

На правах рукописи

ЦВЕТКОВА ЕЛЕНА ВАЛЕРЬЕВНА

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ  
АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 03X17N14M3 В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОГО  
ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ  
ОБРАБОТКИ**

Специальность 05.16.09 - Материаловедение (машиностроение)

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук



Москва – 2017

Работа выполнена в Московском государственном техническом университете имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)

Научный руководитель: Базалеева Ксения Олеговна  
кандидат физико-математических наук

Официальные оппоненты: Костина Мария Владимировна  
доктор технических наук, доцент - ведущий научный  
сотрудник лаборатории физикохимии и механики  
металлических материалов ФГБУН ИМЕТ РАН

Тарасова Татьяна Васильевна  
кандидат технических наук, доцент кафедры  
высокоэффективных технологий обработки ФГБОУ  
ВО НИТУ «Станкин»

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Санкт-Петербургский политехнический университет  
Петра Великого».

Защита диссертации состоится «\_\_» \_\_\_\_\_ 2017 г. в \_\_\_\_ часов на  
заседании диссертационного совета Д 212.141.04 в Московском государственном  
техническом университете имени Н.Э. Баумана» по адресу: 105005, г. Москва, 2-я  
Бауманская ул., д. 5, стр.1.

Ваш отзыв на автореферат в двух экземплярах, заверенных печатью, просим  
выслать по указанному адресу.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Московского  
государственного технического университета имени Н.Э. Баумана и на сайте  
[www.bmstu.ru](http://www.bmstu.ru). Телефон для справок: 8 (499) 267-09-63.

Автореферат разослан «\_\_» \_\_\_\_\_ 2017 г.

Ученый секретарь

Диссертационного совета Д212.141.04

к.т.н., доцент



В.И. Семенов

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы работы

Селективное лазерное плавление (СЛП), которое относится к аддитивным технологиям или методам 3d-печати, в настоящее время является одним из инновационных направлений формирования сложнопрофильных металлических деталей. Метод СЛП основан на послойном синтезе объекта за счет программно управляемого сканирования микрослоев порошкового материала высокоэнергетическим лазерным излучением.

Новый подход, реализованный в технологии СЛП, имеет ряд бесспорных преимуществ: он позволяет создавать изделия сколь угодно сложной пространственной конфигурации; дает принципиальную возможность синтеза градиентных по составу деталей; не требует проведения трудоемких подготовительных операций, таких как конструирование и изготовления дорогостоящей оснастки.

Проведенные в последние годы детальные исследования технологического процесса СЛП позволили существенно повысить качество синтезируемых объектов: путем подбора оптимальных технологических параметров удалось получить минимальную пористость (<1 %), шероховатость поверхности изделий менее Ra 0.63 и толщину стенок деталей до 300 мкм. Однако в настоящее время метод СЛП не находит широкого применения.

На сегодняшний день отсутствуют систематические исследования работоспособности изделий, синтезированных с применением метода СЛП. Уникальные условия кристаллизации, а именно, сверхбыстрые скорости охлаждения из жидкого состояния ( $\sim 10^5$  К/с) и многократное термоциклирование, очевидно, могут приводить к формированию неравновесных структур. С этой точки зрения весьма актуальным является анализ особенностей структурного состояния металла после СЛП, оценка уровня его структурной стабильности, определение эксплуатационных характеристик, обоснование необходимости последующей термической обработки.

Проведение такого комплекса исследований для теплостойких коррозионностойких сталей, используемых при изготовлении деталей типа теплообменников, выпускаемых, как правило, в единичном или мелкосерийном производстве, представляется наиболее целесообразным. К числу таких сплавов относится теплостойкая нержавеющая сталь 03X17N14M3 аустенитного класса. Важным является то, что стандартное состояние этой стали, необходимое для сравнительного анализа, легко достижимо путем закалки при 1150 °С в воду, имеет простую однофазную структуру и всесторонне изучено.

**Целью диссертационной работы** являлось определение особенностей структуры и свойств стали 03X17N14M3 после СЛП и последующего отжига для разработки на их основе технологических рекомендаций получения деталей с заданным уровнем свойств.

Для достижения поставленной цели решены **следующие задачи**:

- исследованы особенности структурного состояния стали после СЛП;
- определены эксплуатационные характеристики стали после СЛП;

- исследованы факторы, определяющие термическую стабильность структур кристаллизации, и изучены структурные превращения, протекающие при последующем нагреве;
- определены механические и коррозионные свойства стали после дополнительных отжигов;
- разработаны технологические рекомендации для получения сложнопрофильных деталей из аустенитной стали с требуемым уровнем свойств.

#### **Научная новизна работы**

- Впервые показано, что основным механизмом упрочнения аустенитной стали при СЛП является формирование дислокационной ячеистой структуры, подобной деформационной.
- Впервые установлено, что ячеистая структура, сформированная при СЛП, сохраняет свою термическую стабильность до температуры отжига 800 °С. Показано, что высокая термическая стабильность ячеистой структуры связана с блокировкой дислокационных сплетений сегрегациями легирующих элементов Cr и Mo и примесными атомами N и O.
- Впервые выявлены температурные интервалы и природа рекристаллизационных процессов в аустенитной стали, полученной методом СЛП: при температурах 450÷650 °С наблюдается уход избыточных вакансий на стоки; в диапазоне температур 800÷1000 °С происходит гомогенизация  $\gamma$ -твердого раствора и перестройка дислокационной структуры с ячеистой на полигонизованную; при температурах 1050÷1200 °С из аустенитного твердого раствора выделяется кислород, формируя оксидные частицы.

#### **Практическая ценность работы**

- Установлены особенности формирования структуры и свойств аустенитной стали 03X17H14M3 в процессе СЛП и последующего отжига, на основе которых могут быть разработаны технологические режимы изготовления конкретных деталей.
- Определен уровень остаточных макронапряжений в стали после СЛП: в плоскости сканирования лазера наблюдаются растягивающие напряжения около 300 МПа, а в плоскости роста объекта – напряжения сжатия около 250 МПа. Высокий уровень напряжений, соизмеримый с пределом текучести стали, обосновывает необходимость проведения последующей термической обработки.
- Определены значения механических характеристик стали после СЛП, которые в 1.5 раза превышают значения для стандартного закаленного состояния: временное сопротивление составляет 850 МПа, ударная вязкость 300 Дж/см<sup>2</sup>.
- Установлено, что сталь, синтезированная СЛП, сохраняет склонность к самопассивации в 1 % и 3 %-ных водных растворах NaCl. При этом токи коррозии не превышают значения токов для стали в закаленном состоянии, что, предположительно, связано с благоприятным влиянием азота, диффундирующего в аустенит из защитной атмосферы в процессе СЛП.
- Рекомендованы режимы комплексной технологии, включающей в себя СЛП с последующей термической обработкой, для получения деталей из стали 03X17H14M3 с заданным уровнем механических и коррозионных свойств.

