

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
«МИСИС»
(НИТУ «МИСиС»)

На правах рукописи

Хомутов Максим Геннадьевич

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА,
ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ**

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

кандидат технических наук,

старший научный сотрудник Чеверикин В.В.

Научный консультант:

кандидат технических наук,

заместитель директора Петровский П.В.

Москва, 2018

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1 Аналитический обзор литературы	9
1.1 Технологии аддитивного производства металлических изделий	9
1.2 Производство металлических изделий методом СЛП	12
1.2.1 Физические параметры процесса СЛП	14
1.2.2 Дефекты получаемых методом СЛП изделий и способы их устранения	15
1.2.3 Моделирование остаточных напряжений и коробления изделий, получаемых методом СЛП	21
1.3 Структура никелевых сплавов, полученных методом СЛП	23
1.4 Применение сплава ЭП708 в промышленности	29
Выводы по обзору литературы	32
2 Материалы и методика исследования	33
2.1 Материалы и объекты исследования	33
2.2 Горячее изостатическое прессование (ГИП)	33
2.3 Термическая обработка	34
2.4 Методики проведения исследований и испытаний	34
2.4.1 Методика определения текучести и насыпной плотности порошка	34
2.4.2 Методика определения гранулометрического состава порошка	34
2.4.3 Металлографические исследования	35
2.4.4 Растровая электронная микроскопия (РЭМ) и микрорентгеноспектральный анализ	35
2.4.5 Измерение плотности	36
2.4.6 Дилатометрический анализ	36
2.4.7 Определение теплоемкости и дифференциальный термический анализ (ДТА)	36
2.4.8 Термодинамические расчеты	37
2.4.9 Определение коэффициента теплопроводности	38
2.4.10 Определение вязкости расплава методом крутильных колебаний	38
2.4.11 Определение механических свойств на сжатие при повышенных температурах	39
2.4.12 Механические испытания на растяжение	41
2.4.13 Испытания на усталостную выносливость	42
2.4.14 Методика моделирования плавления порошкового слоя, коробления и остаточных напряжений изделий, получаемых методом СЛП	42
2.4.15 Методика определения пористости с помощью компьютерной томографии	42
2.4.16 Методика статистической обработки результатов эксперимента	43
3 Экспериментальная часть	44
3.1 Исследование характеристик порошка сплава ЭП708	44
3.2 Подбор оптимальных параметров СЛП для изготовления изделий из сплава ЭП708	48

3.3 Анализ микроструктуры и механических свойств образцов из сплава ЭП708, полученных методом СЛП	55
3.3.1 Анализ микроструктуры образцов сплава ЭП708	55
3.3.2 Механические испытания на растяжение	67
3.3.3 Определение усталостных характеристик сплава ЭП708, полученных методом СЛП и горячей прокатки	70
3.3.4 Оценка механических свойств на сжатие при повышенных температурах образцов сплава ЭП708	73
3.3.5 Оптимизация режима термической обработки сплава для ЭП708, полученного методом СЛП	77
Выводы по разделу 3	83
4 Моделирования плавления порошкового слоя, коробления и остаточных напряжений изделий, получаемых методом СЛП	85
4.1 Определение теплофизических и механических свойств сплава ЭП708, необходимых для моделирования	85
4.2 Моделирование плавления порошкового слоя	97
4.3 Моделирование остаточных напряжений и коробления изделий из сплава ЭП708 во время выращивания методом СЛП	102
Выводы по главе 4	110
ВЫВОДЫ	111
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	113
ПРИЛОЖЕНИЕ А Карты распределения элементов по объему частиц порошка ЭП708	123
ПРИЛОЖЕНИЕ Б	
Кривые релаксации напряжений для сплава ЭП708 при разных температурах и степенях деформации	125
ПРИЛОЖЕНИЕ В Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ	127
ПРИЛОЖЕНИЕ Г	
Акт проведения механических испытаний в условиях ПАО «ОДК-УМПО»	128

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Селективное лазерное плавление (СЛП) – инновационная технология производства изделий сложной геометрической формы посредством избирательного лазерного плавления слоя металлического порошка по САД-моделям. С помощью СЛП создают как точные металлические детали для работы в составе узлов и агрегатов, так и неразборные конструкции. Данная технология является методом аддитивного производства и использует лазеры высокой мощности для создания трехмерных физических объектов. СЛП успешно заменяет традиционные методы производства, так как свойства изделий, построенных по технологии СЛП, зачастую превосходят свойства изделий, изготовленных по традиционным технологиям, при этом удельная плотность изделий достигает 99,9 %.

