

УДК 621.762

СРАВНЕНИЕ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ СТАЛЬ–TiC, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

© 2013 г. **А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрина, И. А. Ядройцев, И. А. Ядройцева, В. К. Нарва, И. Ю. Смуров**

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»), г. Москва
Université de Lyon, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne (ENISE), г. Сент-Этьен, Франция

В. К. Нарва – канд. техн. наук, профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, В-49, Ленинский пр-т, 4). Тел.: (495) 638-46-42. E-mail: zeinalova@rambler.ru.

А. В. Маранц – аспирант этой кафедры. E-mail: marants.alexandr@gmail.com.

Ж. А. Сентюрина – магистрант этой кафедры. E-mail: sentyurina_misis@mail.ru.

И. Ю. Смуров – канд. физ.-мат. наук, проф., зав. лабораторией DIPI (University de Lyon, ENISE, DIPI, 58 rue Jean Parot, 42023, Saint-Etienne Cedex 2, France). Тел.: (+33477) 43-75-61. Факс: (+33477) 74-34-97. E-mail: igor.smurov@enise.fr.

И. А. Ядройцев – канд. техн. наук, ст. науч. сотр. DIPI-лаборатории. Тел.: (+33477) 43-75-78. E-mail: igor.yadroitsev@enise.fr.

И. А. Ядройцева – канд. техн. наук, науч. сотр. DIPI-лаборатории. Тел.: (+33477) 43-75-78. E-mail: ina.yadroitsava@enise.fr.

Проведено сравнение свойств материалов сталь СПН14А7М5 – карбид титана (0–30 об.% TiC), полученных лазерной наплавкой, лазерным спеканием и способом порошковой металлургии (прессование и спекание). Исследованы процессы структурообразования, сопоставлена твердость разных образцов. Установлена возможность создания материалов с улучшенными характеристиками с помощью лазерных технологий, в частности, поверхностного упрочнения изделий при использовании лазерной наплавки.

Ключевые слова: лазер, наплавка, спекание, плавление, сталь, карбид титана, смесь, мощность, микроструктура, твердость, прочность.

Comparison of the properties of materials: SPN14A7M5 steel – titanium carbide (0–30 vol.% TiC) produced by laser building-up, laser sintering, and powder metallurgy (compaction and sintering) has been carried out. Structure formation processes are investigated; the hardness of different samples is compared. The possibility of material production with improved characteristics by means of laser processing, in particular, of surface strengthening of products when using the laser building-up is established.

Key words: laser, building-up, sintering, melting, steel, titanium carbide, mixture, capacity, microstructure, hardness, strength.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время аддитивные технологии находят все более широкое применение в различных отраслях производства. Их основное преимущество перед традиционными технологиями – возможность изготовления функциональных объектов сложной геометрической формы в широком диапазоне размеров с высоким уровнем точности [1–3].

Такая передовая технология, как селективное лазерное плавление (СЛП), – это один из процессов аддитивного производства, который использует цифровые данные 3D CAD-модели для создания трехмерных изделий с помощью послойного плавления порошка лазерным лучом. При этом порошок, предварительно нанесенный на подложку (предыдущий слой), плавится не целиком, а избирательно, в соответствии с компьютерной моделью объекта [4–6].

Помимо прямого изготовления функциональных деталей лазерные технологии позволяют создавать защитные покрытия [7]. В этой области основной технологией является лазерная наплавка (ЛН). Она состоит в нанесении на поверхность обрабатываемо-

го изделия наплавочного слоя путем расплавления основы и транспортируемого в зону лазерного воздействия материала покрытия [8–10]. Широкое применение для создания защитных покрытий находят композиционные материалы на металлической основе [7]. В частности, для повышения прочностных характеристик стали проводится ее легирование керамическими частицами, такими как карбид титана, увеличивающими твердость и износостойкость [11].

