

**МАРАНЦ АЛЕКСАНДР ВАДИМОВИЧ**

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ  
ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ  
СТАЛЬ СПН14А7М5-TiC**

Специальность 05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные  
материалы

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2013

Работа выполнена на кафедре Порошковой Металлургии и Функциональных Покровий (МПФП) Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» и в лаборатории «Диагностики и инженерии промышленных процессов» (DIP) Национальной Инженерной Школы Сент-Этьенна (ENISE), Сент-Этьенн, Франция

**Научный руководитель**

**Нарва Валентина Константиновна**  
кандидат технических наук, профессор

**Официальные оппоненты**

**Латыпов Рашит Абдулхакович**

доктор технических наук, профессор,  
заведующий кафедрой технологии и  
оборудования металлургических процессов  
Московский государственный  
машиностроительный университет (МАМИ)

**Гусаров Андрей Владимирович**

доктор физико-математических наук,  
ведущий научный сотрудник кафедры  
высокоэффективных технологий обработки МГТУ «СТАНКИН»

**Ведущая организация**

Федеральное государственное  
бюджетное учреждение науки Институт проблем  
лазерных и информационных технологий  
Российской академии наук (ИПЛИТ РАН)

Защита диссертации состоится «18» декабря 2013 года. в 16-00 в аудитории К-212 на заседании диссертационного совета Д 212.132.05 при НИТУ «МИСиС» по адресу: 119049, г. Москва, ул. Крымский вал, д.3.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС».

Отзывы на автореферат отправлять по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4, НИТУ «МИСиС», ученому секретарю диссертационного совета Лобовой Т.А.

Автореферат разослан «\_\_» ноября 2013 г.

Ученый секретарь диссертационного совета



Лобова Т.А.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

В настоящее время для изготовления высоконагруженных деталей и конструкций все более возрастают требования к композиционным материалам (КМ). В связи с этим ведутся работы по совершенствованию составов материалов и технологических процессов их производства. Среди КМ находят широкое применение карбидостали (содержание карбидов от 20 до 70%), которые обладают высокими показателями твердости и износостойкости, имея в основе стальную матрицу. Введение большого количества карбидной фазы приводит к потере пластичности материала, что не позволяет использовать его в условиях динамических нагрузок, а при малых количествах TiC образующейся жидкой фазы при спекании не достаточно для ликвидации остаточной пористости.

Получение беспористых КМ на основе стали и карбида титана представляется возможным при помощи аддитивных методов лазерной обработки и поверхностного лазерного оплавления.

Устранение остаточной пористости в спеченных материалах возможно путем лазерной оплавления рабочей поверхности изделия. Формирующийся беспористый упрочненный слой обладает повышенными значениями твердости и износостойкости.

Поверхностную обработку изделий возможно также проводить путем нанесения защитных покрытий из КМ методом лазерной наплавки. Покрытия характеризуются 100-ой плотностью и повышенными трибологическими характеристиками.

Метод селективного лазерного плавления (СЛП) позволяет изготавливать изделия конечной формы и заданных размеров из композиционных материалов, и представляет собой процесс постепенного наращивания (добавления) материала путем расплавления основы и присадочного порошкового материала лазерным лучом.

Высокие скорости охлаждения при лазерной обработке сопровождаются закалкой, что приводит к охрупчиванию карбидостали и осложняет их использование в качестве конструкционного материала. Только мартенситостареющие стали после закалки сочетают высокую твердость с достаточной пластичностью. Поэтому в работе в качестве материала матрицы была выбрана мартенситостареющая сталь СПН14А7М5, а в качестве упрочняющей фазы – карбид титана.

Таким образом, работа по повышению трибологических и физико-механических характеристик композиционных материалов сталь

СПН14А7М5-TiC с использованием технологий лазерной обработки является актуальной.

### **Цель диссертационной работы**

Разработка процесса лазерной наплавки композиционного материала сталь СПН14А7М5-TiC при создании упрочняющих покрытий, исследование процесса селективного лазерного плавления композиционного материала сталь СПН14А7М5-TiC, а также изучение процесса поверхностного лазерного оплавления спеченных КМ для повышения трибологических свойств поверхности. Для достижения указанной цели решались следующие задачи:

- Исследовать влияние параметров лазерной наплавки (лазерной мощности, скорости сканирования, расхода порошка и содержания карбидной фазы) на геометрию единичных слоев в форме валика и на глубину зоны смешивания наплавляемого материала с материалом основы, определить оптимальные значения параметров;
- Исследовать процесс структурообразования и дисперсного упрочнения КМ сталь СПН14А7М5-TiC при лазерной наплавке и последующей термической обработке;
- Провести сравнительный анализ микроструктуры и свойств материалов, полученных лазерной наплавкой, селективным лазерным плавлением и поверхностным лазерным оплавлением.
- Установить закономерности влияния пористости материала на распространение теплового фронта при поверхностной лазерной обработке;
- Исследовать влияние поверхностной лазерной обработки на структуру и трибологические свойства спеченных образцов СПН14А7М5-TiC.

### **Методы исследования**

Эксперименты проводились в лаборатории «Диагностики и инженерии промышленных процессов» (DIPi, Сент-Этьенн, Франция, директор проф. И.Ю. Смуров). Лазерная наплавка и поверхностная лазерная обработка осуществлялась на установке Trumpf LASMA 1054, оснащенной непрерывным твердотельным Nd:YAG лазером HAAS 2006D с длиной волны 1064 нм и максимальной мощностью 4 кВт. Для селективного лазерного плавления порошка использовали установку PM100 Phenix Systems, оснащенную непрерывным иттербиевым волоконным лазером (IPG Photonics Corp.) с максимальной мощностью 200 Вт и длиной волны 1075 нм. Прессование проводилось на гидравлическом прессе в пресс-форме с двусторонним обжатием. Спекание осуществлялось в вакуумной электропечи «ВАКЭТО». Шлифы полученных образцов анализировались на оптическом

микроскопе ZEISS Axioscope A1 и электронном растровом микроскопе TESCAN Vega 3 SB с EDS. Микротвердость определялась на твердомере BUEHLER Omnimet MHT 5104. Для определения фазового состава образцов съёмка рентгеновских спектров проводилась на автоматизированном дифрактометре марки ДРОН-4 с использованием монохроматического Cu-K $\alpha$ . Комплексные трибологические исследования проводились на автоматизированной установке Tribometer («CSM Instruments»).

### **Научная новизна**

1. Выявлен экстремальный характер зависимости размера зерна TiC от его содержания в материале сталь СПН14А7М5-TiC при селективном лазерном плавлении. Размер выделяющихся в процессе перекристаллизации из расплава частиц TiC достигает минимального значения 200 нм при содержании TiC 30%, что объясняется преобладанием фактора увеличения скорости охлаждения с добавлением TiC над агломерацией выделяющихся частиц карбида титана.

2. Установлены закономерности влияния содержания карбида титана в стальной матрице на геометрические характеристики единичного слоя в процессе лазерной наплавки, заключающиеся в том, что при увеличении содержания TiC от 0 до 20% высота единичного слоя уменьшается в 1,5-2 раза в результате преобладания скорости кристаллизации ванны расплава над увеличением количества образующейся легкоплавкой эвтектики Fe-TiC.

### **Практическая значимость**

1. Разработан процесс получения покрытий СПН14А7М5-TiC методом лазерной наплавки с последующим старением. Установлено влияние параметров лазерной наплавки и содержания TiC на геометрические характеристики наплавленных единичных слоев. Полученные материалы характеризуется 100%-ой плотностью и повышенными трибологическими характеристиками.

2. Выполнена модернизация модели нагрева тела непрерывно действующим лазерным источником применительно к пористой спеченной стали СПН14А7М5. Расчетно-экспериментальным путем определены коэффициенты теплопроводности, теплоемкости и поглощения лазерного излучения. Предложенная модель позволяет рассчитывать и регулировать величину формирующегося беспористого слоя при поверхностной лазерной обработке.

3. Разработанный процесс получения покрытий сталь СПН14А7М5 с добавлением 10% TiC методом лазерной наплавки апробирован в условиях серийного производства ЗАО «Опытный завод НЕФТЕГАЗМАШ», применительно к деталям ролика вкладыша направляющего буровой штанги.

Показано, что нанесение данного покрытия позволило повысить ресурс ролика в 1,8-2,2 раза по сравнению с роликами без покрытия.

### **На защиту выносятся**

- Результаты исследований влияния параметров лазерной наплавки и состава композиционного материала (количества TiC) на геометрические характеристики валика;
- Разработанный технологический процесс нанесения покрытий СПН14А7М5-TiC методом лазерной наплавки с последующим старением;
- Результаты сравнительного анализа микроструктуры и свойств композиционных материалов сталь СПН14А7М5-TiC, полученных аддитивными лазерными технологиями (лазерной наплавкой и селективным лазерным плавлением) и поверхностным лазерным оплавлением;
- Модернизированная модель нагрева тела непрерывно действующим лазерным источником, позволяющая рассчитывать и регулировать величину формирующегося беспористого слоя в стали СПН14А7М5 при поверхностной лазерной обработке;
- Результаты исследования влияния поверхностной лазерной обработки на физико-механические и трибологические свойства спеченных образцов СПН14А7М5-TiC.

### **Апробация работы**

Основные результаты работы докладывались и обсуждались на международных научных форумах и конференциях: 6-я Международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий», (Украина, Большая Ялта, 2010); Международный симпозиум «Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка», (Белоруссия, Минск, 2011); SMT-26: Proceedings of 26th conference on surface modification technology (Франция, Лион, 2012); 7-ая Международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях», (Украина, Кацивели, 2012); 10-ая Международная научно-техническая конференция «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (Белоруссия, Минск, 2012); Международная конференция «Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра» (Украина, Киев, 2012).

### **Публикации по теме диссертации**

По материалам диссертации имеется 11 публикаций, в том числе 5 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, 5 тезисов и докладов в сборниках трудов конференций, 1 ноу-хау.

