

На правах рукописи



ГЕРМАН МАРИНА АЛЕКСАНДРОВНА

**ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ТЕРМОВОДОРОДНОЙ ОБРАБОТОК НА
ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
ЗАГОТОВОК ИЗ ($\alpha+\beta$)-ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПО
АДДИТИВНЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ**

Специальность

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2019

Работа выполнена на кафедре «Материаловедение и технология обработки материалов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель: – доктор технических наук, профессор
Скворцова Светлана Владимировна

Официальные оппоненты: – **Ночовная Надежда Алексеевна**, доктор технических наук, ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, заместитель начальника лаборатории

– **Александров Андрей Валентинович**, кандидат технических наук, ЗАО «Межгосударственная ассоциация Титан», генеральный директор

Ведущее предприятие: – ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Защита диссертации состоится 19 декабря 2019 года в 10⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» по адресу: г. Москва, ул. Оршанская, 3, ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой С.В. и по электронной почте skvorcovasv@mati.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте https://mai.ru/upload/iblock/b20/Dissertatsiya_German_ITOG.pdf

Автореферат разослан «_____» _____ 2019г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета

Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

В настоящее время производство изделий с использованием аддитивных технологий (АТ) является перспективным и быстро развивающимся направлением порошковой металлургии.

Несмотря на многие преимущества АТ для получения изделий из металлических материалов, их развитие в России заметно отстает от зарубежных показателей, хотя во внедрении аддитивных технологий в производство заинтересованы многие промышленные предприятия. Развитию АТ в России мешает ряд проблем. В частности: несовместимость зарубежных установок с отечественными порошками; отсутствие серийного производства отечественных установок и порошков (в частности, титановых) и, как следствие, более высокая стоимость изделий, полученных по аддитивным технологиям, по сравнению с традиционными.

В настоящее время ряд организаций (ФГУП «ВИАМ», ОАО «ВИЛС», АО «Полема», ПВЦ «Лазеры и технологии», АО «Наука и инновации» и др.) активно занимается разработкой 3D-установок, технологий получения порошков для 3D-печати, которые смогли бы создать конкуренцию зарубежным аналогам, созданием программного обеспечения.

В то же время исследований, посвященных управлению структурообразованием, обеспечению требуемого комплекса свойств изделий, полученных 3D-печатью, практически не проводится. Хотя именно эти вопросы, в конечном итоге, определяют возможность использования 3D-деталей в конструкциях.

В настоящее время наиболее распространенными методами 3D-печати являются селективное лазерное сплавление (СЛС) и прямое лазерное нанесение металла (ПЛНМ). Известно, что основным видом термической обработки 3D-изделий является отжиг в защитной атмосфере или вакууме с целью уменьшения остаточных напряжений, что приводит и к снижению прочностных характеристик. В процессе 3D-печати в изделиях из титановых сплавов может формироваться «близкая к литой» структура за счет консолидации гранул через жидкую фазу. Преобразовать ее с помощью традиционных видов термической обработки для большинства применяемых α - и $(\alpha+\beta)$ -сплавов не представляется возможным. Проведенные ранее исследования показали, что эффективное преобразование литой структуры титановых сплавов достигается термоводородной обработкой (ТВО). Таким образом, ТВО может стать одним из эффективных способов управления

процессом структурообразования и свойствами в изделиях из титановых сплавов, полученных при помощи АТ.

Механические свойства изделий, полученных по традиционным технологиям из деформированных полуфабрикатов, зависят не только от химического состава сплава и структуры, но и от кристаллографической текстуры, формирующейся в процессе получения заготовок, которую всегда учитывают при изготовлении изделий. Но вопросам формирования кристаллографической текстуры в изделиях, полученных при помощи аддитивных технологий, практически не уделяется внимание. Хотя создание благоприятных текстур в 3D-изделиях может стать эффективным способом повышения механических свойств.

Таким образом, изучение закономерностей формирования структуры и текстуры в заготовках, полученных 3D-печатью, а также разработка технологических процессов управления их структурой и свойствами, является актуальной научной и практической задачей.

Цель настоящей работы состояла в установлении закономерностей формирования структуры и текстуры в заготовках из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных селективным лазерным сплавлением и прямым лазерным нанесением материала, при термической и термоводородной обработках и в разработке на этой основе технологии обработки, позволяющей управлять их структурным состоянием и, соответственно, комплексом механических свойств.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи**:

1. Изучить формирование структуры в заготовках из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных разными методами 3D-печати.
2. Изучить влияние термической обработки на формирование структуры и свойства заготовок из титановых сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных методом селективного лазерного сплавления и прямого лазерного нанесения металла.
3. Изучить влияние дополнительного легирования водородом на формирование структуры заготовок, полученных методом селективного лазерного сплавления и прямого лазерного нанесения металла.
4. Изучить влияние температуры вакуумного отжига на структуру и свойства заготовок, полученных разными методами 3D-печати.
5. Определить тип и параметры кристаллографической текстуры в заготовках, полученных различными методами 3D-печати, и оценить ее влияние на механические свойства.

6. Определить характер и величину внутренних остаточных напряжений в заготовках, полученных различными методами аддитивного производства, и их изменение в результате термической и термоводородной обработок.

7. Разработать технологические рекомендации по обработке изделий, полученных по 3D-технологиям, обеспечивающие требуемый уровень свойств.

Научная новизна:

1. Установлено, что вследствие быстрого охлаждения зоны расплавления при селективном лазерном сплавлении (СЛС) образцов из сплава Ti-6Al-4V в них формируется мартенситная α' -структура. Последующий отжиг приводит к формированию равновесной $(\alpha+\beta)$ -структуры, при этом α -фаза наследует пластинчатую морфологию мартенсита.

2. Показано, что для преобразования пластинчатой структуры α -фазы в заготовках из сплава Ti-6Al-4V, полученных методом СЛС, эффективна термоводородная обработка с введением около 0,8 масс. % водорода, что позволяет получить в структуре при комнатной температуре не менее 95% β -фазы и 5% α'' -мартенсита. Это обеспечивает в процессе последующего вакуумного отжига преимущественное зарождение частиц α -фазы, а не протекания $(\alpha''\rightarrow\alpha)$ -превращения с наследованием пластинчатой морфологии α'' -мартенсита.