В данной работе исследованы свойства композиционных материалов на основе мартенситно-старющей стали СПН14А7М5, упрочненной карбидом титана, полученных методами лазерных технологий, и осуществлено сравнение их со свойствами материалов, полученных по стандартной технологии порошковой металлургии (прессование и спекание).

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований были выбраны смеси стали СПН14А7М5 и карбида титана, полученные механическим смешиванием-измельче-

Таблица 1. Химический состав (мас.%) порошков

Материал	TiC		Fe	NiAl	Mo	C
	об.%	мас.%				
СПН14А7М5/TiC	0	0	Осн.	21	5	0,03
	10	6,4	Осн.	19,65	4,68	0,03
	20	12,8	Осн.	18,31	4,36	0,03
	30	19,2	Осн.	16,97	4,04	0,02

нием всех составляющих сталь компонентов и TiC в планетарной мельнице с целью создания композитного порошка путем механического сцепления более мелких частиц карбида титана и крупных частиц железа. Химический состав материалов приведен в табл. 1. Исходный гранулометрический состав порошков: Fe (–100 мкм), C (–10 мкм), NiAl (–45 мкм), Mo (–10 мкм), TiC (–10 мкм).

В исследованиях были использованы три различные технологии: лазерная наплавка материала, селективное лазерное плавление и порошковая металлургия (ПМ).

Лазерную наплавку осуществляли на установке «Trumpf LASMA 10-54», оснащенной непрерывным твердотельным (Nd : YAG) лазером HAAS 2006D с длиной волны 1064 нм и максимальной мощностью 4 кВт. Диаметр лазерного пятна в фокусе был 600 мкм. Порошок в ванну расплава на поверхности стальной подложки подавали через сопло («несущий» газ – аргон) коаксиально лазерному лучу. Применение коаксиального сопла обеспечивало защиту от окисления. Мощность лазера (P), скорость сканирования (V) и расход порошка (F) приведены в табл. 2.

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. Диаметр лазерного пятна на поверхности порошка составлял ~ 70 мкм. Образцы изготавливали в камере в защитной атмосфере аргона. Толщина слоя предварительно наносимого порошка была 80 мкм.

Прессование проводили на гидравлическом прессе в пресс-форме с двусторонним обжатием.

Спекание осуществляли в вакуумной электропечи ВАКЭТО. Режимы прессования-спекания представлены в табл. 2.

Качественный и количественный анализ микроструктуры образцов выполняли с помощью оптического микроскопа «AxioLab» (Carl Zeiss, S.A.S.) и сканирующего электронного микроскопа «TESCAN Vega 3 SB» (Tescan A.S.). Фазовый состав определяли на автоматизированном дифрактометре ДРОН-4 с использованием монохроматического CuK_α -излучения. Анализ микротвердости по Виккерсу проводили на микротвердомере BUEHLER MHT 5104 при нагрузке 100 г в соответствии с процедурой EN ISO 6507; анализ отпечатков индентора, а также значения микротвердости покрытия определялись автоматически при помощи программного обеспечения «OmniMet».

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Лазерная наплавка материала СПН14А7М5/TiC

Применяемая технология приготовления материала позволила ввести в ванну расплава частицы фазы-упрочнителя размером ~ 5÷7 мкм, но из-за присутствия мелкой фракции текучесть смеси порошков уменьшилась, и использование составов с содержанием более 20 об.% TiC не представлялось возможным, так как материал не течет по транспортировочным каналам.

Структуры стали СПН14А7М5 с добавками 10 и 20 об.% TiC показаны на рис. 1. Чистая сталь (рис. 1, а) представляет собой мартенситную структуру с малым значением пористости ($\leq 0,5\%$), обусловленной десорбцией газа с поверхности порошка. С введением карбида титана первичный TiC выделяется из расплава и является центром кристаллизации, затем происходит формирование зерен, по границам которых выделяются колонии эвтектики Fe–TiC, Ni–TiC (рис. 1, б, в) [12].