**Достоверность результатов** обеспечена проведением исследований с использованием современного экспериментального оборудования, привлечением взаимодополняющих методов исследований, а также статистической обработкой результатов эксперимента, апробацией результатов работы и сравнением с данными других авторов.

**Внедрение:** основные результаты диссертационной работы использованы ООО «Московский центр лазерных технологий», что подтверждено соответствующим актом. Также они могут быть рекомендованы к использованию на предприятиях ФГУП ГНЦ «ВИАМ», АО «НПЦ газотурбостроения «САЛЮТ», ОАО «НИАТ», АО «НПО «ЦНИИТМАШ».

**Основные положения, выносимые на защиту**

- Экспериментальное доказательство того, что границы ячеек кристаллизации, формирующихся в процессе СЛП, представляют собой объемные сплетения дислокаций, закрепленных сегрегациями легирующих элементов и примесными атомами.
- Результаты экспериментального определения уровня макронапряжений в исследуемом объекте.
- Экспериментальное доказательство того, что уровень механических характеристик аустенитной стали, полученной методом СЛП, превышает, а ее электрохимические свойства не уступают свойствам стали того же состава в стандартном закаленном состоянии.
- Экспериментальное определение температурных интервалов и природы рекристаллизационных процессов при нагреве стали, синтезированной СЛП.
- Технологические рекомендации для изготовления деталей с заданным уровнем свойств из стали 03X17H14M3 методом СЛП и последующей термической обработки.

**Личный вклад автора:** выполнение основного объема экспериментальных исследований аустенитной стали, включая проведение экспериментов, обработку результатов исследования, анализ результатов, подготовку научных статей и представление докладов на научных конференциях.

**Апробация работы:** результаты исследования докладывались и обсуждались на следующих конференциях: V Конференция молодых ученых и специалистов «Будущее машиностроения России» (Москва, 2012 г.); Всероссийская молодежная научная конференция с международным участием «Инновации в материаловедении» (Москва, 2013 г. Диплом лауреата 3 степени); XII Международный семинар МНТ–XII «Структурные основы модифицирования материалов» (Обнинск, 2013 г.); VI Конференция молодых ученых и специалистов «Будущее машиностроения России» (Москва, 2013 г.); XXII Уральская школа металловедов – термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Оренбург, 2014 г.); Научно-техническая конференция молодых специалистов предприятий ТК "ТВЭЛ" «Перспективные технологии развития будущего» (Электросталь, 2014 г.); XIII Международный семинар МНТ–XIII «Структурные основы модифицирования материалов» (Обнинск, 2015 г.); Шестая международная конференция «Кристаллофизика и

деформационное поведение перспективных материалов» (Москва, 2015 г.); 8-я международная конференция «Лучевые технологии и применение лазеров» (Санкт-Петербург, 2015 г.); VIII-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (Москва, 2015 г.); XIV Международная школа-семинар «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах» (Барнаул-Белокуриха, 2016 г.); Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов (Москва, 2016 г.).

**Публикации:** по результатам диссертации опубликовано 13 научных работ, в том числе 5 статей в журналах из перечня ВАК РФ (общий объем 2.5 п.л.). Перечень работ приведен в конце автореферата.

**Структура и объем диссертации:** диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов, заключения и списка литературы. Работа изложена на 138 страницах, содержит 79 рисунков, 18 таблиц, список литературы включает в себя 113 наименований.

## СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы; сформулированы цель и задачи работы, отражены научная новизна и практическая значимость проведенных исследований.

**В первой главе** представлен литературный обзор, посвященный особенностям структуры и свойств сплавов различного состава, полученных методом СЛП.

Показано, что основные технологические параметры процесса, такие как мощность лазерного излучения, скорость сканирования, стратегия плавления, гранулометрия порошка, защитная атмосфера оказывают существенное влияние на структуру и свойства формируемых объектов и определяют их качество.

Из приведенных данных следует, что сплавам, синтезированным методом СЛП, присуща определенная структурная иерархия: в структуре наблюдаются ванны расплава, разбитые на ячейки кристаллизации микронного размера. Ячейки кристаллизации, в свою очередь, объединены в некоторые области (фрагменты), внутри которых они имеют одинаковую ориентировку. К особенностям формируемых структур также следует отнести высокие термические напряжения и наличие текстуры.

Во многих работах отмечается, что в результате СЛП наблюдается рост прочностных характеристик сплава по сравнению с уровнем свойств после традиционных обработок, однако данные о численных значениях конкретных показателей противоречивы.

**Во второй главе** описаны материалы и методики исследований, обсуждена целесообразность их выбора.

В качестве объекта исследований была выбрана сталь аустенитного класса 03X17N14M3, ее химический состав приведен в Таблице 1.

Таблица 1.

## Химический состав стали

Концентрация элементов, масс. %						
C	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	Fe
0.02	11.6	17.1	2.3	1.1	0.7	основа

Селективное лазерное плавление аустенитного порошка проводили на установке PHENIX-PM100. Порошок был изготовлен методом газовой атомизации, и его основная фракция была дисперсностью менее 25 мкм. Были использованы параметры СЛП, позволяющие получить сплошной объект пористостью менее 1 %: мощность лазера составляла 50 Вт, скорость сканирования лазерного пучка – 100 мм/с, диаметр лазерного пятна – 70 мкм. Использовалась «перекрестная» стратегия плавления. Процесс проводился в атмосфере азота при температуре 80 °С; в качестве подложки использовался хромоникелевый аустенитный сплав (*I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, I. Smurov. Single track formation in selective laser melting of metal powders// Journal of Materials Processing Technology. –2010. – № 210. –P. 1624–1631*). Образцы имели форму полусфер диаметром 20 мм. Для проверки воспроизводимости структуры и свойств формируемых объектов исследовалось 5 образцов, полученных при одинаковых значениях технологических параметров. В каждом образце исследовались продольное и поперечное сечения (продольное совпадало с плоскостью сканирования лазера). Исследованиям была подвергнута сталь в исходном состоянии после СЛП, а также после дополнительных отжигов при температурах в интервале от 100 до 1200 °С с шагом 100 °С и выдержкой 1 ч. Для проведения сравнительного анализа был подготовлен эталонный образец того же состава с характерной для аустенитной стали структурой – полиэдрическими зёрнами с двойниками отжига. Для этого образец стали 03X17H14M3 после аустенизации в вакууме при температуре 1150°С в течение 10 ч. был подвергнут закалке в воде.

