С/с бейнитные, от 5 до 0.1°С/с бейнитно-ферритные.

Исходя из полученных данных, можно сделать точное заключение, что основной вклад в формирование структурных составляющих вносит первые циклы нагрева и охлаждения и последующая конечная кривая охлаждения.

Для решения задачи тепловложения и наличие временной паузы между слоями при наплавке каждого и его влияние на структуру, была разработана упрощенная модель температурного поля при прямом лазерном выращивании. Трехмерная задача теплопроводности выращенных образцов

решалась методом конечных элементов в системном пакете Ansys. Перемещение источника теплоты при наплавке не учитывалось. Тепловложение от всех проходов рассматриваемого слоя суммировалось и задавалось в качестве равномерно распределенного источника на элементы, соответствующие объему рассматриваемого слоя. Расчетная модель позволяет быстро предсказать изменение температуры в объеме образца в моменты наплавки каждого из слоев.

Сравнение экспериментально замеренных термических циклов с расчетными показало хорошее совпадение значений температуры, соответствующей началу наплавки каждого из слоев. Как отмечалось выше, допущения математической модели позволяют определить усредненную температуру наплавляемого слоя. Модель не позволяет точно определить влияние каждого из проходов на температурное поле, что хорошо видно на рисунке 8.

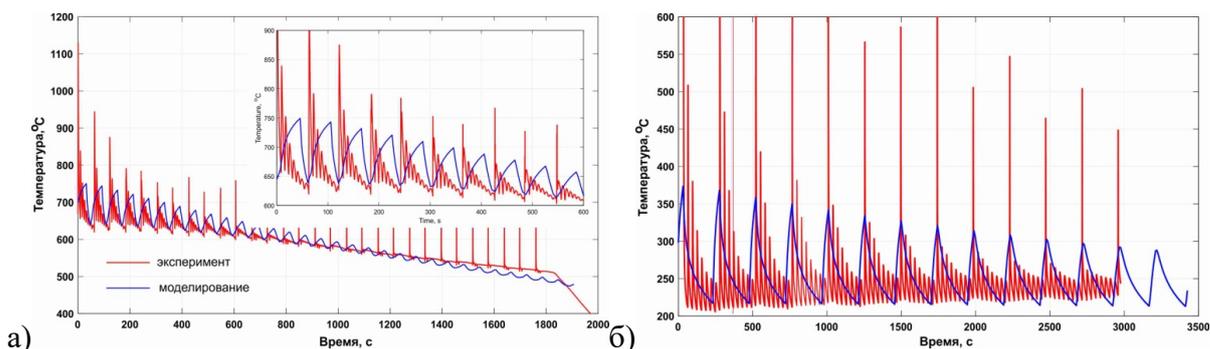


Рисунок 8. Термические циклы точки на расстоянии 65 мм от подложки при наплавке образца без паузы между проходами: а) пауза 0 с; б) пауза 30 с

Расчетная модель позволила определить температуру образца при наплавке каждого из слоев (рисунок 9). Видно, что при наплавке без паузы температура уже после 10 слоя существенно выше, чем при наплавке с паузой 30 с. Отсутствие паузы приводит к формированию в образце области, в которой межслойная температура при наплавке каждого слоя постепенно повышается. Наибольший темп нарастания межслойной температуры наблюдается вблизи подложки. После 40 слоя температура достигает 650°C и далее практически не меняется. Неравномерность межслойной температуры

должно привести к формированию градиента микроструктуры и механических свойств по высоте образца. Наличие паузы приводит к тому, что максимальная межслойная температура достигается уже при наплавке 10 слоя и далее меняется незначительно.