## **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, общих выводов и списка использованных источников. Диссертация имеет объем 120 страниц, включая 21 таблиц, 68 рисунков, список использованных источников из 101 наименований.

### **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** приведена общая характеристика работы, обоснована актуальность темы диссертации, поставлены цели и задачи исследований и сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

**В главе 1** представлен аналитический обзор существующих технологий наплавки и лазерной обработки поверхности.

Рассмотрены применяющиеся в промышленной практике для упрочнения (модификации) поверхности следующие наплавочные технологии: плазменная наплавка, электродуговая наплавка, которые отличаются источником энергии, обеспечивающим формирование наплавочного слоя. Показано, что по сравнению с используемыми в производстве способами лазерные технологии обработки материалов обладают рядом преимуществ. Высокая концентрация энергии в пятне нагрева создает возможность проведения процесса при повышенных скоростях обработки. Это, в свою очередь, обуславливает:

- формирование слоя с малым коэффициентом перемешивания (0.05–0.15) в результате незначительного подплавления основы;
- минимальное термическое воздействие на основной металл, что особенно важно для материалов, претерпевающих структурные и фазовые превращения;
- малые остаточные деформации обрабатываемой поверхности;
- возможность нанесения материала на малые поверхности, соизмеримые с диаметром пятна нагрева в случае применения импульсных и импульсно–периодических лазеров;
- повышенные физико-механические свойства поверхности после лазерной обработки;
- автоматизация и высокая производительность процесса.

Отмечено, что при получении композиционных материалов методом лазерного плавления рост прочностных характеристик материалов осуществляется за счет механизмов дисперсного упрочнения и дисперсионного твердения, поэтому в качестве матричного материала была выбрана мартенситностареющая сталь СПН14А7М5. Она рекомендована для изготовления высоконапряженных конструкций, для экструзионных прессов и штампов, специальных ответственных механизмов и валов, для держателей

штампов, высокопрочных шасси вертолетов и др. Легирование стали карбидом титана (от 0 до 30%) приводит к повышению твердости и износостойкости за счет дисперсного упрочнения материала.

В главе 2 представлены химический и гранулометрический анализ исходных порошковых материалов, методики эксперимента, исследования и обработки экспериментальных данных.

Для приготовления стали использовались порошки исходных компонентов, представленные в таблице 1.

Таблица 1

Исходные порошковые материалы

Компонент	ГОСТ	Средний размер частиц, мкм
Fe	ГОСТ 9849-86	100
C	ГОСТ 7885-86	5
Mo	ГОСТ 27266-87	10
NiAl	ГОСТ 28377-89	25
TiC	ГОСТ 7885-77	10

Соотношение исходных компонентов в стали порошковой (СП) СПН14А7М5 было следующее: Fe 73,97%<sub>мас.</sub>, NiAl 21%<sub>мас.</sub> (Ni(H) 14%<sub>мас.</sub>, Al (А) 5%<sub>мас.</sub>) Mo (М) 5%<sub>мас.</sub>, C 0,03%<sub>мас.</sub>.

Смешивание-измельчение компонентов стали и TiC осуществлялось в планетарной мельнице PULVERISETTE 5 classic line фирмы Fritsch (Германия). Данная технология приготовления материала позволила интегрировать в ванну расплава частицы TiC размером до 10 мкм. Порошок железа использовался довольно крупный, 100 мкм, с целью создания композитного порошка, путем механического сцепления более мелких и твердых частиц карбида титана (10 мкм) с крупными и пластичными частицами железа (рис. 1). Определение гранулометрического состава порошков проводили на лазерном дифрактометре Analysette 22 MicroTec Plus фирмы Fritsch (Германия).

Лазерная наплавка материалов производилось на установке LASMA 1054 (Германия) с твердотельным HL 4006D непрерывным Nd-YAG лазером фирмы TRUMPF (Германия), максимальной мощностью 4 кВт, и коаксиальной системой подачи порошка. Селективное лазерное плавление материалов осуществлялось на лазерной установке Phenix PM 100. Источником излучения является YLR-200 CW иттербиевый волоконный лазер производства IPG Photonics с максимальной мощности  $P = 200$  Вт, длиной волны  $\lambda = 1075$  нм и диаметром лазерного пятна  $D = 70$  мкм.



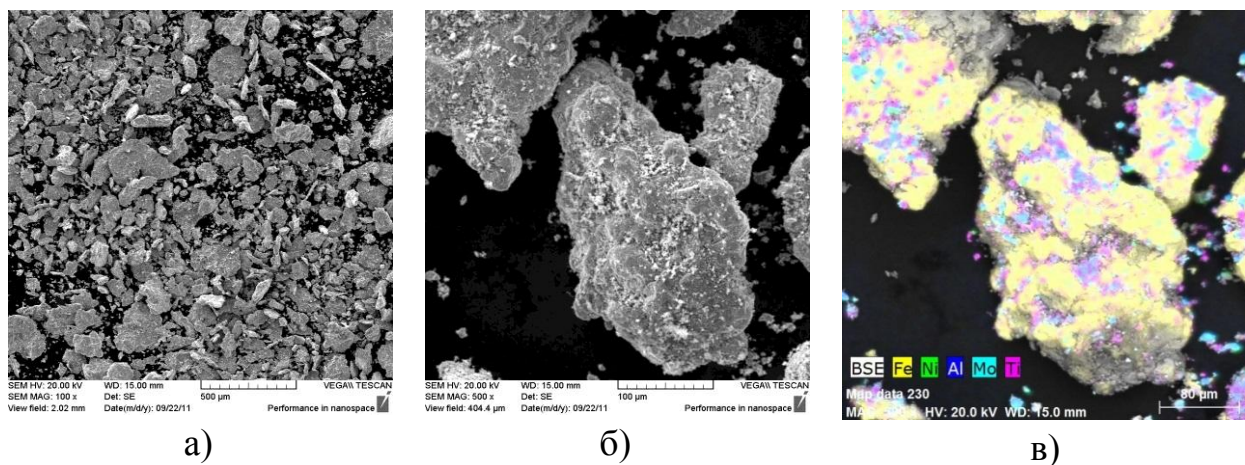


Рис. 1

Порошковая смесь СПН14А7М5-ТiС: а - общий вид порошковой смеси; б - частица композиционного порошка; в - распределение химических элементов

Для лазерной наплавки и селективного лазерного плавления использовались плоские подложки из стали Ст 3. Образцы для поверхностной лазерной обработки готовились методом прессования-спекания. Прессование проводилось на гидравлическом прессе в пресс-форме с двухсторонним обжатием, спекание осуществлялось в вакуумной электропечи «ВАКЭТО». Поперечные и продольные сечения образцов были проанализированы на оптическом микроскопе ZEISS Axioscope A1 и электронном растровом микроскопе TESCAN Vega 3 SB с EDS. Микротвердость определялась на твердомере BUEHLER Omnimet MHT 5104 по методу Виккерса. Определение фазового состава осуществлялось на автоматизированном дифрактометре марки ДРОН-4 с использованием монохроматического Cu-K $\alpha$  излучения. Испытания трибологических свойств материалов проводились на машине трения TRIBOMETER фирмы CSM (Швейцария) по стандартной схеме возвратно-поступательного движения. Измерение вертикального сечения бороздок износа проводилось на профилометре, типа WYKONT 1100, (Veeco США).

В 3 главе приведены результаты исследования процесса лазерной наплавки с последующей термической обработкой покрытий из композиционных материалов сталь СПН14А7М5-ТiС.

Формирование наплавочных покрытий осуществляется путем постепенного нанесения единичных слоев в форме валика (рис. 2) с частичным перекрытием на обрабатываемую поверхность, что позволяет создавать покрытия заданных размеров. Валик представляет собой модель, свойства которой отражают конечные свойства получаемого покрытия. Для оптимизации процесса лазерной наплавки и установления функциональной зависимости между факторами и выходными параметрами проводился

полный факторный эксперимент. Лазерная мощность  $P$  (1000 – 1500 Вт), скорость сканирования  $V$  (100 – 150 мм/мин), расход порошка  $F$  (5 – 15 г/мин), содержание карбидной фазы  $Q$  (0 – 20%<sub>об.</sub>) являлись факторами процесса; геометрические характеристики валика, такие как его высота  $H$ , ширина  $W$ , глубина проплавления основы  $h$  – выходными параметрами (рис. 2). Использование составов с большим содержанием TiC было невозможно по причине ухудшения текучести и затруднения транспортировки порошковой смеси.

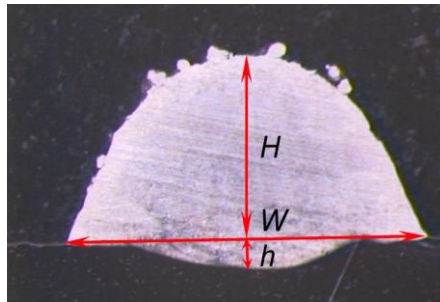


Рис. 2

#### Геометрические характеристики валика

Описание процесса представлялось в форме математической модели и выражалось в виде ряда Тейлора:

$$Y=f(x_1, x_2, \dots, x_k)=b_0+\sum_i^N b_i x_i +\sum_{i,j}^N b_{ij} x_i x_j +\sum_{i,j,k}^N b_{ijk} x_i x_j x_k \dots \quad (1)$$

Найденные коэффициенты уравнений регрессии для геометрических характеристик валика показывают степень влияния каждого из входных параметров, а знак при коэффициенте – направление влияния (увеличение или уменьшение):

$$H=0,717-0,354 \cdot \Delta Q-0,173 \cdot \Delta V+0,439 \cdot \Delta F-0,283 \cdot \Delta Q \cdot \Delta F-0,136 \cdot \Delta V \cdot \Delta F \quad (2)$$

$$W=3,995+0,177 \cdot \Delta Q+0,522 \cdot \Delta P-0,308 \cdot \Delta V-0,2 \cdot \Delta Q \cdot \Delta P-0,2 \cdot \Delta Q \cdot \Delta V-0,114 \cdot \Delta P \cdot \Delta V \quad (3)$$

$$h=0,542+0,141 \cdot \Delta Q+0,191 \cdot \Delta P-0,272 \cdot \Delta F-0,060 \cdot \Delta P \cdot \Delta V-0,109 \cdot \Delta P \cdot \Delta F+0,130 \cdot (\Delta F)^2 \quad (4)$$

При увеличении расхода порошка  $F$  высота валика  $H$  возрастает (рис. 3, а). Увеличение содержания карбида титана в смеси  $Q$  уменьшает высоту валика  $H$  (рис. 3, б), что объясняется преобладанием скорости кристаллизации ванны расплава над увеличением количества образующейся легкоплавкой эвтектики Fe-TiC, Ni-TiC. Увеличение скорости сканирования  $V$  приводит к снижению высоты валика  $H$  (рис. 3, в). В зависимости от параметров наплавки высота валика меняется от 0,2 до 2,3 мм. Для ширины валика  $W$  определяющим параметром является лазерная мощность  $P$ . Ширина  $W$  достигает 5,3 мм при максимальной лазерной мощности 1,5 кВт (рис. 3, г).