3. Установлено, что заготовки из титанового сплава ВТ6, полученные методом прямого лазерного нанесения материала (ПЛНМ), имеют ярко выраженную анизотропию свойств, обусловленную формированием текстуры фазового $\beta\rightarrow\alpha$ -превращения: в направлении роста (НР) предел прочности 990 МПа, а в направлении продольного роста (НПР) – 1060 МПа. В НР преимущественно располагаются призматические плоскости $\{10\bar{1}2\}_\alpha$ и $\{11\bar{2}0\}_\alpha$, а в НПР – плоскости базиса $(0001)_\alpha$.

Теоретическая и практическая значимость:

1. Доказано, что введение в заготовки из сплава Ti-6Al-4V водорода и последующий вакуумный отжиг позволяют управлять процессом структурообразования, и в зависимости от содержания водорода и температуры последующего вакуумного отжига получают структуру с различной степенью дисперсности структурных составляющих.

2. Разработана технология термоводородной обработки заготовок из сплава Ti-6Al-4V, включающая наводороживающий отжиг до 0,8-0,85 масс.%

водорода, охлаждение со скоростью 1 К/с до комнатной температуры и последующий вакуумный отжиг при 625-800°C. Разработанная технология позволяет преобразовать пластинчатую структуру в мелкодисперсную, до полутора раз повысить предел прочности без заметной потери показателей пластичности и существенно повысить циклическую долговечность.

Методология и методы исследования

Методологической основой исследования послужили работы ведущих российских и зарубежных ученых, государственные стандарты РФ.

При выполнении работы были использованы современные методы исследования: металлографический, рентгеноструктурный и спектральный анализы, испытания на растяжение и сжатие, на ударную вязкость и многоцикловую усталость, измерение твердости и плотности.

Положения, выносимые на защиту

1. Закономерности формирования структуры и фазового состава в заготовках из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных различными методами аддитивного производства.

2. Закономерности формирования фазового состава, структуры и свойств заготовок из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных 3D-печатью, после различных видов термической и термоводородной обработок.

3. Закономерности формирования кристаллографической текстуры и остаточных напряжений в заготовках из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных 3D-печатью, и их влияние на механические свойства.

Степень достоверности результатов

Все результаты получены на поверенном оборудовании с использованием лицензионного программного обеспечения, испытания и измерения проводились в соответствии с требованиями ГОСТ, достоверность результатов подтверждается хорошим совпадением экспериментальных данных и теоретических расчетов, использованием методов математической статистики при обработке результатов.

Апробация результатов

О результатах научно-квалификационной работы доложено на 7 конференциях, в том числе: на XLIII Международной молодежной научной конференции «Гагаринские чтения», Москва, 2017; на XXIII Международной молодёжной научной конференции «Туполевские чтения», Казань, 2017; на

Семинаре, посвященном 57-й годовщине полета человека в космос «На пути к звездам» в МАИ (НИУ), Москва, 2018; на XLIV Международной молодежной научной конференции «Гагаринские чтения», Москва, 2018; на XIX Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых, Екатеринбург, 2018; на XVII Международной конференции «Ti-2019 в СНГ», Сочи, 2019; на Международной научно-технической конференции "Современные направления и перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении 2019" (ICMTMTE 2019), Севастополь, 2019.

Публикации. Основное содержание диссертации опубликовано в 15 работах, 3 из них – в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Объем диссертации и ее структура. Диссертация изложена на 154 страницах машинописного текста, содержит 69 рисунков и 17 таблиц. Работа состоит из введения, 5 глав, общих выводов и списка литературы из 115 наименований.

Глава I. Состояние вопроса

В главе проанализировано состояние аддитивного производства (АП) в России и перспективы его развития. Показано, что быстрому развитию АП в России мешает ряд проблем, в частности: многие термины, принципы, технологические процессы и методы контроля, связанные с технологиями 3D-печати, до сих пор находятся на стадии сертификации и стандартизации; несовместимость зарубежных установок с отечественными порошками; отсутствие серийного производства отечественных установок и порошков и, зачастую, более высокая стоимость изделий, полученных по аддитивным технологиям, по сравнению с традиционными.

Рассмотрены различные методы 3D-печати, их преимущества и недостатки. Указаны основные производители 3D-принтеров и порошков. Показано, что в настоящее время большое внимание уделяется созданию 3D-принтеров, разработке программного обеспечения и САД-моделей, а вопросы структурообразования в изделиях, полученных по аддитивным технологиям, возможности управлять комплексом их физико-механических свойств практически не рассматриваются.

Отмечено, что основным видом обработки изделий, полученных по аддитивным технологиям, является отжиг в защитной атмосфере или вакууме, который снимает напряжения, но не позволяет преобразовать пластинчатую структуру. Показано, что одним из способов управления структурообразованием титановых сплавов, является термоводородная обработка. Рассмотрены основные

принципы обратимого легирования водородом и схемы термоводородной обработки.

Рассмотрены процессы текстурообразования в полуфабрикатах из сплавов на основе титана. Показана возможность формирования нескольких типов кристаллографической текстуры α - и β -фаз: деформации, рекристаллизации, а также фазового $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения.

На основе анализа литературных данных была поставлена цель работы и сформулированы задачи исследований.

Глава II. Объекты и методы исследования

Исследования проводили на образцах из сплава Ti-6Al-4V, полученных селективным лазерным сплавлением (СЛС) на установке ConceptLaser M2 Cusing, и на образцах из сплава ВТ6, полученных методом прямого лазерного нанесения металла (ПЛНМ) на экспериментальной установке, разработанной в институте лазерных и сварочных технологий СПбГПУ. Химический состав заготовок приведен в таблице 1. Исходным материалом служил порошок сплава Ti-6Al-4V фирмы Dentaaurum с размером частиц от 15 до 30 мкм и гранулы из сплава ВТ6 производства ОАО «ВИЛС» различной дисперсности (80+60 мкм; 160+80 мкм; -200+160 мкм).

Таблица 1 – Химический состав заготовок, полученных различными методами 3D-печати

Заготовка из сплава	Ti	Al	V	Примеси (масс.%)				
				Fe	C	O	N	H
Ti-6Al-4V	Осн.	5,9	3,7	0,15	0,055	0,123	0,018	0,005
ВТ6	Осн.	6,3	4,5	0,22	0,05	0,13	0,017	0,007
ASTM F 1472	Осн.	5,5-6,75	3,5-4,5	$\leq 0,3$	$\leq 0,1$	$\leq 0,2$	$\leq 0,05$	$\leq 0,0125$
ГОСТ 19807-91	Осн.	5,3-6,8	3,5-5,3	$\leq 0,6$	$\leq 0,1$	$\leq 0,2$	$\leq 0,05$	$\leq 0,015$

Металлографические и рентгеноструктурные исследования проводили на образцах размеров 11×11×11 мм. Вакуумный отжиг проводили в печи модели СВНЭ-1.3.1/16-ИЗ.