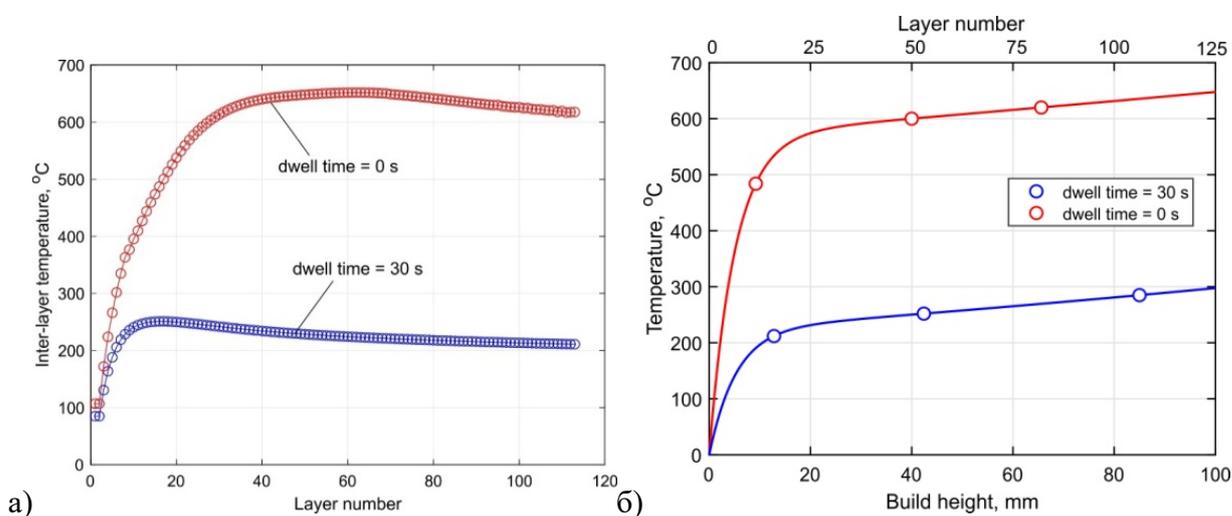


Рисунок 9. Расчётная зависимость межслойной температуры при наплавке образца с паузой 30с (синяя кривая) и без паузы (красная кривая): (а) расчётная модель; (б) экспериментальная

В четвертой главе представлены результаты исследования термической обработки на микроструктуру и механические свойства выращенных образцов из бейнитно-мартенситной стали 09ХН2МД. Было установлено, что режимы термообработки для классических образцов - литые или прокат, не подходят для выращенных образцов. Был проведен полный комплекс подбора температурных интервалов для термообработки выращенных образцов.

На рисунке 10 представлены графики влияния режимов термообработки на механические свойства выращенных образцов методом ПЛВ. **Режим 1:** закалка $T=900^{\circ}\text{C}$ (2 часа), отпуск $T=600^{\circ}\text{C}$ (4 часа); **режим 2:** гомогенизация $T=1000^{\circ}\text{C}$ (2 часа), Закалка $T=900^{\circ}\text{C}$ (2 часа), отпуск $T=600^{\circ}\text{C}$ (4 часа); **режим 3:** гомогенизация $T=1100^{\circ}\text{C}$ (2 часа), закалка $T=920^{\circ}\text{C}$ (2 часа), отпуск $T=650^{\circ}\text{C}$ (5 часов); **режим 4:** гомогенизация $T=1100^{\circ}\text{C}$ (6 часов), закалка $T=920^{\circ}\text{C}$ (2 часа), отпуск $T=650^{\circ}\text{C}$ (5 часов).

