

Федеральное государственное автономное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

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

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

Доктор технических наук, профессор

Е.А. Левашов

Москва, 2022

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

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 являются зарубежные сплавы Inconel 718 и Inconel 625. 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 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 являлась 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 и 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 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, гранулярная 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. Черногловка); 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 термической обработки (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».

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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана актуальность проблемы, сформулированы основные задачи, обоснованы научная новизна и практическая значимость.

В первой главе представлен анализ научно-технической литературы, в котором рассмотрены общие характеристики ЖНС, принципы их легирования и структурные особенности, а также основные области применения. 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 ракетно-космической, авиационной 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.

Проведен анализ технологических особенностей СЛС и подходов к разработке оборудования для реализации процесса. Рассмотрены основные физические явления, возникающие 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 непосредственно 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.

По результатам литературного обзора подтверждена актуальность работы, сформулированы основные научно-технические задачи, установлены методологические подходы к параметрическим исследованиям процесса СЛС с целью разработки режимов, выбраны варианты различных пост-операций (ГИП, ТО, ГИП + ТО) для улучшения структуры и повышения механических характеристик СЛС- образцов из исследуемых сплавов.

Во второй главе дано описание исходных материалов, технологического и аналитического оборудования, приведены методики исследований.

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). Исходные порошки отличались сферической формой частиц, отсутствием сателлитов и крупных газовых пор, выходящих на поверхность. Концентрация газовых примесей в используемых порошках не превышала 0,008 % масс. по кислороду и 0,001 % масс. по азоту. Основные характеристики исходных порошков представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристики порошков из сплавов ЭП741НП и АЖК

Сплав	Фракция, мкм	Квантили распределения, %			Насыпная плотность $\rho_{нас}$, г/см ³	Текучность 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

Отработку режимов СЛС для сплава ЭП741НП проводили в среде аргона на промышленном 3D-принтере, оснащённом иттербиевым волоконным лазером мощностью 1000 Вт и платформой построения 400 × 400 мм. Основными варьируемыми параметрами являлись мощность лазера, скорость сканирования и ширина штриховки. Исследовались три серии режимов (А, В и С) с различной шириной штриховки. Интервалы варьирования режимов представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Интервалы варьирования параметров 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		

На первом этапе изготавливали образцы для структурных исследований в виде кубов с размерами 10×10×10 мм. Совокупность влияния технологических параметров на структуру СЛС- образцов оценивали через величину общего энерговклада $E = P/(V \cdot x \cdot h)$, [Дж/мм³]. На втором этапе для расширенных исследований механических характеристик по наилучшим режимам первой итерации изготавливали образцы в виде параллелепипедов с размерами 20×20×65 мм.

Отработку 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 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. 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.

ГИП проводили в АО «Композит» с использованием промышленного газостата HIRP 10/26-200-2000 (ABRA AG, Швейцария). В процессе ГИП СЛС-образцы из сплава ЭП741НП обрабатывались при температуре 1210 °С и давлении 150 МПа, СЛС-образцы из сплава АЖК – при температуре 1160 °С и давлении 150 МПа. ТО СЛС-образцов проводили в термических печах СНВЛ и ПЛ-10/16 (Россия) по режимам, представленным в таблице 3. 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.

Таблица 3 – 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

Срезание образцов и деталей с поверхности платформы построения, удаление поддерживающих структур, изготовление образцов для термомеханических испытаний и испытаний на ударный изгиб КСУ осуществлялось методом электроэрозионной обработки с использованием проволочно-вырезного станка ACCUTEX (Тайвань). 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. Металлографические шлифы для структурных

исследований и определения твердости по Виккерсу изготавливали с использованием систем пробоподготовки Buehler (Германия) и Struers (Дания).

Структуру образцов после СЛС и постобработки исследовали методами оптической микроскопии (ОМ) на металлографическом микроскопе отраженного света AXIO Imager A1 фирмы CarlZeiss (Германия) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием микроскопа S-3400N (Hitachi High-Technologies Corporation, Япония). Для исследования тонкой структуры при высоком разрешении использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEM-2100 компании Jeol (Япония). Для исследований методом ПЭМ подготавливали фольги диаметром 3 мм и толщиной 50 мкм путем шлифования заготовки на SiC бумаге с последующим утонением 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 и дифракции электронов с использованием держателя фольг Gatan 654 Straining In-Situ Holders (Gatan, Inc., USA). Механические in-situ испытания образцов (ламелей) проводили методом ПЭМ в устройстве Push-to-Pull с использованием держателя Nysitron PI 95 Picoindenter (США). Ламели изготавливали из предварительно подготовленной фольги с использованием метода сфокусированного ионного луча (FIB) на приборе Quanta 200 3D FIB (FEI Company, США).

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 °С. Определение коэффициента линейного температурного расширения (ТКЛР) проводили на цилиндрических образцах $\varnothing 6 \times 25$ мм на dilatометре 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).

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. Испытания на растяжения 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 KCU при 20 °С проводили по ГОСТ 9454-78 с использованием маятникового копра KM-5 (ООО «Метротест», г. Нефтекамск).

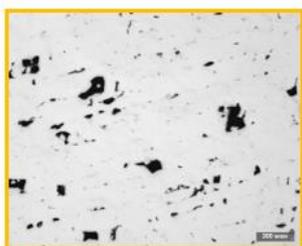
Сжатие образцов $\varnothing 6 \times 9$ мм из сплава АЖК проводили при 20 °С по ГОСТ 25.503-97 на испытательной машине LN100kN фирмы Walter+Bai (Швейцария). Термомеханические испытания на сжатие осуществлялось на установке Gleeble System 3800 компании Dynamic Systems Inc (США). Испытания проводили по 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.

Для контроля геометрических размеров деталей типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НИ и типа «эжектор» из сплава АЖК использовался переносной координатно-измерительный манипулятор Kreon ACE Arm-7 («Kreon Technologies», Франция). Детали типа «крыльчатка» и типа «эжектор» исследовали методом компьютерной томографией с целью контроля дефектов во внутреннем объеме изделий. Деталь типа «эжектор» исследовали на томографе Phenix V|tome|x M300 (Waygate Technologies, Германия), деталь типа «крыльчатка» – на томографе Phenix V|tome|x C450 (Waygate Technologies, Германия).

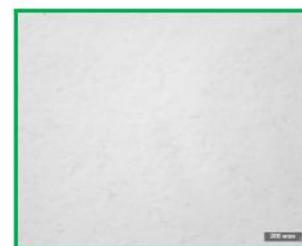
В третьей главе представлены результаты параметрических исследований процесса СЛС для сплавов ЭП741НП и АЖК, рассмотрены структурные особенности СЛС-образцов и изучены их механические характеристики.

В ходе параметрических исследований для сплава ЭП741НП установлена возможность формирования следующих видов дефектов: локальные несплавления, сеть трещин, единичные трещины, пористость и единичные поры. Примеры типовых структур с характерными дефектами представлены на рисунке 1.

Локальные несплавления

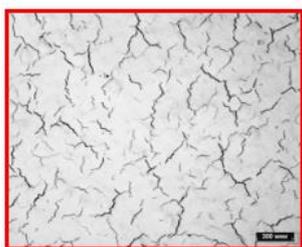


Удовлетворительная структура



Виды дефектов:
Локальные несплавления
Сетка трещин
Единичные трещины
Микропористость
Единичные поры

Сетка трещин



Единичные трещины



Микропористость



Рисунок 1 – Характерные дефекты, зафиксированные в структуре образцов из сплава ЭП741НП при проведении параметрических исследований процесса СЛС

На рисунке 2 представлена карта распределения дефектов в зависимости от величины энергозатрат на примере режимов серии А. В верхнем ряду ячеек приведены маркировки режимов (А1, А2, А3 и т.д.), а в нижнем – величины энергозатрат Е, [Дж/мм³]. Для обозначения обнаруженных в образце видов дефектов используются цветовые индикаторы с рисунка 1. В большинстве случаев, один образец имел по несколько видов дефектов одновременно. Кроме того, в рамках одной разновидности дефекта интенсивность его проявления могла значительно варьироваться по размерам и объемному распределению.