Структура исследуемой стали изучалась методами металлографического анализа, а также с помощью растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Для анализа пространственного распределения ориентировок фрагментов структуры использовался EBSD анализ. Распределение химических элементов по структуре исследовалось на фольгах в колонне просвечивающего электронного микроскопа методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Локальность области спектрального анализа определялась толщиной фольги и составляла примерно 50 нм. Концентрации кислорода и азота в стали определялись методом восстановительного плавления с помощью газоанализатора LECO TC-600 на трех образцах размером 5x5x5 мм.

Методом рентгеноструктурного анализа выявлен фазовый состав стали, определен период решетки  $\gamma$ -твердого раствора. По сдвигу дифракционных максимумов методом « $\sin^2\psi$ » были определены макронапряжения в различных сечениях образцов. Анализ формы рентгеновских пиков позволил оценить

параметры тонкой структуры: плотность дислокаций и размер блока когерентного рассеяния.

Для оценки термической стабильности формируемой структуры определялась температурная зависимость относительного электросопротивления  $\frac{R^T - R^{10K}}{R^{10K}}$ , где  $R^T$  и  $R^{10K}$  – электросопротивление стали при данной температуре и 10 К, соответственно. Измерения проводились в диапазоне температур от 10 до 1473 К, электросопротивление измерялось стандартным четырехконтактным методом.

Структурные превращения при отжиге исследовались с помощью синхронного термического анализа, включающего в себя дифференциальную сканирующую калориметрию (ДСК) и термогравиметрию. Образцы подвергались трехкратному нагреву и охлаждению до комнатной температуры; нагрев осуществлялся в защитной атмосфере аргона до температуры 1200 °С со скоростью 10 К/мин.

Определены механические характеристики стали – ее микротвердость и ударная вязкость. Исследовано электрохимическое поведение в 1 %-, 3 %- и 5 %-ных водных растворах NaCl: построены кинетические кривые установления стационарного электродного потенциала и поляризационные кривые.

**Третья глава** посвящена описанию и обсуждению результатов исследований стали в исходном состоянии (после СЛП).

В параграфе 3.1 показано, что в исследуемой стали выявлена характерная для лазерного воздействия структурная иерархия: ванны расплава разбиты на отдельные фрагменты, которые состоят из одинаково ориентированных столбчатых дендритов диаметром ~0.5 мкм (Рис.1, а). Высказано предположение, что фрагменты формируются из дендритных кристаллов исходного порошка.

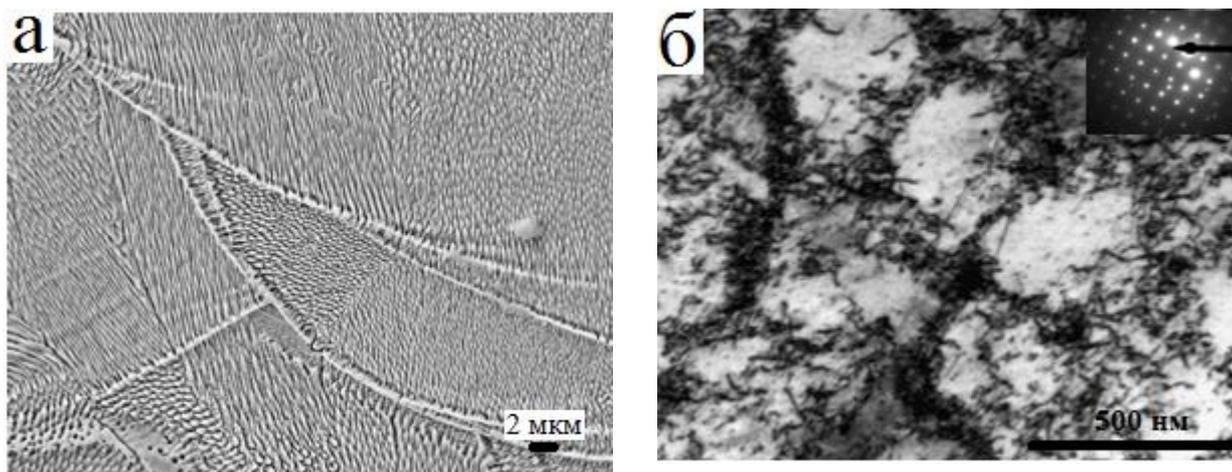


Рис.1. Ячеистая структура: а) растровая и б) просвечивающая электронная микроскопия

Исследование ячеистой структуры методом просвечивающей электронной микроскопии позволило выявить строение границ ячеек: они представляют собой объемные сплетения дислокаций, тогда как внутри ячейки плотность дислокаций существенно ниже (Рис. 1, б). Таким образом, в результате СЛП формируется

дислокационная структура, подобная деформационной ячеистой. Ее возникновение, предположительно, объясняется высокими термическими напряжениями, связанными со сверхбыстрыми скоростями охлаждения из жидкого состояния. Точечный характер электронограммы (Рис. 1, б), указывает на то, что ячейки одного фрагмента имеют практически одинаковую ориентировку: здесь кристаллографическая плоскость  $\{100\}_\gamma$  совпадает с плоскостью электронограммы.

В разделе также рассматривается вопрос о химической однородности  $\gamma$ -твердого раствора. Обнаружено, что на границах ячеек кристаллизации присутствуют сегрегации легирующих элементов – Cr и Mo (Таблица 2). Известно, что подобные сегрегации могут блокировать сплетения дислокаций, повышая термическую стабильность и прочностные характеристики сплава.

Таблица 2.

Химическая неоднородность ячеистой структуры

Элемент	Концентрация элементов, масс. %				
	Ni	Cr	Mo	Mn	Si
центр ячейки	11.5± 0.05	16.8± 0.2	2.0± 0.1	1.1 ± 0.1	0.6± 0.1
граница ячейки	11.8± 0.2	17.6± 0.4	2.7± 0.2	1.0 ± 0.1	0.8 ± 0.1

Концентрации азота и кислорода в стали составляют 0.16 и 0.10 масс. %, соответственно, что на порядок превышает допустимые значения для этой стали. Вероятно, в процессе СЛП азот из защитной атмосферы и кислород из поверхностной оксидной пленки растворяются в  $\gamma$ -твердом растворе. Атомы газовых примесей также могут влиять на подвижность дислокаций, формируя на них атмосферы Коттрелла и Сузуки.