Наводороживание образцов проводили в установке Сивертса в среде молекулярного водорода до концентраций от 0,6 до 0,8%¹ при температурах 750° -

¹ Здесь и далее масс. %.

850°C с последующим охлаждением со скоростью 1 К/с до нормальной температуры. Количество введенного водорода определяли по изменению давления в системе с известным объемом и контролировали по привесу образцов с помощью точных электронных лабораторных весов A&D HR-150AG. Остаточный водород после вакуумного отжига контролировали спектральным методом на спектрографе ИСП-51 с электронной аналитической приставкой МОРС-1/2048/РСІ.

Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе AXIO Observer.A1m при увеличениях до 1000 крат.

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре модели ДРОН-4 в фильтрованном медном ($\text{CuK}\alpha$) излучении. По результатам рентгеновской съемки проводили качественный анализ фазового состава.

Для количественного описания кристаллографической текстуры использовали метод обратных полюсных фигур (ОПФ), основанный на расчёте интегральных интенсивностей дифракционных максимумов α - и β -фаз. Анализ напряжений проводили с помощью метода « $\sin^2\psi$ ».

Измерение твердости по методу Роквелла проводили согласно ГОСТ 9013-59 на приборе BUEHLER Macroset 5100T по шкале HRC с нагрузкой 1500 Н.

Плотность образцов определялась методом гидростатического взвешивания согласно ГОСТ 20018-74.

Кратковременные механические испытания на растяжение при нормальной температуре проводили согласно ГОСТ 1497-84 на универсальной машине TIRATEST 2300. Сопротивление многоциклового усталости определяли по ГОСТ 25.502-79 на испытательной машине UBM100 по схеме чистого изгиба с вращением, коэффициент асимметрии $R = -1$, частота нагружения $f = 50$ Гц, базовое число циклов 10^7 . Испытания на ударную вязкость осуществляли по ГОСТ 9454-88 на образцах с U-образным вырезом на маятниковом копре ПСВ-30.

Экспериментальные данные обрабатывали методами математической статистики.

Глава III. Влияние термической обработки на формирование фазового состава, структуры и механические свойства заготовок из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6, полученных различными методами 3D-печати

В главе рассмотрено влияние метода получения (селективное лазерное сплавление и прямое лазерное нанесение металла) и последующей термической обработки на формирование фазового состава, структуры и свойства образцов из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6.

Показано, что структура порошка из сплава Ti-6Al-4V и гранул из сплава ВТ6 различной дисперсности однотипна и представлена α' -мартенситом, что характерно для гранул двухфазных титановых сплавов (рис. 1).

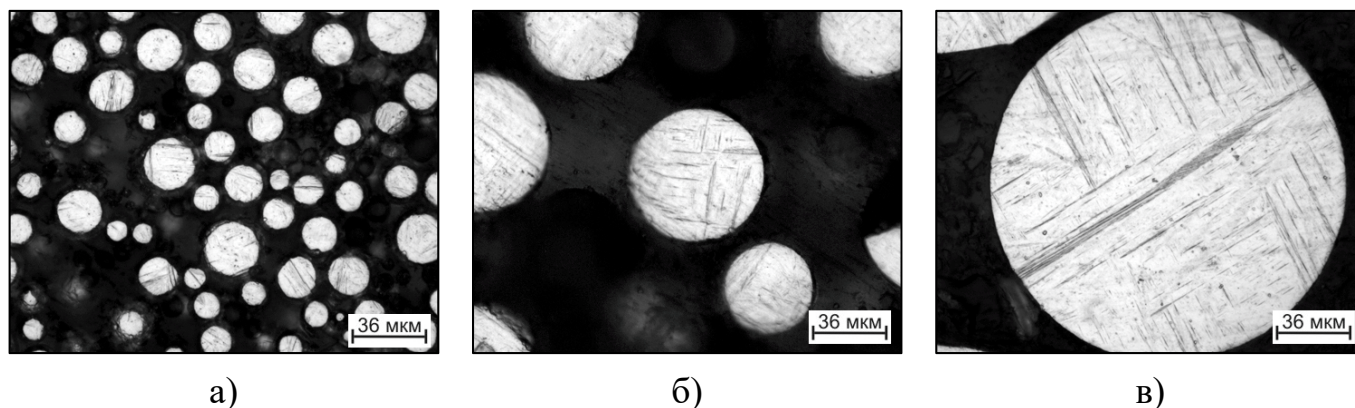


Рисунок 1 – Микроструктура порошка из титанового сплава Ti-6Al-4V (а) и гранул из титанового сплава ВТ6 с размером частиц: 80+60 мкм (б), -200+160 мкм (в)

Методом СЛС были получены заготовки образцов для проведения различных испытаний (рис. 2а), а методом ПЛНМ – заготовка, из которой затем вырезались образцы для испытаний (рис. 2б).

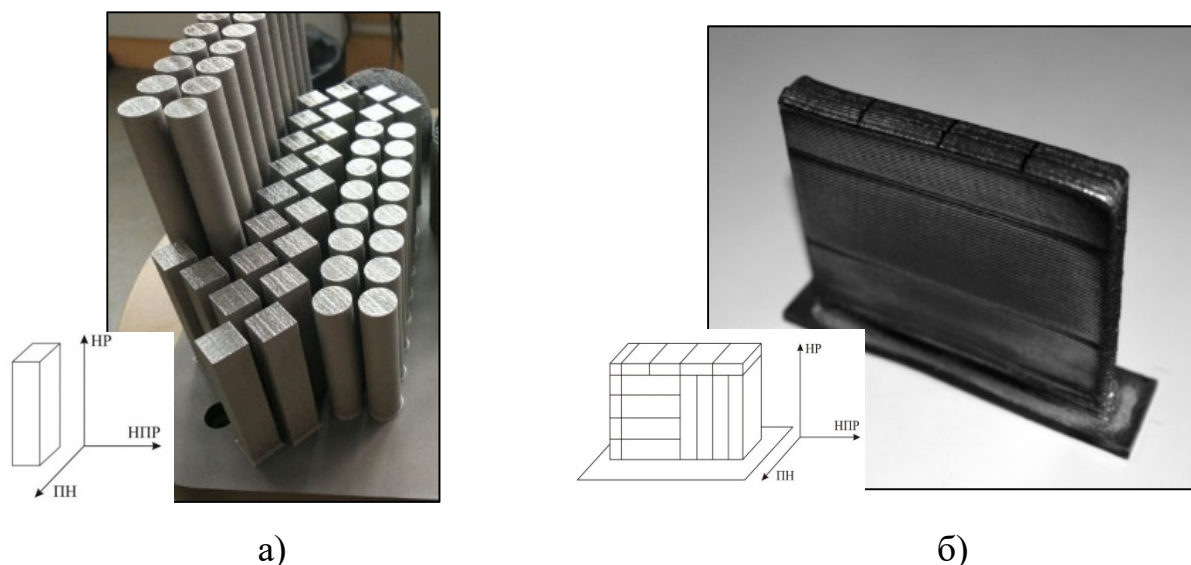


Рисунок 2 – Внешний вид образцов из сплава Ti-6Al-4V, полученных методом СЛС (а), и заготовки из сплава ВТ6, полученной методом ПЛНМ гранулами размером 80+60 мкм (б)