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

Рисунок 2 – Экспериментальная матрица параметрических исследований процесса СЛС для сплава ЭП741НП, совмещенная с результатами структурных исследований

Аналогичный анализ всех серий режимов для сплава ЭП741НП позволил заключить, что величина общего энергозатрат не является объективной для материалов, склонных к трещинообразованию, следовательно, для несвариваемых сплавов подбор и корректировку режимов (например, при переходе на другой тип установки) целесообразно проводить эмпирическим путем, пока не будет разработана модель, учитывающая большее число факторов.

Для менее легированного свариваемого сплава АЖК во всем интервале исследованных параметров трещин не обнаружено, а зависимость от общего энергозатрата

имеет более очевидный линейный характер. Примеры типовых структур СЛС-образцов из сплава АЖК приведены на рисунке 3. В данном случае следует выделить тип дефекта в виде крупных пор, которые вероятно формируются в результате закипания материала при избыточном энергокладе.

Задача параметрических исследований заключалась в выявлении режимов СЛС, обеспечивающих формирование структуры с наименьшим количеством некритических дефектов (единичные трещины, поры, микропористость). По результатам комплексных исследований структуры и свойств для сплава ЭП741НП в качестве оптимального выбран режим А25 с мощностью лазера 180 Вт и скоростью сканирования 800 мм/с, для сплава АЖК режим А10 с мощностью лазера 120 Вт и скоростью сканирования 600 мм/с.



Рисунок 3 – Дефекты, зафиксированные в структуре образцов из сплава АЖК при проведении параметрических исследований процесса СЛС

На рисунке 4 представлены различные уровни структуры СЛС-образца на примере сплава ЭП741НП. На макроуровне структура характеризуется дугообразными границами ванн расплава (желтые линии) и столбчатыми зёрнами (красные линии), ориентированными в направлении выращивания (рисунок 4 а). Формирование столбчатых зёрен в процессе СЛС происходит за счет высоких температурных градиентов вдоль оси Z, что способствует реализации эпитаксиального механизма роста, т.е. прорастанию зерна через несколько ванн расплава.

При большем увеличении в СЛС-образцах можно выделить участки с мелкодисперсной столбчатой и ячеистой (клеточной) микроструктурой (рисунок 4 б). При этом в сечении XY в основном преобладает ячеистая структура, а в сечении XZ – столбчатая. Фактически столбчато-ячеистая микроструктура представляет собой различно ориентированные колонии сонаправленных первичных дендритов, которые попадают в плоскость шлифа различными сечениями. Из-за высоких скоростей охлаждения в процессе LPBF (10^5 - 10^7 K/c) рост вторичных ветвей дендритов практически полностью подавляется.

Зарождение и рост колоний дендритов начинается на границе ванны расплава, имеющей форму параболической дуги, при этом центрами кристаллизации являются дендриты предшествующего слоя. При прорастании столбчатых дендритов через границу ванны расплава они могут менять свое направление роста на 90° . Направление роста колоний дендритов внутри ванны расплава обусловлено совокупностью тепловых потоков, а также предпочтительной кристаллографической ориентацией кубического кристалла. В результате в различных областях ванны расплава угол между направлением

роста и максимальным температурным градиентом (вдоль оси Z) может изменяться от 0 до 54,7 °.

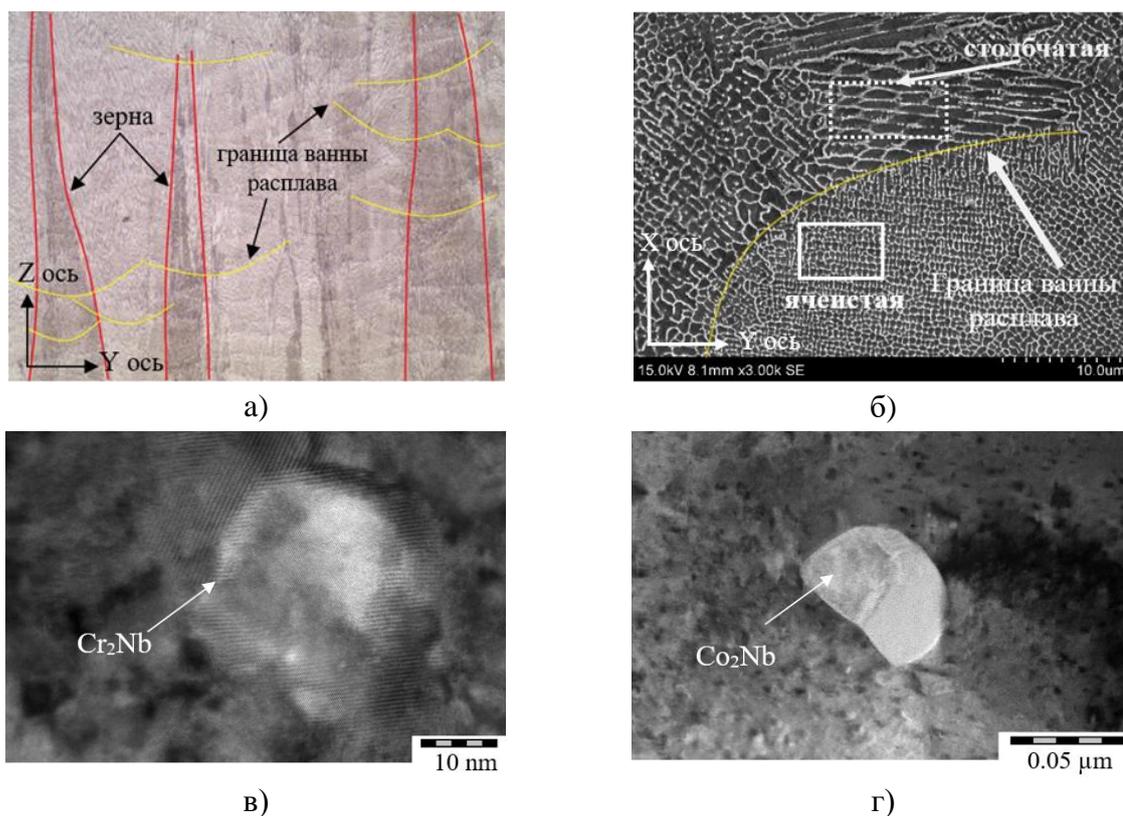


Рисунок 4 – Структура СЛС- образца, полученного по режиму А25 из сплава ЭП741НП, исследованная методом ОМ (а), СЭМ (б) и ПЭМ (в, г)

При исследовании тонкой структуры методом ПЭМ в объеме СЛС-образцов зафиксирована высокая плотность дислокаций, которая свидетельствует о деформационных процессах, протекающих в материале вследствие усадочных и термических напряжений при закалочных скоростях охлаждения ванн расплава в процессе СЛС. В междендритных областях обнаружены частицы различной морфологии с размерами менее 100 нм (рисунок 4 в, г). Результаты идентификации частиц по Фурье-трансформации их кристаллической структуры представлены в таблице 4. Практически все обнаруженные частицы являются фазами Лавеса и являются нежелательной структурной составляющей ЖНС.