При увеличении содержания TiC возрастает количество выделяющихся первичных карбидов и

Таблица 2. Параметры изготовления материалов лазерной наплавкой, селективным лазерным плавлением и порошковой металлургией

Материал	Содержание TiC, об.%	ЛН			СЛП		ПМ	
		P , Вт	V , мм/с	F , г/мин	P , Вт	V , мм/с	t , °C	τ , ч
СПН14А7М5/TiC	0	1250	20,8	10	90	260	1350	2
	10	1250	20,8	15	90	260	1350	2
	20	1000	16,7	15	90	260	1400	2
	30	–	–	–	90	260	1400	2

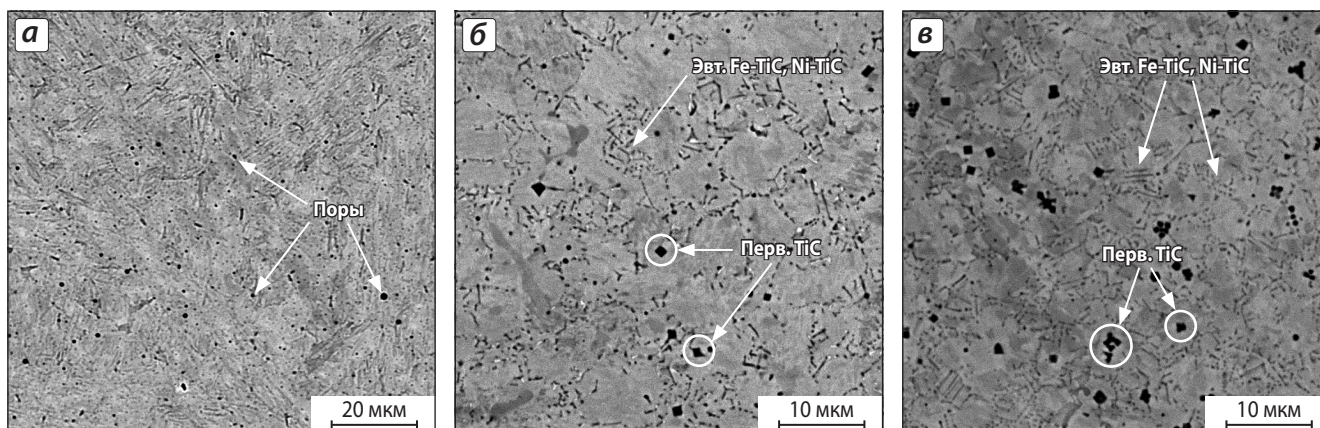


Рис. 1. Микроструктура материала СПН14А7М5/ТiС, полученного лазерной наплавкой ТiС, об. %: **а** – 0, **б** – 10, **в** – 20

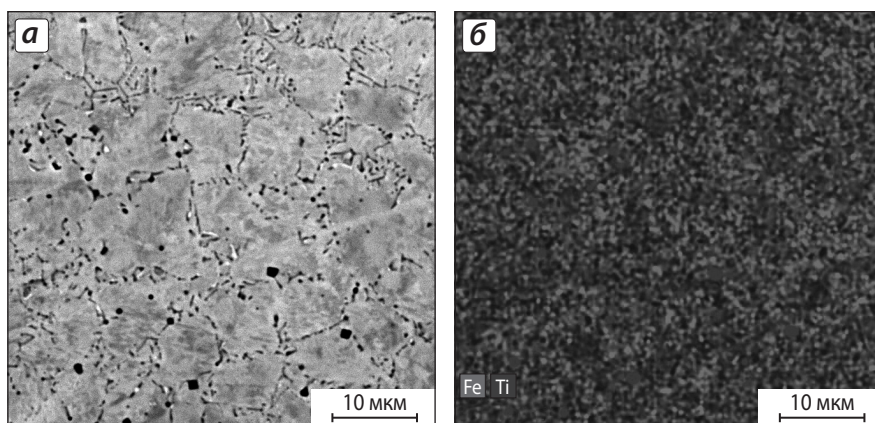


Рис. 2. Элементный анализ материала СПН14А7М5/ТiС (10 об. %) **а** – микроструктура **б** – распределение Fe и Ti в материале

наблюдается измельчение структуры сплава. Поскольку начальный размер частиц TiC был мал ($\sim 5\div 7$ мкм), в микроструктуре они не агломерируют, а выделяются в виде мелкодисперсной фазы.

