

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСиС»

На правах рукописи

БАСКОВ ФЕДОР АЛЕКСЕЕВИЧ

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО
СПЛАВЛЕНИЯ СЛОЖНОПРОФИЛЬНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ЖАРОПРОЧНЫХ
НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ С ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫМ УПРОЧНЕНИЕМ

Специальность 2.6.5 - Порошковая металлургия и композиционные
материалы

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
Доктор технических наук, профессор
Е.А. Левашов

Москва 2022

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. Аналитический обзор литературы.....	12
1.1 Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС)	12
1.1.1 Механизмы упрочнения и принципы легирования ЖНС	13
1.1.2 Области применения и требования к механическим характеристикам.....	26
1.1.3 Технологические сложности и ограничения при производстве ЖНС.....	31
1.2 Аддитивное производство ЖНС	33
1.2.1 Технологические особенности СЛС.....	35
1.2.2 Феноменология процесса СЛС	38
1.2.3 Характерные дефекты и структурные особенности СЛС-образцов	40
1.3 Методы устранения дефектов и стабилизации структуры	46
1.4 Выводы по литературному обзору и постановка задач диссертационной работы	49
ГЛАВА 2. ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	52
2.1 Характеристики исходных порошков.....	52
2.2 Селективное лазерное сплавление	54
2.3 Горячее изостатическое прессование	57
2.4 Термическая обработка	57
2.5 Механическая обработка.....	57
2.6 Приготовление металлографических шлифов	58
2.7 Оптическая микроскопия.....	58
2.8 Сканирующая электронная микроскопия.....	59
2.9 Просвечивающая электронная микроскопия	59
2.10 Рентгеноструктурный фазовый анализ.....	60
2.11 Дифференциальная сканирующая калориметрия.....	60
2.12 Определение теплофизических свойств	60
2.13 Определение твердости материала	61
2.15 Термомеханические испытания.....	62
2.16 Лазерное 3D-сканирование деталей.....	62
2.17 Компьютерная томография.....	63
ГЛАВА 3. Разработка режимов селективного лазерного сплавления порошков из сплавов ЭП741НП и АЖК.....	64
3.1 Параметрические исследования процесса СЛС для сплава ЭП741НП	64

3.2	Параметрические исследования процесса СЛС для сплава АЖК	70
3.3	Исследование структурных особенностей СЛС- образцов из сплава ЭП741НП	72
3.4	Исследование структурных особенностей СЛС- образцов из сплава АЖК	79
3.5	Физико-механические характеристики СЛС- образцов из сплава ЭП741НП	84
3.6	Физико-механические характеристики СЛС- образцов из сплава АЖК	90
3.7	Выводы по главе 3	94
ГЛАВА 4. Эволюция микроструктуры СЛС- образцов в процессе горячего		
изостатического прессования и термической обработки		
4.1	Особенности структуры СЛС- образцов из сплава ЭП741НП после ГИП и	
	термической обработки	95
4.2	Особенности структуры СЛС- образцов из сплава АЖК после ГИП и термической	
	обработки	107
4.3	Выводы по главе 4	113
ГЛАВА 5 Физико-механические характеристики СЛС- образцов после горячего		
изостатического прессования и термической обработки		
5.1	Статические механические испытания при комнатной и повышенных	
	температурах	114
5.2	Термомеханические свойства	131
5.3	In-situ исследование механизмов взаимодействия дислокаций с нановыделениями	
	при растяжении методами ПЭМ	133
5.4	Push – to – pull исследования структуры и свойств	136
5.5	Выводы по главе	138
ГЛАВА 6. Получение опытных образцов деталей и проведение испытаний		
6.1	Деталь типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП	140
6.2	Деталь типа «эжектор» из сплава АЖК	141
6.3	Результаты сравнительных исследований структуры и свойств деталей, а также	
	технологической цепочки их получения со стандартной технологией гранульной	
	металлургии	143
6.4	Выводы по главе	148
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ		
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ		
ПРИЛОЖЕНИЕ А		
ПРИЛОЖЕНИЕ Б		
ПРИЛОЖЕНИЕ В		
ПРИЛОЖЕНИЕ Г		
ПРИЛОЖЕНИЕ Д		

ВВЕДЕНИЕ

Технология селективного лазерного сплавления (СЛС) является одним из наиболее перспективных аддитивных методов изготовления деталей для авиации и ракетно-космической отрасли. Интерес к методу СЛС обусловлен возможностью изготовления сложнопрофильных деталей с высокой точностью построения и относительно низкой шероховатостью поверхности. Кроме того, СЛС позволяет реализовывать возможности топологической оптимизации деталей и узлов, что способствует улучшению массово-габаритных и функциональных характеристик изделий.

Исследовательские и прикладные работы в области СЛС активно ведутся на протяжении последнего десятилетия и охватывают широкий спектр различных материалов, включая стали, алюминиевые, титановые, интерметаллидные и высокоэнтропийные сплавы. Повышенный интерес для двигателестроения представляют жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС). На сегодняшний день наиболее изученными и промышленно апробированными применительно к технологии СЛС являются зарубежные сплавы Inconel 718 и Inconel 625. Кроме того, в различной степени исследованы сплавы IN738LC, Hastelloy X и CM247LC. Систематические исследования в области СЛС отечественных ЖНС практически отсутствуют. Поэтому для решения проблем импортозамещения были поставлены актуальные задачи по проведению комплексных исследований процессов СЛС отечественных марок ЖНС с улучшенными механическими и эксплуатационными характеристиками.

Объектами исследования данной работы являлись отечественные порошковые жаропрочные никелевые сплавы ЭП741НП и АЖК, используемые для производства дисков, валов и других высоконагруженных элементов газовых турбин. Сплавы ЭП741НП и АЖК характеризуются превосходным сочетанием механических свойств при температурах до 750-850 °С. Традиционной технологией изготовления сложнопрофильных изделий из сплавов ЭП741НП и АЖК является гранульная металлургия, которая заключается в получение сферических порошков методом плазменного центробежного распыления (ПЦР) с последующим горячим изостатическим прессованием (ГИП) в формообразующей оснастке.

Классическая гранульная технология является дорогостоящей и трудоемкой, поскольку, помимо получения сферических порошков заданного химического и гранулометрического состава, включает дополнительные операции проектирования и изготовления капсульной оснастки необходимой геометрической формы и размеров, заполнения капсулы порошком и ее дегазацию, ГИП, удаление материала капсулы с

поверхности заготовки и финишной механической обработки. Переход от гранульной металлургии к технологии СЛС позволит сократить технологическую цепочку изготовления изделий и снизить затраты на производство.

Разработка технологии СЛС является многофакторной задачей, требующей индивидуального подхода к каждому материалу и проведения комплексных исследований структурообразования, что обусловлено спецификой послойного синтеза. Из-за высоких скоростей охлаждения и температурных градиентов материалы кристаллизуются в метастабильном состоянии и характеризуются сильными термическими напряжениями, а также структурной анизотропией. Кроме того, в структуре могут присутствовать дефекты в виде пор, трещин и непроплавленных участков, которые негативно влияют на свойства материала и служебные характеристики изделий.

Уменьшение или полное устранение вышеперечисленных дефектов, а также стабилизация структуры и фазового состава возможны за счет проведения различных операций термической постобработки, в том числе ГИП, отжига и закалки с последующим старением. Таким образом, создание технологий получения сложнопрофильных изделий включает в себя не только разработку режимов СЛС, но и оптимизацию пост-операций, для чего требуется анализ эволюции микроструктуры и свойств материала в зависимости от режимов обработки.

Актуальность диссертационной работы подтверждается выполнением её в соответствии с тематическими планами университета по следующим проектам:

– Проект Российского научного фонда № 19-79-10226 «Разработка нового класса жаропрочных интерметаллидных сплавов и технологий получения узкофракционных порошков для аддитивных технологий производства ответственных деталей газотурбинных двигателей», 2019-2022.

– Государственное задание Министерства науки и высшего образования РФ по проекту 0718-2020-0034 «Разработка иерархически структурированных дискретно-армированных и дисперсно-упрочненных термостабильных материалов для теплонагруженных узлов перспективной ракетно-космической техники» (тема 3164024), 2020-2023.

Целью работы является разработка технологии изготовления сложнопрофильных деталей из перспективных жаропрочных никелевых сплавов ЭП741НП и АЖК методом СЛС с последующими операциями газостатической и термической обработки.

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

1. Разработка технологических параметров процесса СЛС, обеспечивающих формирование образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК с минимальным количеством дефектов.
2. Выявление особенностей формирования структуры сплавов в процессе СЛС, включая исследование анизотропии образцов.
3. Исследование влияния постобработки (горячее изостатическое прессование, закалка, старение) на структуру и свойства СЛС- образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК при комнатной и повышенных температурах.
4. In-situ исследования влияния постобработки на структурно-фазовые превращения при нагреве и деформации в колонне просвечивающего электронного микроскопа СЛС- образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК.
5. Изготовление образцов деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и «эжектор» из сплава АЖК по разработанной технологии СЛС.
6. Испытания образцов деталей с целью установления соответствия геометрических размеров исходным САД-моделям, анализа внутренних дефектов и аттестации механических свойств.

Научная новизна

1. Структура СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК состоит из столбчатых макрозерен, ориентированных в направлении преимущественного теплоотвода перпендикулярно плите построения, а на микроуровне – из колоний сонаправленных первичных осей дендритов, в междендритном пространстве которых формируются фазы Лавеса Cr_2Nb , Co_2Nb , Cr_2Hf .
2. В результате снижения остаточной пористости, залечивания микротрещин, равномерного распределения γ' -фазы размером менее 0,3 мкм, а также выделения карбидов $(\text{Ti},\text{W})\text{C}$, $(\text{Nb},\text{Ti})\text{C}$, Cr_{23}C_6 , $\text{Cr}_{21}(\text{Mo},\text{W})_2\text{C}_6$ внутри и на границе зерен γ - фазы, комплексная постобработка СЛС-образцов сплавов ЭП741НП и АЖК, сочетающая ГИП с ТО (закалка и старение), увеличивает на 34% (до $\sigma_{\text{в}} = 1455$ МПа) предел прочности на растяжение, приводит к 2-кратному росту пластичности (до 21,4 %) и 5-кратному - (до 57 Дж/см²) ударной вязкости, обеспечивая рост прочности на сжатие при $T = 900$ °С до значений $\sigma_{\text{в}} = 1127$ МПа, $\sigma_{0,2} = 763$ МПа, $\sigma_{\text{пц}} = 656$ МПа.
3. Методом ПЭМ высокого разрешения проведены прямые in-situ наблюдения процесса деформации сплавов ЭП741НП, АЖК, полученных сочетанием технологий СЛС, ГИП, ТО. Показано существенное влияние дисперсных выделений карбидов $(\text{Nb},\text{Ti})\text{C}$ и

Сr₂₃С₆ на механизм деформации и разрушения, заключающееся в том, что частицы карбидов создают дополнительное сопротивление движению трещин, способствуя изменению направления их распространения. При этом предел временного сопротивления при растяжении дисперсно-упрочненных сплавов составляет 700 МПа для ЭП741НП и 470 МПа для АЖК.

Практическая значимость

1. Приказом № 0708-01 от 8 июля 2019 г. в АО «Композит» зарегистрировано ноу-хау «Комбинированная технология изготовления объемных заготовок деталей сложной формы из титановых, жаропрочных никелевых сплавов и сплава на основе алюминидов титана для изделий РКТ», составной частью которого является комплексная технология изготовления деталей из ЖНС, включающая СЛС, ГИП и ТО.

2. Разработана технологическая инструкция ТИ ЛДВТ.251514.1387 на процесс изготовления макетных образцов деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор» методом селективного лазерного сплавления из порошков жаропрочных никелевых сплавов.

3. Разработаны и зарегистрированы технические условия ТУ 24.45.21-956-56897835-2022 «Материал из никелевого сплава марки ЭП741НП, изготовленный методом селективного лазерного сплавления» и ТУ 24.45.21-957-56897835-2022 «Материал из никелевого сплава марки АЖК, изготовленный методом селективного лазерного сплавления».

4. Осуществлена апробация энергоэффективной технологии получения макетных образцов деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и деталей типа «эжектор» из сплава АЖК методом СЛС с последующей постобработкой. Установлено, что образцы деталей полностью соответствуют исходной 3D-модели и не содержат критических внутренних дефектов в виде трещин и несплавлений. По механическим свойствам материалы превосходят аналоги, полученные по традиционным технологиям (литье, гранульная металлургия).

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством экспериментальных данных и применением статических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Апробация работы

Основные результаты и положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: VII Международная конференция «Высокочистые наноматериалы и высокочистые вещества» (ФНМ2018, 1-5 октября 2018 г., Суздаль, Россия); 9-я Международная конференция «Лучевые технологии и применение лазеров» (17-19 сентября 2018 г., Санкт-Петербург,); XLV Международная молодёжная научная конференция «Гагаринские чтения – 2019» (16-19 апреля 2019 г., МАИ); Перспективные материалы и технологии: от изобретения до внедрения (26 июня 2019 г. Санкт-Петербург, СПбПУ); Восьмая Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (5-8 ноября 2019 г., НИТУ «МИСиС»); XLVI Международная молодёжная научная конференция «Гагаринские чтения – 2020» (14-17 апреля 2020 г., МАИ); XXVIII Российская конференция по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследования наноструктур и наноматериалов» (РКЭМ2020, 7 - 10 сентября 2020 г. Черногоровка); 14-я международная конференция «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (9-11 сентября 2020 г., Минск, Беларусь); VIII Международная конференция «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (ФНМ2020, 5-9 октября 2020 г., Суздаль, Россия); 12-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка» (7-9 апреля 2021 г., Минск, Беларусь); Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии» (СМПТТ-2021, 21-23 сентября 2021 г., Санкт-Петербург); Девятая Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (22-26 ноября 2021 г., НИТУ «МИСиС»).

Основные положения, выносимые на защиту

1. Взаимосвязь между параметрами процесса СЛС, структурой и свойствами образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК.
2. Эволюция структуры и свойств СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК после проведения ГИП и ТО.
3. Структурно-фазовые превращения, протекающие при нагреве и деформации сплавов ЭП741НП, АЖК в состоянии СЛС+ГИП+ТО.
4. Технология получения сложнопрофильных изделий типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и типа «эжектор» из сплава АЖК методом СЛС.
5. Результаты сравнительных исследований структуры и свойств заготовок, полученных по технологиям СЛС и гранульной металлургии.

Публикации

По материалам диссертации имеется 16 публикации, в том числе 3 статьи в журналах из перечня ВАК и входящих в базы данных Scopus, Web of Science, 12 тезисов докладов в сборниках трудов международных конференций и 1 «Ноу-хау»:

1. Sentyurina Zh.A., Baskov F.A., Loginov P.A., Kaplanskii Y.Y., Mishukov A.V., Logachev I.A., Vychkova M.Y., Levashov E.A., Logacheva A.I. The effect of hot isostatic pressing and heat treatment on the microstructure and properties of EP741NP nickel alloy manufactured by laser powder bed fusion // Additive Manufacturing, 2021, Vol. 37, 101629. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101629>

2. Басков Ф.А., Сентюрина Ж.А., Логачев И.А., Бычкова М.Я., Логачева А.И. Структура и свойства жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП, полученного методом селективного лазерного сплавления // Известия вузов. Цветная металлургия, 2021, Т. 27, No. 2, с. 66–76. <https://doi.org/10.17073/0021-3438-2021-2-66-76>

3. Baskov F.A., Sentyurina Zh.A., Kaplanskii Yu.Yu., Logachev I.A., Semerich A.S., Levashov E.A. The influence of post heat treatments on the evolution of microstructure and mechanical properties of EP741NP nickel alloy produced by laser powder bed fusion // Materials Science and Engineering: A, 2021, Vol. 817, 141340. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141340>

4. Сентюрина Ж.А., Мишуков А.В., Логачев И.А., Логачева А.И., Басков Ф.А. Влияние режимов селективного лазерного сплавления на микроструктуру и механические свойства никелевого жаропрочного сплава ЭП741НП // VII Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Высокочистые наноматериалы и высокочистые вещества» (ФНМ 2018), 1-5 октября 2018 г., Суздаль, Россия / Сборник материалов – М.: ИМЕТ РАН, 2018, с. 193-195.

5. Sentyurina Zh.A., Mishukov A.V., Logachev I.A., Logacheva A.I., Baskov F.A. Effect of hot isostatic pressing and heat treatment on microstructure and mechanical properties of nickel-based alloy EP741NP fabricated by selective laser melting // 9-я Международная конференция «Лучевые технологии и применение лазеров», 17-19 сентября 2018 г., Санкт-Петербург, Программа и тезисы конференции, стр. 72-73.

6. Басков Ф.А. Разработка режимов селективного лазерного сплавления для отечественного жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП// XLV Международная молодёжная научная конференция «Гагаринские чтения – 2019», 16-19 апреля 2019 г., МАИ, сборник тезисов докладов, с. 763.

7. Басков Ф.А., Сентюрина Ж.А., Логачев И.А., Логачева А.И. Эволюция микроструктуры и свойств сплава ЭП741НП, полученного методом СЛС, в процессе последующих ГИП и термообработки// Перспективные материалы и технологии: от

изобретения до внедрения: труды Международной школы молодых ученых, 26 июня 2019 г. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2019. с. 9-10.

8. Басков Ф.А., Сентюрин Ж.А., Логачев И.А., Логачева А.И., Левашов Е.А., Бакланов И.О. Влияние параметров СЛС на микроструктуру и свойства никелевого жаропрочного сплава ЭП741НП//Восьмая Международная конференция «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», 5-8 ноября 2019 г., НИТУ «МИСиС». Сборник тезисов с. 51.

9. Лопатина Ю.В., Басков Ф.А. Влияние ГИП и термической обработки на микроструктуру и свойства сплава ЭП741НП, полученного методом СЛС. XLVI Международная молодёжная научная конференция «Гагаринские чтения – 2020» 14-17 апреля 2020 г., МАИ, сборник тезисов докладов, с. 971.

10. Перминова Ю.С., Басков Ф.А., Афонин А.В. Микрорельеф разрушения образцов из сплава ЭП741НП, полученных методом селективного лазерного сплавления и испытанных на растяжение. XXVIII Российская конференция по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследования наноструктур и наноматериалов» (РКЭМ2020) 7 - 10 сентября 2020 г. Черноголовка/ Сборник с. 230-231.

11. Басков Ф.А., Сентюрин Ж.А., Логачев И.А., Логачева А.И., Левашов Е.А. Исследование анизотропии микроструктуры и свойств никелевого сплава ЭП741НП, полученного методом СЛС. 14-я международная конференция «новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка». 9-11 сентября 2020 г., Минск, Беларусь /Сборник материалов, с. 84-89.

12. Басков Ф.А., Сентюрин Ж.А., Логачев И.А., Капланский Ю.Ю., Логачёва А.И., Левашов Е.А. Влияние ГИП и термической обработки на эволюцию тонкой структуры сплава ЭП741НП, полученного методом СЛС // VIII Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (ФНМ 2020), 5-9 октября 2020 г., Суздаль, Россия / Сборник материалов – М.: ИМЕТ РАН, 2020, с. 340-342.

13. Басков Ф.А., Сентюрин Ж.А., Логачев И.А., Крутиков Н.И., Логачева А.И., Левашов Е.А. Влияние ГИП и термической обработки на структуру и свойства никелевого жаропрочного сплава АЖК, полученного селективным лазерным сплавлением. Сборник докладов 12-го Международного симпозиума «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка», 7-9 апреля 2021 г., Минск, Беларусь, с. 136-141.

14. Басков Ф.А., Сентюрина Ж.А., Логачев И.А., Логачёва А.И., Левашов Е.А. Исследование влияние пост-обработки на структуру и свойства образцов из сплава АЖК, полученных методом селективного лазерного сплавления. Тезисы докладов международной научной конференции «Современные материалы и передовые производственные технологии». 21-23 сентября 2021 г., Санкт-Петербург, с. 222-223.

15. Басков Ф.А., Сентюрина Ж.А., Логачев И.А., Логачёва А.И., Левашов Е.А. Особенности структурообразования образцов из жаропрочного никелевого сплава АЖК, полученных методом СЛС. Сборник тезисов девятой Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов». 22-26 ноября 2021, Москва, с 32.

16. Логачев И.А., Гусаков М.С., Сентюрина Ж.А., Басков Ф.А., Кирьянова А.Н. Ноу-хау: Комбинированная технология изготовления объемных заготовок деталей сложной формы из титановых и жаропрочных никелевых сплавов и сплава на основе алюминиды титана для изделий РКТ. Зарегистрировано в АО «Композит» Приказом № 0708-01 от 8 июля 2019 г.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка использованных источников и 5 приложений. Диссертация изложена на 173 страницах, содержит 53 таблицы, 85 рисунков. Список использованной литературы содержит 168 источников.

ГЛАВА 1. Аналитический обзор литературы

1.1 Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС)

Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) являются классом материалов, широко распространенным в авиационной, ракетно-космической и энергетической отраслях промышленности для изготовления тяжело нагруженных элементов двигателей и энергетических установок [1-3]. Высокая востребованность ЖНС в современном двигателестроении обусловлена превосходным комплексом механических и эксплуатационных характеристик, таких как высокие жаропрочность, усталостная прочность, жаростойкость, износостойкость, кратковременная и длительная прочность при температурах до 800-1100 °С (в зависимости от состава сплава) [4-6].

ЖНС или суперсплавы на никелевой основе, как их принято называть в зарубежной литературе, активно исследуются во всем мире на протяжении последних 90 лет. В соответствии с определением Ч.Т. Симса «суперсплав – это сплав, как правило, на основе элементов VIII группы периодической системы, предназначенный для эксплуатации при повышенной температуре под воздействием сравнительно высоких механических нагрузок в условиях, при которых от материала часто требуется высокая поверхностная стабильность» [7].

Интенсивная разработка никелевых суперсплавов началась в 30-х годах прошлого века в результате развития реактивных двигателей. Основной задачей являлось увеличение тяги двигателя, для чего требовались материалы, способные выдерживать высокие температуры и рабочие напряжения. Разработка новых материалов под требования реактивных двигателей достигалась за счет усложнения химического состава сплавов и усовершенствования производственных процессов.

Одним из главных открытий того времени явилось добавление в состав сплава на основе Cr-Ni небольшого количества Ti и Al, что привело к значительному увеличению сопротивления ползучести [8]. Основываясь на практических результатах этих исследований в дальнейшем все разрабатываемые суперсплавы стали легировать алюминием и титаном, однако научное объяснение их роли в увеличении характеристик сплавов было установлено только в 50-х годах прошлого века с развитием электронной микроскопии, которая позволила обнаружить упрочняющую γ' -фазу и установить ее взаимосвязь с аустенитной матрицей γ -фазы.

Дальнейшие работы по исследованию ЖНС были направлены на расширение номенклатуры легирующих элементов и варьирование их количественной доли. В частности, добавление в состав ЖНС тугоплавких карбидообразующих элементов (Nb, Hf,

W, Mo) способствовало формированию в структуре сплавов дополнительных упрочняющих фаз (γ'' , MC, M₆C, M₂₃C₆ и др.). В результате современные ЖНС представляют собой сложнолегированные системы, в состав которых вводится свыше 10 различных легирующих элементов [9, 10], что способствует сохранению высокого уровня прочностных и эксплуатационных характеристик в широком интервале температур.

1.1.1 Механизмы упрочнения и принципы легирования ЖНС

Высокий уровень прочности промышленных суперсплавов на никелевой основе обусловлен совместным действием различных механизмов упрочнения, среди которых можно выделить твердорастворное упрочнение, дисперсионное твердение и укрепление границ зерен карбидными частицами и микролегирующими добавками. Для понимания принципов реализации перечисленных механизмов необходимо рассмотреть основные структурные особенности ЖНС, а также принципы их легирования.

Матрицей никелевых суперсплавов является аустенитная γ -фаза с ГЦК решеткой, которая представляет собой неупорядоченный твердый раствор легирующих элементов в никеле. Характерной особенностью никеля является возможность его легирования в широких пределах без нарушения фазовой стабильности [7]. В таблице 1 сведены данные о пределах растворимости различных элементов в никелевой матрице, полученные по результатам анализа двойных диаграмм состояния.

Таблица 1 – Максимальная растворимость основных легирующих элементов в никеле в твердом состоянии [11]

Элемент	Предел растворимости		Температура максимальной растворимости, °C
	% вес.	% ат.	
Cr	47	50	1345
Co	Полная растворимость		-
Mo	37,5	27,0	1315
W	40,0	17,5	1500
Nb	20,5	14,0	1270
Fe	Полная растворимость		> 910
Ti	12,5	15,0	1287
Al	11	21	1385
Ta	36,0	15,4	1360
V	39,6	43,0	1200

В таблице 2 приведены величины атомных радиусов никеля и основных легирующих элементов, используемых при создании ЖНС. На основании анализа представленных данных можно заключить, что все рассматриваемые элементы образуют с никелем твердые растворы замещения, а предел их растворимости в никеле уменьшается с увеличением атомного радиуса.

Таблица 2 – Величины атомных радиусов никеля и основных легирующих элементов

Элементы	Ni	Co	Fe	Cr	V	Re	Mo	W	Al	Ti
Атомный радиус, Å	1,24	1,25	1,26	1,30	1,34	1,37	1,39	1,41	1,43	1,47

Механизм твердорастворного упрочнения в случае раствора замещения реализуется за счет увеличения параметра кристаллической решетки, что наглядно продемонстрировано на рисунке 1. Другим эффектом упрочнения является снижения энергии дефектов упаковки, что приводит к повышению сопротивления поперечному скольжению дислокаций в γ -фазе [7, 11]. В области высокотемпературной ползучести при температурах свыше $0,6 T_{пл}$ упрочнение γ -фазы зависит от скорости диффузионных процессов, поэтому при высоких температурах наибольшим упрочняющим эффектом обладают элементы W и Mo с наименьшими коэффициентами диффузии.

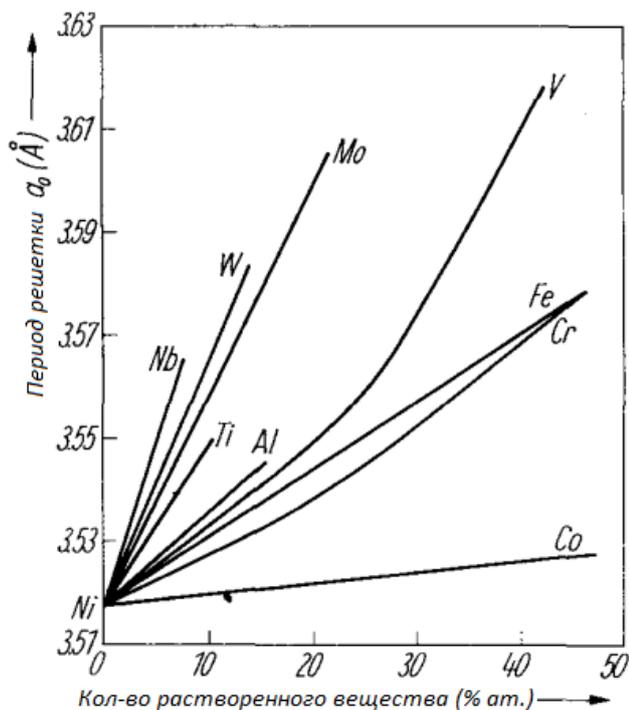


Рисунок 1 – Влияние количества растворенного вещества на период решетки твердого раствора на никелевой основе [11]

Основной упрочняющей фазой ЖНС является интерметаллидная γ' -фаза на основе Ni_3Al , которая имеет упорядоченную гранцентрированную кубическую кристаллическую структуру типа $L1_2$ (структурный тип Cu_3Au) с пространственной группой Pm-3m (221) [12]. Период решетки упрочняющей γ' -фазы ($\sim 3,567 \text{ \AA}$) близок к параметру решетки матричной γ -фазы ($3,524 \text{ \AA}$). Сверхструктура γ' -фазы отличается высокой энергией упорядочивания и, как следствие, способностью сохранять дальний порядок вплоть до температуры перитектики ($\sim 1385 \text{ }^\circ\text{C}$).

В промышленных никелевых сплавах γ' -фаза имеет более сложный химический состав в результате частичного замещения атомов Ni и Al в кристаллической решетке легирующими элементами - компонентами сплава. При этом более электроположительные элементы (Ti , Ta , Nb) замещают атомы Al , а относительно электроотрицательные элементы (Co , Cu) замещают атомы Ni [7]. Атомы Fe , Mo и Cr могут замещать как Ni , так и Al , распределяясь между этими элементами примерно пополам [11]. В результате γ' -фаза представляет собой твердый раствор легирующих элементов в Ni_3Al и зачастую обозначается химической формулой $(\text{Ni}, \text{Co})_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb})$.

Характерной особенностью γ' -фазы является аномальная температурная зависимость предела текучести, который при увеличении температуры сначала возрастает, достигая максимума в районе $550\text{-}800 \text{ }^\circ\text{C}$, а затем уменьшается [13]. Положение максимума зависит от стехиометрии интерметаллидного соединения и степени его легирования.

Нетипичное деформационное поведение γ' -фазы, как и в случае с рядом других сверхструктур типа $L1_2$, обусловлено особым механизмом дислокационного движения [1, 14]. При пластической деформации γ' -фазы дислокациям энергетически выгодно образовывать сверхдислокации с вектором Бюргерса $a \langle 110 \rangle$, двигаясь парами. При этом сверхдислокация в процессе движения может расщепляться либо на две полные дислокации $a/2 \langle 110 \rangle$, либо на сверхчастичные дислокации $a/3 \langle 112 \rangle$. В первом случае частичные дислокации связаны плоской антифазной границей, во втором – полосами дефектов упаковки. Процессы расщепления сверхдислокаций зависят от энергии антифазных границ и дефектов упаковки, что в свою очередь определяется легированием сплава. Например, энергия дефектов упаковки снижается за счет легирования γ' -фазы хромом [14]. При ползучести в γ' -фазе образуются сверхструктурные комплексы: дефекты упаковки типа вычитания – дефект упаковки типа внедрения. Образование такого сверхструктурного комплекса тормозит развитие деформации и повышает прочность γ' -фазы. Другим механизмом упрочнения γ' -фазы является расщепление сверхдислокации $a \langle 110 \rangle$ на две дислокации $a/2 \langle 110 \rangle$, при котором одна из дислокаций покидает октаэдрическую плоскость скольжения $\{111\}$ и переходит на другую кубическую $\{110\}$, а

вторая вновь образует антифазную границу для своего скольжения на плоскости {111}. В совокупности эти две дислокации образуют заторможенный комплекс. Количество таких комплексов зависит от температуры, так как при увеличении температуры увеличивается вероятность перехода участков сверхдислокаций на новую плоскость вследствие термических флуктуаций. Таким образом, с повышением температуры увеличивается количество заторможенных комплексов и, следовательно, увеличивается сопротивление деформации.

Главным механизмом упрочнения ЖНС, обеспечивающим их стабильную работоспособность в широком интервале температур, является механизм дисперсионного твердения. Дисперсионно-упрочненная структура сплавов формируется в результате распада пересыщенного твердого раствора и выделения мелкодисперсных частиц γ' -фазы, имеющих когерентную связь с матрицей γ -фазы. Наличие когерентной связи между матрицей сплава и упрочняющими частицами приводит к повышению напряжений и резкому увеличению коэрцитивной силы, а, следовательно, к увеличению усилий, необходимых для перемещения дислокаций через поверхность раздела. В результате происходит значительное повышение сопротивления ползучести [15].

Прочностные характеристики дисперсионно-твердеющих сплавов зависят от объемной доли, размера частиц упрочняющей фазы и расстояния между ними. При этом расстояние между частицами прямо пропорционально размеру частиц и обратно пропорционально квадратному корню из объемной доли дисперсной фазы [14]. В общем случае прочность дисперсионно-упрочненного сплава можно описать следующим уравнением [1]:

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{c\sqrt{f}}{d} \quad (1)$$

где σ_0 – временное сопротивление матрицы;

c – константа, учитывающая вектор Бюргерса и модуль сдвига матрицы;

f – объемная доля выделений;

d – размер частиц.

Из уравнения (1) следует, что увеличение объемной доли упрочняющей фазы и уменьшение ее размера способствует повышению прочности сплавов. Влиять на количественные и размерные характеристики γ' -фазы в ЖНС возможно посредством варьирования химического состава сплава, а также за счет изменения условий его кристаллизации и последующих термических и/или термомеханических обработок.

Дополнительным объектом исследования в области ЖНС является морфология γ' -фазы, которая определяется величиной несоответствия кристаллических решеток (мисфит) γ/γ' -фаз. Мисфит δ рассчитывается по следующей формуле [16]:

$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \cdot 100 \% \quad (2)$$

где δ – мисфит, %;

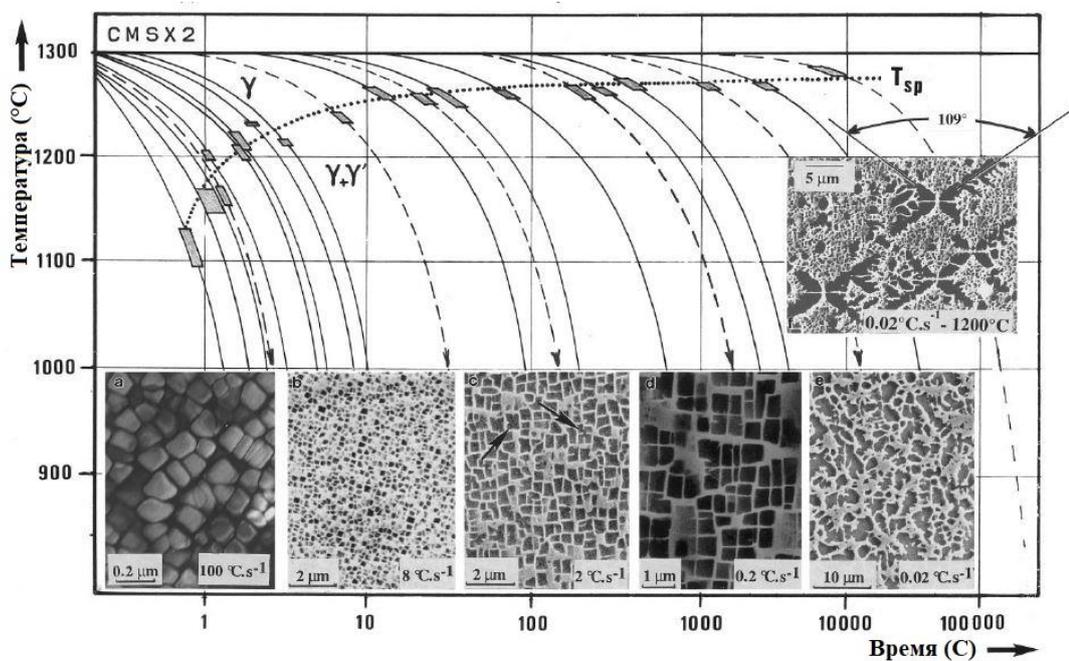
$a_{\gamma'}$ – параметр решетки γ' -фазы, Å;

a_{γ} – параметр решетки γ -фазы, Å.

В одной из первых работ по исследованию зависимости формы частиц γ' -фазы от мисфита было установлено, что при величине несоответствия от 0 до 0,2 % γ' -фаза имеет сферическую морфологию, при значении от 0,5 до 1 % частицы приобретают кубическую форму и при значении выше 1,25 % γ' -фаза имеет пластинчатую форму [17]. Затем данный вопрос многократно исследовался применительно к различным промышленным никелевым суперсплавам [18-22]. В результате комплексных исследований установлено, что на величину несоответствия решеток влияют упругие искажения, возникающие при термомеханических обработках, а также в процессе последующей эксплуатации сплавов. В частности, в ряде работ установлен механизм потери когерентности между γ/γ' -фазами, основанный на миграции дислокаций из карбидов и субграниц зерен при высоких температурах или при достаточно длительном старении [23, 24].

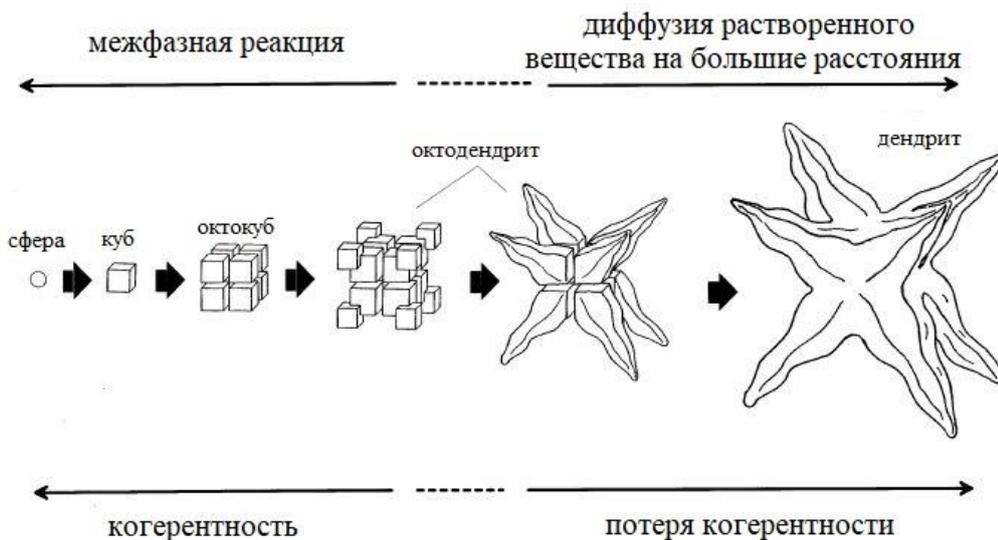
В работе [25] проводилось экспериментальное исследование фазового превращения $\gamma \leftrightarrow \gamma + \gamma'$ в коммерческих никелевых суперсплавах с целью установления зависимости эволюции микроструктуры от условий термической обработки. На рисунке 2 а представлены кривые непрерывного охлаждения для сплава CMSX-2, а также фотографии микроструктур, полученные при различных условиях охлаждения. Все микроструктуры характеризуются высокой объемной долей γ' -фазы, однако распределение упрочняющих частиц по форме и размерам сильно зависит от скоростей охлаждения твердого раствора. При скоростях охлаждения выше 150 °C/с частицы γ' -фазы преимущественно округлой формы с близкими размерами. Для скорости охлаждения 150 °C/с γ' -выделения имеют форму, близкую к кубической. При скорости охлаждения 2 °C/с в микроструктуре наблюдаются частицы кубической формы, агломераты из кубических частиц, а также частицы промежуточной более сложной формы. При скоростях охлаждения от 0,5 до 0,1 °C/с микроструктура представлена довольно крупными кубическими частицами первичной γ' -фазы. Дальнейшее уменьшение скоростей охлаждения приводит к укрупнению

первичных γ' -частиц, а также к усложнению их формы до дендритной. Помимо первичных выделений γ' -фазы для всех исследованных образцов с использованием метода просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) выявлено формирование более мелких частиц вторичной γ' -фазы. При этом зафиксировано увеличение объемной доли вторичных выделений с уменьшением скорости охлаждения.



а)

Процесс роста контролируется



б)

Рисунок 2 – Дилатометрические кривые охлаждения с фотографиями микроструктур для сплава CMSX-2 при различных скоростях охлаждения (а) и схема последовательных изменений формы γ' -выделений (б) в ходе структурной эволюции [25]

Таким образом, по результатам работы [25] зафиксирована следующая закономерность эволюции формы γ' -выделений с уменьшением скорости охлаждения: сфера \rightarrow куб \rightarrow октокуб \rightarrow октодендрит \rightarrow дендрит. На рисунке 2 б представлены схематические изображения рассматриваемых морфологий. Низкие скорости охлаждения способствовали формированию небольшой плотности зародышеобразования и создавали условия для свободной эволюции первичных γ' -частиц до дендритной формы, что сопровождалось потерей когерентности γ/γ' -решеток. Влияние скорости охлаждения на размер и форму γ' -фазы также рассматривалось в ряде других работ по исследованию никелевых суперсплавов [26-28].

Эксплуатация изделий из ЖНС осуществляется преимущественно при высоких температурах, зачастую в условиях термоциклических нагрузок. Так как ключевым аспектом в работоспособности никелевых суперсплавов является наличие двухфазной дисперсионно-упрочненной структуры, проведение исследований по изучению ее стабильности в зависимости от условий эксплуатации является важной научно-технической задачей.

Критической температурой для ЖНС является температура начала растворения γ' -фазы, при переходе через которую начинается интенсивная деградация двухфазной структуры и уменьшение объемной доли упрочняющих частиц [29, 30]. Как правило, температура начала растворения γ' -фазы находится в интервале 1100-1200 °С и зависит от системы легирования и количества легирующих элементов.

Помимо растворения γ' -фазы негативный эффект может иметь изменение ее размеров и морфологии. Так, длительные выдержки при температурах свыше 0,6 $T_{пл}$ способствуют укрупнению частиц γ' -фазы. Взаимосвязь между размером частиц и условиями эксплуатации сплава (температура, выдержка) можно описать формулой [7]:

$$h^3 = 64\gamma_e DC_e V_m^2 t / 9RT \quad (3)$$

где h – размер частиц;

γ_e – удельная энергия поверхности раздела γ/γ' -фаз;

D – коэффициент диффузии компонентов γ' -фазы в γ -фазе;

C_e – равновесная молярная концентрация компонентов γ' -фазы в γ -фазе;

V_m – молярная доля γ' -фазы;

t – время выдержки;

R – газовая постоянная;

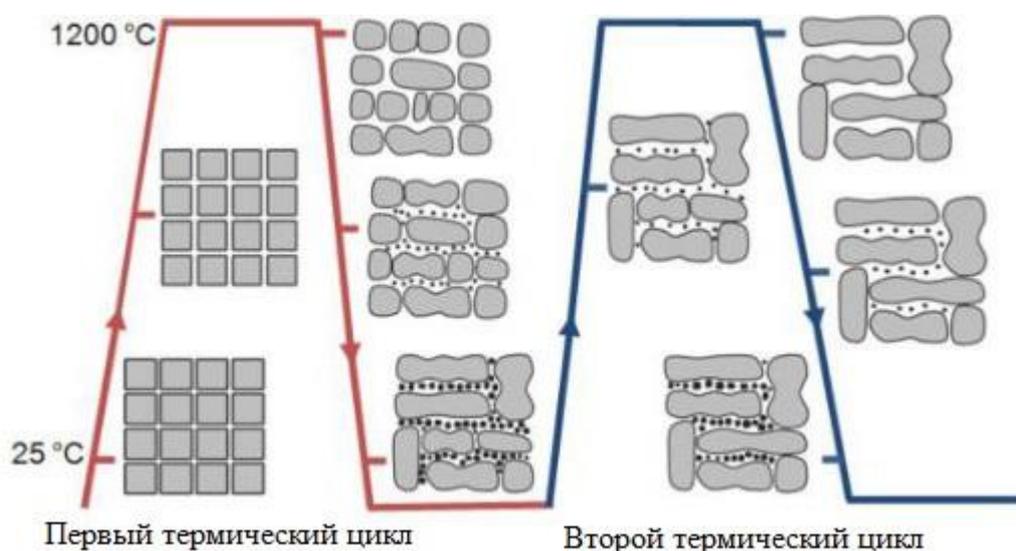
T – температура выдержки.

В уравнении (3) следует обратить внимание на характеристики γ_e , D , C_e , величина которых зависит от природы легирующих элементов, растворяемых в γ/γ' -фазах. Таким образом, одной из важных практических задач легирования ЖНС является сдерживание роста частиц γ' -фазы при повышении температуры эксплуатации сплава. Эффективными способом решения данной задачи является легирование Cr, способствующим снижению скорости роста γ' -фазы, а также совместное легирование Co и Mo или Mo и W. Кроме того, положительный эффект зафиксирован при легировании Nb от 2 до 5 %.

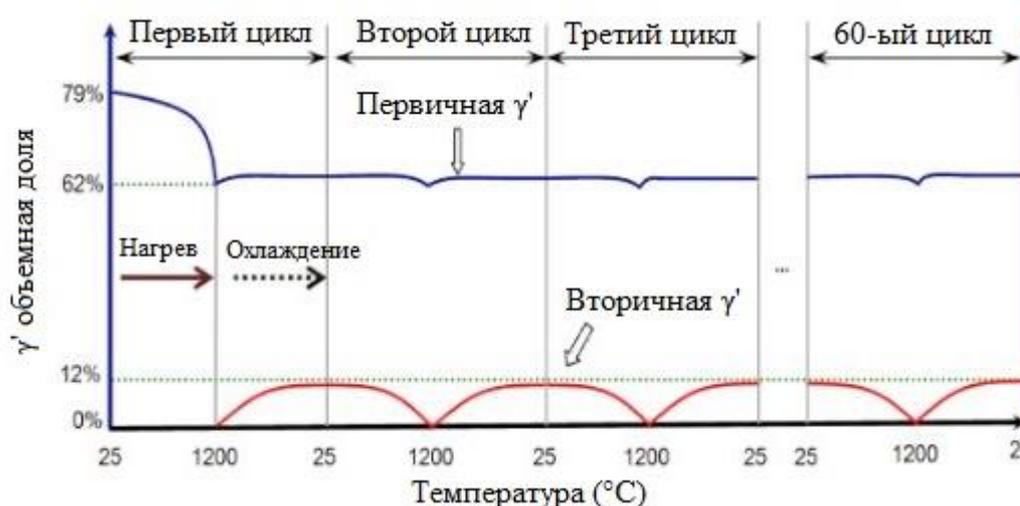
Авторами работы [16] исследована эволюция микроструктуры никелевого сплава SCA4 в процессе термоциклирования (до 60 циклов) в интервале температур от 25 до 1200 °C. На рисунке 3 схематично представлены диаграмма эволюции микроструктуры исследуемого сплава и график изменения объемной доли γ' -фазы в процессе термоциклирования. В исходном состоянии сплав характеризовался высокой объемной долей когерентных кубических выделений γ' -фазы размером до 0,5 мкм. При первичном нагреве сплава до 1200 °C наблюдалось увеличение прослоек γ -фазы с ~ 90 до ~ 420 нм, округление частиц γ' -фазы из-за их частичного растворения и уменьшение объемной доли γ' -фазы с ~ 79 % до ~ 62 %. Аналогичные результаты получены в работе [31] для ряда монокристаллических суперсплавов на никелевой основе.

При последующем охлаждении в прослойках из пересыщенной γ -фазы выделялись многочисленные мелкодисперсные частицы вторичной γ' -фазы, что хорошо согласуется с результатами работ [32-34]. По мере снижения температуры происходило укрупнение частиц вторичной γ' -фазы. В результате после первого цикла структура сплава представлена бимодальным распределением частиц первичной и вторичной γ' - фаз. Авторами отмечается, что образование вторичной γ' -фазы возможно только в том случае, если ширина прослойки γ -фазы составляет не менее 100 нм. В тонких прослойках достигается меньшая степень пересыщения раствора, что существенно ограничивает или полностью подавляет сверхтонкое зародышеобразование γ' -фазы в матричной γ -фазе.

Последующие циклы нагрева и охлаждения не приводили к существенным изменениям микроструктуры и количественной доли фаз. Так, объемная доля первичных γ' -выделений оставалась примерно постоянной после первого термоцикла. Частицы вторичной γ' -фазы в каждом термическом цикле полностью растворялись при достижении температуры 1200 °C, а при охлаждении температуры до комнатной их объемная доля увеличивалась до ~ 12 %. Также стоит отметить, что ширина прослойки γ -фазы, увеличившаяся при первом нагреве, при проведение последующих циклов практически не изменялась. Таким образом, можно заключить, что материал приходит к термодинамическому равновесию после первого термического цикла.



а)



б)

Рисунок 3 – Схематичная диаграмма эволюции микроструктуры в процессе нескольких термических циклов (а) и изменение объемных долей первичных и вторичных выделений γ' -фазы (б) в ходе термоциклирования [16]

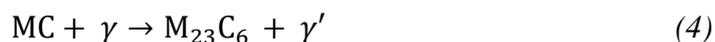
Помимо матричной γ -фазы и упрочняющей γ' -фазы важной структурной составляющей ЖНС являются карбиды, которые необходимы для повышения сопротивления высокотемпературной деформации. Карбиды выделяются преимущественно по границам зерен, затормаживая диффузионные процессы и миграцию дислокаций, что приводит к закреплению границ зерен и повышению сопротивления ползучести [11]. Кроме того, карбиды обладают рафинирующими свойствами, концентрируя в себе такие нежелательные для никелевой матрицы элементы, как сера, фосфор и сурьма [15].

При разработке современных ЖНС содержание углерода колеблется в диапазоне от 0,03 до 0,08 % мас. для деформируемых сплавов и от 0,12 до 0,17 % мас. для литейных сплавов [1]. Уменьшение концентрации углерода в сплавах до значений менее 0,03 % мас. нежелательно, так как это оказывает негативный эффект на показатели долговечности и длительной прочности [35]. Высокое содержание углерода в составе ЖНС способствует выделению карбидов в виде непрерывных сетей, что приводит к значительному уменьшению пластичности и сопротивления разрушению сплава, так как карбиды являются концентратором напряжений и источником зарождения трещин.

Упрочняющий карбидный эффект зависит от типа карбидных соединений, их количества, морфологии и распределения в структуре сплава. Все эти факторы, как правило, определяются составом сплава, режимами термической обработки, температурно-временными условиями эксплуатации и уровнем действующих напряжений [36, 37]. Оптимальные жаропрочные свойства достигаются в случае, когда карбиды присутствуют в виде дискретных частиц, равномерно распределенных по границам зерен. Для сложнoleгированных ЖНС наиболее характерно формирование карбидов типа MC , $M_{23}C_6$ и M_6C , основой которых могут являться такие карбидообразующие элементы как Ta, Nb, Hf, Ti, W, Cr, Mo.

Карбиды типа MC образуются при кристаллизации расплава в результате простой реакции между карбидообразующими элементами и углеродом, склонным к сильной ликвации [38]. Карбиды MC , как правило, зарождаются в междендритном пространстве и распределяются в виде дискретных частиц по границам и внутри зерен. Плотная ГЦК структура обеспечивает карбидам типа MC высокую прочность и химическую устойчивость. Классическими примерами таких соединений являются TiC , TaC , NbC , HfC . При этом атомы карбидообразующих элементов могут замещать друг друга, образуя более сложные соединения, например, $(Ti,Nb)C$. Карбиды типа MC отличаются высокой стабильностью при низких температурах, однако имеют тенденцию к вырождению во вторичные карбиды $M_{23}C_6$ и M_6C при более высоких температурах [39]. Зачастую процессы распада инициируются растворением в решетке атомов менее реакционноспособных металлов (Mo, W, Ni, Cr), диффундирующих из γ -фазы, что приводит к уменьшению прочности межатомных связей [40].

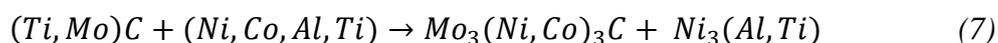
Карбиды $M_{23}C_6$ играют решающую роль в упрочнении ЖНС, подавляя движение дислокаций и зернограницное проскальзывание. Обычно они выделяются на границах зерен в сплавах с высоким содержанием хрома. В большинстве промышленных ЖНС образование карбидов $M_{23}C_6$ происходит в интервале температур от 760 до 980 °C в соответствии со следующими реакциям [38]:



Как правило, основой карбидного соединения $M_{23}C_6$ в ЖНС является карбид $Cr_{23}C_6$, в котором часть атомов хрома может замещаться Mo, Ni, Co, Ti, W или Nb в зависимости от состава сплава и термической обработки [11]. Пример такого замещения приведен в формуле (5). Карбиды типа $M_{23}C_6$ сохраняют устойчивость до температур 1050-1070 °С при температуре растворения около 1100 °С.

Карбиды типа M_6C образуются при более высоких температурах в сплавах, где содержание молибдена и вольфрама составляет от 6 до 8 % мас. Карбиды типа M_6C выделяются как в теле зерен, так и по их границам. Образование карбидов данного типа может быть реализовано по двум механизмам [38]:

– в результате протекания реакции (6) - (7):



– по реакции (8) - (9):



Тип протекающей реакции зависит от легирования сплава и его термической обработки. Карбиды типа M_6C являются более термодинамически стабильными соединениями, чем $M_{23}C_6$, и сохраняют свою устойчивость до 1250 °С [41]. Карбиды M_6C обычно выделяются по границам зерен в виде дискретных частиц, похожих на карбиды $M_{23}C_6$. Однако в некоторых случаях карбиды M_6C могут иметь игольчатую морфологию или выделяться в виде зернограницной сетки, что может охрупчивать сплав.

Для дополнительного упрочнения ЖНС зачастую легируют бором в небольших количествах. Формирующиеся в результате такого легирования бориды способны выступать в качестве сорбента и поглощать вредными примеси олова, свинца, висмута, а также кислорода. Бориды типа M_3B_2 выделяются по границам зерен, что способствует

замедлению зернограницной диффузии и снижению поверхностной энергии границ зерен. В результате повышается когезионная прочность границ зерен, что способствует увеличению жаропрочности и длительной прочности сплавов [42, 43]. Положительное влияние бора объясняется также искривлением границ зерен и изменением морфологии карбидов. В области ЖНС бор и редкоземельные металлы относят к классу микролегирующих элементов, поскольку значительное улучшение эксплуатационных характеристик сплавов достигается при легировании данными элементами в микродозах. Например, введение микродобавок бора, церия и циркония не только повышает время до разрушения при 800 °С в 4-6 раз, но и увеличивает термостойкость литых деталей в 1,5-2 раза. При этом массовая доля бора в никелевых суперсплавах составляет 0,005 – 0,02 % [11]. Легирование ЖНС микролегирующими элементами в избыточном количестве приводит к охрупчиванию сплава.

Усложнение легирования сплавов может приводить к образованию нежелательных α -фаз (α -Cr, α -Mo, α -W или α -фаз смешанного состава), формирование которых приводит к обеднению твердорастворной матрицы γ -фазы и, как следствие, к уменьшению высокотемпературной прочности и сопротивления ползучести сплавов [1]. Другими нежелательными структурными элементами являются топологически плотноупакованные фазы (ТПУ) – различные интерметаллидные фазы с высокой твердостью, условия формирования которых определяются характером легирования сплава. Образование ТПУ фаз в структуре оказывает негативное влияние на пластичность и длительную прочность сплава, так как ТПУ фазы являются концентраторами напряжений и источником зарождения трещин [44]. Условия формирования ТПУ фаз и их влияние на характеристики сплава достаточно подробно исследовались при разработке отечественных сплавов в работах [45-48].

Таким образом, исходя из анализа основных структурных составляющих ЖНС все легирующие элементы условно можно разделить на четыре группы по назначению:

- элементы, упрочняющие матричную γ -фазу (Co, Cr, Mo, W, Re, V, Ru);
- элементы, необходимые для создания и упрочнения γ' -фазы (Al, Ti, Ta, Nb, V, Hf);
- карбидообразующие элементы (Ti, Ta, Hf, Nb, V, W, Mo, Cr);
- микролегирующие добавки (C, B, Zr, La, Ce, Y).

В таблице 3 представлены обобщенные данные по назначению самых распространенных легирующих элементов для суперсплавов на никелевой основе [49]. Состав сплава подбирается исходя из области назначения и условий эксплуатации планируемых изделий. Как правило, для деформируемых сплавов используются менее легированные составы, чем для литейных. Сплавы с наиболее сложными составами получают методами порошковой металлургии.

Таблица 3 – Функции легирующих элементов в современных жаропрочных никелевых сплавах и их присутствие в составе основных фаз [1, 49]

Элемент	Основные функции
Кобальт	Твердорастворное упрочнение, расширение температурного интервала для осуществления термической и деформационной обработки, повышение стойкости к солевой коррозии. В основном входит в состав γ -фазы.
Хром	Твердорастворное упрочнение, дополнительное упрочнение карбидами, повышение стойкости к высокотемпературной газовой и сульфидной коррозии, увеличение сопротивления росту усталостной трещины. В основном входит в состав γ -фазы. Кроме того, присутствует в карбидах $M_{23}C_6$ и ТПУ-фазах.
Тантал	Образование и повышение стабильности γ' -фазы, увеличение сопротивления ползучести и сопротивление роста усталостной трещины. В основном входит в состав γ' -фазы. Является карбидообразующим (МС) элементом.
Вольфрам	Твердорастворное упрочнение и повышение стабильности γ' -фазы, увеличение сопротивления высокотемпературной ползучести, дополнительное карбидное упрочнение. Входит в состав γ' -фазы и (в меньшей степени) в γ -фазу. Является элементом, образующим карбиды M_6C , $M_{23}C_6$ и ТПУ-фазы.
Молибден	Твердорастворное упрочнение и упрочнение γ' -фазы. Входит в состав γ и γ' -фаз в соотношении $\sim 2:1$. Образует карбиды $M_{23}C_6$ и ТПУ-фазы.
Цирконий	Повышение пластичности, снижение скорости роста усталостной трещины (при малой концентрации). В основном образует тугоплавкие соединения с кислородом.
Ниобий	В больших количествах повышает сопротивление ползучести. В основном входит в состав γ' -фазы, образует карбиды МС.
Алюминий	Основной γ' -образующий элемент. Создает тугоплавкие соединения с кислородом.
Титан	Основной γ' -образующий элемент. Создает дополнительное упрочняющую фазу на основе карбида типа МС.
Углерод	Карбидное упрочнение, контроль роста зерен при повышенных температурах. Образует карбиды МС, $M_{23}C_6$ и M_6C .
Бор	Упрочнение боридами, улучшение состояния межфазных и межзеренных границ. Образует бориды M_3B_2 , M_5B_3 , M_2B .

Элемент	Основные функции
Гафний	Снижение скорости роста усталостной трещины, совершенствование морфологии карбидов. В основном входит в состав γ' -фазы, образует карбиды типа MC.
Рений	Эффективный упрочнитель γ - твердого раствора. Входит в состав γ -фазы, образует ТПУ-фазы.
Рутений	Упрочняет сплав. Входит почти в одинаковом количестве в состав γ и γ' -фаз, снижает опасность образования ТПУ-фаз.

1.1.2 Области применения и требования к механическим характеристикам

Жаропрочные никелевые сплавы являются основой для современного двигателестроения. На их долю приходится до 40-50 % от общего веса авиационных и ракетных двигателей [2, 50-51]. На рисунке 4 представлена схема современного газотурбинного двигателя (ГТД) с указанием характерных материалов, из которых изготавливаются его основные компоненты. Наибольшая доля использования ЖНС приходится на изготовление наиболее нагруженных элементов: дисков, лопаток и камер сгорания.