На рисунке 5 представлена макро- и микроструктура СЛС-образца из сплава АЖК, которая в целом схожа со структурой сплава ЭП741НП. В качестве отличий можно отметить меньшее количество дефектов, а также менее выраженную столбчатую макроструктуру, что вероятно связано с использованием другой стратегии сканирования, частично подавляющей эпитаксиальный рост. В результате исследования тонкой структуры методом ПЭМ в междендритном пространстве выявлены округлые частицы, которые с помощью Фурье-трансформаций идентифицированы как фазы Лавеса Mo_2Nb ,

Cr_2Nb и карбиды $\text{Nb}_6\text{C}_{4,87}$, Nb_4AlC_3 . Как и в случае с ЭП741НП, в структуре образцов из сплава АЖК зафиксирована высокая плотность дислокаций с преимущественным скоплением вдоль границ дендритных ячеек γ -фазы.

Таблица 4 – Результаты идентификации частиц, выявленных методом ПЭМ в междендритном пространстве СЛС- образцов из сплава ЭП741НП

Фаза	Ось зоны*	Пространственная группа	Тип решетки	Параметры решетки	Табличные значения**
Cr_2Nb	[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	[011]	Fd-3m	ГЦК	$a = 11,419 \text{ \AA}$	$a = 11,278 \text{ \AA}$
Cr_5Al_8	[-111]	I-43m	Кубическая	$a = 9,170 \text{ \AA}$	$a = 9,107 \text{ \AA}$
Cr_2Hf	[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	[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

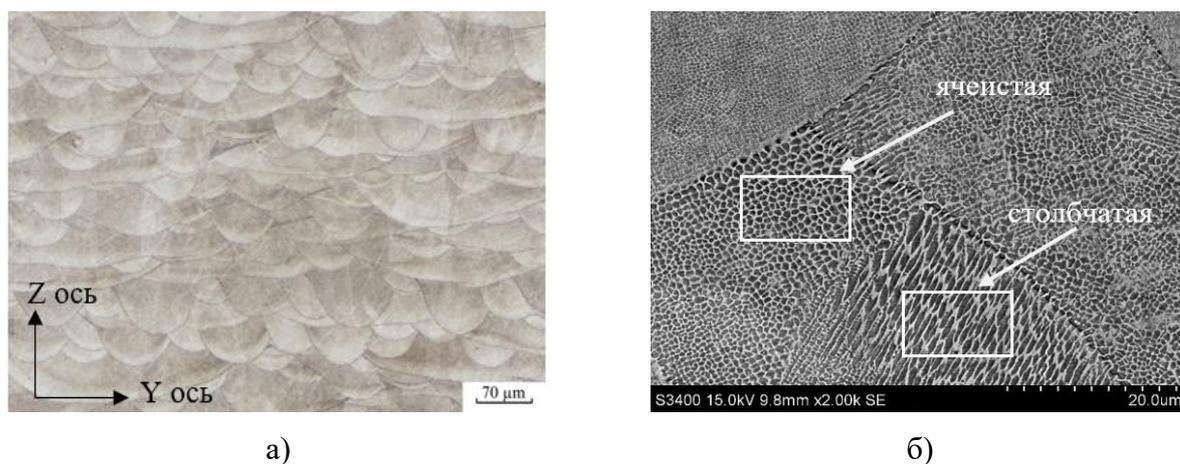


Рисунок 5 – Структура СЛС- образца, полученного по режиму А10 из сплава АЖК, исследованная методом ОМ (а) и СЭМ (б)

Результаты механических испытаний на растяжение СЛС-образцов из сплава ЭП741НП в зависимости от их ориентации представлены в таблице 5. Установлено, что максимальными прочностными характеристиками обладают образцы, полученные под углом 90° . Данный эффект связан как с ориентацией зерен, так и с характером распределения дефектов. В образцах с ориентацией 0° столбчатые зерна и трещины, которые преимущественно располагаются по границам зерен, перпендикулярны направлению растяжения образцов, в связи с чем эти образцы демонстрируют минимальный уровень механических свойств. Наличие дефектов также негативно влияет

на ударную вязкость КСУ, которая составляет всего 11 ± 2 Дж/см². Стоит отметить, что угол построения незначительно влияет на твердость материала после СЛС, так как значительных структурных изменений не происходит в зависимости от ориентации образцов.

Таблица 5 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП в зависимости от угла построения

Угол построения	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	Твердость, НV	КСУ, Дж/см ²
0 °	1085 ± 55	855 ± 40	10,5 ± 4,3	11,9 ± 4,5	405 ± 12	11 ± 2
45 °	1266 ± 70	966 ± 32	14,9 ± 4,6	25,9 ± 24,1	422 ± 26	-
90 °	1305 ± 19	918 ± 9	21,0 ± 1,3	37,0 ± 8,5	410 ± 7	-

Значения твердости для СЛС-образцов из сплава АЖК в плоскостях ХУ и YZ относительно плиты построения составляют 336 ± 28 и 332 ± 28 , соответственно. Из полученных 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.

Механические свойства на растяжение при комнатной температуре для СЛС-образцов из сплава АЖК, полученных под углом построения 90 °, соответствуют: $\sigma_b = 967 \pm 10$ МПа; $\sigma_{0,2} = 786 \pm 14$ МПа; $\delta = 43 \pm 3$ %; $\psi = 59 \pm 15$ %. 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.

В четвертой главе представлены результаты исследования эволюции структуры СЛС-образцов из сплавов ЭП741НП и АЖК после проведения ГИП и ТО.

Установлено, что ГИП способствует существенному изменению фазового состава и микроструктуры СЛС-образцов из сплава ЭП741НП (рисунок 6). На макроуровне наблюдается десятикратное уменьшение объемной доли дефектов до 0,3 % за счет полного устранения микротрещин в процессе ГИП. При этом сохраняются наследственные вытянутые зерна, ориентированные преимущественно вдоль оси Z (рисунок 6 а). Дендритно-ячеистая микроструктура, характерная для СЛС-образцов, полностью рекристаллизовалась. Из пересыщенного твердого раствора на основе никеля выделилась упрочняющая γ' -фаза на основе Ni₃Al (рисунок 6 б). В теле зерна γ' -фаза распределена в виде кубических включений размером от 0,5 до 1,5 мкм, которые собираются в агломераты по 2-4 частицы. Границы зерен формируются из цепочек γ' -

фазы вытянутой формы размером от 3 до 7 мкм. Помимо γ' - фазы выявлены включения с высоким содержанием тугоплавких металлов (W, Mo, Nb, Ti) размером до 0,5 мкм. По снятым с поверхности данных частиц электронограммам определено, что они соответствуют карбидам типа (Nb, Ti)C (рисунок 6 в, г). При исследовании методом ПЭМ фазы Лавеса не обнаружены, что свидетельствует об их растворении в процессе ГИП.