По результатам электронной микроскопии хорошо видна сетка эвтектики по границам зерен. Колонии эвтектики очень тонкие, что связано с высокими скоростями охлаждения при лазерной наплавке (рис. 2).

Селективное лазерное плавление материала СПН14А7М5/ТiС

Селективное лазерное плавление характеризуется малой зоной термического воздействия и высокими скоростями охлаждения материала при плавлении, что способствует образованию его мелкозернистой структуры. После СЛП у чистой стали СПН14А7М5 наблюдается мелкодисперсная структура (рис. 3). Размер зерен составляет $\sim 3\div 5$ мкм, что благоприятно сказывается как на пластических, так и на прочностных свойствах материала. Высокая локализация энерговклада и значительные ско-

рости охлаждения препятствуют росту зерна, в отличие от технологии порошковой металлургии, характеризующейся большими временами выдержки при спекании, интенсифицирующими рост зерен. Принципиальным отличием от лазерной наплав-

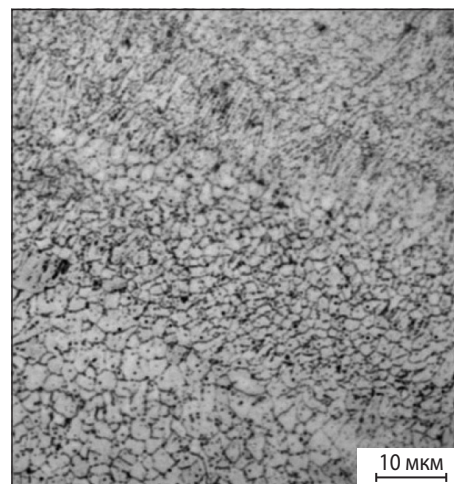


Рис. 3. Микроструктура стали СПН14А7М5 после селективного лазерного плавления

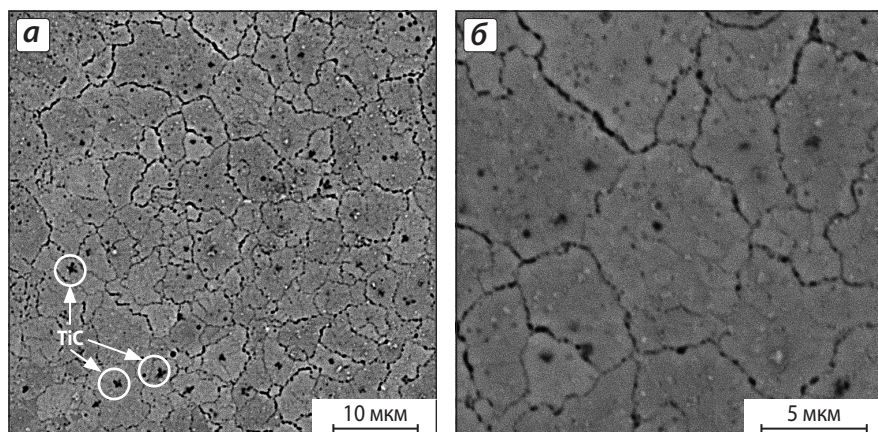


Рис. 4. Микроструктура материала СРН14А7М5/ТiС (10 об.%) после селективного лазерного плавления

ки является технология подачи материала, исключая потери порошка и позволяющая сохранить заданный состав материала, а также размер ванны расплава, который практически на порядок меньше.