В параграфе 3.2 представлены результаты рентгеноструктурного анализа исследуемой стали. После СЛП аустенитная сталь представляет собой однофазный  $\gamma$ -твердый раствор. Анализ формы рентгеновских линий позволил оценить параметры тонкой структуры стали: плотность дислокаций составляет  $\sim 3.5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ ; а блок когерентного рассеяния  $\sim 300 \text{ нм}$ , что по порядку величины совпадает с диаметром ячейки кристаллизации.

Установлено, что в образце присутствуют высокие остаточные напряжения, соизмеримые с пределом текучести (390 МПа): в плоскости сканирования лазера действуют растягивающие напряжения около 300 МПа, а в направлении роста объекта – напряжения сжатия около 250 МПа.

В параграфах 3.3 и 3.4 приведены результаты механических и коррозионных испытаний стали, синтезированной методом СЛП, в сравнении с параметрами стали в закаленном состоянии. Из Таблицы 3, видно, что прочность и ударная вязкость после СЛП в 1.5 раза выше, чем после стандартной закалки ( $\sigma_{\text{в}}^*$  – оценочное значение).

В 1 %-, 3 %- и 5 %-ных водных растворах NaCl электродный потенциал исследуемой стали со временем смещается в сторону более положительных значений (Рис. 2), что косвенно свидетельствует о процессе самопассивации; однако значения стационарного электродного потенциала несколько ниже, чем у закаленного образца. Несмотря на высокую дефектность структуры исследуемой стали, определенные по поляризационным кривым токи коррозии в 1 %- и 3 %-ных растворах сопоставимы с токами для закаленного образца (Рис. 3). Возможно, это связано с благоприятным влиянием на коррозионную стойкость азота, растворенного в стали в процессе СЛП.

Таблица 3.

Механические свойства стали после СЛП

Образец	Микротвердость HV 0.05	$\sigma_B^*$ , МПа	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>
СЛП	265	850	310
1150°C+закалка в воде	180	550	180

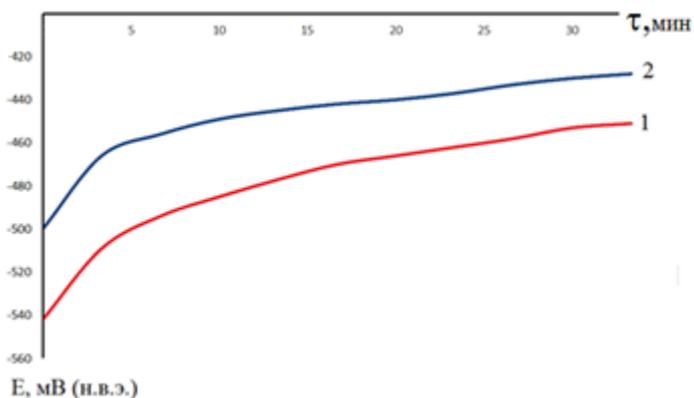


Рис. 2.

Кинетическая кривая установления стационарного электродного потенциала в 3%-ном водном растворе NaCl образца, полученного СЛП (1) и эталонного (2)

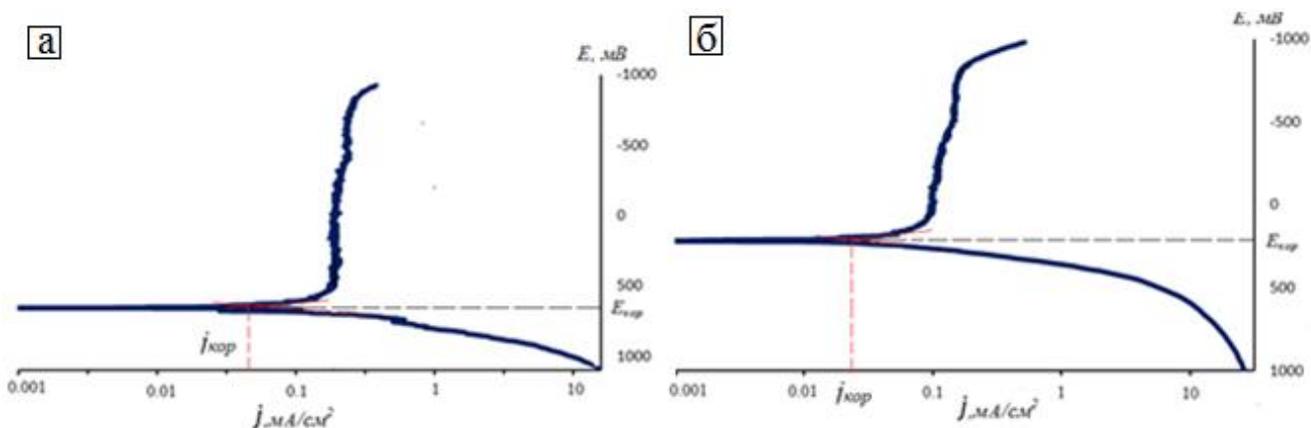


Рис. 3. Поляризационные кривые для 1%-ного раствора NaCl: а) образец, полученный СЛП; б) эталонный образец

В четвертой главе представлены результаты исследований термической стабильности ячеистой структуры, а также изменений структуры и свойств стали в процессе отжига. На основании полученных данных разработаны технологические рекомендации термической обработки аустенитной стали после СЛП.

В параграфе 4.1 приведены результаты сравнительного анализа температурных зависимостей относительного электросопротивления  $\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}$  образцов, полученных методом СЛП и стандартной закалкой (Рис. 4). Ход температурных зависимостей позволил выявить интервал температур, в котором протекают рекристаллизационные процессы. Если структурное состояние сплава, полученного методом СЛП, при отжиге не изменяется, то с повышением температуры его температурная зависимость относительного электросопротивления должна приближаться к зависимости для эталонного образца. Однако, как видно из Таблицы 4, в интервале температур от 873 до 1373 К отмечено расхождение этих зависимостей. Т.е. в этом температурном интервале в стали, полученной методом СЛП, рост термической компоненты электросопротивления частично компенсируется уменьшением остаточного электросопротивления за счет процессов рекристаллизации. При температурах ниже 873 К и выше 1373 К сталь обладает определенной структурной стабильностью.