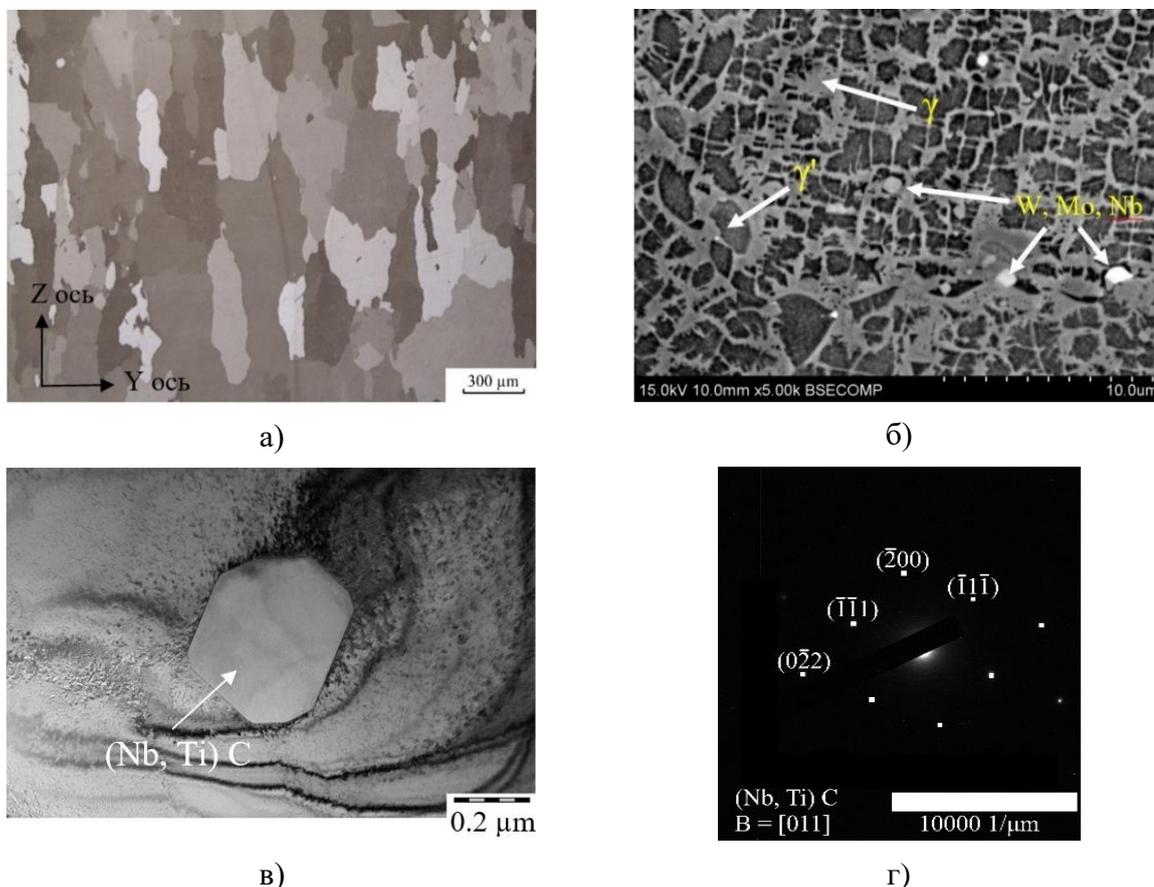


Рисунок 6 – Микроструктура СЛС- образца из сплава ЭП741НП после проведения ГИП, исследованная методами ОМ (а), СЭМ (б) и ПЭМ (в, г)

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 структуре образцов после ТО (без предварительного ГИП) выявлены дефекты в виде трещин (рисунок 7 а), образцы после ГИП+ТО характеризуются практически бездефектной структурой (рисунок 7 б). На микроуровне (рисунок 7 в) образцы после ТО и ГИП+ТО имеют схожую двухфазную γ/γ' структуру, где размер кубических выделений γ' -фазы в теле зерна варьируется от 150 до 400 нм, а на границе зерна формируются выделения размером до 2 мкм. Кроме того, в микроструктуре выявлены частицы округлой формы с высоким содержанием тугоплавких элементов Mo, W, Co, Hf, Cr, расположенные преимущественно на границах зерен, и частицы вытянутой формы с повышенным

содержанием Nb, Ti и Hf, расположенные в теле зерна. По результатам ПЭМ установлено формирование двух типов карбидных частиц $(\text{Nb,Ti})\text{C}$ и Cr_{23}C_6 (рисунок 7 г, д), которые идентифицировали по электронограммам (рисунок 7 ж, з). Частицы Cr_{23}C_6 распределены по границам зерен, а $(\text{Nb,Ti})\text{C}$ - в теле зерна. В СЛС-образцах после ТО и ГИП+ТО фазы Лавеса не обнаружены.

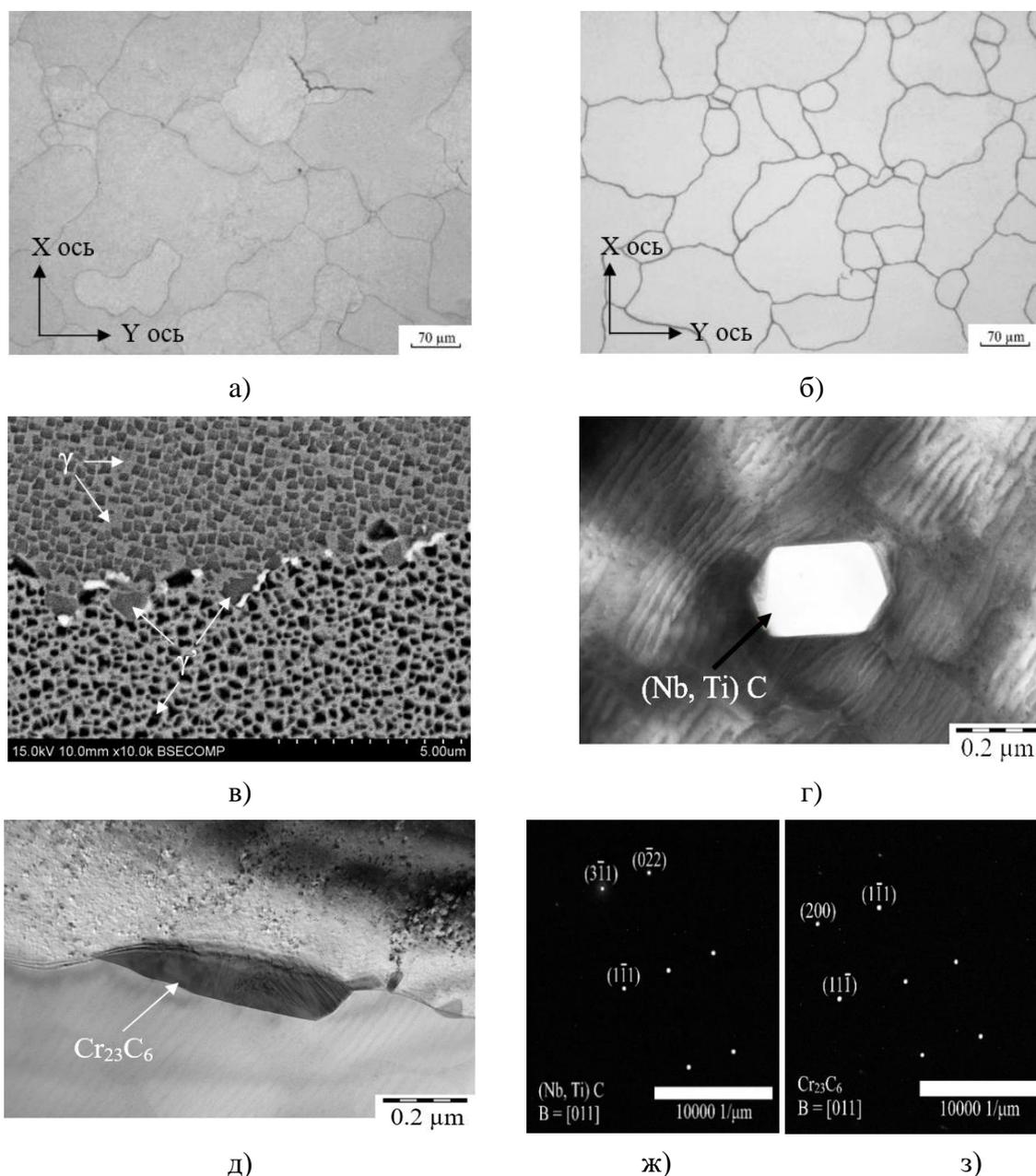


Рисунок 7 – Микроструктура СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ТО (а) и ГИП+ТО (б), исследованная методами ОМ (а, б), СЭМ (в) и ПЭМ (г-з)