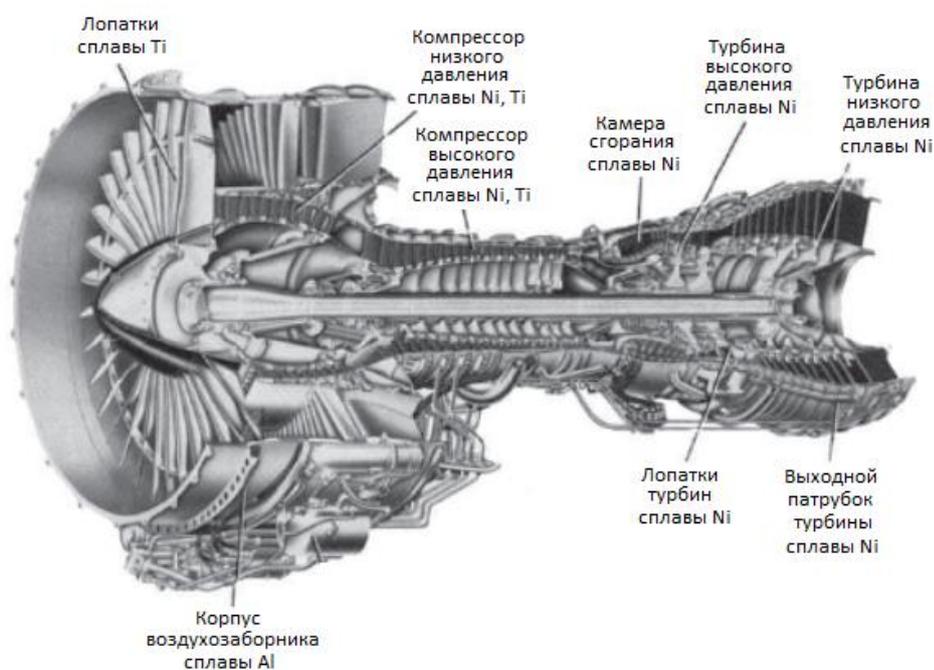


Рисунок 4 – Схема газотурбинного двигателя [52]

Камеры сгорания

В камерах сгорания в результате горения топлива при высоких температурах осуществляется формирование горячего газового потока, который перенаправляется в турбину [53]. Камеры сгорания, как правило, представляют собой кольцеобразный узел, состоящий из внешнего и внутреннего кожухов, между которыми имеется полость или система каналов для подачи воздуха. Охлаждение материала камеры сгорания осуществляется посредством подачи потока охлаждающего газа через перфорированные отверстия на внутреннем кожухе [1]. Эффективность процесса охлаждения металла зависит от параметров охлаждающего газа, толщины стенки камеры, теплопроводности металла и толщины слоя сажи (нагара). Дополнительно на внутреннюю поверхность камеры сгорания наносят теплозащитные отражающие покрытия (жаростойкие покрытия, керамические покрытия, эмали). В результате описанного комплексного подхода достигается снижение температуры материала камеры по сравнению с температурой пламени более, чем на 850 °С.

В процессе эксплуатации материал камеры сгорания подвергается высокотемпературным статическим нагрузкам, а также значительным термическим напряжениям, обусловленным прохождением горячего газового потока с одной стороны и охлаждающего воздуха – с другой. В результате воздействия высокотемпературных нагрузок интенсифицируются процессы ползучести материала, а термические напряжения могут приводить к формированию термоусталостных трещин и короблению изделия [54]. При этом степень коробления прямо пропорционально зависит от термического коэффициента линейного расширения (ТКЛР). Также в процессе горения топлива возникают периодические колебания давления, что приводит к малоцикловым силовым нагрузкам.

Таким образом, исходя из условий эксплуатации, к материалам камер сгорания предъявляются следующие требования: высокая жаростойкость, хорошие показатели высокотемпературной длительной, усталостной и термоусталостной прочности, высокая теплопроводность и, по возможности, низкий ТКЛР. Кроме того, для обеспечения технологичности при изготовлении камер сгорания материал должен быть свариваемым и деформируемым.

Направляющие (сопловые) лопатки

Сопловые лопатки – это статические компоненты ГТД, предназначенные для направления под определенным углом газового потока, выходящего из камеры сгорания или с предыдущей ступени турбины, к вращающимся рабочим лопаткам. В процессе

работы сопловые лопатки подвергаются сравнительно невысоким статическим нагрузкам и крайне агрессивным температурным воздействиям, особенно в случае с лопатками первой ступени [55]. В конструкции направляющих лопаток предусмотрены внутренние охлаждающие каналы, так как температура газового потока превышает температуру плавления материала лопаток. Для повышения сопротивления высокотемпературной коррозии на поверхность направляющих лопаток дополнительно наносят защитные и теплозащитные покрытия [1].

Эксплуатация сопловых лопаток осуществляется в условиях воздействия длительных статических, термических и усталостных нагрузок. Также в зависимости от конструкции направляющего аппарата сопловые лопатки могут подвергаться растягивающим и изгибающим напряжениям. При длительной эксплуатации можно выделить следующие разновидности повреждений направляющих лопаток [56, 57]:

- коррозионные, приводящие к утонению кромок лопаток, появлению язв и шероховатости, что снижает аэродинамические параметры направляющего аппарата;
- термоусталостные, в результате которых образуются трещины на кромках и полках, а в отдельных случаях отрываются кусочки металла, попадающие в проточную часть турбины;
- изменение геометрии лопаток в связи с потерей устойчивости и прогрессирующим деформированием при термоциклическом нагружении;
- хрупкие разрушения лопаток из малопластичных материалов при попадании в проточную часть турбины посторонних предметов.

Исходя из вышеперечисленного материал направляющих лопаток должен обладать следующими характеристиками: стойкостью к окислению при рабочих температурах, термостойкостью (в условиях резких изменений температуры газа), высокотемпературной длительной прочностью, усталостной и термоусталостной прочностью, низким ТКЛР и удовлетворительной пластичностью. С точки зрения технологичности сплавы для сопловых лопаток должны иметь хорошие литейные свойства.

Рабочие лопатки турбин

Рабочие лопатки турбин помимо агрессивных температурных воздействий подвергаются существенным центробежным и изгибно-усталостным нагрузкам, что в совокупности способствует возникновению ползучести в материале [1]. При этом лопатки взаимодействуют с газовым потоком, неравномерным по температуре и скорости истечения, в результате чего формируется существенный градиент температур по высоте и сечению лопатки. При вращении рабочие лопатки турбины испытывают переменное

температурно-силовое воздействие высокой частоты, вызывающее явление многоциклового усталости. Отдельно стоит выделить напряжения, возникающие в замковой части лопаток, где каждый зуб подвергается действиям напряжений среза, смятия и изгиба.

Доминирующей причиной разрушения рабочих лопаток турбин является недостаточная длительная прочность сплавов, которая может наблюдаться в результате повышения температуры газа или в случае снижения свойств материала из-за отклонений от условий термической и механической обработки в процессе производства [58]. Другими причинами потери работоспособности рабочих лопаток могут являться повышенный уровень вибраций, высокие термоциклические напряжения, коррозионные процессы, инородные частицы, попавшие в газовый поток в результате частичного разрушения сопловых лопаток, а также локальные перегревы, в условиях которых материалу лопаток не хватает достаточной жаропрочности.

Таким образом, рабочие лопатки турбин в процессе эксплуатации испытывают полный комплекс возможных нагрузок, включая статические, вибрационные, термоциклические, коррозионные и эрозионные воздействия [36], в связи с чем к материалам для турбинных лопаток предъявляется следующий комплекс требований [1]:

- жаропрочность и максимальная длительная прочность в условиях воздействия высоких температур;
- низкая диффузионная подвижность и высокая структурная стабильность для обеспечения минимальных темпов разупрочнения сплавов;
- высокие показатели усталостной прочности и низкая чувствительность к концентраторам напряжений;
- высокая удельная длительная прочность;
- коррозионная стойкость в продуктах сгорания топлива.

Диски газотурбинного двигателя

Диски турбин и последних ступеней компрессоров являются одними из наиболее важных компонентов современных ГТД. Их доля составляет 5-20 % от общей массы двигателя [3]. В процессе эксплуатации диски подвергаются одновременному воздействию растягивающих, термоциклических и циклических нагрузок. При анализе напряженных состояний в конструкции диска выделяют обод, полотно и ступицу – основные элементы диска, в которых температура, величина и соотношение различных видов нагрузок отличаются друг от друга [49].

Статические напряжения, возникающие в материале диска, обусловлены воздействием центробежных сил и давлением газового потока. Термические напряжения

формируются как при стационарных условиях из-за наличия градиента температур по радиусу и вдоль оси диска, так и при переменных режимах работы в результате пуска, останова или изменения количества оборотов с целью регулирования тяги. Кроме того, конструкция дисков содержит большое количество концентраторов напряжений в виде отверстий, шлиц, галтелей, замковых пазов и др.

Диски являются критическим элементом ГТД, так как разрушение диска зачастую приводит к разрушению двигателя и гибели самолета. Материалы для дисков ГТД выбираются с учетом назначения двигателя и предполагаемого срока его службы. Например, военные двигатели работают в более жестких условиях, но в течении менее длительного времени, чем гражданские. При выборе материалов для изготовления дисков можно сформулировать следующий комплекс требований [1, 36]:

- высокие показатели кратковременной и длительной прочности в условиях высоких температур, сопротивление ползучести, термической и механической усталости;
- значительный уровень вязкости разрушения, пластичность, низкая чувствительность к концентраторам напряжений, высокое сопротивление переменным нагрузкам в условиях малоциклового и многоциклового нагружения;
- структурная стабильность материала;
- невысокий ТКЛР для снижения уровня термических напряжений;
- стойкость против высокотемпературной газовой коррозии.

Важным направлением работ в области дисковых сплавов является разработка и совершенствование технологий производства дисков, позволяющих создавать цельковые конструктивные узлы с меньшим весом, повышенной надежностью и улучшенной технологичностью [59]. Особое внимание при этом уделяется минимизации металлургических дефектов структуры. Высоким потенциалом в данном направлении работ отличается метод порошковой металлургии, основанный на горячем изостатическом прессовании порошков (гранул) в формообразующей оснастке [60-62].

Крепежные элементы

При сборке узлов двигателей соединение деталей зачастую осуществляется с использованием различных крепежных элементов (болты, шпильки и др.), изготавливаемых из ЖНС. Крепежные элементы должны выдерживать действие переменных температур и нагрузок, обеспечивая работоспособность всей сборочной единицы, поэтому материалы крепежей должны обладать следующими характеристиками:

- высокая релаксационная стойкость для сохранения необходимого натяга;

– хорошая структурная стабильность для исключения разупрочнения материала или его упрочнения, сопровождаемого уменьшением объема и, следовательно, увеличением натяга;

– длительная прочность для обеспечения запаса прочности на весь период эксплуатации изделия;

– низкая чувствительность к надрезу и высокое сопротивление длительной ползучести для исключения разрушения крепежа по резьбе

– сопротивление вибрационным нагрузкам.

Помимо авиационной отрасли ЖНС широко востребованы в ракетно-космической промышленности, где используются при изготовлении компонентов жидкостных ракетных двигателей (ЖРД), деталей турбонасосного агрегата (ТНА), камер сгорания, корпусных и крепежных деталей [61, 63-64]. Кроме того, из суперсплавов на основе никеля изготавливают диски и валы для силовых агрегатов, используемых в энергетической, нефтеперерабатывающей и химической промышленности, а также элементы двигателей для морских судов. Использование никелевых сплавов в таком широком спектре изделий обусловлено их высокой жаропрочностью, стойкостью к коррозии, механической и термической усталости, механическим и термическим ударам, ползучести и эрозии при повышенных температурах.

1.1.3 Технологические сложности и ограничения при производстве ЖНС

Повышение требований к механическим и эксплуатационным характеристикам материалов, обусловленное развитием двигателестроения, привело к существенному усложнению химического состава современных жаропрочных сплавов на никелевой основе. Увеличение количества легирующих элементов в составе ЖНС до 15-17 компонентов осложнило получение заготовок и деталей по стандартным металлургическим технологиям (литье, деформация), так как привело к формированию неизбежных структурных дефектов.

Литые заготовки сложнолегированных сплавов характеризуются заметной дендритной и зональной ликвацией, кроме того, в них могут образоваться поры, раковины и трещины [1, 65]. В деформированных после литья заготовках как следствие ликвационных явлений возникает карбидная и карбонитридная сегрегация, а также неоднородность формы и состава выделений упрочняющей γ' -фазы [49]. Зачастую последующие процессы термической обработки не позволяют полностью устранить последствия ликвации химического состава и сегрегации карбидов.

Альтернативным методом получения заготовок из сложнолегированных никелевых сплавов является технология металлургии гранул, сочетающая получение порошковых частиц (гранул) сферической формы посредством распыления прутковой заготовки и последующую их консолидацию методом горячего изостатического прессования (ГИП) в формообразующей оснастке до беспористого состояния [66, 67]. Высокие скорости охлаждения при кристаллизации расплава в виде гранул-микрослитков обеспечивают снижение развития ликвационных явлений и формирование гранул с однородной мелкодисперсной структурой и равномерным распределением фазовых составляющих [68]. Высокие технологические свойства гранул, обусловленные сферической формой частиц, позволяют обеспечить высокую плотность укладки и хорошее заполнение капсульной оснастки различной конфигурации, что в свою очередь позволяет получать заготовки деталей, близких к конечной форме [69, 70]. Таким образом, использование технологии гранульной металлургии позволяет не только получать материалы с равномерной мелкозернистой структурой, но и обеспечивает повышение коэффициента использования материала и уменьшение трудоемкости изготовления деталей за счет минимизации стадии механической обработки [62, 71].

Однако техническая реализация метода гранульной металлургии является весьма трудоемкой и дорогостоящей, поскольку требует индивидуальной разработки и изготовления капсульной оснастки для каждого изделия с учетом возможной усадки и толщины диффузионного слоя между компактируемым и капсульным материалом [72, 73]. Кроме того, в полученных методом ГИП материалах возможно формирование наследственных границ гранул, которые оказывают негативное влияние на эксплуатационные характеристики изделий [74, 75].

Во всех вышеперечисленных технологических схемах получения изделий из ЖНС предполагается существенная стадия механической обработки для придания деталям необходимой формы и геометрических размеров, а также требуемой чистоты поверхности. При этом сложнолегированные никелевые сплавы плохо поддаются механической обработке ввиду высокого износа инструмента и низкой скорости удаления материала.

В работах [76, 77] проводились комплексные исследования по изучению взаимодействия различных типов резцов с образцами никелевых сплавов при лезвийной обработке. По результатам проведенных работ установлены следующие причины плохой обрабатываемости ЖНС:

– высокие механические характеристики обрабатываемых ЖНС, в том числе твердость и прочность, способствуют деформации кромки режущего инструмента в процессе обработки;

- γ -матрица сплавов склонна к деформационному упрочнению при механической обработке, что усиливает износ режущего инструмента;
- присутствие в микроструктуре сплавов частиц твердых абразивных карбидов типа MC и $M_{23}C_6$ может приводить к абразивному износу инструмента и его поломке;
- низкая температуропроводность сплавов способствует локализации температур резания (≥ 1000 °C) на режущей кромке инструмента, приводящих к его разупрочнению;
- приваривание обрабатываемого сплава к режущей кромке инструмента с образованием неустойчивого нароста, который ухудшает обрабатываемость поверхности и целостность детали.

Перспективным направлением работ в области дальнейшего совершенствования технологий производства ЖНС является переход к современным методам аддитивного производства, позволяющим получать изделия конечной формы без использования формообразующей оснастки и лезвийной обработки. Переход от гранульной металлургии к аддитивному производству в перспективе позволит сократить технологическую цепочку и сведет к минимуму финальную механическую обработку изделия.

1.2 Аддитивное производство ЖНС

В соответствии с ГОСТ Р 57558 аддитивное производство (АП) – это процесс изготовления деталей, основанный на создании физического объекта по данным электронной геометрической модели путем добавления материала, как правило, слой за слоем, в отличие от вычитающего (субтрактивного) производства (механической обработки) и традиционного формообразующего производства (литья, штамповки) [78].

На сегодняшний день АП является одним из самых активно развивающихся направлений в области наукоемких технологий. Для высокоточного изготовления сложнопрофильных металлических изделий, как правило, используют методы АП, основанные на принципе предварительного формирования слоя порошковых частиц с их последующим избирательным сплавлением [79]. В соответствии с ГОСТ Р 57558 и ГОСТ Р 57588 данная группа методов называется «синтез на подложке», что эквивалентно термину «powder bed fusion» в англоязычных источниках.

В группе методов типа «синтез на подложке» можно выделить две разновидности технологий:

- селективное лазерное сплавление (СЛС), обозначаемое в зарубежных источниках как «selective laser melting» или «laser powder bed fusion»;
- селективное электронно-лучевое сплавление (СЭЛС), обозначаемое как «electron beam melting».

Метод СЭЛС характеризуется высокой производительностью (до 80 см³/ч), вакуумной средой построения и возможностью прогрева каждого слоя материала до 1100 °С. Данный метод наиболее часто используется для работы с высокоактивными металлами и сплавами (титан, титановые сплавы, сплавы на основе алюминидов титана). К недостаткам метода стоит отнести высокую шероховатость поверхности и невысокую точность построения по сравнению с СЛС [80].

Метод СЛС отличается меньшей производительностью (от 20 до 40 см³/ч в зависимости от количества лазеров в системе), но более высоким качеством поверхности и точностью построения. Технологический процесс СЛС осуществляется в среде инертного газа (аргон или азот). Метод СЛС перспективен для изготовления изделий комплексной геометрии (со сложными внутренними каналами охлаждения) с минимальной последующей обработкой [81].

На рисунке 5 в графическом виде представлен анализ публикационной активности в области АП применительно к сплавам на основе никеля [82]. Изучение процессов производства ЖНС методами аддитивных технологий началось с 2010 года, при этом резкое увеличение интенсивности разработок в данной области наблюдается на протяжении последних 5 лет, что вероятно связано с внедрением технологий послойного синтеза в авиационную и ракетно-космическую промышленность. Стоит отметить, что доминирующей аддитивной технологией при изготовлении образцов и изделий из никелевых суперсплавов является СЛС.

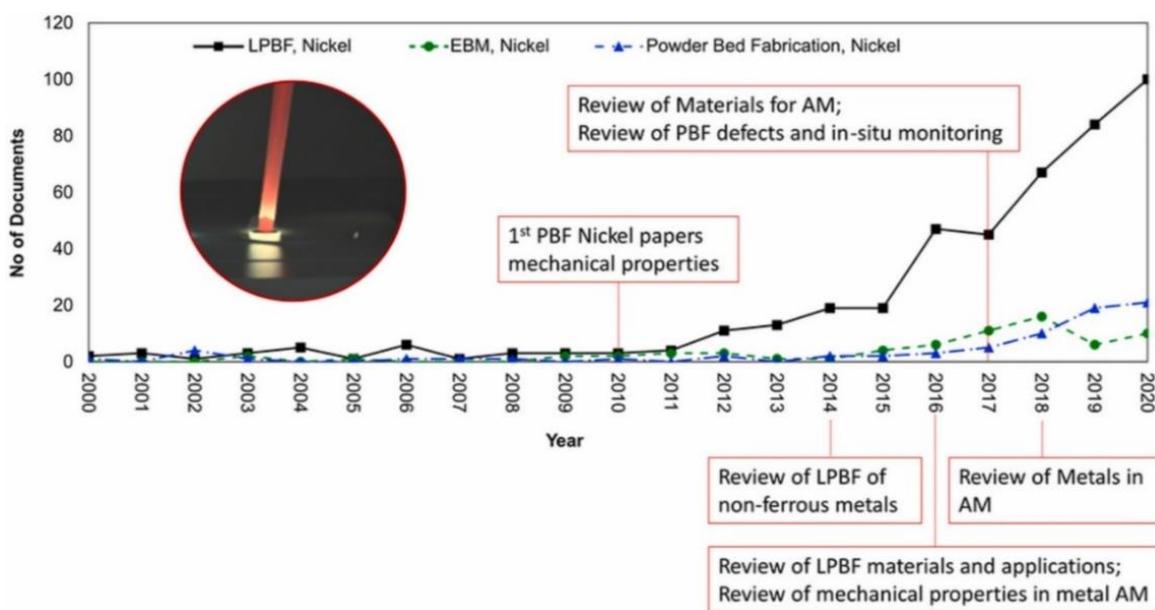


Рисунок 5 – Распределение публикаций в области АП никелевых сплавов по годам на основании базы данных Scopus [82]

В качестве исходного материала в группе методов типа «синтез на подложке» используются металлические порошки со сферической морфологией, получаемые преимущественно методами диспергирования расплава посредством газовой или центробежной атомизации [81, 83]. Каждый из методов получения порошков имеет свои преимущества и недостатки [84, 85]. Метод газовой атомизации обладает большей производительностью и позволяет получать порошки мелких фракций с высоким выходом годного, однако при этом порошковые частицы имеют дефекты в виде сателлитов и газовой пористости. Методы, основанные на центробежном распылении прутковой заготовки, позволяют получать порошки идеальной сферической формы с минимальным количеством дефектов. При этом себестоимость порошка значительно выше, а выход годного может быть меньше, чем в случае газовой атомизации.

Авторами работ [86-89] изучено влияние качества исходных порошковых материалов на характеристики конечных изделий, полученных методом СЛС. В результате проведенных сравнительных исследований установлено, что использование порошков, полученных методом плазменного центробежного распыления в качестве исходного материала для СЛС-процесса обеспечивает более качественную микроструктуру и высокие показатели образцов, чем использование порошков, полученных по технологии газовой атомизации.

1.2.1 Технологические особенности СЛС

Селективное лазерное сплавление (СЛС) – разновидность аддитивного процесса типа «синтез на подложке», при реализации которого изготовление трехмерного изделия осуществляется посредством избирательного сплавления в предварительно сформированном порошковом слое с использованием одного или нескольких лазеров [78].

На сегодняшний день СЛС является одной из самых распространенных аддитивных технологий, которая представлена на рынке большим числом производителей и широкой номенклатурой технологического оборудования. В таблице 4 приведены данные об основных производителях СЛС-оборудования. Стоит отметить, что за последние пять лет на рынке появились отечественные производители СЛС-установок.

Широкое разнообразие оборудования для реализации СЛС-процесса обусловлено развитием технологии в различных направлениях, среди которых можно выделить следующие:

- увеличение зоны построения и, следовательно, габаритов изготавливаемых изделий;

- повышение производительности процесса посредством оснащения установок несколькими лазерами (от двух до четырех);
- повышение точности построения;
- снижение температурных градиентов в процессе построения изделий;
- улучшение систем контроля процесса.

Таблица 4 – Основные производители оборудования для реализации процесса СЛС

Компания	Страна	Модели установок
3D Systems [90]	США	DMP Flex 100, DMP Flex 200, DMP Factory 350, DMP Flex 350, DMP Factory 500 Solution
EOS GmbH [91]	Германия	EOS M 100, EOS M 280, EOS M 290, EOS M 300-4, EOS M 400, EOS M 400-4
Trumpf [92]	Германия	TruPrint 1000, TruPrint 2000, TruPrint 3000, TruPrint 5000
Concept Laser Inc. [93]	Германия, США	Mlab cusing, Mlab cusing R, MLab cusing 200R, M2 cusing, M2 cusing Multilaser, X line 2000R
SLM Solutions [94]	Германия	SLM 125, SLM 280 2.0, SLM 280 PS, SLM 500, SLM 800, SLM NXG XII 600
Renishaw [95]	Великобритания	RenAM 500, RenAM 500 S, RenAM 500 Q, RenAM 500 Flex
Лазеры и аппаратура [96]	Россия	МЛ6
Лазерные системы [97]	Россия	М250, М350
ООО «РусАТ» [98]	Россия	RusMelt 300M; RusMelt 600M

На рисунке 6 схематично представлено устройство типовой установки СЛС [99]. Весь процесс осуществляется в герметичной камере в атмосфере инертного газа для предотвращения окисления порошка. Первоначально разрабатывается цифровая 3D-модель изделия, для чего используются системы автоматизированного проектирования (САПР), либо данные, полученные посредством 3D-сканирования. Затем с использованием специализированного программного обеспечения 3D-модель разбивается на слои с

определенным шагом. Высота слоя при этом лежит в интервале от 20 до 100 мкм. После загрузки подготовленного файла с 3D-моделью в систему, производится запуск установки СЛС. В ходе технологического процесса осуществляется нанесение первого слоя порошкового материала на платформу построения. При нанесении слоев может быть использована различная конструкция рекоутера: вращающийся ролик, специальный жесткий нож или гибкая система нанесения. После нанесения слоя лазерный луч избирательно расплавляет материал в порошковом слое, двигаясь по траектории, соответствующей выбранной стратегии сканирования. По завершению сканирования платформа построения опускается на заданную толщину, после чего осуществляется нанесение нового порошкового слоя. Описанный процесс многократно повторяется, пока построение детали не будет закончено. После завершения построения деталь очищается от несплавленного порошка и извлекается из камеры построения [100].

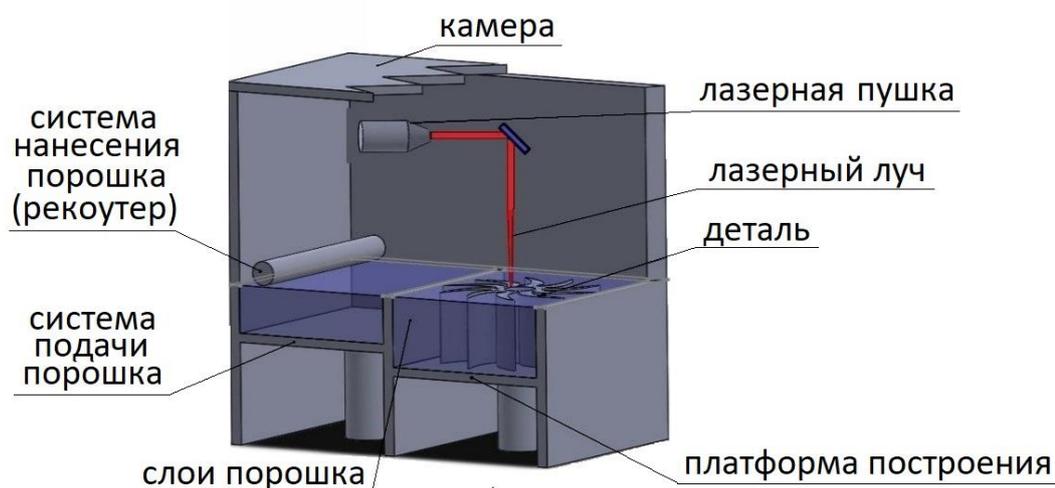
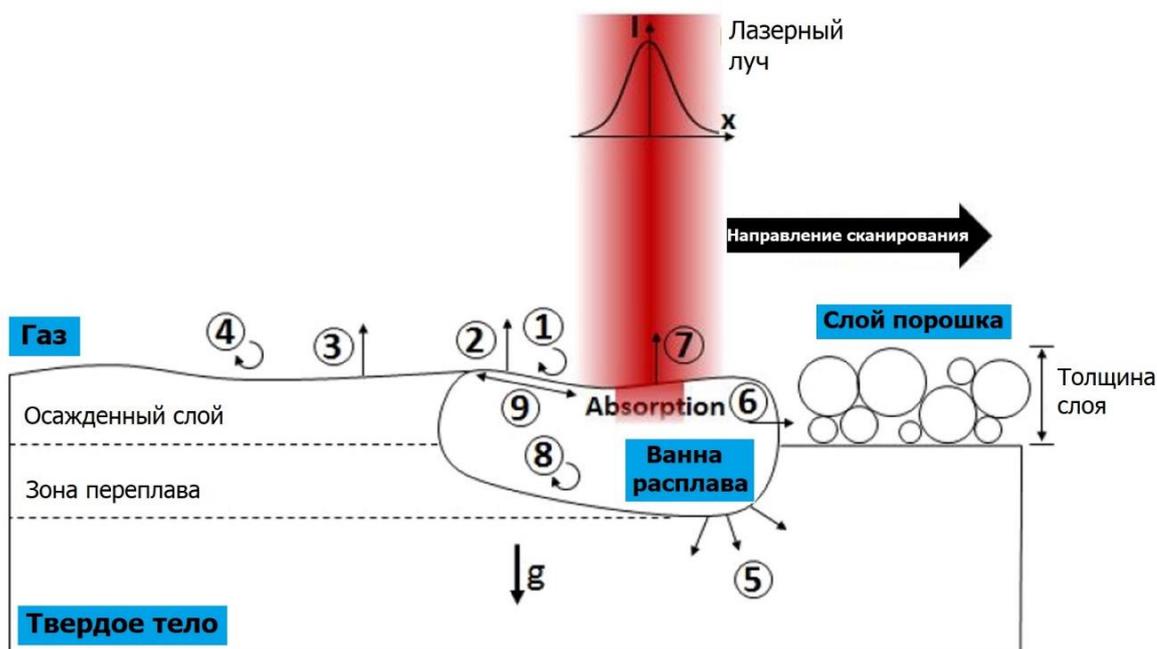


Рисунок 6 – Принципиальная схема СЛС установки [99]

Ключевым узлом установки СЛС является лазерная система, которая состоит из источника лазерного излучения и сканатора, управляющего траекторией движения лазерного луча. В качестве источника излучения для металлических материалов используются твердотельные волоконные или дисковые лазеры с длиной волны 0,9-1,1 мкм. В большинстве аддитивных систем работа лазера осуществляется в непрерывном режиме, однако в некоторых случаях применяют импульсный режим, обеспечивающий уменьшение зоны термического влияния. Основные характеристики существующих на сегодняшний день лазерных систем варьируются в следующих интервалах: мощность лазера от 50 до 2000 Вт, скорость сканирования до 2 м/с, скорость позиционирования до 7 м/с, диаметр фокусированного пятна от 35 до 400 мкм [101, 102].

1.2.2 Феноменология процесса СЛС

На рисунке 7 схематично представлена зона взаимодействия между лазерным излучением и порошковым слоем в процессе СЛС [103]. При воздействии лазера на слой порошка небольшая часть лазерной энергии рассеивается за счет излучения и конвекции. Величина конвекционной теплопередачи определяется характеристиками рабочего газа в камере установки, а также интенсивностью продувки зоны построения газовым потоком, которая осуществляется для защиты лазерной системы от продуктов испарения. Большая часть энергии лазерного излучения поглощается порошком, что приводит к его быстрому нагреву и локальному расплавлению, в результате чего в зоне воздействия лазерного луча формируется ванна расплава. В образовании ванны расплава участвует не только порошковый материал, но также и часть предыдущего слоя материала (зона переплава). После того как лазер покидает ванну расплава, в ней происходит быстрое уплотнение и кристаллизация материала, при этом формируется плотная металлургическая связь между слоями и соседними лазерными треками [104].



1 – конвекция жидкость/газ; 2 – излучение от жидкой ванны; 3 – излучение от затвердевшего участка; 4 – конвекция твердое тело/газ; 5 – конвекция жидкость/твердое тело; 6 – конвекция жидкость/порошок; 7 – испарение; 8 – конвекция в жидкости; 9 – поверхностное натяжение; g – сила тяжести

Рисунок 7 – Основные физические явления в зоне сплавления [103]

Таким образом, СЛС представляет собой комплекс сложных физико-химических взаимодействий, при реализации которых происходит генерация лазерного излучения, его поглощение и рассеяние порошковым материалом, изменение агрегатных состояний и фазовые превращения, течения внутри ванны расплава, испарение и выброс материала, а также реализуются различные виды теплопередачи и химические реакции [100, 105].

Технологически процесс СЛС зависит от большого количества различных параметров, которые можно классифицировать по следующим признакам [106]:

– характеристики лазера: мощность лазера, диаметр лазерного пятна, длина волны, энергия лазерного импульса;

– параметры, относящиеся непосредственно к процессу построения: стратегия сканирования, скорость сканирования, толщина слоя порошка, шаг штриховки (интервал перемещения лазерного луча);

– характеристики используемого материала: состав сплава и его физические характеристики, морфология, степень дефектности и гранулометрический состав порошка.

Взаимодействие такого большого числа параметров весьма сложное, однако, для исследования процессов СЛС и оптимизации режимов для отдельно взятого материала с известными характеристиками обычно используют показатель общего энерговклада, который зависит от 4-х основных параметров процесса [107]:

$$E = \frac{P}{V \cdot x \cdot h} \quad (10)$$

где E_i – величина общего энерговклада (плотность энергии), Дж/мм³;

P – мощность лазера, Вт;

v – скорость сканирования, мм/с;

x – интервал сканирования, мм;

h – высота слоя, мм.

Микроструктура, уровень дефектности и механические свойства полученного материала зависят от характеристик исходного порошка и параметров процесса СЛС. При недостаточном энергокладе возможно неполное проплавление порошкового материала и, как следствие, формирование в структуре участков несплавлений между слоями и/или лазерными проходами. При избыточном энергокладе начинается кипение материала, что может привести к формированию крупных пор в структуре материала, а в крайнем случае к вспучиванию поверхности образца, заклиниванию системы нанесения порошка и аварийной остановке процесса СЛС.

1.2.3 Характерные дефекты и структурные особенности СЛС-образцов

С точки зрения формирования структуры СЛС является сложным многофакторным процессом, к характерным особенностям которого относятся значительные температурные градиенты и высокие скорости охлаждения (10^5 - 10^7 К/с) материалов в процессе кристаллизации [44]. В результате полученные материалы отличаются сильными термическими напряжениями и анизотропной структурой [108-111]. Кроме того, в структуре образцов могут формироваться различные дефекты, тип и количественная доля которых зависит от свойств сплава, характеристик исходного порошка и параметров процесса СЛС [112-114].

Дефекты оказывают негативное влияние на механические и эксплуатационные характеристики материалов, а в некоторых случаях могут приводить к полной потере функциональности изделий. Структурные дефекты в СЛС-образцах можно классифицировать на три основные категории: поры, несплавления и трещины. Рассмотрим каждую группу дефектов в отдельности.

Пористость

Поры, как правило, представляют собой газовые полости сферической или около сферической морфологии с размерами от 3 до 100 мкм. На рисунке 8 приведены примеры газовой пористости в СЛС-образцах. Можно выделить несколько механизмов формирования пор в структуре. Зачастую пористость является последствием использования порошков, имеющих внутренние газовые поры, образовавшиеся в результате захвата распыляющего газа в процессе их производства [113, 115]. Кроме того, образование пор возможно за счет захвата рабочего газа ванны расплава в процессе плавления порошкового материала. Из-за высоких скоростей охлаждения при кристаллизации растворенный газ не успевает выходить к поверхности ванны расплава и фиксируется в структуре [113, 118]. Вероятность образования пор по такому механизму увеличивается с уменьшением плотности укладки порошковых частиц в слое и/или при увеличении толщины слоя. Еще одним механизмом формирования пористости может являться испарение или кипение материала в результате воздействия избыточного энерговклада [119]. Зачастую такие поры могут иметь более крупные размеры и регулярное распределение в структуре. Также в некоторых случаях могут формироваться поры усадочного происхождения.

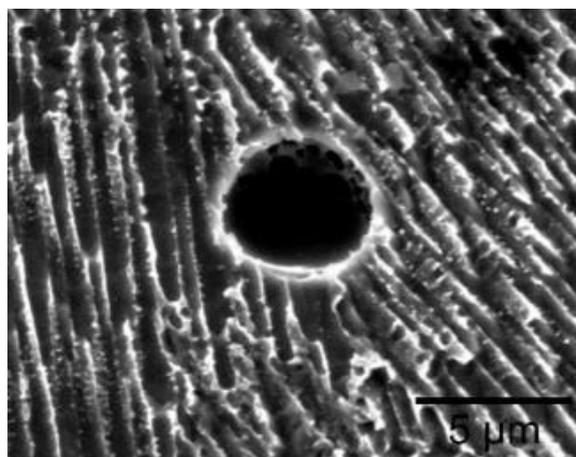
Подходы к минимизации пор в структуре образцов заключаются в повышении качества исходных порошковых материалов, оптимизации режимов послойного синтеза, а также в разработке операций по постобработке изделий.



a)



б)



в)

Рисунок 8 – Газовые поры в структуре СЛС-образцов из ЖНС [115-117]

Несплавления

В англоязычной литературе данный вид дефекта обозначается термином «lack of fusion» и характеризует локальное отсутствие металлургической связи в объеме материала. На рисунке 9 представлены примеры дефектов в виде несплавлений в различных СЛС-образцах. Основной причиной формирования несплавлений является недостаточная для материала величина энергозклада [113, 120]. Например, если в процессе СЛС используется низкая энергия лазера, то ширина ванны расплава невелика, что приводит к недостаточному перекрытию между соседними лазерными дорожками и образованию пустот между ними. Межтрековые несплавления часто имеют дугообразную форму, что связано с распределением плотности энергии в лазерном луче: минимальная энергия на периферии профиля лазерного пятна обеспечивает недостаточный тепловой поток, что приводит либо не к полному плавлению материала, либо к недостаточному перегреву расплава и его жидкотекучести [121]. Зачастую недостаточное перекрытие является причиной сохранения нерасплавленных порошковых частиц в структуре материала. Кроме того, недостаточный энергозклад приводит к малой глубине ванны расплава, в результате чего могут наблюдаться несплошности между соседними слоями. Причиной локальных несплавлений могут также являться окисленные частицы или иные инородные включения, снижающие смачиваемость и блокирующие течение расплавленного металла.

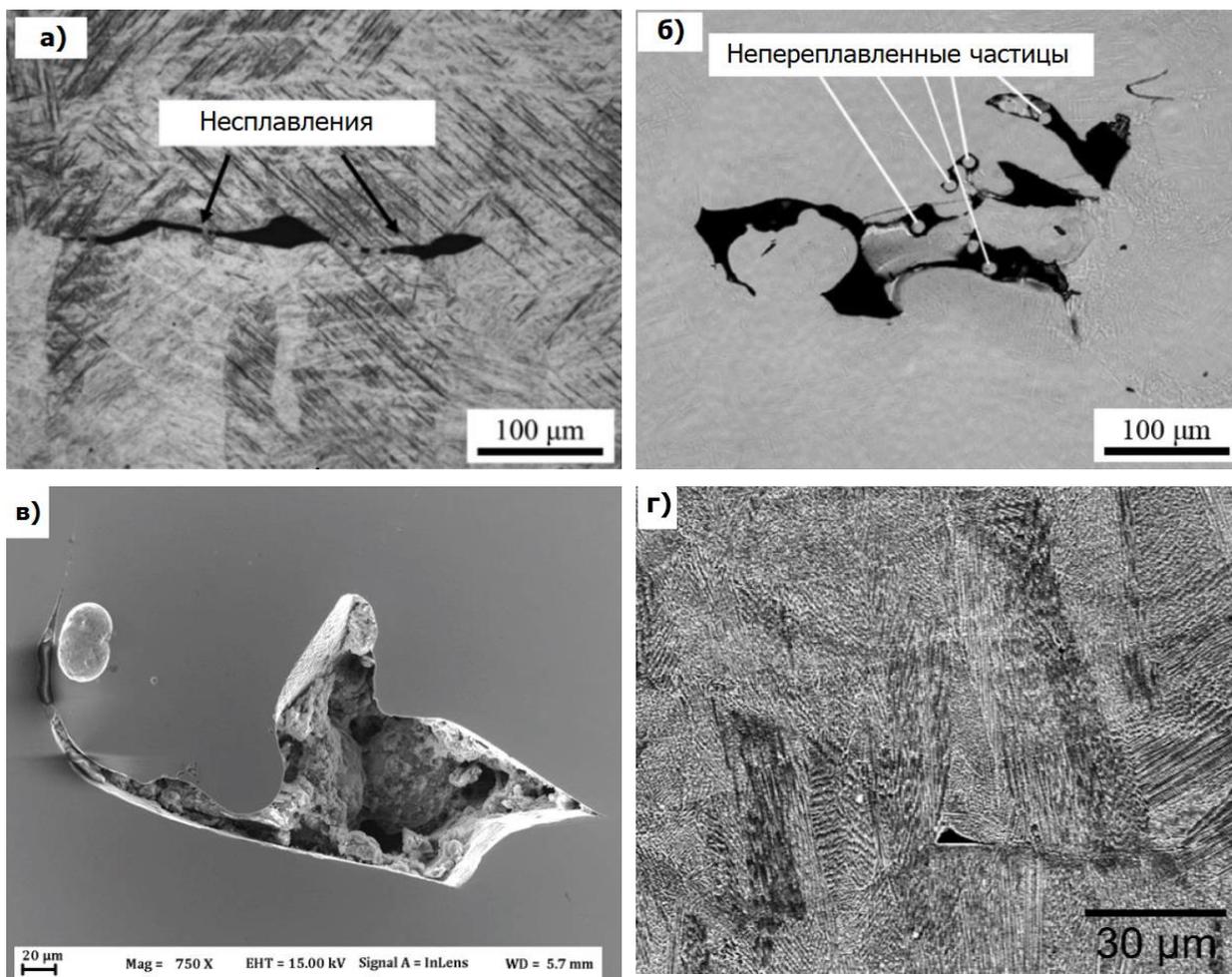


Рисунок 9 – Примеры несплавлений в структуре СЛС-образцов [113, 116, 117]

Трещины и остаточные термические напряжения

Растрескивание суперсплавов на никелевой основе является распространенной проблемой при реализации сварочных и аддитивных процессов. ЖНС характеризуются высоким модулем упругости, существенным ТКЛР и невысокой теплопроводностью, что в совокупности делает их по своей природе трудносвариваемыми материалами [122, 123]. Как и при сварке, механические причины растрескивания ЖНС в процессе СЛС обусловлены термическими напряжениями, вызванными высокими скоростями кристаллизации и тепловым градиентом.

На рисунке 10 приведены примеры структур СЛС-образцов с трещинами. В случаях сложнолегированных несвариваемых сплавов и в условиях неоптимизированных параметров трещины зачастую образуют сплошную сетку во всем объеме образца. Данный вид дефекта является неустраняемым, а полученный таким образом материал фактически теряет свою функциональность за счет резкого снижения прочности и практически полной потерей пластичности. Формирование сетки трещин зачастую сопровождается снижением точности построения и искажением геометрии изделия. В ряде случаев, когда остаточные

напряжения локально превышают предельное растягивающее напряжение материала, наблюдается явление деляминации (расслоения) – поперечного растрескивания между соседними слоями, что продемонстрировано на рисунке 11.

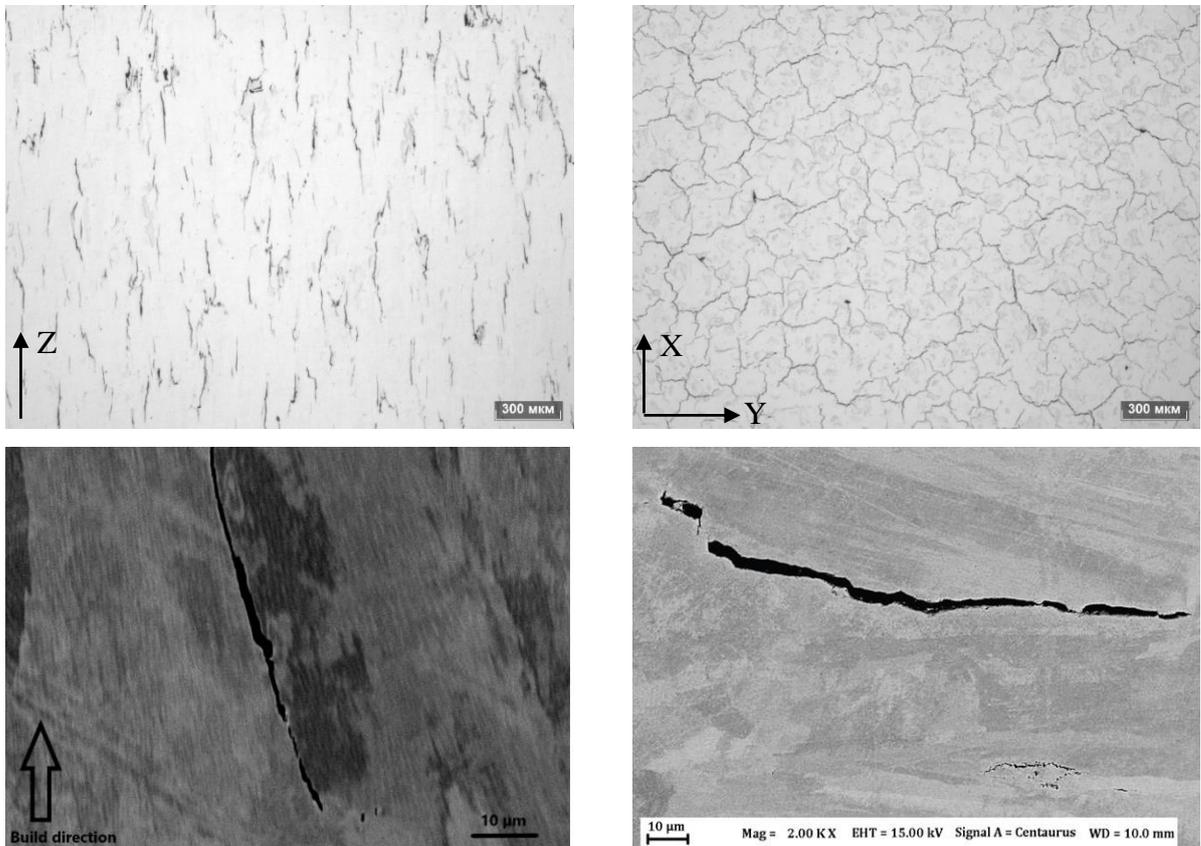


Рисунок 10 – Примеры дефектов в виде трещин несплавлений в структуре СЛС-образцов [113, 120]

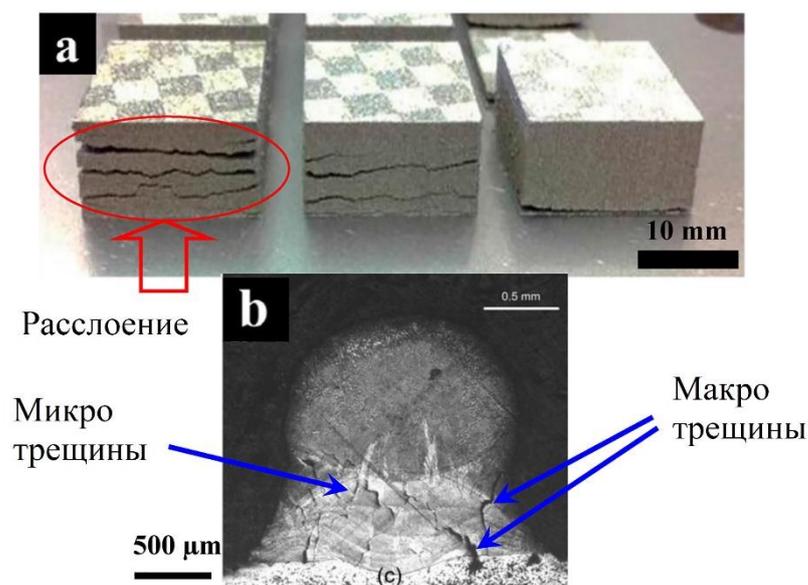


Рисунок 11 – Формирование расслоений (а) и трещин (б) в СЛС-образцах [99]

Термические напряжения возможно уменьшить посредством оптимизации параметров процесса и стратегии сканирования, а также за счет использования платформ построения, подогреваемых до существенных температур [121, 124]. Для свариваемых сплавов возможно достижение состояния структуры без трещин. Для несвариваемых сплавов допустимым вариантом структуры считается наличие единичных топологически не связанных между собой трещин.

В литературных источниках выделяют четыре механизма трещинообразования ЖНС при послойном синтезе: кристаллизационное растрескивание (или растрескивание при затвердевании), ликвационное растрескивание, растрескивание в результате деформации при старении и растрескивание в результате снижения пластичности [116, 120]. Первые два механизма реализуются в присутствии жидкой фазы в процессе кристаллизации и являются доминирующими в процессе СЛС. Остальные механизмы реализуются при более низкой температуре в твердой фазе либо в процессе СЛС в следствие циклического нагрева нижележащих слоев материала, либо в процессе последующих термических обработок.

Растрескивание при затвердевании происходит на конечной стадии кристаллизации, когда между сформировавшимися дендритами присутствует тонкая пленка расплава. Релаксация термических напряжений происходит за счет формирования разрыва в тонкой прослойке жидкости [125]. Склонность к растрескиванию при затвердевании увеличивается по мере увеличения диапазона температур затвердевания. Ликвационное растрескивание происходит в зоне термического влияния вне ванны расплава, которая подвергается воздействию температуры ниже температуры ликвидуса основного металла, но достаточно высокой, чтобы вызвать локальное плавление зернограницных составляющих [126]. Таким образом, оба типа растрескивания связаны с наличием тонких жидких пленок, по которым происходит разрыв материала.

Дополнительной причиной зарождения трещин могут являться концентраторы напряжений в виде инородных неметаллических включений (оксиды, нитриды и иные загрязнения порошкового материала), фаз Лавеса и карбидных фаз [123, 127]. В качестве дополнительного подхода борьбы с трещинообразованием можно выделить корректировку составов несвариваемых сплавов и их микролегирование [122, 128-130].

Столбчатые зерна

Одной из основных структурных особенностей СЛС-образцов является формирования столбчатых зерен, размеры которых могут варьироваться в зависимости от параметров процесса. Столбчатые зерна формируются за счет эпитаксиального механизма, реализация которого осуществляется при наличии температурного градиента в условиях

частичного переплава нижележащего слоя. Таким образом столбчатые дендриты, сформированные в предыдущем слое, становятся центрами кристаллизации, от которых начинается рост дендритов в текущем слое. На рисунке 12 представлено комплексное EBSD-изображение, характерное для образцов, полученных методом СЛС [131]. Анализ структуры в различных сечениях образца наглядно демонстрирует преобладающее направление роста зерен и сильную кристаллографическую текстуру $\langle 100 \rangle$ в направлении воздействия лазера (по оси Z), что приводит к структурной анизотропии.

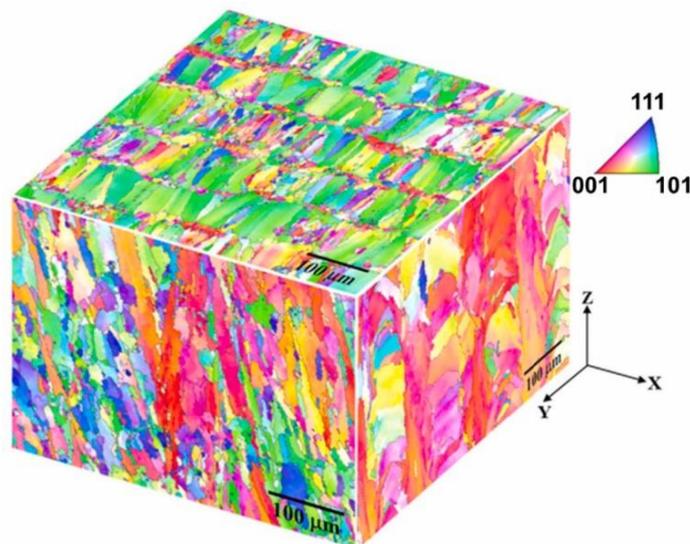


Рисунок 12 – Карты дифракции обратного рассеяния электронов для СЛС- образца из сплава Inconel 718 [131]

В работе [132] исследовалось влияние мощности лазера на процессы формирования структуры образцов из сплава Inconel 718. На рисунке 13 представлена результирующая схема, построенная на основании комплексных исследований структуры образцов, полученных при различных мощностях лазера в интервале от 500 Вт до 2000 Вт. При это общий энергозатрат изменялся от 83,3 до 139, 86 Дж/мм³, а производительность процесса – от 6,0 до 14,3 мм³/с. Увеличение энергозатрата способствовало увеличению объема ванны расплава и уменьшению скорости ее охлаждения при кристаллизации, что привело к укрупнению дендритов и фаз Лавеса. Также наблюдается уменьшение количества дендритов в составе макрозерна и уменьшение толщины столбчатых макрозерен. Изменение структуры образцов в результате увеличения энергозатрата повлекло за собой некоторое ухудшение механических характеристик образцов, что обусловлено меньшим количеством фазы Лавеса и более высокой относительной плотностью образцов. Кроме того, в образцах, полученных при самых высоких значениях энергозатрата наблюдается повышенная пористость, вероятно образовавшаяся в результате кипения материала.

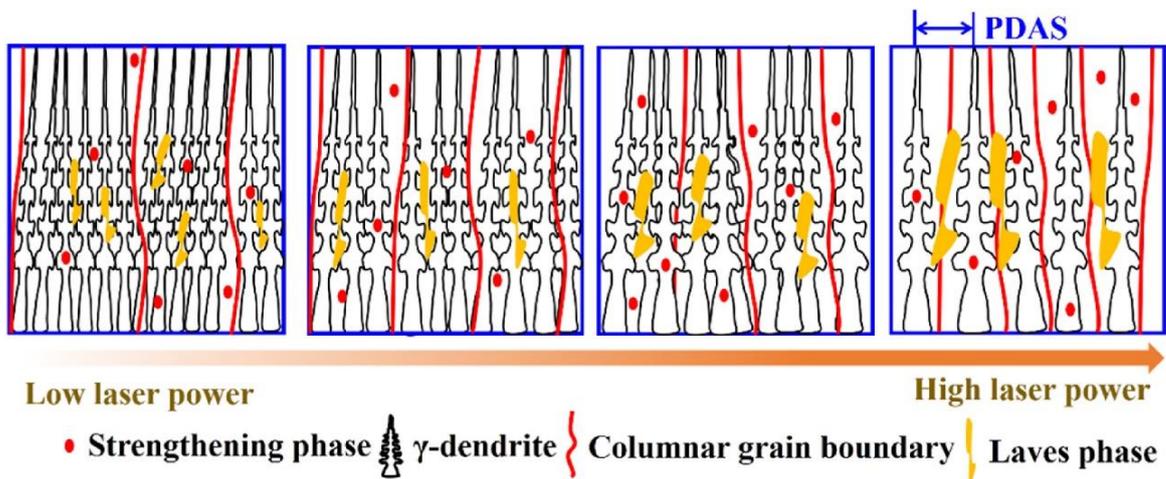


Рисунок 13 – Подробная схематическая диаграмма, отражающая эволюцию микроструктуры СЛС-образцов из Inconel 718 при увеличении мощности лазера от 500 до 2000 Вт при изменении общего энерговыклада от 83,3 до 139, 86 Дж/мм³ [132]

Влияние режимов СЛС на формируемую структуру также исследовалось в работах [133-136]. Высокий энерговыклад приводил к большему перегреву, увеличению ванны расплава и огрублению структуры [133-135]. Уменьшение общего энерговыклада в работах [133, 137, 138] способствовало последовательным изменениям структуры от сильно текстурированной столбчатой до практически равноосной зернистой структуры со случайно текстурой. Кроме того, меньшие значения энерговыкладов способствовали меньшей сегрегации легирующих элементов и, как следствие, меньшему количеству фаз Лавеса, охрупчивающих сплав. Однако зачастую уменьшение энерговыклада также приводит к увеличению пористости в образцах и появлению несплавлений.

Таким образом, можно заключить, что процесс подбора параметров СЛС является сложной многофакторной задачей, которая требует индивидуального подхода к каждому материалу. В процессе разработки режимов СЛС для каждого конкретного сплава первоочередной целью является минимизация количества дефектов в объеме образцов, после чего по возможности могут быть проведены корректировки режимов с целью улучшения микроструктуры и состояния поверхности образцов.

1.3 Методы устранения дефектов и стабилизации структуры

Полученные методом СЛС образцы и изделия из ЖНС в результате высокоскоростной кристаллизации представляют собой пересыщенный твердый раствор γ -фазы, в междендритном пространстве которой выделяются охрупчивающие фазы Лавеса различного состава. При этом основная упрочняющая γ' -фаза и карбидные фазы

практически не успевают сформироваться. Образцы, как правило, характеризуются высокими термическими напряжениями и структурной анизотропией. Кроме того, в структуре материалов даже в случае оптимизированных параметров процесса могут присутствовать дефекты в виде микропор и микротрещин, которые негативно отражаются на механических свойствах материала и служебных характеристиках изделий.

Уменьшение или полное устранение перечисленных выше дефектов возможно за счет проведения операций термической постобработки. Выделяют три типа термической обработки, характерной для аддитивной продукции: первичный отжиг для релаксации термических напряжений (проводится совместно с плитой построения до срезания деталей), ГИП для устранения структурных дефектов и термическая обработка (ТО) для придания материалам эксплуатационных характеристик (как правило, закалка с последующим старением). В зависимости от типа используемого материала и степени ответственности изделия комплекс проводимых термических операций может варьироваться. Так, если для неответственных деталей, работающих при комнатной температуре, может быть достаточно только снятия термических напряжений, для особо ответственных высокотемпературных деталей обязательны операции ГИП и ТО, чтобы гарантировать стабильность свойств и надежность изделия.

Метод ГИП представляет собой технологическую операцию обработки изделия посредством приложения высокого всестороннего газового давления в условиях повышенных температур [138]. На сегодняшний день ГИП является наиболее эффективным способом устранения структурных дефектов, который используется как для литых деталей, так и для аддитивной продукции [115, 139-143].

На рисунке 14 представлена схема устройства газостата [144]. Процесс ГИП осуществляется следующим образом: изделие закладывается в камеру высокого давления, которую заполняют инертным газом. Затем с помощью компрессора давление поднимают до определенного начального уровня, заданного технологическим процессом. Нагреватель создает равномерную зону нагрева в камере и обеспечивает быстрый нагрев газа до заданной температуры. Безопасность работы газостата обеспечивается применением рабочей камеры из высокопрочной стали с дополнительным упрочнением предварительно растянутой проволокой. По мере набора температуры давление газа в камере возрастает за счет его расширения. Нагрев осуществляется до соответствия заданным параметрам изобарно-изотермической выдержки, по окончании которой происходит охлаждение изделия внутри газостата. После завершения процесса ГИП давление сбрасывают, камеру разгерметизируют, а обработанные детали извлекают из газостата с помощью загрузочно-разгрузочного устройства [138, 145].