В настоящее время в аддитивном производстве среди жаропрочных никелевых в основном используют сплавы Inconel 718, Inconel 625, Nimonic 263. Данные сплавы являются зарубежными, соответственно, их использование в отечественной промышленности затруднено, особенно в области авиастроения. Отечественные производители изготавливают, в основном, порошки для аддитивного производства следующих марок жаропрочных никелевых сплавов: ВЖ159, ЖС6У, ВКНА-1В и ЭП648 (ФГУП «ВИАМ»); ПР-08ХН53БМТЮ (аналог зарубежного сплава IN718, АО «Полема»); гранулы ЭП741НП, АЖК и ЖС32 (ОАО «Композит»). Такую малую номенклатуру производимых порошковых материалов на никелевой основе для аддитивного производства, а именно для технологии селективного лазерного плавления, производители объясняют сложностью получения порошкового материала заданного состава. Следовательно, с целью расширения применения марок жаропрочных никелевых сплавов для аддитивного производства в отечественной промышленности, необходимо проводить комплексные исследования с разработкой готовых технологических решений и обоснования преимущества их применения в производстве для основных потребителей: авиапромышленности и аэрокосмической отрасли.

Одним из широко используемых жаропрочных никелевых сплавов, применяемых в самолетостроении, является деформируемый сплав ХН62ВМЮТ-ВД (ЭП708). Из данного сплава производят изделия с широкой номенклатурой. Применение сплава ЭП708 для изготовления изделий методом селективного лазерного плавления требует полной разработки технологии получения изделий. Оптимизация данной технологии позволит сократить временные и экономические затраты на производство изделий со сложной геометрией.

Целью работы является исследование структуры и свойств сплава ЭП708, полученного методом селективного лазерного плавления и разработка технологии производства изделий сложной формы из сплава ЭП708 методом СЛП.

Для достижения поставленной цели определены следующие задачи:

- проведение сравнительных структурных исследований и выявление взаимосвязи со свойствами материала образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, в зависимости от вида термической и термомеханической обработки;
- разработка технологии получения изделий с заданными характеристиками из сплава ЭП708 методом селективного лазерного плавления с использованием моделирования процессов плавления порошкового слоя и коробления изделия.

Научная новизна

1. Установлено, что для никелевых сплавов с содержанием углерода 0,3 – 0,5 % вес. в процессе селективного лазерного плавления при скоростях кристаллизации микрообъемов металла порядка 10^4 К/с, происходит ликвация легирующих элементов, на границы зерен, что приводит к выделению в процессе последующей термической и термомеханической обработки карбидов типа $M_{23}C_6$ по границам зерен и определяет уровень механических свойств материала.

2. Установлено, что при использовании процесса горячего изостатического прессования для никелевых сплавов типа ЭП708 с содержанием углерода 0,3 – 0,5 % вес., полученных методом СЛП, при нагреве до температур 1140 °С, характерных для термообработки проката, происходит выделение карбидов типа $M_{23}C_6$ в виде пластин, расположенных по границам зерен, что резко снижает уровень механических свойств, и в первую очередь пластичность при повышенных температурах и усталостную выносливость при знакопеременных нагрузках. Для данного типа никелевых сплавов необходимо использовать температуру ГИП, при которой происходит равномерное выделение компактных карбидов типа M_6C по всему объему. Для сплава ЭП708 эта температура составляет 1095 °С.

3. Расчетным методом изучены особенности фазовых трансформаций в условиях равновесной и неравновесной кристаллизации для сплава ЭП708. Теоретически обоснован вывод о характере выделения карбидов типа $M_{23}C_6$ и M_6C в процессе термообработки сплава ЭП708, полученного методом СЛП, при различных температурах. При температуре 1140 °С, характерной для термообработки проката из данного сплава, за счет неполного выделения в процессе СЛП карбидов в условиях высоких скоростей кристаллизации, при температуре отжига 1140 °С происходит выделение карбидов типа $M_{23}C_6$ преимущественно по границам зерен. Чтобы избежать этого, необходимо использовать температуру термической обработки,

совмещенной с ГИП, 1075 °С, при которой происходит равномерное выделение компактных карбидов типа M_6C .