Проведение ГИП для СЛС-образцов из сплава АЖК способствовало формированию зеренной структуры (рисунок 8 а) вследствие рекристаллизационных процессов и двухкратному уменьшению объемной доли пористости до 0,013 %. Характерные элементы СЛС-структур (лазерные треки и границы ванн расплава) на

макроуровне не обнаружены. Микроструктура сплава АЖК после ГИП (рисунок 8 б) представляет собой матрицу из твердого раствора на основе никеля, упрочненную выделениями интерметаллидными выделениями γ' - фазы с размерами до 3 мкм на границе зерен и до 1 мкм – в теле зерна. По морфологии агломераты частиц γ' - фазы в теле зерна можно классифицировать как переходную форму от октокуба к октодендриту. Сплав АЖК после ГИП отличается меньшей объемной долей γ' -фазы по сравнению с ЭП741НП, что обусловлено его меньшей степенью легированности. При исследовании структуры методом ПЭМ в объеме зерен обнаружены сферические частицы размерами до 40 нм (рисунок 8 в). По Фурье-преобразованиям (рисунок 8 г) вдоль оси зоны [011] установлено, что частицы относятся к карбиду (Ni,Mo)C. Кроме того, в прослойках γ -фазы выявлены частицы вторичной γ' -фазы кубической формы

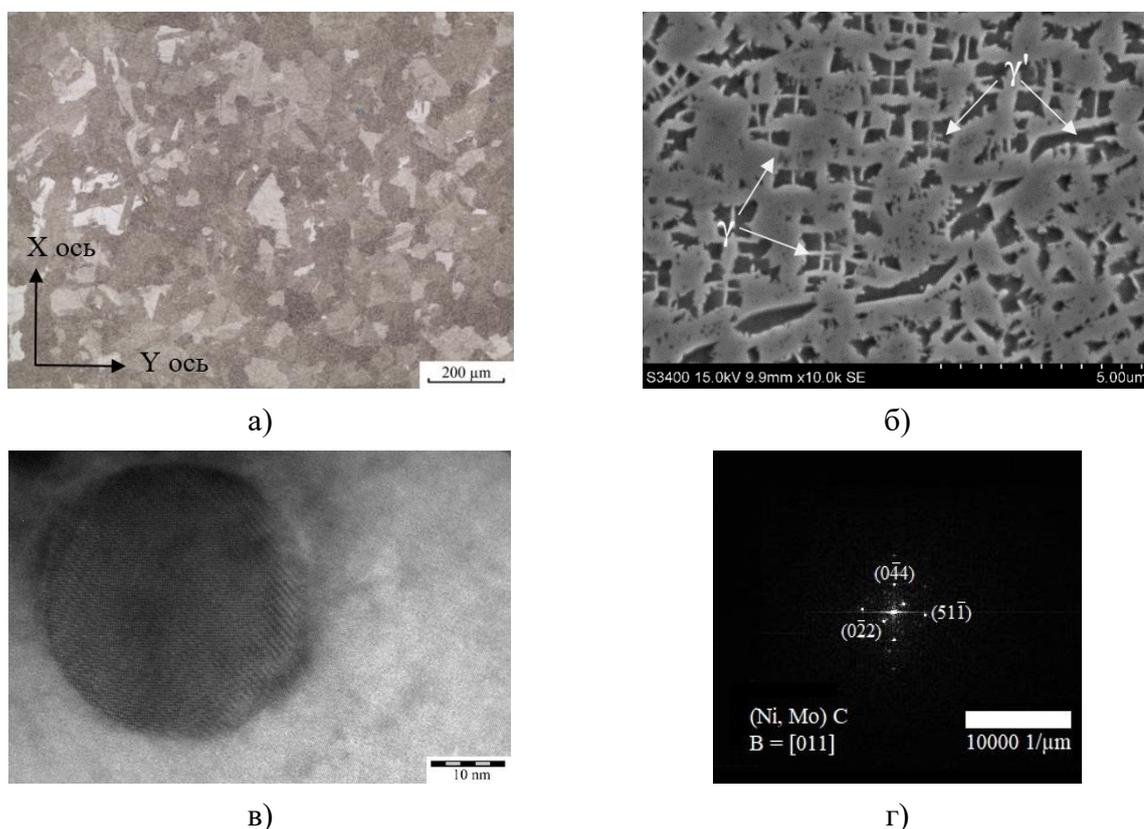


Рисунок 8 – Микроструктура СЛС-образцов из сплава АЖК после ГИП, исследованная методами ОМ (а), СЭМ (б) и ПЭМ (в, г)

После ТО зеренная структура образцов из сплава АЖК характеризуется более выраженной границей зерна (рисунок 9 а). Стоит отметить, что в отличие от сплава ЭП741НП в сплаве АЖК после ГИП и ТО зерна имеют более равноосный вид, а их размер в направлении оси Z не превышает 250 мкм. На рисунке 9 б представлена микроструктура

после ТО, исследованная методом СЭМ. Выявлено, 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. На рисунке 9 в представлено ПЭМ изображение одной из частиц, которую идентифицировали с помощью Фурье-преобразования (рисунке 9 г). Установлено, что частицы относятся к карбиду типа $Cr_{23}C_6$, который выделяется преимущественно по границам зерен.