Для анализа структуры, текстуры и свойств образцов были приняты следующие условные обозначения внешних направлений для заготовок и образцов, полученных 3D-печатью: НР – направление роста, НПП – направление продольного роста, ПН – поперечное направление (см. рис. 2).

Показано, что в заготовках, полученных методом СЛС, формируется метастабильная α' -мартенситная структура (рис. 3 а), а методом ПЛНМ – неравновесная двухфазная ($\alpha+\beta$)-структура (рис. 3 б, в). Сделан вывод, что при методе СЛС скорость охлаждения объемов металла, подвергнутых воздействию лазерного излучения, выше, чем при ПЛНМ.

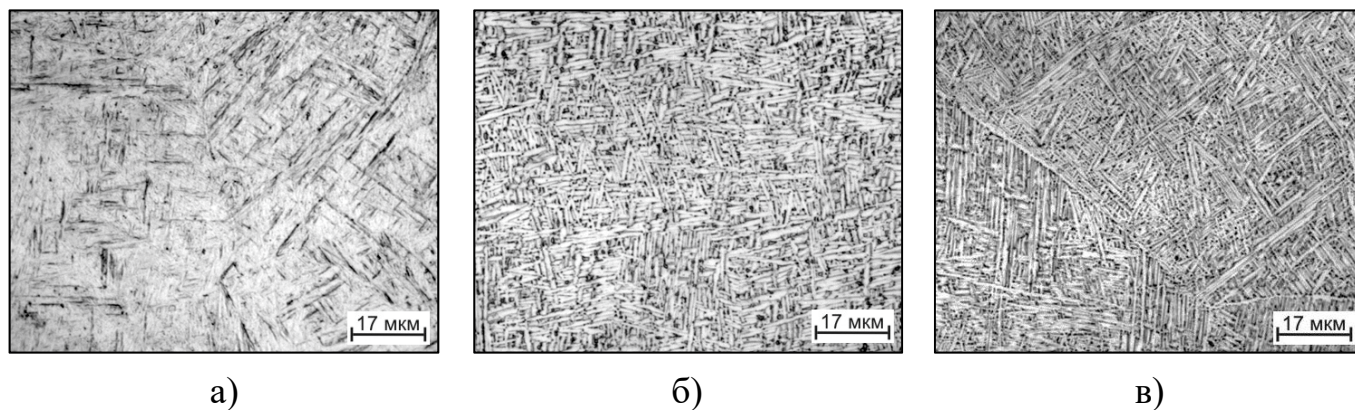


Рисунок 3 – Микроструктура образцов, полученных методами СЛС (а) и ПЛНМ в направлении роста (б) и направлении продольного роста (в)

Значения твердости по длине образцов, полученных методом СЛС, изменяются от 35 до 38 ед. HRC.

Твердость образцов в исходном состоянии, полученных методом ПЛНМ, существенно различается в зависимости от направления: в направлении роста значения твердости составляли 37-38 ед. HRC, а в направлении продольного роста – 31-32 ед. HRC. Это позволило предположить наличие кристаллографической текстуры и, следовательно, анизотропии свойств.

Плотность образцов, полученных методами СЛС и ПЛНМ с размером гранул 80+60 мкм, практически не отличается от плотности деформированных полуфабрикатов из сплава ВТ6 и составляет 4,42 г/см³. Плотность образцов, полученных из гранул размером 160+80 и -200+160 мкм, составляет 4,41 и 4,39 г/см³, соответственно. Установлено, что снижение плотности обусловлено образованием при 3D-печати отдельных микропор размером от 50 до 500 мкм.

Образцы, полученные методом СЛС, после вакуумного отжига при температуре 820°C имели равновесную ($\alpha+\beta$)-структуру со средними размерами пластин α -фазы $l = 14$ мкм, $b = 1,5$ мкм, где l и b – средняя длина и ширина пластин, соответственно (рис. 4 а). Повышение температуры отжига до 850°C приводит к незначительному укрупнению частиц α -фазы ($l = 15$ мкм, $b = 2$ мкм), но при этом в структуре более отчетливо выявляется α -оторочка вокруг исходных β -зерен (рис. 4

б). Применение ступенчатого вакуумного отжига с предварительной изотермической выдержкой при 550°C в течение 3 часов и последующим нагревом до 820°C не приводит к существенным изменениям в структуре, наблюдается незначительная ее диспергация (рис. 4 в). Во всех случаях α -фаза имеет пластинчатую морфологию, которую она наследует от исходной пластинчатой структуры мартенсита.

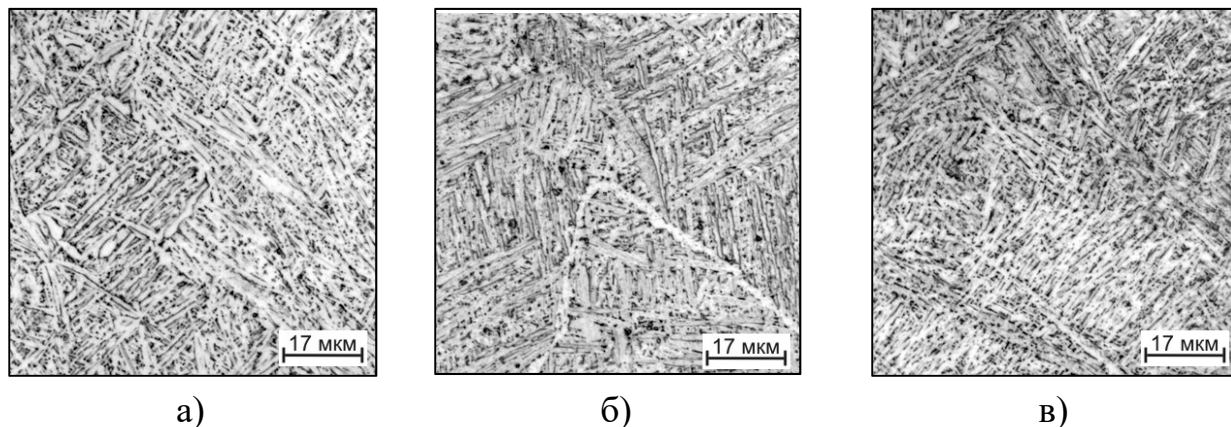


Рисунок 4 – Микроструктура образцов, полученных методом СЛС из сплава Ti-6Al-4V после вакуумного отжига при температурах 820°C (а), 850°C (б) и ступенчатого отжига 550°C +820°C (в)