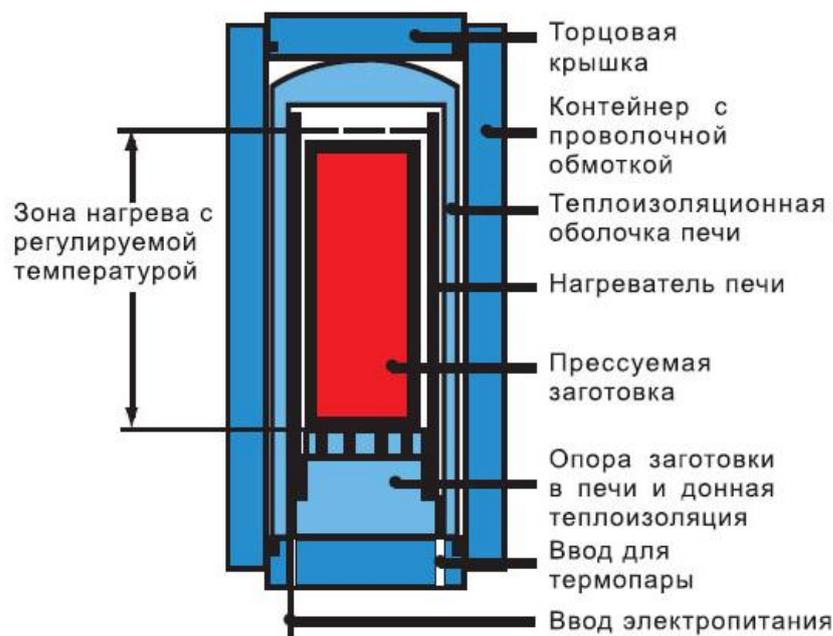


Рисунок 14 – Схема устройства для проведения ГИП [144]

В процессе ГИП происходит устранение (залечивание) макро- и микропористости, а также микротрещин и участков небольших локальных несплавлений. Движущей силой процесса уплотнения является уменьшение площади свободной поверхности [146]. Механизмы уплотнения включают в себя пластическую деформацию, интенсивную кратковременную ползучесть и диффузионное связывание через границу закрывшейся несплошности (диффузионная сварка) [44, 116, 147]. Высокая температура ГИП способствует снижению предела текучести материала и увеличивает коэффициент диффузии. Для реализации механизмов уплотнения, давление газа при рабочей температуре процесса должно превышать предел текучести обрабатываемого материала при данной температуре. Для никелевых сплавов температура ГИП, как правило, колеблется в интервале от 1150 до 1280 °С, а давление от 100 до 200 МПа [82, 116]. Помимо залечивания внутренних дефектов ГИП способствует рекристаллизации структуры, растворению фаз Лавеса, выделению частиц упрочняющей γ' -фаза и карбидных частиц [57, 82]. В работах [148-151] установлено, что ГИП способствует укрупнению зеренной структуры и ослаблению текстуры после СЛС.

Термическая обработка (ТО) является важнейшим звеном технологического процесса производства ЖНС, так как на данном этапе фактически формируются конечные механические и эксплуатационные свойства. Основной задачей термообработки является повышение механических характеристик сплавов за счет формирования дисперсно-упрочненной структуры с необходимыми размерами структурных составляющих и их оптимального распределения в объеме материала.

В работах [44, 82, 109, 120, 147, 152-156] представлены результаты исследований по изучению влияния различных видов ТО на микроструктуру и свойства сплавов на никелевой основе, полученных методом СЛС. Установлено, что оптимальным решением поставленной задачи является термическая обработка по типу «закалка + старение». Для никелевых жаропрочных сплавов применяется закалка в интервалах температур от 1150 °С до 1220 °С в зависимости от температуры растворения γ' -фазы. Температура старения, как правило, колеблется от 750 до 950 °С. Температуру старения подбирают либо из области начала растворения γ' -фазы, либо близкой к максимальной рабочей температуре сплава.

Стоит отметить, что доминирующая часть исследований проведена для классического зарубежного сплава Inconel 718. Также есть небольшое число публикаций, целью которых является исследование сплавов Inconel 625, IN738LC, Hastelloy X и CM247L. Систематические исследования в области перспективных отечественных жаропрочных сплавов практически отсутствуют.

1.4 Выводы по литературному обзору и постановка задач диссертационной работы

По результатам анализа научно-технической литературы установлено, что ЖНС являются одним из самых распространенных классов материалов для изготовления тяжело нагруженных деталей (сопловых и рабочих лопаток, дисков, камер сгорания, крепежных элементов), используемых в авиационной, ракетно-космической и энергетической отраслях промышленности при производстве двигательных и энергетических установок.

Востребованность ЖНС в двигателестроении обусловлена превосходным комплексом механических и эксплуатационных характеристик при температурах до 800-1100 °С, который достигается за счет реализации различных упрочняющих механизмов, в том числе твердорастворного упрочнения, дисперсионного твердения и укрепления границ зерен карбидными частицами и микролегирующими добавками. Основными структурными составляющими ЖНС являются аустенитная γ -фаза, упрочняющая γ' -фаза на основе интерметаллидного соединения Ni_3Al и карбидные фазы типа MC , $M_{23}C_6$ и M_6C .

Рассмотрены основные технологические сложности и ограничения при производстве деталей из ЖНС традиционными методами. Высокая степень легирования современных никелевых сплавов приводит к заметной дендритной и зональной ликвации в случае литых заготовок. В деформированных после литья сплавах из-за ликвационных

явлений возникает карбидная и карбонитридная сегрегация, а также неоднородность формы и состава выделений упрочняющей γ' -фазы. Кроме того, ЖНС плохо поддаются механической обработке ввиду высокого износа инструмента и низкой скорости удаления материала. Использование гранульной (порошковой) металлургии позволяет минимизировать ликвационные явления и уменьшить объемы механической обработки, однако отличается высокой трудоемкостью и дороговизной из-за необходимости проектирования и изготовления дополнительной капсульной оснастки.

Преодолеть недостатки и ограничения классических металлургических и порошковых технологий возможно за счет использования современных методов аддитивного производства. На основе анализа разновидностей аддитивных технологий применительно к ЖНС выявлена высокая перспективность технологии СЛС, при реализации которой изготовление трехмерного изделия осуществляется посредством избирательного лазерного плавления в предварительно сформированном порошковом слое. Таким образом, метод СЛС позволяет изготавливать изделия, максимально приближенные к конечной форме и размерам, за один технологический цикл без использования дополнительной технологической (капсульной) оснастки.

По результатам анализа технологических особенностей СЛС и основных физических явления, возникающих при взаимодействии лазерного излучения с порошковым слоем, установлено, что процесс СЛС является многофакторным и зависит от большого количества параметров (характеристики лазера, характеристики материала, параметры построения), которые влияют на структуру изготавливаемых материалов. Выявлены основные разновидности возможных структурных дефектов (поры, трещины, несплавления), причины их появления и степень критичности. Рассмотрены методы устранения дефектов и стабилизации структуры СЛС-образцов.

Проведенный литературный обзор подтвердил высокую актуальность работы, позволил установить методологические подходы к параметрическим исследованиям процесса СЛС с целью разработки режимов и выявил наиболее перспективные варианты пост-операций (ГИП, ТО, ГИП + ТО) для улучшения структуры и повышения механических характеристик СЛС- образцов из исследуемых сплавов.

Таким образом, для разработки технологии СЛС сплавов ЭП741НП и АЖК необходимо выполнить следующие научно-технические задачи:

- отработать технологические параметры процесса СЛС, обеспечивающие формирование образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК с минимальным количеством дефектов;
- изучить особенности формирования структуры сплавов в процессе СЛС;

- определить физико-механические характеристики СЛС-образцов;
- исследовать влияние различных вариантов постобработки (ГИП, ТО, ГИП +ТО) на структуру и свойства СЛС- образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК при комнатной и повышенных температурах.
- изготовить макетные образцы сложнопрофильных деталей из сплавов ЭП741НП и АЖК по разработанной технологии;
- провести комплексные испытания полученных образцов деталей с целью установления соответствия геометрических размеров исходным САД-моделям, анализа внутренних дефектов и аттестации механических свойств;
- провести сравнительные исследования структуры и свойств материалов, полученных по разработанной технологии и стандартной технологии гранульной металлургии.

ГЛАВА 2. ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Характеристики исходных порошков

В качестве исходных материалов для процесса СЛС использовали порошки из жаропрочных никелевых сплавов марок ЭП741НП и АЖК, полученные методом плазменного центробежного распыления прутковой заготовки в АО «Композит» (Россия). Химический состав сплавов ЭП741НП и АЖК представлен в таблицах 5 и 6, соответственно.

Таблица 5 – Химически состав сплава ЭП741НП

Основные элементы (массовая доля, масс. %)													
Ni	Co	Cr	W	Al	Mo	Nb	Ti	Hf	Mg	B	C	Ce	Zr
51,3- 59,4	15,0- 16,5	8,0- 10,0	5,2- 5,9	4,8- 5,3	3,5- 4,2	2,4- 2,8	1,6- 2,0	0,1- 0,4	0,02	0,015	0,02- 0,06	0,01	0,015
Примеси (массовая доля, масс. %)													
Si	Mn	Fe	P	S	O	N							
0,5	0,5	0,5	0,015	0,009	<0,007	<0,002							

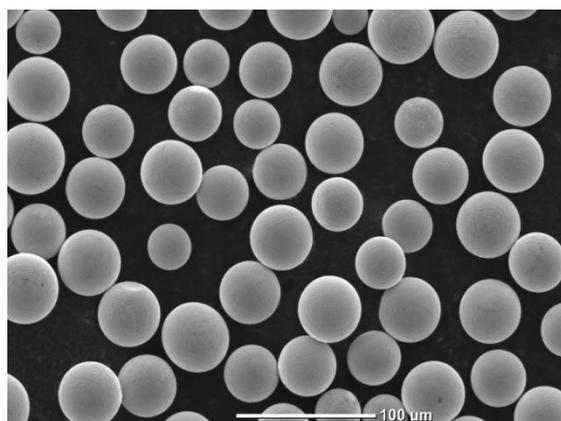
Таблица 6 – Химический состав сплава АЖК

Основные элементы (массовая доля, масс. %)							
Ni	Cr	Mo	Co	Al	Nb	Hf	C
основная	15,0 – 16,0	7,0 – 9,0	5,0 – 7,0	4,0 – 5,0	2,5 – 3,5	0,1 – 0,4	0,02 – 0,05
Примеси (массовая доля, масс. %)							
Si	Mn	Fe	P	S	O	N	
0,5	0,5	0,5	до 0,015	до 0,009	<0,007	<0,002	

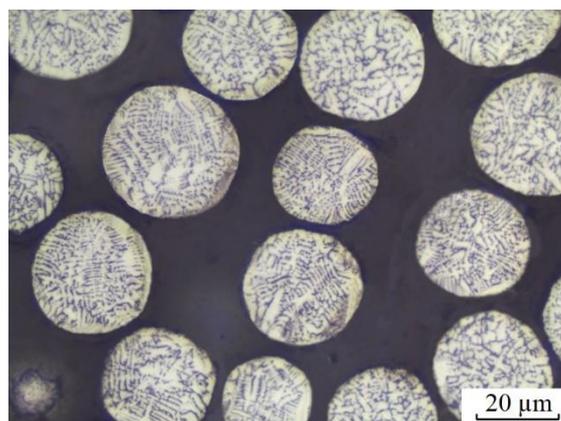
В таблице 7 представлены основные технологические характеристики используемых порошков, в том числе фракционный состав, квантили распределения d_{10} , d_{50} и d_{90} , текучесть и насыпная плотность. Внешний вид порошков и фотографии их внутренней микроструктуры приведены на рисунке 15. Исходные порошки отличаются сферической формой частиц, отсутствием сателлитов и крупных газовых пор, выходящих на поверхность (рисунок 15 а, б). Внутренняя структура представлена мелкодисперсными дендритами, дефекты в виде закрытых газовых пор отсутствуют (рисунок 15 в, г).

Таблица 7 – Характеристики порошков из сплавов ЭП741НП и АЖК

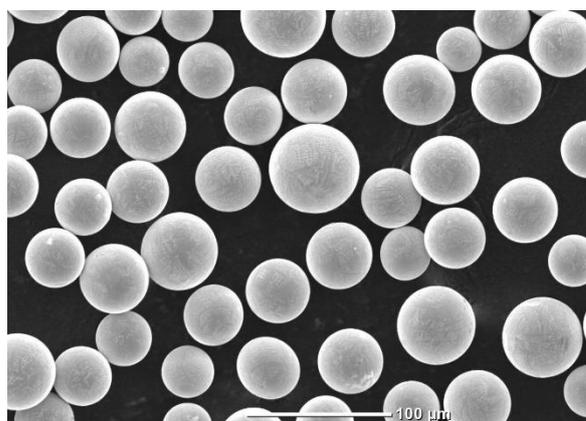
Сплав	Фракция, мкм	Квантили распределения, %			Насыпная плотность $\rho_{\text{нас}}$, г/см ³	Текучесть τ , с
		d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀		
ЭП741НП	20-63	28,6	37,9	53,5	4,94	12,5
АЖК		23,0	36,2	54,1	4,61	14,4



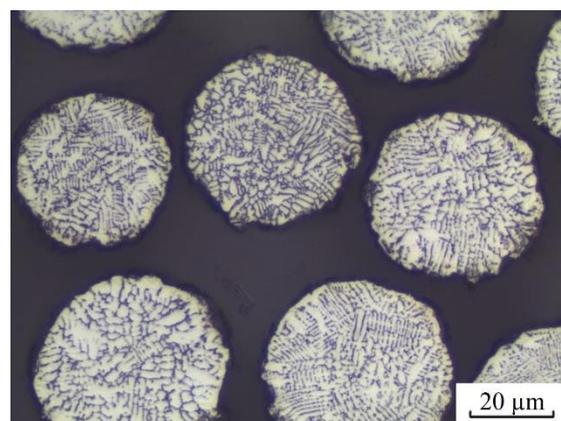
а)



б)



в)



г)

Рисунок 15 – Морфология (а, в) и микроструктура (б, г) порошков из сплавов ЭП741НП (а, б) и АЖК (в, г)

Концентрация газовых примесей в используемых порошках составляла:

- не более 0,007 % масс. по кислороду и 0,001 % масс. по азоту для сплава ЭП741НП;
- не более 0,008 % масс. по кислороду и 0,001 % масс. по азоту для сплава АЖК.

2.2 Селективное лазерное сплавление

Разработку режимов СЛС для сплава ЭП741НП проводили в среде аргона на промышленном 3D-принтере, оснащённом иттербиевым волоконным лазером с максимальной выходной мощностью 1000 Вт и платформой построения 400×400 мм. В ходе предварительных параметрических исследований мощность лазера P варьировалась от 135 до 260 Вт, скорость V – от 700 до 1200 мм/с, интервал сканирования (шаг штриховки h) – от 0,06 до 0,11 мм. Высота порошкового слоя составляла 0,04 мм, предварительный нагрев плиты построения – 180°C . На рисунке 16 схематично представлена стратегия сканирования, в соответствии с которой лазер двигался по зигзагообразной траектории внутри полос фиксированной ширины. Направление сканирования в каждом последующем слое разворачивалось на 67° . Ширина полосы составляла 5 мм.

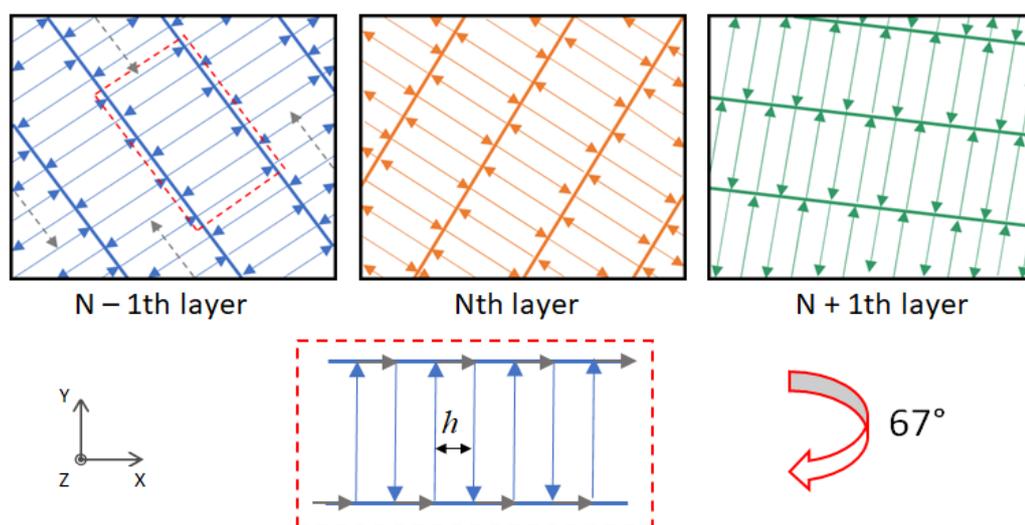


Рисунок 16 – Схематическое изображение стратегии сканирования в виде полос фиксированной толщины с поворотом штриховки на 67° (h – шаг сканирования)

Разработка режимов проводилась итерационным путем, в рамках которого на первом этапе осуществлялись параметрические исследования процесса с целью установления влияния режимов на формирование структурных дефектов. Основными варьируемыми параметрами являлись мощность лазера, скорость сканирования и ширина штриховки. Интервалы варьирования режимов представлены в таблице 8. Режимы разделены на три серии с маркировками А, В и С, ключевым отличием которых являлась величина ширины штриховки. Экспериментальные образцы на данном этапе исследований представляли собой кубы размерами $10 \times 10 \times 10$ мм. Внешний вид образцов представлен на рисунке 17 а.

Таблица 8 – Интервалы параметров при разработке режимов СЛС для сплава ЭП741НП

Параметры СЛС	Исследованные интервалы параметров		
	А	В	С
Мощность лазера Р, Вт	135-225	135-195	180-260
Скорость сканирования V, мм/с	700-1200	750-950	850-950
Интервал сканирования x, мм	0,06	0,08	0,11
Высота слоя порошка h, мм	0,04		



а)



б)

Рисунок 17 – Внешний вид экспериментальных СЛС- образцов из сплава ЭП741НП, изготовленных на стадии первичных параметрических исследований (а) и в процессе расширенного изучения характеристик материала (б)

На втором этапе проводились расширенные исследования характеристик материалов, полученных по режимам, обеспечивающим минимальное количество дефектов. В таблице 9 приведены рассчитанные по формуле (10) величины энергокладов для наилучших режимов. На данном этапе работ, помимо структурных исследований проводились механические испытания образцов с целью определения оптимального режима СЛС. Экспериментальные образцы изготавливались в виде параллелепипедов с размерами 20×20×65 мм. Внешний вид образцов представлен на рисунке 17 б.

Таблица 9 – Режимы, обеспечивающие наименьшее количество дефектов

Режим	Общий энергоклад E, Дж/мм ³	Мощность лазера Р, Вт
A25	93,8	180
B16	75,0	180
B17	70,3	180
C05	69,4	200

Разработку режимов СЛС для жаропрочного никелевого сплава АЖК осуществляли в среде аргона на лабораторной установке, оснащенной волоконным лазером с мощностью 200 Вт и рабочей платформой диаметром 100 мм. В ходе параметрических исследований варьировались скорость сканирования от 500 до 800 мм/с и интервал сканирования h от 0,05 до 0,07 мм при неизменной мощности 120 Вт, толщине порошкового слоя 0,02 мкм и диаметре лазерного пятна 0,03 мм. Платформа построения не подогревалась. Используемая стратегия сканирования схематично представлена на рисунке 18. На первом этапе исследований изготавливались кубические образцы с размерами 10×10×10 мм, на втором – цилиндрические образцы с диаметром 15 мм и высотой 65 мм. Внешний вид экспериментальных образцов представлен на рисунке 19.

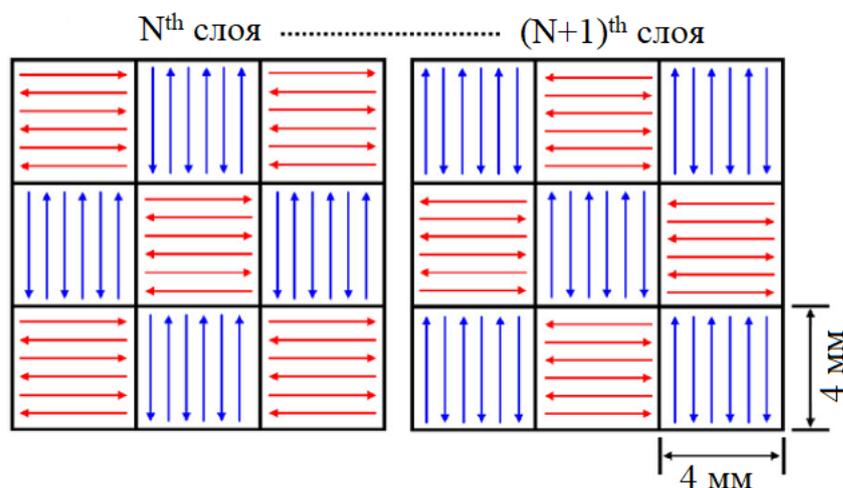


Рисунок 18 – Стратегия сканирования в виде шахматной доски



а)



б)

Рисунок 19 – Внешний вид экспериментальных СЛС- образцов из сплава АЖК, изготовленных на стадии первичных параметрических исследований (а) и в процессе расширенного изучения характеристик материала (б)

2.3 Горячее изостатическое прессование

Горячее изостатическое прессование (ГИП) для СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК проводили в АО «Композит» на промышленном газостате HIRP 10/26-200-2000 (ABRA AG, Швейцария) с максимальной рабочей температурой 1300 °С и максимальным давлением 200 МПа. Для образцов из сплава ЭП741НП режим ГИП проводился при температуре 1210 °С и давлении 150 МПа, для сплава АЖК – при температуре 1160 °С и давлении 150 МПа. Охлаждение образцов после завершения процесса ГИП осуществлялось в газостате.

2.4 Термическая обработка

В ходе исследований эволюции структуры для СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК проводили термическую обработку (ТО) по типу закалка с последующим старением в термических печах СНВЛ и ПЛ-10/16 (Россия) по режимам, представленным в таблице 10.

Таблица 10 – Термическая обработка сплавов ЭП741НП и АЖК

Сплав	Вид ТО	Температура загрузки, °С	Температура выдержки, °С	Время выдержки, ч	Среда охлаждения
ЭП741НП	Закалка	700	1210	8	Воздух
	Старение	760	870	32	Воздух
АЖК	Закалка	800	1180	4	Воздух
	Старение	750	820	16	Воздух

Макетные образцы деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор» подвергались дополнительной операции отжига совместно с плитой построения для снятия термических напряжений. Отжиг проводился непосредственно после изготовления методом СЛС в шахтной вакуумной печи СШВ-8.12/13ЭМ1 (Россия) при температуре 1060 °С и времени выдержки 2 часа.

2.5 Механическая обработка

Срезание образцов и деталей с поверхности платформы построения осуществлялось методом электроэрозионной обработки с использованием проволочно-вырезного станка погружного типа с системой автоматической заправки проволоки ACCUTEX (Тайвань).

Методом электроэрозионной резки также производилось удаление поддерживающих структур, изготовления образцов для термомеханических испытаний и испытаний на ударный изгиб КСУ. Изготовление образцов для механических испытаний на растяжение при комнатной и повышенных температурах осуществлялось методом токарной обработки с использованием токарного станка 16К20ПФ и токарных проходных резцов с накладками из твердого сплава марки ВК6ОМ. Макетные образцы деталей после ГИП и ТО подвергались пескоструйной обработке поверхности.

2.6 Приготовление металлографических шлифов

Металлографические шлифы для структурных исследований и определения твердости по Виккерсу изготавливали при помощи системы пробоподготовки фирмы Buehler (Германия). Заготовку для шлифа с необходимым сечением получали с использованием металлорежущего станка Buehler-Met, после чего производили запрессовку образца в токопроводящую смолу на прессе Simplimet 1000 (Buehler, Германия). Шлифование и полирование поверхности образцов осуществлялось на автоматическом шлифовально-полировочном станке EcoMet 250/300 (Buehler, Германия). Для шлифования использовали абразивную бумагу SiC бумагу фирмы Struers (Дания) с зернистостью от 46 до 10 мкм. Для финальной полировки использовали коллоидную кремниевую суспензия OP-S с дисперсностью оксидных частиц 0,01 мкм и сукно MD-Floc (Struers, Дания).

Для выявления структурных составляющих сплавов шлифы подвергались травлению раствором Марбле (серноокислая медь – 20 г, соляная кислота – 100 мл, вода – 100 мл). При травлении поверхность шлифа погружали в реактив на короткий промежуток времени (не более 10 секунд), после чего промывали проточной водой.

2.7 Оптическая микроскопия

Исследования структуры образцов после СЛС и постобработки методом оптической микроскопия (ОМ) при увеличениях менее 1000 крат осуществлялись на металлографическом микроскопе отраженного света AXIO Imager A1 фирмы CarlZeiss (Германия), оснащенного комплексом программно-аппаратного анализа изображений Thixomet Pro. Выявление дефектов структуры (поры, трещины, несплавления) осуществлялось на шлифах без травления. Исследование зеренной макроструктуры производилось на шлифах после травления.

2.8 Сканирующая электронная микроскопия

Исследование микроструктуры образцов после СЛС и различных видов постобработки осуществлялось методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием микроскопа S-3400N (Hitachi High-Technologies Corporation, Япония), оснащенного приставкой рентгеновского энергодисперсионного анализа NORAN System 7 X-ray Microanalysis System (Thermo Scientific, США). Разрешающая способность микроскопа составляет около 100 нм. Первичный пучок электронов генерируется вольфрамовым катодом посредством термоэлектронной эмиссии и ускоряется до 0,2-30 кэВ за счет разности потенциалов. Изображение формировали по силе тока обратнорассеянных и вторичных электронов при ускоряющем напряжении первичного пучка электронов 15 кэВ и увеличениях от $\times 100$ до $\times 10000$ крат.

2.9 Просвечивающая электронная микроскопия

Для исследования тонкой структуры образцов при высоком разрешении использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEM-2100 компании Jeol (Япония). Предварительно для исследований методом ПЭМ подготавливали фольги диаметром 3 мм и толщиной 50 мкм путем шлифования заготовки на SiC бумаге с зернистостью 20-10 мкм. Последующее утонение фольги проводили при помощи ионного травления с двух сторон на установке PIPS II System (Gatan Inc., США).

In-situ исследования механизмов пластической деформации при испытаниях на растяжение образцов из сплава ЭП741НП после СЛС+ГИП+ТО проводили методом ПЭМ высокого разрешения (ВР) и дифракции электронов с использованием держателя фольг Gatan 654 Straining In-Situ Holders (Gatan, Inc., USA). Эскиз образца для in-situ исследований посредством растяжения с целью изучения механизмов деформации металлов и сплавов приведен на рисунке 20. Центральную часть образца утоняли методом ионного травления.

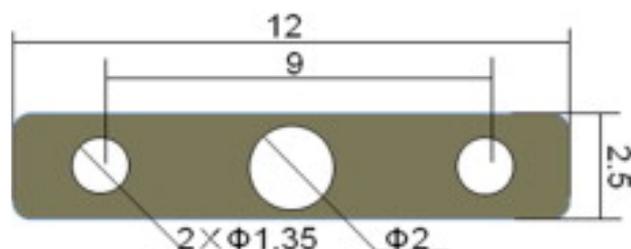


Рисунок 20 – Эскиз образца для in-situ исследований процесса растяжения в колонне ПЭМ

Механические in-situ испытания, совмещенные с исследованием тонкой структуры образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК, проводились с целью изучения влияния карбидных фаз на деформационное поведение проводили методом ПЭМ в устройстве Push-to-Pull с использованием держателя Hysitron PI 95 Picoindenter (США). Образцы (ламели) для механических in-situ испытаний в колонне ПЭМ изготавливали из предварительно подготовленной фольги с использованием метода сфокусированного ионного луча (FIB) на приборе Quanta 200 3D FIB (FEI Company, США). Использовался низкий ионный ток (10 пА), чтобы максимально предотвратить загрязнение.

2.10 Рентгеноструктурный фазовый анализ

Рентгеноструктурный фазовый анализ образцов осуществлялся на дифрактометре D2 PHASER компании Bruker AXS GmbH (Германия), оснащенный пакетом программного обеспечения DIFFRAC.SUITE. Съемку рентгенограмм проводили с использованием рентгеновской трубки оснащенной медной мишенью с длиной волны монокроматического излучения $\text{CuK} = 1,5418 \text{ \AA}$ в диапазоне углов рассеяния $2\theta = 20 - 140^\circ$ с шагом $0,1^\circ$; времени съемки – 1,5 ч при времени измерения интенсивности излучения на точку – 0,6 с. Полученные дифрактограммы анализировали в программе DIFFRAC.EVA (Bruker), позволяющей осуществлять одновременный поиск в нескольких справочных базах данных, таких как базы данных ICDD PDF2 и PDF4.

2.11 Дифференциальная сканирующая калориметрия

Исследование структурных превращений в образцах после СЛС осуществлялось методом дифференциальной сканирующей калориметрии при помощи прибора DSC RT 1600 (Linseis, Германия). Для анализа использовалось по 3 образца размерами $\text{Ø} 2 \times 5 \text{ мм}$. Образцы нагревались в защитной атмосфере аргона до температуры $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью 10 град/мин с последующим охлаждением до $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

2.12 Определение теплофизических свойств

Теплофизические свойства для образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК после СЛС и СЛС+ТО исследовались при температурах 20, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 и $1000 \text{ }^\circ\text{C}$. Определяли следующие теплофизические характеристики:

– коэффициент линейного температурного расширения (ТКЛР);

- коэффициент теплопроводности;
- теплоёмкость;
- температуропроводность.

Для определения перечисленных характеристик использовали по три образца каждого состава. Определение ТКЛР проводили на цилиндрических образцах $\varnothing 6 \times 25$ мм на установке дилатометр NETZSCH DIL 402C (Германия) в среде аргона. Определение среднего значения удельной теплоёмкости C_p осуществляли на образцах $\varnothing 5,1 \times 2$ мм на дифференциальном сканирующем калориметре Netzsch DSC404 F3 (Германия) в среде аргона. Коэффициент температуропроводности и теплопроводности определяли на образцах $\varnothing 12,6 \times 3$ мм при помощи термоанализатора Anter FlashLine XP (Германия).

2.13 Определение твердости материала

Твердость образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК в состоянии СЛС, ГИП и ТО определяли методом Виккерса по ГОСТ 2999-75 на твердомере HVS-50 с нагрузкой 10 кг. Твердость по Виккерсу вычислялась по формуле:

$$HV = \frac{F}{M} = \frac{2F \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1,854 \frac{P}{d^2} \quad (11)$$

где F – нагрузка, кгс;

M – площадь поверхности отпечатка, мм²;

α – угол между противоположными гранями пирамиды при вершине (136°);

d – среднее арифметическое значение длин обеих диагоналей отпечатка после снятия нагрузки, мм.

2.14 Механические испытания

Испытания на растяжения для определения временного сопротивления σ_b , предела текучести $\sigma_{0,2}$, относительного удлинения δ и относительного сужения ψ проводили при температурах 20 °С, 650 °С и 750 °С по ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9651-84, соответственно. Для этого использовались испытательная машина Schenk-Trebel RMC-100 (Schenk, Германия) и печь Ulvac sinku Rico (ULVAC Technologies, США). Испытания на ударный изгиб КСУ при 20 °С проводили по ГОСТ 9454-78 с использованием маятникового копра КМ (ООО «Метротест», г. Нефтекамск). На рисунке 21 представлена эскизы образцов, которые использовались для проведения испытаний на растяжение и ударный изгиб КСУ.

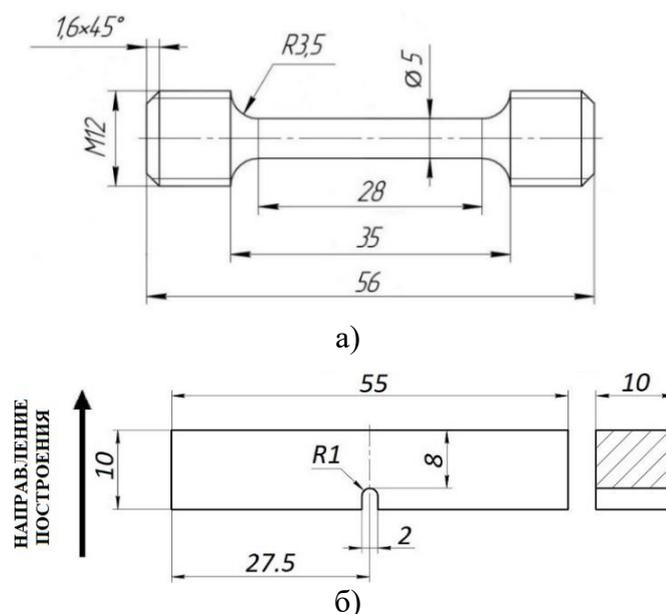


Рисунок 21 – Геометрия и размеры образцов на растяжение (а) и ударный изгиб (б)

Сжатие образцов $\varnothing 6 \times 9$ мм из сплава АЖК проводили при 20 °С по ГОСТ 25.503-97 на испытательной машине LN100kN фирмы Walter+Baі (Швейцария), где определяли следующие величины: σ_b – предел прочности при сжатии, $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести и ε – степень пластической деформации.

2.15 Термомеханические испытания

Термомеханические испытания на сжатие осуществлялось на установке Gleeble System 3800 компании Dynamic Systems Inc (США). Испытания проводили по схеме одноосного сжатия образцов размерами $\varnothing 6 \times 9$ мм, определяя значения упругих модулей, пределов упругости, пропорциональности, текучести и прочности в диапазоне температур 600 – 900 °С.

2.16 Лазерное 3D-сканирование деталей

Для контроля геометрических размеров деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НИ и типа «эжектор» из сплава АЖК, полученных методом СЛС, использовался переносной координатно-измерительный манипулятор Kreon ACE Arm-7 («Kreon Technologies», Франция), внешний вид которого представлен на рисунке 22. Принцип действия манипулятора основан на измерении координат с помощью датчиков углового положения, а портативная конструкция обеспечивает проведение измерений объектов с любой пространственной ориентацией. При использовании лазерного сканера

определяются координаты множества точек измеряемой поверхности в пределах поля зрения сканера, после чего осуществляется оцифровка данных с использованием программного обеспечения Polygonia. Для окончательной обработки данных и выведения результатов измерений используется программный продукт GeomagicControl, позволяющий сравнить оцифрованные данные с исходной 3D-моделью. Погрешность измерения при работе с лазерным сканером составляла 0,017 мм.

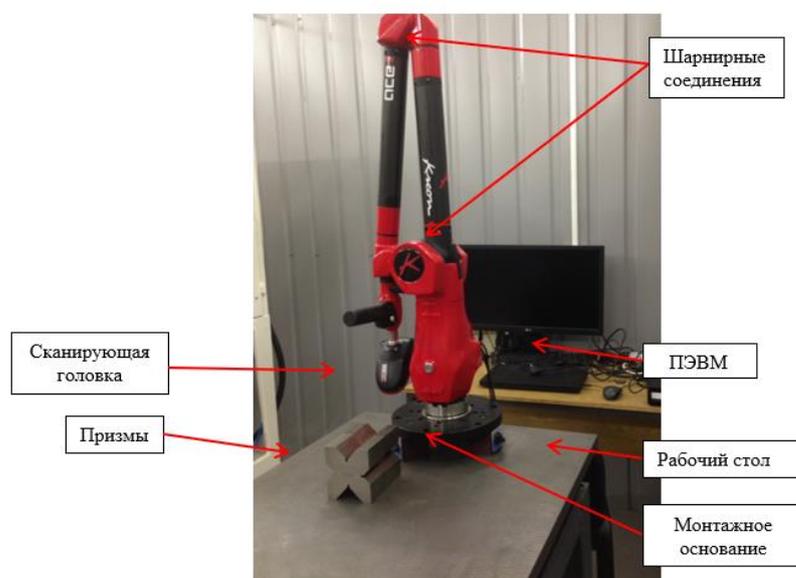


Рисунок 22 – Внешний вид оборудования координатно-измерительного манипулятора Kreon ACE Arm-7

2.17 Компьютерная томография

Детали типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и типа «эжектор» из сплава АЖК исследовали компьютерной томографией для выявления потенциальных дефектов и особенностей строения. Деталь типа «эжектор» исследовали на томографе Phenix V|tome|x M300 (Waygate Technologies, Германия) оснащенного двумя рентгеновскими трубками для контроля и линейных измерений с точностью $4 \text{ мкм} + L \text{ (мм)}/100$. Съемка детали типа «эжектор» осуществлялось при следующем режиме: напряжение – 270 кВ; ток – 178 мкА; размер вокселя – 51 мкм; время съемки – 74 мин. Образцы-свидетели исследовали из сплавов ЭП741НП и АЖК исследовали по режиму: напряжение – 270 кВ; ток – 100 мкА; размер вокселя – 25 мкм; время съемки – 92 мин. Для съемки детали типа «крыльчатка» использовался томограф Phenix V|tome|x C450 (Waygate Technologies, Германия), где исследование осуществлялось по следующему режиму: напряжение – 450 кВ; ток – 1500 мкА; размер вокселя – 86 мкм; время съемки – 36 мин.

ГЛАВА 3. Разработка режимов селективного лазерного сплавления порошков из сплавов ЭП741НП и АЖК

3.1 Параметрические исследования процесса СЛС для сплава ЭП741НП

По результатам структурных исследований кубических образцов из сплава ЭП741НП, полученных по различным режимам СЛС (таблица 8), установлена возможность формирования следующих видов дефектов: локальные несплавления, сеть трещин, единичные трещины, пористость и единичные поры. На рисунке 23 приведены примеры структур с характерными дефектами. Развитая сеть трещин и большое число локальных несплавлений являются критическими дефектами, недопустимыми в структуре СЛС-образцов, так как их практически невозможно устранить. Единичные трещины, топологически не связанные между собой в объеме образца, и пористость относятся к некритическим дефектам, устранение которых возможно посредством проведения ГИП.

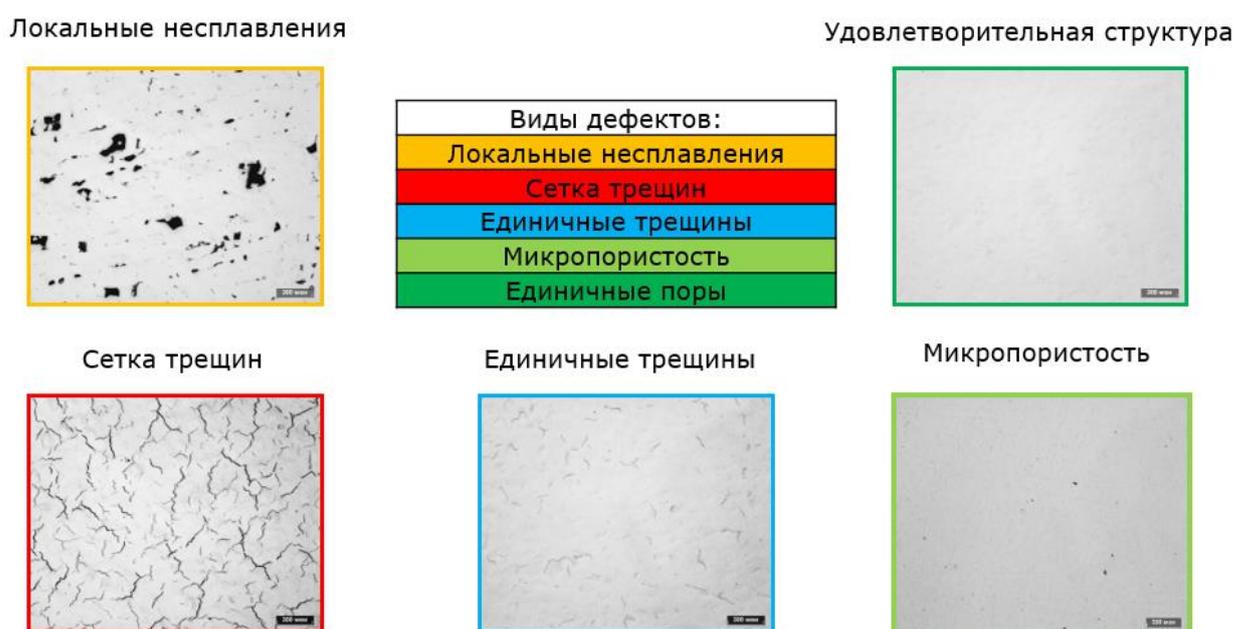


Рисунок 23 – Характерные дефекты, зафиксированные в структуре образцов из сплава ЭП741НП при проведении параметрических исследований процесса СЛС

Следует отметить, что на рисунке 23 представлены крайние случаи, когда в структуре преобладает какой-либо один из видов дефектов. На практике большинство образцов имеет от двух до трех типов дефектов одновременно. Кроме того, в рамках одной разновидности дефекта интенсивность его проявления может сильно варьироваться по размерам и объемному распределению.

Основная задача первичных параметрических исследований процесса СЛС состоит в выявлении режимов, обеспечивающих формирование структуры с наименьшим количеством некритических дефектов. На рисунке 24 представлена матрица эксперимента, совмещенная с результатами структурных исследований. В верхнем ряду ячеек приведены маркировки режимов (A1, A2, A3 и т.д.), а в нижнем – величины общих энерговкладов, рассчитанных по формуле (10). Для обозначения видов дефектов, обнаруженных в образце, используются цветовые индикаторы с рисунка 23.

		Скорость сканирования v , мм/сек								
		A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7		
Мощность лазера P , Вт		80,4	75,0	70,3	66,2	62,5	59,2	56,3		
		A8	A9	A10	A11	A12	A13	A14	A15	
		89,3	83,3	78,1	73,5	69,4	65,8	62,5	56,8	
		A16	A17	A18	A19	A20	A21	A22	A23	A24
		98,2	91,7	85,9	80,9	76,4	72,4	68,8	62,5	57,3
				A25	A26	A27	A28	A29	A30	A31
				93,8	88,2	83,3	78,9	75,0	68,2	62,5
					A32	A33	A34	A35	A36	A37
					95,6	90,3	85,5	81,3	73,9	67,7
						A38	A39	A40	A41	A42
					97,2	92,1	87,5	79,5	72,9	
						A43	A44	A45	A46	
						98,7	93,8	85,2	78,1	

а) Режимы А ($x = 0,06$ мм)

		Скорость сканирования v , мм/сек				
		B1	B2	B3	B4	B5
Мощность лазера P , Вт		56,3	52,7	49,6	46,9	44,4
		B6	B7	B8	B9	B10
		62,5	58,6	55,1	52,1	49,3
		B11	B12	B13	B14	B15
		68,8	64,5	60,7	57,3	54,3
		B16	B17	B18	B19	B20
		75,0	70,3	66,2	62,5	59,2
		B21	B22	B23	B24	B25
	81,3	76,2	71,7	67,7	64,1	

б) Режимы В ($x = 0,08$ мм)

		Скорость сканирования v , мм/сек		
		C1	C2	C3
Мощность лазера P , Вт		66,2	62,5	59,2
		C4	C5	C6
		73,5	69,4	65,8
		C7	C8	C9
		80,9	76,4	72,4
		C10	C11	C12
		88,2	83,3	78,9
	C13	C14	C15	
	95,6	90,3	85,5	

в) Режимы С ($x = 0,11$ мм)

Рисунок 24 – Экспериментальная матрица параметрических исследований процесса СЛС для сплава ЭП741НП, совмещенная с результатами структурных исследований

При исследовании образцов, полученных по режимам серии А, установлено, что использование мощности лазера 135 Вт при ширине штриховки 0,06 мм во всем интервале исследованных скоростей сканирования является недостаточным для формирования сплошной металлургической связи между соседними лазерными дорожками, в результате чего в структуре образцов присутствуют локальные несплавления. С уменьшением энерговклада в ряде режимов А1-А7 наблюдается закономерное увеличение размеров и объемного количества локальных несплавлений. При этом стоит отметить, что в структуре образцов, полученных по режимам с близкими энергокладами, но с большей мощностью лазера, несплавления отсутствуют. Таким образом, на формировании данного вида дефекта доминирующее влияние оказывает величина мощности лазерного луча, от которой зависит глубина и ширина ванны расплава.

Использование мощностей лазера в интервале значений 150-225 Вт для скоростей сканирования 700-1200 мм/сек и ширины штриховки 0,06 м обеспечивает устранение дефектов в виде локальных несплавлений, однако при этом интенсифицируются процессы трещинообразования. Данные, полученные в промежутке режимов А8-А46, сложно интерпретировать в отчетливо выраженную закономерность. В представленной матрице можно выделить несколько относительно низкоэнергетических режимов (А14, А23, А24) и ряд режимов с высокими энергокладами (А25, А38, А39, А43, А44), обеспечивающих низкий уровень дефектов. Промежуточные режимы, преимущественно приводят к формированию трещин в структуре образцов. При этом, если рассматривать один ряд режимов с зафиксированной мощностью лазера или скоростью сканирования, можно предположить, что зависимость объемной доли трещин от величины энерговклада не линейная и имеет как минимум один экстремум. В частности, в данной матрице эксперимента можно выделить интервал энергокладов от $\sim 68,5$ до $\sim 73,5$ Дж/мм³, в котором происходит формирование участков с сплошной сетью трещин. Наилучшей структурой в серии режимов А отличался образец, полученный по режиму А25.

В серии В преимущественно исследовались низкоэнергетические режимы, что достигалось увеличением шага штриховки до 0,08 мм. В данной области исследований процессы трещинообразования интенсифицировались с уменьшением энерговклада. Наилучшие структуры получены по режимам В16 и В17. При этом режимы В11, В12, В21-В25 также являются удовлетворительными.

В серии режимов С исследовались режимы с более высокими значениями мощностей лазера при шаге штриховки 0,11. В образцах, полученных по режимам С1-С3, зафиксированы выраженные локальные несплавления. В образце С6 присутствуют микроучастки несплавлений, которые близки по форме и размерам к крупным единичным

порам. Использование режимов С7-С15 приводит к формированию в структуре образцов единичных микротрещин. Их размер и степень разветвленности меньше, чем в серии режимов А и В. Наилучшей структурой обладал образец, полученный по режиму С5.

Таким образом, по результатам первичных параметрических исследований можно заключить, что величина общего энерговклада не является ключевым показателем процесса СЛС, корректно отражающим влияние всех остальных параметров процесса на характеристики получаемого материала. Следовательно, перенос режимов на другой тип и/или размер технологического оборудования потребует проведения дополнительных параметрических исследований и, вероятно, построения широкой матрицы эксперимента.

Для оценки механических характеристик СЛС-образцов и исследования влияния масштабного фактора на их структуру по наилучшим режимам (А25, В16, В17 и С05), выявленным в процессе параметрических исследований, изготовлены экспериментальные образцы в виде параллелепипедов с размерами 20×20×65 мм. На рисунке 25 представлены макроструктуры поперечного сечения (плоскость ZY, перпендикулярная плите построения) изготовленных длинномерных образцов.

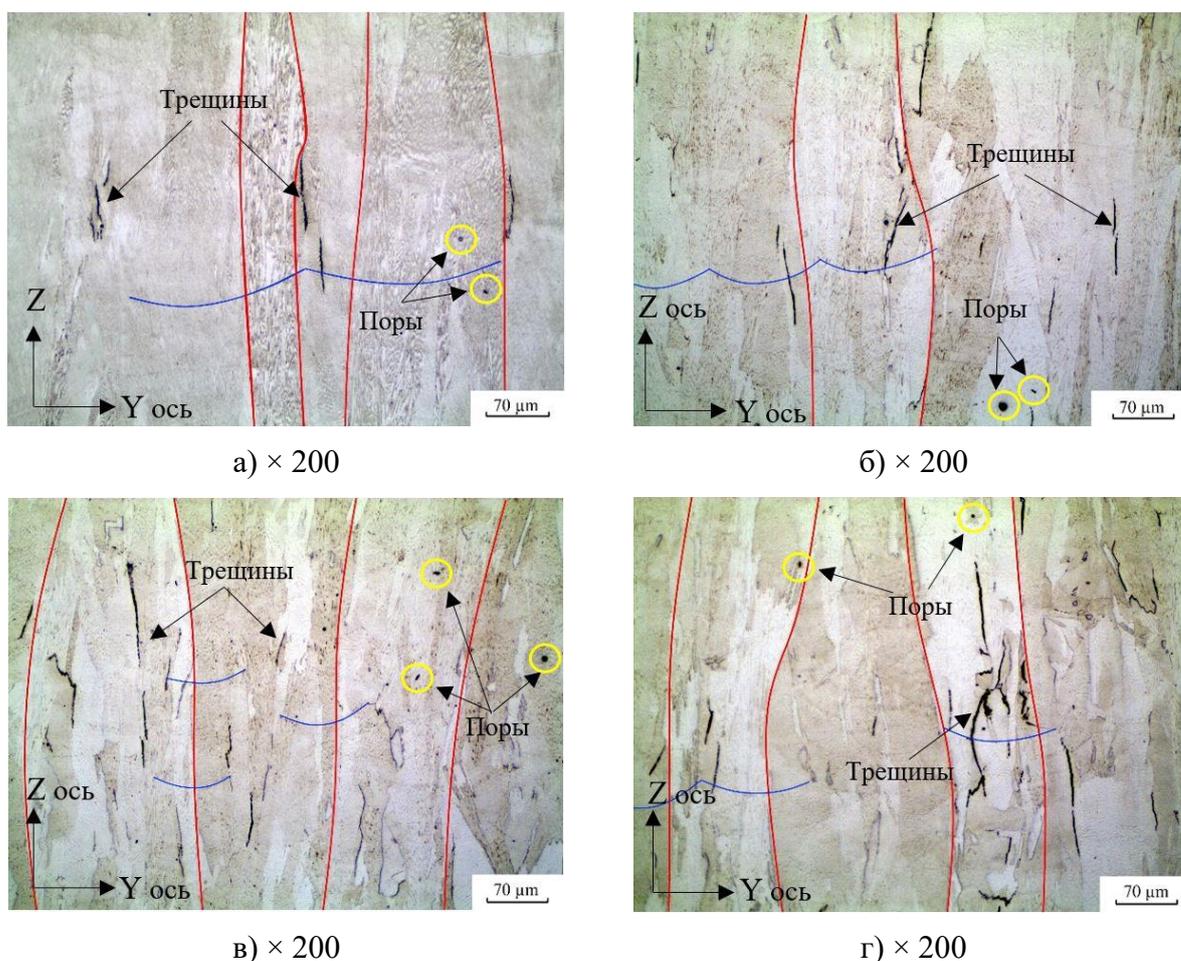


Рисунок 25 – Макроструктуры образцов из сплава ЭП741НП, полученных методом СЛС по режимам А25 (а), В16 (б), В17 (в) и С05 (г)

Исследованные образцы характеризуются схожей структурой, так как получены по режимам с близкими энергокладами и одинаковой стратегией сканирования. Макроструктура представлена столбчатыми зёрнами, ориентированными в направлении оси Z (отмечено красными линиями на рисунке 25) и границами ванн расплава, имеющих дугообразную форму (отмечено синими линиями).

Во всех образцах обнаружены несплошности в виде единичных пор различной морфологии и трещин. В таблице 11 представлены результаты сравнительного количественного анализа дефектов. Совокупная объемная доля дефектов в структуре образцов варьируется от 0,31 до 0,65 %. Наилучшей структурой характеризуется образец, полученный по режиму A25, который имеет минимальное количество и размер единичных трещин. Наихудшая структура у образца, полученного по режиму C05, в котором выявлено образование трещин разветвленной морфологии.

Таблица 11 – Результаты анализа структурных дефектов СЛС- образцов

Режим	Пористость, %	Число дефектов, шт.	Описание структурных дефектов
A25	0,31	2348	- сферические поры размером до 7 мкм; - единичные трещины до 200 мкм.
B16	0,44	2578	- сферические поры размером до 15 мкм; - единичные поры неравноосной формы размером 10 до 15 мкм; - единичные трещины размером до 250 мкм.
B17	0,51	2755	- сферические поры размером до 10 мкм; - единичные поры неравноосной формы размером 10 до 20 мкм; - единичные трещины до 250 мкм.
C05	0,65	2184	- сферические поры размером до 15 мкм; - единичные поры неравноосной формы размером 10 до 20 мкм; - разветвленные трещины до 300 мкм.

Таким образом, увеличение размеров образцов привело к увеличению количества структурных дефектов по сравнению с кубическими экспериментальными образцами, изготавливаемыми в рамках первичных параметрических исследований. Данный эффект вероятно связан с изменением условий охлаждения и усложнением схемы термических воздействий.

В таблице 12 представлены результаты определения твердости по Виккерсу у образцов после СЛС по режимам А25, В16, В17 и С05. Из результатов следует, что наибольшей твердостью обладают образцы, полученные по режиму А25, наименьшей твердость образцы по режиму С05. Разница в твердости может быть связана с количеством и размерами дефектов, а также с различной степенью дисперсности микроструктуры.

Таблица 12 – Результаты измерения твердости по Виккерсу HV для образцов после СЛС

№ измерения	Режим СЛС			
	А25	В16	В17	С05
1	410	392	393	373
2	405	393	387	385
3	398	398	387	385
Среднее значение ± ДИ	405 ± 12	394 ± 8	390 ± 9	381 ± 17

В таблице 13 представлены результаты механических испытаний СЛС- образцов, изготовленных по различным режимам. Полученные данные хорошо согласуются с результатами структурных исследований (таблица 11, рисунок 25). Наилучшими прочностными характеристиками обладают образцы, полученные по режиму А25, которых имеют наименьшее количество структурных дефектов. С увеличением дефектности образцов наблюдается закономерное уменьшение прочности и пластичности.

Таблица 13 – Механические свойства образцов сплава ЭП741НП после СЛС

Режим СЛС	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
А25	1	1065	845	10,2	13,1
	2	1110	875	9,0	9,8
	3	1080	845	12,4	12,8
	Среднее значение ± ДИ	1085 ± 55	855 ± 40	10,5 ± 4,3	11,9 ± 4,5
В16	1	1075	865	7,4	12,1
	2	1035	840	10,2	10,5
	3	1050	835	7,1	14,0
	Среднее значение ± ДИ	1050 ± 50	845 ± 40	8,2 ± 4,2	12,2 ± 4,4

Окончание таблицы 13

Режим СЛС	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
В17	1	1035	840	8,1	11,3
	2	1060	860	6,9	10,2
	3	1015	825	9,7	12,8
	Среднее значение \pm ДИ	1035 \pm 55	840 \pm 45	8,2 \pm 3,5	11,4 \pm 3,2
С05	1	990	810	9,8	10,1
	2	1025	830	7,5	7,4
	3	1035	850	6,2	6,9
	Среднее значение \pm ДИ	1015 \pm 60	830 \pm 50	7,8 \pm 4,5	8,1 \pm 4,3

По совокупности результатов, полученных в ходе параметрических исследований и последующих сравнительных исследований механических характеристик СЛС-образцов, для проведения дальнейших работ по изучению эволюции структуры в процессе последующих операций ГИП и ТО в качестве оптимального выбран режим А25.

3.2 Параметрические исследования процесса СЛС для сплава АЖК

В отличие от сплава ЭП741НП, отличающегося высокой склонностью к трещинообразованию, сплав АЖК является менее легированным и относится к классу свариваемых ЖНС. Поэтому в ходе разработки режимов параметрические исследования для сплава АЖК проводились в меньшем объеме.

По результатам изучения структуры экспериментальных кубических образцов, изготовленных в рамках параметрических исследований, зафиксированы следующие типы структур:

- структура с крупными порами преимущественно округлой формы, которые вероятно образовались в результате кипения материала;
- структура с микропористостью, присутствующей во всем объеме образца;
- структура с единичными микропорами.

На рисунке 26 в виде карты приведены примеры типичных структур с характерными дефектами.

Виды дефектов
Закипание материала
Пористость
Единичные поры



Рисунок 26 – Дефекты, зафиксированные в структуре образцов из сплава АЖК при проведении параметрических исследований процесса СЛС

На рисунке 27 представлена матрица эксперимента, совмещенная с результатами структурных исследований. Для обозначения видов дефектов, обнаруженных в образце, используются цветовые индикаторы с рисунка 26. Анализ представленных результатов подтверждает гипотезу о закипании материала при высоких энергозатратах, что приводит к формированию крупных пор во всем объеме материала. Уменьшение энергозатрат за счет увеличения скорости сканирования способствует уменьшению пористости. Стоит отметить, что структуры образцов, полученных во всем исследованном интервале режимов, не содержат дефектов в виде трещин или несплавлений, что подтверждает высокую технологичность сплава при реализации сварочных процессов. Образец, полученный по режиму А10 обладает наименьшим количеством дефектов. Данный режим выбран в качестве оптимального для проведения дальнейших исследований структуры, теплофизических свойств и механических характеристик.

Интервал сканирования, мм ↑	Скорость сканирования V мм/с →				
	A1	A2	A3	A4	A5
	A6	A7	A8	A9	A10
	A11	A12	A13	A14	A15

Рисунок 27 – Экспериментальная матрица параметрических исследований процесса СЛС для сплава АЖК, совмещенная с результатами структурных исследований

3.3 Исследование структурных особенностей СЛС- образцов из сплава ЭП741НП

По данным рентгенофазового анализа образцы состояли из твердого раствора на основе никеля (γ -фаза), имеющего ГЦК решетку с параметром $a = 3,587 \text{ \AA}$. Типичная рентгенограмма СЛС- образца из сплава ЭП741НП представлена на рисунке 28. Параметр решетки несколько увеличен относительно табличного значения для никеля ($3,524 \text{ \AA}$), что связано с формированием пересыщенного твердого раствора.

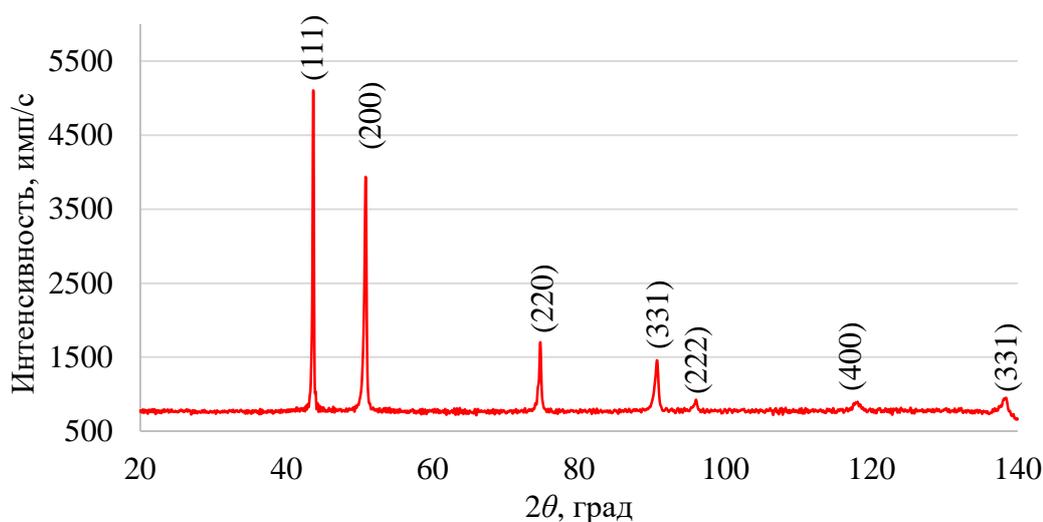


Рисунок 28 – Рентгенограмма СЛС- образца, полученного из сплава ЭП741НП

На рисунке 29 представлена макроструктура образца, полученного по режиму А25. В структуре обнаружены единичные микропоры размером до 7 мкм и микротрещины размером до 250 мкм (рисунок 29 а). В плоскости YZ (рисунок 29 б) отчетливо видны границы ванн расплава (желтые линии), имеющие дугообразную форму, а также вытянутые макрозерна (отмечено красными линиями), преимущественно ориентированные перпендикулярно плите построения. Размер макрозерен может быть соизмерим с размерами образца по оси Z, так как в процессе СЛС за счет высоких температурных градиентов рост зерен происходит по эпитаксиальному механизму, в результате чего зерно может прорасти через несколько ванн расплава [103, 147, 157-160]. Формирование такого типа структуры является типичным для технологии СЛС и связано с наличием преимущественного направления теплопередачи, реализуемой за счет высокой теплопроводности плиты построения и сплавленного материала [158, 161]. Теплопередача в других направлениях подавлена, так как теплопроводность порошковой и газовой сред существенно меньше теплопроводности компактного металлического материала.