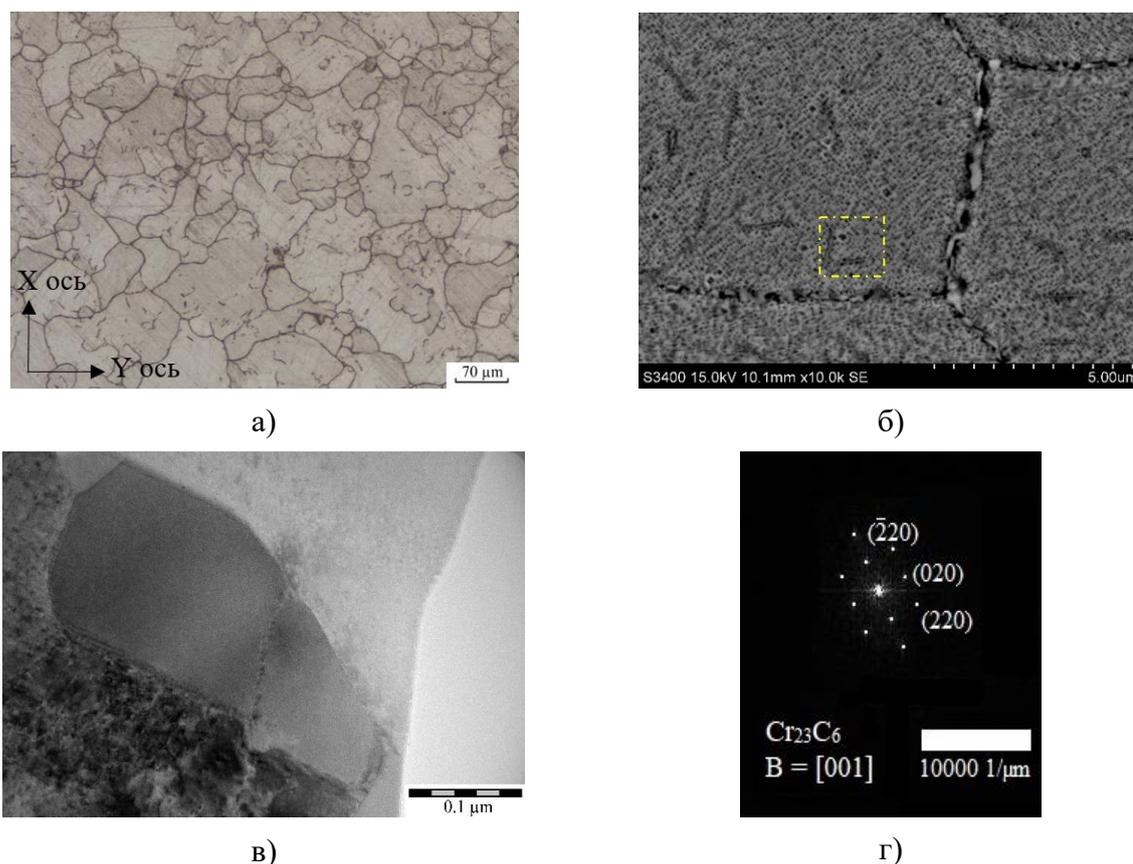


Рисунок 9 – Структура СЛС-образцов после ГИП и ТО, исследованная методами ОМ (а), СЭМ (б) и ПЭМ (в, г)

В пятой главе представлены результаты исследования физико-механических характеристик СЛС-образцов после проведения ГИП и ТО.

Изучено влияние постобработки на показатели твердости и ударной вязкости СЛС-образцов из сплава ЭП741НП. Установлено, что ТО способствует увеличению твердости сплава ЭП741НП на 40-50 HV как для СЛС-образцов, так и для образцов после ГИП, что обусловлено увеличением численной плотности когерентных выделений γ' -фазы в никелевой матрице и увеличением доли сложных карбидов вдоль межзеренных границ. После комплексной обработки ГИП+ТО зафиксировано значительное увеличение ударной вязкости до 57 ± 14 Дж/см² (вместо 11 ± 2 Дж/см² для СЛС-образцов), что связано с

устранением микротрещин, уменьшением пор, релаксацией остаточных упругих напряжений и изменением структурно-фазового состояния сплава.

В таблице 6 представлены результаты механических испытаний на растяжение при температуре 20 °С образцов из сплава ЭП741НП после ГИП и ТО, полученных под углами 0°, 45° и 90° по отношению к плите построения. 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. 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.

Таблица 6 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ГИП и ТО

Угол построения	Вид обработки	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
0 °	ГИП	1292 ± 19	810 ± 12	24,9 ± 4,4	19,7 ± 5,7
	ТО	1291 ± 29	995 ± 33	14,1 ± 1,9	9,7 ± 8,1
	ГИП+ТО	1455 ± 83	1023 ± 14	21,4 ± 6,7	17,3 ± 4,0
45 °	ГИП	1352 ± 51	912 ± 16	19,7 ± 4,6	26,4 ± 28,5
	ТО	1399 ± 60	1126 ± 20	12,0 ± 2,5	14,2 ± 6,8
	ГИП+ТО	1475 ± 52	1129 ± 22	16,3 ± 4,4	17,6 ± 14,1
90 °	ГИП	1265 ± 12	810 ± 13	28,3 ± 2,4	26,0 ± 3,3
	ТО	1370 ± 31	1029 ± 51	20,4 ± 2,0	25,3 ± 6,4
	ГИП+ТО	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)

ТО (без предварительного ГИП) приводит к увеличению свойств СЛС-образцов за счет формирования высокодисперсных когерентных упрочняющих выделений γ' -фазы. Однако, исходя из результатов исследований структуры, установлено, что в этих образцах присутствуют дефекты в виде пор и трещин, наследованные от процесса СЛС. Поэтому 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. Из таблицы 6 следует, что комплексная постобработка ГИП + ТО 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 существенно снижается, 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 обеспечивает увеличение прочности с сохранение пластичности на удовлетворительном уровне. Полученные результаты для СЛС-образцов после ГИП+ТО превышают паспортные значения сплава ЭП741НП, полученного методом классической гранульной металлургии.

В таблице 7 представлены результаты испытаний на растяжение при температурах 650 °С и 750 °С для СЛС-образцов, построенных под углом 90° после операций ГИП и ТО. Установлено, что максимальный уровень высокотемпературных характеристик достигается при проведении комплексной постобработки по схеме ГИП+ТО. Так, при температуре испытаний 650 °С 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 °С средний показатель свойств СЛС образцов увеличиваются на: σ_B – 239 МПа, $\sigma_{0,2}$ – 23 МПа, δ – 26,8 % и ψ – 27,1 %.

Таблица 7 – Механические свойства образцов из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС и СЛС+ГИП, СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО при $T_{исп} = 650$ °С и 750 °С

Состояние образцов	$T_{исп},$ °С	$\sigma_B,$ МПа	$\sigma_{0,2},$ МПа	$\delta,$ %	$\psi,$ %
СЛС	650	1146 ± 94	865 ± 24	2,3 ± 1,0	3,9 ± 3,3
	750	962 ± 24	851 ± 46	5,2 ± 5,4	8,5 ± 2,7
СЛС+ГИП	650	1214 ± 77	839 ± 95	18,6 ± 6,8	18,9 ± 4,7
	750	1030 ± 52	753 ± 29	21,0 ± 12,3	20,2 ± 5,2
СЛС+ТО	650	1163 ± 22	872 ± 44	7,5 ± 1,6	12,1 ± 4,5
	750	1140 ± 65	866 ± 25	12,7 ± 5,6	12,9 ± 5,5
СЛС+ГИП+ТО	650	1290 ± 43	911 ± 27	17,2 ± 2,4	27,4 ± 2,7
	750	1201 ± 21	874 ± 20	32,0 ± 1,1	35,6 ± 10,1
Паспорт*	650	1196	813	15	26
	750	1098	853	22	31

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

В случае СЛС-образцов из сплава АЖК проведение технологической операции ГИП способствует увеличению твердости (таблица 8) на 32 HV до значения 368 HV. Максимальное увеличение твердости на 105 HV происходит после ТО за счет равномерного выделения в никелевой матрице когерентной мелкодисперсной γ' -фазы. Результаты испытаний образцов на растяжение при комнатной температуре в состояниях СЛС+ГИП, СЛС+ТО и СЛС+ГИП+ТО представлены в таблице 8. Показано, что постобработка 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 γ' -фазы в матричной γ -фазе, что приводит к максимальному упрочнению СЛС-образцов. Из представленных результатов следует, что требуемый уровень механических характеристик синтезированного материала сплава АЖК достигается в результате постобработки по схеме ГИП+ТО.