Проведенные механические испытания показали, что в исходном состоянии после СЛС образцы имеют повышенные значения прочности и пониженные значения пластичности, что обусловлено формированием метастабильной α' -структуры (табл. 2).

Таблица 2 – Механические свойства образцов, полученных методом СЛС

Состояние	№ обр.	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, МДж/м ²	Количество циклов (N) до разрушения при $\sigma = 400$ МПа
Исходное (после печати)	1	1130	1040	11	25	0,29	$7,0 \times 10^6 - 7,5 \times 10^6$
	2	1130	1040	11	35	0,23	
Отожженное (820°C, выдержка в течение 2 часов)	3	985	885	16	62	0,45	$1,35 \times 10^5$
	4	990	890	12	35	0,47	– $1,5 \times 10^6$

Вакуумный отжиг приводит к снижению прочностных характеристик и увеличению пластических. При этом по уровню прочности, пластичности и ударной вязкости образцы не уступают деформированным полуфабрикатам, полученным по традиционным технологиям. Установлено, что значения относительного сужения для образцов, обработанных по одинаковому режиму, могут резко отличаться, что, по-видимому, обусловлено нестабильностью метода СЛС. Об этом свидетельствуют также испытания на многоцикловую усталость при напряжении 400 МПа (см. табл. 2).

Для образцов, полученных методом ПЛНМ, характерна анизотропия свойств в двух взаимно перпендикулярных направлениях, которая сохраняется и после проведения вакуумного отжига (табл. 3). Это может быть связано с формированием кристаллографической текстуры в заготовках.

Таблица 3 – Механические свойства образцов, полученных методом ПЛНМ

Направление вырезки образцов	Состояние	№ обр.	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
Направление роста (НР)	Исходное (после печати)	1	1030	980	18	46
Направление продольного роста (НПР)		2	1100	1035	11	29
Направление роста (НР)	Отожженное (820°C, выдержка в течение 2 часов)	3	990	930	19	52
Направление продольного роста (НПР)		4	1060	1018	14	34

Глава IV. Влияние термоводородной обработки на формирование структуры и механические свойства заготовок из сплавов Ti-6Al-4V и VT6, полученных при помощи 3D-печати

Исследовано влияние температурно-концентрационных параметров наводороживающего отжига на формирование фазового состава и структуры образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методом СЛС.

Установлено, что введение в сплав 0,6 масс. % водорода при температуре 850°C приводит к формированию двухфазной ($\beta+\alpha''$)-структуры, в которой содержится около 30% α'' -мартенсита (рис. 5 а). При последующем вакуумном отжиге формируется пластинчатая структура (рис. 5 б), что обусловлено

преобладанием процесса $\alpha'' \rightarrow \alpha$ -превращения над процессом зарождения α -фазы из β .

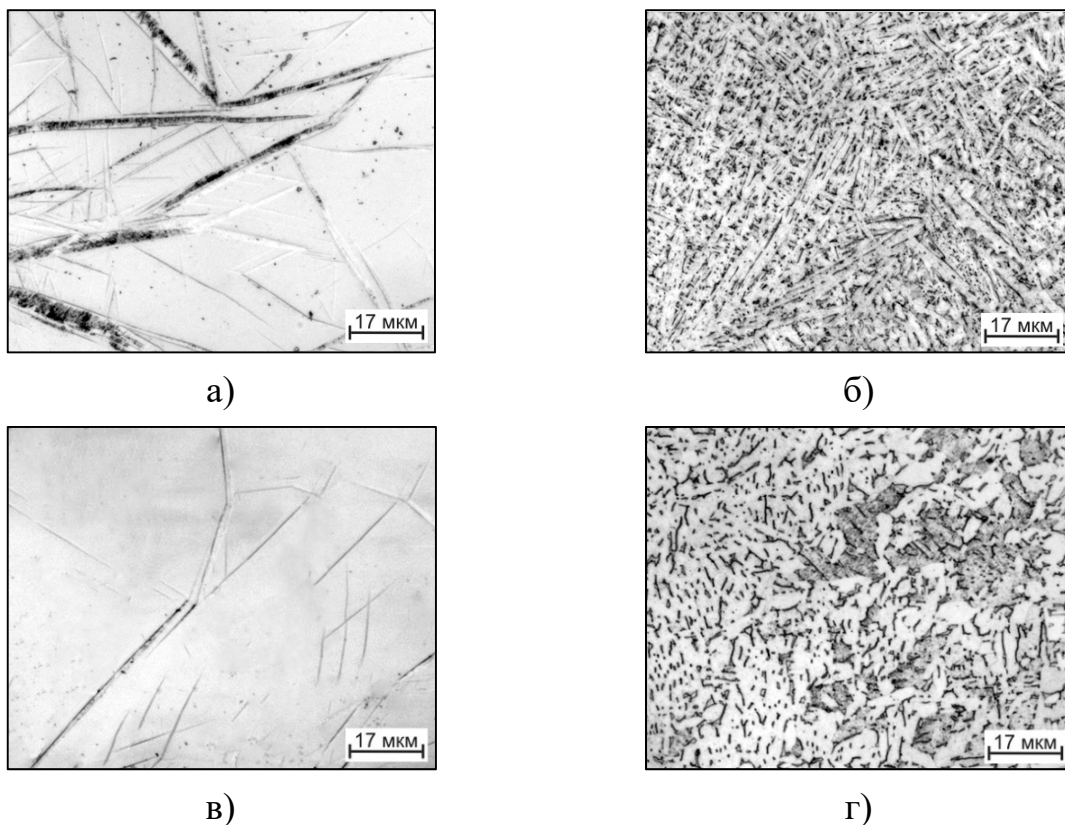


Рисунок 5 – Микроструктура образцов, полученных методом СЛС, после наводороживающего отжига при температуре 850°C до концентраций 0,6% (а, б) и 0,8% (в, г) и вакуумного отжига при 820°C (б, г)

В сплаве с 0,8 масс. % после охлаждения с температуры 850°C фиксируется структура, содержащая 95% β -фазы и 5% α'' -мартенсита (рис. 5 в). Последующий вакуумный отжиг при температуре 820°C приводит к формированию мелкодисперсной ($\alpha+\beta$)-структуры за счет протекания в процессе дегазации $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения с преобладанием процесса зарождения α -фазы.