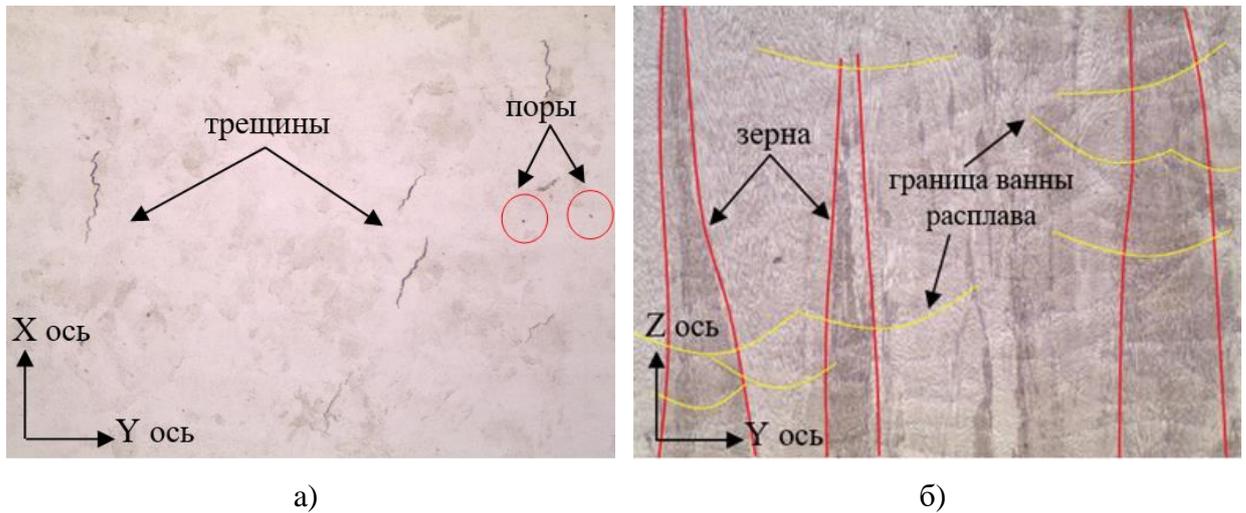


Рисунок 29 – Структура продольного (а) и поперечного (б) сечений СЛС- образца, полученного по режиму А25 из сплава ЭП741НП

Исследование микроструктуры СЛС-образцов методом СЭМ (рисунок 30) позволило выявить, что внутри макрозерен в процессе кристаллизации формируется мелкодисперсная субзеренная структура. Визуально в плоскости шлифа субзерна характеризуются различной структурой, которая варьируется от столбчатой до ячеистой. Размер и морфология ячеек в различных субзернах отличаются. В ряде работ подобные структуры называют столбчато-ячеистыми (columnar-cellular) или мозаичными (mosaic) [44, 103, 109, 161]. Фактически столбчато-ячеистая микроструктура представляет собой различно ориентированные колонии сонаправленных столбчатых дендритов, которые попадают в плоскость шлифа различными сечениями. Из-за высоких скоростей охлаждения в процессе СЛС (10^5 - 10^7 К/с) рост вторичных ветвей дендритов подавляется [44, 103].

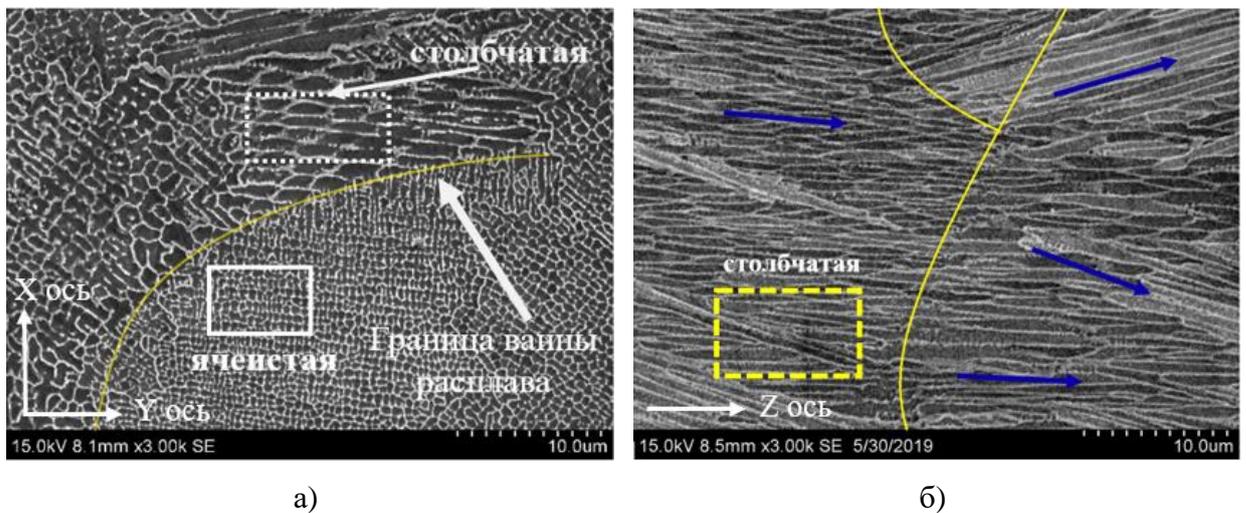


Рисунок 30 – Микроструктура продольного (а) и поперечного (б) сечения СЛС-образца, полученного по режиму А25 из сплава ЭП741НП

Формирование и рост колоний дендритов с различной ориентацией связан с особенностями кристаллизации расплава в процессе СЛС. Локальное затвердевание расплава начинается на границе ванны расплава, имеющей форму параболической дуги, что обусловлено Гауссовским распределением энергии лазера [103, 147]. В результате большого перегрева и высоких скоростей охлаждения формируются колонии сонаправленных столбчатых дендритов с неразвитыми вторичными ветвями. Центрами кристаллизации дендритов зачастую являются дендриты предыдущего слоя, граничащие с ванной расплава, в результате чего происходит прорастание дендритов через несколько ванн расплава. При прорастании столбчатых дендритов через границу ванны расплава они могут менять свое направление роста на 90° , что подробно описано в работах [103, 109, 162]. Направление роста колоний дендритов внутри ванны расплава обусловлено совокупностью тепловых потоков, а также предпочтительной кристаллографической ориентацией кубического кристалла [103, 110, 163]. Дополнительное влияние оказывает изменение направления сканирования при каждом проходе [164]. В результате в различных областях ванны расплава угол между направлением роста и максимальным температурным градиентом (вдоль оси Z) может варьироваться от 0 до $54,7^\circ$ [163]. Таким образом, группы столбчатых дендритов растут от границы ванны расплава к ее центру. При пересечении разнонаправленных колоний дендритов рост одних подавляется конкурентным ростом других, обладающих более выгодной кристаллографической ориентацией [103, 163, 164].

На рисунке 31 а представлено ПЭМ- изображение участка микроструктуры СЛС-образца, на котором зафиксирована колония сонаправленных столбчатых дендритов шириной $0,5-1,0$ мкм.

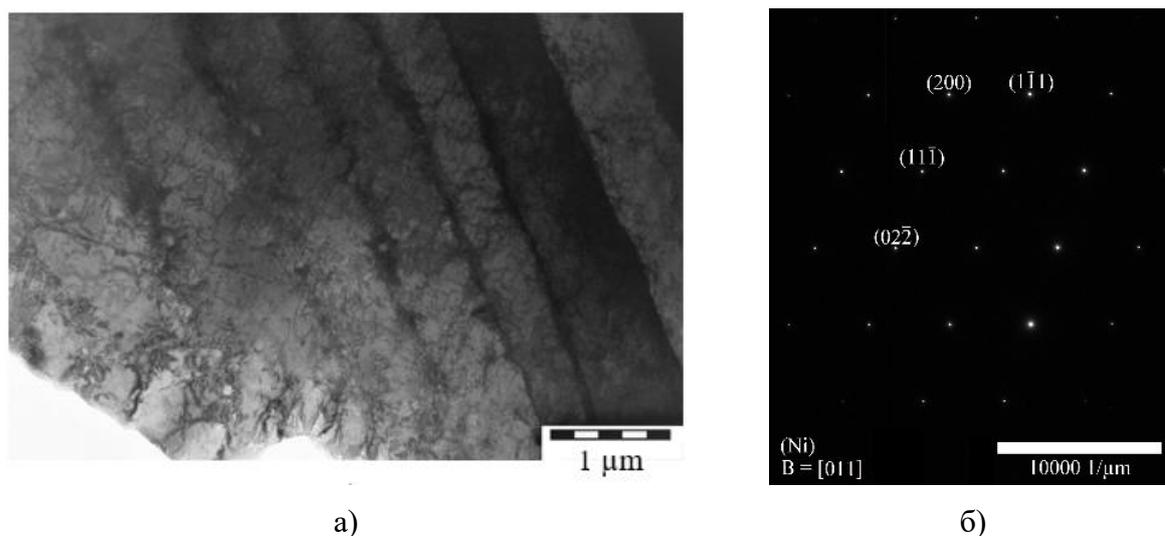


Рисунок 31 – ПЭМ изображение структуры СЛС- образца (а) и электронограмма (б), снятая с участка внутри тела дендрита

Высокая плотность дислокаций в теле дендритов свидетельствует о деформационных процессах, протекающих в материале вследствие высоких усадочных и термических напряжений при закалочных скоростях охлаждения ванн расплава в процессе СЛС порошкового слоя. На рисунке 31 б приведена электронограмма, снятая с характерного участка внутри тела дендрита в оси зоны [011] и соответствующая γ -фазе с ГЦК решеткой. Расчетный период кристаллической решетки для γ - фазы составил 3,537 Å, что в целом согласуется с данными, полученными методом РФА (рисунок 28).

Для оценки сегрегации тяжелых легирующих элементов в режиме сканирующего просвечивающего электронного микроскопа (СПЭМ) провели локальный ЭДС анализ в точках, соответствующих центральной (спектры 1, 3, 7) и периферийной (спектры 2, 4, 5, 6) части дендритов, представленных на рисунке 32 а. Результаты локального ЭДС приведены в таблице 14. Видно, что границы дендритных зерен обогащены молибденом, гафнием, ниобием и титаном. Исследование структуры при более высоком увеличении позволило обнаружить в междендритном пространстве сферические и околосферические частицы (рисунок 32 б). По результатам локального ЭДС (спектры 8, 9, 11 в таблица 14) установлено, что выделившиеся частицы отличаются повышенным содержанием W, Mo, Nb и Hf.

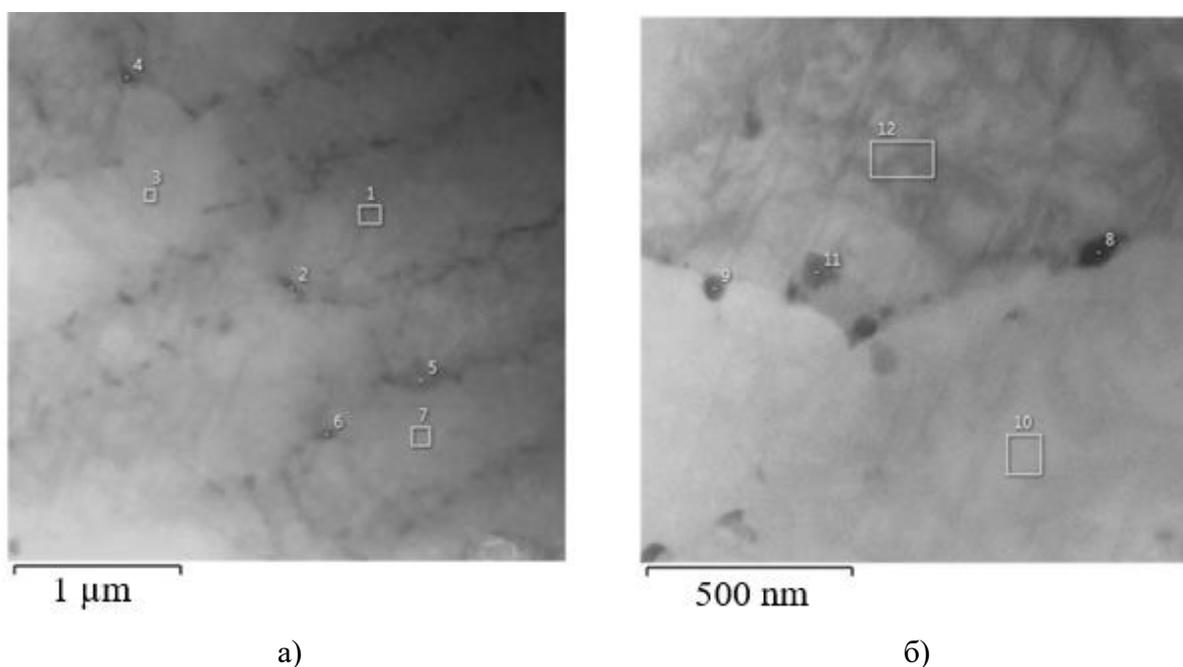


Рисунок 32 – СПЭМ изображения структуры СЛС- образцы из сплава ЭП741НП при различных увеличениях с указанием областей локального ЭДС

Таблица 14 – Результаты локального ЭДС структуры СЛС- образца при исследовании методом ПЭМ

Спектр	Содержание химических элементов, масс. %								
	Ni	Co	Cr	W	Al	Mo	Nb	Ti	Hf
1	56,85	16,79	9,77	7,5	4,1	3,28	-	1,71	-
2	35,65	15,3	10,92	8,11	2,42	8,93	11,63	1,94	5,08
3	63,01	19,36	10,95	-	5,06	-	-	1,62	-
4	40,20	15,92	10,77	9,55	-	8,21	9,50	2,26	3,58
5	52,34	14,96	9,69	6,07	4,11	4,64	4,33	2,92	0,95
6	44,11	15,59	9,70	7,76	3,57	6,30	6,72	2,42	3,83
7	55,12	15,88	9,79	8,31	3,88	3,63	1,81	1,57	-
8	33,49	15,18	10,06	11,0	2,19	9,88	9,97	1,61	6,63
9	37,88	15,97	6,69	10,46	3,28	9,07	8,38	1,42	3,92
10	54,25	15,40	9,05	8,05	5,03	4,13	2,36	1,45	0,27
11	41,04	15,59	9,95	10,34	3,43	5,89	8,52	2,19	3,05
12	54,98	16,39	9,84	7,47	4,68	2,90	2,08	1,65	-

Идентификацию частиц, выделившихся в результате сегрегации, осуществляли методом ПЭМ высокого разрешения. На рисунках 33-37 представлены частицы различной конфигурации, обнаруженные в междендритных областях, и соответствующие Фурье-трансформации (FFT) их кристаллической структуры. По результатам расчетов выявлены фазы Лавеса Cr_2Nb , Ti_2Ni , Cr_2Hf , Co_2Nb , а также интерметаллид Cr_5Al_8 . Результаты идентификации сведены в таблице 15.

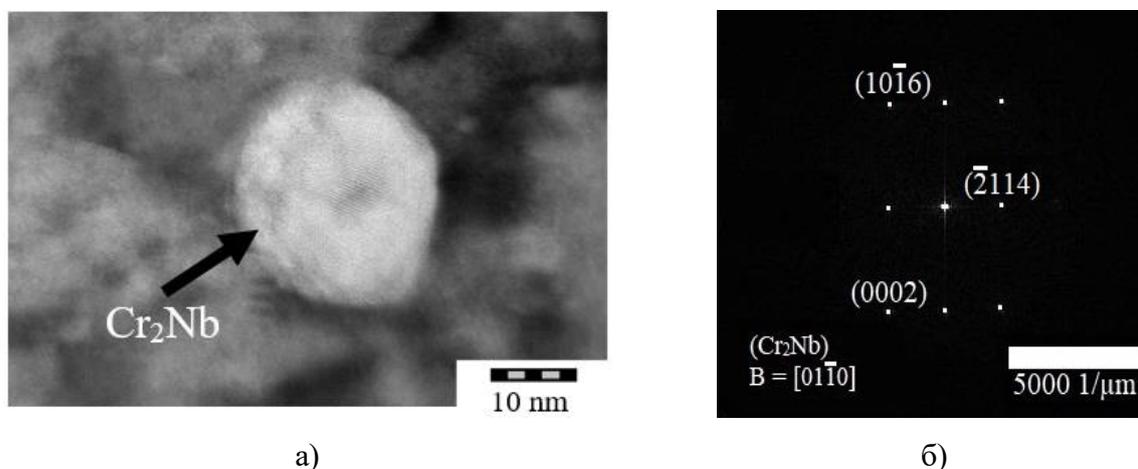
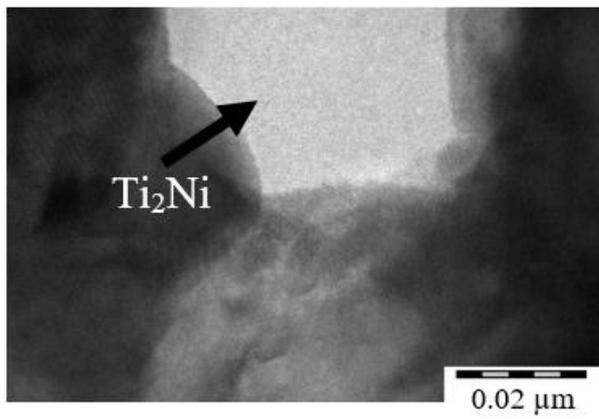
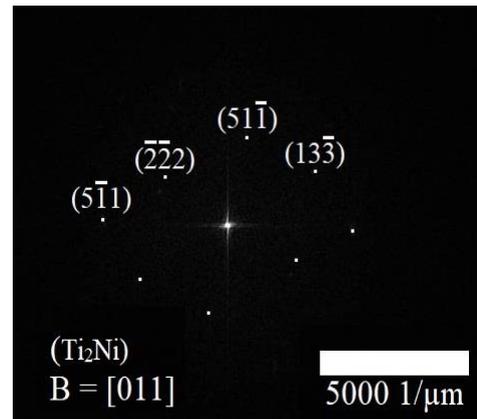


Рисунок 33 – ПЭМ изображение частицы фазы Cr_2Nb (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

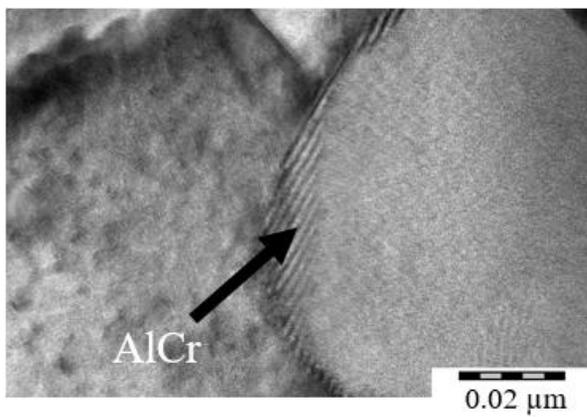


a)

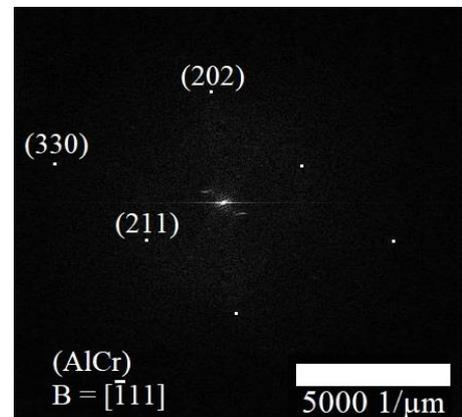


б)

Рисунок 34 – ПЭМ изображение частицы фазы Ti_2Ni (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

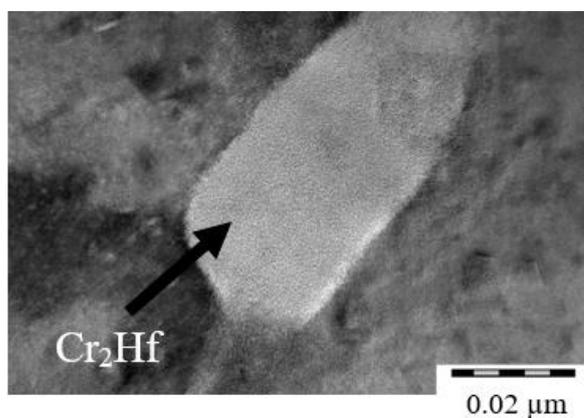


a)

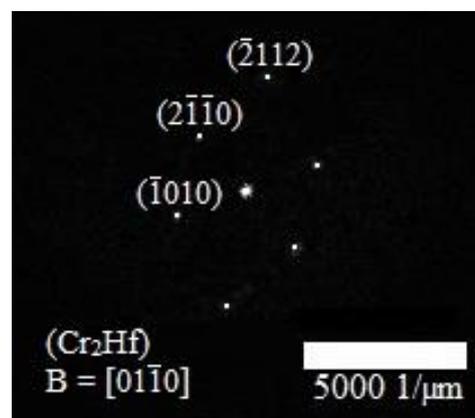


б)

Рисунок 35 – ПЭМ изображение частицы фазы $AlCr$ (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)



a)



б)

Рисунок 36 – ПЭМ изображение частицы фазы Cr_2Hf (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

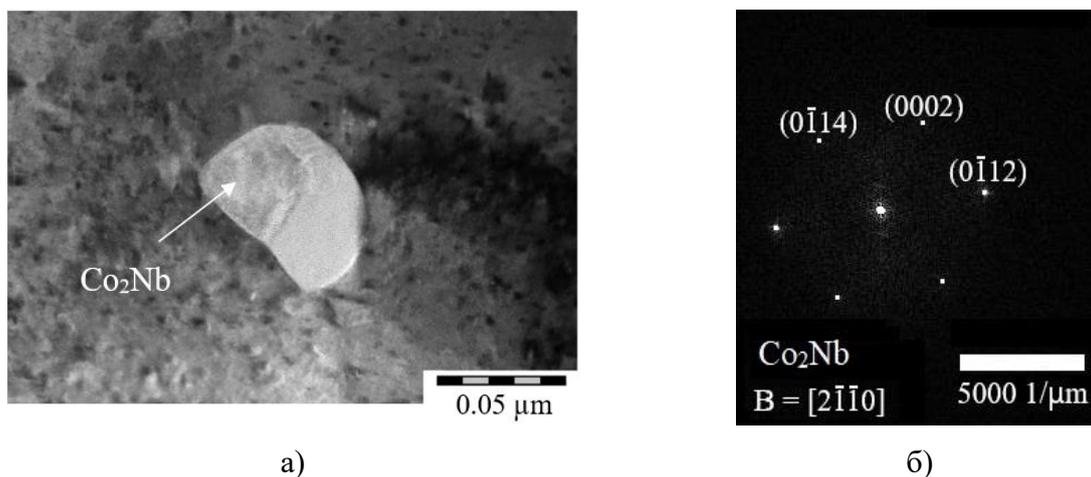


Рисунок 37 – ПЭМ изображение частицы фазы Co_2Nb (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

Таблица 15 – Результаты идентификации частиц, выявленных методом ПЭМ в междендритном пространстве СЛС- образцов из сплава ЭП741НП

Фаза	Рисунок	Ось зоны*	Пространственная группа	Тип решетки	Параметры решетки	Табличные значения**
Cr_2Nb	33	[01-10]	P63/mmc	ГПУ	$a = 5,014 \text{ \AA}$ $c = 15,353 \text{ \AA}$	$a = 4,98 \text{ \AA}$ $c = 16,12 \text{ \AA}$
Ti_2Ni	34	[011]	Fd-3m	ГЦК	$a = 11,419 \text{ \AA}$	$a = 11,278 \text{ \AA}$
Cr_5Al_8	35	[-111]	I-43m	Кубическая	$a = 9,170 \text{ \AA}$	$a = 9,107 \text{ \AA}$
Cr_2Hf	36	[01-10]	P63/mmc	ГПУ	$a = 4,9996 \text{ \AA}$ $c = 8,2639 \text{ \AA}$	$a = 5,077 \text{ \AA}$ $c = 8,254 \text{ \AA}$
Co_2Nb	37	[2-1-10]	P63/mmc	ГПУ	$a = 4,8543 \text{ \AA}$ $c = 15,4184 \text{ \AA}$	$a = 4,7414 \text{ \AA}$ $c = 15,4584 \text{ \AA}$

* Ось зоны, вдоль которой снималась Фурье- трансформация
 ** Табличные значения параметров кристаллической решетки

Расчетные значения параметров кристаллической решетки практически для всех интерметаллидных фаз несколько отличаются от табличных данных, что связано с растворением легирующих элементов. Определить долю идентифицированных фаз в сплаве затруднительно, что связано с их малым количеством и размерами. Стоит отметить, что фазы Лавеса являются нежелательными включениями, поскольку являются достаточно хрупкими и могут приводить к ухудшению прочностных свойств сплава [44].

3.4 Исследование структурных особенностей СЛС- образцов из сплава АЖК

На рисунке 38 а, б представлена макроструктура СЛС-образцов в продольном и поперечном сечениях. В сечении, параллельном плоскости построения XU , отчетливо видны лазерные треки (пути сканирования), а в плоскости YZ наблюдаются границы ванн расплава, имеющие дугообразную форму. Следует отметить, что полученные образцы характеризуются структурой с минимальным количеством дефектов и остаточной пористостью менее 0,02%. Размер единичных пор находится в интервале 1-5 мкм. При этом структурных дефектов в виде трещин и непроплавленных участков не обнаружено. Методами ОМ затруднительно оценить размер зерен и их ориентацию.

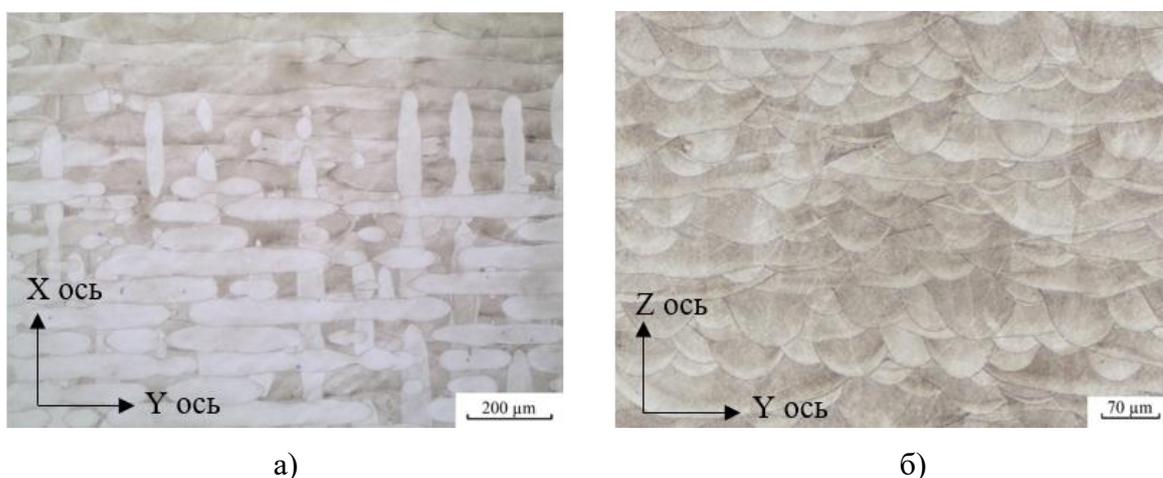


Рисунок 38 – Структура продольного (а) и поперечного (б) сечений экспериментального образца, полученного из сплава АЖК по режиму А10

На рисунке 39 представлена микроструктура СЛС-образцов из сплава АЖК, которая в целом схожа со структурой образцов из сплава ЭП741НП. В продольном и поперечном сечении шлифа можно выделить участки со столбчатыми и ячеистыми колониями микрозерен. В отличие от сплава ЭП741НП в данном случае прорастания столбчатых дендритов через границы ванн расплавов практически не наблюдаются, в основном происходит смена направления роста кристаллов на 90° , что приводит к частичному подавлению эпитаксиального механизма роста зерна.

Рисунок 40 а демонстрирует ПЭМ изображение тонкой структуры СЛС-образца из сплава АЖК, снятое с ориентировкой фольги в направлении $[011]_\gamma$. На рисунке 40 б представлена электронограмма с дендритной ячейки в оси зоны $[011]$, подтверждающая образование γ -фазы с расчетным периодом ГЦК решетки равным $3,5174 \text{ \AA}$, при табличном значении $3,5238 \text{ \AA}$.

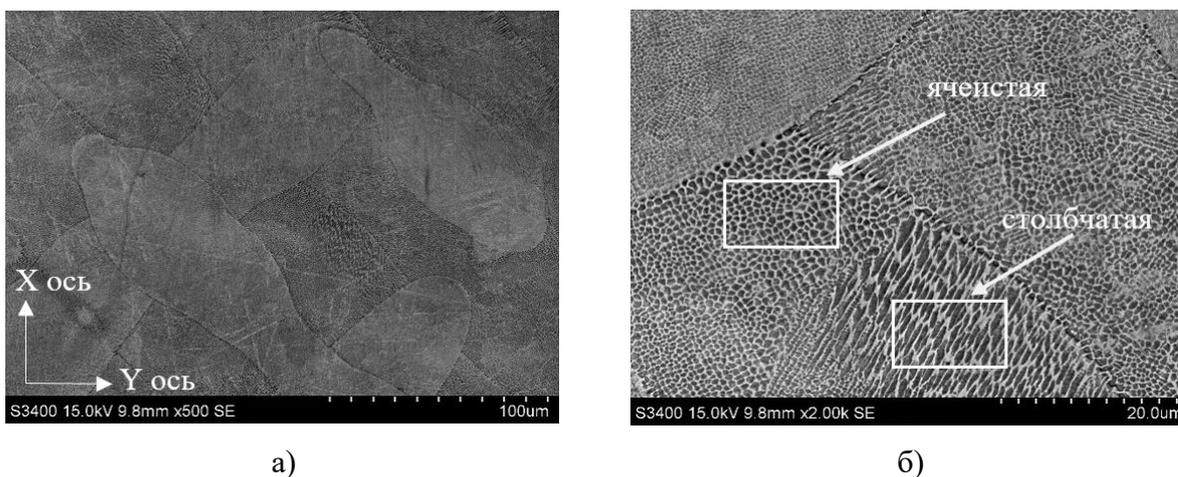


Рисунок 39 – Микроструктура поперечного сечения экспериментального образца, полученного из сплава АЖК по режиму А10

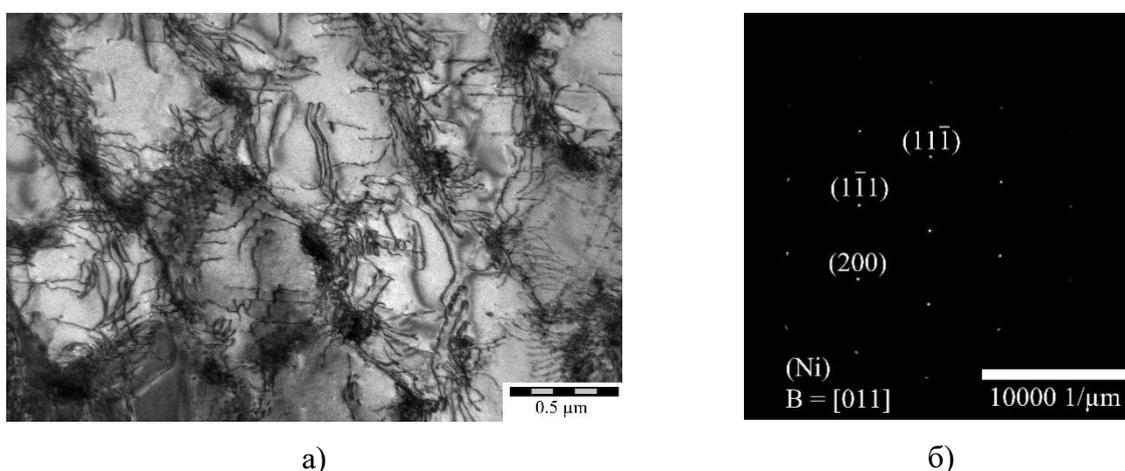


Рисунок 40 – ПЭМ изображение структуры СЛС- образца (а) и электронограмма (б), снятая с исследуемого участка

Структура синтезированного материала характеризовалась высокой плотностью дислокаций с их преимущественным скоплением вдоль границ дендритных ячеек γ -фазы. При этом размер ячеек варьировался от 0,5 до 1,0 мкм. Скопления дислокаций указывают на высокие внутренние напряжения в сплаве после СЛС, поэтому при изготовлении сложнопрофильных и тонкостенных конструкций рекомендуется проведение промежуточного релаксационного отжига до срезания деталей с плиты построения, что позволит предотвратить отклонение геометрии в результате коробления изделий.

Для оценки сегрегации тяжелых легирующих элементов проведен локальный СПЭМ-ЭДС анализ в точках, соответствующих матрице (спектры 2, 3, 8), границе дендритных зерен (спектры 4, 5, 6, 12) и выделившимся частицам (спектры 1, 7, 10, 11, 13), представленных на рисунке 41. Результаты локального ЭДС представлена в таблице 16.

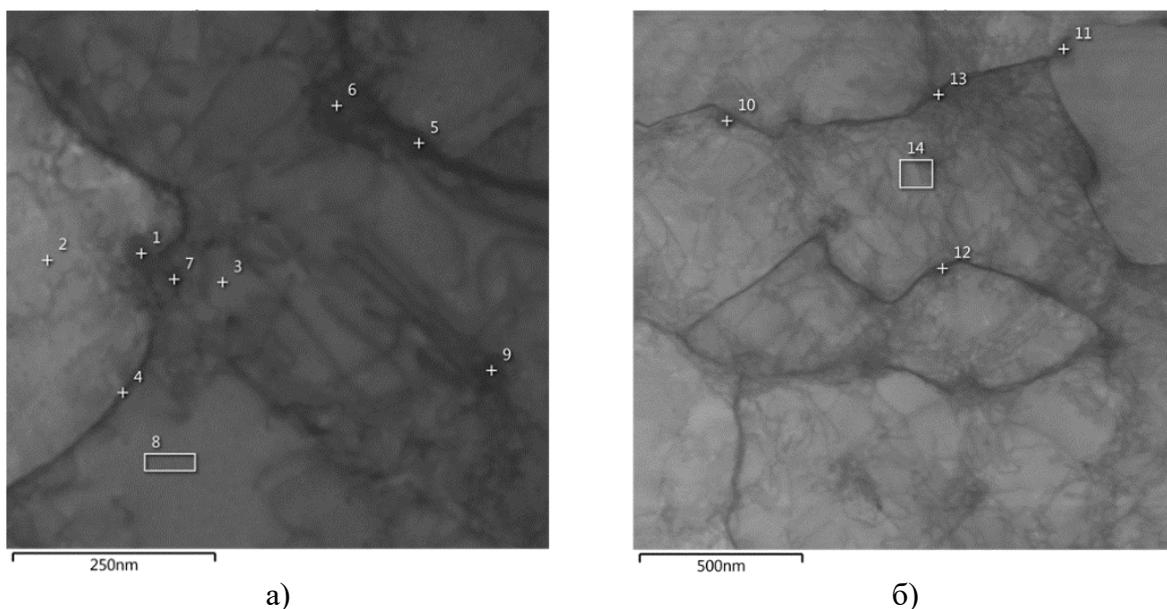


Рисунок 41 – СПЭМ изображения структуры СЛС- образца из сплава АЖК при различных увеличениях с указанием областей локального ЭДС

Таблица 16 – Результаты локального СПЭМ-ЭДС структуры СЛС- образца

Спектр	Содержание химических элементов, масс. %							
	Ni	Co	Cr	Al	Mo	Nb	Hf	C
1	42,40	6,21	13,86	0,83	17,81	12,38	6,51	-
2	64,56	6,71	15,86	3,06	7,49	2,32	-	-
3	64,73	6,65	15,94	3,35	6,87	2,46	-	-
4	64,07	4,51	13,10	2,91	7,61	7,80	-	-
5	63,80	5,07	13,42	2,90	7,20	7,61	-	-
6	62,90	4,98	13,00	2,73	8,25	8,14	-	-
7	37,62	3,92	10,03	5,33	11,78	14,36	3,75	13,21
8	63,50	6,47	15,83	3,48	8,42	2,30	-	-
9	65,38	6,56	15,58	2,82	7,32	2,34	-	-
10	47,22	4,57	13,22	1,61	17,65	9,13	6,60	-
11	46,01	4,45	13,95	1,27	17,25	11,04	6,03	-
12	64,37	4,57	12,48	2,48	7,81	8,29	-	-
13	45,77	4,64	13,43	1,84	16,34	12,03	5,95	-
14	64,41	6,11	16,15	3,14	7,76	2,43	-	-

Из представленных результатов следует, что границы дендритных ячеек обогащены преимущественно ниобием, частицы в междендритном пространстве обогащены такими элементами как молибден, ниобий, гафний и в одном случае наблюдается частица с содержанием углерода и повышенным содержанием алюминия (спектр 7).

Идентификацию частиц, выявленных в междендритном пространстве, осуществляли с помощью ПЭМ при атомном разрешении кристаллической структуры фаз. На рисунках 42-45 представлены частицы, обнаруженные в междендритном пространстве и Фурье-трансформации (FFT), снятые с их поверхности. По результатам расчетов выявлены две фазы Лавеса Mo_2Hf , Cr_2Hf , и два карбида $\text{Nb}_6\text{C}_{4.87}$, Nb_4AlC_3 . Результаты расчётов представлены в таблице 17.

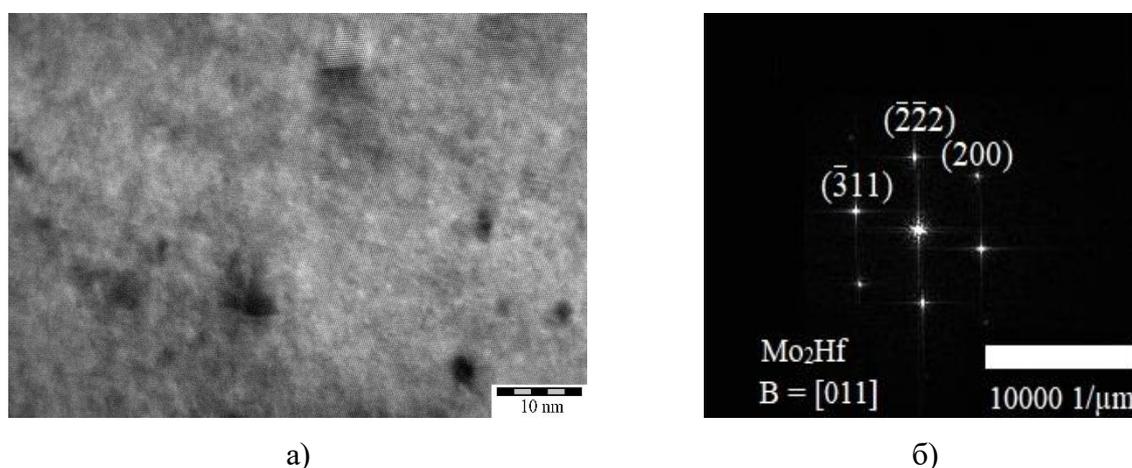


Рисунок 42 – ПЭМ изображение частицы фазы Mo_2Hf (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

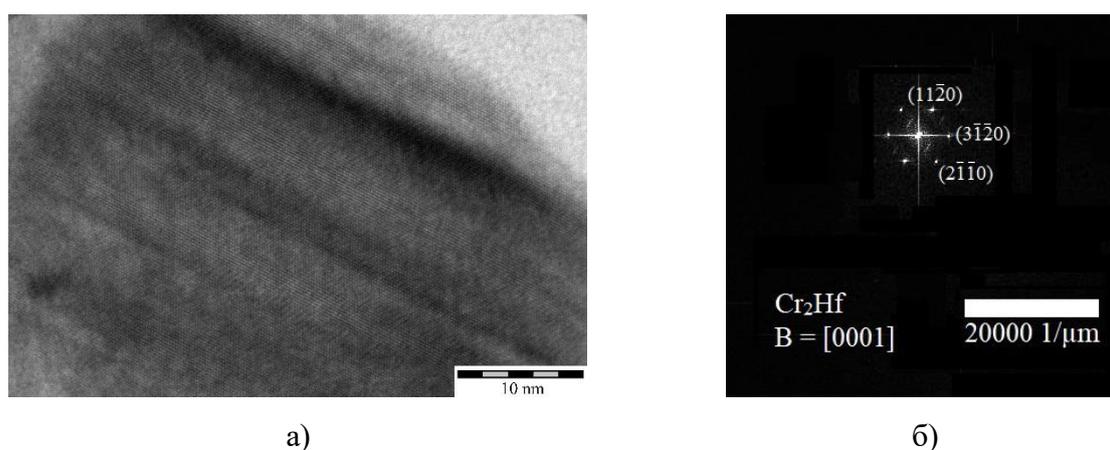
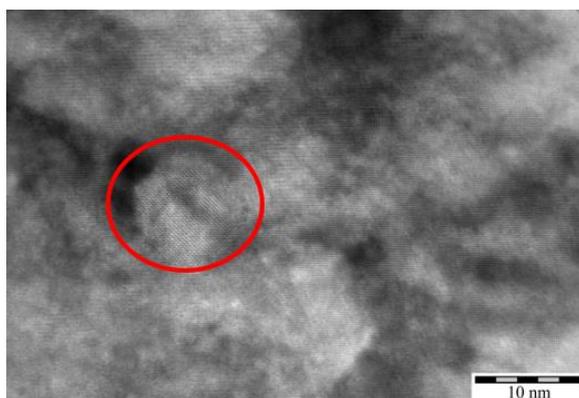
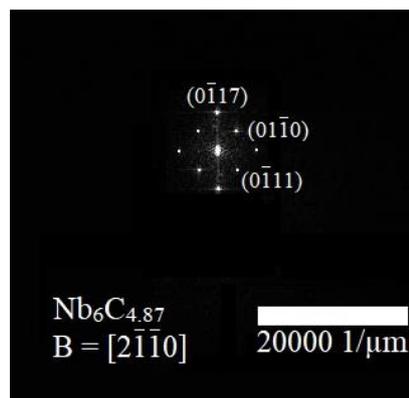


Рисунок 43 – ПЭМ изображение частицы фазы Cr_2Hf (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

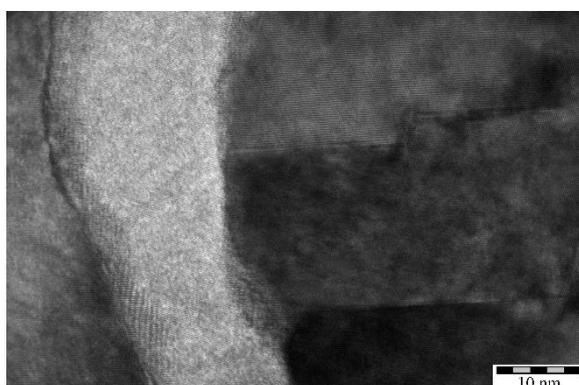


а)

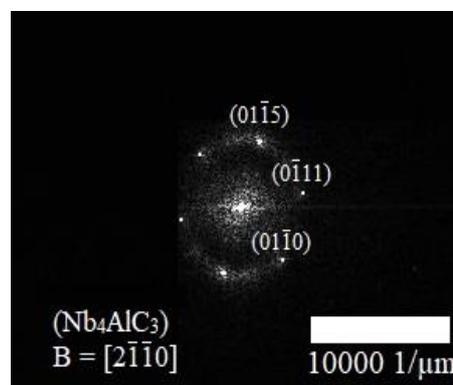


б)

Рисунок 44 – ПЭМ изображение частицы фазы $Nb_6C_{4.87}$ (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)



а)



б)

Рисунок 45 – ПЭМ изображение частицы фазы Nb_4AlC_3 (а) и Фурье- трансформация (FFT), снятая с поверхности фазы (б)

Таблица 17 – Результаты идентификации частиц, выявленных методом ПЭМ на периферии дендритных ячеек СЛС- образцов из сплава АЖК

Фаза	Рисунок	Ось зоны*	Пространственная группа	Тип решетки	Параметры решетки	Табличные значения**
Mo_2Nf	42	[011]	Fd-3m	Кубическая	$a = 7,587$	$a = 7,545$
Cr_2Nf	43	[0001]	P63/mmc	ГПУ	$a = 5,114$ $c = 8,140$	$a = 5,077$ $c = 8,252$
Nb_4AlC_3	44	[2-1-10]	P63/mmc	ГПУ	$a = 3,1155$ $c = 23,1197$	$a = 3,1296$ $c = 24,1208$
$Nb_6C_{4.87}$	45	[2-1-10]	P31	ГПУ	$a = 5,507$ $c = 14,946$	$a = 5,464$ $c = 15,422$

* Ось зоны, вдоль которой снималась Фурье- трансформация
 ** Табличные значения параметров кристаллической решетки

3.5 Физико-механические характеристики СЛС- образцов из сплава ЭП741НП

Механические характеристики

Для исследований механических свойств по оптимальному режиму А25 получены экспериментальные СЛС-образцы с различной ориентацией по отношению к платформе построения (0°, 45°, 90°). Внешний вид образцов представлен на рисунке 46.

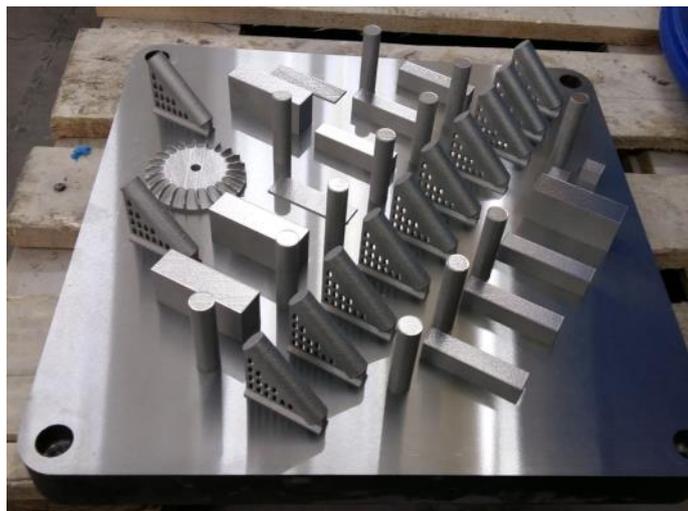


Рисунок 46 – Внешний вид экспериментальных образцов из сплава ЭП741НП, полученных методом СЛС с различной ориентацией в платформе построения

В таблице 18 представлены результаты измерений твердости по Виккерсу поперечных сечений СЛС- образцов в зависимости от угла построения. Из представленных данных видно, что угол построения незначительно влияет на твердость материала после СЛС, так как значительных структурных изменений не происходит в зависимости от ориентации образцов.

Таблица 18 – Значения твердости СЛС- образцов в зависимости от угла построения

№	Ориентация образцов		
	0°	45°	90°
1	410	416	413
2	405	434	409
3	398	416	408
Среднее значение ± ДИ	405 ± 12	422 ± 26	410 ± 7

Результаты механических испытаний на растяжение СЛС-образцов в зависимости от их ориентации представлены в таблице 19.

Таблица 19 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП в зависимости от угла построения

Угол построения	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
0 °	1	1065	845	10,2	13,1
	2	1110	875	9,0	9,8
	3	1080	845	12,4	12,8
	Среднее значение ± ДИ	1085 ± 55	855 ± 40	10,5 ± 4,3	11,9 ± 4,5
45 °	1	1233	953	12,7	14,7
	2	1282	979	16,1	30,6
	3	1282	966	15,9	32,3
	Среднее значение ± ДИ	1266 ± 70	966 ± 32	14,9 ± 4,6	25,9 ± 24,1
90 °	1	1307	921	21,2	39,1
	2	1296	914	21,4	38,8
	3	1311	920	20,4	33,0
	Среднее значение ± ДИ	1305 ± 19	918 ± 9	21,0 ± 1,3	37,0 ± 8,5

Установлено, что максимальными прочностными характеристиками обладают образцы, полученный под углом 90 °. Данный эффект связан как с ориентацией зерен, так и с характером распределения дефектов в образце. В образцах с ориентацией 0 ° столбчатые зерна и трещины, которые преимущественно располагаются по границам зерен, перпендикулярны направлению растяжения образцов, в связи с чем, именно эти образцы демонстрируют минимальный уровень механических свойств.

На рисунке 47 представлены фрактограммы изломов образца после испытаний на растяжение. На представленном изломе присутствуют участки хрупкого и вязкого разрушения, что свидетельствует о смешанном характере разрушения. На рисунке 47 а представлен общий вид излома, а на рисунке 47 б представлен участок на котором можно выделить фасетки скола (участок «А»), характерные для хрупкого разрушения, и участки с микроямочным изломом (участок «В»), характерные для вязкого разрушения. Можно предположить, что хрупкое (межзеренное) разрушение происходит по границам колоний

столбчатым дендритов, ориентированных перпендикулярно направлению приложения нагрузки при растяжении. В колониях столбчатых дендритов, расположенных в направлении приложения нагрузки или под небольшим углом к нему, реализуются механизмы пластического течения металла с образованием микропустот и последующим отрывом, в результате чего происходит формирование ямочного излома. Следует отметить, что в области первичных трещин СЛС-образцов могут образовываться сколы, расслоения и вторичные трещины. Другой характерной особенностью изломов СЛС-образцов является формирование ступенек излома (область «С») в результате слияния нескольких трещин, распространяющихся в различных направлениях.

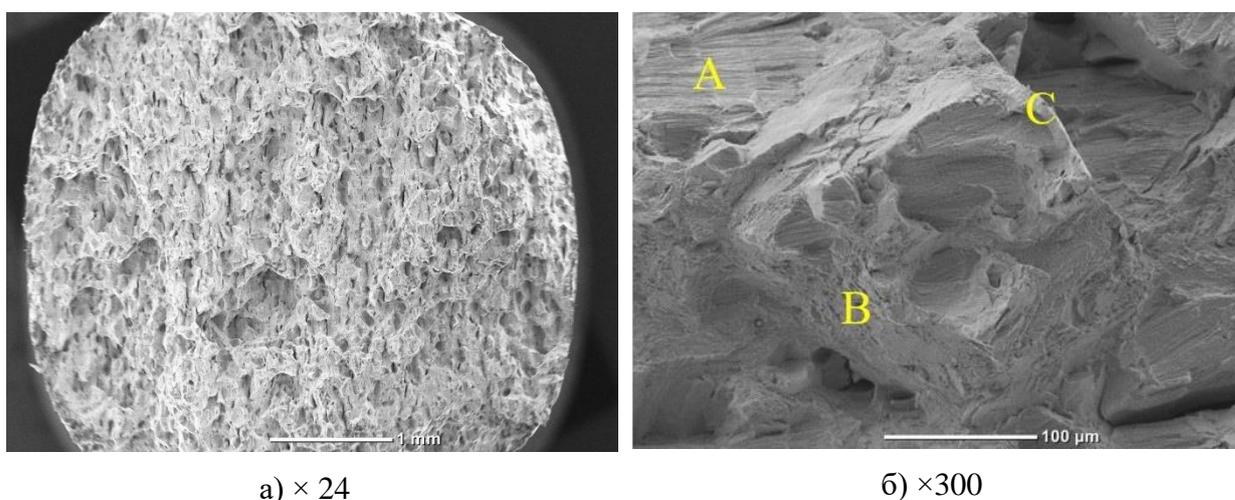


Рисунок 47 – Поверхности изломов СЛС-образцов после испытаний на растяжение

Ударная вязкость является одним из важнейших критериев, позволяющих оценить качество металла, то есть степень его склонности к хрупкому разрушению в условиях ограниченной возможности пластической деформации. Этот критерий позволяет комплексно оценить прочность и пластичность материала, которое выражается в сопротивлении распространению трещин в сплаве. В данной работе ударная вязкость определялась у СЛС-образцов, выращенных под углом 0° .

В таблице 20 представлены результаты испытаний на ударную вязкость КСУ. Из представленных результатов следует, что у СЛС-образцов среднее значение ударной вязкости КСУ составляет 11 ± 2 Дж/см², что является низким показателем. Это связано с тем, что в структуре СЛС-образцов присутствуют дефекты, которые являются источником разрушения. На рисунке 48 представлена поверхность излома СЛС-образцов, которая состоит из ступенек скола «А» и трещин размером до 200 мкм. Равноосные ямки на поверхности излома не обнаружены. Разрушение образцов произошло по механизму межзеренного разрушения.

Таблица 20 – Значения ударной вязкости СЛС-образцов из сплава ЭП741НП

№ образца	КСУ, Дж/см ²
1	10
2	11
3	12
Среднее значение ± ДИ	11 ± 2

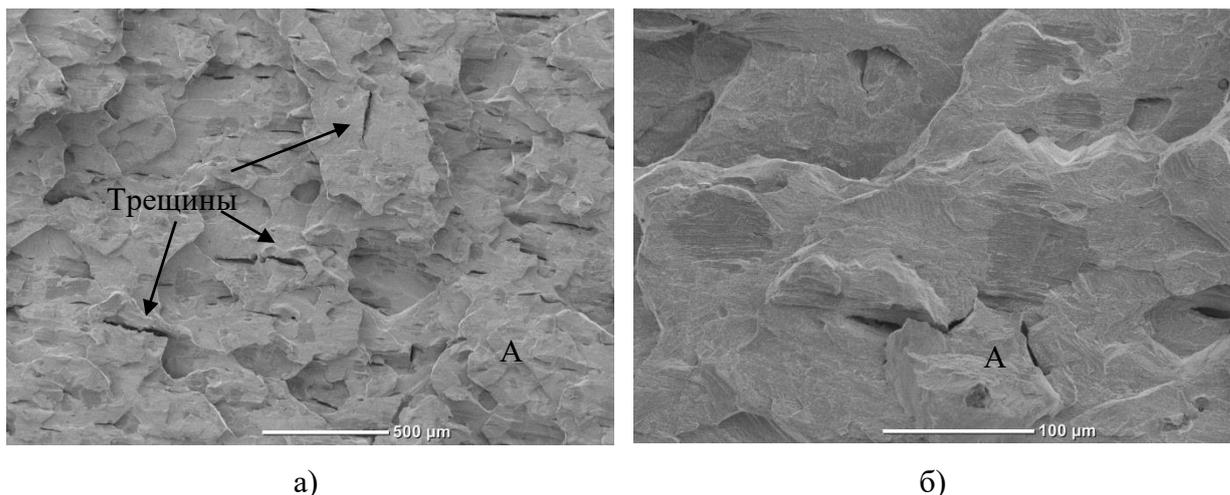


Рисунок 48 – Поверхности изломов СЛС-образцов после испытаний на ударную вязкость

Физические свойства

Физические характеристики материалов, как правило, являются структурно-чувствительными, поэтому для предварительной оценки влияния температуры на структурные превращения в СЛС-образцах проводили ДСК-анализ. На рисунке 49 представлена термограмма зависимости изменения тепловых потоков от температуры. Из представленного графика можно отметить 6 ключевых температурных пиков (584 °С, 618 °С, 761 °С, 832 °С, 1014 °С, 1163 °С), образовавшихся в процессе проведения ДСК сплава ЭП741НП. В диапазоне температур 584 °С и 618 °С происходит небольшое поглощение энергии, а далее выделение энергии вплоть до температуры 761 °С. Последующий нагрев до температуры 832 °С сопровождается поглощением тепла. Данные изменения на термограмме и образование этих пиков обусловлены релаксацией напряжений и аннигиляцией дислокаций. Температурный пик 1014 °С является началом растворения γ' -фазы ($T_{п.р}$), а при температуре 1163 °С происходит её полное растворение ($T_{п.р}$). Полученные данные близкие к литературным данным, где $T_{п.р}$ = 1180-1190 °С.

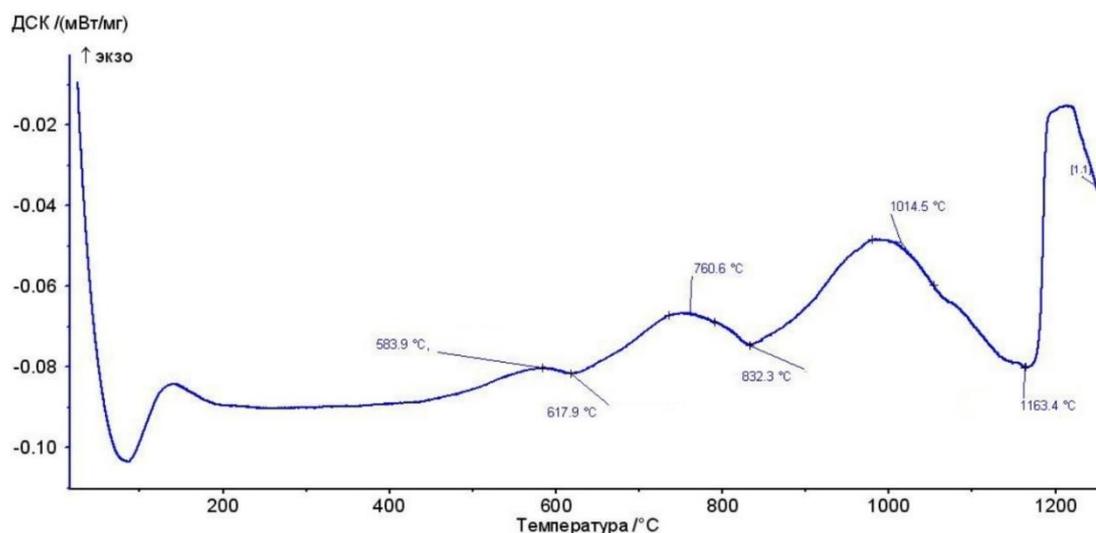


Рисунок 49 – Термограмма зависимости изменения тепловых потоков при нагреве СЛС-образца из сплава ЭП741НП

В таблице 21 представлены результаты определения ТКЛР для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП в сравнении со значениями, соответствующими стандарту сплава, полученного по технологии гранульной металлургии. Термическое расширение обусловлено тем, что при нагреве происходит увеличение внутренней энергии металлического материала, выражающееся в росте амплитуды и частоты колебаний атомов в узлах кристаллической решетки. Это в свою очередь вызывает смещение положения равновесия атомов и укрепления параметров, определяющих межатомное расстояние.