4 Экспериментальными методами получены температурные зависимости релаксации напряжений после пластической деформации (в интервале от 600 до 1100 °С), вязкости расплава (от 1370 до 1650 °С), теплопроводности (от 300 до 1000 °С), упругих констант (от 20 до 1100 °С) и теплоемкости (от 100 до 950 °С) для образцов из сплава ЭП708, изготовленных методом селективного лазерного плавления. С использованием полученных данных проведено моделирование процессов плавления порошкового слоя, распределения остаточных напряжений и коробления изделия типа «Элемент камеры сгорания» в процессе СЛП с использованием программы конечно-элементного моделирования ESI Additive Manufacturing (ESI Group).

Практическая значимость

1. Установлены параметры технологического процесса селективного лазерного плавления, при которых обеспечивается получение сложнопрофильных изделий из сплава ЭП78 методом селективного лазерного плавления с уровнем остаточной пористости не более 1% при использовании порошка никелевых сплавов с фракцией 40-80 мкм, полученного методом плазменного центробежного распыления. Плотность подводимой к порошковому слою толщиной 60 мкм энергии должна составлять 80-90 Дж/мм³ что соответствует следующим параметрам: мощность лазера: 250 Вт, скорость сканирования: 600 мм/с, расстояние между треками: 80 мкм. При этом необходимо обеспечить повторное переплавление слоя или за счет уменьшения расстояния между траекториями лазера в соседних валиках, или же путем повторного прохода лазера в слое между образованными валиками. При заданных параметрах и последующих обработках (ГИП, термической обработки) достигается уровень механических свойств сплава ЭП708 согласно ТУ 14-1-1018-98.

2. Структура и свойства сплава ЭП708, полученных методом СЛП, существенно зависят от технологических параметров производства изделий. Оптимальными параметрами получения изделий из сплава ЭП708 для фракционного состава исходного порошка от 40 до 80 мкм достигается при использовании следующих параметров: мощность лазера 250 Вт, скорость движения 600 мм/с, расстояние между треками 80 мкм. При заданных параметрах и последующих обработках (ГИП, термической обработки) достигается уровень механических свойств сплава ЭП708 согласно ТУ 14-1-1018-98.

3. Определен оптимальной режим горячего изостатического прессования изделий из сплава ЭП708, полученных методом селективного лазерного плавления: 1075 °С, 2 час,

150 МПа в атмосфере аргона. При данном режиме происходит выделение карбидов компактной формы по всему объёму образца, что приводит к оптимальным механическим свойствам.

4. Создана база данных физических и физико-механических свойств сплава ЭП708, которая позволяет осуществлять численное моделирование процесса плавления порошкового слоя в результате воздействия лазерного луча с определением температурных полей и образования пор (моделирование на микроуровне) и процесса выращивания изделия с определением термических напряжений и коробления в процессе СЛП до и после снятия изделия с платформ построения (моделирование на макроуровне). Адаптирована и опробована в промышленных условиях модель получения изделий типа «Элемент камеры сгорания» методом СЛП с использованием созданной базы данных

Положения, выносимые на защиту:

- температурные зависимости механических и физических свойств сплава ЭП708, полученного методом СЛП;
- влияние термической и термомеханической обработки на микроструктуру и механические свойства сплава ЭП708, полученного методом СЛП;
- технология получения сложнопрофильных изделий типа «Элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708 методом СЛП.

Апробация работы:

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на следующих научных конференциях:

1. III Международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее», Москва, ФГУП «ВИАМ», 23 марта 2017 г.
2. «Аддитивное производство. Методы обеспечения качества изделий аддитивного производства. Применение компьютерной томографии», Москва, ФГУП «ЦИАМ им. П.И. Баранова», 17.11.2016 г.
3. VIII Всероссийская научно-техническая конференция молодых специалистов, г. Уфа, ПАО «ОДК-УМПО», 29 сентября 2017 г.