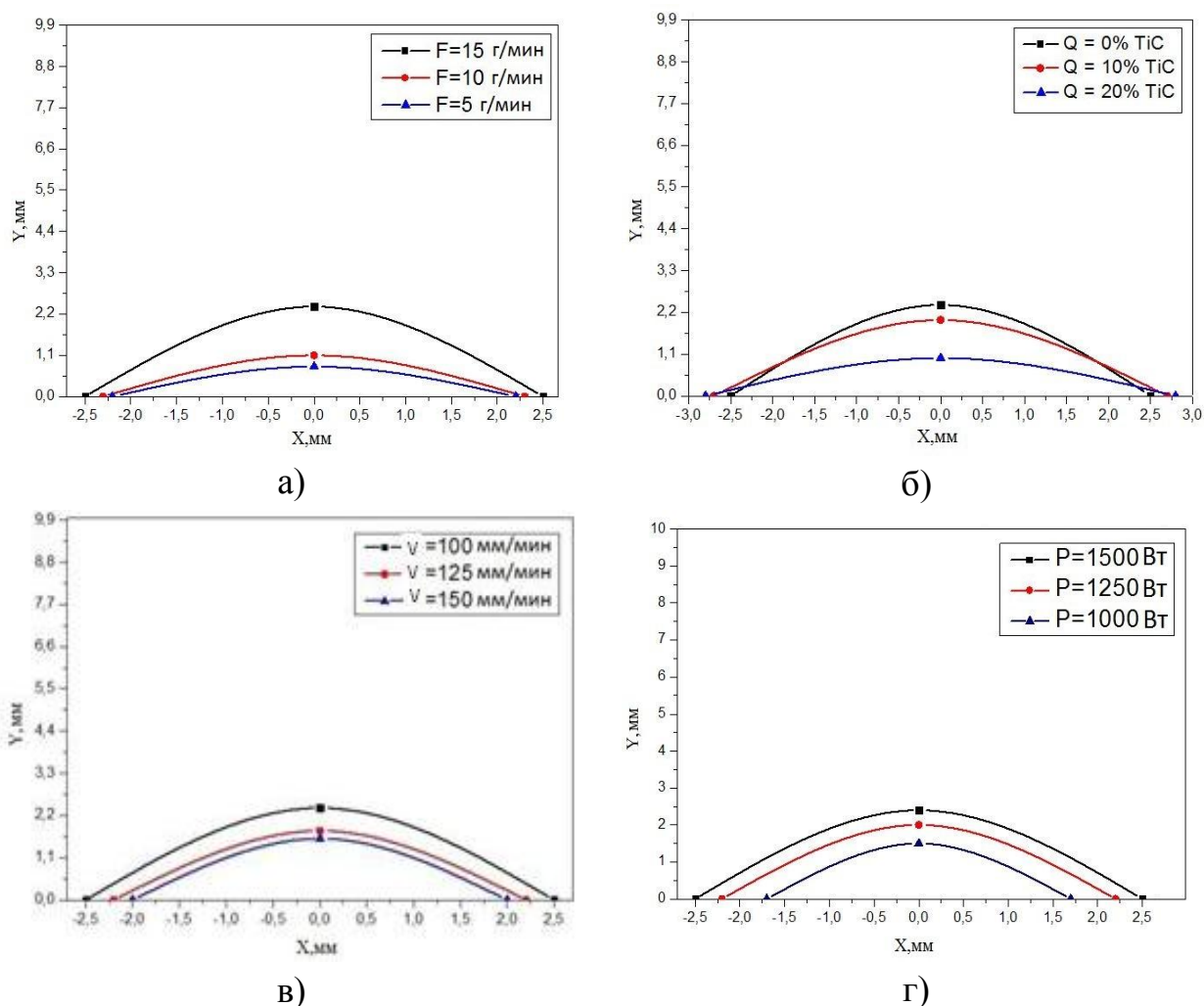


Рис. 3

Зависимость формы валика от параметров нанесения. Параметры: а –  $P = 1500 \text{ кВт}$ ,  $V = 100 \text{ мм/мин}$ ,  $F = \text{вар.}$ ,  $Q = 0\% \text{ TiC}$ ; б –  $P = 1500 \text{ кВт}$ ,  $V = 100 \text{ мм/мин}$ ,  $F = 15 \text{ г/мин.}$ ,  $Q = \text{вар.}$ ; в –  $P = 1500 \text{ Вт}$ ,  $V = \text{вар.}$ ,  $F = 15 \text{ г/мин}$ ,  $Q = 0\% \text{ TiC}$ ; г –  $P = \text{вар.}$ ,  $V = 100 \text{ мм/мин}$ ,  $F = 15 \text{ г/мин}$ ,  $Q = 0\% \text{ TiC}$ ;

После установления функциональной зависимости между параметрами лазерной наплавки и геометрическими характеристиками валиков, проводилось определение оптимальных режимов для каждого из составов. Основными критериями являлись: соотношение между высотой и шириной валика  $h/W 0,2 \div 0,25$ , минимальная глубина проплавления подложки  $h \rightarrow \min$ , а также максимальный коэффициент использования порошка  $E_p = 2/3 \cdot \rho \cdot H \cdot W \cdot V / F \rightarrow \max$ , где  $\rho$  – аддитивная плотность нанесенного материала.

Таким образом, исходя из заданных критериев, для каждого из составов были установлены оптимальные параметры лазерной наплавки, позволившие определить условия нанесения покрытий с минимальной пористостью и минимальным термическим воздействием на материал основы. (табл. 2).

Таблица 2

## Оптимальные параметры нанесения покрытий

Состав	Мощность, $P$ , Вт	Скорость сканирования, $V$ , мм/мин	Расход порошка, $F$ , г/мин
СПН14А7М5 – 0% <sub>об.</sub> TiC	1250	125	10
СПН14А7М5 – 10% <sub>об.</sub> TiC	1250	125	15
СПН14А7М5 – 20% <sub>об.</sub> TiC	1000	100	15

После лазерной наплавки материалов проводилось старение с целью снятия термических напряжений и дисперсного упрочнения для повышения твердости материалов без потери пластичности. Температура варьировалась в характерном для мартенситностареющей стали промежутке от 500 до 700 °С, а временной интервал температурной выдержки от 1 до 9 часов, чтобы проследить влияние выделяющихся интерметаллидных фаз, а также снятие термических напряжений в материалах после лазерной наплавки. Изменение свойств материалов контролировалось по изменению твердости и фазового состава (табл. 3, рис. 4).

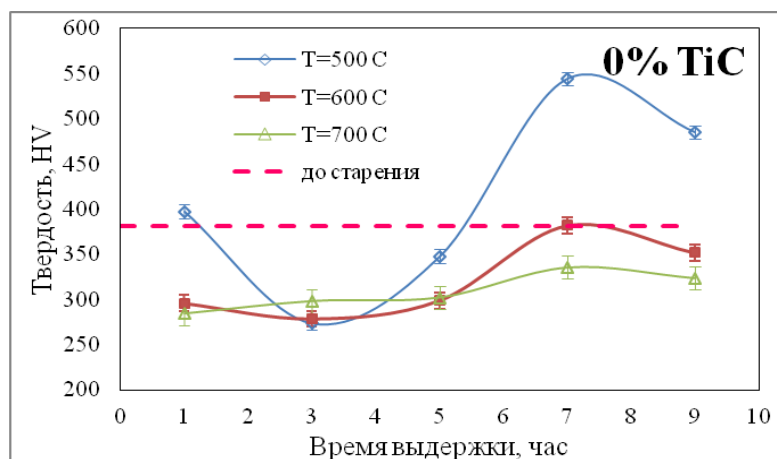
Таблица 3

## Фазовый состав материала сталь СПН14А7М5-TiC после лазерной наплавки и старения

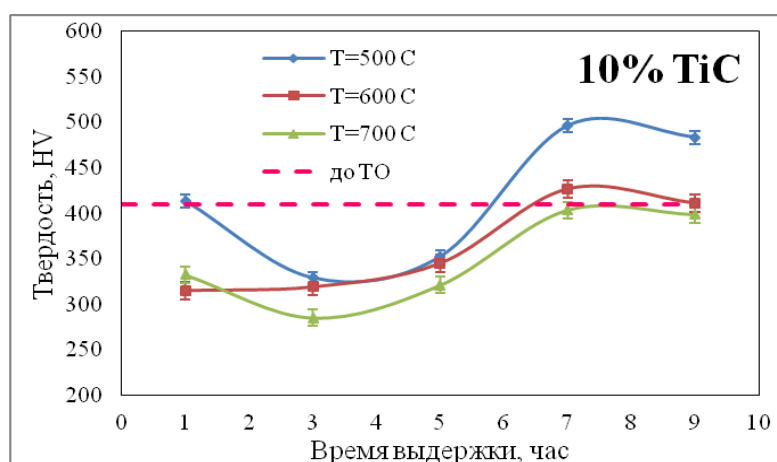
Состав	После старения									
	После ЛН		500 °С							
			1 ч.		3 ч.		7 ч.		9 ч.	
	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %
СПН14А7М5- 0% <sub>об.</sub> TiC	$\alpha$ -Fe	98	$\alpha$ -Fe	97,8	$\alpha$ -Fe	98,3	$\alpha$ -Fe	97	$\alpha$ -Fe	99,5
	$\gamma$ -Fe	2	$\gamma$ -Fe	2,2	$\gamma$ -Fe	1,7	(Fe,Ni)Al	3	(Fe,Ni)Al	0,5
СПН14А7М5- 20% <sub>об.</sub> TiC	$\alpha$ -Fe	93,2	$\alpha$ -Fe	93,2	$\alpha$ -Fe	93,3	$\alpha$ -Fe	87,2	$\alpha$ -Fe	92,1
	TiC	6,8	TiC	6,8	TiC	6,7	TiC	6,5	TiC	6,7
	-	-	-	-	-	-	(Fe,Ni)Al	6,3	(Fe,Ni)Al	1,2