Таблица 21 – Средние значения ТКЛР сплава ЭП741НП

Температура t, °C	Средний ТКЛР $\alpha \times 10^6, K^{-1}$	
	СЛС	Паспортные данные*
30÷100	12,4 ± 2	13,4
30÷200	13,2 ± 3	13,7
30÷300	13,6 ± 4	13,7
30÷400	13,8 ± 3	13,5
30÷500	13,8 ± 2	13,5
30÷600	13,0 ± 4	13,6
30÷700	13,1 ± 5	14,1
30÷800	13,7 ± 3	14,7
30÷900	14,6 ± 3	15,1
30÷1000	15,7 ± 4	-

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

Полученные данные имеют схожий характер, однако практически во всех температурных интервалах СЛС- образцы характеризуются несколько меньшим значением ТКЛР, чем стандартный гранульный материал, что вероятно обусловлено различиями в структурно-фазовом состоянии образцов. Гранулированный сплав находится в структурно-стабильном двухфазном состоянии, а также имеет устойчивые выделения карбидных фаз по границам зерен. СЛС- материал находится в метастабильном состоянии и представляет собой однофазный пересыщенный твердый раствор. В целом ТКЛР для СЛС-образцов характеризуется нелинейной зависимостью, что связано с наличием термических напряжений и искажением кристаллической решетки растворенными элементами с большим атомным радиусом.

Для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП определена удельная теплоемкость C_p , характеризующая энергию, необходимую для нагревания 1 кг вещества на 1 К при заданных внешних условиях. Результаты измерений приведены в таблице 22. Видно, что увеличение C_p происходит линейно и прямо пропорционально росту температуры. Рост C_p у СЛС-образцов начинается после 700 °С. В диапазоне температур 700-800 °С значение C_p увеличилось на 65 Дж/(кг×К), в диапазоне 800-900 °С – на 95 Дж/(кг×К) и при 900-1000 °С – на 111 Дж/(кг×К). Паспортные значения C_p увеличиваются более равномерно: в диапазоне 700 – 800 °С C_p увеличивается на 18 Дж/(кг×К)). Как отмечалось ранее в СЛС-образцах происходят структурные изменения при нагреве, и резкое увеличение C_p напрямую связано со структурными и фазовыми превращениями.

Таблица 22 – Среднее значение удельной теплоёмкости сплава ЭП741НП

№ п/п	Температура t, °С	C_p , Дж/(кг×К)	
		СЛС	Паспортные данные*
1	100	406 ± 27	443
2	200	430 ± 35	460
3	300	445 ± 41	471
4	400	457 ± 47	479
5	500	464 ± 52	489
6	600	471 ± 58	510
7	700	479 ± 63	541
8	800	544 ± 32	559
9	900	639 ± 54	-
10	1000	750 ± 38	-

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

В таблице 23 представлены результаты измерений средних значений коэффициентов температуропроводности (α) и теплопроводности (λ) для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП и данные из паспорта для гранульного сплава. Температуропроводность представляет собой физическую величину, характеризующая скорость перемещения температурного фронта или температурной волны в образце (скорость изменения температуры). В свою очередь теплопроводность определяется способностью проводить энергию от более нагретых к менее нагретым деталям. Полученные значения α для СЛС и стандартных образцов имеют схожий характер. Значения λ для СЛС-образцов увеличиваются линейно с температурой.

Таблица 23 – Температуропроводность и теплопроводность сплава ЭП741НП

№ п/п	Температура t, °С	Температуропроводность $\alpha \times 10^6$, м ² /с		Теплопроводность λ , Вт/(м×К)	
		СЛС	Паспортные данные*	СЛС	Паспортные данные*
1	20	2,1 ± 0,2	2,3	10,1 ± 0,9	8,0
2	100	2,4 ± 0,3	2,4	11,3 ± 1,2	9,0
3	200	2,7 ± 0,4	2,6	12,8 ± 1,1	10,0
4	300	3,0 ± 0,5	2,9	14,3 ± 0,8	11,0
5	400	3,2 ± 0,2	3,2	15,8 ± 1,3	12,0
6	500	3,5 ± 0,3	3,4	17,3 ± 1,0	14,0
7	600	3,6 ± 0,4	3,7	18,7 ± 1,5	15,0
8	700	3,8 ± 0,3	3,9	20,1 ± 1,6	17,0
9	800	3,9 ± 0,5	4,1	21,4 ± 1,9	19,0
10	900	4,0 ± 0,5	4,2	22,7 ± 1,4	20,0
11	1000	4,1 ± 0,4	-	24,0 ± 1,5	-

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

3.6 Физико-механические характеристики СЛС- образцов из сплава АЖК

В таблице 24 представлены значения твердости для СЛС-образцов из сплава АЖК в плоскостях ХУ и YZ относительно плиты построения. Из представленных данных следует, что в зависимости от плоскости образцов их твердость меняется незначительно. Если сравнивать с твердостью СЛС-образцов из сплава ЭП741НП, где значение выше 400 НV, можно отметить, что разница связана с системой легирования, т.к. в состав ЭП741НП входит до 5,9 % W.

Таблица 24 – Значения твердости СЛС-образцов из сплава АЖК

№ измерения	Твердость в плоскости ХУ, HV	Твердость в плоскости YZ, HV
1	323	326
2	346	325
3	342	345
Среднее значение ± ДИ	336 ± 28	332 ± 28

Результаты механических испытаний на растяжение при комнатной температуре СЛС-образцов, полученных под углом построения 90 °, представлены в таблице 25. Видно, что свойства имеют небольшой разброс значений, из чего можно сделать вывод о высокой структурной однородности. Сравнительно низкие показания прочности и высокая пластичность обусловлены отсутствием в СЛС- образцах сплава АЖК упрочняющих выделений γ' -фазы и легирующих тугоплавких элементов, которые упрочняют γ -фазу.

Таблица 25 – Прочностные свойства СЛС-образцов из сплава АЖК на растяжение

Состояние образцов	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
СЛС	964	788	42,0	52,4
	972	791	44,1	60,4
	966	780	41,8	64,6
Среднее значение ± ДИ	967 ± 10	786 ± 14	43 ± 3	59 ± 15
Паспорт*	1312	878	14	11

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

Результаты испытаний СЛС-образцов из сплава АЖК на сжатие при комнатной температуре представлены в таблице 26. В паспорте на гранульный сплав АЖК свойства материала на сжатие не представлены.

Таблица 26 – Прочностные свойства СЛС-образцов из сплава АЖК на сжатие

№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,02}$, МПа	ε , %
1	1145	700	16,0
2	1130	680	17,2
3	1160	705	15,4
Среднее значение ± ДИ	1145 ± 37	695 ± 33	16,2 ± 2,3

В таблице 27 представлены результаты определения среднего ТКЛР для СЛС-образцов из сплава АЖК. Из представленных данных можно отметить, что в зависимости от температуры происходит увеличение ТКЛР до $T = 500$ °С, где последующее увеличение температуры сопровождается уменьшением этой характеристики. Такое поведение предположительно связано с процессами, происходящими в данном диапазоне температур, где может происходить поглощение энергии за счет уменьшения остаточных напряжений и структурные превращения. Дальнейшее увеличение ТКЛР у СЛС-образцов происходит при $T = 700$ °С.

Таблица 27 – Средние значения ТКЛР образцов сплава АЖК

Температура T , °С	Средний ТКЛР $\alpha \times 10^6$, K^{-1}	
	СЛС	Паспортные данные*
30÷100	$12,6 \pm 3$	11,3
30÷200	$13,2 \pm 4$	12,2
30÷300	$13,6 \pm 4$	13,3
30÷400	$13,9 \pm 2$	13,3
30÷500	$13,4 \pm 3$	13,8
30÷600	$12,2 \pm 5$	14,3
30÷700	$12,3 \pm 5$	14,9
30÷800	$13,0 \pm 6$	17,4
30÷900	$14,1 \pm 3$	17,3
30÷1000	$15,7 \pm 4$	18,1

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

По аналогии с ЭП741НП была измерена удельная теплоемкость СЛС-образцов из сплава АЖК. Полученные результаты представлены в таблице 28. С ростом температуры C_p изменяется линейно. Как и в случае с СЛС-образцами из сплава ЭП741НП, наблюдается резкое увеличение C_p после 700 °С.

В таблице 29 представлены значения коэффициентов температуропроводности и теплопроводности для СЛС-образцов из сплава АЖК, а также данные из паспорта сплава. Изменения температуропроводности и теплопроводности происходят линейно и прямо пропорционально температуре. Значения для СЛС-образцов оказались ниже по сравнению с данными паспорта, что предположительно связано со структурными особенностями СЛС-образцов, которые не содержат γ' -фазы.

Таблица 28 – Среднее значение удельной теплоёмкости сплава АЖК

№ п/п	Температура t, °С	Ср, Дж/(кг×К)	
		СЛС	Паспортные данные*
1	100	449 ± 32	485
2	200	481 ± 26	489
3	300	502 ± 29	492
4	400	517 ± 34	510
5	500	525 ± 29	522
6	600	533 ± 42	574
7	700	543 ± 47	615
8	800	655 ± 35	664
9	900	756 ± 51	-
10	1000	899 ± 59	-

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

Таблица 29 – Температуропроводность и теплопроводность СЛС-образцов сплава АЖК

№ п/п	Температура t, °С	Температуропроводность $\alpha \times 10^6$, м ² /с		Теплопроводность λ , Вт/(м×К)	
		СЛС	Паспортные данные*	СЛС	Паспортные данные*
1	20	2,5 ± 0,4	3,3	10,6 ± 0,9	9,1
2	100	2,7 ± 0,6	3,5	11,3 ± 0,8	11,1
3	200	3,0 ± 0,4	3,6	12,2 ± 1,3	14,2
4	300	3,2 ± 0,5	3,9	13,3 ± 1,4	15,5
5	400	3,5 ± 0,7	4,2	14,4 ± 1,6	16,2
6	500	3,7 ± 0,6	4,6	15,6 ± 1,2	19,0
7	600	3,9 ± 0,6	4,9	17,0 ± 1,8	22,3
8	700	4,1 ± 0,7	5,2	18,4 ± 2,1	25,3
9	800	4,3 ± 0,8	5,4	20,0 ± 1,8	28,2
10	900	4,4 ± 0,6	5,5	21,7 ± 2,0	-
11	1000	4,6 ± 0,5	5,5	23,4 ± 2,3	-

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

3.7 Выводы по главе 3

1. По результатам параметрических исследований разработаны оптимальные режимы СЛС для сплавов ЭП741НП и АЖК, обеспечивающие формирование компактных материалов с остаточной пористостью 0,31 и 0,02 %, соответственно. Макроструктура образцов представлена столбчатыми зёрнами, ориентированными в направлении преимущественного теплоотвода (перпендикулярно плите построения). На микроуровне структура представляет собой колонии столбчатых дендритов. В междендритной области в результате сегрегации тяжелых элементов-компонентов сплава происходит выделение интерметаллидных фаз Cr_2Nb , Ti_2Ni , Cr_2Hf , CrAl_8 , Mo_2Hf и карбидных фаз Nb_4AlC_3 , Nb_6C_4 .

2. Низкие значения прочности СЛС-образцов из сплава ЭП741НП связаны с образованием микротрещин и отсутствием выделений упрочняющей γ' -фазы, которые подавляются из-за высоких скоростей охлаждения ванны расплава. Так у СЛС-образцов, полученных под углом построения 0° трещины расположены перпендикулярно приложенному напряжению в результате механические свойства соответствуют: $\sigma_{\text{в}} - 1085 \pm 55$ МПа, $\delta - 10,5 \pm 4,3\%$ против свойств $\sigma_{\text{в}} - 1305 \pm 19$ МПа и $\delta - 21,0 \pm 1,3\%$ для образцов, полученных под углом построения 90° , у которых трещины расположены продольно приложенному напряжению при растяжении. В случае с СЛС-образцами из сплава АЖК низкие показатели $\sigma_{\text{в}} - 967 \pm 10$ МПа связаны с отсутствием γ' -фазы.

3. Показано, что изменение теплофизических свойств СЛС-образцов в диапазоне температур 20 – 1000 °С происходит прямо пропорционально росту температуры. В диапазоне 500-800 °С происходит уменьшение коэффициента ТКЛР, вызванного большим количеством остаточных напряжений.

ГЛАВА 4. Эволюция микроструктуры СЛС- образцов в процессе горячего изостатического прессования и термической обработки

4.1 Особенности структуры СЛС- образцов из сплава ЭП741НП после ГИП и термической обработки

Проведение ГИП способствовало существенному изменению структуры и фазового состава СЛС- образцов. На рисунке 50 приведена рентгенограмма образца, полученного по режиму А25, после проведения ГИП. По данным РФА образец после ГИП состоит из двух фаз: твердого раствора на основе никеля (γ -фаза) с неупорядоченной ГЦК структурой и параметром $a = 3,581 \text{ \AA}$ и интерметаллидной фазы Ni_3Al (γ' -фаза) с упорядоченной ГЦК сверхструктурой типа L1_2 и параметром $a = 3,576 \text{ \AA}$. Параметры решеток несколько превышают табличные значения ($\text{Ni} - 3,524 \text{ \AA}$, $\text{Ni}_3\text{Al} - 3,567 \text{ \AA}$), что связано с растворением легирующих элементов в обеих фазах. Так как γ - и γ' - фазы когерентны, и их пики интенсивности накладываются друг на друга, то количественно определить долю фаз по результатам РФА затруднительно.

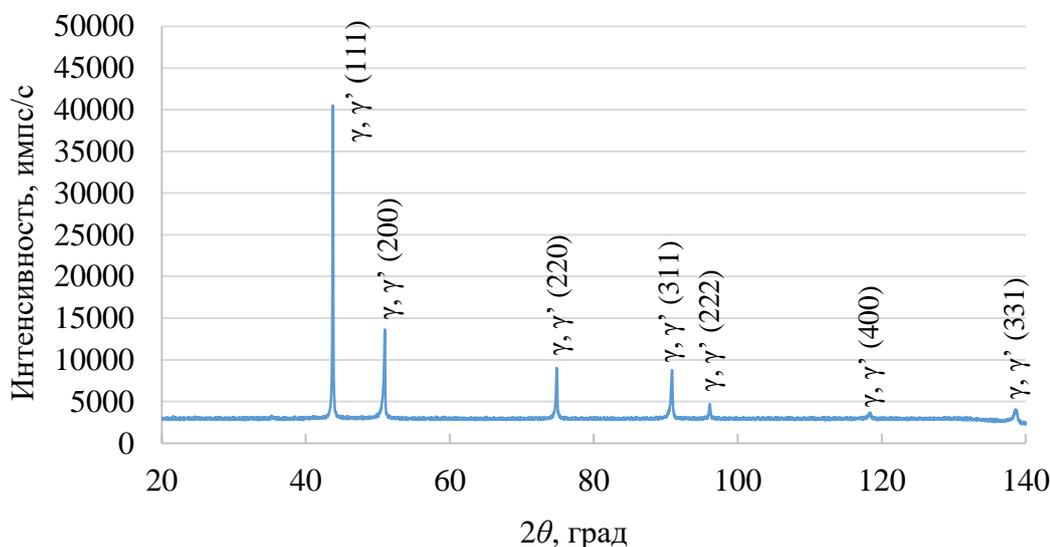
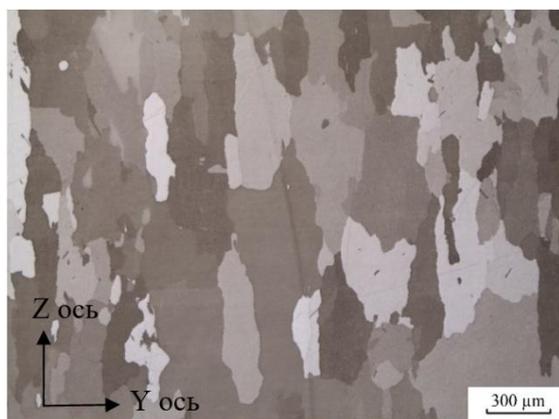


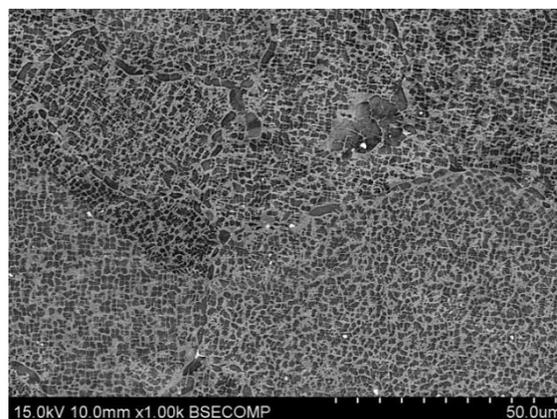
Рисунок 50 – Рентгенограмма экспериментального СЛС- образца, полученного по режиму А25, после ГИП- обработки

СЛС- образцы из сплава ЭП741НП после ГИП на макроуровне характеризуются ярко выраженной зеренной структурой, в которой отсутствуют следы от границ ванн расплава и лазерных треков (рисунок 51 а). Несмотря на существенное сокращение длины

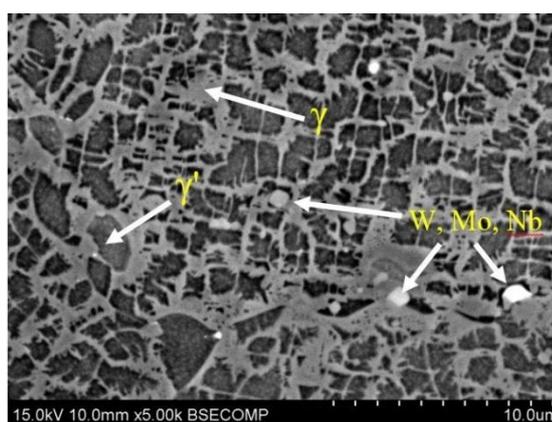
зерен вдоль направления выращивания в результате прохождения рекристаллизационных процессов, зерна сохранили преимущественную ориентацию вдоль оси Z. Так, линейный размер зерен вдоль оси Z (длина зерна) варьируется в интервале от 50 до 1200 мкм при среднем размере 668 мкм, в то время как линейный размер зерен вдоль оси Y (ширина зерен) лежит в интервале от 45 до 350 мкм при среднем размере 200 мкм.



а)



б)



в)

Рисунок 51 – Макро- (а) и микроструктура (б, в) поперечного сечения СЛС- образца, полученного по режиму A25, после проведения ГИП

На рисунке 51 б, в представлены микроструктуры СЛС-образца после ГИП. Субзеренная структура, характерная для СЛС- образцов, полностью рекристаллизовалась. Из пересыщенного твердого раствора на основе никеля выделилась упрочняющая интерметаллидная γ' -фаза на основе Ni_3Al . При этом по границе зерна γ' -фаза распределилась в виде цепочек достаточно крупных включений вытянутой формы с максимальным линейным размером от 3 до 7 мкм. Внутри зерна γ' -фаза распределилась в виде частиц кубической формы с размерами от 0,5 до 1,5 мкм. Частицы внутри зерна распределены неравномерно и визуальнo собираются в агломераты по 2-4 частицы с тонкими прослойками γ - фазы между

ними. От других агломератов группы частиц отделены более толстой прослойкой γ - фазы. Таким образом, толщина прослоек γ -фазы варьируется в интервале от 0,05 до 1,5 мкм. Наиболее толстые прослойки γ -фазы встречаются преимущественно у границы зерна. Помимо основных γ - и γ' -фаз в структуре образцов после ГИП выявлены включения размерами до 0,5 мкм с повышенным содержанием тугоплавких металлов, преимущественно расположенные на границах зерен.

Формирование такого типа структуры обусловлено низкой скоростью охлаждения образцов после ГИП (в условиях охлаждения в газостате). Например, аналогичная структура получена для образцов никелевого сплава DZ125 в работе [165], где охлаждение образцов после ГИП также осуществлялось в газостате.

Для оценки характера распределения легирующих элементов в структурных составляющих сплава построена карта распределения, приведенная на рисунке 52. Видно, что хром и кобальт преимущественно находятся в твердом растворе γ -фазы. Распределение никеля и алюминия подтверждает образование γ' -фазы в теле и на границе зерен. При этом γ' -фазу стабилизирует титан, что хорошо согласуется с литературными данными [166]. Из карты распределения элементов отчетливо видно образование третьей фазы на основе W, Nb и Mo.

На рисунке 53 представлено СПЭМ изображение микроструктуры вблизи границы зерна СЛС- образца после ГИП с указанием областей проведения локального ЭДС анализа. Результаты ЭДС анализа приведены в таблице 30. Матрице сплава соответствуют спектры 11, 12, в которых по сравнению с СЛС-образцом (спектры 1, 3, 7, 10, 12 с рисунка 32) наблюдается существенное уменьшение концентрации никеля и алюминия и увеличение кобальта, хрома и молибдена. Спектры 10 и 14 относительно матрицы содержат повышенное количество никеля, алюминия, титана и соответствуют γ' - фазе. Кроме того, в исследуемой области обнаружены мелкодисперсные частицы с высоким содержанием ниобия и титана (спектры 8, 9 и 13). Состав данных частиц существенно отличается от частиц, обнаруженных в СЛС- образцах (спектры 8, 9, 11 с рисунка 6), где содержание Co, Cr, Mo и W было в 2-3 раза выше, а ниобия и титана – в 2-3 раза ниже. Таким образом, можно предположить, что фазы Лавеса, образовавшиеся в процессе СЛС в ходе ГИП распадаются в результате диффузионного растворения Cr и Mo в γ -фазе. На границах раздела зерен, обогащенных титаном и ниобием, формируются новые упрочняющие фазы, вероятнее всего карбиды.

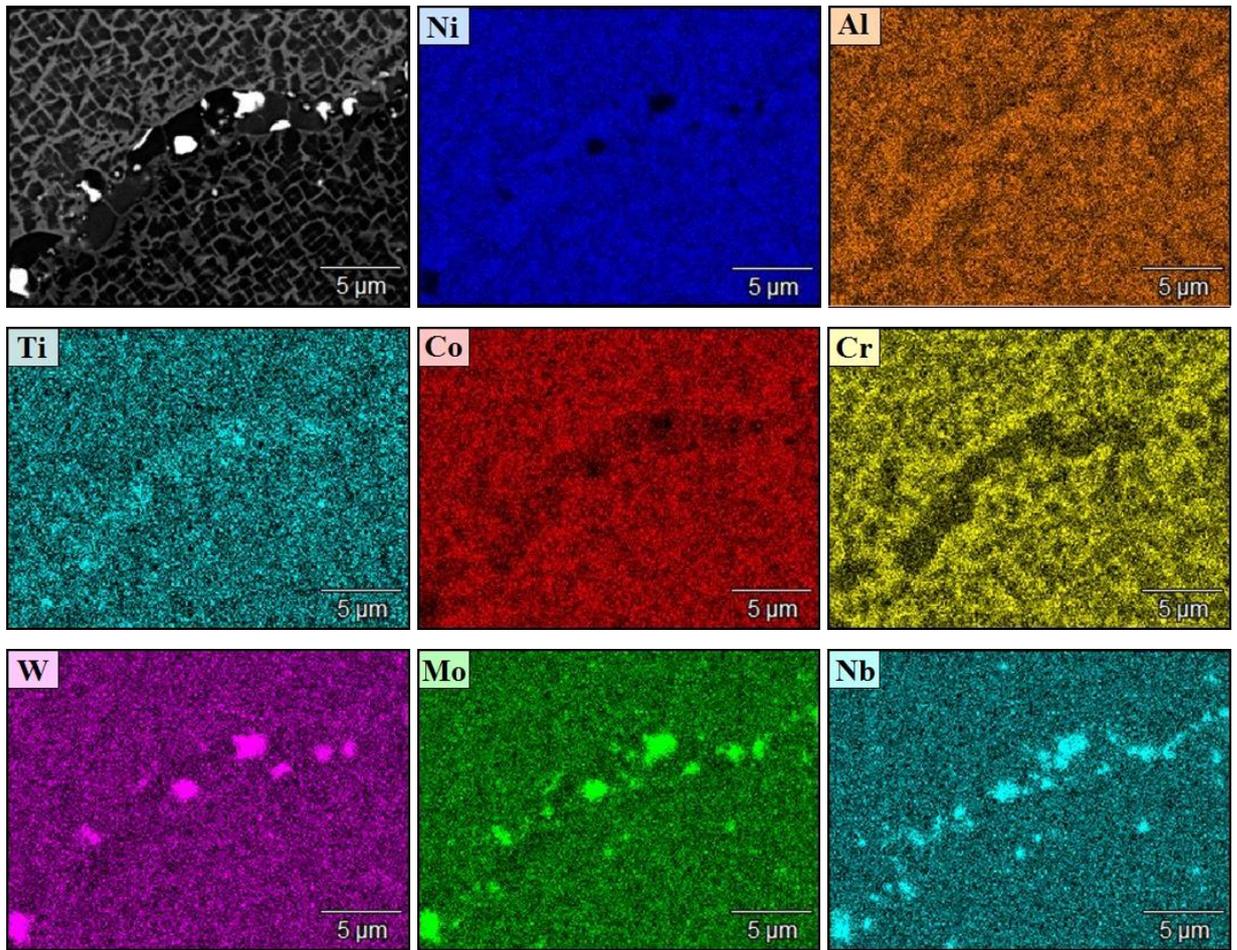


Рисунок 52 – Карта распределения элементов в микроструктуре поперечного сечения СЛС- образца из сплава ЭП741НП после ГИП

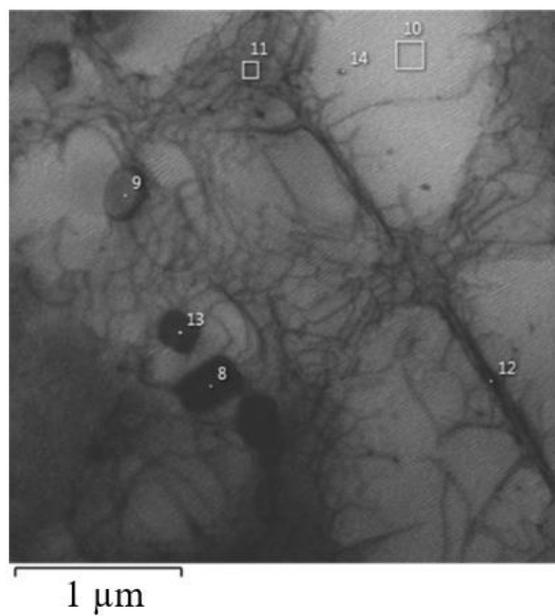


Рисунок 53 – СПЭМ изображение СЛС- образца после ГИП вблизи границы зерна с указанием областей локального ЭДС

Таблица 30 – Результаты локального ЭДС СЛС- образца после ГИП

Спектр	Содержание химических элементов, масс. %								
	Ni	Co	Cr	W	Al	Mo	Nb	Ti	Hf
8	38,68	7,35	2,64	5,58	2,20	2,30	28,19	9,09	3,98
9	42,45	7,91	2,88	5,72	1,13	-	23,80	8,53	3,97
10	67,83	11,62	3,47	4,89	3,54	1,59	3,71	3,31	0,03
11	44,91	20,95	16,23	9,35	1,11	5,74	0,84	0,87	-
12	44,28	20,01	15,29	7,53	1,21	5,77	1,60	0,97	-
13	41,58	9,77	4,96	5,46	1,02	2,89	22,17	8,35	3,79
14	67,35	11,48	3,59	6,42	3,37	1,52	2,97	3,30	-

В исследованной области (рисунок 53) отмечается высокая плотность дислокаций, которые сосредоточены в γ -фазе. Однако некоторые дислокации перерезают частицы γ' -фазы. Образование дислокаций обусловлено деформационными и рекристаллизационными процессами, протекающими в процессе ГИП.

На рисунке 54 а, б показана внутренняя структура зерна γ -фазы при различных увеличениях. В данной области отмечено значительно меньшее количество дислокаций. В структуре Ni_3Al во всем объеме исследуемого материала обнаружены полосы, одинаково ориентированные в зернах γ' -фазы (рисунок 54 а), которые предположительно являются полосами скольжения. В процессе ГИП пластическая деформация γ/γ' -фаз происходит по плотноупакованным октаэдрическим плоскостям $\{111\}$ в плотноупакованных направлениях $\langle 110 \rangle$. Образование полос скольжения возможно в результате коллективного движения дислокаций при пластической деформации и фазовых превращениях. Однако данное явление требует более детального исследования.

Электроннограммы на рисунке 54 в, г, д соответствуют зонам структуры с такой же буквой. Область В, исследованная вдоль оси зоны $[011]$, соответствует γ -фазе с периодом ГЦК решетки $a = 3,5263 \text{ \AA}$ против $3,5238 \text{ \AA}$ для Ni. Области Г, исследованная вдоль оси зоны $[011]$, соответствует фазе Ni_3Al (ГЦК, $a = 3,5602 \text{ \AA}$), в которой искажение решетки практически отсутствует (табличное значение $a = 3,567 \text{ \AA}$). При этом мисфит γ/γ' -фаз составляет 0,96 %, что соответствует кубической форме γ' -фазы [16]. При данном соотношении γ/γ' образуются когерентные границы раздела, поскольку у них общая ось зоны $[011]$ и совпадают кристаллографические плоскости $\{111\}$ и $\{022\}$. На рисунке 54 д приведена электроннограмма с границы раздела между γ/γ' -фазами, содержащая набор рефлексов от атомных плоскостей обеих фаз. Расчетные значения периода решеток γ и γ' фаз

в области Д равны 3,524 Å и 3,5345 Å, соответственно. При этом мисфит γ/γ' составляет 0,3%, что значительно меньше, чем при сравнении фаз по отдельности. Когерентность межфазной границы раздела γ/γ' подтверждает идеальное совпадение векторов атомных плоскостей их кристаллических решеток вдоль общей оси зоны [001].

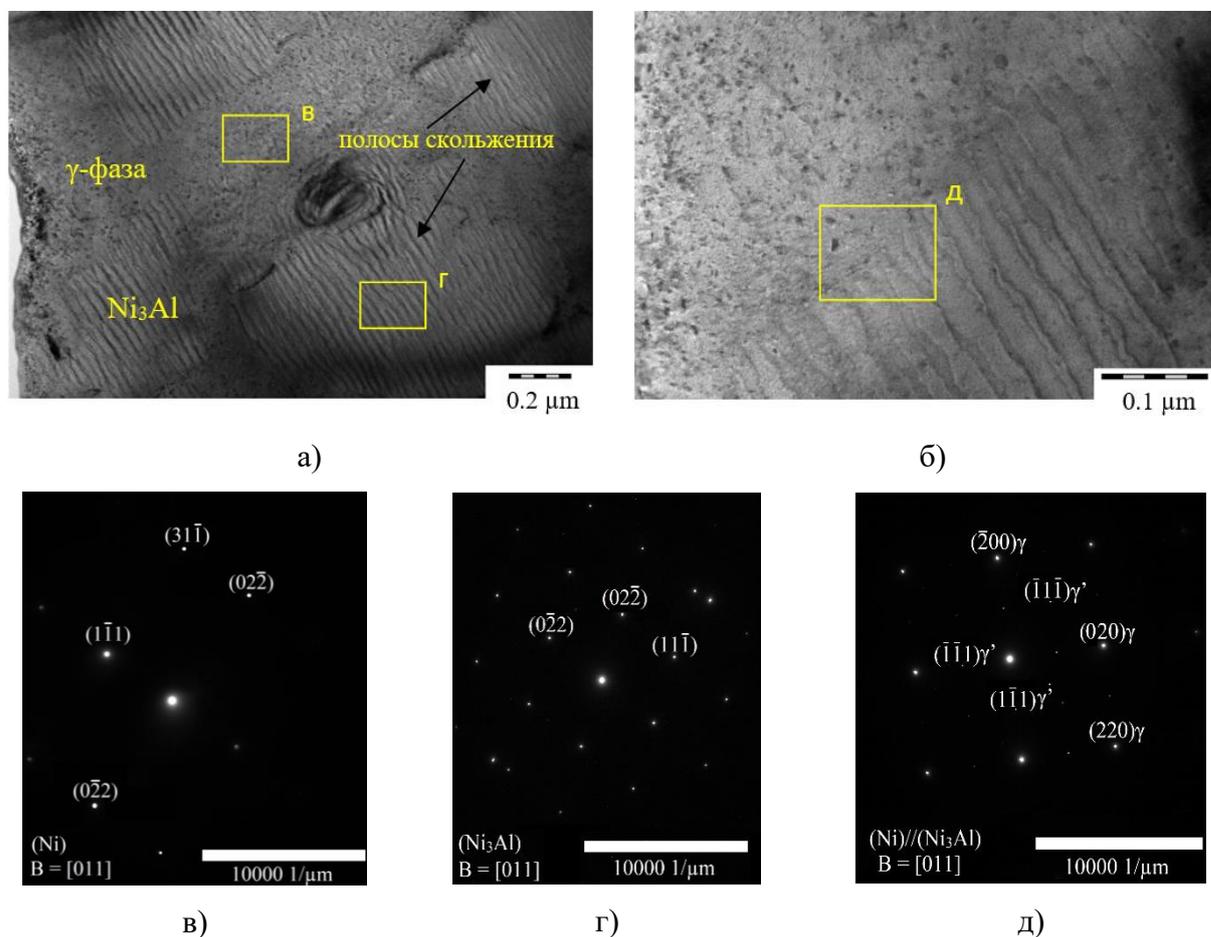


Рисунок 54 – ПЭМ изображения (а, б) СЛС- образца из сплава ЭП741НП после ГИП в центральной части зерна и электронограммы (в-д), снятые с различных участков структуры

На рисунке 55 а представлена область, в которой наблюдается сразу несколько частиц, выделившихся в процессе ГИП (выделены желтым квадратом). По снятым с поверхности частиц электронограммам определено, что все они соответствуют карбиду (Nb,Ti)C. На рисунке 55 б, в представлены некоторые из исследованных карбидов и соответствующие им электронограммы (рисунок 55 г, д), снятые в оси зоны [011]. Представленные карбиды имеют ГЦК решетку и относятся к пространственной группе Fm-3m (225). Расчетный параметр решетки для частицы с рисунка 55 б составил $a = 4,3857$ Å, для частицы с рисунка 55 в – $a = 4,3313$ Å при табличном значении $a = 4,3961$ Å.

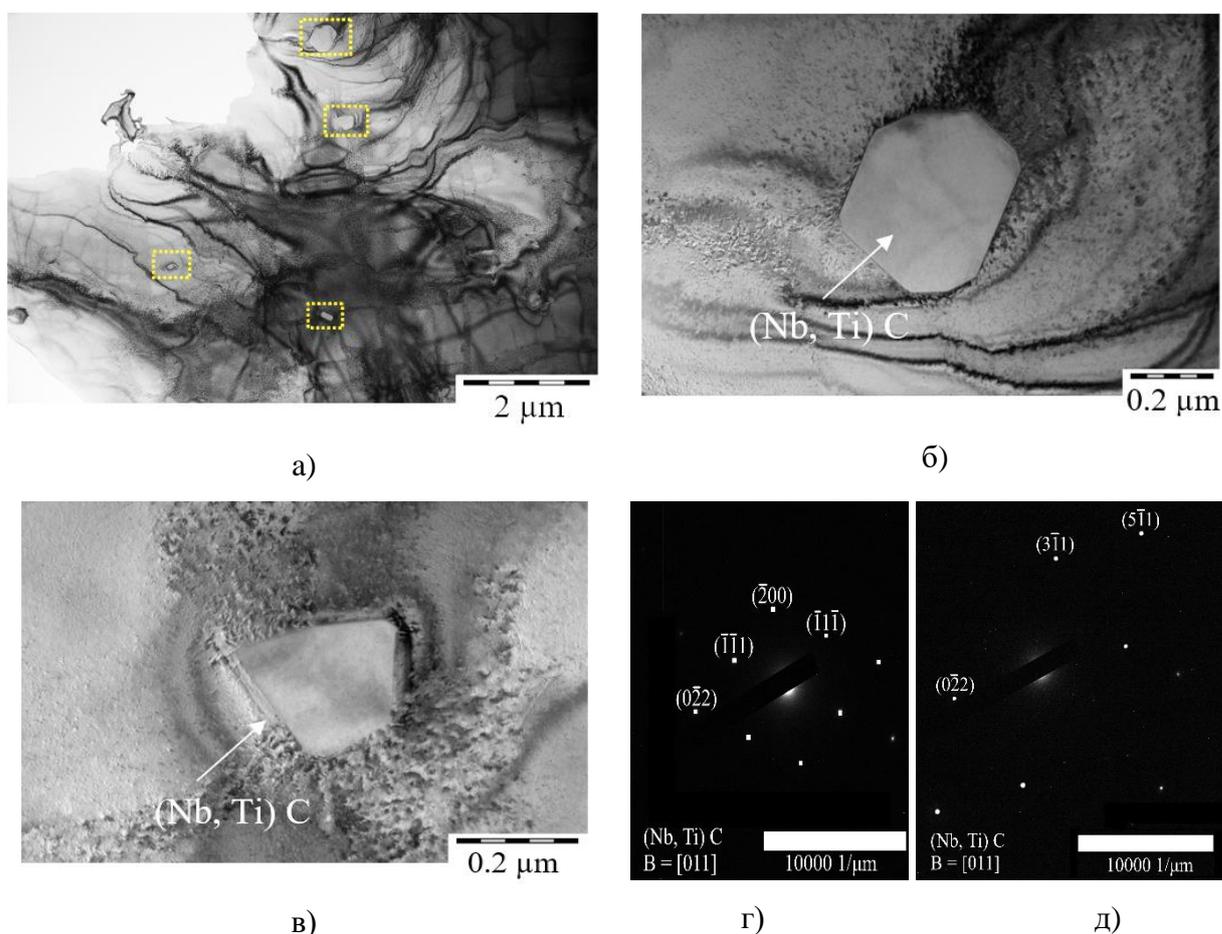


Рисунок 55 – ПЭМ изображение СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ГИП (а, b и c) и электронограммы к ним (d и e)

Следует отметить, что при проведении исследований методами СЭМ и ПЭМ фазы Лавеса не обнаружены, что свидетельствует об их растворении в процессе ГИП, либо преобразовании в карбиды в результате реакционной диффузии углерода, растворенного в матрице сплава после СЛС.

После установления основных структурных составляющих сплава СЛС-образцов после ГИП по СЭМ-изображениям произведена оценка объемной доли фаз посредством определения отношения площади фазовых областей к площади всего снимка. Ориентировочная объемная доля γ - фазы составила 47 %, γ' - фазы – 52 %, фазы на основе тугоплавких соединений – менее 1 %. Из-за малого содержания фаза на основе тугоплавких соединений методом РФА не выявлена, а частицы распределены по границе зерен в виде мелких включений.

Проведение термической обработки по типу закалка + старение является важной технологической операцией при производстве никелевых жаропрочных сплавов. В процессе ТО реализуются структурные превращения, которые способствуют увеличению

доли γ' -фазы, ее измельчению и более равномерному распределению в матрице γ -фазы, а также выделению по границам зерен мелкодисперсных карбидных фаз.

В данной работе изучалось влияние ТО на структуру образцов, полученных непосредственно методом СЛС, а также образцов после дополнительной ГИП обработки. По результатам РФА в СЛС-образцах из сплава ЭП741НП после комплексной термической обработки ГИП + ТО выявлены только γ - и γ' -фазы (рисунок 56). Параметры решеток γ - и γ' -фазы составили 3,581 Å и 3,572 Å, соответственно. Из-за когерентности решеток с помощью РФА содержание фаз, как и в случае с образцами после ГИП, корректно определить не удалось. Рентгенограмма СЛС-образца после ТО без дополнительной ГИП обработки имеет аналогичный вид.

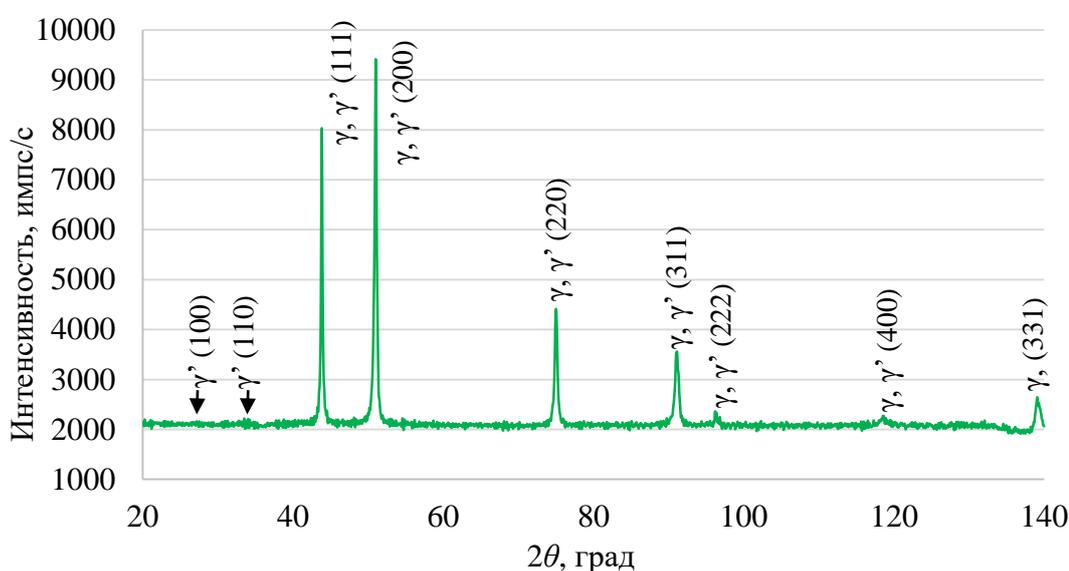


Рисунок 56 – Рентгенограмма экспериментального СЛС-образца, полученного по режиму A25, после ГИП и ТО-обработки

На рисунке 57 а, б представлены фотографии макроструктур СЛС-образцов после ТО и ГИП+ТО, снятые в сечении ХУ. В структуре образцов после ТО обнаружены дефекты в виде трещин (рисунок 57 а), образцы после ГИП+ТО характеризуются практически бездефектной структурой (рисунок 57 б). Размер зерен в образцах после ТО неоднороден, как и в случае с образцами после ГИП (рисунок 51 а). Результаты измерений линейных размеров зерен в различных направлениях, представленные в таблице 31, свидетельствуют о том, что зерна сохранили свою преимущественную ориентацию вдоль оси Z. При этом образцы после комплексной обработки ГИП+ТО отличаются меньшим размером зерна. Таким образом, можно заключить, что применение ГИП способствует не только устранению дефектов, но и в сочетании с ТО способствует незначительному уменьшению среднего размера зерна.

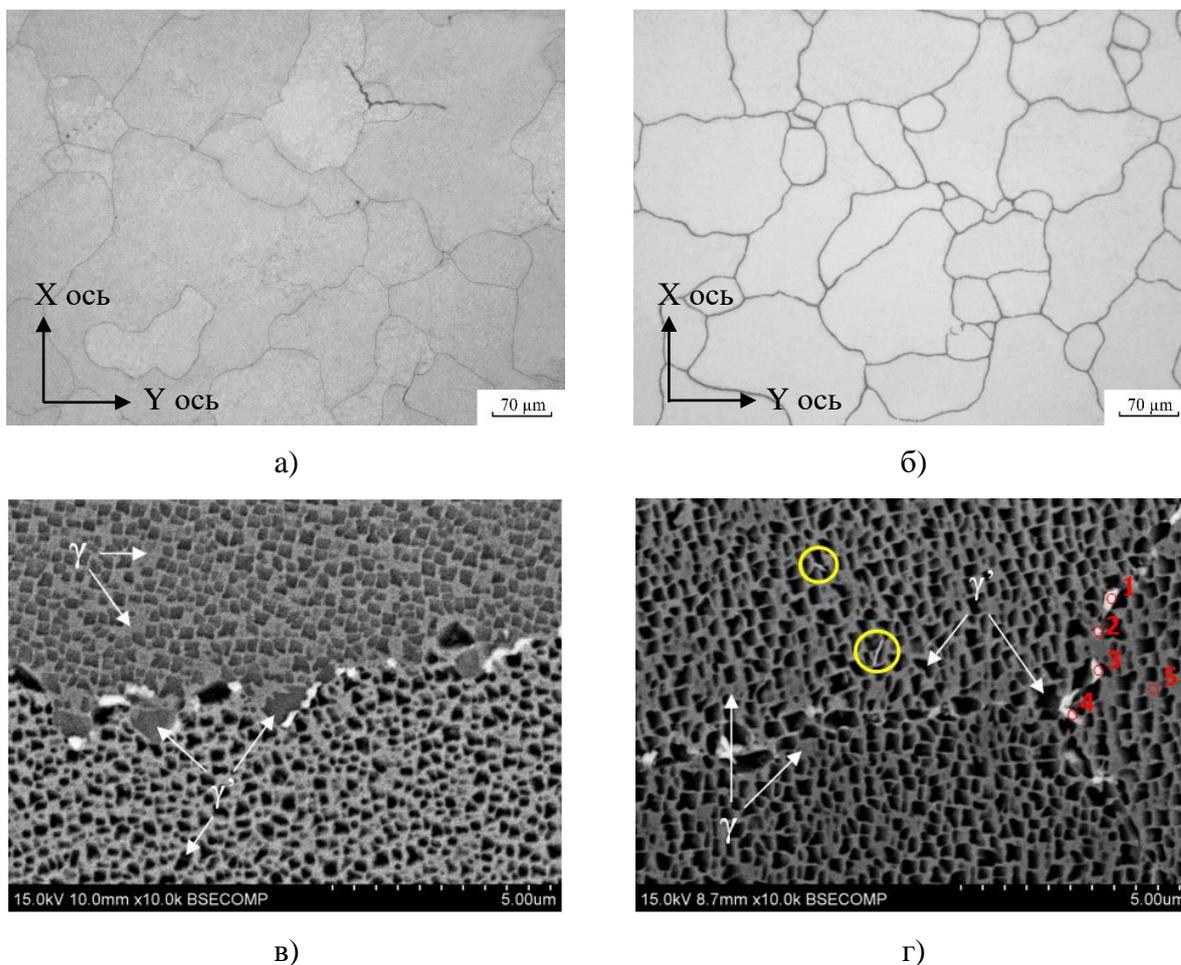


Рисунок 57 – Микроструктура СЛС-образцов после ТО (а, в) и ГИП+ ТО (б, г)

Таблица 31 – Результаты измерения линейных размеров зерен в различных направлениях

Линейный размер зерен	Измерения вдоль оси Z		Измерения вдоль оси Y	
	ТО	ГИП+ТО	ТО	ГИП+ТО
Минимальный размер, мкм	70	80	50	35
Максимальный размер, мкм	1300	871	620	530
Средний размер, мкм	430	380	220	190

Фотографии микроструктур СЛС-образцов после ТО и ГИП+ТО, полученные методом СЭМ, представлены на рисунке 57 в, г. Исследованные образцы имеют схожую двухфазную γ/γ' микроструктуру с одинаковым распределением структурных составляющих. Стоит отметить, что размер γ' -фазы существенно уменьшился по сравнению с образцами после ГИП. Так, в теле зерна размер кубических выделений γ' - фазы

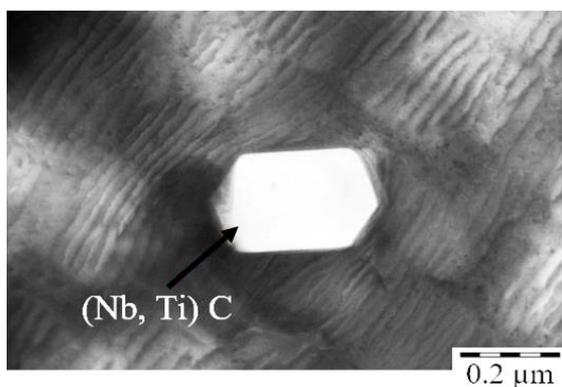
варьируется в интервале 150-400 нм, на границе зерна формируются выделения размером до 1-2 мкм.

Кроме того, в структуре выявлены частицы с высоким содержанием тугоплавких элементов, расположенные преимущественно на границе зерна (частицы белого цвета на рисунке 57 в, г). Ориентировочный химический состав частиц по результатам локального ЭДС приведен в таблице 32. Выявлено, что зернограничные частицы характеризуются повышенным содержанием Mo, W, Co, Hf, Cr, при этом состав их не одинаков. В теле зерна также обнаружены частицы продолговатой формы с повышенным содержанием Nb, Ti и Hf (отмечены желтыми кругами рисунок 57 г). Предположительно эти частицы являются карбидными фазами различного типа (MeC и $M_{23}C_6$), что характерно для жаропрочных никелевых сплавов.

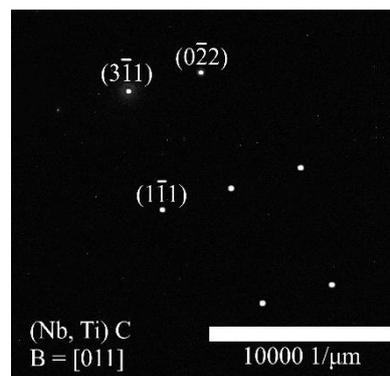
Таблица 32 – Результаты локального ЭДС СЛС-образца после ГИП+ ТО (рисунок 57 г)

Спектр	Содержание химических элементов, масс. %								
	Ni	Co	Cr	W	Al	Mo	Nb	Ti	Hf
1	32,3	22,4	14,5	7,5	6,5	11,4	-	2,5	2,9
2	43,1	17,4	16,2	3,3	6,2	4,1	3,4	3,7	2,6
3	50,0	18,7	8,0	3,8	10,4	6,0	0,5	2,6	-
4	49,8	19,3	14,1	2,1	9,5	3,7	0,7	0,8	-
5	54,2	17,1	11,5	1,8	10,5	2,2	0,5	2,2	-

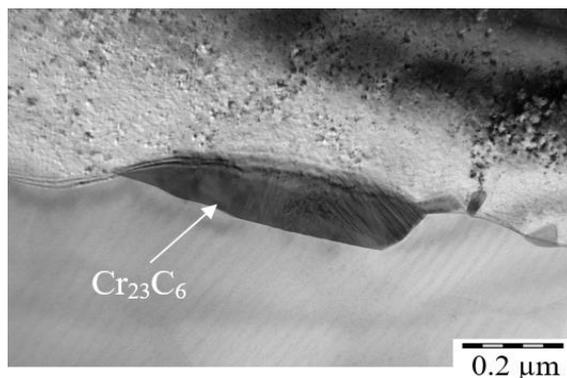
По результатам исследования тонкой структуры методом ПЭМ установлено формирование двух типов карбидных частиц: $(Nb, Ti)C$ и $Cr_{23}C_6$ (рисунок 58 а, в). При этом частицы $Cr_{23}C_6$, как правило, распределены по границам зерен, в то время как частицы $(Nb, Ti)C$ в основном расположены в теле зерна. При проведении ТО в интервале температур 760-980 °С происходит выделение низших карбидов типа $Cr_{23}C_6$, как результат растворения карбидов MeC в матрице γ фазы. Оба карбида имеют ГЦК решетку и относятся к пространственной группе $Fm-3m$ (225). Расчетный параметр решетки для частицы $(Nb, Ti)C$, определенный по электронограмме (рисунок 58 б), составил $a = 4,3468 \text{ \AA}$ при табличном значении $a = 4,3961 \text{ \AA}$. Параметр решетки $Cr_{23}C_6$, рассчитанный по Фурье-преобразованию (рисунок 58 г), составил $a = 10,5911 \text{ \AA}$ при табличном значении $a = 10,65 \text{ \AA}$. В работе [167] было показано, что карбиды $Cr_{23}C_6$ в результате взаимодействия с тяжелыми элементами сплава могут образовывать более сложные соединения типа $Cr_{21}(Mo, W)_2C_6$, а карбиды $(Nb, Ti)C$ обогащены Hf. Также не исключено формирование в теле зерна карбидов типа $(Ti, W)C$.



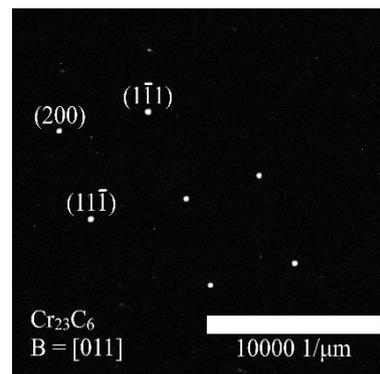
а)



б)



в)



г)

Рисунок 58 – ПЭМ изображение СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ТО (а,в), электронограмма (б) и Фурье-преобразование (г)

На рисунке 59 приведена карта распределения элементов на границе зерна после ТО по типу закалка + старение. Из представленных данных следует, что матрица сплава ЭП741НП состоит из Ni-Cr основы и растворившихся в ней Co, W, Mo, которые также растворяются и в γ' -фазе, но в меньшем количестве. Молибден распределен преимущественно по границам зерен. Упрочняющая γ' -фаза преимущественно состоит из Ni, Al и Ti. На границе зерна обнаружена карбидная частица с большим содержанием карбидообразующих элементов Nb, Ti и Hf.

В процессе исследования структуры СЛС-образцов после ТО и ГИП+ТО фазы Лавеса не обнаружены. В работе [109] проводили исследования влияния различных видов ТО на структуру СЛС-образцов из сплава Inconel 718, в ходе которых выявлено частичное растворение фаз Лавеса при увеличении температуры ТО до 1080 °С. Поскольку в данной работе температура закалки превышала 1200 °С, то по-видимому произошло полное растворение фаз Лавеса. Однако механизм растворения или преобразования фаз Лавеса в карбидные фазы на данный момент недостаточно изучен и является предметом будущих исследований.

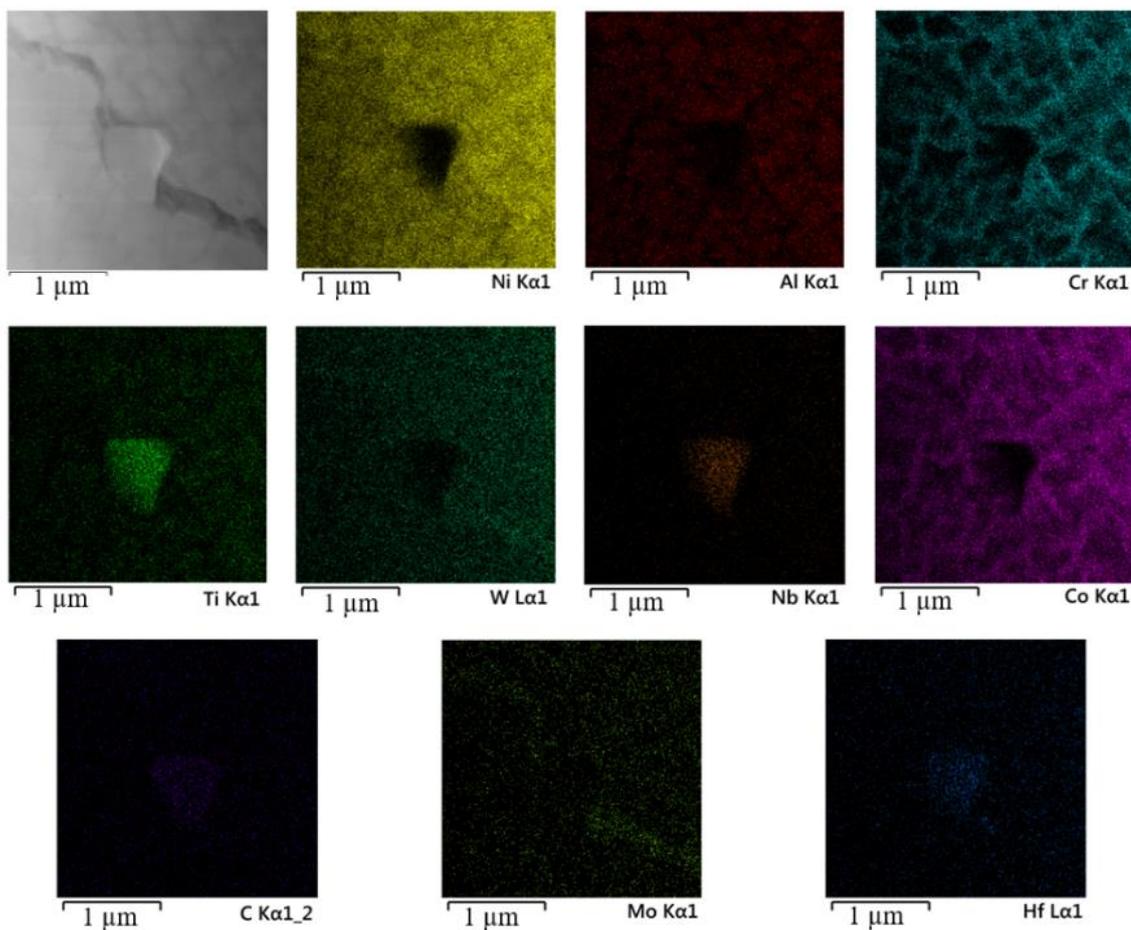


Рисунок 59 – Карта распределения элементов на границе зерен

На рисунке 60 представлена сравнительная диаграмма, демонстрирующая зависимость объемной пористости СЛС-образцов от вида термической постобработки.

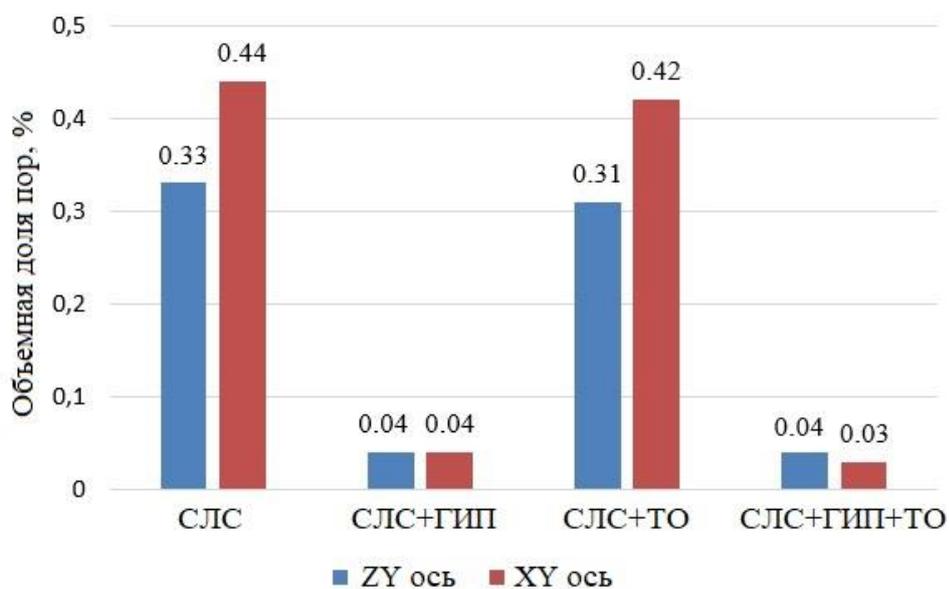


Рисунок 60 – Пористость LPBF -образцов в зависимости от вида обработки

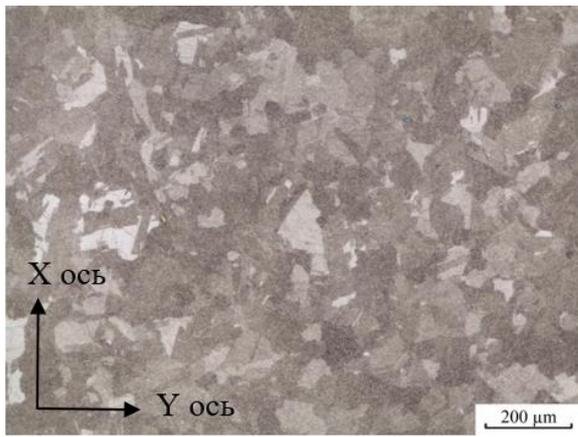
Пористость измерялась на шлифах, изготовленных параллельно (сечение YZ) и перпендикулярно (сечение XY) направлению выращивания образцов. Представленные на диаграмме данные учитывают суммарное значение пор и трещин в исследованных сечениях. Установлено, что применение ГИП способствует уменьшению пористости в 10 раз. Данный эффект связан с исчезновением дефектов в виде трещин, что подтверждено результатами структурных исследований. При этом в структуре образцов после ГИП сохранилось незначительное количество пор размером менее 3 мкм. Проведение ТО без ГИП не позволило снизить пористость в СЛС-образцах. Значение пористости для образцов после ГИП+ТО в целом соответствуют значениям для образцов после ГИП.