Сравнение абсолютных значений относительного электросопротивления для стали в разных структурных состояниях при фиксированной температуре (10 К) дало возможность оценить дефектность исследуемого сплава. Установлено, что удельное электросопротивление стали, полученной методом СЛП, выше примерно на 7 мкОм·см, что составляет ~15% от удельного электросопротивления закаленной стали. Учитывая вклад различных дефектов кристаллического строения в прирост электросопротивления и их концентрацию, была проведена оценка разницы удельного электросопротивления сплавов, полученного СЛП и закалкой (Таблица 5).

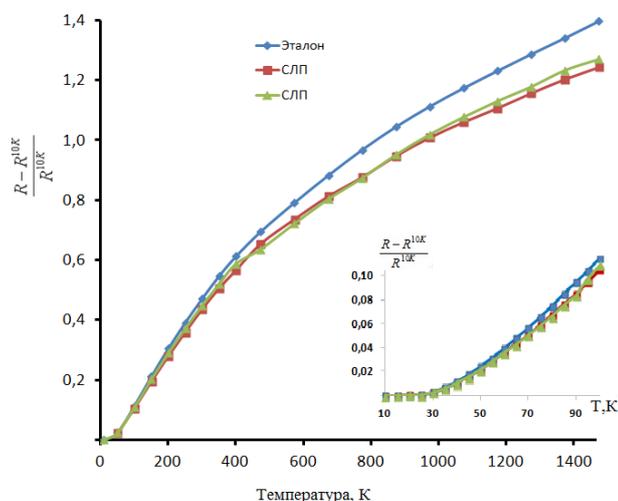


Рис. 4. Температурная зависимость относительного электросопротивления

Концентрация вакансий после лазерной перекристаллизации была принята равной 0.1 ат.%, т.е. значению, характерному для закалки из жидкого состояния; концентрация дислокаций определена по физическому уширению рентгеновских пиков; удельная площадь поверхности границ зерен рассчитывалась по среднему диаметру ячейки кристаллизации  $d$  как  $3/d$ . Из Таблицы 5 видно, что рост удельного электросопротивления в результате присутствия вакансии, сплетения дислокаций и границ ячеек практически на порядок ниже величины, наблюдаемой экспериментально. Таким образом, основной вклад в удельное электросопротивление стали, синтезированной методом СЛП, вносят примесные атомы азота и кислорода, а также сегрегации Mo и Cr, обнаруженные на границах ячеек кристаллизации.

Таблица 4.

Изменение относительного электросопротивления при нагреве

T, K	$\left(\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}\right)_{\text{эт}}$	$\left(\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}\right)_{\text{СЛП}}$	$\Delta\left(\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}\right)$
473	0,7347	0,6507	0,0840
573	0,8181	0,7341	0,0840
673	0,8971	0,8130	0,0841
773	0,9611	0,8769	0,0842
873	1,0605	0,9677	0,0928
973	1,1021	1,0090	0,0931
1073	1,1569	1,0606	0,0963
1173	1,2073	1,1072	0,1001
1273	1,2494	1,1473	0,1021
1373	1,2869	1,1839	0,1030
1473	1,3067	1,2033	0,1034

Таблица 5.

Вклад дефектов кристаллического строения в электросопротивление стали

Тип дефекта	Вклад в $\rho$ единицы концентрации	Концентрация	$\Delta\rho$ , мкОм·см
Вакансии	1,5·мкОм·см/ат.%	0.1 ат.%	0.15
Границы зерен	$10^{-7}$ мкОм·см/см <sup>-1</sup>	$5 \cdot 10^4$ см <sup>-1</sup>	$5 \cdot 10^{-3}$
Дислокации	$3 \cdot 10^{-13}$ мкОм·см/см <sup>-2</sup>	$3.5 \cdot 10^{10}$ см <sup>-2</sup>	$1 \cdot 10^{-2}$
Примесные атомы и сегрегации	~3·мкОм·см/ат.%	2.28 ат.%	6.83

Структурные исследования показали, что первые изменения микроструктуры при отжиге стали, полученной СЛП, наблюдаются при 800 °С: контраст на ячейках становится слабее, а границы фрагментов и ванн расплава хорошо вытравливаются (Рис. 5, б). Предположительно, при данной температуре

происходит гомогенизация аустенита – растворяются сегрегации легирующих элементов и атмосферы примесных атомов на сплетениях дислокаций, что приводит к росту дислокационной подвижности. При 900 °С наблюдается принципиальное изменение дислокационной структуры: ячеистая структура исчезает, возникает полигонизованная с плоскими дислокационными границами (Рис. 5, в и б), однако плотность дислокаций сохраняется высокой вплоть до температуры отжига 1000 °С. После отжига при 1100 °С зафиксирована характерная для аустенитных сталей структура с полиэдрическими кристаллами и двойниками отжига (Рис. 5, г).