Состав	700 °C							
	1 ч.		3 ч.		7 ч.		9 ч.	
	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %	фаза	массовая доля, %
СПН14А7М5- 0%об. TiC	$\alpha$ -Fe	98,2	$\alpha$ -Fe	98,5	$\alpha$ -Fe	96,5	$\alpha$ -Fe	99,9
	$\gamma$ -Fe	1,8	$\gamma$ -Fe	1,5	(Fe,Ni)Al	<b>3,5</b>	(Fe,Ni)Al	следы
СПН14А7М5- 20%об. TiC	$\alpha$ -Fe	94,7	$\alpha$ -Fe	94,8	$\alpha$ -Fe	89,1	$\alpha$ -Fe	94,3
	TiC	5,3	TiC	5,2	TiC	5	TiC	5,2
	-	-	-	-	(Fe,Ni)Al	<b>5,9</b>	(Fe,Ni)Al	0,4
	-	-	-	-	-	-	-	-

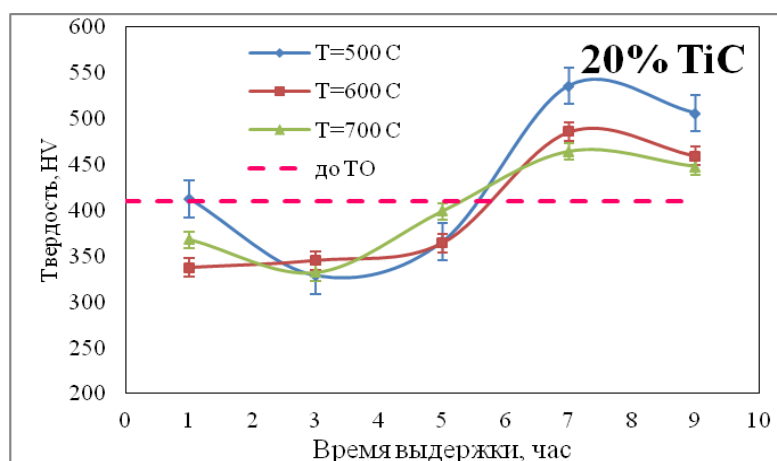
При минимальной температуре и времени старения ( $T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=1$  час) изменения в материалах произойти не успевают. Твердость остается на том же уровне, порядка  $400\pm 20\text{ HV}_{0.1}$  для всех составов (рис. 4). Увеличение времени выдержки до 3 часов при неизменной температуре  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$  приводит к падению твердости, связанному со снятием термических напряжений после лазерной наплавки и разупрочнением материала. Но, начиная с 5 часов, твердость начинает возрастать, что обусловлено выделением интерметаллидной фазы (Fe,Ni)Al (табл. 3). Увеличение продолжительности температурной выдержки свыше 7 часов приводит к снижению твердости как из-за укрупнения частиц TiC (рис. 4), так, вероятно, и из-за обратного растворения выделившейся фазы (Fe,Ni)Al. Увеличение температуры старения инициирует процесс разупрочнения, поэтому уже после одного часа выдержки твердость значительно снижается. Но с увеличением временного интервала термической обработки процессы упрочнения за счет фазовых преобразований начинают преобладать над разупрочняющими, постепенно повышая твердость.



а)



б)



в)

Рис. 4

Зависимость твердости материала сталь СПН14А7М5-ТiС в от температурных и временных режимов старения: а – 0%, б – 10%, в – 20% TiC

По результатам исследований установлены оптимальные режимы старения наплавленных материалов. С достижением времени выдержки 7 часов снимаются термические напряжения и происходит выделение максимального количества интерметаллидной фазы  $(\text{Fe,Ni})\text{Al}$ , приводящее к увеличению твердости. Температура  $500^\circ\text{C}$  способствует дисперсионному упрочнению материала, не приводящему к обратному растворению фазы  $(\text{Fe,Ni})\text{Al}$ .

При лазерной наплавке процесс структурообразования происходит следующим образом: карбид титана растворяется в жидкой фазе, что приводит к его перекристаллизации и образованию карбидных зерен, являющихся центрами кристаллизации расплава (рис. 5). Затем происходит формирование зерен, по границам которых выделяются колонии неравновесной эвтектики  $\text{TiC} - \text{Fe}$ ,  $\text{TiC} - \text{Ni}$ .

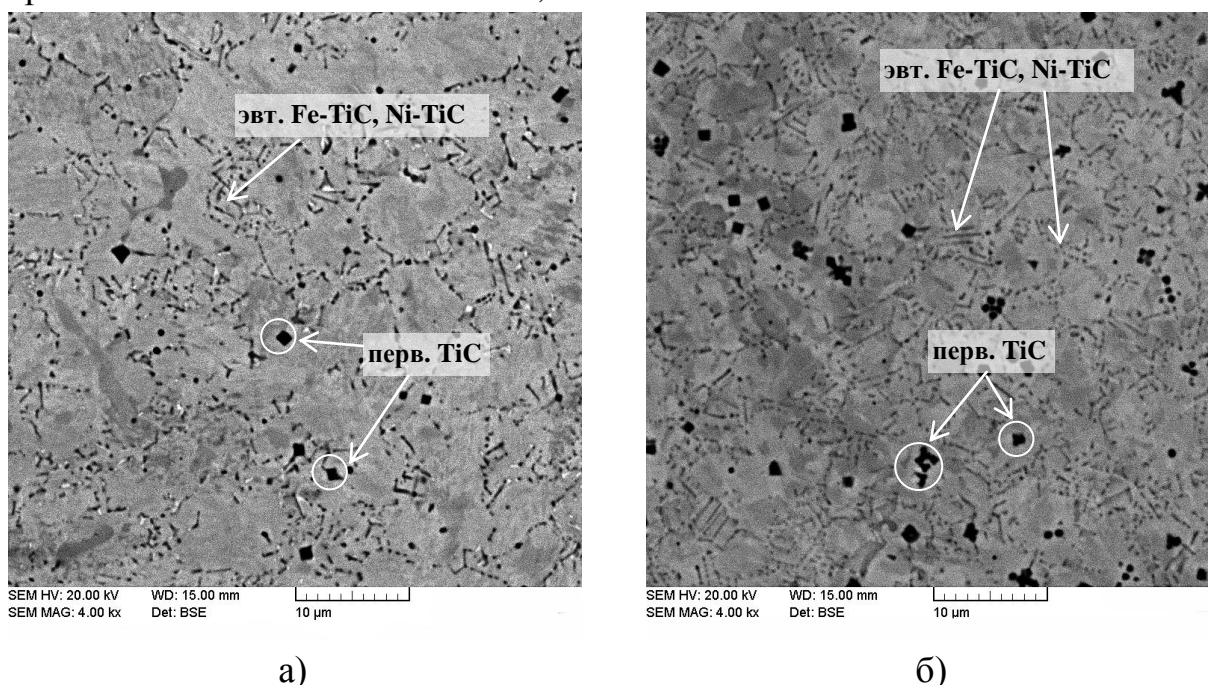


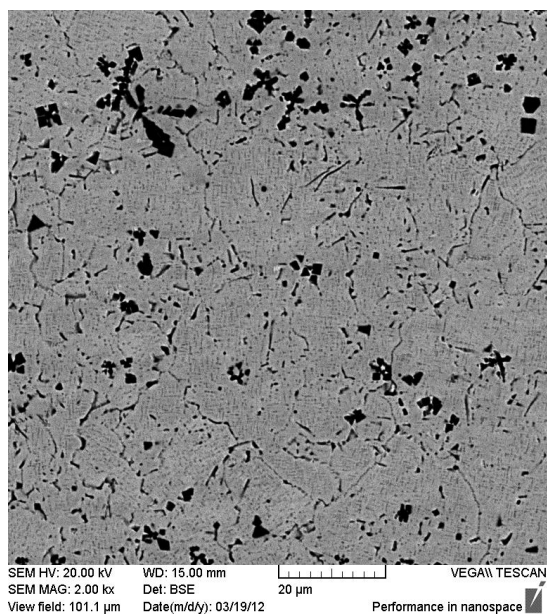
Рис. 5

Микроструктура материала СПН14А7М5- $\text{TiC}(\% \text{об.})$ , полученного лазерной наплавкой: а –  $10\% \text{об.}$ , б –  $20\% \text{об.}$   $\text{TiC}$

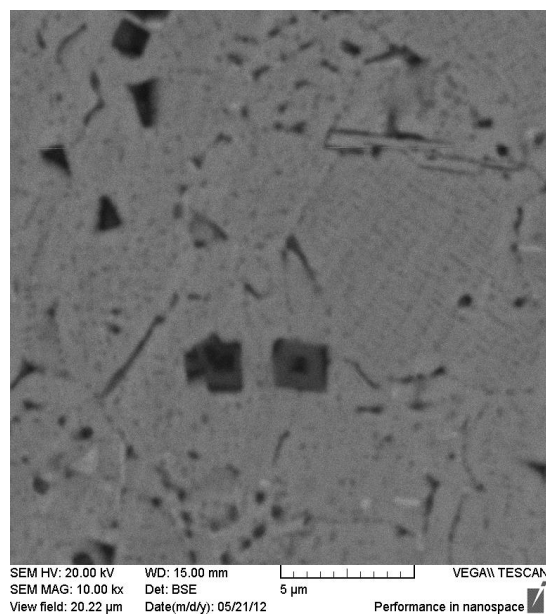
При увеличении содержания карбида титана возрастает количество выделяющегося  $\text{TiC}$  и происходит измельчение структуры сплава. Поскольку начальный размер частиц  $\text{TiC}$  был мал (около  $5 \div 7$  мкм), в микроструктуре они не агломерируют, а выделяются в виде мелкодисперсной фазы.