4.2 Особенности структуры СЛС- образцов из сплава АЖК после ГИП и термической обработки

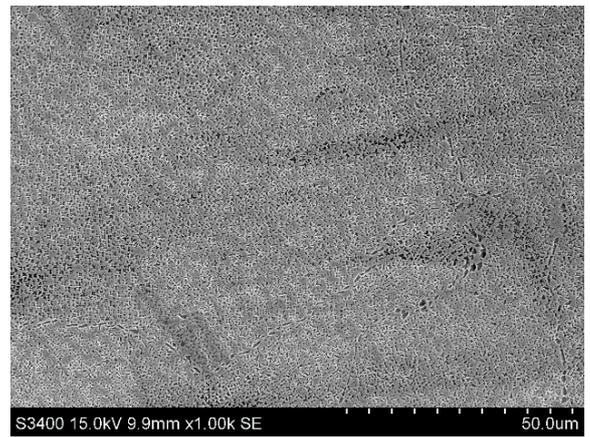
Проведение ГИП для СЛС-образцов из сплава АЖК также обеспечивает формирование выраженной зеренной структуры (рисунок 61 а). В структуре больше не наблюдаются характерные особенности СЛС структуры (лазерные треки и границы ванны расплава). Кроме того, зафиксировано двухкратное уменьшение объемной пористости СЛС-образцов до 0,013 %.

На рисунке 61 б, в представлена микроструктура, исследованная методом СЭМ. Микроструктура представляет собой матрицу из твердого раствора на основе никеля (аустенитная γ -фаза), упрочненную интерметаллидными выделениями на основе Ni_3Al (γ' - фаза). Граница зерен формируется из цепочек γ' -фазы вытянутой формы размером до 3 мкм. В теле зерна γ' -фаза распределена в виде кубических включений размером до 1 мкм, которые собираются в агломераты по 2-4 частицы (октокубы). По морфологии агломераты можно классифицировать как переходную форму от октокубов к октодендритам (рисунок 2). Формирование γ' -фазы кубической формы с развитыми краями происходит за счет низких скоростей охлаждения после проведения операции ГИП. Сплав АЖК после ГИП отличается меньшей объемной долей γ' -фазы по сравнению с ЭП741НП, что обусловлено его меньшей степенью легированности.

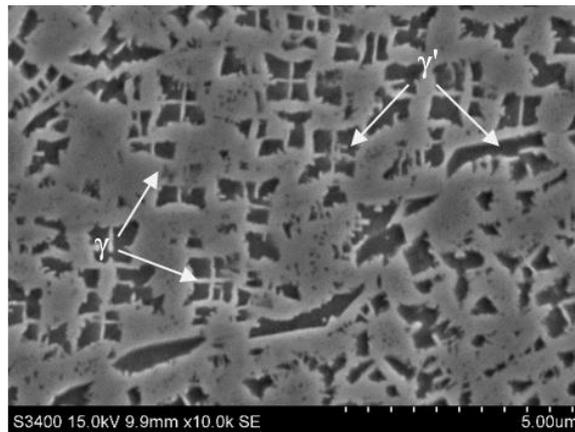
При более высоком разрешении ПЭМ микрофотографий структуры сплава в объеме зерен обнаружены сферические частицы (отмечены желтым квадратом) размерами до 40 мкм (рисунок 62). Также в прослойках γ -фазы наблюдается вторичная γ' -фаза кубической формы (отмечено желтой стрелкой). Для определения состава сферических частиц проведен локальный СПЭМ-ЭДС анализ, результаты которого представлены в таблице 33.



а)



б)



в)

Рисунок 61 – Микроструктура СЛС-образцов из сплава АЖК после ГИП, исследованная методами ОМ (а) и СЭМ (б, в)

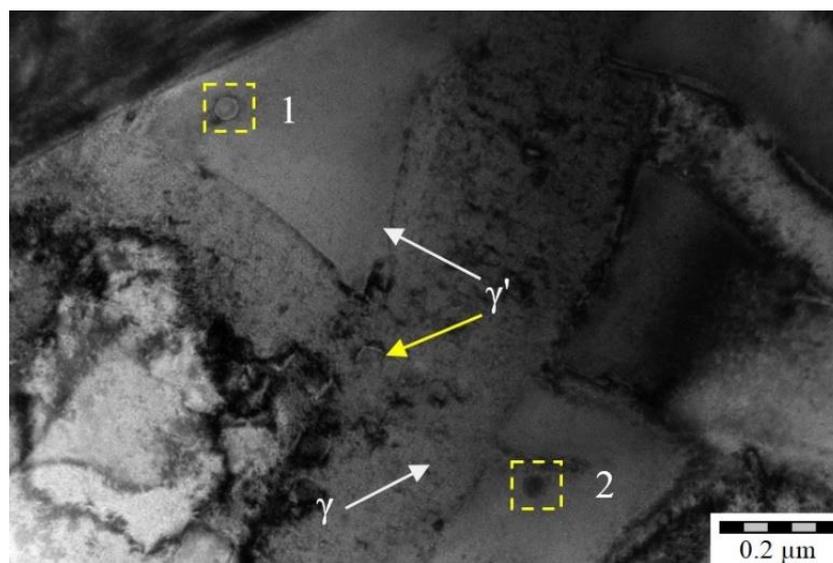
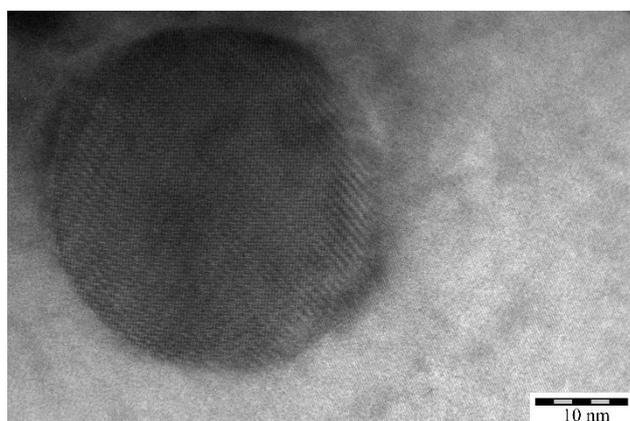


Рисунок 62 – ПЭМ изображения СЛС-образца после ГИП с указанием областей локального ЭДС

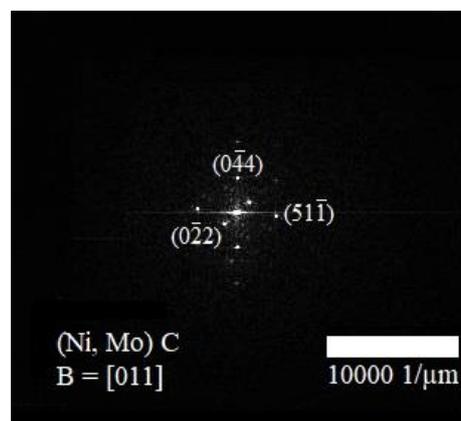
Таблица 33 – Результаты локального СПЭМ-ЭДС анализа фаз в СЛС- образце после ГИП

Спектр	Содержание химических элементов, масс. %						
	Ni	Cr	Mo	Co	Al	Nb	Hf
1	41,0	20,7	24,3	10,7	3,3	-	-
2	35,8	3,9	-	-	5,8	-	54,5

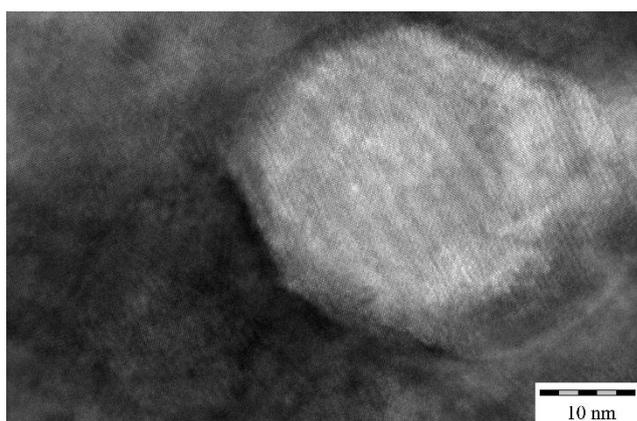
Из представленных результатов можно отметить, что в частице 1 повышенное содержание Cr, Co, Mo, а в частице 2 – Hf и Al. Полученные результаты позволяют предположить, что в процессе ГИП образуются карбидные соединения, в состав которых входит несколько элементов. Идентификацию частиц осуществляли методами ПЭМ ВР и дифракции электронного луча. На рисунке 63 а, в представлены карбидные фазы (Ni, Mo) C и (Hf, Al) C.



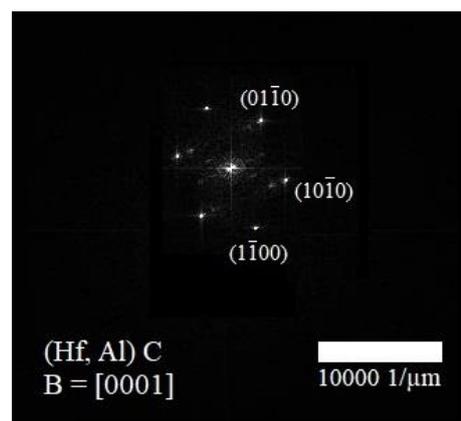
а)



б)



в)



г)

Рисунок 63 – ПЭМ ВР изображение карбидных частиц в СЛС-образцах после ГИП (а, в) и соответствующие Фурье-преобразования их решеток (б, г)

По Фурье-преобразованию (рисунок 63 б) вдоль оси зоны [011] определено, что карбид (Ni, Mo)C имеет период ГЦК решетки равный $a = 11,0262 \text{ \AA}$, где табличное значение составляет $10,8932 \text{ \AA}$. Расчетный параметр решетки для частицы с ГПУ решеткой (Hf, Al) C, определенный по Фурье трансформации (рисунок 63 в), составил $a = 3,21 \text{ \AA}$ и $c = 28,45 \text{ \AA}$ при табличном значении $a = 3,32 \text{ \AA}$ и $a = 27,42 \text{ \AA}$. Существенное отклонение параметров решеток карбидов от табличных значений связано в них никеля или алюминия.

После проведения ТО зеренная структура характеризуется более выраженной границей зерна (Рисунок 64 а). Стоит отметить, что в случае со сплавом АЖК зерна имеют более равноосный вид, а их размер в направлении оси Z не превышает 250 мкм. На рисунке 64 б представлена микроструктура после ТО, исследованная методом СЭМ. Установлено, что ТО способствует существенному измельчению γ' -фазы и изменению ее морфологии с кубической на сферическую. На границе раздела зерен происходит формирование предположительно карбидных фаз, характерных для жаропрочных никелевых сплавов. В структуре образцов в процессе ТО формируются нетипичные выделения вытянутой формы (в желтом квадрате), природу которых методом СЭМ установить не удалось.

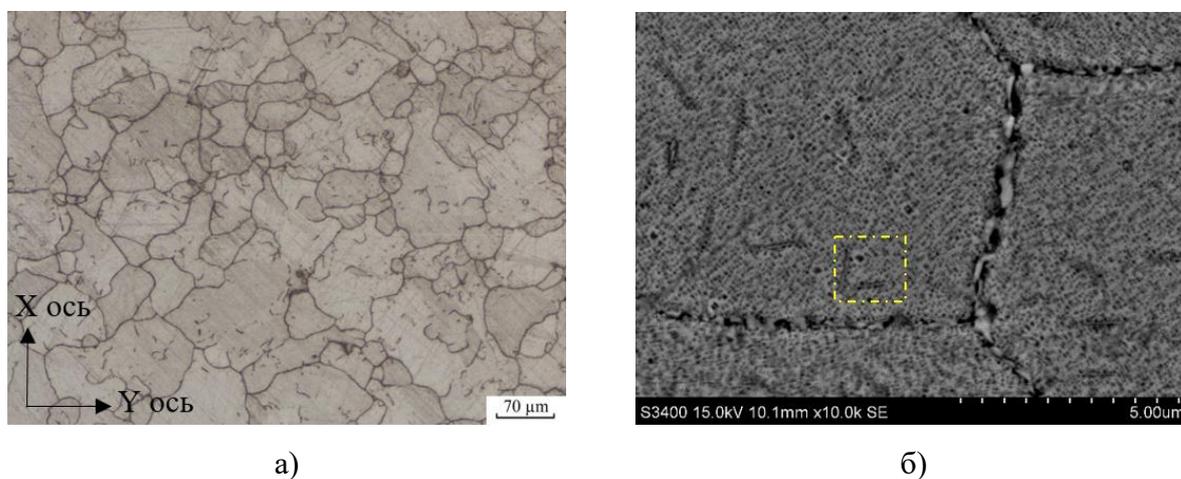


Рисунок 64– Структура СЛС-образцов после ГИП и ТО исследованная методами ОМ (а) и СЭМ (б)

Для определения состава выделившихся фаз на границе зерен проведен локальный СПЭМ-ЭДС анализ в точках, соответствующих γ/γ' -фазам (спектры 6, 8, 10, 14, 15) и непосредственно самой границе зерна (спектры 1-5, 7, 9, 12, 13, 16, 17) как показано на рисунке 65. Результаты локального ЭДС сведены в таблицу 34. Спектры, соответствующие γ/γ' -фазам показывают повышенное содержания Ni, Cr, Co и Al, что является характерным

для данных фаз. Оставшиеся спектры на рисунке 65 а, б показали высокое содержание Мо, Cr или Ni в частицах, обнаруженных на границах и внутри зерен. Состав этих частиц указывает на образование карбидов типа $M_{23}C_6$ (рисунок 65, таблица 34).

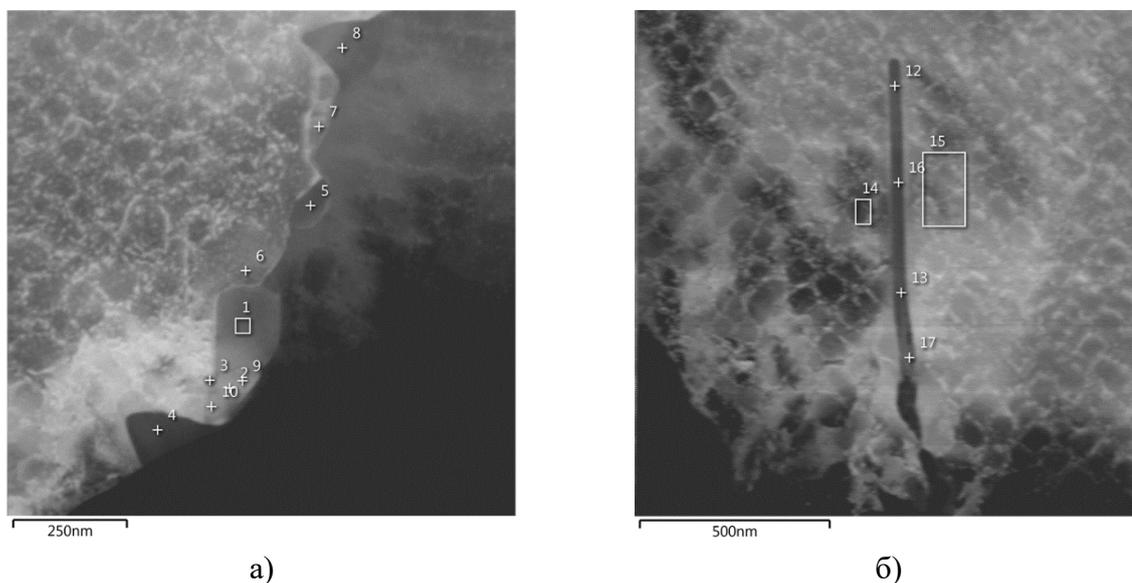


Рисунок 65 – ПЭМ изображения структуры СЛС- образцы после ГИП и ТО при различных увеличениях с указанием областей локального ЭДС

Таблица 34 – Результаты локального СПЭМ-ЭДС анализа состава структурных составляющих СЛС- образцов сплава АЖК после ГИП и ТО

Спектр	Содержание химических элементов, масс. %						
	Ni	Cr	Mo	Co	Al	Nb	Hf
1	18,0	14,9	59,9	7,2	-	-	-
2	8,3	66,5	25,2	-	-	-	-
3	22,2	19,5	54,0	4,3	-	-	-
4	26,9	26,4	34,9	11,8	-	-	-
5	30,5	42,5	21,6	5,4	-	-	-
6	65,7	14,3	5,6	7,8	4,0	2,6	-
7	23,7	27,7	39,5	9,1	-	-	-
8	64,5	14,3	6,1	3,9	6,0	5,2	-
9	8,6	64,2	27,2	-	-	-	-
10	67,5	18,9	4,2	1,9	4,6	2,9	-
12	22,4	19,0	49,1	9,5	-	-	-
13	23,0	19,6	47,4	10,0	-	-	-
14	69,2	9,5	7,2	4,9	4,4	4,8	-
15	62,2	17,0	11,5	6,3	3,0	-	-
16	20,3	22,8	47,7	9,2	-	-	-
17	21,1	27,9	42,6	8,4	-	-	-

На рисунке 66 а представлено ПЭМ изображение границы зерна СЛС-образца сплава АЖК после проведения ГИП и ТО. Выделившиеся вдоль границ зерен частицы (рисунок 66 б, в) идентифицировали с помощью Фурье-преобразования соответствующих зон на ПЭМ ВР изображениях с атомным разрешением кристаллической структуры. По Фурье-преобразованиям (рисунок 66 г, д) кристаллических решеток частиц вдоль оси зоне [001] установлено, что они относятся к карбиду типа Cr_{23}C_6 . Расчетный период решетки для частицы под номером 1 составляет $a = 10,92 \text{ \AA}$, для частицы под номером 2 $a = 10,84 \text{ \AA}$ при табличном значении $a = 10,65 \text{ \AA}$. Наблюдается небольшое увеличения размера элементарной ячейки карбида ориентировочно на 2 %, что связано с растворением в карбиде Мо.

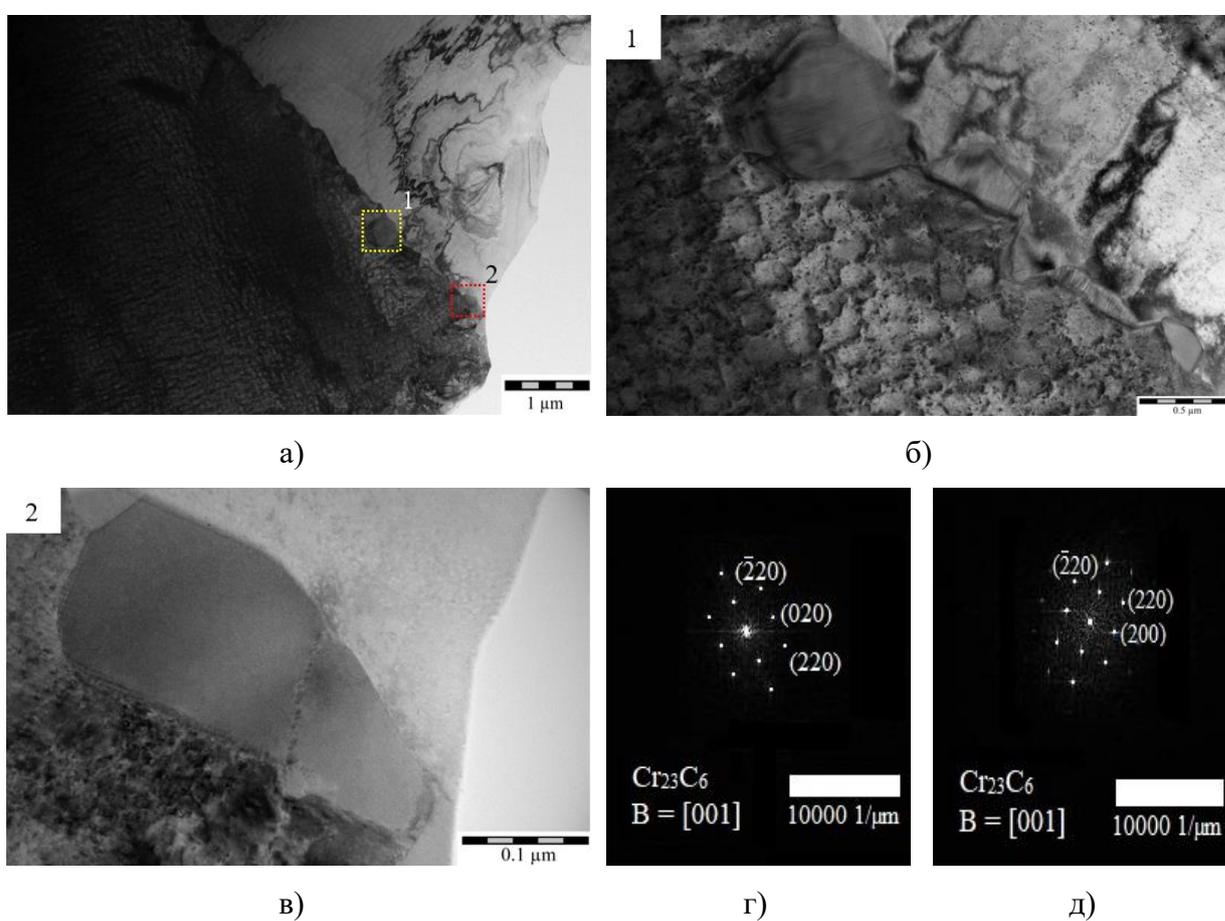


Рисунок 66 – ПЭМ изображение СЛС-образцов из сплава АЖК после ТО (а, б, в), и Фурье-преобразования (г, д)

4.3 Выводы по главе 4

1. Проведение операции ГИП для СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК способствует модификации структуры, которая выражается в устранении характерной СЛС структуры (границы ванны расплава, лазерные треки), формировании ярко выраженной зеренной структуры и приводит к уменьшению содержания пористость для образцов из сплава АЖК в 2 раза и для образцов из сплава ЭП741НП в 10 раз за счет залечивания трещин.

2. В процессе ГИП происходит выделение γ' -фазы размером до 2 мкм, а также карбидных фаз типа MC на основе Ti и Nb для сплава ЭП741НП и Mo, Hf для сплава АЖК, соответственно. Стоит отметить, что в структуре образцов после ГИП не обнаружены фазы Лавеса, растворение которых происходит в результате диффузионных процессов.

3. Проведение комплексной обработки, сочетающей ГИП и ТО, обеспечивает равномерное выделение мелкодисперсной γ' -фазы кубической морфологии размером до 300 нм. В объеме и на границе зерен сплава ЭП741НП обнаружены выделения карбидных фаз (Ti,W)C, (Nb,Ti)C, Cr₂₃C₆ и Cr₂₁(Mo,W)₂C₆, а для сплава АЖК преимущественно карбида типа Cr₂₃C₆ на границе зерен. Проведение постобработки (ГИП и ТО) не приводит к устранению структурной анизотропии в виде столбчатых зерен, ориентированных преимущественно вдоль оси Z, унаследованной в процессе СЛС.

ГЛАВА 5 Физико-механические характеристики СЛС- образцов после горячего изостатического прессования и термической обработки

В предыдущей главе зафиксировано положительное влияние ГИП и ТО на эволюцию структуры СЛС-образцов, обусловленное релаксацией остаточных напряжений за счет аннигиляции дефектов (преимущественно дислокаций) и формирования зеренной структуры с упрочняющими выделениями интерметаллидной γ' фазы и сложными карбидами. В данной главе представлены результаты изучения влияния установленных структурных изменений на физико-механические свойства СЛС-образцов.

5.1 Статические механические испытания при комнатной и повышенных температурах

Свойства образцов из сплава ЭП741НП

В таблице 35 представлены результаты измерений твердости СЛС-образцов из сплава ЭП741НП в сечениях ХУ и YZ после различных видов термической постобработки.

Таблица 35 – Твердость сплава ЭП741НП в зависимости от вида пост-обработки

Состояние образцов	№ образца	Твердость в плоскости ХУ, HV	Твердость в плоскости YZ, HV
СЛС+ГИП	1	385	395
	2	395	383
	3	382	385
	Среднее значение \pm ДИ	387 \pm 17	388 \pm 16
СЛС+ТО	1	456	457
	2	443	446
	3	458	452
	Среднее значение \pm ДИ	452 \pm 20	452 \pm 14
СЛС+ГИП+ТО	1	436	460
	2	440	453
	3	452	450
	Среднее значение \pm ДИ	443 \pm 21	454 \pm 13

В ходе проведения ГИП, с одной стороны, происходит релаксация термических напряжений, снижение численной плотности линейных дефектов кристаллического строения фаз и степени упругой деформации их решеток, а также рекристаллизация структуры, что способствует снижению твердости. С другой стороны, из пересыщенного твердого раствора выделяется упрочняющая γ' - фаза, что способствует увеличению твердости. В результате твердость образцов после ГИП находится практически на одном уровне с твердостью образцов после СЛС (Таблица 18). При этом значения твердости в сечениях XY и YZ практически не отличаются. Полученный результат хорошо согласуется с данными, представленными в работах по исследованию влияния ГИП на твердость сплава Inconel 718 изготовленного методами аддитивных технологий [115, 141, 165].

Проведение ТО способствует увеличению твердости сплава ЭП741НП на 40-50 HV как для СЛС-образцов, так и для образцов после ГИП. Прирост твердости обусловлен уменьшением размера и увеличением численной плотности когерентных выделений γ' -фазы в никелевой матрице и увеличением доли сложных карбидов вдоль межзеренных границ. Аналогичный эффект зафиксирован в работах [103, 165].

Рассмотрим влияния операций ГИП и ТО на механические свойства на растяжение при температуре испытаний 20 °С образцов из сплава ЭП741НП, полученных под углами построения в 0 °, 45 ° и 90 ° (относительно плиты построения).

В таблице 36 приведены механические свойства СЛС-образцов после ГИП. Представленные результаты хорошо согласуются со структурными исследованиями образцов после ГИП, где отмечалась структурная анизотропия, которая в последствии повлияла на свойства образцов. Образцы, изготовленные под углом 45°, обладали наибольшей прочностью, так как кристаллографическая текстура роста столбчатых зерен в направлении $\langle 110 \rangle$ приводит к их ориентации под углом построения относительно главной оси образца, тем самым повышая плотность межзеренных границ и сопротивление растягивающему напряжению. Кроме того, может происходить блокировка наиболее предпочтительной системы скольжения дислокаций в ГЦК кристалле, однако данное предположение требует дополнительных исследований.

Известно, что увеличение прочности приводит к снижению пластичности. Данная зависимость хорошо прослеживается в представленных результатах. Вертикальные образцы (угол 90°) имели наименьшие показатели прочности и наибольшую пластичность вследствие текстуры $\langle 110 \rangle$ столбчатых зерен вдоль главной оси образца, т.е. при испытаниях на растяжение вектор приложенных касательных напряжений совпадал с предпочтительным направлением скольжения дислокаций, а плотность границ зерен была значительно меньше по сравнению с горизонтальными образцами. По этим же причинам

горизонтальные образцы (угол 0°) по сравнению с вертикальными (угол 90°) после ГИП имели более высокий предел временного сопротивления и значительно меньшее относительное удлинение.

Таблица 36 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ГИП

Угол построения	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
0 °	1	1290	805	26,8	21,8
	2	1285	810	24,5	19,9
	3	1300	815	23,3	17,2
	Среднее значение ± ДИ	1292 ± 19	810 ± 12	24,9 ± 4,4	19,7 ± 5,7
45 °	1	1375	905	21,8	31,8
	2	1344	915	19,1	13,2
	3	1336	917	18,3	34,1
	Среднее значение ± ДИ	1352 ± 51	912 ± 16	19,7 ± 4,6	26,4 ± 28,5
90 °	1	1270	816	29,0	26,8
	2	1263	806	28,7	24,5
	3	1261	809	27,2	26,8
	Среднее значение ± ДИ	1265 ± 12	810 ± 13	28,3 ± 2,4	26,0 ± 3,3

При сравнении результатов, полученных после СЛС (таблица 19) и после ГИП, можно отметить, что ГИП способствует увеличению предела прочности σ_b до 19 % и пластичности до 2,5 раз. При этом наблюдается уменьшение предела текучести $\sigma_{0,2}$ за счет увеличения размера зерен и частичной релаксации остаточных напряжений в синтезированном материале в процессе ГИП.

В таблице 37 представлены результаты механических испытаний на растяжение СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ТО. Установлено, что технологическая операция ТО приводит к увеличению свойств СЛС-образцов, за счет выделения высокодисперсных когерентных упрочняющих выделений γ' -фазы. Однако, исходя из результатов исследований структуры, установлено, что в этих образцах присутствуют дефекты в виде пор и трещин, объемная доля которых составляет 0,4 %, что отражается на результатах механических испытаний. Так наименьшими механическими свойствами обладают образцы,

полученные под углом построения 0° , так как в этих образцах трещины расположены перпендикулярно растягивающему напряжению, что приводит к их раскрытию и преждевременному разрушению образцов. В образцах, изготовленных под углами построения 45° и 90° , трещины распределены вдоль главной оси, т. е. со-направлены с векторами приложенных растягивающих напряжений.

Таблица 37 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ТО

Угол построения	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
0°	1	1278	985	13,4	9,9
	2	1300	1010	14,0	6,4
	3	1295	990	14,9	12,9
	Среднее значение \pm ДИ	1291 \pm 29	995 \pm 33	14,1 \pm 1,9	9,7 \pm 8,1
45°	1	1394	1135	11,3	12,4
	2	1377	1119	11,6	12,8
	3	1425	1124	13,2	17,3
	Среднее значение \pm ДИ	1399 \pm 60	1126 \pm 20	12,0 \pm 2,5	14,2 \pm 6,8
90°	1	1382	1050	19,8	23,9
	2	1357	1009	20,1	28,3
	3	1372	1029	21,3	23,8
	Среднее значение \pm ДИ	1370 \pm 31	1029 \pm 51	20,4 \pm 2,0	25,3 \pm 6,4

В таблице 38 представлены результаты механических испытаний на растяжение для СЛС-образцов после ГИП+ТО. Из представленных данных следует, что проведение комплексной постобработки способствует достижению максимального уровня свойств, сочетающих высокие показатели временного сопротивления и относительного удлинения. Это объясняется тем, что в процессе ГИП полностью устраняются дефекты в виде трещин и снижается пористость в 10 раз, а в процессе ТО происходит уменьшение размера и увеличение численной плотности когерентных выделений мелкодисперсной γ' -фазы и образование карбидов типа MC и $M_{23}C_6$, что в совокупности обеспечивают увеличение прочности с сохранением пластичности на удовлетворительном уровне. Для сравнения в таблице 38 приведены данные из паспорта на сплав ЭП741НП, где рассматриваемый материал получен по схеме традиционной гранульной металлургии (засыпка гранул в

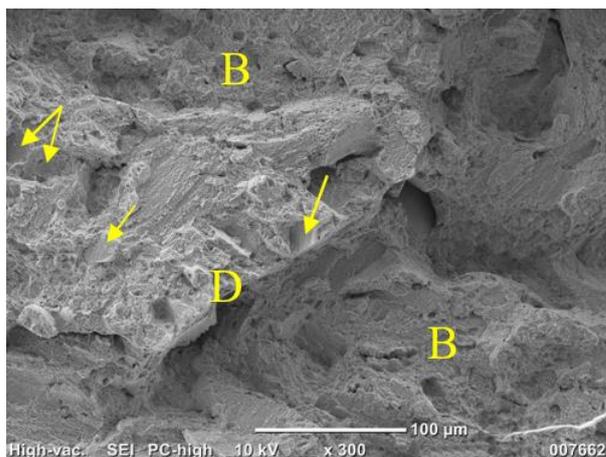
капсульную оснастку после чего проводятся операции ГИП и ТО). Из представленных данных следует, что разработанная технология СЛС после проведения комплексной постобработки, включающей последовательное применение операций ГИП и ТО, соответствует требуемым механическим свойствам на сплав ЭП741НП.

Таблица 38 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ГИП+ТО

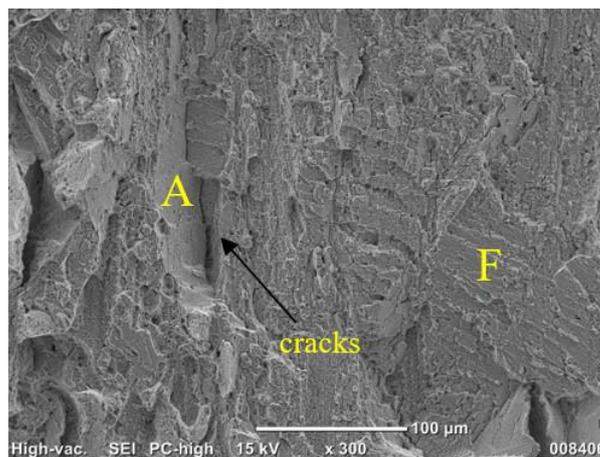
Угол построения	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
0 °	1	1470	1017	23,4	18,8
	2	1479	1028	22,4	17,5
	3	1417	1023	18,3	15,6
	Среднее значение ± ДИ	1455 ± 83	1023 ± 14	21,4 ± 6,7	17,3 ± 4
45 °	1	1493	1127	18,3	23,5
	2	1481	1139	15,4	12,2
	3	1452	1122	15,1	17,0
	Среднее значение ± ДИ	1475 ± 52	1129 ± 22	16,3 ± 4,4	17,6 ± 14,1
90 °	1	1384	1021	20,6	23,8
	2	1392	1019	20,8	28,1
	3	1405	1036	19,2	30,7
	Среднее значение ± ДИ	1394 ± 26	1025 ± 23	20,2 ± 2,2	27,5 ± 8,7
Паспорт		1274	902	14	18

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

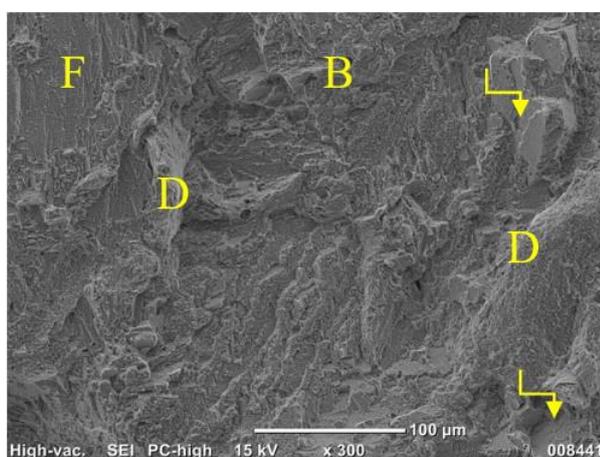
На рисунке 67 а приведен характерный излом после ГИП. После проведения ГИП на поверхности наблюдается вязкий излом, образующийся по механизму слияния микропор с последующим отрывом. Большая часть площади излома представляет собой области микроуглублений (ямок), в объеме которых встречаются небольшие участки фасеток сколов (отмечены желтыми стрелками на рисунок 67 а). Характерной особенностью изломов СЛС-образцов после ГИП является формирование гребней отрыва (участок «D») – вытянутых участков, возвышающихся над поверхностью разрушения. Гребни отрыва образуются в результате пластической деформации и последующего разрушения перемычек в результате слияния микропор. Вокруг гребней отрыва наблюдается формирование микротрещин.



а) ГИП



б) СЛС+ТО



в) СЛС+ГИП+ТО

Рисунок 67 – Поверхности изломов образцов из сплава ЭП741НП после механических испытаний на растяжение, где: а) СЛС+ГИП; б) СЛС+ТО; в) СЛС+ГИП+ТО

Рисунок 67 б демонстрирует излом СЛС-образцов после ТО, на котором можно выделить области хрупкого разрушения – фасетки скола (участок «D»), преимущественно расположенные вокруг трещин, участки с микроямочным изломом, а также участки смешанного разрушения – фасетки квазискола (участок «F»). Фасетки квазискола – представляют собой относительно ровные участки разрушения, которые наряду с признаками хрупкого разрушения имеют признаки пластической деформации (гребни). Вероятно первичным очагом разрушения образцов после ТО являются трещины, наследуемые от процесса СЛС.

Излом СЛС-образцов после ГИП и ТО (рисунок 67 в) сочетает в себе характерные элементы структуры изломов образцов в состоянии СЛС + ГИП и СЛС + ТО, в том числе участки хрупкого разрушения (отмечены желтой стрелкой), участки с микроямочным изломом, фасетки квазискола «F» и гребни отрыва «D». При этом количество участков

хрупкого разрушения значительно меньше, чем в образца СЛС + ТО, что связано с отсутствием трещин в исходной структуре. Высота гребней отрыва меньше, чем в СЛС образцах после ГИП, что связано с меньшей пластичностью образцов после ГИП и ТО. Кроме того, вокруг гребней отрыва формируется меньшее количество микротрещин. По результатам анализа излома можно предположить, что основной механизм разрушения образцов после ГИП и ТО – слияние микропор с последующим отрывом.

Для оценки высокотемпературных характеристик в работе проводили испытания на растяжение при температурах 650 °С и 750 °С. Для этого использовались образцы, полученные под углом построения 90 ° относительно плиты построения. Такое решение принято преимущественно в пользу образцов со структурными дефектами (СЛС и СЛС+ТО), чтобы оценить непосредственное влияние состояния образца и минимизировать влияние дефектов на результаты испытаний.

В таблице 39 представлены результаты высокотемпературных испытаний образцов в состояниях СЛС и СЛС+ГИП. Свойства образцов в состоянии СЛС при 650 °С отличаются невысокой прочностью и низкими показаниями пластичности. При испытаниях 750 °С средний показатель временного сопротивления σ_v уменьшается практически на 15 % (184 МПа) и происходит небольшое увеличение степени относительного удлинения.

Таблица 39 – Механические свойства образцов из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС и СЛС+ГИП при $T_{исп} = 650$ °С и 750 °С

Состояние образцов	$T_{исп.},$ °С	№ образца	$\sigma_v, \text{ МПа}$	$\sigma_{0,2}, \text{ МПа}$	$\delta, \%$	$\psi, \%$
СЛС	650	1	1189	864	2,4	2,4
		2	1116	875	3,1	5,0
		3	1134	856	2,7	4,2
		Среднее значение \pm ДИ	1146 \pm 94	865 \pm 24	2,3 \pm 1,0	3,9 \pm 3,3
	750	1	971	870	3,2	8,0
		2	952	850	4,8	9,8
		3	964	833	7,5	7,8
		Среднее значение \pm ДИ	962 \pm 24	851 \pm 46	5,2 \pm 5,4	8,5 \pm 2,7

Окончание таблицы 39

Состояние образцов	$T_{\text{исп.}}$, °C	№ образца	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
СЛС+ГИП	650	1	1246	867	16,2	17,0
		2	1184	795	21,6	20,8
		3	1211	854	18,1	18,9
		Среднее значение \pm ДИ	1214 \pm 77	839 \pm 95	18,6 \pm 6,8	18,9 \pm 4,7
	750	1	1052	766	23,7	19,0
		2	1027	743	15,3	19,0
		3	1010	751	24,0	22,6
		Среднее значение \pm ДИ	1030 \pm 52	753 \pm 29	21,0 \pm 12,3	20,2 \pm 5,2

Проведение операции ГИП для СЛС-образцов положительно влияет на их свойства. Так при $T_{\text{исп}} = 650$ °C и 750°C наблюдается увеличение среднего значения σ_B на 70 МПа и δ до 16,3 %, что вызвано, как было установлено ранее, релаксацией остаточных упругих напряжений, устранением дефектов (пор и трещин) и модификацией структуры (выделение упрочняющей γ' - фазы).

В таблице 40 представлены результаты испытаний образцов в состоянии СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО. Проведение ТО способствует увеличению прочностных свойств и пластичности СЛС-образцов, однако в структуре остаются дефекты, унаследованные от процесса СЛС, которые приводят к уменьшению механических характеристик.

Максимальный уровень механических свойств для образцов, полученных методом СЛС, обеспечивается за счет проведения комплексной постобработки, включающей операции ГИП и ТО. Стоит отметить, что при увеличении температуры с 650 °C до 750 °C происходит уменьшение среднего значения предела прочности σ_B на 89 МПа (7%) и $\sigma_{0,2}$ предела текучести 37 МПа (4 %), обусловленное повышением диффузионной подвижности атомов и снижением напряжения сдвига выделений γ' -фазы сверхструктурными дислокациями во время ползучести. Также можно отметить увеличение относительного удлинения δ и сужения ψ на 15 % и 8 %, соответственно. При температуре испытаний 650 °C проведение ГИП и ТО для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП увеличивает σ_B на 144 МПа (12%), $\sigma_{0,2}$ на 46 МПа, δ и ψ на 14,9 % и 23,5, соответственно. При температуре испытаний 750 °C средний показатель свойств СЛС образцов увеличиваются на: σ_B – 239 МПа, $\sigma_{0,2}$ – 23 МПа, δ – 26,8 % и ψ – 27,1 %.

Таблица 40 – Механические свойства образцов из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО при $T_{исп} = 650\text{ °C}$ и 750 °C

Состояние образцов	$T_{исп.},\text{ °C}$	№ образца	$\sigma_B,$ МПа	$\sigma_{0,2},$ МПа	$\delta, \%$	$\psi, \%$
СЛС+ТО	650	1	1172	892	6,9	10,2
		2	1164	865	7,5	12,3
		3	1154	859	8,2	13,8
		Среднее значение \pm ДИ	1163 \pm 22	872 \pm 44	7,5 \pm 1,6	12,1 \pm 4,5
	750	1	1170	876	15,3	11,6
		2	1126	856	11,1	11,6
		3	1124	865	11,8	15,4
		Среднее значение \pm ДИ	1140 \pm 65	866 \pm 25	12,7 \pm 5,6	12,9 \pm 5,5
СЛС+ГИП+ТО	650	1	1273	923	18,3	28,5
		2	1308	910	16,4	26,3
		3	1290	901	16,9	27,4
		Среднее значение \pm ДИ	1290 \pm 43	911 \pm 27	17,2 \pm 2,4	27,4 \pm 2,7
	750	1	1190	866	32,1	34,0
		2	1216	875	31,5	40,2
		3	1198	882	32,4	32,5
		Среднее значение \pm ДИ	1201 \pm 21	874 \pm 20	32,0 \pm 1,1	35,6 \pm 10,1
Паспорт	650		1196	813	15	26
	750		1098	853	22	31

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

Для сравнения в таблице 40 представлены паспортные данные на сплав ЭП741НП. Установлено, что для достижения требуемых механических свойств при температурах эксплуатации, необходимо проведение комплексной постобработки по схеме ГИП+ТО.

Результаты испытаний СЛС-образцов на ударную вязкость КСУ после ГИП+ТО представлены в таблице 41. Ударная вязкость синтезированного материала составила 11 ± 2 Дж/см², что значительно уступает паспортному значению. Чрезвычайно низкая вязкость разрушения СЛС-образцов вызвана высокими усадочными и термическими остаточными напряжениями в материале, а также наличием дефектов в виде микротрещин

и пор. Проведение ГИП и ТО способствовало значительному повышению этого показателя до 57 ± 14 Дж/см². Увеличение свойств связано с устранением микротрещин, уменьшением пор, релаксацией остаточных упругих напряжений и изменением структурно-фазового состояния сплава, в результате которого сформировалась дисперсионно-упрочненная γ/γ' -микроструктура. Стоит отметить, что ударная вязкость КСУ образцов после СЛС+ГИП+ТО превышает паспортные значения сплава ЭП741НП.

Таблица 41 – Ударная вязкость КСУ образцов в состоянии СЛС+ГИП+ТО

Вид обработки	№ образца	КСУ, Дж/см ²
СЛС+ГИП+ТО	1	57
	2	63
	3	52
	Среднее значение \pm ДИ	57 \pm 14
Паспорт*		52

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

На поверхности излома образца из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС+ГИП+ТО после испытаний на ударную вязкость (рисунок 68 а, б) можно выделить участки с микроямочным изломом (участок «В») и участки со смешанным изломом (участок «С»). Кроме того, зафиксировано образование гребней отрыва, что также свидетельствует о вязком разрушении.

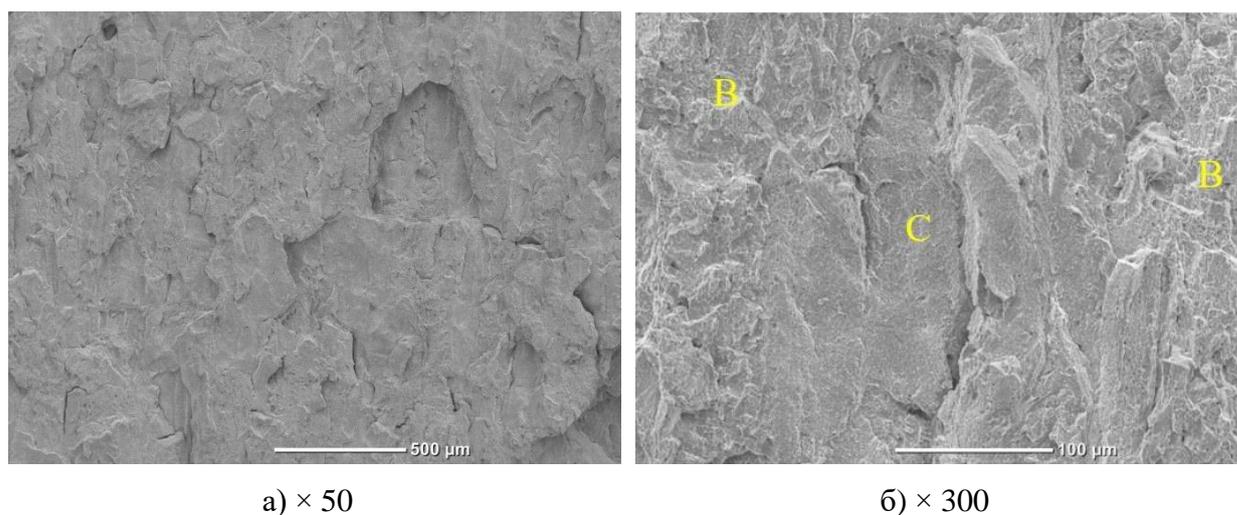


Рисунок 68 – Поверхность излома образцов из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС+ГИП+ТО после испытаний на ударную вязкость КСУ при разных увеличениях

Для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП, подвергшихся ТО, определили теплофизические свойства и сравнили их с паспортными данными для данного сплава. В таблице 42 представлены результаты измерения ТКЛР для образцов в состоянии СЛС+ТО. Представленные результаты хорошо согласуются с данными из паспорта. Стоит отметить, что увеличение ТКЛР происходит линейно с температурой. Уменьшение ТКЛР, как это наблюдалось у СЛС-образцов не происходит, так структура после ТО стабильная и в исследуемом диапазоне температур не происходит структурно-фазовых изменений.

Таблица 42 – Средний ТКЛР сплава ЭП741НП

Температура t, °С	Средний ТКЛР $\alpha \times 10^6, \text{K}^{-1}$	
	СЛС+ТО	Паспортные данные*
30÷100	12,3 ± 5	13,4
30÷200	12,8 ± 4	13,7
30÷300	13,1 ± 4	13,7
30÷400	13,4 ± 2	13,5
30÷500	13,7 ± 3	13,5
30÷600	13,9 ± 3	13,6
30÷700	14,3 ± 5	14,1
30÷800	14,7 ± 4	14,7
30÷900	15,5 ± 2	15,1
30÷1000	16,7 ± 6	-

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

В таблице 43 представлены результаты определения среднего значения удельной теплоемкости для образцов из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС+ТО. Изменение C_p происходит линейно и прямо пропорционально росту температуры. Полученные результаты хорошо согласуются с паспортными данными.

Таблица 43 – Среднее значение удельной теплоёмкости сплава ЭП741НП

№ п/п	Температура t, °С	$C_p, \text{Дж}/(\text{кг} \times \text{К})$	
		СЛС+ТО	Паспортные данные*
1	100	440 ± 17	443
2	200	462 ± 25	460
3	300	476 ± 23	471
4	400	487 ± 19	479

Окончание таблицы 43

№ п/п	Температура t, °С	С _p , Дж/(кг×К)	
		СЛС+ТО	Паспортные данные*
5	500	500 ± 23	489
6	600	510 ± 27	510
7	700	568 ± 31	541
8	800	603 ± 30	559
9	900	707 ± 38	-
10	1000	813 ± 42	-

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

В таблице 44 представлены результаты измерений средних значений температуропроводности и теплопроводности для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ТО. Изменение температуропроводности и теплопроводности происходит линейно и прямо пропорционально росту температуры. Результаты определения температуропроводности хорошо согласуется с паспортными данными, а в случае с показателями теплопроводности можно отметить, что значения СЛС-образцов после ТО выше, чем паспортные.

Таблица 44 – Температуропроводность и теплопроводность сплава ЭП741НП

№ п/п	Температура t, °С	Температуропроводность $\alpha \times 10^6$, м ² /с		Теплопроводность λ , Вт/(м×К)	
		СЛС+ТО	Паспортные данные*	СЛС+ТО	Паспортные данные*
1	20	2,1 ± 0,2	2,3	10,0 ± 1,7	8,0
2	100	2,4 ± 0,4	2,4	11,3 ± 1,5	9,0
3	200	2,7 ± 0,3	2,6	12,8 ± 1,2	10,0
4	300	3,0 ± 0,2	2,9	14,3 ± 1,5	11,0
5	400	3,2 ± 0,4	3,2	15,8 ± 2,1	12,0
6	500	3,5 ± 0,4	3,4	17,2 ± 1,9	14,0
7	600	3,6 ± 0,3	3,7	18,7 ± 1,6	15,0
8	700	3,8 ± 0,3	3,9	20,1 ± 1,5	17,0
9	800	3,9 ± 0,2	4,1	21,4 ± 2,2	19,0
10	900	4,0 ± 0,4	4,2	22,7 ± 1,8	20,0
11	1000	4,1 ± 0,2	-	24,1 ± 2,4	-

*Данные из паспорта на сплав ЭП741НП (гранулы + ГИП + ТО)

Свойства образцов из сплава АЖК

В таблице 45 представлены средние значения твердости СЛС-образцов после ГИП и ТО. Проведение технологической операции ГИП способствует увеличению твердости СЛС-образцов на 32 HV и составляет 368 HV. Максимальное увеличение твердости на 105 HV происходит после ТО за счет равномерного выделения в никелевой матрице когерентной мелкодисперсной γ' -фазы.

Таблица 45 – Твердость СЛС-образцов из сплава АЖК после ГИП и ТО

Состояние образцов	№ образца	Твердость в плоскости XY, HV	Твердость в плоскости YZ, HV
СЛС+ГИП	1	379	360
	2	661	374
	3	365	362
	Среднее значение \pm ДИ	368 \pm 23	365 \pm 19
СЛС+ТО	1	430	445
	2	453	429
	3	438	433
	Среднее значение \pm ДИ	440 \pm 29	436 \pm 21
СЛС+ГИП+ТО	1	446	439
	2	442	432
	3	436	428
	Среднее значение \pm ДИ	441 \pm 13	433 \pm 14

Результаты испытаний образцов на растяжение при комнатной температуре в состояниях СЛС+ГИП, СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО представлены в таблице 46. Из представленных результатов следует, что проведение постобработки значительно увеличивает прочность СЛС-образцов (от 30 до 45%) с сохранением удовлетворительной пластичности. Увеличение свойств главным образом связано с выделением γ' -фазы из пересыщенной γ -матрицы. В случае с ТО основную роль играет морфология, размеры и равномерное распределение когерентной γ' -фазы в матричной фазе, что приводит к максимальной прочности СЛС-образцов. Так как разработанный режим СЛС для сплава АЖК обеспечивает формирование структуры с минимальным количеством дефектов, то

свойства образцов в состояниях СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО имеют близкие значения. В таблице также представлены свойства из паспорта на сплав АЖК. Из представленных результатов механических испытаний следует, что требуемый уровень механических свойств синтезированного материала сплава АЖК достигается после постобработки по схемам ГИП+ТО или ТО. Таким образом, технологическая операция ТО является обязательной для изделий из сплава АЖК, полученных по аддитивной технологии СЛС.

Таблица 46 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава АЖК после ГИП и ТО при $T_{исп} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$

Состояние образцов	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
СЛС+ГИП	1	1262	857	28,9	27,5
	2	1257	858	30,8	31,0
	3	1260	860	28,5	25,9
	Среднее значение \pm ДИ	1260 \pm 6	858 \pm 6	29,4 \pm 3,1	28,1 \pm 6,5
СЛС+ТО	1	1388	1020	17,4	24,6
	2	1399	1062	18,7	17,5
	3	1395	1044	16,3	21,3
	Среднее значение \pm ДИ	1394 \pm 14	1042 \pm 52	17,5 \pm 3,0	21,1 \pm 8,8
СЛС+ГИП+ТО	1	1402	1064	17,9	23,9
	2	1400	1069	17,9	17,9
	3	1386	1060	20,0	18,9
	Среднее значение \pm ДИ	1396 \pm 22	1064 \pm 11	19,0 \pm 3	20,0 \pm 8
Паспорт*		1312	878	14	11

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

Механические свойства на растяжение синтезированного материала сплава марки АЖК при температурах испытаний 650 и 750 °С в сравнении с паспортными данными приведены в таблице 47. Испытания проводили на исходных СЛС- образцах и после ГИП+ТО, изготовленных в вертикальной ориентации (угол 90°) на плите построения. Временное сопротивление и условный предел текучести СЛС- образцов значительно уступают паспортным значениям, что ограничивает применение синтезированного материала в исходном состоянии для ответственных изделий. Как было отмечено ранее,

низкие показатели механических свойств СЛС-образцов связаны с отсутствием когерентных выделений упрочняющей γ' - фазы и сложных карбидов в структуре материала.

Таблица 47 – Механические свойства образцов из сплава АЖК в состоянии СЛС и СЛС+ГИП+ТО при $T_{исп} = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $750\text{ }^{\circ}\text{C}$

Состояние образцов	T исп., °C	№ образца	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
СЛС	650	1	900	690	25,4	31,9
		2	910	695	23,7	30,4
		3	915	700	23,0	29,7
		Среднее значение \pm ДИ	908 \pm 19	695 \pm 12	24,0 \pm 3,1	30,7 \pm 2,8
	750	1	720	560	27,3	33,6
		2	710	540	29,0	38,2
		3	725	560	27,1	33,4
		Среднее значение \pm ДИ	718 \pm 19	553 \pm 29	27,8 \pm 2,6	35,1 \pm 6,7
СЛС+ГИП+ТО	650	1	1230	910	16,4	18,4
		2	1250	915	15,7	17,3
		3	1240	920	15,2	16,8
		Среднее значение \pm ДИ	1240 \pm 25	915 \pm 12	15,8 \pm 1,5	17,5 \pm 2,0
	750	1	1074	901	10,1	17,3
		2	1090	920	8,3	12,6
		3	1090	910	9,0	15,7
		Среднее значение \pm ДИ	1085 \pm 23	910 \pm 24	9,1 \pm 2,3	15,2 \pm 5,9
Паспорт*	650		1202	809	9,5	18,9
	750		954	742	17	18

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

Для достижения необходимого уровня эксплуатационных свойств необходимо проведение комплексной постобработки по схеме ГИП+ТО. Установлено, что эволюция структуры приводит к увеличению свойств СЛС-образцов при температуре 650 °C на: σ_B –332 МПа (37 %); $\sigma_{0,2}$ – 220 МПа (32 %) и σ_B – 367 МПа (51 %); $\sigma_{0,2}$ – 357 МПа (64 %) при температуре 750 °C, соответственно. Стоит отметить, что механические свойства образцов

сплава марки АЖК, изготовленных по разработанной технологии СЛС+ГИП+ТО, превосходят паспортные данные.

В таблице 48 представлены результаты испытаний СЛС-образов из сплава АЖК на сжатия в состояниях СЛС+ГИП, СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО. Из представленных результатов наблюдается, что модификация структуры за счет проведения постобработки приводит к значительному увеличению механических свойств на сжатие при комнатной температуре СЛС-образцов из сплава АЖК. Наиболее высокий уровень механических свойств достигается при проведении ГИП с последующей ТО, где свойства СЛС-образцов увеличивается на: σ_B – 712 МПа (62 %), $\sigma_{0.2}$ – 439 МПа (63 %) и ε – 7 %.

Таблица 48 – Результаты испытаний образцов на сжатие

Состояние образцов	№ образца	σ_B , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	ε , %
СЛС+ГИП	1	1611	825	17
	2	1617	830	19
	3	1630	845	15
	Среднее значение \pm ДИ	1619 \pm 24	833 \pm 26	17 \pm 5
СЛС+ТО	1	1672	1025	17
	2	1670	1077	16
	3	1680	1055	16
	Среднее значение \pm ДИ	1674 \pm 13	1052 \pm 65	16 \pm 1
СЛС+ГИП+ТО	1	1887	1153	19
	2	1854	1155	24
	3	1830	1094	26
	Среднее значение \pm ДИ	1857 \pm 71	1134 \pm 86	23 \pm 9

Условия возможной эксплуатации жаропрочных сплавов во многом определяют теплофизические свойства, от которых зависит величина теплоотвода и выбор способов охлаждения деталей для предотвращения перегрева и преждевременного выхода из строя.

Теплофизические свойства СЛС-образцов сплава АЖК после ТО приведены в таблицах 49-51. При увеличении температуры происходит закономерное увеличение среднего значения ТКЛР. Больше не наблюдается уменьшение ТКЛР при температурах 600 и 700 °С, так как после проведения ТО структура стабильная в исследуемом диапазоне

температур. Представленные результаты ТКЛР хорошо согласуются с паспортными данными до температуры 500 °С. При последующем увеличении температуры СЛС-образцы после ТО выглядят предпочтительней за счет низких значений ТКЛР.