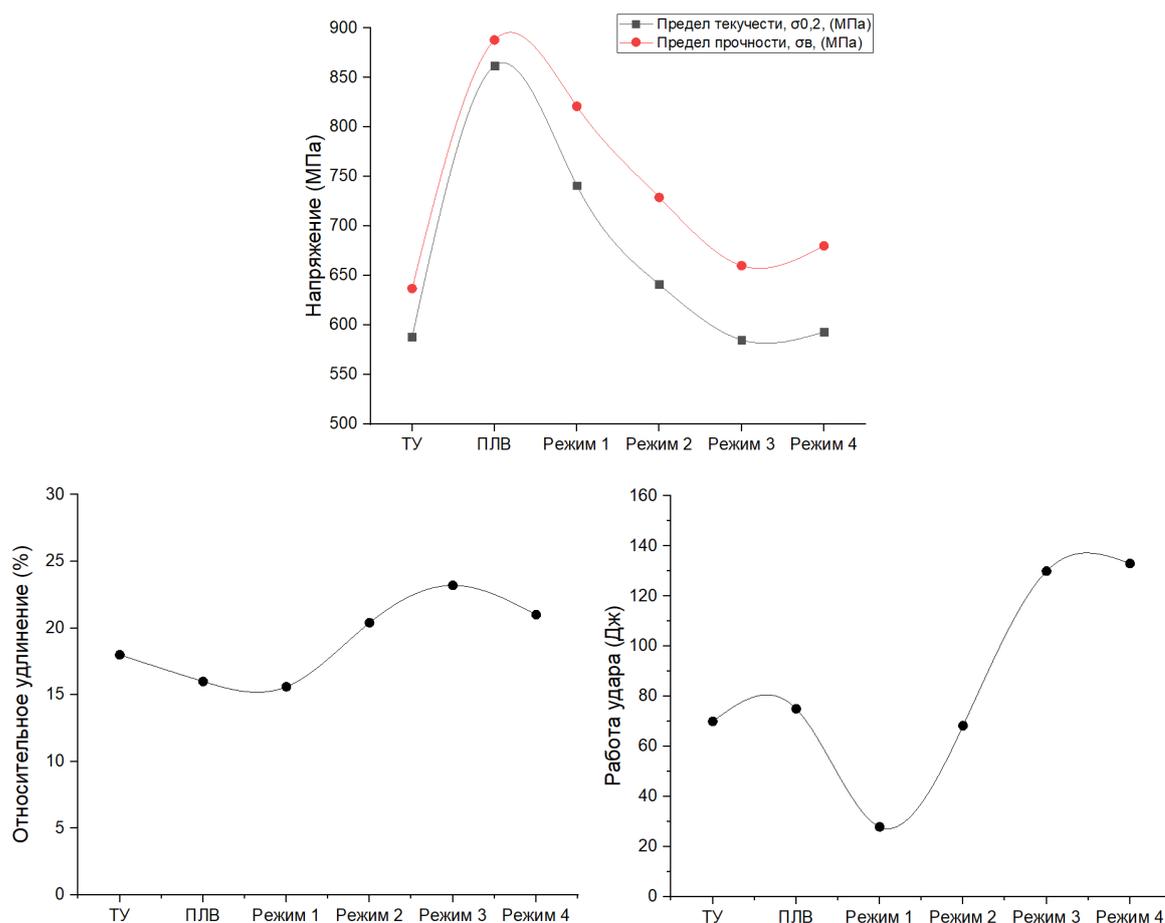


Рисунок 10. Влияние режимов термообработки на механические свойства выращенных образцов

В таблице 2 представлены механические свойства образцов в исходном состоянии и после термической обработки.

Таблица 2. Механические свойства выращенных образцов

№ п/п	Напр.	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ (МПа)	Предел прочности, $\sigma_{в}$ (МПа)	Отн. удлинение, δ_5 (%)	Работа удара, KV ⁻⁴⁰ (Дж)
ТУ	–	588	637	18	70
ПЛВ	Х	862	888	16	75
ПЛВ+ТО Режим 1	Х	741	821	15,6	28
ПЛВ+ТО Режим 2	Х	641	729	20,4	68
ПЛВ+ТО Режим 3	Х	585	660	23,2	130
ПЛВ+ТО Режим 4	Х	593	680	21	133

В выращенных образцах получены высокие показатели предела текучести и предела прочности. Относительное удлинение ниже, чем

заявленное в ТУ. После полной термической обработки наблюдается высокие показатели механических свойств, что говорит об однородности структуры.

Для повышения механических свойств выращенных изделий, необходимо подбирать полный цикл термообработки, который заключается в гомогенизации, закалке и последующем отпуске (режим 4). Режим термообработки отличается от стандартных режимов, рекомендуемым для проката или литья в связи со структурной и химической неоднородностью полученных изделий.

На рисунке 11 представлен микроструктурный анализ образцов после выращивания и термообработки (режим 4).