После старения в структуре наблюдается нормализация неравновесной эвтектики. Диффузионные процессы, которые не успевают пройти при наплавке, интенсифицируются термической обработкой, и эвтектика равномерно распределяется в теле зерна (рис. 6).





а)



б)

Рис. 6

Микроструктура сталь СПН14А7М5-20%TiC после старения: а –увеличение  $\times 2000$ ; б – увеличение  $\times 10000$ ; режимы:  $T=700^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=7$  часов

В 4 главе приведены результаты исследования процесса селективного лазерного плавления многокомпонентных систем на примере композиционного материала сталь СПН14А7М5-TiC.

Методом селективного лазерного плавления были получены композиционные материалы сталь СПН14А7М5-TiC с содержанием карбидной фазы до 30%<sub>об.</sub>. Величина твердости материалов превышает результаты после лазерной наплавки как до, так и после термической обработки, а также твердость материалов после поверхностной лазерной обработки (рис. 7). Это объясняется особенностями микроструктуры материала: формированием субзеренной и ультрадисперсной структуры материала за счет образования множества центров кристаллизации при высоких скоростях охлаждения (рис. 8).



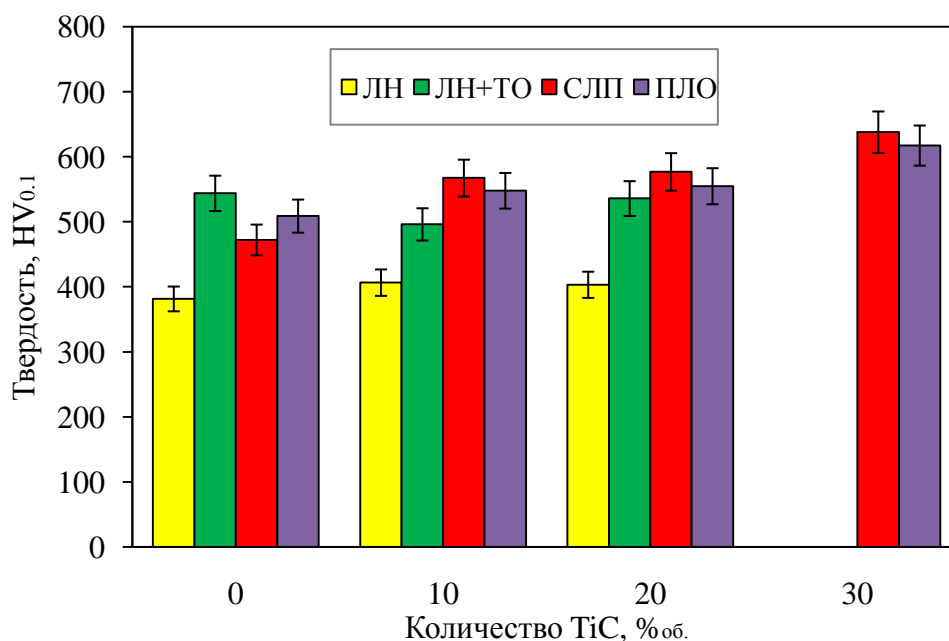


Рис. 7

Значение твердости материала СПН14А7М5-ТiС, полученного методом СЛП, ЛН до и после ТО и поверхностной лазерной обработки (ПЛО)

В процессе СЛП карбид титана, выделяющийся при охлаждении из расплава, является центром кристаллизации. В результате термических напряжений, накапливаемых в материале при быстром охлаждении, происходит скопление дислокаций в зернах. При дальнейшем нанесении слоев, происходит термическая обработка, инициирующая процесс полигонизации в зернах ниже лежащего слоя материала (рис. 8 а). Увеличение карбидной фазы до 30%<sub>об</sub> сопровождается равномерным мелкодисперстным выделением TiC из расплава. Несмотря на значительную объемную долю карбида титана, он не агломерирует, благодаря высоким скоростям охлаждения. Зародыши карбида титана настолько мелкие (до 200 нм), а их количество столь велико, что зеренная структура в материале не прослеживается, а введение 30%<sub>об</sub>. TiC приводит к формированию ультрадисперсной структуры материала (рис. 8 б).

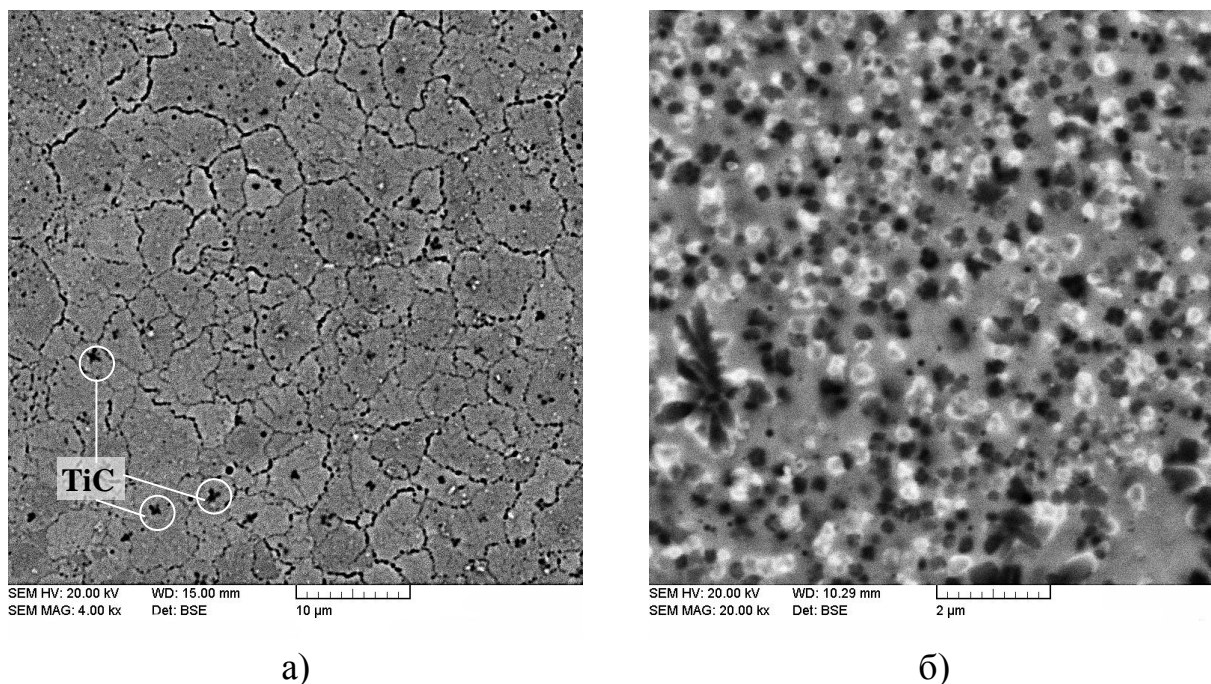


Рис. 8

Микроструктура материала сталь СПН14А7М5-ТiС(%<sub>об.</sub>) после СЛП: а – 10% ТiС, увеличение x4000; б – 30% ТiС, увеличение x20000

Таким образом, особенность структурообразования материала СПН14А7М5-ТiС состоит в том, что при содержании карбида титана до 20% в процессе его перекристаллизации из расплава происходит выделение частиц со средним размером 1-2 мкм. Увеличение вводимой тугоплавкой составляющей сопровождается уменьшением времени существования ванны расплава и увеличением скорости ее охлаждения, что приводит к измельчению образующегося ТiС со средним размером частиц 0,1-0,2 мкм. При дальнейшем увеличении содержания карбида титана велика вероятность образования контактов между частицами и их агломерации в процессе селективного лазерного плавления.

В 5 главе приведены результаты поверхностной лазерной обработки спеченных образцов сталь СПН14А7М5-ТiС.

Установлены закономерности влияния пористости материала на распространение теплового фронта в нем. При этом в качестве исходного материала использовалась спеченная сталь СПН14А7М5 без карбида титана, так как она формирует основную долю ванны расплава. Экспериментально определены теплофизические свойства стали при высоких температурах, которые позволили провести модернизацию модели нагрева полубесконечного тела непрерывно действующим тепловым источником, используя уравнение Рыкалина применительно к пористой спеченной стали.

На данный момент работы по влиянию лазерного воздействия на несплошные материалы ведутся в частности в процессах селективного лазерного спекания/плавления, где лазером обрабатывается слой порошка. В данных системах учитываются многие факторы, такие как размер частиц порошка, их укладка в слое, коэффициенты поглощения и отражения лазерного излучения и др. При лазерной обработке спеченного материала мы рассматривали его как сплошной, обращаясь к модели Рыкалина. А учет изменения теплофизических свойств проводили при помощи модели Максвелла-Гарнетта для эффективной среды.

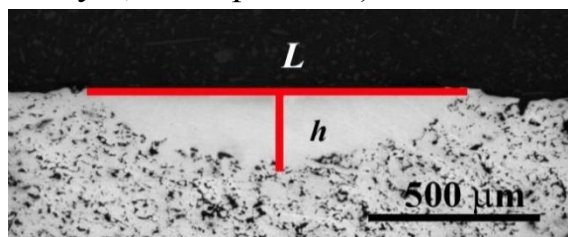
Оценка влияния пористости спеченной стали СПН14А7М5 на распространения тепла проводилась при различных значениях пористости  $\theta$  (10 – 28%) и варьировании основных параметров лазерной обработки: мощности лазера  $P$  (200 – 500 Вт) и скорости сканирования  $V$  (3,3 – 8,5 мм/сек). Образцы с заданной величиной пористости  $\theta$  были получены методом порошковой металлургии при следующих параметрах прессования и спекания (табл. 4).