Понижение температуры наводороживающего отжига до 750°C, т.е. до двухфазной ($\alpha+\beta$)-области, приводит к протеканию в процессе насыщения водородом не только $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения, но и перераспределению легирующих элементов (в первую очередь алюминия) между β и α -фазами и формированию в последней микрообъемов, обогащенных алюминием, протеканию в них $\alpha \rightarrow \alpha_2$ -превращения и формированию трехфазной ($\alpha+\alpha_2+\beta$)-структуры (рис. 6 а). Последующий вакуумный отжиг приводит к формированию структуры, близкой к глобулярной (рис. 6 б, в). Причем при низкотемпературном отжиге при 625°C в

структуре сохраняется α_2 -фаза, а при температуре 820°C – формируется равновесная ($\alpha+\beta$)-структура.

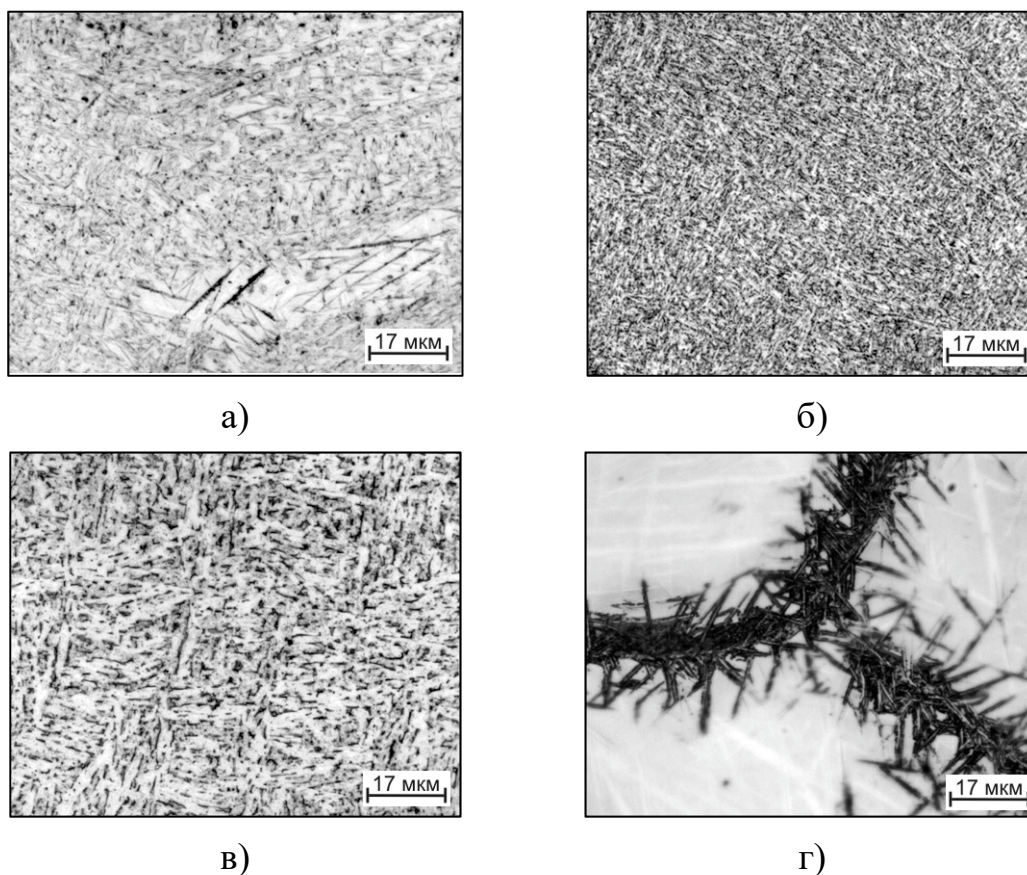


Рисунок 6 – Микроструктура образцов, полученных методом СЛС, после наводороживающего отжига при 750°C до 0,6 масс. % водорода (а) и вакуумного отжига при 625°C (б) и 820°C (в) и образца, полученного методом ПЛНМ, после наводороживающего отжига при температуре 850°C до концентрации 0,8%Н (г)

Обнаружено, что после проведения наводороживающего отжига при температуре 850°C до 0,8 масс. % водорода образцов, полученных методом ПЛНМ, в процессе охлаждения со скоростью 1 К/с по границам зерен протекает эвтектоидное $\beta \rightarrow \alpha + \text{TiH}_2$ -превращение (рис. 6 г). Это, по-видимому, связано с формированием в процессе ПЛНМ более «дефектных», по сравнению с методом СЛС, границ зерен с повышенной концентрацией водорода, приводящей к образованию гидроксида.

Проведенные механические испытания образцов показали, что наводороживающий отжиг при температуре 850°C с последующим вакуумным отжигом при 820°C позволяет получить значения предела прочности, сопоставимые с уровнем прочности образцов после отжига (см. табл. 2), при существенном уменьшении разброса относительного сужения, что свидетельствует о стабилизации

структуры. Понижение температуры вакуумного отжига до 625°C позволяет повысить значение прочности образцов до 1220 МПа.

Создание с помощью термоводородной обработки мелкодисперсной пластинчатой или глобулярной структуры позволило существенно повысить усталостную долговечность образцов: все образцы были сняты без разрушения после 10^7 циклов при напряжении 400 МПа (табл. 4).

По результатам исследований разработана технология термоводородной обработки заготовок из сплава Ti-6Al-4V, включающая наводороживающий отжиг до 0,8-0,85 масс.% водорода, охлаждение со скоростью 1 К/с до комнатной температуры и последующий вакуумный отжиг при температурах 625-800°C. Разработанная технология позволяет преобразовать пластинчатую структуру в мелкодисперсную, повысить прочность в 1,5 раза без заметной потери пластичности и существенно повысить сопротивление знакопеременным нагрузкам.