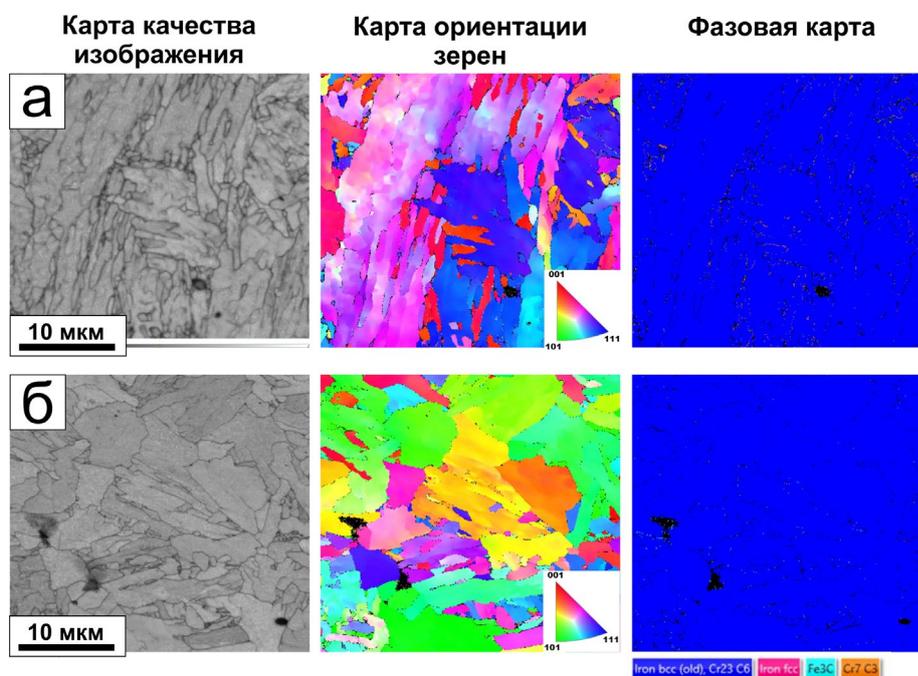


Рисунок 11. EBSD анализ стали 09XH2MD: а) ПЛВ; б) ПЛВ+ТО

Доля фаз при EBSD анализе в выращенном состоянии составляла: ОЦК (бейнит-мартенсит) = 98,36%, ГЦК (аустенит) = 0,02%, Fe_3C = 0,55%, $Cr_{23}C_6$ = 0,17%, Cr_7C_3 = 0,9%. После полной термической обработки (режим 4): ОЦК (бейнит-мартенсит) = 99,8%, ГЦК (аустенит) = 0,02%, Fe_3C = 0,11%, $Cr_{23}C_6$ = 0,06%, Cr_7C_3 = 0,01%.

По результатам исследования разработан полный цикл термической обработки для повышения механических свойств был аттестован и внедрен в

Российский морской регистр судоходства «Правила классификации и постройки морских судов», часть XIII «Материалы».

В пятой главе представлено формирование структуры и механических свойств при холодной и горячей пластической деформации выращенных образцов. При получении изделий из бейнитно-мартенситных сталей методом ПЛВ с высокой производительностью (~1,5 кг/час) формируется анизотропией механических свойств в направлении роста слоев (Z-поперечное направление). Один из эффективных методов устранения анизотропии свойств, при высокоскоростном выращивании является последующая прокатка. Данный способ позволяет значительно снизить анизотропию свойств и получить материалы с уникальной структурой и механическими свойствами, позволяя комбинировать методы производства.

На рисунке 12 представлена структурно-фазовый состав после холодного проката. Фазы присутствуют в структуре материала в виде удлиненных зерен неравновесного феррита и участков перлита. С увеличением степени обжатия структура феррита больше претерпевает деформацию, структура во всех образцах представляет неравновесный феррит и перлит.