Таблица 4

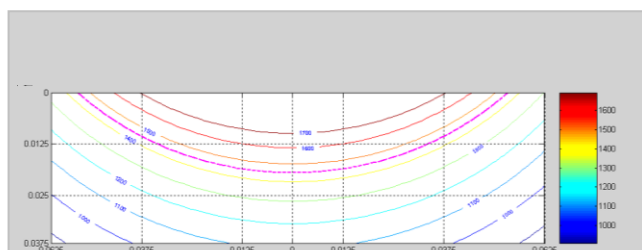
Режимы прессования и спекания СПН14А7М5 с различной пористости

Пористость $\theta$ , %	Давление прессования $D$ , т/см <sup>3</sup>	Температура спекания $T$ , °C	Время выдержки $\tau$ , час
10	9	1350	3
16	7	1350	3
22	5	1300	1
28	5	1250	1

Анализ геометрических характеристик трека проводился по оценке глубины  $h$  и ширины  $L$  ванны расплава (рис. 9). Экспериментальные значения были получены по результатам измерений с металлографических шлифов, а расчетные – по уравнению (5) с учетом зависимости эффективной теплопроводности от пористости (7) при помощи программы, написанной в среде пакета Matlab, и разработанной в лаборатории DIPI, ENISE (Г.Г. Гладуш, И. Ядройцева).



а)



б)

Рис. 9

Анализ геометрических характеристик ванны расплава:

а – металлографический; б – расчетный (пунктирная линия указывает границы ванны расплава)

Для описания процесса распространения тепла при нагреве лазерным источником использовалось уравнение Рыкалина для непрерывно-действующего нормально-кругового (гауссова) источника.

$$T(x_0, y_0, z_0, t) = \int_0^t \frac{2Pdt'}{\rho c_p (4\pi\alpha[t-t'])^{1/2} (4\pi\alpha[t_0+t-t'])} e^{-\frac{z_0^2}{4\alpha(t-t')} - \frac{(x_0-Vt')^2 + y_0^2}{4\alpha(t_0+t-t')}} \quad (5)$$

где  $T$ ,  $\rho$ ,  $C_p$ ,  $\alpha$ ,  $V$ ,  $P$ ,  $t$  – соответственно температура в точке с координатами  $(x_0, y_0, z_0)$ , плотность материала, его удельная теплоемкость, температуропроводность, скорость сканирования лазерного луча, его эффективная мощность и время воздействия.

Это уравнение описывает распространение теплового фронта в сплошных телах. Для описания теплофизических свойств пористой среды была применена интегральная теория эффективной среды Максвелла-Гарнетта.

$$\frac{\lambda_{eff} - \lambda_m}{\lambda_{eff} + 2\lambda_m} = \theta_i \frac{\lambda_i - \lambda_m}{\lambda_i + 2\lambda_m} \quad (6)$$

где  $\lambda_{eff}$  – эффективная теплопроводность среды – имеет смысл коэффициента теплопроводности некоторого однородного тела, через которое при одинаковых форме, размерах и температурах на границах проходит то же количество теплоты, что и через данное пористое тело;  $\lambda_m$  – теплопроводность матрицы;  $\theta_i$  – объемная доля включений (объемная пористость). Поры спеченного материала заполнены воздухом, и считая теплопроводность газа в порах  $\lambda_i$  достаточно малой по сравнению с теплопроводностью металла, получим

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \frac{1 - \theta_i}{1 + \theta_i / 2} \quad (7)$$

Выражая температуропроводность через эффективную теплопроводность материала (8), подставляем значение в уравнение (5).

$$\alpha = \frac{\lambda_{eff}}{C_p \cdot \rho} \quad (8)$$

Процесс поверхностной лазерной обработки проходит при температурах плавления стали, и теплофизические свойства материала отличаются от стандартных. Установление теплопроводности и теплоемкости стали, а также коэффициента поглощения лазерного излучения ее расплавом определялось экспериментально. Таким образом, значения теплопроводности и теплоемкости были приняты  $\lambda_m = 35$  Вт/м·К и  $C_p = 400$

Дж/кг·К соответственно, а коэффициент поглощения лазерного излучения в зависимости от пористости материала был выбран равным 0,43 при 10% пористости, 0,45 при 16% пористости, 0,47 при 22% и 0,49 при 28%. Расчеты проводились по модели Рыкалина, а результаты сопоставлялись с экспериментальными значениями (рис. 10).

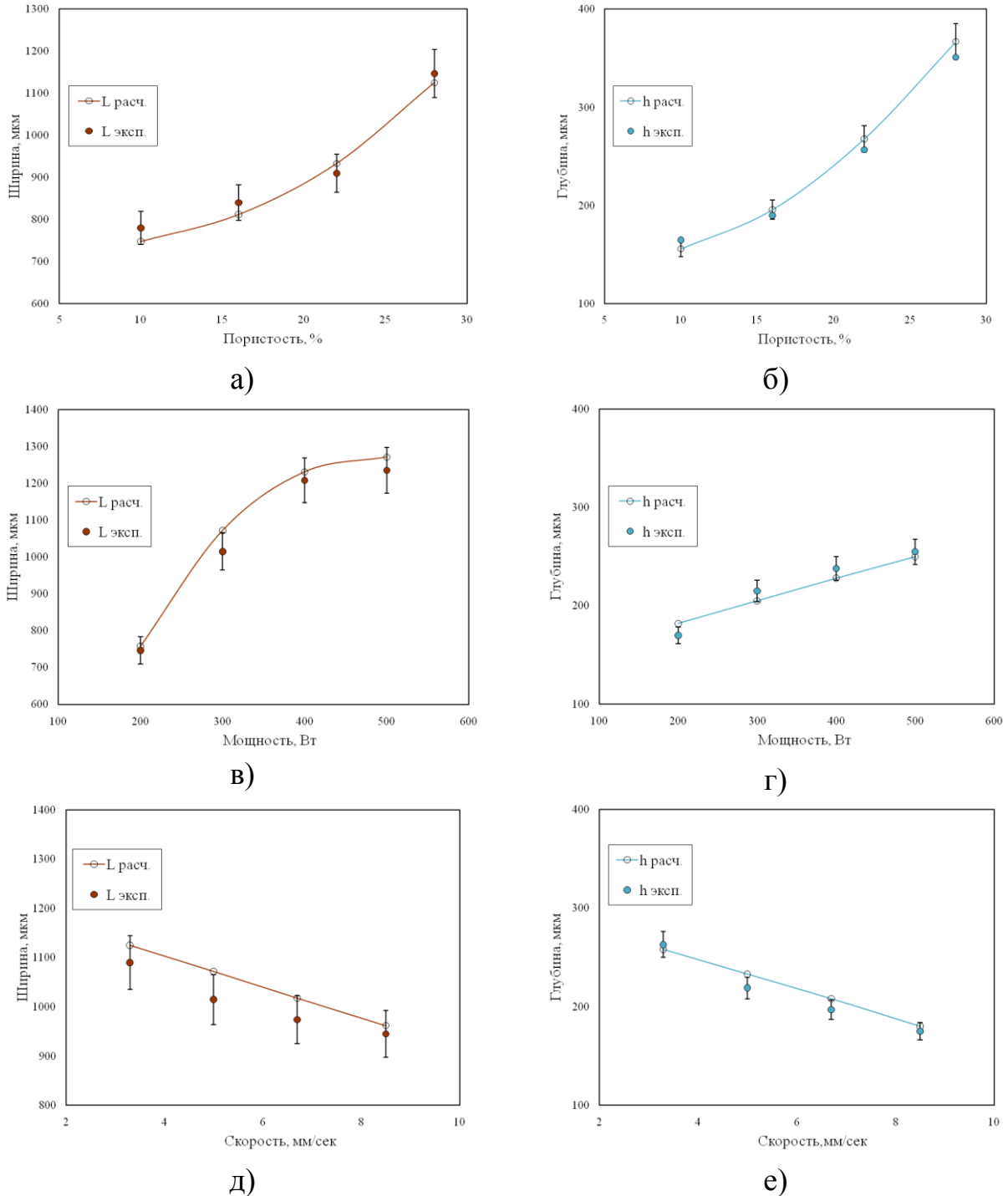


Рис. 10

Зависимость ширины и глубины ванны расплава от параметров лазерной обработки спеченной стали СПН14А7М5: а, б –  $\theta = \text{вар.}$ ,  $P = 200$  Вт,  $V = 3,3$  мм/сек; в, г –  $P = \text{вар.}$ ,  $\theta = 16\%$ ,  $V = 5$  мм/сек; д, е –  $V = \text{вар.}$ ,  $\theta = 16\%$ ,  $P = 300$  Вт

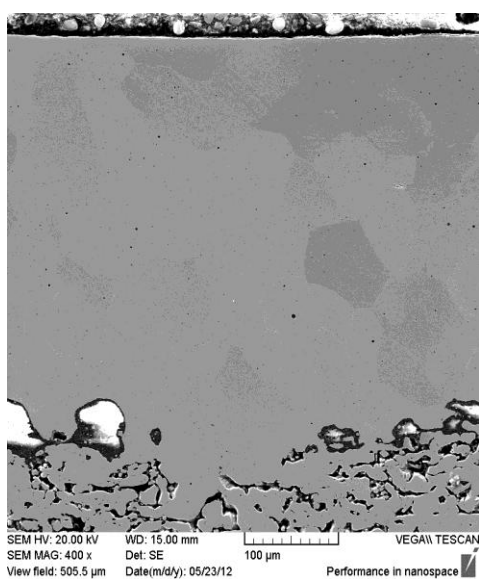
Наиболее значительное влияние на ширину и глубину ванны расплава оказывает пористость материала (рис. 10 а, б). С её увеличением параметры ванны растут. Ширина и глубина проплавления также увеличивалась с увеличением лазерной мощности (рис. 10 в, г). Скорость сканирования обратно пропорциональна размерам ванны расплава, с ее увеличением ванна сужаются (рис. 10 д, е).