Таблица 49 – Средний ТКЛР образцов сплава АЖК

Температура t, °С	Средний ТКЛР $\alpha \times 10^6$, К ⁻¹	
	СЛС+ТО	Паспортные данные*
30÷100	12,5 ± 4	11,3
30÷200	12,7 ± 4	12,2
30÷300	13,1 ± 5	13,3
30÷400	13,4 ± 3	13,3
30÷500	13,6 ± 4	13,8
30÷600	13,7 ± 6	14,3
30÷700	14,1 ± 4	14,9
30÷800	14,6 ± 7	17,4
30÷900	15,8 ± 5	17,3
30÷1000	17,2 ± 6	18,1

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

Таблица 50 – Среднее значение удельной теплоёмкости сплава АЖК

№ п/п	Температура t, °С	Ср, Дж/(кг×К)	
		СЛС+ТО	Паспортные данные*
1	100	437 ± 37	485
2	200	467 ± 29	489
3	300	487 ± 24	492
4	400	504 ± 33	510
5	500	519 ± 22	522
6	600	546 ± 34	574
7	700	587 ± 36	615
8	800	650 ± 21	664
9	900	773 ± 27	-
10	1000	877 ± 30	-

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

Из представленных в таблице 50 результатов среднего значения удельной теплоемкости для образцов из сплава АЖК после СЛС+ТО можно отметить, что

увеличение σ_r происходит линейно и прямо пропорционально температуре. Представленные значения σ_r для СЛС-образцов после ТО немного ниже, чем данные представленные из паспорта в измеряемом температурном интервале.

В таблице 51 представлены результаты температуропроводности и теплопроводности СЛС-образцов после ТО. Проведение ТО приводит к увеличению значений температуропроводности и теплопроводности, однако в сравнении с паспортными значениями они ниже. Предполагаемо это связано микроструктурными особенностями СЛС-образцов (размером зерен).

Таблица 51 – Температуропроводность и теплопроводность СЛС-образцов сплава АЖК

№ п/п	Температура $t, ^\circ\text{C}$	Температуропроводность $\alpha \times 10^6, \text{ м}^2/\text{с}$		Теплопроводность $\lambda, \text{ Вт}/(\text{м} \times \text{К})$	
		СЛС+ТО	Паспортные данные*	СЛС+ТО	Паспортные данные*
1	20	$2,3 \pm 0,5$	3,3	$10,2 \pm 0,4$	9,1
2	100	$2,8 \pm 0,5$	3,5	$11,5 \pm 0,8$	11,1
3	200	$3,1 \pm 0,6$	3,6	$13,1 \pm 0,9$	14,2
4	300	$3,4 \pm 0,4$	3,9	$14,7 \pm 1,3$	15,5
5	400	$3,7 \pm 0,7$	4,2	$16,2 \pm 1,6$	16,2
6	500	$3,9 \pm 0,8$	4,6	$17,7 \pm 1,2$	19,0
7	600	$4,2 \pm 0,6$	4,9	$19,2 \pm 1,8$	22,3
8	700	$4,5 \pm 0,7$	5,2	$20,6 \pm 2,4$	25,3
9	800	$4,8 \pm 0,4$	5,4	$21,9 \pm 1,9$	28,2
10	900	$5,3 \pm 0,7$	5,5	$23,3 \pm 2,8$	-
11	1000	$5,9 \pm 0,6$	5,5	$24,6 \pm 2,5$	-

*Данные из паспорта на сплав АЖК (гранулы + ГИП + ТО)

5.2 Термомеханические свойства

Влияние различных видов постобработки на термомеханические свойства СЛС-образцов ЭП741НП при 900 °С оценивали по диаграммам «истинное напряжение сжатия (σ) – логарифмическая деформация ($\ln(\varepsilon)$)», представленным на рисунке 69. Исследуемый сплав в состоянии СЛС+ТО показал более высокий уровень механических свойств ($\sigma_B = 1090$ МПа при $\ln(\varepsilon) = 0.206$, $\sigma_{0.2} = 675$ МПа, $\sigma_{\text{шц}} = 573$ МПа) по сравнению с СЛС-образцами после газостатической обработки ($\sigma_B = 940$ МПа при $\ln(\varepsilon) = 0.165$, $\sigma_{0.2} = 620$ МПа,

$\sigma_{\text{тц}} = 530$ МПа), что объясняется структурными различиями. В первую очередь это обусловлено на порядок меньшим размером (150-400 нм для СЛС+ТО против 3-4 мкм для СЛС+ГИП) и более высокой плотностью когерентных выделений γ' -фазы, блокирующих движение дислокаций в объеме аустенитных зерен никелевой матрицы, нивелируя влияние относительно высокой пористости порядка 0,4 %. Кроме того, уменьшение размера зерна при условии распределения вдоль межзеренных границ частиц карбидов также способствует повышению сопротивления деформациям.

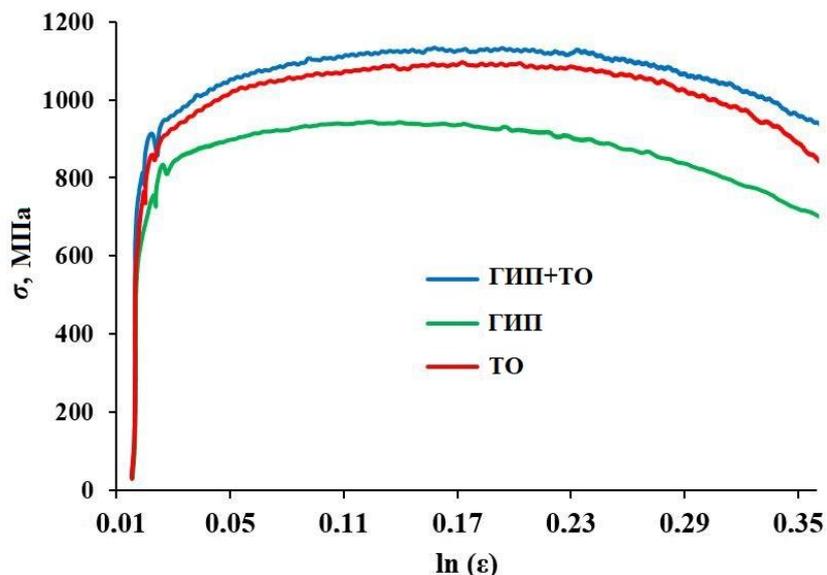


Рисунок 69 – Диаграммы «истинное напряжение сжатия (σ) – логарифмическая деформация ($\ln(\epsilon)$)» для СЛС-образцов ЭП741НП после ГИП, ТО и ГИП+ТО, записанные при 900 °С и скорости деформации $\sim 0,01$ с⁻¹

Применение постобработки по схеме ГИП + ТО позволило дополнительно повысить механические свойства сплава ($\sigma_{\text{в}} = 1127$ МПа при $\ln(\epsilon) = 0.211$, $\sigma_{0.2} = 763$ МПа, $\sigma_{\text{тц}} = 656$ МПа) в результате уменьшения пористости до $\sim 0,04$ %, диффузионного залечивания микротрещин, увеличения среднего размера зерна (замедляется диффузионная ползучесть Кобла) и равномерного выделения во всем объеме матричной фазы наноразмерных (< 400 нм) когерентных частиц вторичной γ' -фазы.

Анализ работ [115, 168] показал, что никелевый сплав ЭП741НП в состоянии СЛС+ГИП+ТО при одинаковых условиях испытаний ($T_{\text{test}} = 1173$ К and $d\epsilon/dt \approx 0,01$ с⁻¹) в несколько раз превосходит кованые и экструдированные образцы Inconel 718 после стандартных видов термической обработки.

5.3 In-situ исследование механизмов взаимодействия дислокаций с нановыделениями при растяжении методами ПЭМ

Для более детального изучения процессов деформации и разрушения образцов, полученных методом СЛС с последующими операциями ГИП и ТО, в работе проводились in-situ исследования механизмов пластической деформации при растяжении в колонне ПЭМ. Образцы закреплялись в специальный держатель, где в дальнейшем происходило растяжение образцов с шагом 40 нм до образования трещины. В процессе испытания проводили промежуточную съемку структуры для фиксации изменений происходящих в каждой точке растяжения. До образования трещины зафиксировано 4 основных точки (от 40 нм до 160 нм). На рисунке 70 представлена микроструктура в исходном состоянии (без нагрузки).

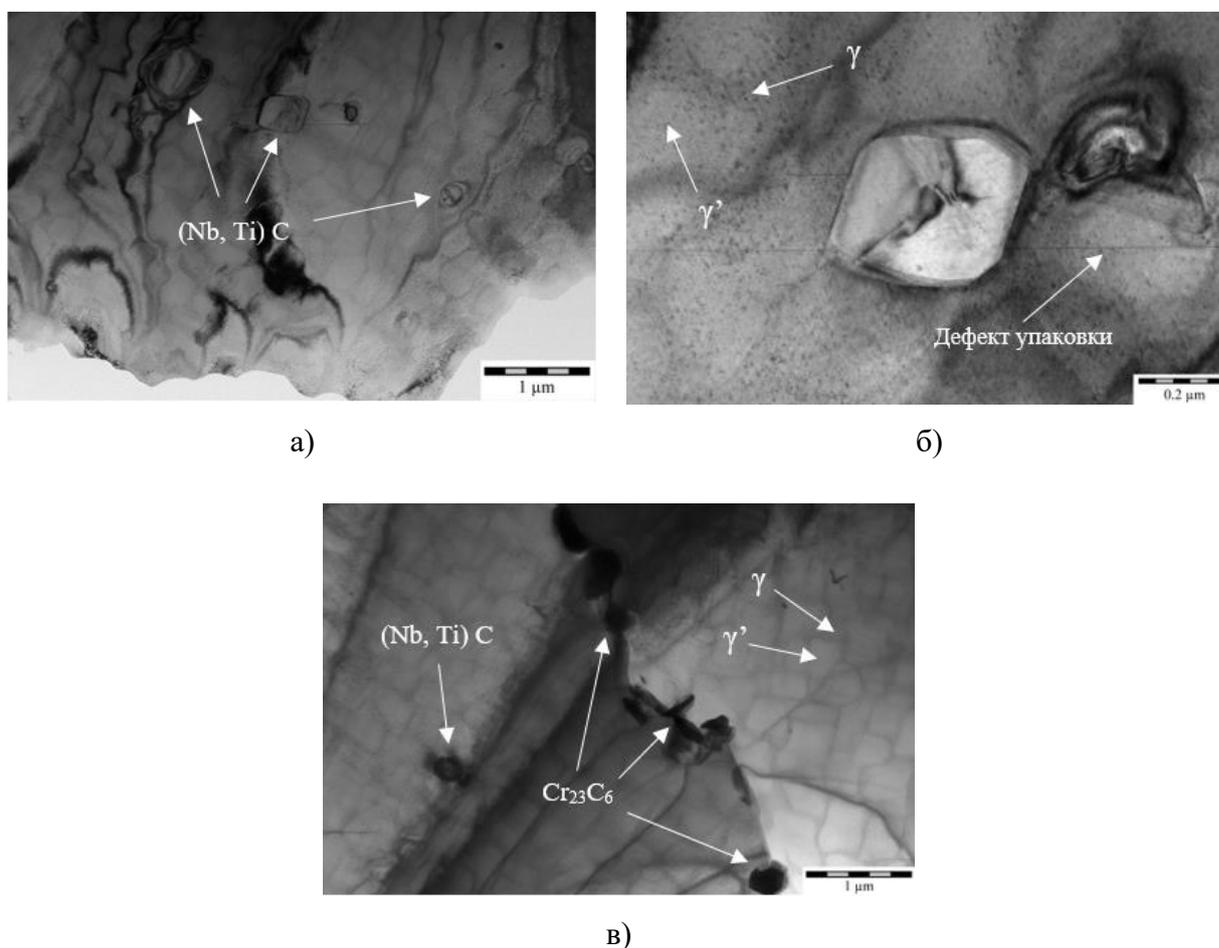


Рисунок 70 – ПЭМ изображения структуры экспериментального образца без приложения нагрузки (нулевая точка), где:
а) общий вид, б) карбид (Nb, Ti) C в теле зерна, в) карбиды $Cr_{23}C_6$ на границе зерна

В исследуемой области наблюдаются выделения γ/γ' -фаз, карбидов типа MC на основе Nb и Ti в теле зерна (рисунок 70 а, б) и карбидов типа $Cr_{23}C_6$ распределенных вдоль границ зерен (рисунок 70 в). В свою очередь γ' -фаза имеет кубическую форму частиц размерами до 400 нм, а матрица γ -фаза является прослойкой между γ' -фазой (рисунок 70 б, в). На рисунке 70 б можно наблюдать взаимодействие карбида MC с дефектом упаковки. В процессе растяжения в интервале от 40 до 120 нм изменений не наблюдалось. Изменения в структуре наблюдаются в процессе распространения трещины на отметке в 160 нм.

На рисунке 71 представлены ПЭМ изображения исследуемых областей при растяжении ламели на величину 160 нм. На общем виде (рисунок 71 а) появление новых дефектов (дислокаций, двойников и дефектов упаковки) не наблюдается. При рассмотрении фазы карбида (Nb,Ti)C (рисунок 71 б) отмечается рост ширины дефекта упаковки, что обусловлено увеличением напряжений в этой области.

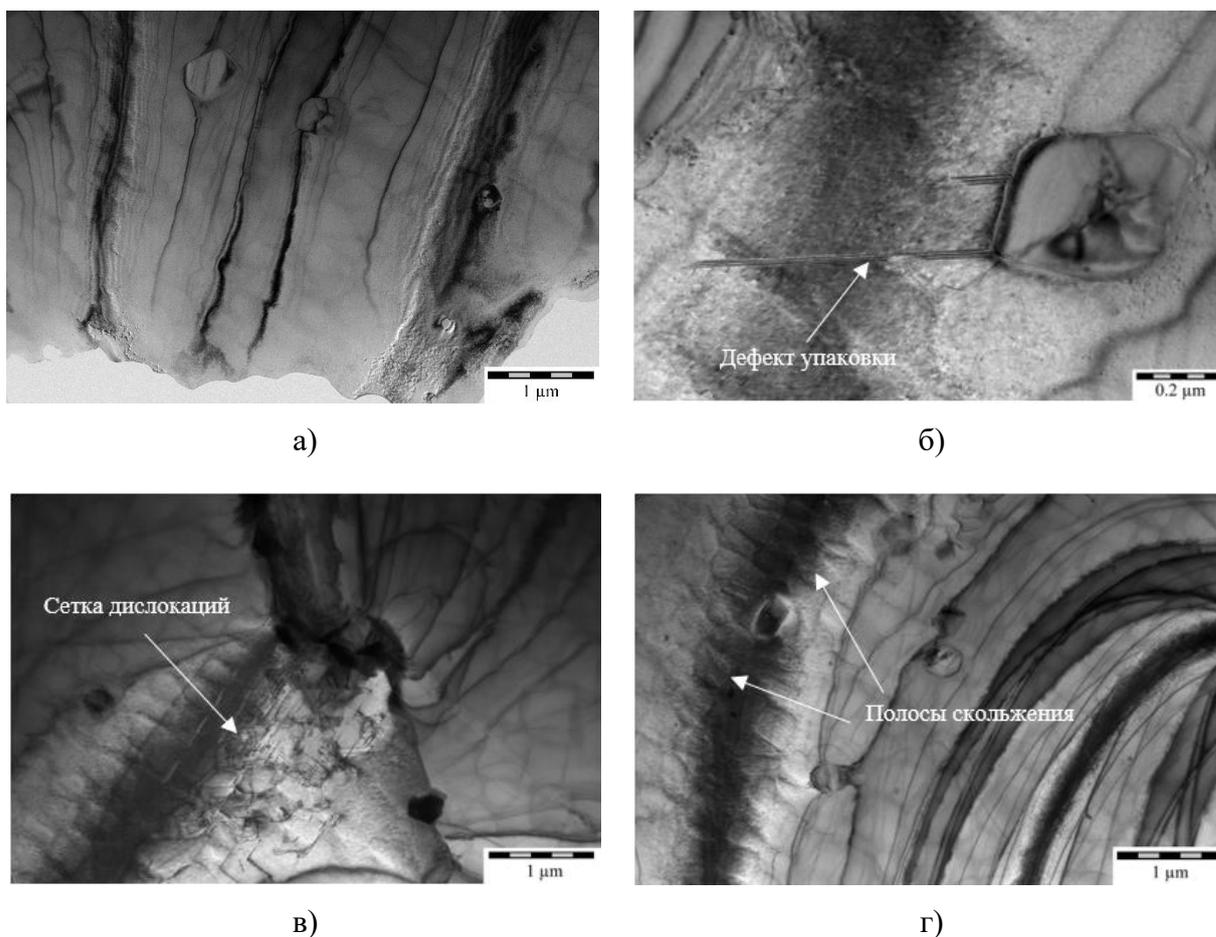


Рисунок 71 – ПЭМ изображения структуры экспериментального образца при растяжении на 160 нм, где: а, г) общий вид, б) карбид (Nb, Ti) C, в) карбиды $Cr_{23}C_6$

В результате пластической деформации наблюдается скопление дислокаций, возникших на границе зерна, которые в свою очередь образуют так называемую сетку дислокаций (рисунок 71 в). Это свидетельствует о том, что в процессе пластической деформации происходит движение дислокаций, которые тормозятся при взаимодействии с границей зерна, упрочненной карбидными фазами. Также следует отметить область на рисунке 71 г, где под воздействием растягивающих напряжений образовались полосы скольжения, которые ранее не наблюдались. Изменение морфологии γ' -фазы (рисунок 71 в, г) связано с изменением кристаллографической ориентации зерна.

На рисунке 72 показан характер распространения трещин в исследуемом материале. Из ПЭМ изображений видно, что при движении трещина взаимодействует с частицами карбидов (Nb,Ti)C и $Cr_{23}C_6$, которые создают дополнительное сопротивление, приводящие к изменению траектории ее распространения, тем самым повышая прочность сплава.

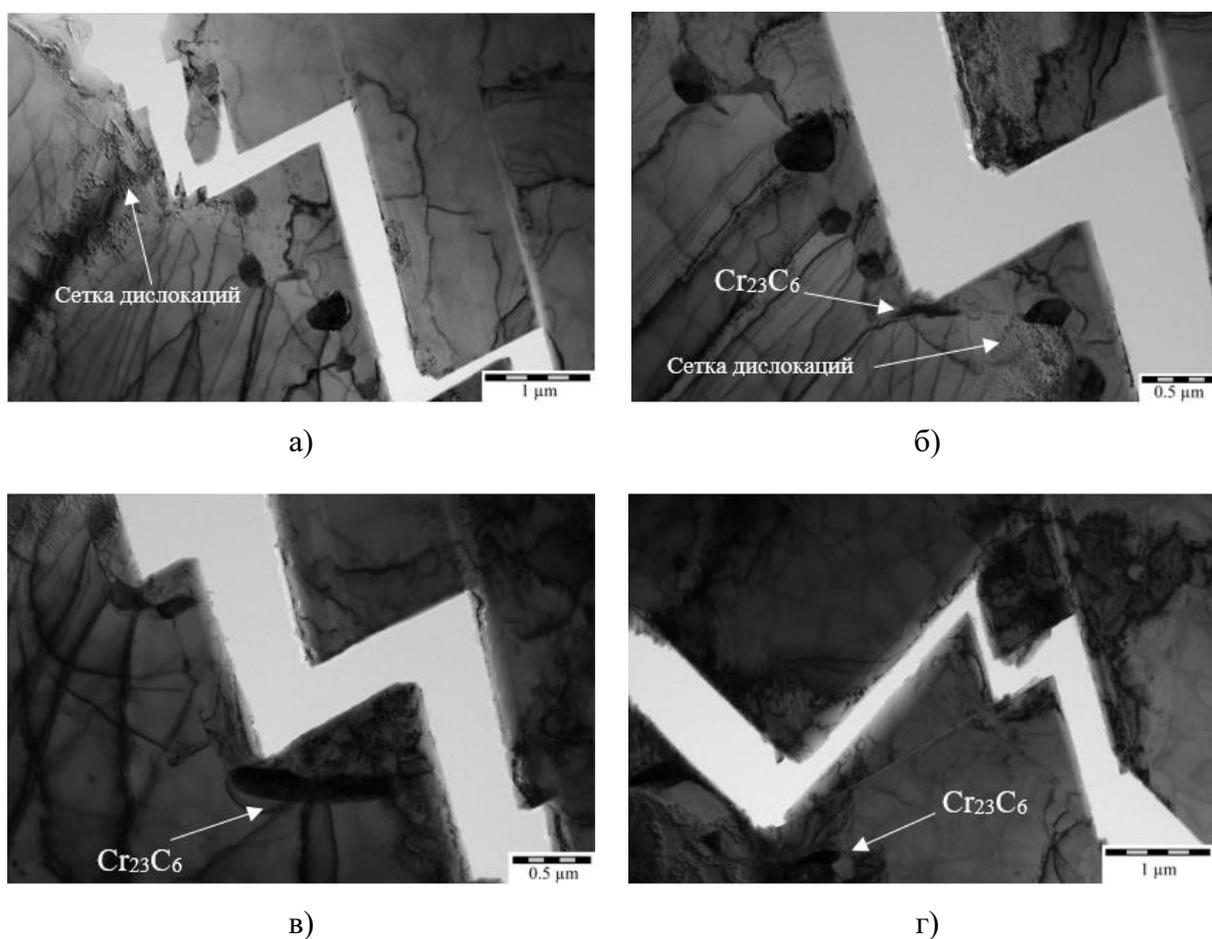


Рисунок 72 – ПЭМ изображения распространения трещины в экспериментальном образце из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС при растяжении на 160 нм

5.4 Push – to – pull исследования структуры и свойств

В работе проведены *in situ* исследования влияния нановыделений карбидов на деформационное поведение сплавов ЭП741НП, АЖК, полученных сочетанием технологий СЛС+ГИП+ТО. Для этого при высоком разрешении на специально подготовленной фольге выбрали интересующую область (рисунок 73 а). С границы зерна методом FIB получена ламель размерам $1,4 \times 0,62 \times 0,012$ мкм с частицами карбида типа $Me_{23}C_6$ (рисунок 73 б). Скорость подвижной части устройства составляла 0,1 нм/с. При проведении испытаний на растяжение разрушение ламели произошло при нагрузке 53 мкН не по границе раздела $\gamma/Me_{23}C_6$, а по телу зерна (рисунок 73 г).

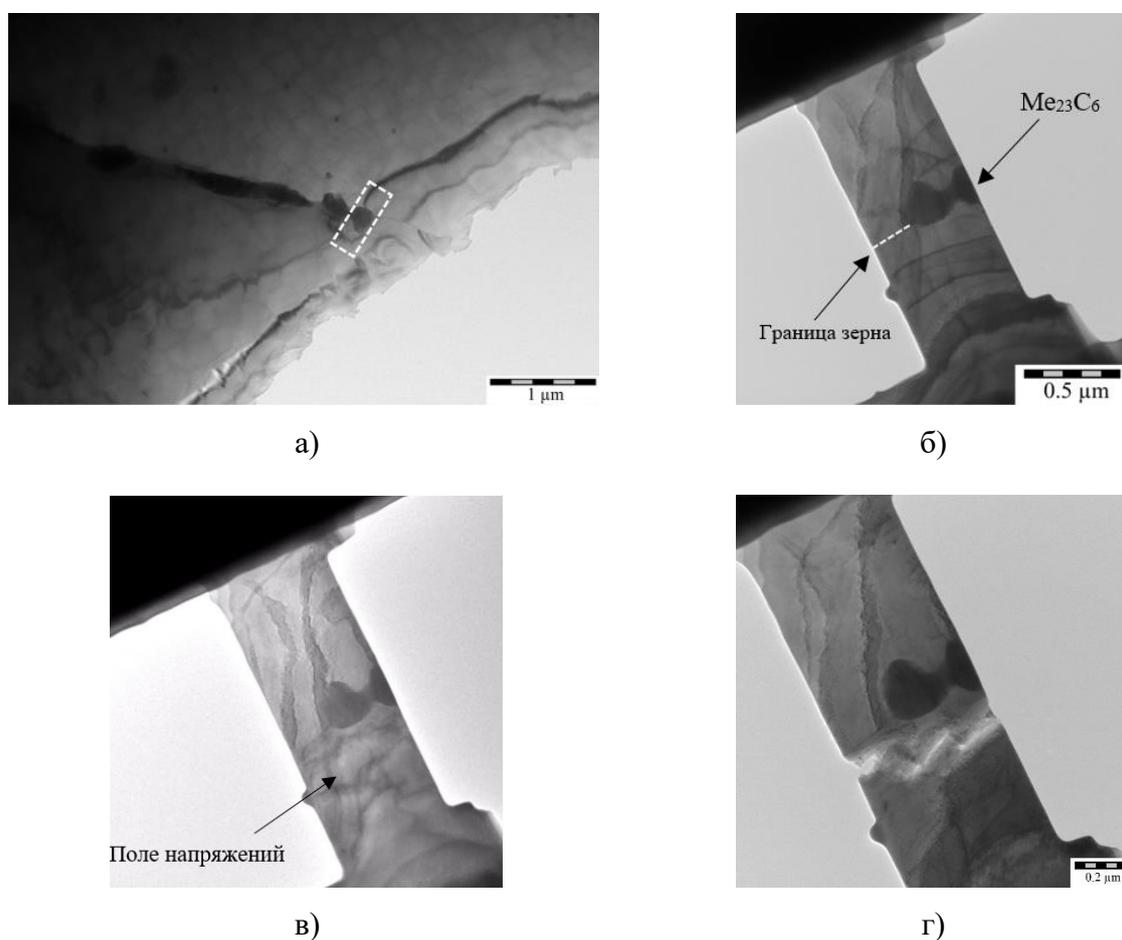


Рисунок 73 – Ламель из сплава ЭП741НП для *in-situ* испытаний методом Push-to-Pull:

а) общий вид, б) до испытаний, в) в процессе испытаний, г) после разрушения

На рисунке 74 представлена диаграмма деформации ламели. Из полученных данных рассчитан предел временного сопротивления при растяжении, который составил 700 МПа.

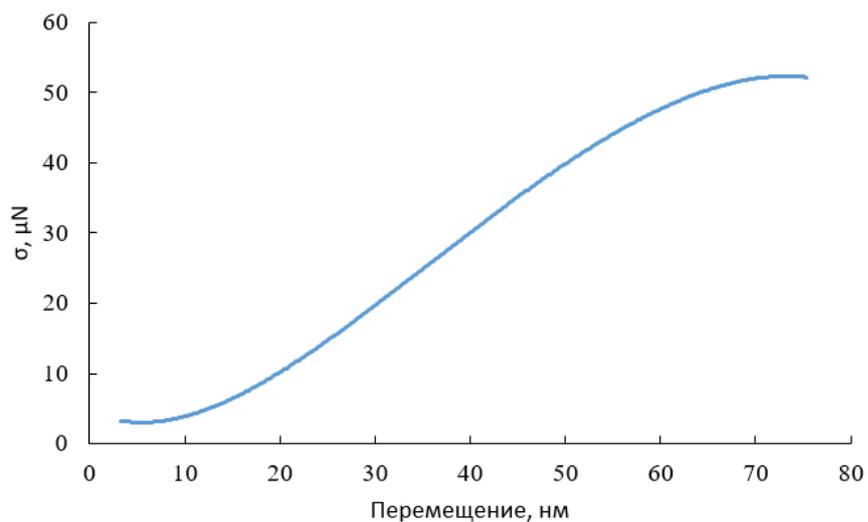


Рисунок 74 – Диаграмма деформации ламели из сплава ЭП741НП

По аналогии проводились in-situ исследования ламели из сплава АЖК. На рисунке 75 а представлена ламель, вырезанная с границы зерна размерами $1,5 \times 0,41 \times 0,013$ мкм с карбидом типа $Me_{23}C_6$.

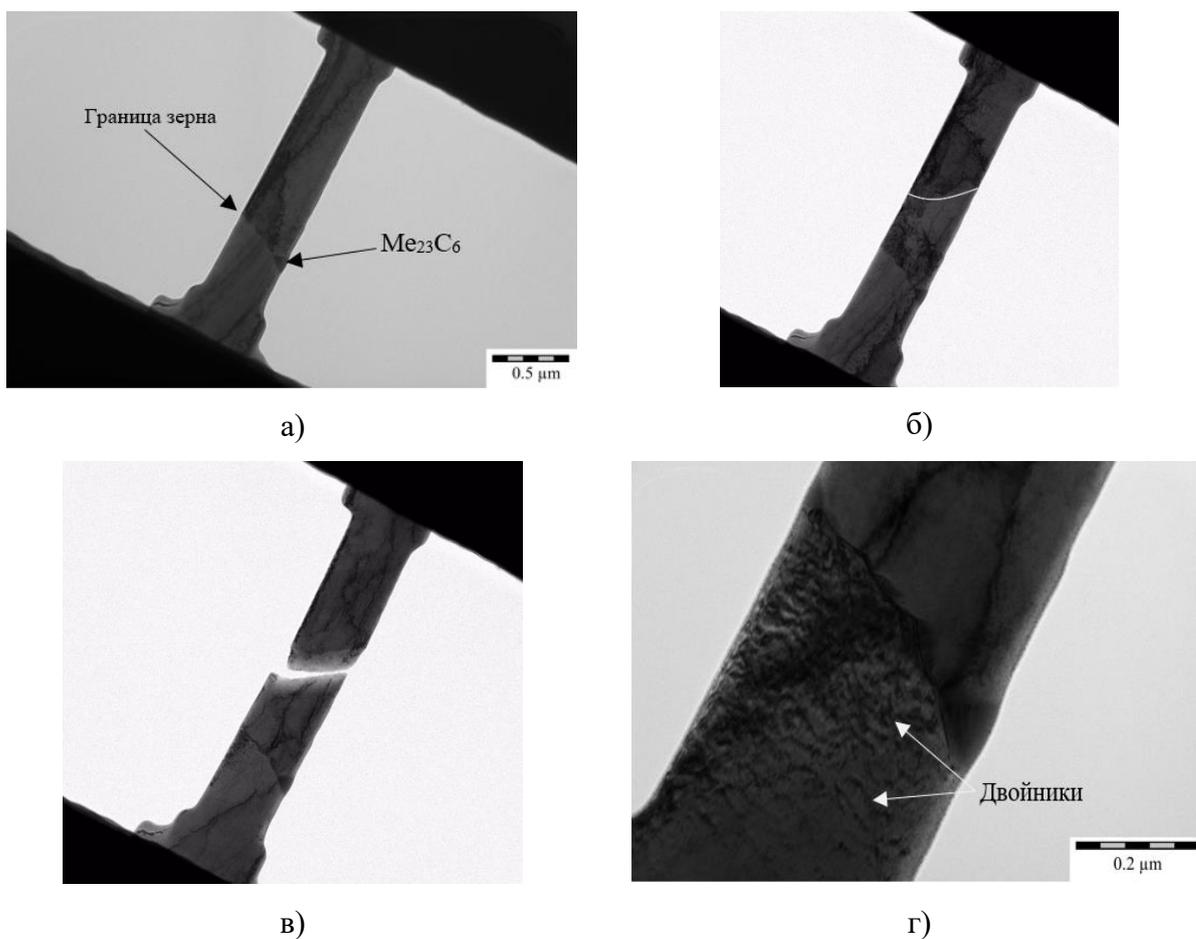


Рисунок 75 – Ламель из сплава АЖК для in-situ испытаний методом Push-to-Pull:
а) до испытаний, б) в процессе испытаний, в, г) после разрушения

Скорость подвижной части устройства составляла 0,1 нм/с. В процессе нагружения изменения происходили в области, отмеченной на рисунке 75 б. Далее по отмеченной линии произошло разрушение ламели (рисунок 75 в). После разрушения в объеме зерна были обнаружены микродвойники и скопления дислокаций.

На рисунке 76 представлена диаграмма деформации ламели. Разрушение ламели произошло при нагрузке 23 мН. Предел временного сопротивления, определенный по диаграмме деформации, составил 470 МПа.

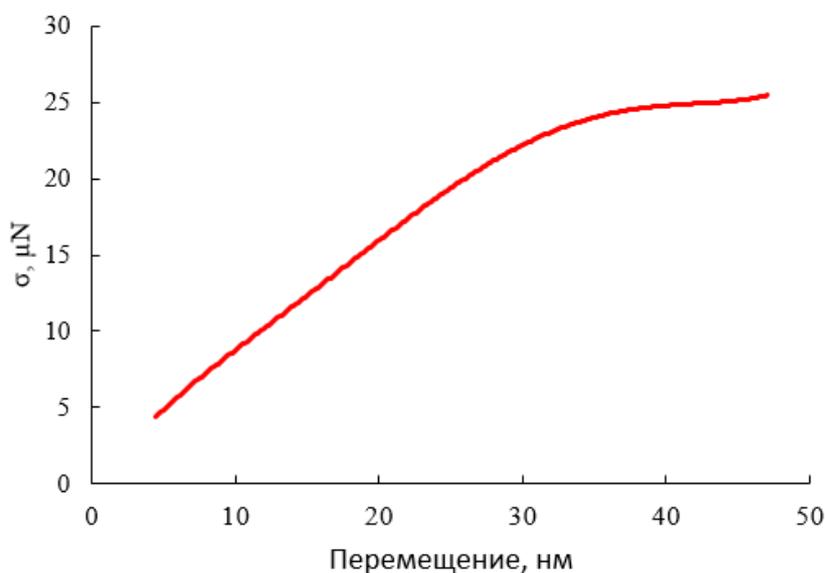


Рисунок 76 – Диаграмма деформации ламели из сплава АЖК

Таким образом, установлено, что предел временного сопротивления при растяжении дисперсно-упрочненных сплавов, полученных сочетанием технологий СЛС, ГИП и ТО, составляет: 700 МПа для сплава ЭП741НП; 470 МПа – АЖК. Прямым наблюдением показано существенное влияние дисперсных выделений избыточных фаз на механизм деформации и разрушения.

5.5 Выводы по главе

1. Установлено, что ГИП способствует увеличению $\sigma_{\text{в}}^{20}$ на 19% (до 1292 ± 19 МПа) и δ до $24,9 \pm 4,4$ % для горизонтальных СЛС-образцов из сплава ЭП741НП. При этом наблюдаемая кристаллографическая текстура роста зерен в направлении $\langle 110 \rangle$ ГЦК решетки и их ориентировка относительно главной оси СЛС-образцов после ГИП, изготовленных под углом 45° на плите построения, обеспечивает наиболее высокие механические свойства на растяжение: $\sigma_{\text{в}}^{20} - 1352 \pm 51$ МПа и $\sigma_{0,2}^{20} - 912 \pm 16$ МПа за счет максимальной плотности межзеренных границ и, предположительно, вследствие

изменения системы скольжения дислокаций. По этим же причинам наиболее высокой пластичностью ($\delta = 28,3 \pm 2,4\%$) обладали вертикальные (угол 90°) образцы. Аналогичным образом, происходит увеличение механических свойств σ_b на 70 МПа и пластичности δ до 16,3 % при температурах испытаний 650 и 750 °С для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП и соответствуют $\sigma_b^{650} = 1214 \pm 77$ МПа и $\delta = 18,6 \pm 6,8$ %; $\sigma_b^{750} = 1030 \pm 52$ МПа и $\delta = 21,0 \pm 12,3\%$.

2. Проведение ТО без предварительного ГИП для СЛС-образцов, полученных под углом построения 0° из сплава ЭП741НП способствует увеличению σ_b до 1291 МПа (на 19 %) и δ до 14,1 % (в 1,3 раза), а также наблюдается рост твердости на 12,5 %. Однако в структуре сохраняются дефекты (трещины, поры), наследованные от процесса СЛС, что снижает потенциально возможные свойства сплава ЭП741НП.

3. Комбинированная постобработка, сочетающая ГИП и ТО для СЛС-образцов из сплава ЭП741НП, полученных под углом построения 0° приводит к увеличению механических свойств: σ_b^{20} до 1455 МПа (на 34,3 %), δ до 21,4 % (в 2 раза); σ_b^{650} до 1290 ± 43 МПа (на 12 %), δ до $17,2 \pm 2,4$ % (в 7,5 раз); σ_b^{750} до 1201 ± 21 МПа (на 25 %), δ до $32,0 \pm 1,1\%$ (в 6 раз); КСУ до 57 Дж/см² (в 5 раз), что выше паспортных значений для данного сплава. Кроме того, комбинированная постобработка позволяет достичь высокие механические свойства на осадку при 900 °С: $\sigma_b = 1127$ МПа при $\ln(\epsilon) = 0,211$, $\sigma_{0,2} = 763$ МПа, $\sigma_{\text{пл}} = 656$ МПа.

4. Максимальная прочность и пластичность СЛС-образцов из сплава АЖК достигается после проведения ГИП + ТО и соответствуют при 20 °С: $\sigma_b^{20} = 1396 \pm 22$ МПа, $\delta = 19,0 \pm 3$ %; при 650 °С: $\sigma_b^{650} = 1240 \pm 25$ МПа, $\delta = 15,8 \pm 1,5\%$, при 750 °С: $\sigma_b^{750} = 1085 \pm 23$ МПа, $\delta = 9,1 \pm 2,3\%$, что выше паспортных значения на данный сплав.

5. Увеличение теплофизических свойства СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК после ТО происходит линейно и прямо пропорционально росту температуры до 1000 °С.

6. С помощью in-situ исследований сплавов ЭП741НП и АЖК в состоянии СЛС+ГИП+ТО показано, что дисперсное упрочнение происходит в результате закрепления границ зерен частицами карбидов Me_{23}C_6 , которые создают дополнительное сопротивление и способствуют изменению траектории движения дислокаций. Предел временного сопротивления ламелей составил 700 МПа и 470 МПа для сплавов ЭП741НП и АЖК, соответственно.

ГЛАВА 6. Получение опытных образцов деталей и проведение испытаний

6.1 Деталь типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП

По разработанной технологии в соответствии с технологической инструкцией ТИ ЛДВТ.251514.1387 из сплава ЭП741НП изготовлена деталь типа «крыльчатка». В соответствии с ГОСТ Р 58419-2019 в одном технологическом цикле с деталью изготовлены образцы-свидетели для подтверждения механических характеристик материала. Внешний вид детали и образцов-свидетелей представлен на рисунке 77. Из-за программной ошибки одна деталь была отключена в процессе синтеза. Для достижения требуемых механических свойств изделие и образцы-свидетели подвергли комбинированной (ГИП+ТО) постобработке по оптимальным режимам, экспериментально установленным в предыдущих разделах работы.

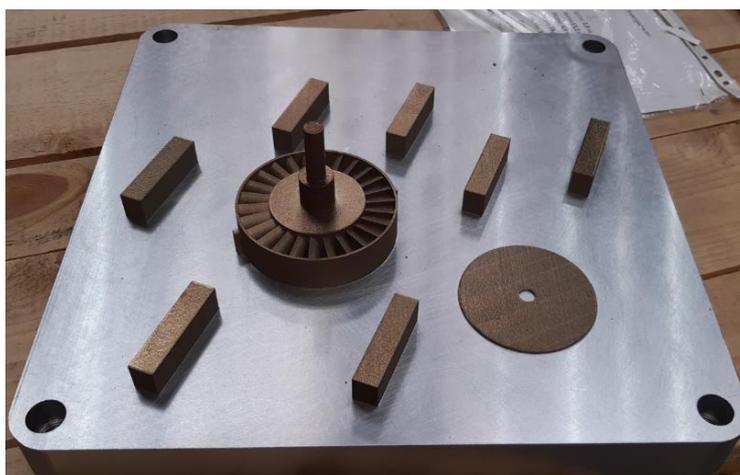


Рисунок 77 – Внешний вид детали типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП

На рисунке 78 представлена карта отклонений геометрических размеров изготовленной детали типа «крыльчатка» от исходной электронной модели с допуском $\pm 0,1$ мм. Из представленных результатов можно отметить, что геометрия изготовленной детали соответствует электронной модели, однако все же наблюдаются небольшие отклонения в большую сторону (отмечены желтым цветом). Исходная электронная модель детали типа «крыльчатка» была скорректирована с учетом установленных отклонений геометрических параметров синтезированной заготовки.

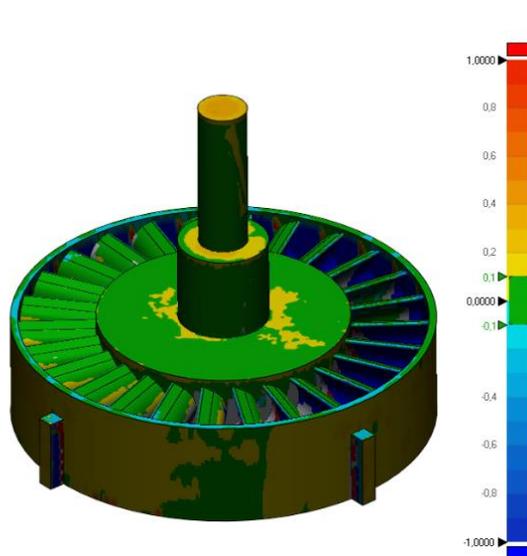


Рисунок 78 – Карта наложений исходной электронной модели и результатов измерений детали типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП (допустимое отклонение $\pm 0,1$ мм)

На рисунке 79 представлены результаты компьютерной томографии для детали типа «крыльчатка» и образцов-свидетелей. По результатам компьютерной томографии установлено, что в объеме исследуемых заготовок дефекты (несплошности структуры в виде микротрещин и пор) размером более 30 мкм отсутствуют.

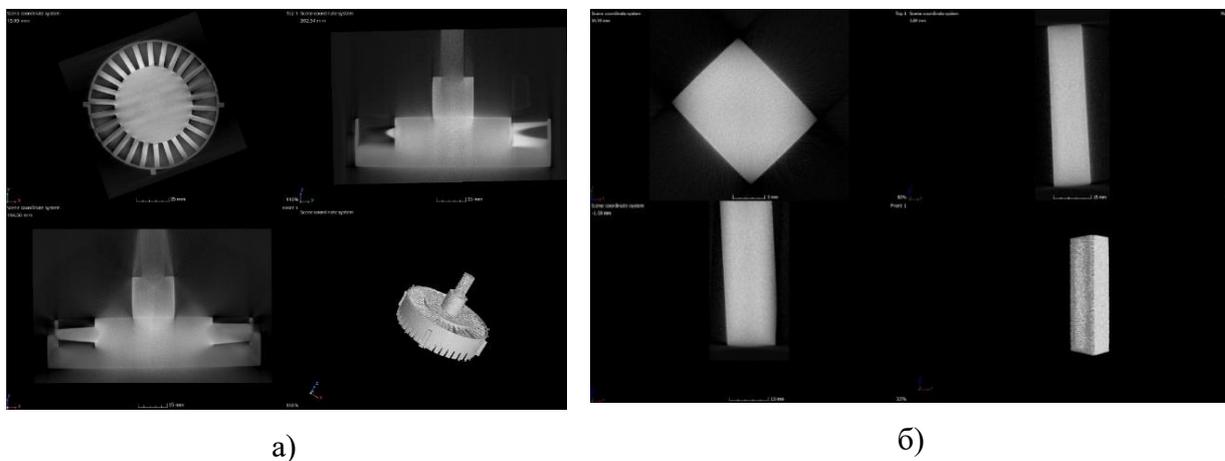


Рисунок 79 – Результаты компьютерной томографии детали типа «крыльчатка» (а) и образцов-свидетелей (б) из сплава ЭП741НП

6.2 Деталь типа «эжектор» из сплава АЖК

В соответствии с технологической инструкцией ТИ ЛДВТ.251514.1387 из жаропрочного никелевого сплава АЖК изготовлена деталь типа «эжектор», внешний вид которой представлен на рисунке 80. Данная деталь предназначена для снижения

температуры рабочего газа с 850 °С до 450 °С. По центральному каналу подается рабочий газ, разогретый до 850 °С, который через два боковых канала эжектирует аналогичный газ с температурой 200 °С. Далее происходит их постепенное смешение в трубе снижение температуры энергоносителя без потери скоростных характеристик.



Рисунок 80 – Деталь типа «эжектор» полученная методом СЛС из сплава АЖК

Карта отклонений геометрических размеров детали типа «эжектор» из сплава АЖК после СЛС с допуском $\pm 0,1$ мм относительно исходной электронной модели, представлена на рисунке 81. Полученные результаты демонстрируют отклонения геометрических параметров детали от заданных выше допустимого (отмечены синим цветом). Данные отклонения не являются критичными и не мешают функциональности детали. По полученным результатам в исходную электронную модель внесли корректировки по отклонениям.

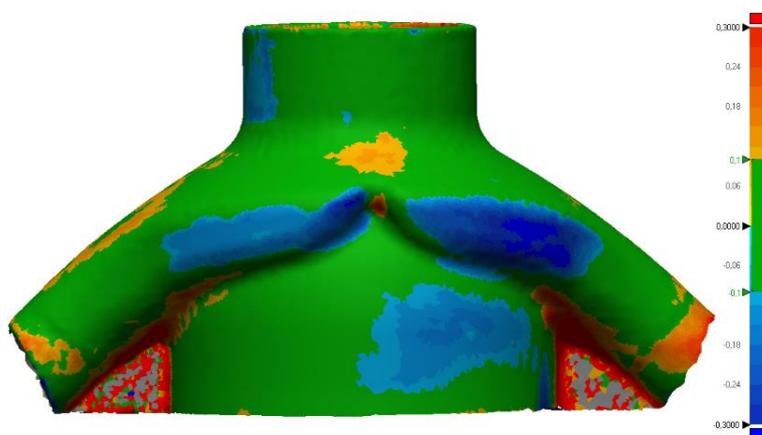


Рисунок 81 – Карта наложений исходной электронной модели и результатов измерений детали типа «эжектор» из сплава АЖК (допустимое отклонение $\pm 0,1$ мм)

Результаты компьютерной томографии (рисунок 82) показали, что разработанный режим СЛС для сплава АЖК, обеспечивает отсутствие несплошностей структуры в виде несплавлений, микротрещин и пор размером ≥ 20 мкм, а также соответствие геометрических параметров внутренних каналов для смешения газа электронной модели. Спеченный порошок в каналах изготовленной детали после СЛС отсутствовал, что исключает необходимость проведения дополнительных операций их вибрационной очистки с использованием дополнительного оборудования.

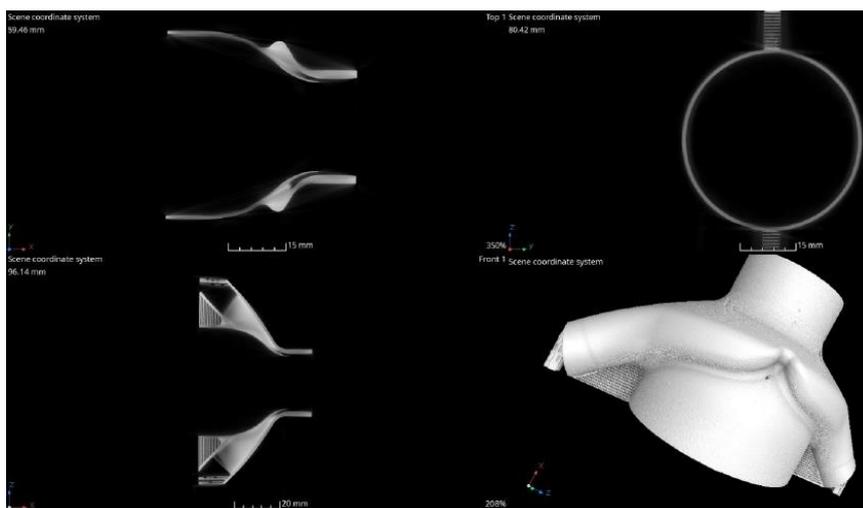


Рисунок 82 – Результаты томографии детали типа «эжектор» из сплава АЖК

6.3 Результаты сравнительных исследований структуры и свойств деталей, а также технологической цепочки их получения со стандартной технологией гранульной металлургии

В данной работе проведены исследования влияния метода изготовления образцов из сплава ЭП741НП на их структуру и свойства. Для сравнения использовались образцы-свидетели, изготовленные под углом 0° на плите построения (рисунок 77) и образцы, полученные по традиционной технологии гранульной металлургии. Выбор горизонтальных (угол 0°) образцов-свидетелей объясняется тем, что лопатки детали типа «крыльчатка» во время эксплуатации будут испытывать растягивающие напряжения, приложенные перпендикулярно к кристаллографической $\langle 110 \rangle$ текстуре роста зерен в синтезированном материале сплава ЭП741НП. Для изготовления образцов методами гранульной металлургии использовались те же порошки, что и для процесса СЛС. Образцы сравнивали после проведения операций ГИП и ТО.

На рисунке 83 представлены микроструктуры образцов после ГИП и ТО исследованные методом ОМ при увеличении $\times 100$. Из представленных результатов видно, что в объеме образцов присутствует небольшое количество пор, размер которых не превышает 20 мкм. В структуре образцов после ГИП полученных по гранульной технологии в объеме наблюдаются наследственные границы по причине неполной рекристаллизации в процессе ГИП. Последующее ТО обеспечивает равноосную структуру без наследственных границ, где размер зерен близок к используемому порошку (20-63 мкм). Синтезированный материал после ГИП и ТО имел вытянутые зерна размером от 35 до 500 мкм и неоднородность структуры. Кристаллографическая текстура роста зерен в СЛС-образцах после ГИП и ТО связана с технологическими особенностями их синтеза на подложке, которые приводят к росту зерен по эпитаксиальному механизму.

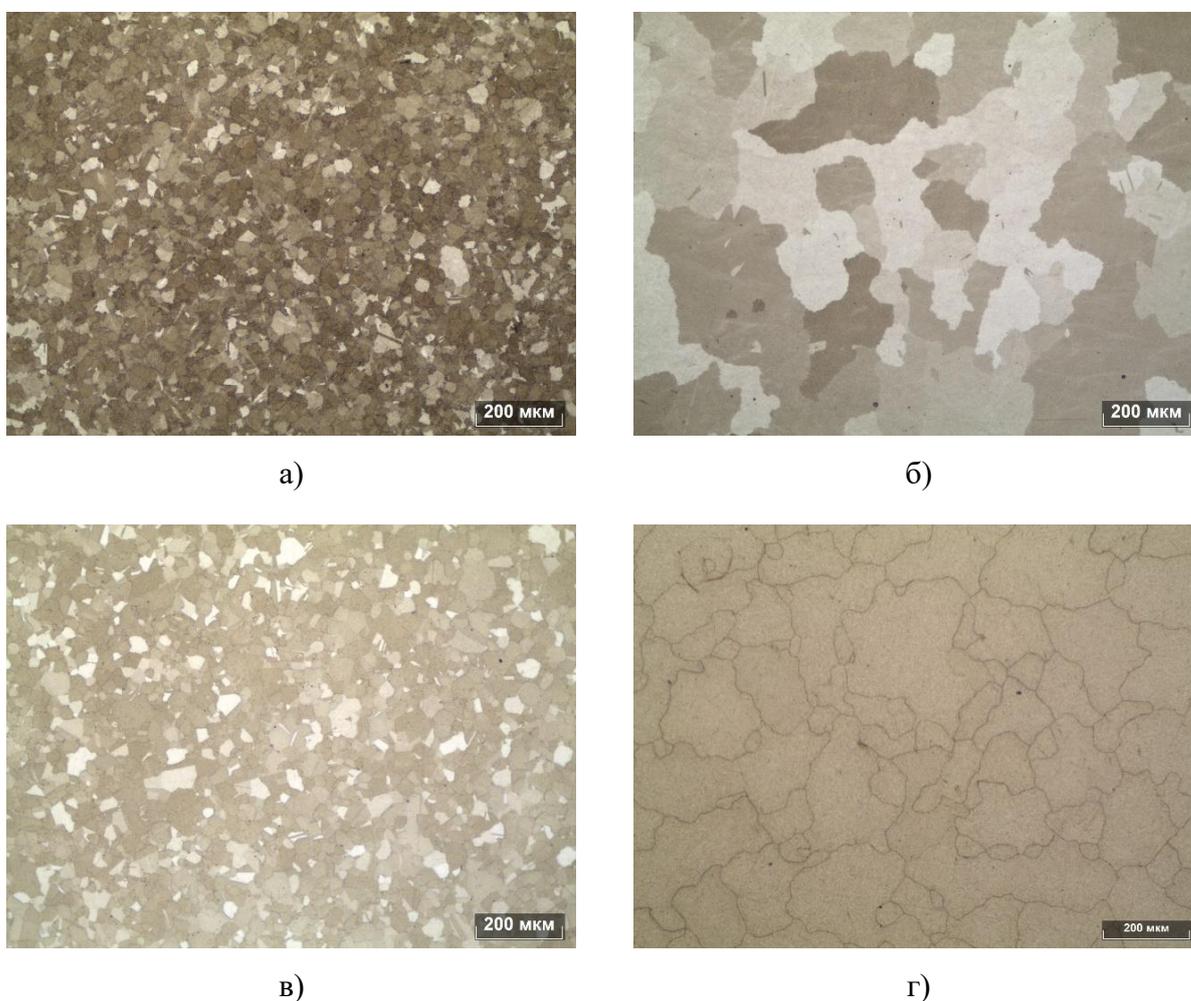


Рисунок 83 – Микроструктуры образцов, полученных по технологии гранульной металлургии (а, в) и СЛС (б, г), исследованные методом ОМ

На рисунке 84 представлена структура образцов после ГИП и ТО исследованные методом СЭМ. Структура после ГИП состоит из γ – матрицы и γ' -фазы кубической формы размерами от 0,5 мкм до 4 мкм в объеме зерна и на его границе, соответственно. Данный тип структуры (рисунок 84 а, б) связан с медленными скоростями охлаждения после газостатирования, в результате чего происходит рост γ' -выделений. По границам зерен и в их объеме обнаружены карбиды типа МС (рисунок 84 а, б).

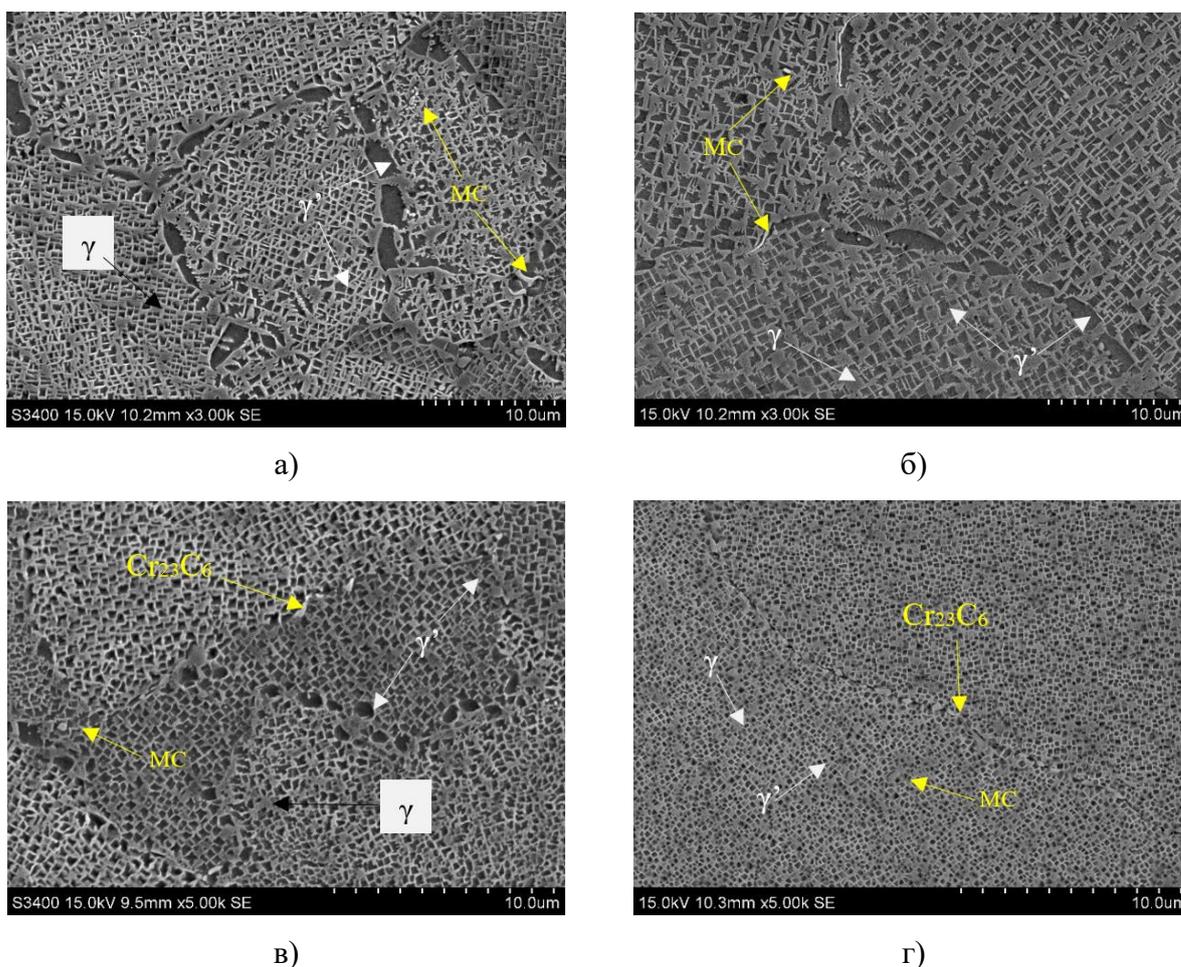


Рисунок 84 – Микроструктуры образцов, полученных по технологии гранульной металлургии (а, в) и СЛС (б, г), исследованные методом СЭМ

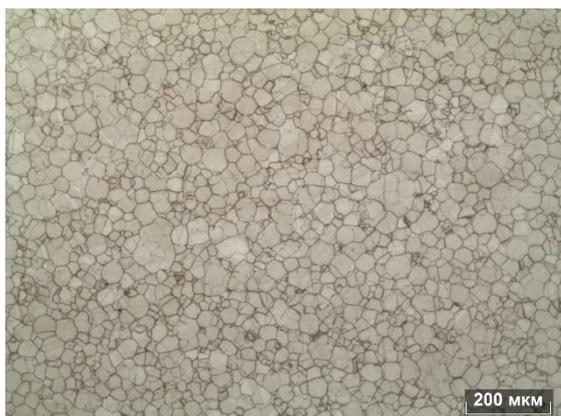
Проведение ТО способствует выделению мелкодисперсной кубической γ' -фазы из γ -матрицы и карбидов типа МС и $Cr_{23}C_6$ в теле зерен и по их границам (рисунок 84 в, г). Стоит отметить, что размеры γ' -фазы у образцов, полученных по технологии гранульной металлургии, в среднем составляет 350 – 450 нм, а у образцов, полученных по технологии СЛС составляют 200 – 350 нм. Увеличение γ' -фазы связано с тем, что образцы, изготовленные из гранул, имеют больший размер за счет капсульной оснастки, которая уменьшает скорость охлаждения после ТО.

В таблице 52 представлены результаты механических испытаний при комнатной температуре образцов для каждой из технологий. Свойства образцов, полученных по технологии гранульной металлургии, имеют большие значения σ_b на 97 МПа и $\sigma_{0,2}$ на 123 МПа, что связано с разницей в размере зерен. Остальные свойства имеют близкие значения по отношению друг к другу.