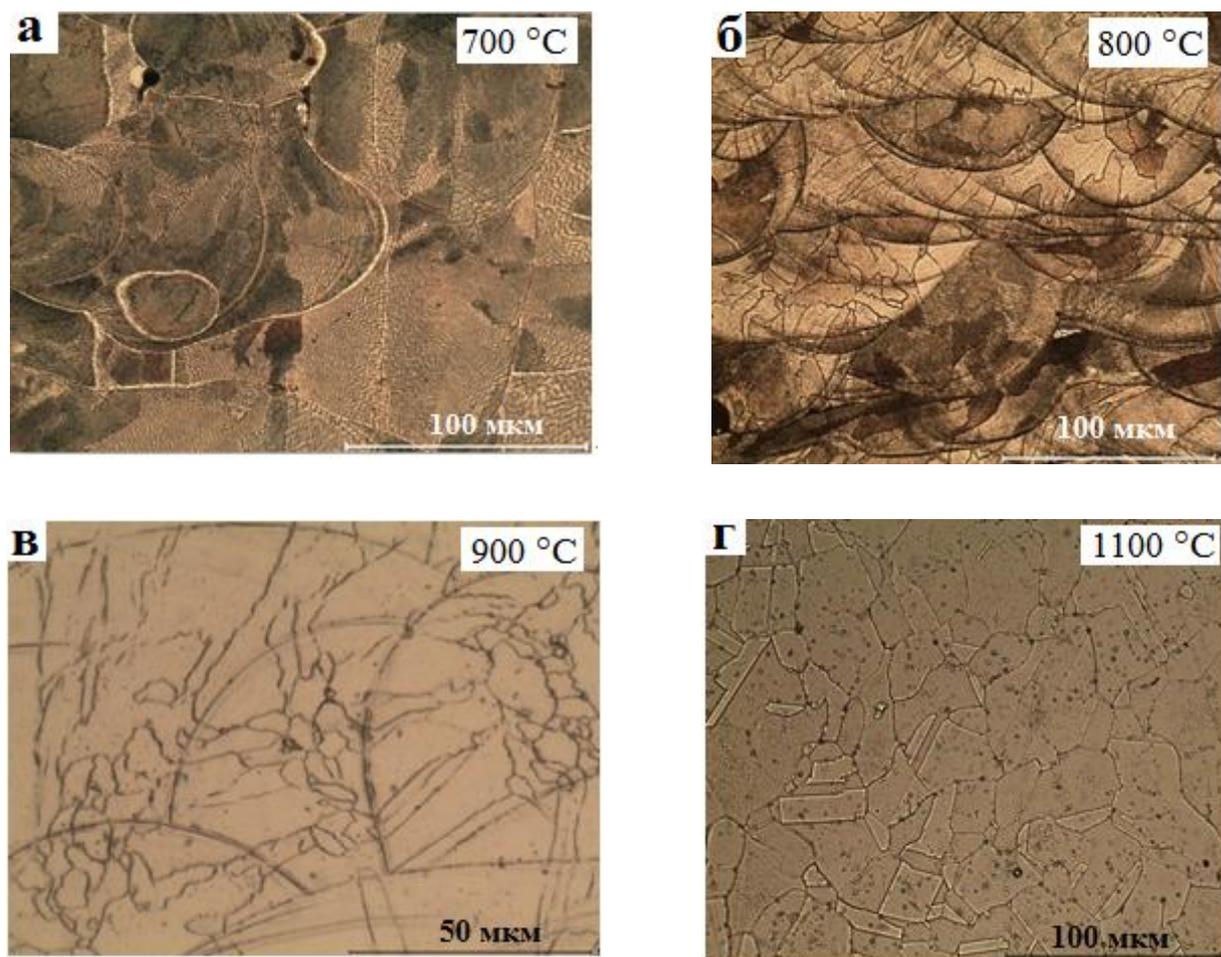


Рис.5. Изменение структуры стали при отжиге

Во всем исследованном температурном интервале сталь сохраняет однофазную аустенитную структуру, причем отжиг при температурах до 1000 °С практически не влияет на ее период решетки  $a_\gamma$  (Рис. 7). Однако дальнейшее повышение температуры приводит к резкому падению значения  $a_\gamma$  с 3.5964 до 3.5870 Å. Согласно результатам микроспектрального рентгеновского анализа излома, при этих температурах из аустенита выделяются оксиды Mn и Si (Рис. 8).

Дифференциальная сканирующая калориметрия показала, что при нагреве исследуемой стали протекают три необратимых экзотермических процесса (Рис. 9). Первый наблюдается при температурах 450÷650 °С и, предположительно,

связан с уходом избыточной концентрации вакансий на стоки; в температурном интервале второго процесса (800÷950 °С) происходит гомогенизация  $\gamma$ -твердого раствора и, как следствие, перестройка дислокационной структуры; при 1050÷1150 °С из  $\gamma$ -твердого раствора выделяются атомы кислорода с образованием оксидных частиц. Оценочный расчет тепловых эффектов, соответствующих данным структурным преобразованиям, дает значения, по порядку величины, совпадающие с наблюдаемыми экспериментально.

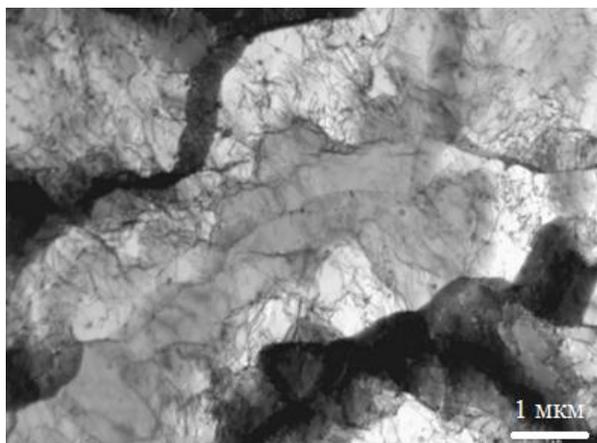


Рис.6.

Полигонизованная структура после отжига 900 °С (просвечивающая электронная микроскопия)

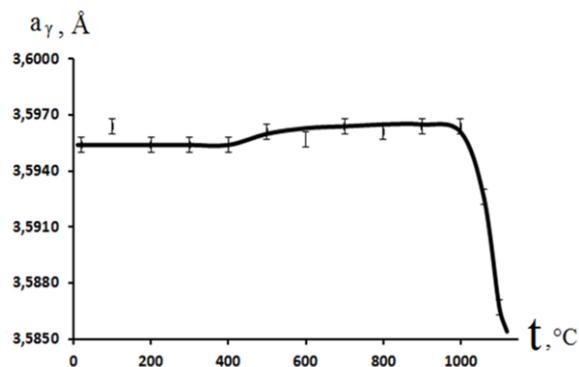


Рис. 7. Изменение периода  $\gamma$ - твердого раствора при отжиге

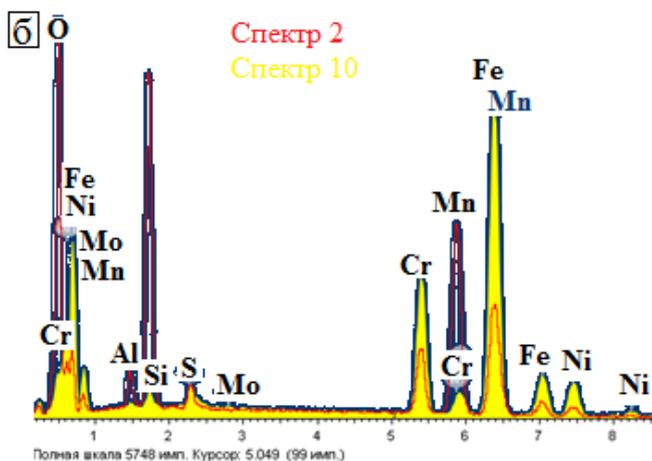
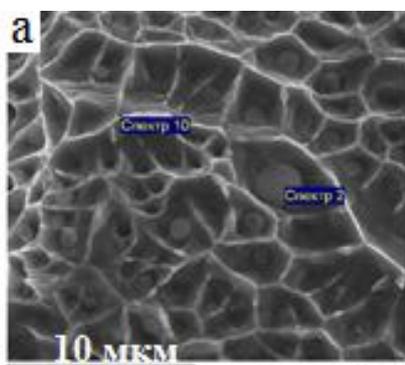


Рис.8.