Таблица 4 – Механические свойства образцов, полученных методом СЛС, после различных режимов термоводородной обработки

Режим обработки	№ обр.	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, МДж/м ²	Количество циклов до разрушения при $\sigma = 400$ МПа
НО*: 850°C, $C_H = 0,8\%H$ ВО*: 820°C, $\tau_B = 4$ часа,	1	945	915	18	64	0,76	$10^7\uparrow$
	2	960	920	17	61	0,71	
НО*: 850°C, $C_H = 0,8\%H$ ВО*: 625°C, $\tau_B = 8$ часов,	3	1210	1165	14	51	0,32	$10^7\uparrow$
	4	1220	1160	12	50	0,34	
НО*: 750°C, $C_H = 0,6\%$ ВО*: 820°C, $\tau_B = 4$ часа,	5	930	910	20	67	0,64	$10^7\uparrow$
	6	930	910	18	67	0,61	
НО*: 750°C, $C_H = 0,6\%$ ВО*: 625°C, $\tau_B = 8$ часов,	7	1020	1090	15	53	0,31	$10^7\uparrow$
	8	990	980	15	51	0,31	

* НО – наводороживающий отжиг
ВО – вакуумный отжиг

В образцах, полученных методом СЛС, текстура отличается от текстуры образцов, полученных методом ПЛНМ: повышенная полюсная плотность плоскостей базиса $(0001)_\alpha$ наблюдается в направлении роста (рис. 7 б, г). Таким образом, можно предположить, что именно в этом направлении изделия будут иметь максимальные значения прочности.

Установлено, что термоводородная обработка позволяет не только преобразовать структуру образцов, полученных методом СЛС, но и оказывает влияние на формирование текстуры: базисные плоскости $(0001)_\alpha$ преимущественно располагаются вдоль направления продольного роста, что позволяет предположить изменение анизотропии свойств (рис. 8).

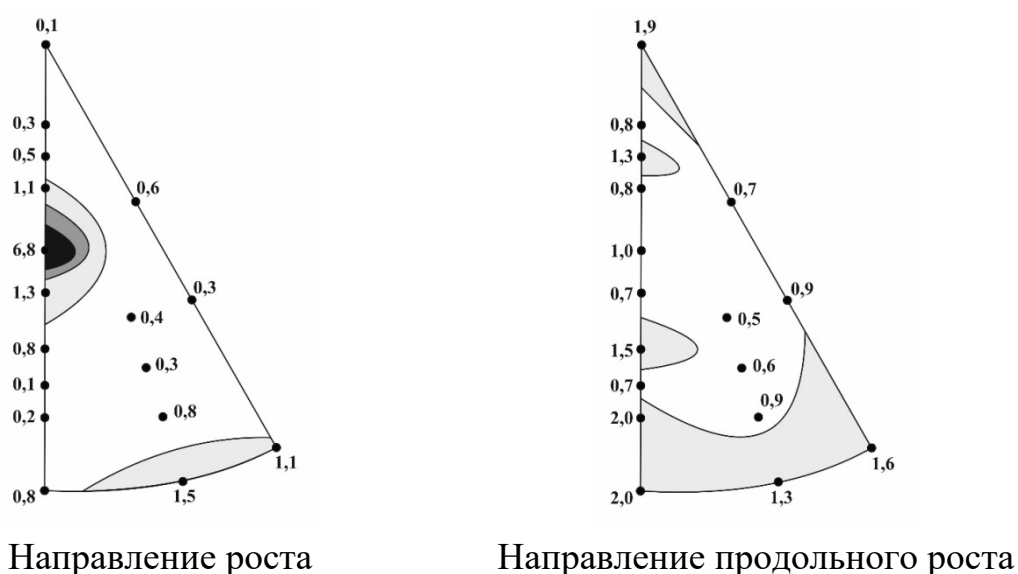


Рисунок 8 – ОПФ α -фазы образцов, полученных методом СЛС, после наводороживания до концентрации 0,8% при температуре 850°C и последующего вакуумного отжига при температуре 820°C

На заключительном этапе работы был проведен анализ остаточных напряжений, формирующихся в образцах из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6 после 3D-печати и различных видов обработок.

Установлено, что в плоскости роста (НПР-ПН) напряжения σ_x и σ_y имеют незначительный разброс и в среднем не превышают 850 МПа, а основные изменения в напряженном состоянии происходят вдоль направления роста. Установлено, что в исходном состоянии в образцах, полученных СЛС, действующие вдоль НР напряжения σ_z достигают значений 600 МПа, а в образцах, полученных ПЛНМ – 950 МПа, которые близки к пределу текучести сплава ВТ6.

Проведение вакуумного отжига при 820°C образцов, полученных методом СЛС, приводит к снижению остаточных напряжений более чем в два раза (до 300 МПа). Повышение температуры вакуумного отжига до 850°C приводит к еще более значительной релаксации напряжений до значений около 200 МПа. Вакуумный отжиг ПЛНМ-образцов приводит к уменьшению уровня напряжений до 600 МПа (табл. 5).

Таблица 5 – Остаточные напряжения в направлении роста образцов, полученных методом СЛС

Режим обработки		Напряжения в НР (σ_z), МПа
Исходное состояние		590
ВО 820°C, 2 часа, охл. с печью		300
ВО 850°C, 2 часа, охл. с печью		200
НО 850°C, 30 мин, напуск 0,58%, 3 часа		580
НО 850°C, 30 мин, напуск 0,6% Н, 3 часа	ВО 820°C, 4 часа, печь	520
	ВО 625°C, 8 часов, печь	320
	ВО 550°C, 3 часа, + 650°C, 2 часа, + 750°C, 1 час, + 820°C, 1 час, печь	400
НО 750°C, 30 мин, напуск 0,6% Н, 3 часа		610
НО 750°C, 30 мин, напуск 0,6% Н, 3 часа	ВО 820°C, 4 часа, печь	430
	ВО 625°C, 8 часов, печь	610

Установлено, что ТВО СЛС-образцов (наводороживающий отжиг при 850°C и вакуумный отжиг при 820°C, 4 ч) снижает напряжения на 14%, а ТВО с наводороживающим отжигом при 750°C – на 21% по сравнению с исходным состоянием (табл. 5).

Термоводородная обработка, включающая наводороживание при 850°C и низкотемпературный вакуумный отжиг при 625°C, позволяет снизить остаточные напряжения до 300-350 МПа.