Таблица 52 – Механические свойства образцов при 20 °С

Вид обработки	Т исп., °С	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
ГИП+ТО (Гранулы)	20	1	1570	1180	25,6	11,2
		2	1545	1155	23,3	10,2
		3	1565	1160	21,0	9,4
		Среднее значение \pm ДИ	1560 \pm 33	1165 \pm 33	23,3 \pm 5,7	10,3 \pm 2,2
СЛС+ГИП +ТО	20	1	1450	1040	22,3	16,1
		2	1475	1050	19,5	15,6
		3	1465	1035	21,9	17,9
		Среднее значение \pm ДИ	1463 \pm 31	1042 \pm 19	21,2 \pm 3,8	16,5 \pm 3,0

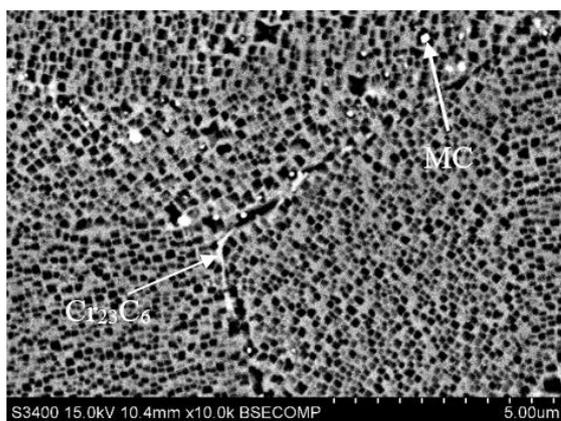
По аналогии с экспериментов для сплава ЭП741НП проведены исследования влияния метода получения образцов на структуру и свойства сплава АЖК. На рисунке 85 представлена микроструктура образцов из сплава АЖК, полученных по технологии гранульной металлургии (рисунок 85 а, в) и методом СЛС (рисунок 85 б, г). Из результатов исследования структуры методом ОМ (рисунок 85 а) для образцов из гранул определили, что структура состоит из равноосных зерен размер, которых близок к размеру используемых порошков. Ранее было отмечено, что образцы из сплава АЖК, полученные методом СЛС отличаются размерностью структуры в зависимости от угла построения, однако по сравнению с образцами из гранул можно отметить, что размер зерен достигает 250 мкм (рисунок 85 б). Исследование структуры при больше увеличении методом СЭМ показало, что они имеет схожий характер, где наблюдается мелкодисперсная γ' -фаза кубической формы, карбиды типа MC в объеме зерен и $Cr_{23}C_6$ на их границе. Также, как и в случае с образцами из гранул сплава ЭП741НП размер γ' -фазы у образцов, полученных по технологии гранульной металлургии больше, чем у СЛС-образцов. Небольшое увеличение γ' -фазы связано с капсульной оснастки, которая уменьшает скорость охлаждения после ТО.



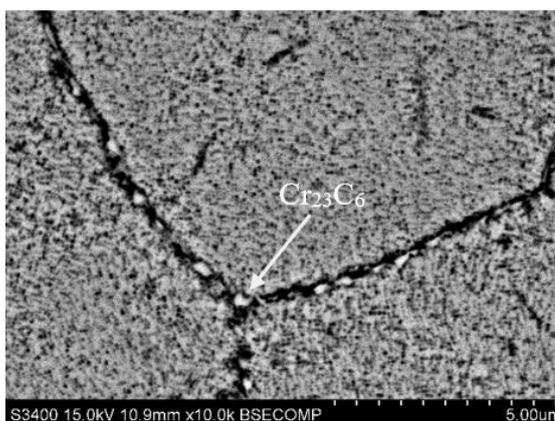
а)



б)



в)



г)

Рисунок 85 – Микроструктуры образцов из сплава АЖК, полученных по технологиям гранульной металлургии (а, в) и СЛС (б, г), исследованные методами ОМ (а, б) и СЭМ (в, г)

В таблице 53 представлены механические свойства при 20 °С для образцов, полученных по разным технологиям. Прочность образцов, полученных по технологии гранульной металлургии на 86 МПа выше, чем синтезированного материала ($\sigma_b = 1482 \pm 31$ МПа против 1396 ± 22 МПа), что обусловлено меньшим размером зерна. При этом пластичность СЛС-образцов выше на 4,3 %, вероятно, по причине отсутствия наследственных границ.

Таблица 53 – Механические свойства образцов при 20 °С

Вид обработки	Т исп., °С	№ образца	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
ГИП+ТО (Гранулы)	20	1	1492	1121	14,1	11,8
		2	1468	1097	15,4	13,2
		3	1487	1102	14,5	11,4
		Среднее значение \pm ДИ	1482 \pm 31	1106 \pm 32	14,7 \pm 1,7	12,1 \pm 2,3
СЛС+ГИП +ТО	20	1	1402	1064	17,9	23,9
		2	1400	1069	17,9	17,9
		3	1386	1060	20,0	18,9
		Среднее значение \pm ДИ	1396 \pm 22	1064 \pm 11	19,0 \pm 3	20,0 \pm 8

6.4 Выводы по главе

1. По разработанной технологии СЛС из порошков сплавов ЭП741НП и АЖК изготовлены сложнопрофильные детали типа «крыльчатка» и типа «эжектор», геометрические параметры которых соответствуют электронным моделям, а основной материал не содержит дефекты (микротрещины, поры) размером более 25 мкм.

2. Проведены сравнительные работы по влиянию метода изготовления образцов на структуру и свойства. Установлено, что изготовление образцов по технологии гранульной металлургии способствует увеличению прочности по сравнению с синтезированным материалом после комплексной постобработки за счет повышения структурной однородности и измельчения зерен при одновременном снижении пластичности по причине формирования наследственных границ порошковых частиц. При это разница в механических свойствам не превышает 10 %, что не говорит о явном преимуществе технологии гранульной металлургии.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. По результатам параметрических исследований установлены оптимальные режимы СЛС для сплавов ЭП741НП и АЖК, обеспечивающие достижение остаточной пористости 0,31 и 0,02 %, соответственно. Макроструктура образцов представлена столбчатыми зёрнами, ориентированными в направлении преимущественного теплоотвода, перпендикулярно плите построения. На микроуровне структура представляет собой колонии столбчатых дендритов. В междендритной области в результате сегрегации легирующих элементов происходит выделение интерметаллидов Cr_2Nb , Ti_2Ni , Cr_2Hf , CrAl_8 , Mo_2Hf и карбидных фаз Nb_4AlC_3 , Nb_6C_4 .

2. Низкие значения прочности СЛС-образцов из сплава ЭП741НП связаны с образованием микротрещин и отсутствием когерентных выделений упрочняющей γ' -фазы, образование которых подавляется из-за высоких скоростей охлаждения ванны расплава. СЛС-образцы, изготовленные под углом наклона 0° на плите построения, имеют трещины, расположенные перпендикулярно направлению приложения напряжения, вследствие чего механические свойства не превышают значениям: $\sigma_{\text{в}} = 1085 \pm 55$ МПа, $\delta = 10,5 \pm 4,3\%$. В вертикальных СЛС-образцах (угол 90°) трещины расположены продольно приложенному напряжению, поэтому свойства возрастают до значений $\sigma_{\text{в}} = 1305 \pm 19$ МПа, $\delta = 21,0 \pm 1,3\%$. Низкая прочность СЛС-образцов из сплава АЖК равная $\sigma_{\text{в}} = 967 \pm 10$ МПа обусловлена отсутствием γ' -фазы.

3. Показано, что теплофизические свойства (теплоемкость, коэффициенты температуропроводности и теплопроводности) СЛС-образцов в интервале температур 20 – 1000 °С возрастают, согласно линейному закону, а ТКЛР в интервале 500-800 °С уменьшается из-за высоких остаточных напряжений.

4. Постобработка синтезированного материала методом ГИП способствует повышению структурной и химической однородности – исчезают характерные границы ванн расплав, формируется зеренная структура, залечиваются микротрещины, в 2 раза снижается остаточная пористость образцов из АЖК и в 10 раз – из ЭП741НП.

5. В процессе ГИП происходит выделение частиц γ' -фазы размером до 2 мкм, а также карбидов типа MC на основе Ti и Nb для сплава ЭП741НП и Mo, Hf для сплава АЖК, соответственно. Стоит отметить, что в структуре СЛС-образцов после ГИП не обнаружены фазы Лавеса, растворение которых происходит в результате диффузионных процессов.

6. Установлено, что ГИП горизонтальных (угол 0°) СЛС-образцов из сплава ЭП741НП способствует росту $\sigma_{\text{в}}^{20}$ до 1292 ± 19 МПа (19 %) и δ до $24,9 \pm 4,4$ % при температуре испытаний 20 °С. Наибольшими значениями прочности $\sigma_{\text{в}}^{20} = 1352 \pm 51$ МПа

и $\sigma_{0,2}^{20} = 912 \pm 16$ МПа обладают образцы, построенные под углом наклона 45° , а наилучшей пластичностью $\delta = 28,3 \pm 2,4\%$ - образцы, построенные под углом наклона 90° . Аналогичным образом, происходит увеличение σ_b (на 70 МПа) и δ (на 16,3 %) при температурах испытаний 650 и 750 °С до значений: $\sigma_b^{650} = 1214 \pm 77$ МПа и $\delta = 18,6 \pm 6,8\%$; $\sigma_b^{750} = 1030 \pm 52$ МПа и $\delta = 21,0 \pm 12,3\%$.

7. ТО (закалка-старение) без предварительного ГИП горизонтальных СЛС-образцов из сплава ЭП741НП способствует увеличению σ_b до 1291 МПа (на 19 %), δ до 14,1 % (в 1,3 раза), твердости на 12,5 %. Однако в структуре сохраняются микротрещины и поры, унаследованные от процесса СЛС, что снижает потенциально возможные свойства сплава ЭП741НП.

8. Комбинированная постобработка, сочетающая ГИП и ТО (закалка-старение), обеспечивает равномерное выделение когерентной мелкодисперсной γ' -фазы кубической морфологии размером до 300 нм. В объеме и на границе зерен для сплава ЭП741НП обнаружены выделения карбидных фаз (Ti,W)C, (Nb,Ti)C, Cr₂₃C₆ и Cr₂₁(Mo, W)₂C₆, а для сплава АЖК преимущественно карбида хрома Cr₂₃C₆ на границе зерен. В тоже время постобработка не устраняет структурную анизотропию в виде столбчатых зерен, ориентированных преимущественно вдоль оси Z, унаследованной в процессе СЛС.

9. Комбинированная постобработка горизонтальных СЛС-образцов из сплава ЭП741НП приводит к значительному увеличению механических свойств: σ_b^{20} до 1455 МПа (на 34,3 %), δ до 21,4 % (в 2 раза); σ_b^{650} до 1290 ± 43 МПа (на 12 %), δ до $17,2 \pm 2,4\%$ (в 7,5 раз); σ_b^{750} до 1201 ± 21 МПа (на 25 %), δ до $32,0 \pm 1,1\%$ (в 6 раз); ударная вязкость КСУ до 57 Дж/см² (в 5 раз), что выше паспортных значений для данного сплава. Кроме того, достигаются наиболее высокие характеристики прочности на сжатие при 900 °С: $\sigma_b = 1127$ МПа при $\ln(\epsilon) = 0,211$, $\sigma_{0,2} = 763$ МПа, $\sigma_{\text{пл}} = 656$ МПа.

10. При проведении комбинированной постобработки установлены наибольшие значения прочности и пластичности СЛС-образцов из сплава АЖК: $\sigma_b^{20} = 1396 \pm 22$ МПа, $\delta = 19,0 \pm 3\%$; $\sigma_b^{650} = 1240 \pm 25$ МПа, $\delta = 15,8 \pm 1,5\%$, $\sigma_b^{750} = 1085 \pm 23$ МПа, $\delta = 9,1 \pm 2,3\%$. Также получены высокие механические свойства на сжатие при 20 °С: $\sigma_b = 1857 \pm 71$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1134 \pm 86$ МПа, $\epsilon = 23 \pm 9\%$.

11. Методом ПЭМ высокого разрешения проведены прямые in-situ наблюдения процесса деформации сплавов ЭП741НП, АЖК, полученных сочетанием технологий СЛС, ГИП, ТО. Показано существенное влияние дисперсных выделений карбидов (Nb,Ti)C и Cr₂₃C₆ на механизм деформации и разрушения, заключающееся в том, что частицы карбидов создают дополнительное сопротивление движению трещин, способствуя изменению траектории их распространения. При этом предел временного сопротивления

при растяжении дисперсно-упрочненных сплавов составляет 700 МПа для ЭП741НП и 470 МПа для АЖК.

12. Приказом № 0708-01 от 8 июля 2019 г. в АО «Композит» зарегистрировано ноу-хау «Комбинированная технология изготовления объемных заготовок деталей сложной формы из титановых, жаропрочных никелевых сплавов и сплава на основе алюминидов титана для изделий РКТ», составной частью которого является комплексная технология изготовления деталей из ЖНС, включающая СЛС, ГИП и ТО.

13. Разработана технологическая инструкция ТИ ЛДВТ.251514.1387 на процесс изготовления макетных образцов деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор» методом СЛС из порошков жаропрочных никелевых сплавов. Осуществлена апробация технологии получения методом СЛС с последующей постобработкой деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП и «эжектор» из АЖК. Установлено, что детали полностью соответствуют исходной 3D-модели и не содержат критических внутренних дефектов в виде трещин и непроплавленных участков. По механическим свойствам материалы превосходят аналоги, полученные по традиционным технологиям (литье, гранульная металлургия).

14. Разработаны и зарегистрированы технические условия ТУ 24.45.21-956-56897835-2022 «Материал из никелевого сплава марки ЭП741НП, изготовленный методом селективного лазерного сплавления» и ТУ 24.45.21-957-56897835-2022 «Материал из никелевого сплава марки АЖК, изготовленный методом селективного лазерного сплавления».

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин – Рыбинск: ООО «Издательский дом «Газотурбинные технологии», 2017, 854 с.
- 2 Pollock T.M., Tin S. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties. Journal of Propulsion and Power. 2006. Vol. 22. No. 2. P. 361-374. <https://doi.org/10.2514/1.18239>
- 3 Reed R.C. The Superalloys: Fundamentals and Applications – Cambridge: Cambridge University Press, 2006, 392 p. <https://doi.org/10.1017/CBO9780511541285>
- 4 Mouritz A.P. 12 - Superalloys for gas turbine engines // Introduction to Aerospace Materials – Woodhead Publishing, 2012, pp. 251-267. <https://doi.org/10.1533/9780857095152.251>
- 5 Гецов Л.Б. Материалы и прочность деталей газовых турбин – Рыбинск: ИД «Газотурбинные технологии», 2010, 611 с.
- 6 Liu L., Zhang J., Ai Ch. Nickel-Based Superalloys // Reference Module in Materials Science and Materials Engineering – Elsevier, 2020, 11 p. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.12093-4>
- 7 Симс Ч.Т., Столофф Н.С., Хугель У.К. Суперсплавы. Т. 1. – М.: Металлургия, 1995. – 384 с.
- 8 Allen N.P. A Summary of the Development of Creep-Resisting Alloys // Symposium on high temperature steels and alloys for gas turbines, The Iron and Steel Institute, London, July 1952.
- 9 Weber J.H., Banerjee M.K. Nickel-Based Superalloys: Alloying // Reference Module in Materials Science and Materials Engineering – Elsevier, 2016, 6 p. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.02573-X>
- 10 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные никелевые сплавы для перспективных авиационных ГТД // Технология легких сплавов, 2007, N 2, с. 6-16.
- 11 Sabol G. P., Stickler R. Microstructure of Nickel-Based Superalloys // Physica Status Solidi, 1969, Vol. 35 (11), pp. 11-52. <https://doi.org/10.1002/pssb.19690350102>
- 12 Talaş Ş. 3 - Nickel aluminides // Intermetallic Matrix Composites – Woodhead Publishing, 2018, pp.37-69. <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-346-2.00003-0>
- 13 Гринберг Б.А., Иванов М.А. Интерметаллиды Ni₃Al и TiAl: микроструктура, деформационное поведение – Екатеринбург: УрО РАН, 2002. – 359 с.
- 14 Масленков С.Б., Масленкова Е.А. Стали и сплавы для высоких температур. Т. 1. – М.: Металлургия, 1991, 383 с.

- 15 Патон Б.Е., Кишкин С.Т., Строганов Г.Б., Логунов А.В. и др. Жаропрочность литейных никелевых сплавов и защита их от окисления. – Киев: Наукова думка, 1987, 256 с.
- 16 Liang L., Yue M., Shusuo L., Yanling P., Lu Q., Shengkai G. Evolutions of microstructure and lattice misfit in a γ' -rich Ni-based superalloy during ultra-high temperature thermal cycle // *Intermetallics*, 2018, Vol. 99, pp. 18-26. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.05.011>.
- 17 Hagel W.C., Beattie H.J. Cellular and General Precipitation During High Temperature Aging // Iron and Steel Institute, Special Report Number 64, 1959, pp. 98-107.
- 18 Miyazaki T., Nakamura K., Mori H. Experimental and theoretical investigations on morphological changes of γ' precipitates in Ni -Al single crystals during uniaxial stress-annealing // *J. Mat. Sci.*, 1979, Vol. 14, p. 1827.
- 19 Doi M., Miyazaki T. γ' Precipitate morphology formed under the influence of elastic interaction energies in nickel-base alloys // *Materials Science and Engineering*, 1986, Vol. 78, Is. 1, pp. 87-94. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90082-0](https://doi.org/10.1016/0025-5416(86)90082-0).
- 20 Ricks R.A., Porter A.J., Ecob R.C. The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys // *Acta Metallurgica*, 1983, Vol. 31, Is. 1, pp. 43-53. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90062-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90062-7).
- 21 Li Y., Li Ch., Yu L., Ma Z., Li H., Liu Y. Characterization of γ' precipitate and γ/γ' interface in polycrystalline Ni₃Al-based superalloys // *Vacuum*, 2020, Vol. 176, 109310. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109310>.
- 22 Goodfellow A.J., Owen L., Christofidou K., Kelleher J., Hardy M., Stone H. The Effect of Temperature and Mo Content on the Lattice Misfit of Model Ni-Based Superalloys // *Metals*, 2019, Vol. 9 (6), 700. 10.3390/met9060700.
- 23 Singh A.K., Louat N., Sadanaka K. Dislocation network formation and coherency loss around gamma-prime precipitates in a nickel-base superalloy // *Met. Trans.*, 1988, Vol. 19A, p. 2965.
- 24 Carry C., Strudel J.L. Direct observation of $\langle 110 \rangle \{ 110 \}$ slip in FCC single crystals of a nickel base superalloy // *Scripta Metall.*, 1975, Vol. 9, p. 731.
- 25 Grosdidier T., Hazotte A., Simon A. Precipitation and dissolution processes in γ'/γ' single crystal nickel-based superalloys // *Materials Science and Engineering: A*, 1998, Vol. 256, Is. 1–2, pp. 183-196. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00795-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00795-3).
- 26 Mao J., Chang K.M., Yang W., Ray K., Vaze S.P., Furrer D.U. Cooling precipitation and strengthening study in powder metallurgy superalloy U720LI // *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001, Vol. 32, pp. 2441-2452.

27 Laurence A., Cormier J., Villechaise P., Billot T., Franchet J.-M., Pettinari-Sturmel F., Hantcherli M., Momprou F., Wessman A. Impact of the solution cooling rate and of thermal aging on the creep properties of the new cast & wrought René 65 Ni-based superalloy // 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, TMS, Pittsburgh, PA, USA, 2014, pp. 333-348.

28 Masoumi F., Shahriari D., Jahazi M., Cormier J., Devaux A. Kinetics and Mechanisms of γ' Re-precipitation in a Ni-based Superalloy // Scientific Reports, 2016, Vol. 6, 28650.

29 Caron P., Ramusat C., Diologent F. Influence of the γ' fraction on the γ/γ' topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys // R.C. Reed, et al. (Eds.), Superalloys 2008, TMS, Warrendale, PA (2008), pp. 159-167.

30 Diologent F., Caron P., d'Almeida Th., Chambrelan S., Jacques A., Bastie P. Temperature dependence of lattice mismatch and γ' volume fraction of a fourth-generation monocrystalline nickel-based superalloy // International Journal of Materials Research, 2006, Vol. 97, No. 8, pp. 1136-1142. <https://doi.org/10.3139/ijmr-2006-0179>

31 Ru Y., Ai C., Li S.S., Gong S.K., Pei Y.L. Two-phase microstructural evolution at high temperatures for γ' -rich single crystal superalloys // Materials Research Innovations, 2015, Vol. 19, No. S4, pp. 214-219.

32 Cormier J., Jouiad M., Hamon F., Villechaise P., Milhet X. Very high temperature creep behavior of a single crystal Ni-based superalloy under complex thermal cycling conditions // Philosophical Magazine Letters, 2010, Vol. 90, No. 8, pp. 611-620.

33 Xiang S.S., Mao S.C., Wei H., Liu Y.N., Zhang J.X., Shen Z.J., Long H.B., Zhang H.Y., Wang X.G., Zhang Z., Han X.D. Selective evolution of secondary γ' precipitation in a Ni-based single crystal superalloy both in the γ matrix and at the dislocation nodes // Acta Materialia, 2016, Vol. 116, pp. 343-353.

34 Cormier J., Caccuri V., Graverend J.-B., Villechaise P. Comments on 'Selective evolution of secondary γ' precipitation in a Ni-based single crystal superalloy both in the γ matrix and at the dislocation nodes' // Scripta Materialia, 2017, Vol. 129, pp. 100-103.

35 Кишкин С.Т., Кулешов Е.А., Логунов А.В., Хацинская И.М. и др. Структурная стабильность карбидных фаз и их влияние на механические свойства никелевых жаропрочных сплавов с гафнием. // Изв. АН СССР. Металлы. – 1983. – № 6. – С. 163 – 169.

36 Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия – М.: Наука, 2006. – 362 с.

37 Fedan S., Kattamis T.Z., Morral J. Variation of MC Carbide Geometry with Local Solidification Time in Cast Inconel 713 C Alloy // Journal of Materials Science, 1975, Vol. 10, No. 7, pp. 1266-1270.

- 38 Handa S. S., Andersson J., Eynian M. Precipitation of Carbides in a Ni-based Superalloy // Degree Project for Master of Science with Specialization in Manufacturing Department of Engineering Science, University West. – 2014.
- 39 Durand-Charre M. The microstructure of superalloys – CRC Press, 1997, 124p.
- 40 Фаткуллин О.Х., Офицеров А.А. Термодинамическая оценка взаимодействия карбидов с никелевыми сплавами. // Технология легких сплавов, 1979, №6, с. 55-58.
- 41 Лашко Н.Ф., Заславская Л.В., Козлова М.Н. и др. Физико-химический фазовый анализ сталей и сплавов. – М.: Металлургия, 1978. – 336 с.
- 42 George E.P., Liu C.T. Brittle Fracture and Grain Boundary Chemistry of Microalloyed NiAl // Journal of Materials Research, 1990, Vol. 5, Is. 4, pp. 754-762.
- 43 Ren W.L., Guo J.T., Li G.S., Zhou J.Y. Influences of yttrium on microstructure and mechanical properties of NiAl-28Cr-5.5Mo-0.5Hf alloy // Journal of Rare Earths, 2002, Vol. 20, p. 295.
- 44 Li X., Shi J.J., Wang C.H., Gao G.H., Russell A.M., Zhou Z.J., Li C.P., Chen G.F. Effect of heat treatment on microstructure evolution of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting // Journal of Alloys and Compounds, 2018, Vol. 764, pp. 639-649.
- 45 Буханова А.А., Быстрова Н.А., Моисеева Г.Н. Влияние тантала и вольфрама на структуру сплава ЖС6У // Известия Вузов. Цветная Металлургия, 1976, №3, с. 132 – 134.
- 46 Лашко Н.Ф., Заславская Л.В., Козлова М.Н. и др. Физико-химический фазовый анализ сталей и сплавов – М.: Металлургия, 1978. 336 с.
- 47 Кишкин С.Т., Кулешов Е.А., Логунов А.В., Петрушин Н.В. Особенности структурных превращений жаропрочного никелевого сплава. // Металлы. Известия АН СССР, 1980, №6, с. 190 – 193.
- 48 Пигрова Г.Д. О методах прогнозирования ТПУ фаз в сплавах на никелевой основе, применяемых для газовых турбин // Трубы ЦКТИ, 1980, Вып. 172, с. 59-65.
- 49 Логунов А.В., Шмотин Ю.Н. Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисковых газовых турбин. – М.: Наука и технологии, 2013. – 264 с.
- 50 Tin S., Pollock T.M. Nickel-Based Superalloys for Blade Application: Production, Performance and Application // In book: Encyclopedia of Aerospace Engineering, 2010, 14 p. <https://doi.org/10.1002/9780470686652.eae218>
- 51 Miller S. Advanced materials means advanced engines // Interdisciplinary Science Reviews, 1996, Vol. 21, No. 2, pp. 117-129.
- 52 Campbell F.C. Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials. – Elsevier, 2011, 616 p.

- 53 Бондарев О.Ю., Тарасенко Ю.А. О камерах сгорания современных авиационных двигателей // Двигатель, 2013, № 5 (89), с. 10-16.
- 54 Ануров Ю.М., Федорченко Д.Г. Основы обеспечения прочностной надежности авиационных двигателей и силовых установок. – СПб, 2004.
- 55 Ankamma Rao K. Nickel Based Superalloys – Properties and Their Applications // International Journal of Management, Technology And Engineering, 2018, Vol. 8, Is. V, pp. 268-277.
- 56 Гецов Л.Б. Материалы и прочность деталей газовых турбин. В двух книгах. Том 1. – Рыбинск ООО «Издательский дом «Газотурбинные технологии», 2010, 610 с.
- 57 Никитин В.И. Коррозия и защита лопаток газовых турбин. – Л.: Машиностроение, 1987. – 272.
- 58 Кишкин С.Т., Логунов А.В., Луковкин А.И. и др. Влияние рекристаллизованного поверхностного слоя на механические свойства отливок из сплава ЖС6У // Проблемы прочности, 1984, № 7, с. 46-49.
- 59 Демченков Г.Г. Области применения и пути дальнейшего совершенствования металлургии гранул титановых сплавов // Технология легких сплавов, 2000, № 6, с. 50-54.
- 60 McTiernan B.J. Powder Metallurgy Superalloys. Powder Metallurgy. Vol 7. ASM Handbook. ASM International. 2015. P. 682–702. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v07.a0006094>
- 61 Логачёва А.Л. Разработка технологии гранульной металлургии комбинированных деталей для двигателей ракетно-космической и авиационной техники. – М.: Изд. МАИ, 2008 – 32 с.
- 62 Гарибов Г.С. Перспективы развития отечественных дисковых гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для новых образцов авиационной техники // Технология легких сплавов, 2017, № 1, с. 7-28.
- 63 Blakey-Milner B., Gradl P., Snedden G., Brooks M., Pitot J., Lopez E., Leary M., Berto F., du Plessis A. Metal additive manufacturing in aerospace: A review // Materials & Design, 2021, Vol. 209, 110008
- 64 Waugh I., Moore E., Greig A., Macfarlane J., Dick-Cleland W. Additive manufacture of rocket engine combustion chambers using the ABD®-900AM nickel superalloy // Conference: Space Propulsion, 2021
- 65 Кишкин С.Т., Строганов Г.Б., Логунов А.В. Литейные жаропрочные материалы на никелевой основе – М.: Машиностроение, 1987, 112 с.
- 66 Гарибов Г.С. Металлургия гранул – основа создания перспективных авиационных двигателей // Технология легких сплавов, 2001, N 1, с. 66-78.

67 Логунов А.В., Береснев А.Г., Логачева А.И. Проблемы и перспективы применения металлургии гранул для ракетно-космической техники // Двигатель, 2008, N 2 (56), с. 8-11.

68 Гарибов Г.С. Теория кристаллизации и технология гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов // Технология легких сплавов, 2016, N 1, с. 107-118.

69 Самаров В.Н., Аношкин Н.Ф. Разработка технологии ГИП деталей сложной формы из гранулированных материалов // Перспективные технологии легких и специальных сплавов – М.: Физматлит, 2006, с. 103-112.

70 Yoon S.-H., Choi Ch.-H., Kim J. HIP Activities for Turbopump Components of Korea Space Launch Vehicle // Robore Iuventutis// Materials Research Proceedings, 2019, Vol. 10, pp 79-84. <http://dx.doi.org/10.21741/9781644900031-11>

71 Samarov V., Barre C., Seliverstov D. Net Shape HIP for complex shape PM parts as a cost efficient industrial technology // Proceedings of the International Conference on Hot Isostatic Pressing, Paris, 2005, pp. 48-52.

72 Разуваев Е.И., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Сидоров С.А. ГИП и деформация гранулированных жаропрочных никелевых сплавов. Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 80-86. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86

73 Bassini E., Vola V., Lorusso M., Ghisleni R., Lombardi M., Biamino S., Ugues D., Vallillo G., Picqué B. Net shape HIPping of Ni-superalloy: Study of the interface between the capsule and the alloy // Materials Science and Engineering: A, 2017, Vol. 695, pp. 55-65. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.016>

74 Гарибов Г.С. Отечественные гранулированные материалы для газотурбинных технологий // Технология легких сплавов. 2018. № 4. С. 24-27.

75 Bai Q., Lin J., Tian G., Zou J., Dean TA. Review and Analysis of Powder Prior Boundary (PPB) Formation in Powder Metallurgy Processes for Nickel-based Super Alloys. Journal of Powder Metallurgy & Mining. 2015. Vol. 4. Is. 1. 1000127. doi: 10.4172/2168-9806.1000127

76 Akhtar W., Sun J., Sun P., Chen W., Saleem Z. Tool wear mechanisms in the machining of Nickel based super-alloys: A review. Frontiers of Mechanical Engineering. 2004. Vol. 9. P. 106–119. <https://doi.org/10.1007/s11465-014-0301-2>

77 Ezugwu E.O., Bonney J., Yamane Y. An overview of the machinability of aeroengine alloys. Journal of Materials Processing Technology. 2003. Vol. 134. Is. 2. P. 233-253. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)01042-7](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)01042-7)

78 ГОСТ Р 57558-2017. Аддитивные технологические процессы. Базовые принципы. Часть 1. Термины и определения – М.: Стандартинформ, 2017. – 16 с.

- 79 ГОСТ Р 57588-2017. Оборудование для аддитивных технологических процессов. Общие требования – М.: Стандартиформ, 2017. – 12 с.
- 80 Логачева А.И., Сентюрина Ж.А., Логачев И.А. Аддитивные технологии производства ответственных изделий из металлов и сплавов (обзор) // Перспективные материалы, 2015, №4, стр. 5-16.
- 81 Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. Изд-во СПбГУ, 2013, 221 с.
- 82 Sanchez S., Smith P., Xu Z., Gaspard G., Hyde Ch.J., Wits W.W., Ashcroft I.A., Chen H., Clare A.T. Powder Bed Fusion of nickel-based superalloys: A review // International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2021, Vol. 165, 103729.
- 83 Neikov O., Naboychenko S., Mourachova I. et al. Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications. – Elsevier, 2009. – p. 634.
- 84 Kassym K., Perveen A. Atomization processes of metal powders for 3D printing. Materials Today: Proceedings. Volume 26, Part 2, 2020, Pages 1727-1733
- 85 Sutton A.T., Kriewall C.S., Leu M.C., Newkirk J.W. Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes // Virtual and Physical Prototyping, 2017, Vol. 12, Iss. 1, pp. 3-29.
- 86 Ahsan M.N., Pinkerton A.J., Moat R.J., Shackleton J. A comparative study of laser direct metal deposition characteristics using gas and plasma-atomized Ti-6Al-4V powders // Materials Science and Engineering, 2011, Vol. 528, pp. 7648-7657.
- 87 Ahsan M.N., Pinkerton A.J., Ali L. A comparison of laser additive manufacturing using gas and plasma-atomized Ti-6Al-4V powders // Innovative Developments in Virtual and Physical Prototyping / Proceedings of the 5th International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, Leiria, Portugal, 28 September - 1 October, 2011, pp. 625-633
- 88 Zhao X., Chen J., Lin X., Huang W. Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718 // Materials Science and Engineering: A, 2008, V. 478, pp. 119–124.
- 89 Qi H., Azer M., Ritter A. Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured Inconel 718 // Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, V. 40, pp. 2410–2422.
- 90 Metal 3D Printers [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.3dsystems.com/3d-printers/metal> – 09.04.2022.
- 91 Metal 3D Printers for High-Quality Parts [Электронный ресурс]. – <https://www.eos.info/en/additive-manufacturing/3d-printing-metal/eos-metal-systems> – 09.04.2022.

92 Системы аддитивного производства [Электронный ресурс]. – https://www.trumpf.com/ru_RU/produkcija/stanki-sistemy/sistemy-additivnogo-proizvodstva/ – 09.04.2022.

93 Аддитивные установки Concept Laser (металл) [Электронный ресурс]. – <https://technoprist.ru/catalog/3d-printery/3d-printery-metall/> – 09.04.2022.

94 Industrial Metal AM Machines [Электронный ресурс]. – <https://www.slm-solutions.com/products-and-solutions/machines/> – 09.04.2022.

95 Системы аддитивного производства (3D-печати) изделий из металла RenAM 500 [Электронный ресурс]. – <https://www.renishaw.ru/ru/renam-500-metal-additive-manufacturing-3d-printing-systems--37011> – 09.04.2022.

96 Оборудование [Электронный ресурс]. – <https://laserapr.ru/lazernoe-oborudovanie/> – 09.04.2022.

97 Аддитивные технологии. Серийное производство промышленных 3D-принтеров [Электронный ресурс]. – <https://www.lsystems.ru/products/additivnye-tekhnologii/> – 09.04.2022.

98 Металлические SLM-принтеры [Электронный ресурс]. – <https://rusatom-additive.ru/metallicheskie-slm-printery/> – 09.04.2022.

99 Moeinfar Kh., Khodabakhshi F., Kashani-bozorg S.F., Mohammadi M., Gerlich A.P. A review on metallurgical aspects of laser additive manufacturing (LAM): Stainless steels, nickel superalloys, and titanium alloys // Journal of Materials Research and Technology, 2022, Vol. 16, pp. 1029-1068. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.039>

100 Смуров И.Ю., Мовчан И.А., Ядройцев И.А. и др. Аддитивное производство с помощью лазера // Вестник МГТУ «Станкин», 2011, Т. 2, № 4, с. 144-146.

101 Назаров А. П. Особенности конструкции машин для селективного лазерного спекания. Вестник МГТУ «Станкин», 2013, № 1, с. 76-79.

102 Назаров А.П. Перспективы быстрого прототипирования методом селективного лазерного спекания/плавления // Вестник МГТУ «Станкин». - 2011. - № 4 (16). - С. 46-51.

103 Moussaoui K., Rubio W., Mousseigne M., Sultan T., Rezai F. Effects of Selective Laser Melting additive manufacturing parameters of Inconel 718 on porosity, microstructure and mechanical properties // Materials Science and Engineering: A, 2018, Vol. 735, pp. 182-190.

104 Qimin S., Dongdong G., Mujian X., Sainan C., Ting R. Effects of laser processing parameters on thermal behavior and melting/solidification mechanism during selective laser melting of TiC/Inconel 718 composites. Optics & Laser Technology. Volume 84, October 2016, Pages 9-22. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2016.04.009>

105 Yadroitsev I., Smurov I. Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape // *Physics Procedia*, 2010, 5(2), pp. 551-560.

106 Campanelli S., Contuzzi N., Angelastro A., Ludovico A. Capabilities and Performances of the Selective Laser Melting Process. *New Trends in Technologies: Devices, Computer, Communication and Industrial Systems*, 2010, Chapter 13, pp. 234-252.

107 Loeber L., Biamino S., Ackelid U. et al. Comparison of Selective Laser and Electron Beam Melted Titanium Aluminides // *Conference paper of 22nd International symposium “Solid freeform fabrication proceedings”*, University of Texas , Austin, 2011, pp. 547-556.

108 Popovich A.A., Sufiiarov V.S., Borisov E.V., Polozov I.A., Masaylo D.V., Grigoriev A.V. Anisotropy of mechanical properties of products manufactured using selective laser melting of powdered materials // *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*, 2017, Vol. 58, pp. 389–395. <https://doi.org/10.3103/S1067821217040149>

109 Deng D., Peng R.L., Brodin H., Moverare J. Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: sample orientation dependence and effects of post heat treatments // *Materials Science and Engineering: A*, 2018, Vol. 713, pp. 294-306. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.043>

110 Chen Z., Chen S., Wei Z., Zhang L., Wei P., Lu B., Zhang S., Xiang Y. Anisotropy of nickel-based superalloy K418 fabricated by selective laser melting // *Progress in Natural Science: Materials International*, 2018, Vol. 28, pp. 496-504. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2018.07.001>

111 Kunze K., Etter T., Grässlin J., Shklover S. Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM) // *Materials Science and Engineering: A*, 2015, Vol. 620, pp. 213-222. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.003>

112 De Luca A., Kenel Ch., Griffiths S., Joglekar S.S., Leinenbach Ch., Dunand D.C. Microstructure and defects in a Ni-Cr-Al-Ti γ/γ' model superalloy processed by laser powder bed fusion // *Materials & Design*, 2021, Vol. 201, 109531. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109531>.

113 Zhang B., Li Y., Bai Q. Defect formation mechanisms in selective laser melting: a review // *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2017, Vol. 30, pp. 515–527.

114 Attallah M.M., Jennings R., Wang X., Carter L.N. Additive manufacturing of Ni-based superalloys: The outstanding issues // *MRS Bulletin*, 2016, Vol. 41 (10), pp. 758-764. doi:10.1557/mrs.2016.211

115 Tillmann W., Schaak C., Nellesen J., Schaper M., Aydinöz M.E., Hoyer K.-P. Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting // *Additive Manufacturing*, 2017, Vol. 13, pp. 93-102. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.11.006>.

116 Cruber H. Powder bed fusion processing of Ni-base superalloys. Defect formation and its mitigation // Thesis for the degree of doctor of philosophy, 2020, 76 p.

117 Wu H., Zhang D., Yang B., Chen Ch., Li Y., Zhou K., Jiang L., Liu R. Microstructural evolution and defect formation in a powder metallurgy nickel-based superalloy processed by selective laser melting // Journal of Materials Science & Technology, 2020, Vol. 36, pp. 7-17. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.007>

118 Khairallah S.A., Anderson A.T., Rubenchik A., King W.E. Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones // Acta Materialia, 2016, Vol. 108, pp. 36-45. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.014>.

119 Gong H., Rafi K., Gu H., Starr T., Stucker B. Analysis of defect generation in Ti-6Al-4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes // Additive Manufacturing, 2014, Vol. 1-4, pp. 87-98. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2014.08.002>.

120 Adegoke O., Andersson J., Brodin H., Pederson R. Review of Laser Powder Bed Fusion of Gamma-Prime-Strengthened Nickel-Based Superalloys // Metals, 2020, Vol. 10 (8), 996. <https://doi.org/10.3390/met10080996>

121 Cloots M., Uggowitzer P.J., Wegener K. Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles // Materials & Design, 2016, Vol. 89, pp. 770-784. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.027>

122 Harrison N.J., Todd I., Mumtaz K. Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting: A fundamental alloy design approach // Acta Materialia, 2015, Vol. 94, pp. 59-68, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.04.035>

123 Chen Y., Lu F., Zhang K., Nie P., Hosseini S.R.E., Feng K., Li Zh. Dendritic microstructure and hot cracking of laser additive manufactured Inconel 718 under improved base cooling // Journal of Alloys and Compounds, 2016, Vol. 670, pp. 312-321. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.01.250>

124 Hagedorn Y.-C., Risse J., Meiners W., Pirch N., Wissenbach K., Poprawe R. Processing of nickel based superalloy MAR M-247 by means of High Temperature - Selective Laser Melting (HT - SLM) // Proceedings of the 6th International Conference on Advanced Research and Rapid Prototyping, 2013, pp. 291-295.

125 Kou S. Solidification and liquation cracking issues in welding // JOM, 2003, Vol. 55, pp. 37-42.

126 Dye D., Hunziker O., Reed R.C. Numerical analysis of the weldability of superalloys // Acta Materialia, 2001, Vol. 49, pp. 683-697.

127 Zhou Z.P., Huang L., Shang Y.J., Li Y.P., Jiang L., Lei Q. Causes analysis on cracks in nickel-based single crystal superalloy fabricated by laser powder deposition additive manufacturing // *Materials & Design*, 2018, Vol. 160, pp. 1238-1249.

128 Han Q., Gu Y., Soe S., Lacan F., Setchi R. Effect of hot cracking on the mechanical properties of Hastelloy X superalloy fabricated by laser powder bed fusion additive manufacturing // *Optics & Laser Technology*, 2020, Vol. 124, 105984. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105984>

129 Hu Y.L., Lin X., Yu X.B., Xu J.J., Lei M., Huang W.D. Effect of Ti addition on cracking and microhardness of Inconel 625 during the laser solid forming processing // *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, Vol. 711, pp. 267-277. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.03.355>

130 Tomus D., Rometsch P.A., Heilmaier M., Wu X.H. Effect of minor alloying elements on crack-formation characteristics of Hastelloy-X manufactured by selective laser melting // *Additive Manufacturing*, 2017, Vol. 16, pp. 65-72. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.05.006>

131 Choi J.-P., Shin G.-H., Yang S., Yang D.-Y., Lee J.-S., Brochu M., Yu J.-H. Densification and microstructural investigation of Inconel 718 parts fabricated by selective laser melting // *Powder Technology*, 2017, Vol. 310, pp. 60-66. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.01.030>

132 Huihui Y., Liang M., Shuncun L., Zemin W. Microstructural evolution and mechanical performances of selective laser melting Inconel 718 from low to high laser power. *J. Alloys Compd.* Volume 828, 5 July 2020, 154473. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154473>

133 Parimi L.L., Ravi G. A., Clark D., Attallah M.M. Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718 // *Materials Characterization*, 2014, Vol. 89, pp. 102-111. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.12.012>.

134 Xia M., Gu D., Yu G., Dai D., Chen H., Shi Q. Selective laser melting 3D printing of Ni-based superalloy: understanding thermodynamic mechanisms // *Science Bulletin*, 2016, Vol. 61, Is. 13, pp. 1013-1022. <https://doi.org/10.1007/s11434-016-1098-7>.

135 Sadowski M., Ladani L., Brindley W., Romano J. Optimizing quality of additively manufactured Inconel 718 using powder bed laser melting process // *Additive Manufacturing*, 2016, Vol. 11, pp. 60-70. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.03.006>

136 Jia Q., Gu D. Selective laser melting additive manufacturing of Inconel 718 superalloy parts: Densification, microstructure and properties // *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, Vol. 585, pp. 713-721.

137 Brenne F., Taube A., Pröbstle M., Neumeier S., Schwarze D., Schaper M., Niendorf T. Microstructural design of Ni-base alloys for high-temperature applications: impact of heat

treatment on microstructure and mechanical properties after selective laser melting // Progress in Additive Manufacturing, 2016, Vol. 1 (3), pp. 141-151

138 Падалко А.Г. Практика горячего изостатического прессования неорганических материалов. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 267 с.

139 Unocic K.A., Kolbus L.M., Dehoff R.R., Dryepontd S.N., Pint B.A. High-temperature performance of N07718 processed by additive manufacturing // Corrosion NACE, March 9–13, Texas, 2014, paper no. 4478.

140 Schaak C., Tillmann W., Schaper M., Aydinoz M.E. Process gas infiltration in Inconel 718 samples during SLM processing // RTeJournal - Fachforum für Rapid Technologie, 2016.

141 Aydinoz M.E., Brenne F., Schaper M., Schaak C., Tillmann W., Nellesen J., Niendorf T. On the microstructural and mechanical properties of post-treated additively manufactured Inconel 718 superalloy under quasi-static and cyclic loading // Materials Science and Engineering: A, 2016, Vol. 669, pp. 246-258. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.089>

142 Chang S.H. In situ TEM observation of gamma', gamma" and delta precipitations on Inconel 718 superalloy through HIP treatment // Journal of Alloys and Compounds, 2009, Vol. 486, Is. 1–2, pp. 716-721. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.07.046>

143 Gribbin S., Bicknell J., Jorgensen L., Tsukrov I., Knezevic M. Low cycle fatigue behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718 // International Journal of Fatigue, 2016, pp. 156–167. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.08.019>

144 Система прессования HIP [Электронный ресурс]. – <http://www.ruscastings.ru/work/168/5617/5664/6636> – 13.04.2022.

145 Жеманюк П.Д., Ключихин В.В., Лысенко Н.А., Наумик В.В. Влияние горячего изостатического прессования и термообработки на структуру и свойства отливок из жаропрочного никелевого сплава // Вестник двигателестроения, 2013, №5, С. 109-115.

146 Atkinson H., Davies S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview // Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, Vol. 31A, pp. 2981–3000.

147 Chlebus E., Gruber K., Kuźnicka B., Kurzac J., Kurzynowski T. . Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting // Materials Science and Engineering: A, 2015, Vol. 639, pp. 647-655.

148 Amato K.N., Gaytan S.M., Murr L.E., Martinez E., Shindo P.W., Hernandez J., Collins S., Medina F. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting // Acta Materialia, 2012, Vol. 60, Is. 5, pp. 2229-2239. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.032>

149 Mostaf A., Rubio I.P., Brailovski V., Jahazi M., Medraj M. Structure, texture and phases in 3D printed IN718 alloy subjected to homogenization and HIP treatments // *Metals*, 2017, Vol. 7 (6), p. 196 <https://doi.org/10.3390/met7060196>

150 Jiang R., Mostafaei A., Pauza J., Kantzos Ch., Rollett A.D. Varied heat treatments and properties of laser powder bed printed Inconel 718 // *Materials Science and Engineering: A*, 2019, Vol. 755, pp. 170-180. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.103>.

151 Balachandramurthi A.R., Moverare J., Dixit N., Deng D., Pederson R. Microstructural influence on fatigue crack propagation during high cycle fatigue testing of additively manufactured Alloy 718 // *Materials Characterization*, 2019, Vol. 149, pp. 82-94. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.01.018>

152 Liu P., Hu J., Sun S., Feng K., Zhang Y., Cao M. Microstructural evolution and phase transformation of Inconel 718 alloys fabricated by selective laser melting under different heat treatment // *Journal of Manufacturing Processes*, 2019, Vol. 39, pp. 226-232. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.02.029>

153 Marchese G., Lorusso M., Parizia S., Bassini E. et. al. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion // *Materials Science and Engineering: A*, 2018, Vol. 729, pp. 64-75. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.044>

154 Divya V.D., Muñoz-Moreno R., Messé O.M.D.M., Barnard J.S., Baker S., Illston T., Stone H.J. Microstructure of selective laser melted CM247LC nickel-based superalloy and its evolution through heat treatment // *Materials Characterization*, 2016, Vol. 114, pp. 62-74. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.02.004>

155 Ni M., Liu S., Chen C., Li R., Zhang X., Zhou K. Effect of heat treatment on the microstructural evolution of a precipitation-hardened superalloy produced by selective laser melting // *Materials Science and Engineering: A*, 2019, Vol. 748, pp. 275-285. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.109>

156 Li J., Zhao Z., Bai P., Qu H., Liu B., Li L., Wu L., Guan R., Liu H., Guo Z. Microstructural evolution and mechanical properties of IN718 alloy fabricated by selective laser melting following different heat treatments // *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, Vol. 772, pp. 861-870. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.200>

157 Hosseini E., Popovich V.A. A review of mechanical properties of additively manufactured Inconel 718 // *Additive Manufacturing*, 2019, Vol. 30, 100877 (<https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100877>)

158 Wang X., Keya T., Chou K. Build Height Effect on the Inconel 718 Parts Fabricated by Selective Laser Melting // *Procedia Manufacturing*, 2016, Vol. 5, pp. 1006-1017. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2016.08.089>

159 Kuo Y.L., Horikawa S., Kakehi K. The effect of interdendritic δ phase on the mechanical properties of Alloy 718 built up by additive manufacturing // *Materials & Design*, 2017, Vol. 116, pp. 411-418. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.12.026>

160 Gong X., Chou K., Microstructures of Inconel 718 by selective laser melting, 144th Annual Meeting & Exhibition, Orlando, Florida, 15–19 March, 2015, pp. 461–468. <https://doi.org/10.1002/9781119093466.ch58>

161 Tao P., Li H., Huang B., Hu Q., Gong S., Xu Q. The crystal growth, intercellular spacing and microsegregation of selective laser melted Inconel 718 superalloy // *Vacuum*, 2019, Vol. 159, pp. 382-390. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.10.074>

162 Chen Z.W., Phan M.A.L., Darvish K. Grain growth during selective laser melting of a Co–Cr–Mo alloy // *Journal of Materials Science*, 2017, Vol. 52, pp. 7415-7427. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-0975-z>

163 Wan H.Y., Zhou Z.J., Li C.P., Chen G.F., Zhang G.P. Effect of scanning strategy on grain structure and crystallographic texture of Inconel 718 processed by selective laser melting // *Journal of Materials Science & Technology*, 2018, Vol. 34, pp. 1799-1804. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.02.002>

164 Farber B., Small K.A., Allen C., Causton R.J., Nichols A., Simbolick J., Taheri M.L. Correlation of mechanical properties to microstructure in Inconel 718 fabricated by Direct Metal Laser Sintering // *Materials Science and Engineering: A*, 2018, Vol. 712, pp. 539-547. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.125>

165 Peng H., Shi Y., Gong S., Guo H., Chen B. Microstructure, mechanical properties and cracking behaviour in a γ' -precipitation strengthened nickel-base superalloy fabricated by electron beam melting // *Materials & Design*, 2018, Vol. 159, pp. 155-169. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.08.054>.

166 Sims C.T., Stoloff N.S., Hagel W.C. *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power* – Wiley-Interscience, 1987, 640 p.

167 Sentyurina Zh.A., Baskov F.A., Loginov P.A., Kaplanskii Yu.Yu., Mishukov A.V., Logachev I.A., Bychkova M.Ya., Levashov E.A., Logacheva A.I. The effect of hot isostatic pressing and heat treatment on the microstructure and properties of EP741NP nickel alloy manufactured by laser powder bed fusion // *Additive Manufacturing*, 2020, 101629. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101629>

168 Zhang H., Li C., Liu Y., Guo Q., Li H. Precipitation behavior during high-temperature isothermal compressive deformation of Inconel 718 alloy // *Materials Science and Engineering: A*, 2016, Vol. 677, pp. 515-521. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.09.088>.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г



УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального
директора АО «Композит»

А.Н. Тимофеев

« 23 » 08 2021

Акт об изготовлении

макетных образцов деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор»
от 23.08.2021 № 0111-533

Настоящий акт составлен о том, что в АО «Композит» методом селективного лазерного сплавления из сферических узкофракционных порошков жаропрочных никелевых сплавов изготовлены макетные образцы деталей типа «крыльчатка» (сплав ЭП741НП) и типа «эжектор» (сплав АЖК) в количестве 4 шт. (по 2 шт. каждой соответственно). Одновременно с макетными образцами деталей изготовлены образцы-свидетели в количестве 36 шт. (по 18 шт. для деталей каждого типа).

Макетные образцы деталей типа «крыльчатка», типа «эжектор» и образцы-свидетели предназначены для проведения испытаний геометрических размеров, наличия внутренних дефектов, теплофизических свойств и механических характеристик на растяжение при комнатной и повышенных температурах.

Начальник отделения

А.И. Логачёва

Заместитель начальника отдела по АТ

Д.В. Чесноков

Начальник бюро

И.О. Бакланов

Инженер

М.В. Анищенко

ПРИЛОЖЕНИЕ Д



УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального
директора АО «Композит»

А.Н. Тимофеев

« 17 » 11 2021 г.

Акт о проведении испытаний

от 17.11.2021 № 0111-923

Настоящий акт составлен о том, что в период с 14.09.2021 по 17.11.2021 в АО «Композит» проведены испытания макетных образцов деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор», изготовленных методом селективного лазерного сплавления (СЛС) с последующей термообработкой (ТО) из сферических узкофракционных порошков жаропрочных никелевых сплавов ЭП741НП и АЖК, соответственно.

В ходе испытаний определены следующие характеристики:

- соответствие геометрических размеров макетных образцов исходной 3D-модели с использованием переносного координатного-измерительного манипулятора Kreon ACE Atm-7;
- наличие внутренних дефектов методом ультразвукового контроля с использованием лазерного-ультразвукового дефектоскопа УДЛ-2М и ультразвукового дефектоскопа СПКП;
- плотность методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 20018;
- пористость металлографическим методом по ГОСТ 9391 с применением комплекса программного-аппаратного анализа Thixomet;
- температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) по ГОСТ Р 57943;
- удельная теплоёмкость на дифференциальном сканирующем калориметре Netzsch DSC404 в среде аргона;
- коэффициенты теплопроводности и температуропроводности с использованием термоанализатора Anter FlasLine XP;
- механические характеристики на растяжение при комнатной и повышенных температурах на растяжение по ГОСТ 1497 и ГОСТ 9651, соответственно, с использованием универсальной испытательной установки Schenk-Trebe RMCI-100.

Соответствие геометрических размеров макетных образцов исходной 3D-модели и определение наличия внутренних дефектов определялось непосредственно на макетных образцах, остальные характеристики контролировали на образцах-свидетелях.

В ходе испытаний установлено нижеследующее:

- геометрические размеры макетных образцов деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор» соответствуют исходной 3D-модели, отклонение не превышает 0,2 мм;
- критические внутренние дефекты в виде трещин и несплавлений не обнаружены;
- плотность СЛС- сплавов ЭП741НП составляет 8,35 г/см³ и АЖК - 7,97 г/см³;
- относительная пористость не превышает 0,04 ± 0,005% для СЛС- сплава ЭП741НП и 0,01 ± 0,005 % для СЛС- сплава АЖК;

Значения ТКЛР в зависимости от температуры приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Средние значения ТКЛР для СЛС- сплавов ЭП741НП и АЖК

Температура t, °С	ТКЛР $\alpha \times 10^6, K^{-1}$			
	ЭП741НП		АЖК	
	СЛС	СЛС+ТО	СЛС	СЛС+ТО
30÷100	12,4	12,3	12,6	12,5
30÷200	13,2	12,8	13,2	12,7
30÷300	13,6	13,1	13,6	13,1
30÷400	13,8	13,4	13,9	13,4
30÷500	13,8	13,7	13,4	13,6
30÷600	13,0	13,9	12,2	13,6
30÷700	13,1	14,3	12,3	14,1
30÷800	13,7	14,7	13,0	14,6
30÷900	14,6	15,5	14,1	15,8
30÷1000	15,7	16,7	15,7	17,2

Значения удельной теплоёмкости (C_p) в зависимости от температуры приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Удельная теплоемкость СЛС- сплавов ЭП741НП и АЖК

Температура t, °С	$C_p, Дж/(кг \times K)$			
	ЭП741НП		АЖК	
	СЛС	СЛС+ТО	СЛС	СЛС+ТО
100	406	440	449	437
200	430	462	481	467
300	445	476	502	487

Таблица 4 – Значения температуропроводности и теплопроводности для сплава АЖК

№ п/п	Температура t, °С	Температуропроводность $\alpha \times 10^6, \text{ м}^2/\text{с}$		Теплопроводность $\lambda, \text{ Вт}/(\text{м} \times \text{К})$	
		СЛС	СЛС+ТО	СЛС	СЛС+ТО
1	20	2,46	2,35	10,6	10,2
2	100	2,70	2,78	11,3	11,5
3	200	2,97	3,14	12,2	13,1
4	300	3,23	3,41	13,3	14,7
5	400	3,47	3,67	14,4	16,2
6	500	3,69	3,95	15,6	17,7
7	600	3,90	4,23	17,0	19,2
8	700	4,09	4,52	18,4	20,6
9	800	4,26	4,85	20,0	21,9
10	900	4,41	5,31	21,7	23,3
11	1000	4,56	5,89	23,4	24,6

Результаты механических испытаний на растяжение при комнатной и повышенных температурах для образцов из СЛС- сплава ЭП741НП приведены в таблице 5. Наноструктурные покрытия составов Mo-Si-B и Zr-Si-B-N наносились по технологии магнетронного напыления на постоянном токе (DCMS) и высокомоощного импульсного магнетронного напыления (HIPIMS) при использовании композиционных СВС-мишеней (ТУ 1984-032-11301236-2013, ТИ 45-11301236-2018, ТИ 44-11301236-2014).

Таблица 5 – Механические свойства для образцов из сплава ЭП741НП при комнатной и повышенных температурах

Температура испытаний T, °С	Предел прочности $\sigma_b, \text{ МПа}$	Предел текучести $\sigma_{0,2}, \text{ МПа}$	Относительное удлинение $\delta, \%$
20	1455	1023	21,4
650	1206	885	15,0
750	1130	911	15,0
750*	1156	889	19,0
750**	1157	876	20,0

* В2697 – образец с покрытием Mo-Si-B, режим DCMS, среда Ar

** В2700 образец с покрытием Zr-Si-B-N, режим DCMS, среда Ar-15%N₂,

Результаты механических испытаний на растяжение при комнатной и повышенных температурах для СЛС- сплава АЖК приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Механические свойства для образцов из сплава АЖК при комнатной и повышенных температурах

Температура испытаний Т, °С	Предел прочности σ_b , МПа	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение δ , %
20	1396	1064	19,0
650	1230	910	16,0
750	1074	901	8,0
750*	1090	920	9,0
750**	1090	910	10,0

* В2698 – образец с покрытием Mo-Si-B, режим HIPIMS, среда Ar,

** В2696 – образец с покрытием Mo-Si-B, режим DCMS, среда Ar

Выводы по результатам испытаний:

В результате испытаний установлено, что макетные образцы деталей типа «крыльчатка» и типа «эжектор», изготовленные методом селективного лазерного сплавления из порошков жаропрочных никелевых сплавов ЭП741НП и АЖК по геометрическим размерам, полностью соответствуют исходной 3D-модели и не содержат критических внутренних дефектов в виде трещин и несплавлений. Общий уровень пористости макетных образцов не превышает $0,04 \pm 0,005$ % об и $0,01 \pm 0,005$ % об для сплавов ЭП741НП и АЖК, соответственно.

По механическим свойствам материалы из сплавов ЭП741НП и АЖК, полученные методом СЛС с последующей термообработкой, превосходят аналогичные сплавы, полученные по традиционным технологиям (литье, гранульная металлургия). Наноструктурированные покрытия Mo-Si-B, Zr-Si-B-N обеспечивают прирост значений предела прочности и относительного удлинения СЛС- сплавов.

Разработанная технология является более энергоэффективной и экологичной для изготовления сложнопрофильных изделий (диск, крыльчатка и корпусные детали), работающих при температурах до 800 °С.

Начальник отделения ММиМТ



А.И. Логачёва

Заместитель начальника отдела по АТ



Д.В. Чесноков

Ведущий научный сотрудник



Ж.А. Сентюрин

Младший научный сотрудник, контролёр ОТК



Д.М. Кондратьев