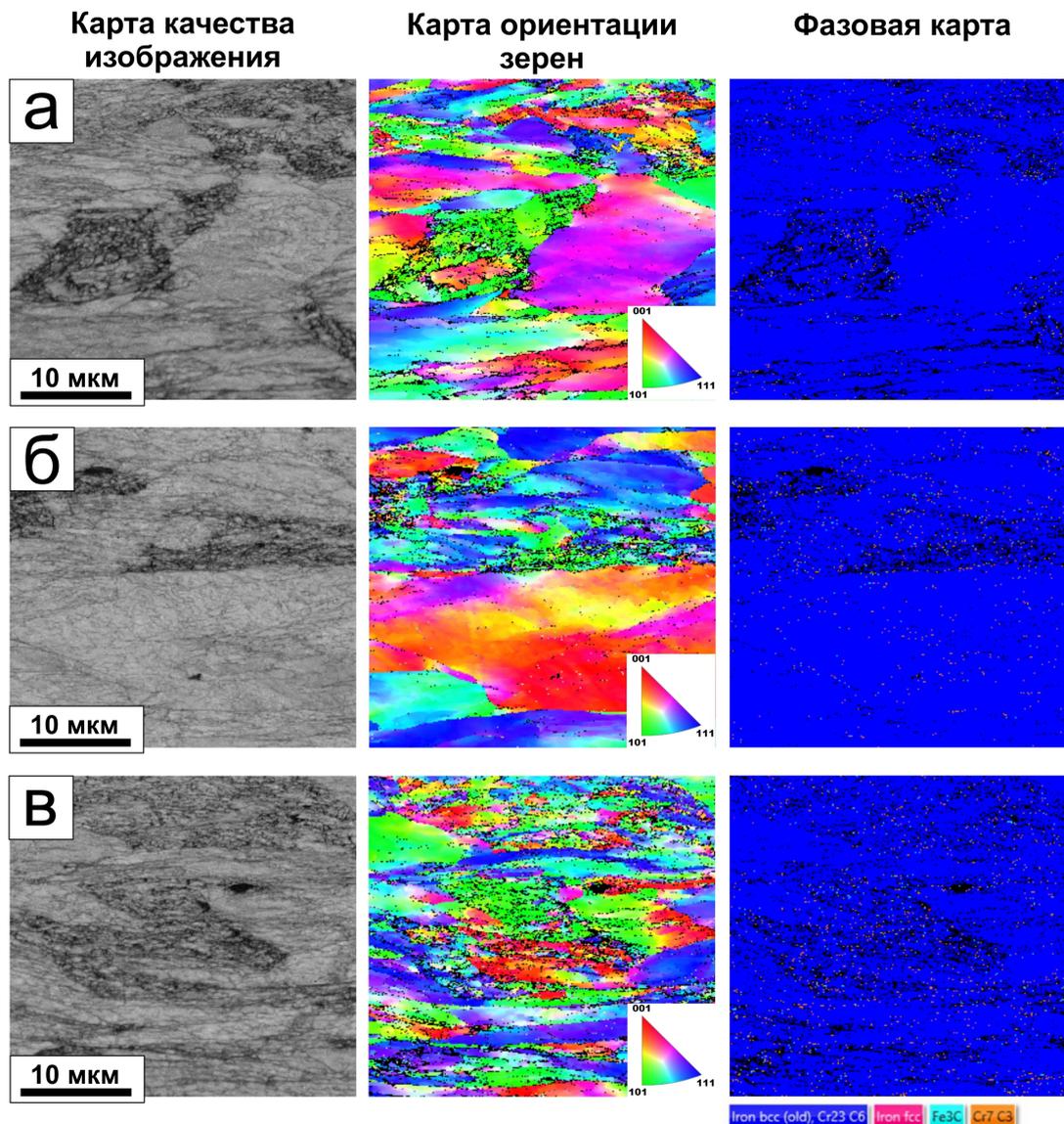


Рисунок 12. EBSD анализ стали 09XH2МД выращенных образцов после холодного проката: а) 50% деформации; б) 60% деформации; в) 70% деформации

По границам зерен наблюдается цементит третичный расположенный по границам бейнитных пластин. С увеличением степени обжатия происходит увеличение количества фазы цементита (Fe_3C). Углеродосодержащие фазы в структуре материала - вырожденный верхний бейнит. Доля фаз при EBSD анализе (рисунке 12) составляла (при 50% холодной деформации): ОЦК (феррит, мартенсит) = 98.64%, ГЦК (аустенит) = 0.01%, Fe_3C = 0.2%, Cr_{23}C_6 = 0.48%, Cr_7C_3 = 0.67%. При 60% холодной деформации: ОЦК (феррит, мартенсит) = 98.18%, ГЦК (аустенит) = 0.01%, Fe_3C = 0.21%, Cr_{23}C_6 = 0.53%, Cr_7C_3 = 1,07%. При 70% холодной деформации:

ОЦК (феррит, мартенсит) = 97.34%, ГЦК (аустенит) = 0.01%, Fe_3C = 0.34%, $Cr_{23}C_6$ = 0.69%, Cr_7C_3 = 1.62%.

Для оценки механических свойств были проведены испытания на растяжение и измерение твердости. Результаты этих испытаний приведены в таблице 3.

Таблица 3. Механические свойства после холодной прокатки

№	Напр.	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ (МПа)	Предел прочности, σ_B (МПа)	Отн. удлинение, δ_5 (%)	Ударная вязкость, KV^{-40} (Дж/см ²)	Твердость, HV^2
ТУ	N/A	588	637	18	90	200-210
ПЛВ	X	616	685	21.4	66	251
	Z	565.5	637	7.1	85	
ПЛВ+50%	X	460	683	60	44	257
	Z	614	700	30	41	
ПЛВ+60%	X	632	710	51	42	270
	Z	656	732	22	32	
ПЛВ+70%	X	690	785.5	28	42	279
	Z	711	803	20	40	

После холодной прокатки растет твердость пропорционально степени обжатия. С увеличением степени обжатия растет предел прочности, предел текучести и относительное удлинение. Ударная вязкость после холодного проката остается на уровне 40-42 Дж/см², вне зависимости от степени сжатия. Наилучший результат был получен при степени обжатия 50%, где достигнуто высокие значения прочности и относительного удлинения.

На рисунке 13 представлены результаты EBSD анализа выращенных образцов после горячей пластической деформации.