Структура стали СРН14А7М5 с добавлением 10 об.% TiC характеризуется субзеренной структурой (рис. 4). Первичный карбид титана, выделяющийся при охлаждении из расплава, является центром кристаллизации зерен. В результате термических напряжений, накапливаемых в материале при быстром охлаждении, происходит скопление дислокаций в зернах. При дальнейшем нанесении слоев осуществляется термическая обработка, инициирующая процесс полигонизации в зернах материала. Создание субзеренной структуры упрочняет металл по аналогии с формированием мелкозеренной структуры с высокоугловыми границами. Эффект упрочнения при полигонизации проявляется в меньшем масштабе, так как границы субзерен способны легче пропускать дислокации по сравнению с высокоугловыми границами. Также субзеренная структура, сохраняя основную долю упрочнения дефектного металла, снижает остаточные напряжения.

С повышением содержания карбида титана до 20 об.% принципиального изменения в механизме

структурообразования не происходит. Растет количество выделившихся TiC, уменьшается размер зерна (рис. 5, а). Но увеличение количества второй фазы препятствует полигонизации и формированию субзеренной структуры из-за образования атмосфер Коттрелла, затрудняющих перераспределение дислокаций скольжением и переползанием.

Повышение карбидной фазы до 30 об.% сопровождается равномерным мелкодисперсным выделением первичного TiC из расплава. Несмотря на значительную объемную долю упрочняющей фазы, она 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. Введение 30 об.% упрочняющей фазы приводит к наноструктурированию материала (рис. 5, б).

Получение материала СРН14А7М5/ТiС порошковой металлургией

Образцы, полученные методом порошковой металлургии, характеризуются высокой пористостью (II), что определяет их низкие физико-механические свойства. В зависимости от величины добавки

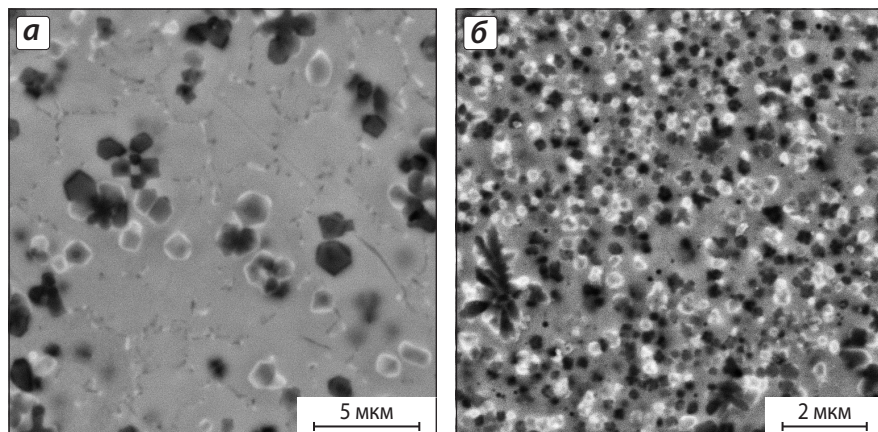


Рис. 5. Микроструктура материала сталь СРН14А7М5/ТiС после селективного лазерного плавления TiC, об.%. а – 20, б – 30

TiC пористость материалов СПН14А7М5/TiC после прессования-спекания была следующей:

TiC, об.% 0	10	20	30	40
П, % 15	20	22	23	25

Столь высокие значения пористости обусловлены в первую очередь тем, что спекание проходит в отсутствие жидкой фазы и усадка осуществляется только за счет медленных диффузионных процессов. Увеличение времени спекания способно лишь гомогенизировать структуру материала, а повышение температуры будет приводить к его оплавлению. Кроме того, в многокомпонентных системах скорости диффузии атомов элементов, образующих сплав, различны, в результате чего при спекании таких композиций возможно проявление эффектов Киркендалла–Френкеля.