Таким образом, проведенные исследования показали, что СЛС в сравнении с ПЛНМ обеспечивает формирование более однородной структуры, меньшую анизотропию свойств и меньший уровень остаточных напряжений.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Показано, что в исходном состоянии образцы, полученные методом СЛС, имеют мартенситную α' -структуру, а образцы, полученные ПЛНМ – неравновесную пластинчатую $(\alpha+\beta)$ -структуру. Последующий вакуумный отжиг в интервале температур 800-850°C практически не приводит к изменению структуры образцов, полученных методом ПЛНМ, и способствует формированию равновесной $(\alpha+\beta)$ -структуры образцов, полученных методом СЛС. Причем образующаяся α -фаза наследует пластинчатую морфологию α' -мартенсита.

2. Установлено, что введение в образцы, полученные методом СЛС, 0,8 масс. % водорода при температуре 850°C позволяет получить после охлаждения почти однофазную β -структуру (содержащую не более 5% α'' -мартенсита). При последующем вакуумном отжиге при температуре 820°C протекает $\beta \rightarrow \alpha$ -превращение с преобладанием процесса зарождения α -фазы, что позволяет сформировать равновесную мелкодисперсную $(\alpha+\beta)$ -структуру сплава.

3. Установлено, что в структуре образцов, полученных методом ПЛНМ, границы исходных β -зерен имеют более высокую степень дефектности по сравнению с методом СЛС. Это приводит к образованию сегрегаций водорода и эвтектоидному $\beta \rightarrow \alpha + \text{TiH}_2$ -превращению в процессе охлаждения после наводороживающего отжига.

4. Показано, что отжиг при температуре 820°C заготовок, полученных методом СЛС, позволяет получить значения прочности на уровне 990 МПа и относительного удлинения 16%, а значения относительного сужения колеблются от 35 до 62%, что связано с нестабильностью метода СЛС. ТВО позволяет изменять значения предела прочности от 945 до 1220 МПа при сохранении относительного удлинения на достаточно высоком уровне (от 18 до 12%, соответственно). Кроме того, ТВО позволяет стабилизировать структуру и существенно уменьшить разброс значений относительного сужения. Создание с помощью ТВО мелкодисперсной или близкой к глобулярной структуры позволяет существенно повысить усталостную долговечность образцов при напряжении 400 МПа с 10^5 - 10^6 до 10^7 циклов без разрушения.

5. Установлено, что существенная анизотропия прочности образцов, полученных методом ПЛНМ (порядка 70 МПа), связана с формированием кристаллографической текстуры: в направлении продольного роста наблюдается повышенная полюсная плотность базисных плоскостей $(0001)_\alpha$, а в направлении роста – плоскостей $\{10\bar{1}2\}_\alpha$ и $\{11\bar{2}0\}_\alpha$. Показано, что формирование такой текстуры обусловлено ориентационными соотношениями Бюргерса.

6. Установлено, что ТВО изменяет тип и параметры текстуры α -фазы образцов после СЛС и вакуумного отжига, что предполагает и изменение анизотропии свойств.

7. Методом $\sin^2\psi$ проведен анализ напряжений, формирующихся в образцах из сплавов Ti-6Al-4V и ВТ6 после 3D-печати и различных видов обработки. Установлено, что основные изменения в напряженном состоянии происходят вдоль направления роста образцов (σ_z). После 3D-печати методом СЛС напряжения σ_z достигают значений 600 МПа, а в образцах, полученных методом ПЛНМ – 950 МПа, которые близки к пределу текучести сплава ВТ6. После отжига при 820°C остаточные напряжения уменьшаются в 2 раза и не превышают 300 МПа в СЛС-образцах, а в ПЛНМ-образцах – всего на 1/3, до 600 МПа.

8. Исследовано влияние температурно-концентрационных режимов термоводородной обработки на изменение остаточных напряжений в образцах, полученных методом СЛС. Установлено, что вакуумный отжиг при 820°C приводит к снижению остаточных напряжений на 14% по сравнению с исходным состоянием, если наводороживающий отжиг заканчивается в β -области (850°C), и на 21% – если наводороживающий отжиг заканчивается в $(\alpha+\beta)$ -области (750°C). Снижение температуры вакуумного отжига до 625°C приводит к уменьшению напряжений до 300-350 МПа после наводороживания в β -области, и практически не изменяет их в образцах, предварительно наводороженных в $(\alpha+\beta)$ -области.

9. На основании проведенных исследований разработана технология термоводородной обработки заготовок из сплава Ti-6Al-4V, включающая наводороживающий отжиг до 0,8-0,85 масс.% водорода, охлаждение со скоростью 1 К/с до комнатной температуры и последующий вакуумный отжиг при 625-800°C. Разработанная технология позволяет преобразовать пластинчатую структуру в

мелкодисперсную, до полутора раз повысить прочность без заметной потери пластичности и существенно повысить устойчивость к знакопеременным нагрузкам.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

1. Скворцова, С.В. Формирование структуры и текстуры в образцах из сплава Ti-6Al-4V, полученных по аддитивным технологиям / Скворцова С.В., Герман М.А., Грушин И.А., Спектор В.С. // Титан. 2019. №1. С 15-21.

2. Скворцова, С.В. Структура и свойства образцов из сплава Ti-6Al-4V, полученных 3D-печатью / Скворцова С.В., Герман М.А., Спектор В.С. // Металлы. 2019. №5. С 26-37.

Skvortsova, S.V. Structure and Properties of Alloy Ti-6Al-4V Samples Fabricated by 3D Printing / S.V. Skvortsova, M.A. German, S.V. Spektor. // Russian Metallurgy (Metally), Pleiades Publishing, Ltd. – 2019 - Vol. 2019 - №9 - pp. 863-872

3. Скворцова, С.В. Влияние структуры на механообрабатываемость титанового сплава ВСТ2К / Скворцова С.В., Гуртовая Г.В., Митропольская Н.Г., Герман М.А. // Металлы. 2016. №4. С 79-86.

4. Скворцова, С.В. Изучение структуры и свойств образцов из сплава Ti-6Al-4V, полученных путем селективного лазерного сплавления / Скворцова С.В., Герман М.А., Мамонтова Н.А., Кавченко Е.В. // XXIII Туполевские чтения (школа молодых ученых): Международная молодёжная научная конференция, Материалы конференции. Сборник докладов: в 4 т. – Казань: Изд-во Академии наук РТ, 2017. – Т. 1., с. 496-501

5. Скворцова, С.В. Влияние термической обработки на структуру и свойства образцов из титанового сплава, полученных при помощи послойного лазерного сплавления / Скворцова С.В., Герман М.А., Журбина Е.В. // Проблемы социального и научно-технического развития в современном мире: Материалы XXI Всероссийской научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых / Рубцовский индустриальный институт. – Рубцовск, 2019, с. 110-113