Микроструктура излома стали, полученной СЛП и дополнительным отжигом при 1100°С (а), и результаты микроспектрального анализа (б)

В параграфе 4.2 приведены результаты определения эксплуатационных характеристик стали после СЛП и дополнительных отжигов. На Рис. 10 и в Таблице 6 представлены зависимости механических характеристик от температуры отжига ( $\sigma_b^*$  – оценочное значение), а на Рис. 11, 12 приведены зависимости электрохимического поведения стали от температуры отжига. Из представленных результатов следует, что при сохранении ячеистой структуры

кристаллизации с объемными сплетениями дислокаций, т.е. до 800 °С уровень механических и коррозионных свойств не меняется и соответствует исходному (после СЛП). Дальнейшее повышение температуры отжига приводит к постепенному понижению прочности и ударной вязкости и повышению электродного потенциала стали; причем после отжига 1200 °С значения этих характеристик достигают уровня закаленной стали.

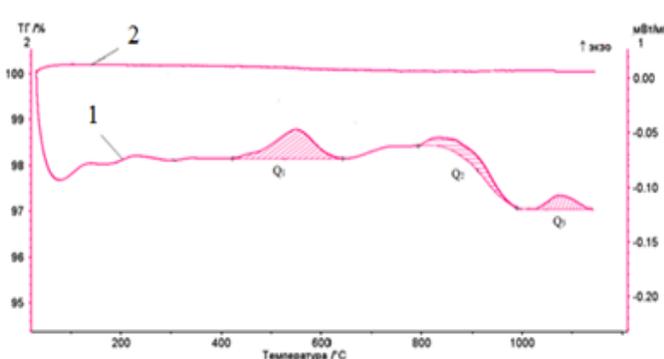


Рис.9.  
Результаты ДСК анализа (1) и термогравиметрии (2)

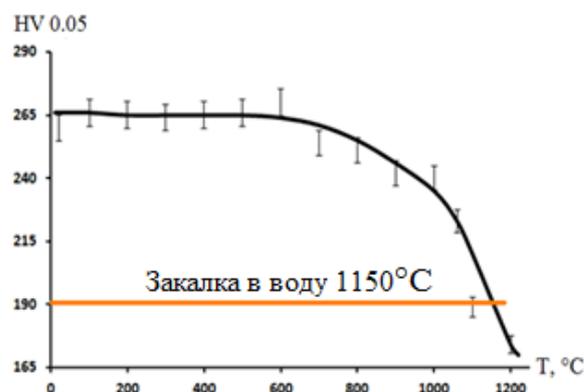


Рис.10.  
Зависимость микротвердости от температуры отжига

Таблица 6.

Изменение прочности и ударной вязкости стали при отжиге

Обработка	HV 0.05	$\sigma_B^*$ , МПа	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>
СЛП	265	850	310
СЛП+отжиг 700°С	255	750	300
СЛП+отжиг 1000°С	225	700	270
СЛП+отжиг 1200°С	175	500	220
Эталон	180	500	180

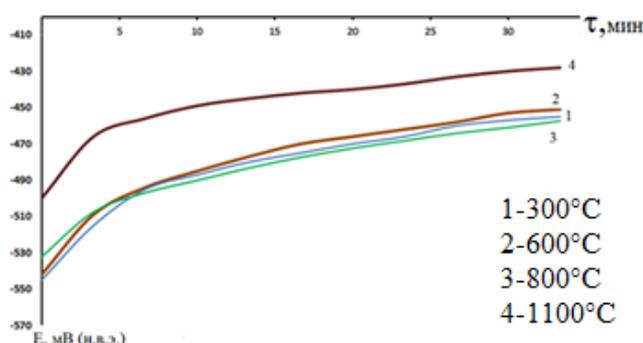


Рис. 11.  
Кинетические кривые установления стационарного электродного потенциала в 3%-ном водном растворе NaCl образцов после СЛП и отжигов

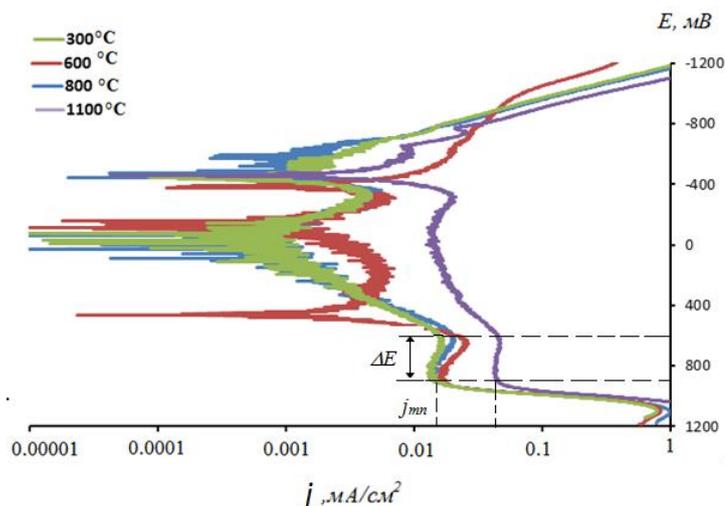


Рис. 12. Поляризационные кривые отожженной стали

На основании проведенных исследований представлены технологические рекомендации получения качественного сложнопрофильного изделия из аустенитной стали 03X17H14M3 с требуемым уровнем свойств (параграф 4.3).

Первым этапом оптимизации комплексной технологии, включающей в себя СЛП и последующую термическую обработку, является выбор параметров СЛП процесса, обеспечивающих минимальную пористость объекта. Известно, что последующая термическая обработка не способна устранить пористость.