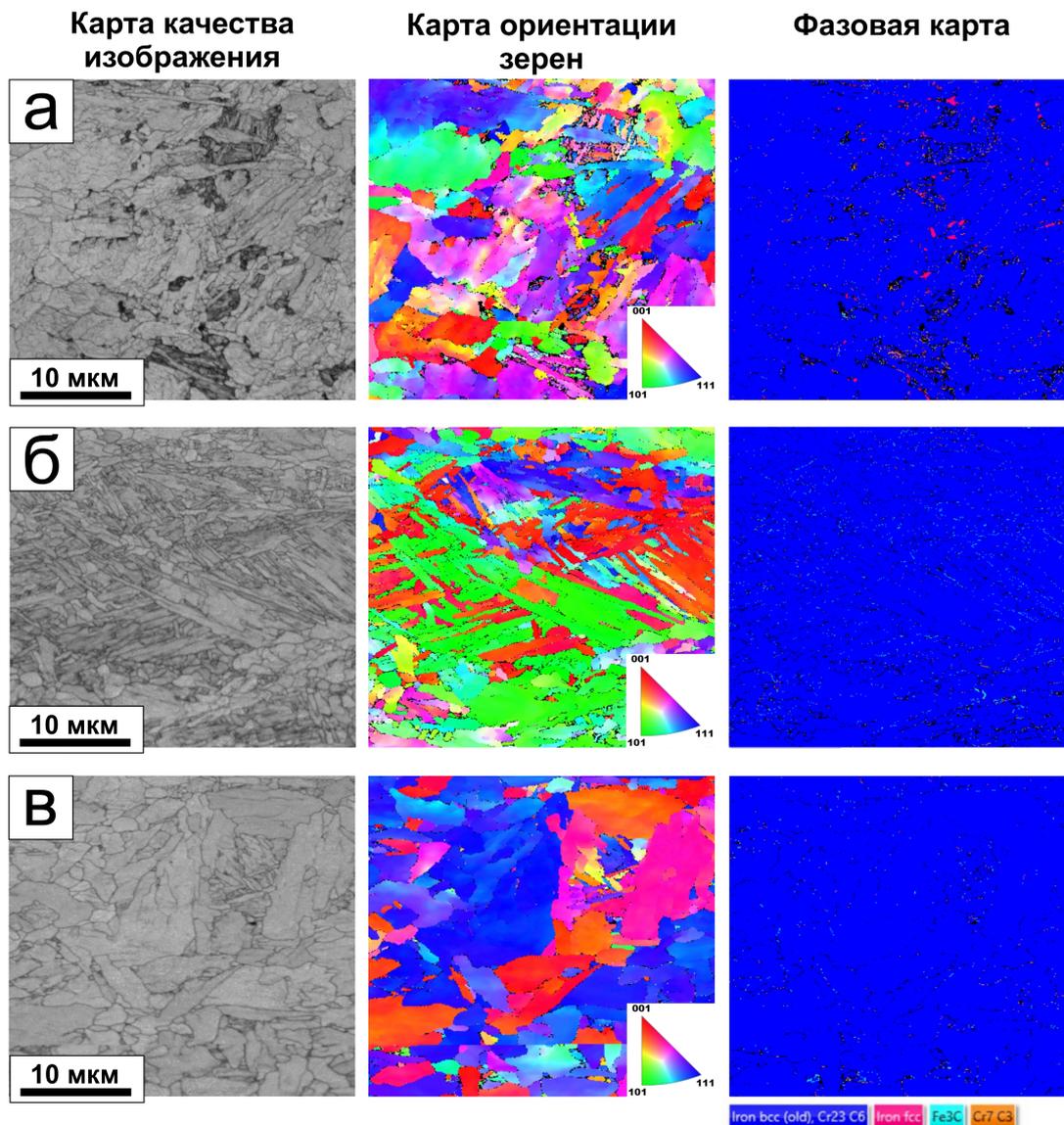


Рисунок 13. EBSD анализ стали 09ХН2МД выращенных образцов после горячего проката:
 а) прокат ТУ; б) 50% деформации закалка с прокатного нагрева; в) 50% деформации закалка после прокатного нагрева

Доля фаз при EBSD анализе (рисунок 13) составляла, горячекатаный прокат (ТУ): ОЦК (бейнит-мартенсит) = 96,24%, ГЦК (аустенит) = 0,63%, Fe₃C = 0,26%, Cr₂₃C₆ = 1,86%, Cr₇C₃ = 1,01%. ПЛВ с последующим прокатом: (закалка с прокатного нагрева) ОЦК (бейнит-мартенсит) = 97,71%, ГЦК (аустенит) = 0,01%, Fe₃C = 0,25%, Cr₂₃C₆ = 1,19%, Cr₇C₃ = 0,84%. Закалка после прокатного нагрева ОЦК (бейнит-мартенсит) = 98,12%, ГЦК (аустенит) = 0%, Fe₃C = 0,23%, Cr₂₃C₆ = 1,4%, Cr₇C₃ = 0,25%.