Таким образом, благодаря экспериментально подобранным теплофизическим параметрам пористой спеченной стали СПН14А7М5 удалось провести моделирование тепловых полей на основе уравнений (5) – (8) и оценить влияние пористости на глубину проплавления материала основы. Рассчитанные теоретические размеры ванны расплава попадают в область доверительных интервалов экспериментальных результатов, что говорит об адекватности используемого метода (рис. 10).

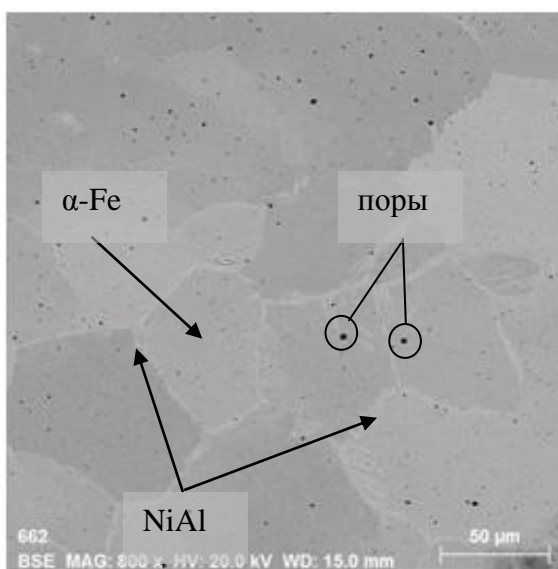
Поверхностная лазерная обработка способствует как заживлению остаточной пористости, так и приводит к структурным преобразованиям, сопровождающимся повышением твердости и износостойкости материала.

Изучение микроструктуры и трибологических свойств материалов после поверхностной лазерной обработки проводилось на спеченных образцах СПН14А7М5-TiC (0 – 30%<sub>об.</sub>).

СПН14А7М5 характеризуется выраженной зёрненной структурой. Размер зерен достигает 100 мкм, что не характерно для лазерной обработки поверхности (рис. 11). Большой размер зерен связан со сниженным теплоотводом в пористом материале.



а)

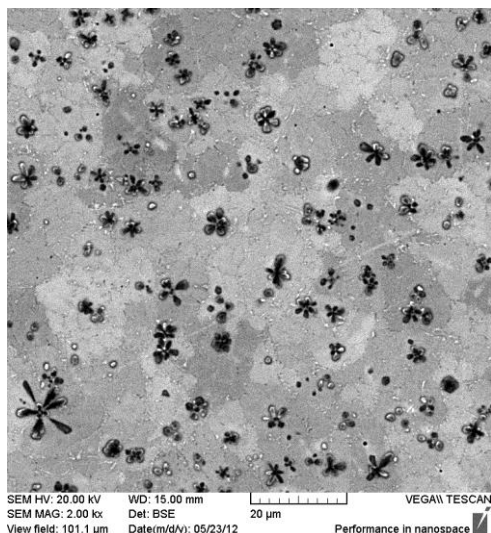


б)

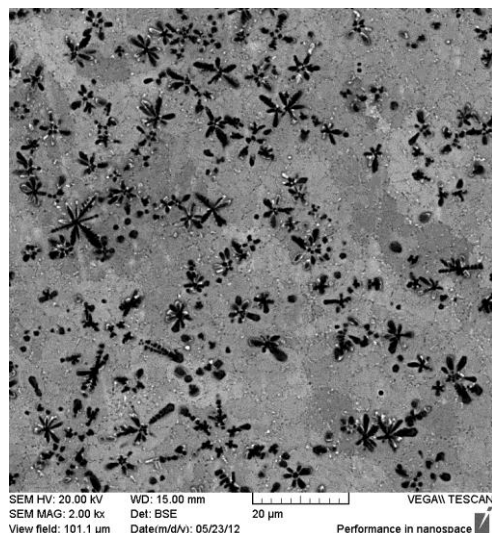
Рис. 11

Микроструктура образца после поверхностной лазерной обработки: а – увеличение x400; б – увеличение x800;  $\theta$  16%,  $P$  400 Вт,  $V$  6,7 мм/сек

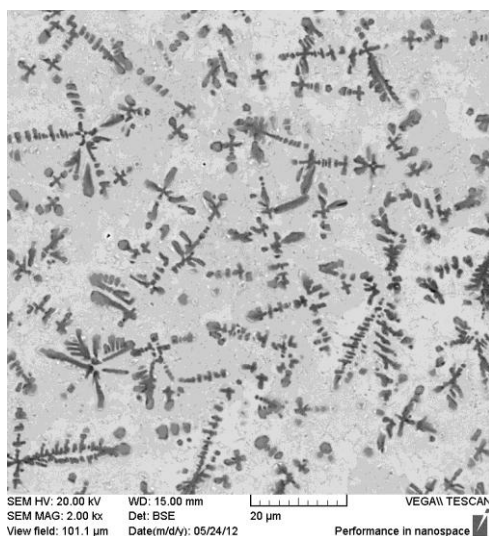
С добавлением TiC происходит резкое измельчение зерна. Карбид титана выделяется при охлаждении расплава, являясь центром его кристаллизации (рис. 12 а). Увеличение содержания карбидной фазы приводит к увеличению количества центров кристаллизации, а также к росту дендритов карбида титана (рис. 12 б-в). Это сопровождается ростом твердости материала, но может вызвать его охрупчивание.



а



б



в

Рис. 12

Микроструктура спеченных материалов СПН14А7М5-TiC после поверхностной лазерной обработки: а - 10%<sub>об.</sub> TiC; б - 20%<sub>об.</sub> TiC; в - 30%<sub>об.</sub> TiC

После лазерной обработки поверхности значения твердости материалов значительно повышаются (рис. 13). Термическая обработка лазером представляет собой закалку, что способствует увеличению твердости стали.



С добавлением карбида титана происходит его растворение в стали и выделение в виде равномерной сетки дендритов TiC. Совмещение этих двух эффектов приводит к значительному росту твердости в материалах.

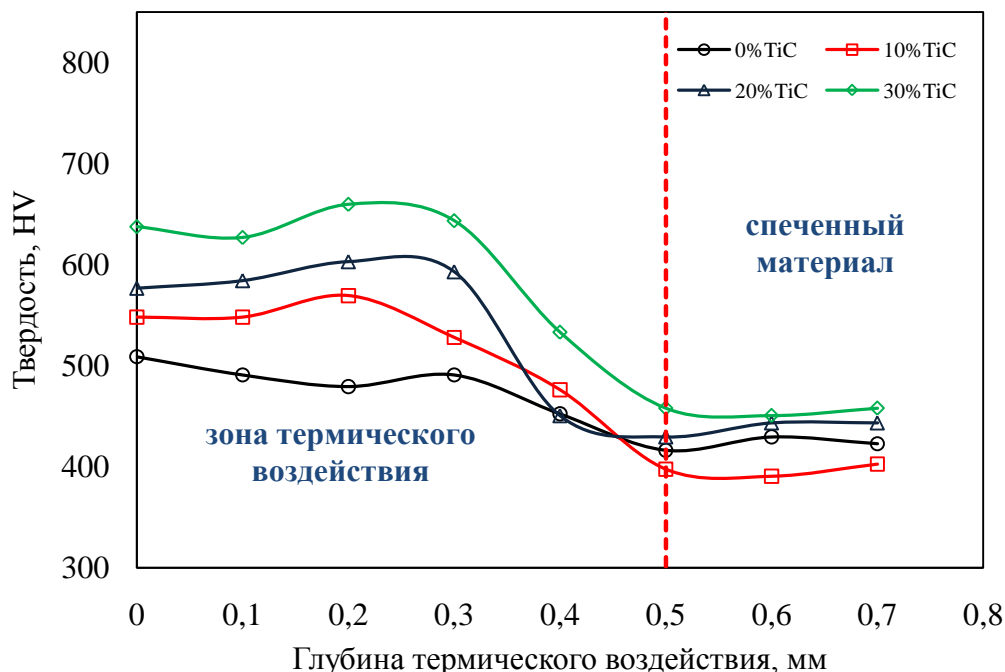


Рис. 13

Распределение твердости спеченных материалов СПН14А7М5-TiC с содержанием карбида титана от 0 до 30%<sub>об.</sub> после поверхностной лазерной обработки

Трибологические испытания проводились на нескольких образцах, с различным содержанием карбида титана, с целью определения влияния добавки TiC на износостойкость композиционного материала на основе стали.

В таблице 5 приведены значения установившегося коэффициента трения на линейном участке кривой зависимости коэффициента трения от пробега, а также приведенные скорости износа образца и контртела. Износ образцов из чистой стали максимальный, далее с увеличением содержания карбида титана в стали износ значительно уменьшается.

В случае с образцом состава СПН14А7М5-30%<sub>об.</sub>TiC, износ материала и контртела значительно меньше, чем для чистой стали. Это связано с различными механизмами изнашивания. Сталь СПН14А7М5 и материал контртела ШХ15 достаточно близки по механическим свойствам, имеют примерно одинаковую твердость, пластичны. В связи с этим происходит интенсивный износ и контртела, и исследуемого образца. Возможно адгезионное взаимодействие и схватывание.