Твердость материалов

При сравнении материалов, полученных разными способами, установлено, что значения твердости при селективном лазерном плавлении намного выше, чем при использовании методов лазерной наплавки и порошковой металлургии (рис. 6). Это объясняется микроструктурными особенностями: при добавлении в сталь 10 об.% TiC происходит образование субмикроструктуры и твердость значительно возрастает. Это обусловлено увеличением удельной поверхности границ зерен, а также микродисперсностью упрочняющей фазы. Карбид титана выделяется из расплава при охлаждении равномерно по всему объему материала в форме зародышей дендритов первого порядка размером 1 мкм, не успевая вырасти до более крупных. С повышением содержания карбида титана от 10 до 20 об.% твер-

дость немного уменьшается в связи со снятием эффекта субмикроструктуры. Увеличение количества TiC до 30 об.% сопровождается наноструктурированием материала и значительным ростом твердости (см. рис. 6).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты изготовления объектов аддитивными лазерными технологиями из композиционного материала СПН14А7М5/TiC показали возможность создания материалов с повышенной твердостью при СЛП и с тем же ее уровнем при ЛН, что и при стандартных методах порошковой металлургии. Методом лазерной наплавки удалось изготовить сплошные материалы с содержанием карбидной фазы до 20 об.%, равномерно распределенной по объему. Методом СЛП были получены материалы с содержанием упрочняющей фазы до 30 об.%. Прочностные свойства СЛП-материалов значительно превысили результаты ЛН и ПМ, что объясняется особенностями микроструктуры материала: увеличение фазы-упрочнителя приводит к наноструктурированию материала за счет образования множества центров кристаллизации при высоких скоростях охлаждения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Steen W. M. Laser material processing. London: Springer, 2003.
2. Wohler T. Rapid prototyping, tooling and manufacturing state of the industry: Annual worldwide progress report. Fort Collins: Wohlers Associates, 2009.
3. Mazumder J. // Opt. Lasers Eng. 2000. Vol. 34. P. 397.
4. Yadroitsev I., Bertrand Ph., Laget B., Smurov I. // J. Nucl. Mater. 2007. Vol. 362. P. 189.
5. Yadroitsev I., Shishkovsky I., Bertrand P., Smurov I. // Appl. Surf. Sci. 2009. Vol. 255. P. 5523.
6. Shishkovsky I., Yadroitsev I., Smurov I. // Phys. Procedia 2012. Vol. 39. P. 447.
7. Przybylowicz J., Kusiński J. // J. Mater. Proc. Technol. 2001. Vol. 109. P. 154.
8. Mazumder J., Dutta D., Kikuchi N., Ghosh A. // Opt. Lasers Eng. 2000. Vol. 34. P. 397.
9. Thivillon L., Bertrand Ph., Laget B., Smurov I. // J. Nucl. Mater. 2009. Vol. 385. P. 236.
10. Toyserkani E., Khajepour A., Corbin S. Laser cladding. Boca Raton: CRS Press, 2005.
11. Chung D. D. L. Composite materials. London: Springer, 2010.
12. Novichenko D., Marants A., Thivillon L. et al. // Phys. Procedia. 2011. Vol. 12. P. 296.

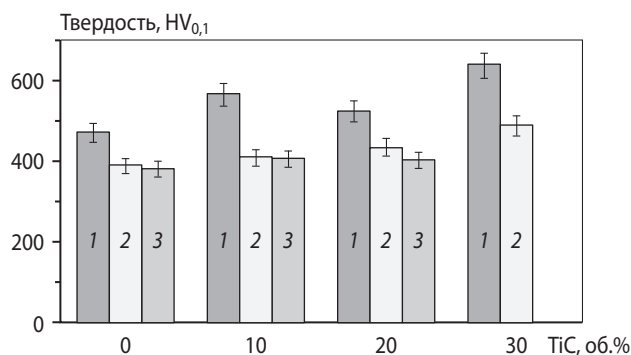


Рис. 6. Твердость материалов СПН14А7М5/TiC, полученных методами СЛП (1), ПМ (2) и ЛН (3)