Таблица 4. Механические свойства после горячей прокатки

№ п/п	Напр.	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ (МПа)	Предел прочности, σ_B (МПа)	Отн. удлинение, δ_5 (%)	Ударная вязкость, KV ⁻⁴⁰ (Дж/см ²)	Твердость, HV ²
ТУ	N/A	588	637	18	90	200-210
ПЛВ	X	616	685	21.4	66	251
	Z	565.5	637	7.1	85	
ПЛВ+50% (масло)	X	576	647	24	233	212
	Z	576	665	18	150	
ПЛВ+50% (вода)	X	690	700	17	239	248
	Z	694	734	12	152	

После горячей прокатки была снижена анизотропия и повышены механические свойства образцов. Наилучший результат был получен при степени обжатия 50% с закалкой после прокатного нагрева где достигнуто высокие значения прочности, относительного удлинения и ударной вязкости.

Общие выводы

1. Приведены основные результаты исследования металлического порошка стали 09ХН2МД. Размер частиц порошка незначительно влияет на механические свойства, а при вторичном и третичном использовании порошкового материала увеличивает прочность и снижает пластичность. Представлены основные требования к металлическому порошку применяемым при прямом лазерном выращивании.

2. Выбрано два режима прямого лазерного выращивания, которые удовлетворяют следующим критериям: высокая производительность процесса выращивания ~1,5 кг/ч, стандартная производительность процесса ~0,6 кг/ч. С увеличением мощности происходит уменьшение несплавлений, что подтверждается результатами металлографических исследований. Механические испытания при высокой производительности показали высокую прочность и низкую пластичность, при стандартной производительности высокую анизотропию свойств. При высокой производительности процесса низкая пластичность связана с дефектами в виде пор и химической неоднородностью с содержанием карбидных частиц. При стандартной производительности формируются анизотропия свойств,

обусловленная продуктами незавершенного превращения, таких фаз как метастабильный остаточный аустенит и карбидных частицы на границах зерен. Наличие неравновесной фазы подтверждается EBSD (дифракцией отраженных электронов) анализом.

3. В зависимости от межпроходной температуры при прямом лазерном выращивании формируются продукты незавершенного превращения. Пауза между проходами равная 30 с приводит к анизотропии механических свойств. Выращивание без пауз приводит к формированию метастабильного остаточного аустенита, который приводит к критическому снижению ударной вязкости.

При выращивании с паузами между проходами, режим является наиболее приближенный к изготовлению реального изделия, но присутствуют узловые соединения с непрерывным заполнением материала, вследствие чего будет наблюдаться анизотропия механических свойств в отдельных. В этой связи необходимо проводить полную термическую обработку таких изделий, либо моделировать процесс изготовления с равномерно распределенным тепловым полем для достижения равномерного формирования механических свойств по всему изделию.

4. В процессе ПЛВ стали 09ХН2МД достигается высокая прочность при низких показателях вязкости и пластичности. С целью повышения уровня механических свойств, предложено проведение термической обработки. Для выращенных образцов было предложено проведение полной термической обработки. После термообработки выращенных образцов были достигнуты высокие механические свойства в продольном и поперечном направлении, соответствующие уровню ТУ 5.961-11571-2006.

5. При высокопроизводительном процессе выращивания формируются дефекты в виде пор и несплавлений, которые оказывают значительный вклад в анизотропию механических свойств. Для устранения анизотропии проведена холодная и горячая пластическая деформация. Для получения материала с высокими прочностными и пластическими свойствами и вязкостью необходимо проводить предварительную термическую обработку

и последующий холодную пластическую деформацию. Были получены удовлетворительные результаты механических свойств при холодной прокатке. Было установлено, что выращенные образцы необходимо прокатывать в продольном направлении при 50% деформации. Наиболее высокие механические свойства достигаются при 50% холодной пластической деформации.

После горячей прокатки была снижена анизотропия и повышены механические свойства образцов. Наилучший результат был получен при степени обжатия 50% с закалкой в масло после прокатного нагрева, где достигнуты высокие значения прочности, относительного удлинения и ударной вязкости.