Таблица 5

## Данные трибологических испытаний и расчетов

Образец	L, м	$\mu$	$I_{к-т},$ $\text{мм}^3/\text{Нм}$ $\times 10^{-5}$	$I_{обр},$ $\text{мм}^3/\text{Нм}$ $\times 10^{-5}$
СПН14А7М5	100	0,37	1,95	1,34
СПН14А7М5-10% <sub>об.</sub> TiC	100	0,38	1,85	0,27
СПН14А7М5-30% <sub>об.</sub> TiC	100	0,36	0,92	0,01

Легирование стали карбидом титана до 30%<sub>об.</sub> вызывает увеличение твердости с 480 HV<sub>0.1</sub> до 650 HV<sub>0.1</sub>. Поэтому в этом случае имеет место преимущественно абразивное изнашивание контртела, практически без истирания исследуемого материала (рис. 14)

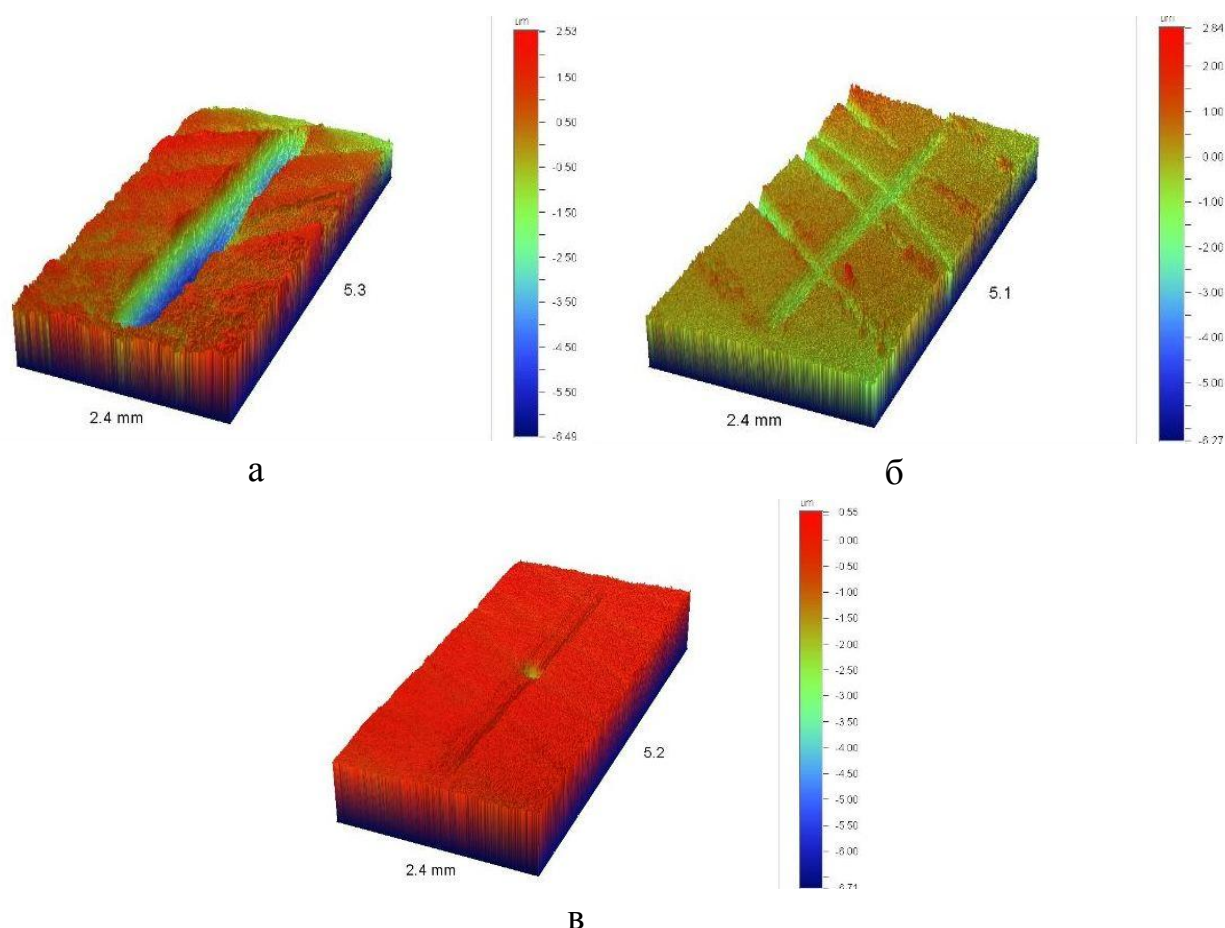


Рис. 14

Трехмерные фотографии бороздок износа (а – 0%<sub>об.</sub> TiC; б – 10%<sub>об.</sub> TiC; в – 30%<sub>об.</sub> TiC)

Таким образом, в процессе исследования было установлено, что износостойкость композиционного материала СПН14А7М5-TiC после

поверхностной лазерной обработки растет с увеличением твердости материала и содержания в нем карбида титана.

На предприятии ЗАО «Опытный завод НЕФТЕГАЗМАШ» были проведены испытания по упрочнению рабочей поверхности детали «Ролик вкладыша направляющей буровой штанги Ø240», материал – Сталь 38ХГН, наплавленным покрытием из композиционного материала сталь СПН14А7М5 с добавлением 10% TiC. Результаты эксперимента приведены в таблице 6.

Таблица 6

Результаты испытаний					
Материал ролика	Материал покрытия	Технология обработки	Толщина, мм	Твердость, HRC	Время работы, час
Сталь 38ХГН	-	закалка	2	50	336
Сталь 38ХГН	Сталь СПН14А7М5-10% TiC	лазерная наплавка	1,2	55	682±2

Лазерная наплавка покрытия Сталь СПН14А7М5-10%TiC приводит к повышению твердости на 5 HRC и увеличению ресурса изделия в 2,0-2,2 раза по сравнению со стандартным изделием, прошедшим закалку, что обусловлено дисперсным упрочнением стальной матрицы частицами TiC.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ РАБОТЫ

1. Установлены закономерности влияния содержания карбида титана в стальной матрице на геометрические характеристики единичного слоя в процессе лазерной наплавки, заключающиеся в том, что при увеличении содержания TiC от 0 до 20% высота валика уменьшается в 1,5-2 раза в результате преобладания скорости кристаллизации ванны расплава над увеличением количества образующейся легкоплавкой эвтектики Fe-TiC.

2. Разработан процесс получения покрытий из композиционного материала СПН14А7М5-(0, 10, 20%<sub>об.</sub>)TiC методом лазерной наплавки с последующим старением. Полученные материалы характеризуется малой пористостью (≤0,5%) и повышенными трибологическими характеристиками.

3. Выявлен экстремальный характер зависимости размера зерна TiC от его содержания в материале СПН14А7М5-TiC при селективном лазерном плавлении. Размер выделяющихся в процессе перекристаллизации из расплава частиц TiC достигает минимального значения 200 нм при содержании TiC 30%, что объясняется преобладанием фактора увеличения скорости охлаждения с добавлением TiC над агломерацией выделяющихся частиц карбида титана.

4. Установлено, что поверхностная лазерная обработка спеченных образцов СПН14А7М5-ТiС обеспечивает залечивание пор и повышение твердости. Результаты трибологических испытаний показали, что износостойкость композиционных материалов растет с увеличением в составе карбидной фазы.

5. Выполнена модернизация модели нагрева тела непрерывно действующим лазерным источником применительно к пористой спеченной стали СПН14А7М5. Расчетно-экспериментальным путем определены коэффициенты теплопроводности, теплоемкости и поглощения лазерного излучения. Предложенная модель позволяет рассчитывать и регулировать величину формирующегося беспористого слоя при поверхностной лазерной обработке.

## РАБОТЫ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Нарва В.К., Маранц А.В. Получение функционально-градиентных покрытий на основе титана методом лазерной наплавки. Тезисы докладов 6-й Международной конференции «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий», Большая Ялта, Крым, Украина, 20-24 сентября 2010 г., с. 114.

2. Нарва В.К. Маранц А.В., Сентюрина Ж.А. Лазерная наплавка материалов карбид титана – сталь на стальную подложку // Материалы докладов 7-й Международной конференции «Материалы и покрытия в экстремальных условиях», Кацивели, Крым, Украина, 24 – 28 сентября 2012 г., с. 107.

3. В.К. Нарва, А.В. Маранц, Ж.А. Сентюрина. Изучение процесса лазерной наплавки порошковых смесей «сталь – карбид титана» на стальную подложку// Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2012. № 4. С. 25–32.

4. Маранц А.В., Сова А.А., Нарва В.К., Смуров И.Ю. Получение покрытий методом холодного напыления с последующей лазерной обработкой// Упрочняющие технологии и покрытия. 2013. №8. С. 21–28.

5. Маранц А.В., Сентюрина Ж.А., Ядройцев И.А., Ядройцева И.А., Нарва В.К., Смуров И.Ю. Сравнение свойств материалов сталь-ТiС, полученных методами лазерных технологий и порошковой металлургии// Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2013. № 1. С. 22–26.

6. Маранц А.В., Сентюрина Ж.А., Ядройцева И.А., Нарва В.К., Смуров И.Ю. Лазерная обработка спеченной порошковой стали СПН14А7М5//

Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2013. № 2. С. 19–25.

7. В.К. Нарва, А.В. Маранц, Ж.А. Сентюрина. Термическая обработка композиционных материалов сталь-TiC, полученных методом лазерной наплавки// Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2013. № 3. (в печати).

8. Маранц А.В., Сова А.А., Нарва В.К. Получение покрытий методом холодного напыления с последующей лазерной обработкой// Материалы докладов 10-й Международной научно-технической конференции «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка», Минск, Белоруссия, 12-14 сентября 2012 г., с. 276-278.

9. Маранц А.В., Сентюрина Ж.А., Ядройцева И.А., Нарва В.К., Смуров И.Ю. Лазерная обработка поверхности спеченных образцов стали СПН14А7М5// Тезисы докладов Международной конференции «Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра», Киев, Украина, 27-30 ноября 2012 г., с. 49.

10. Laser post-treatment effect on intermetallic compound formation in cold spray multicomponent coatings / A. Marants, I. Kovaleva A. Sova, I. Smurov // Proceedings of 26th conference on surface modification technology, June 20th-22th, 2012, Lyon, France; P. 26-27.

11. В.К. Нарва, А.В. Маранц, ноу-хау № 6-2013 от 19.03.2013 г «Условие формирования наплавленных слоев из материала TiC-сталь методом лазерной обработки и последующего старения»