Необходимость последующей термической обработки продиктована высоким уровнем остаточных напряжений. Критерием выбора температуры отжига является требуемый уровень механических и коррозионных свойств. Варьируя температуру отжига от 700 до 1200 °С, можно получить целый спектр состояний: от ячеистой структуры с максимальной прочностью до структуры с полиэдрическими кристаллами и уровнем свойств закаленной стали. Таким образом, для достижения максимального уровня механических характеристик ( $\sigma_b=750$  МПа, КСУ=300 Дж/см<sup>2</sup>) при несколько пониженных показателях коррозионной стойкости после СЛП необходимо провести отжиг при 700 °С. Такая технология может быть рекомендована при изготовлении лопаток, форсунок и других деталей, работающих при температурах менее 700 °С. При изготовлении деталей, уровень свойств которых должен соответствовать закаленному состоянию, необходимо выбрать температуру дополнительного отжига 1200 °С. Это могут быть детали лабораторного оборудования, пищевой и целлюлозной промышленности.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Изучены закономерности структурообразования стали 03X17H14M3 при СЛП. Установлено, что ячеистая структура кристаллизации подобна структуре развитой пластической деформации: границы ячеек представляют собой объемные сплетения дислокаций, тогда как в объеме ячеек их плотность значительно ниже.

2. Показано, что в результате СЛП в аустените возникают высокие (соизмеримые с пределом текучести) термические напряжения, что обуславливает необходимость последующей термической обработки. Знак напряжений зависит от сечения образца: в плоскости сканирования лазера действуют растягивающие напряжения около 300 МПа, в направлении роста объекта – сжимающие ~ 250 МПа.

3. Показано, что прочность и ударная вязкость стали, полученной методом СЛП, в 1.5 раза превышает значения закаленного состояния. Основными механизмами повышения механических характеристик являются формирование объемных сплетений дислокаций и их дополнительная блокировка сегрегациями легирующих элементов и атомами азота и кислорода.

4. Установлено, что аустенитная сталь, полученная методом СЛП, сохраняет склонность к самопассивации в 1 %-, 3 %- и 5 %-ных водных растворах NaCl и практически не уступает в 1 %- и 3 %-ных растворах по коррозионным свойствам закаленной стали, что объясняется благоприятным влиянием растворенного в аустените при СЛП азота.

5. Установлено, что ячеистая структура кристаллизации обладает высокой термической стабильностью (до 700 °С). Это связано с блокировкой дислокационных сплетений на границах ячеек сегрегациями легирующих элементов Cr и Mo и атмосферами атомов газовых примесей N и O, существование которых доказано экспериментально.

6. Выявлены температурные интервалы и природа рекристаллизационных процессов, протекающих при нагреве стали: при температурах 450÷650 °С избыточные вакансии уходят на стоки; при 800÷1000 °С происходит гомогенизация  $\gamma$ -твердого раствора с последующей полигонизацией; при 1050÷1200 °С из аустенита выделяется кислород, формируя оксидные частицы.

7. Разработаны технологические рекомендации получения деталей из стали 03X17H14M3 методом СЛП и последующей термической обработки. Показано, что максимальные значения механических свойств достигаются после отжига при 700 °С. Для получения комплекса механических и коррозионных свойств, характерного для закаленной стали, рекомендуется отжиг 1200 °С.

#### **Публикации по теме диссертации:**

1. Аддитивное производство с помощью лазера / Е. В. Цветкова [и др.] // Вестник МГТУ «СТАНКИН». 2011. Т. 17, №4. С. 144-147. (0.4 п.л. / 0.17 п.л.).

2. Ячеистая структура в аустенитных сплавах, полученных методом селективного лазерного плавления / Е. В. Цветкова [и др.] // Перспективные материалы. 2014. №3. С. 55-62. (0.2 п.л. / 0.15 п.л.).

3. Термическая стабильность ячеистой структуры аустенитного сплава, формируемой при селективном лазерном плавлении / Е. В. Цветкова [и др.] // Металлы. 2016. №3. С. 31-39. (0.6 п.л. / 0.5 п.л.).

4. Bazaleeva K., Tsvetkova E., Balakirev E. Recrystallization processes in austenitic alloy produced by selective laser melting // Nanomechanics Science and Technology: An International Journal. 2014. V. 4, № 5. P. 313-322. (0.6 п.л. / 0.5 п.л.).

5. Базалеева К. О., Цветкова Е. В., Балакирев Э.В. Процессы рекристаллизации аустенитного сплава, полученного методом селективного лазерного плавления // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Серия «Машиностроение». 2016. №5. С. 117-127. (0.5 п.л. / 0.4 п.л.)
6. Изучение структурной стабильности аустенитной стали, полученной методом селективного лазерного плавления / Е. В. Цветкова [и др.] // Фотоника. 2015. №6. 54-31. (0.4 п.л. / 0.35 п.л.).
7. Цветкова, Е.В. Базалеева К.О. Структура и свойства аустенитной стали после селективного лазерного плавления // Материалы всероссийской молодежной научной конференции с международным участием «Инновации в материаловедении»: Тез. докл. Москва, 2013. С. 143-145. (0.1 п.л. / 0.07 п.л.).
8. Цветкова Е.В., Базалеева К.О. Термическая стабильность аустенитных сплавов, полученных методом селективного лазерного плавления // Структурные основы модифицирования материалов: Тез. докл. XII Международного семинара МНТ-ХII. Обнинск, 2013. С. 27-28. (0.1 п.л. / 0.07 п.л.).
9. Базалеева К.О., Цветкова Е.В. Аустенитные сплавы, полученные методом селективного лазерного плавления: структура и свойства // Структурные основы модифицирования материалов: Тез. докл. XII Международного семинара МНТ-ХII. Обнинск, 2013. С. 29. (0.1 п.л. / 0.05 п.л.).
10. Цветкова Е.В., Базалеева К.О. Влияние методов объемной лазерной обработки на структуру сплавов // Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов: Тез. докл. III международной научной конференции. Оренбург, 2014. С.87. (0.1 п.л. / 0.06 п. л.).
11. Базалеева К.О., Цветкова Е.В. Селективное лазерное плавление аустенитного сплава Fe-17%Cr-12%Ni-2%Mo-1%Mn-0.7%Si-0.02%C // Структурные основы модифицирования материалов: Тез. докл. XIII Международного семинара МНТ-ХIII. Обнинск, 2015. С.31. (0.1 п.л. / 0.05 п.л.).
12. Базалеева К.О., Цветкова Е.В. Особенности строения аустенитного сплава, полученного методом селективного лазерного плавления // Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов: Тез. докл. Шестой Международной конференции, посвященной 90-летию со дня рождения профессора Ю.А. Скакова. Москва, 2015. С. 89. (0.1 п.л. / 0.08 п.л.).
13. Bazaleeva K., Tsvetkova E. Features of structure and properties of austenitic alloys produced by selective laser melting // Abstracts of papers of the VIII International scientific and technical Conference. Saint-Petersburg, 2015. P. 62. (0.1 п.л. / 0.05 п.л.).