Таблица 8 – Механические свойства СЛС-образцов из сплава АЖК после ГИП и ТО при $T_{\text{исп}} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$

Состояние образцов	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	Твердость в плоскости XY, HV	Твердость в плоскости YZ, HV
СЛС+ГИП	1260±6	858±6	29,4±3,1	28,1 ±6,5	368±23	365±19
СЛС+ТО	1394±14	1042±52	17,5±3,0	21,1±8,8	440±29	436±21
СЛС+ГИП+ТО	1396±22	1064±11	19,0±3	20,0±8,0	441±13	433±14
Паспорт*	1312	878	14	11	-	-

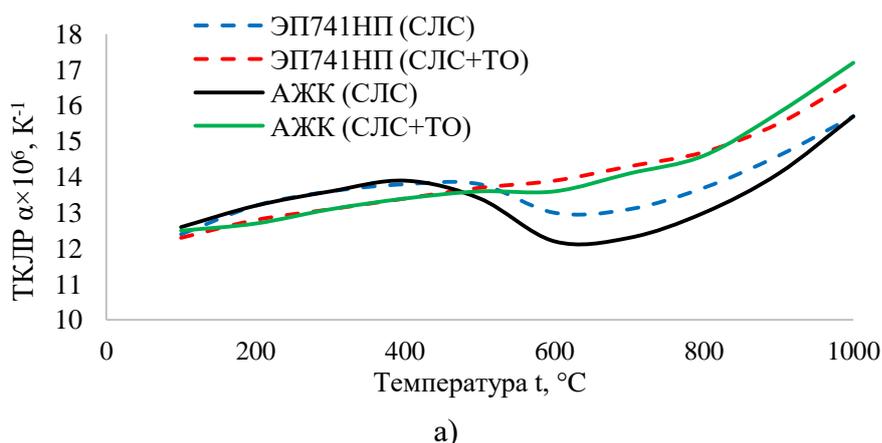
Механические свойства на растяжение сплава АЖК при температурах испытаний 650 и 750 °С в сравнении с паспортными данными приведены в таблице 9. Установлено, что для достижения необходимого уровня эксплуатационных свойств также необходимо проведение комплексной постобработки по схеме ГИП+ТО. Так эволюция структуры приводит к увеличению свойств СЛС-образцов при температуре 650 °С на: $\sigma_{\text{в}}$ – 332 МПа (37 %); $\sigma_{0,2}$ – 220 МПа (32 %) и $\sigma_{\text{в}}$ – 367 МПа (51 %); $\sigma_{0,2}$ – 357 МПа (64 %) при температуре 750 °С, соответственно. Следует отметить, что свойства образцов сплава марки АЖК, изготовленных по технологии СЛС+ГИП+ТО, превосходят паспортные значения.

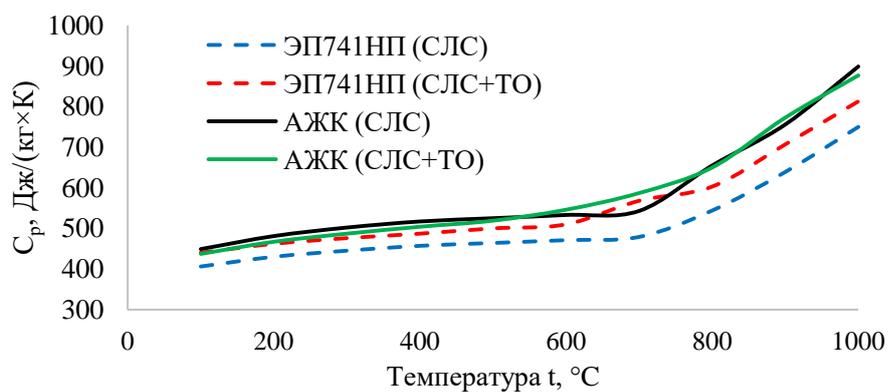
Таблица 9 – Механические свойства образцов из сплава АЖК в состоянии СЛС и СЛС+ГИП+ТО при $T_{исп} = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $750\text{ }^{\circ}\text{C}$

Состояние образцов	T исп., $^{\circ}\text{C}$	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
СЛС	650	908 ± 19	695 ± 12	$24,0 \pm 3,1$	$30,7 \pm 2,8$
	750	718 ± 19	553 ± 29	$27,8 \pm 2,6$	$35,1 \pm 6,7$
СЛС+ГИП+ТО	650	1240 ± 25	915 ± 12	$15,8 \pm 1,5$	$17,5 \pm 2,0$
	750	1085 ± 23	910 ± 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)

На рисунке 10 представлены результаты определения ТКЛР и удельной теплоемкости C_p для сплавов ЭП741НП и АЖК в состоянии СЛС и СЛС+ТО. Зависимость ТКЛР от температуры для СЛС-образцов имеет схожий нелинейный характер и участок снижения ТКЛР в интервале температур от 400 до 600 $^{\circ}\text{C}$, что предположительно связано с релаксацией остаточных термических напряжений. ТКЛР для СЛС образцов после ТО закономерно увеличивается с ростом температуры испытания, что обеспечивается более стабилизированной структурой сплавов и минимизацией внутренних напряжений. Показатель C_p увеличивается с ростом температуры испытания для всех исследованных образцов. При этом, проведение ТО способствует некоторому повышению значений C_p для сплава ЭП741НП и практически не влияет на значения C_p для сплава АЖК.





б)

Рисунок 10 – Температурные зависимости физических характеристик ТКЛР (а) и теплоемкости (б) для сплавов ЭП741НП и АЖК в состоянии СЛС и СЛС+ТО

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 11. 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, $\sigma_{\text{пц}} = 573$ МПа) по сравнению с СЛС-образцами после газостатической обработки ($\sigma_B = 940$ МПа при $\ln(\varepsilon) = 0.165$, $\sigma_{0.2} = 620$ МПа, $\sigma_{\text{пц}} = 530$ МПа), что объясняется структурными различиями. Применение постобработки по схеме ГИП + ТО приводит к максимальному увеличению механических свойств СЛС-образцов ($\sigma_B = 1127$ МПа при $\ln(\varepsilon) = 0.211$, $\sigma_{0.2} = 763$ МПа, $\sigma_{\text{пц}} = 656$ 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.

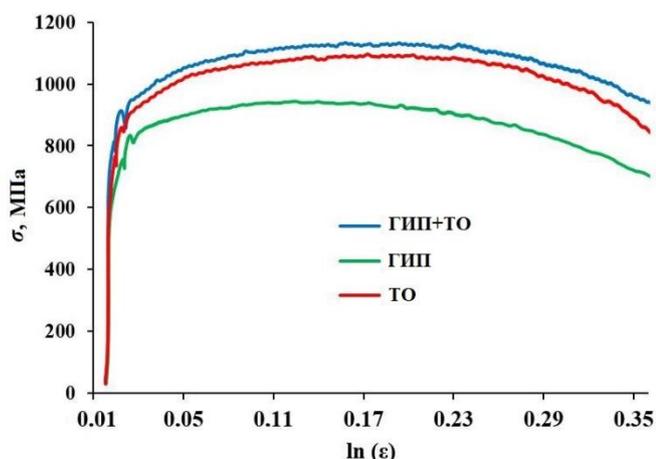


Рисунок 11 – Диаграммы «истинное напряжение сжатия (σ) – логарифмическая деформация ($\ln(\varepsilon)$)» для СЛС-образцов ЭП741НП после ГИП, ТО и ГИП+ТО, записанные при 900 °С и скорости деформации $\sim 0,01$ с⁻¹

Для детального изучения структурных превращений при деформации и разрушении образцов, полученных методом СЛС с последующими операциями ГИП и ТО, проводились in-situ исследования механизмов деформации при растяжении в колонне ПЭМ. На рисунке 12 показан характер распространения трещин. Видно, что трещина взаимодействует с частицами карбидов $(Nb,Ti)C$ и $Cr_{23}C_6$, которые создают дополнительное сопротивление, приводящие к изменению траектории ее распространения, повышая прочность сплава.