Список работ, опубликованных по теме научно-квалификационной работы (диссертации)

Публикации в изданиях, рецензируемых ВАК

1. Mendagaliyev R., Zotov O., Korsmik R., Zadykyan G., Lebedeva N., Klimova-Korsmik O. Structure and Mechanical Properties of Shipbuilding Steel Obtained by Direct Laser Deposition and Cold Rolling. *Materials*, Vol. 14, 2021, 7393. <https://doi.org/10.3390/ma14237393>
2. Mendagaliyev R., Klimova-Korsmik O.G., Ivanov S.Y., Babkin K.D., Vildanov A.M. Effect of thermal cycles on the microstructure and mechanical properties of cold-resistant steel 09CrNi2MoCu during laser deposition. *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 2077, 2021, 012012. DOI: 10.1088/1742-6596/2077/1/012012.
3. Klimova-Korsmik O., Turichin G., Mendagaliyev R., Razorenov S., Garkushin G., Savinykh A., Korsmik R. High-Strain Deformation and Spallation Strength of 09CrNi2MoCu Steel Obtained by Direct Laser Deposition. *Metals*, Vol. 11, 2021, 1305. <https://doi.org/10.3390/met11081305>
4. Mendagaliyev R.V., Voropaev A.A., Klimova-Korsmik O.G., Lebedeva N.V., Unt A. The influence of a protective environment during direct

laser deposition on the formation of structure and properties of steel F690W (09CrNi2MoCu). *Materials Today: Proceedings*, Vol. 30 (3), 2020, pp. 712-717. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.532>

5. Mendagaliyev R., Korsmik R.S., Klimova-Korsmik O.G., Shalnova S.A. Effect of Powder Fraction 09CrNi2MoCu on the Structure and Properties of the Obtained Samples Using the Direct Laser Deposition. *Solid State Phenomena*, Vol. 299, 2020, pp. 571-576. Doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.299.571.

6. Zadykyan G.G., Korsmik R.S., Mendagaliyev R.V., Turichin G.A. Formation of bead shape, structure and mechanical properties of cold resistant high-strength steel produced by direct laser deposition method. *Solid State Phenomena*, Vol. 299, 2020, pp. 345-350. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.299.345>

7. Bistrova Y.A., Shirokina E.A., Mendagaliyev R., Gushchina M.O., Unt A. Research of mechanical properties of cold resistant steel 09CrNi2MoCu after direct laser deposition. *Test Engineering and Management*, Vol. 82, 2019, pp. 418-424. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.822.418>

8. Mendagaliyev R.V., Zadykyan G.G., Davletshin A.O., Mukashev T., Rashkovets M. Direct laser deposition of cold-resistant steels for Arctic shelf development. *Materials Today: Proceedings*, Vol. 30(3), 2020, pp. 707-711. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.01.531>

9. Mendagaliyev R., Ivanov S.Y., Petrova S.G. Effect of Process Parameters on Microstructure and Mechanical Properties of Direct Laser Deposited Cold-Resistant Steel 09CrNi2MoCu for Arctic Application. *Key Engineering Materials*, Vol. 822, 2019, pp. 410-417. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.822.410>

10. Mendagaliyev R., Turichin G.A., Klimova-Korsmik O.G., Zotov O.G., Ereemeev A.D. Microstructure and Mechanical Properties of Laser Metal Deposited Cold-Resistant Steel for Arctic Application. *Procedia Manufacturing*, Vol. 36, 2019, pp. 249-255. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.08.032>

Публикации в других изданиях

11. Патент № 2724210 С1 Российская Федерация, МПК В22F 3/105, Способ повышения механических свойств стали АБ2-1 при осуществлении прямого лазерного выращивания металлических заготовок / Сомонов В.В., Корсмик Р.С., Климова-Корсмик О.Г., Мендагалиев Р.В. № 2019132739; заявл. 14.10.2019; опубл. 22.06.2020, Бюл. №18.

12. Алексеев В.И., Фирсов А.М., Мендагалиев Р., Климова-Корсмик О.Г. Микроструктурные особенности изделий из стали 09ХН2МД полученных технологией прямого лазерного выращивания // Неделя науки Санкт-Петербургского государственного морского технического университета. – 2019. – Т. 1. – № 1. – С. 61.

13. Мендагалиев Р., Петрова С.Г., Климова-Корсмик О.Г. [и др.] Влияние на формирование структуры и свойства стали 09ХН2МД параметров технологических режимов прямого лазерного выращивания для изделий, эксплуатируемых в условиях Арктики // Неделя науки СПбПУ: материалы научной конференции с международным участием. – 2018. – С. 261-264.

14. Долгун Е.С., Мендагалиев Р., Корсмик Р.С., Климова-Корсмик О.Г. Влияние фракции порошка сплава 09ХН2МД на механические свойства образцов, полученных методом прямого лазерного выращивания // Неделя науки СПбПУ: материалы научной конференции с международным участием, Санкт-Петербург. – 2018. – С. 104-106.

Аспирант _____ Мендагалиев Р.В.