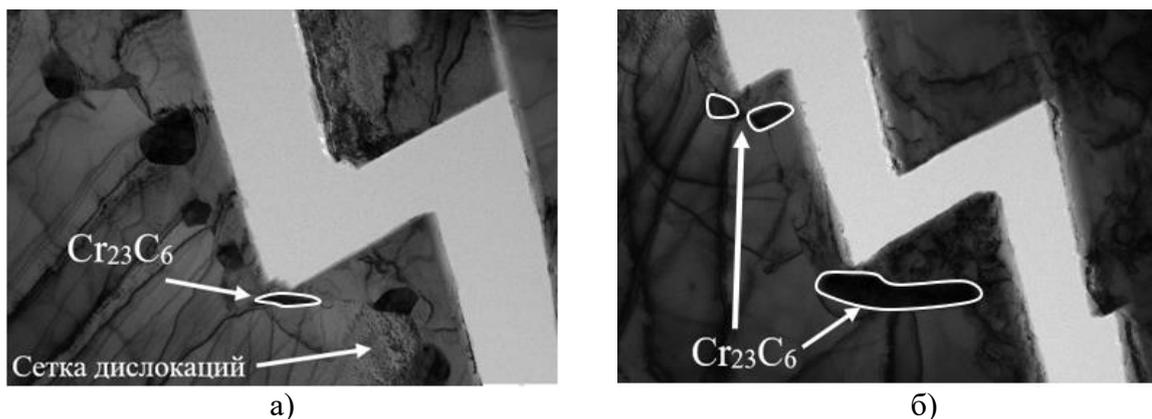
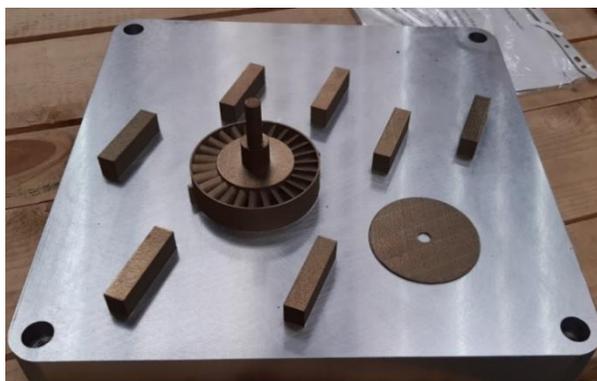


Рисунок 12 – ПЭМ изображения распространения трещины в экспериментальном образце из сплава ЭП741НП в состоянии СЛС при растяжении на 160 нм

В шестой главе представлены сложнопрофильные детали, полученные по разработанной технологии. На рисунке 13 представлена деталь типа «крыльчатка» из сплавов ЭП741НП и деталь типа «эжектор» из сплава АЖК. На рисунке 13 в, г к выращенным деталям представлены карты отклонений геометрических размеров. Из рисунка 13 в видно, что геометрия детали «крыльчатка» соответствует электронной модели. Для детали типа «эжектор» наблюдается некоторое отклонения геометрических параметров детали от заданных значений (отмечены синим цветом). Данные отклонения не являются критичными и не мешают функциональности изделия. По результатам в исходную электронную модель внесли корректировки по отклонениям.



а)



б)

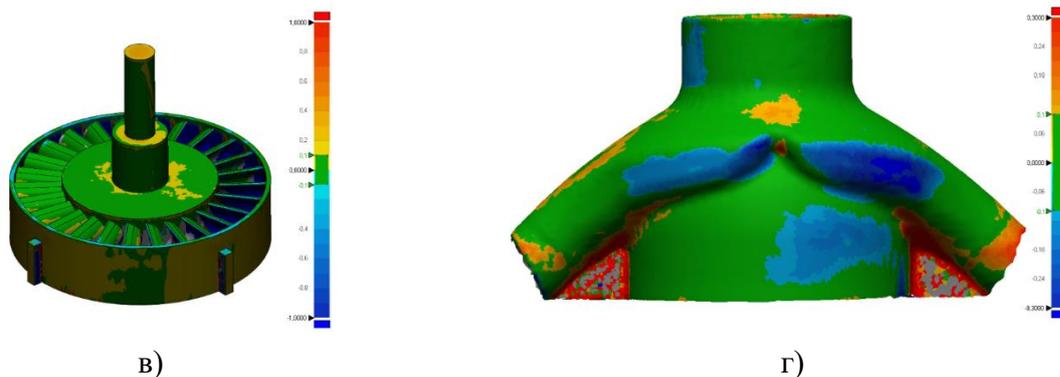


Рисунок 13 – Внешний вид детали типа «крыльчатка» из сплава ЭП741НП (а), детали типа «эжектор» из сплава АЖК (б) и карты наложений исходной электронной модели и результатов измерений (в, г)

На рисунке 14 а представлены результаты компьютерной томографии для детали типа «крыльчатка» и образцов-свидетелей. Установлено, что в объеме заготовок дефекты размером более 30 мкм отсутствуют. Результаты компьютерной томографии детали типа «эжектор» (рисунок 14 б) 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 смещения 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.

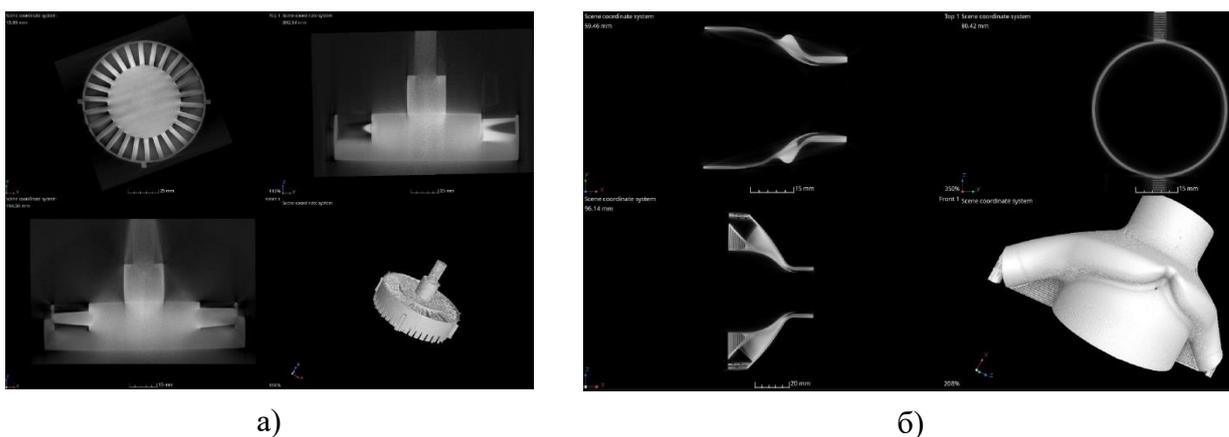


Рисунок 14 – Результаты компьютерной томографии детали типа «крыльчатка» (а) и детали типа «эжектор» (б)

Основные выводы и результаты работы

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 значений: $\sigma_{\text{в}} = 1085 \pm 55$ 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 МС 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 ± 2,4 % (в 7,5 раз); σ_B^{750} до 1201 ± 21 МПа (на 25 %), δ до 32,0 ± 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 алюминиды 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 основных публикаций по теме диссертации

Статьи, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК и входящие в базы данных Web of Science и Scopus:

1. Sentyurina Zh.A., **Baskov F.A.**, Loginov P.A., Kaplanskii Y.Y., Mishukov A.V., Logachev I.A., Bychkova 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.**, Сентюринна 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>

«Ноу-хау»: Логачев И.А., Гусаков М.С., Сентюринна 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.

Публикации в материалах научно-технических конференций:

1. Сентюринна 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.

2. 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.

3. **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.

4. **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.

5. **Басков Ф.А.**, Сентюрина 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.

6. 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.

7. 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. Черногоровка/ Сборник с. 230-231.

8. **Басков Ф.А.**, Сентюрина 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.

9. **Басков Ф.А.**, Сентюрина 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.

10. **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.

11. **Басков Ф.А.**, Сентюрин 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.

12. **Басков Ф.А.**, Сентюрин 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.