Основное содержание диссертации опубликовано в 3 печатных работах, 2 из них в изданиях, рекомендованных ВАК. По результатам работы зарегистрировано 1 НОУ-ХАУ.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 4 глав, 6 выводов, библиографического списка из 115 наименований, 4 приложений. Работа изложена на 128 страницах машинописного текста, содержит 80 иллюстраций и 23 таблицы.

Работа выполнена в рамках проекта К1-2016-030 "Гибридное Аддитивное-Субтрактивное Производство на основе Холодного Напыления и лазерной обработки (ГАСХОН)".

Достоверность научных результатов

Достоверность научных результатов подтверждается использованием современных методик исследования, аттестованных измерительных установок и приборов, а также применением метода планирования эксперимента и статистической обработки экспериментальных данных. Текст диссертации и автореферат проверен на отсутствие плагиата с помощью программы «Антиплагиат» (<http://antiplagiat.ru>).

1 Аналитический обзор литературы

1.1 Технологии аддитивного производства металлических изделий

Технологии аддитивного производства, также известного как 3D – печать, стали доступны в конце 1980-х годов и использовались для изготовления моделей и прототипов преимущественно из неметаллических материалов (лазерная стереолитография, печать из гипсовых порошковых материалов, печать из пластиков и др.). За десятилетия своего существования аддитивное производство активно развивалось, и в настоящее время является одной из самых передовых технологий производства готовых изделий [1]. Аддитивное производство подразумевает послойное формирование и отвердевание исходного материала (преимущественно порошкового) в заданной конфигурации, как правило, под воздействием энергии лазера, управляемого компьютером. Сначала созданная CAD – модель (Computer Aided-Design) изделия в специальной программе разбивается на тонкие слои, а затем изделие формируется путем выборочной консолидации или осаждения слоев материала под воздействием лазерного пучка, движущегося по заданной траектории [1–5].

В настоящее время аддитивное производство подразделяют на два больших направления [3]:

- быстрое прототипирование (Rapid Prototyping), которое означает производство прототипов, средств визуального проектирования, сборочных частей, используемых на этапе разработки изделия, и они не должны соответствовать характеристикам готовых изделий;

- быстрое производство (Rapid Manufacturing), что означает производство функциональных изделий, предназначенных для использования в качестве готовых продуктов, т.е. такие изделия должны отвечать предъявляемым к ним требованиям и иметь заданные характеристики.

Но, тем не менее, в литературе нет устоявшейся классификации для аддитивных технологий. Разные авторы классифицируют их по: формированию слоя; фиксации слоя; применяемым материалам; видам и подводу энергии для фиксации слоя и др. [1, 6]. Но, в общем, металлические изделия могут быть получены с использованием технологий аддитивного производства как «косвенным» способом, при котором используется некое связующее вещество для связывания частиц металла, образующих трехмерную деталь, после чего требуется некоторая последующая обработка или дополнительный технологический процесс; или «прямого» способа, в котором частицы металла полностью расплавляются в процессе, чтобы сразу сформировать готовое изделие [7]. Кроме того, металлические детали могут быть изготовлены с использованием оболочек, сердечников или восковых моделей,

изготовленных с помощью аддитивных технологий для литья по выплавляемым моделям или под давлением [8]. Классификация технологий аддитивного производства металлических изделий приведена на рисунке 1.1.



Рисунок 1.1 – Классификация технологий аддитивного производства металлических изделий [7]

Рассмотрим более подробно технологии аддитивного производства прямого получения готовых изделий, краткая характеристика которых приведена в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Технологии аддитивного производства с применением металлических порошков [7]

Название	Подготовка материала	Техника обработки слоя	Фазовые изменения	Типичные материалы	Применение
Селективное лазерное плавление	порошковый слой	сканирование лазером	полное плавление	металлический порошок	инструменты, функциональные детали
Плавление электронным лучом	порошковый слой	сканирование электронным пучком	полное плавление	металлический порошок	инструменты, функциональные детали
Прямое лазерное выращивание	подача порошка через сопло	прямая подача и плавление порошка лазером	полное плавление	металлический порошок	инструменты, ремонт металлических изделий, функциональные детали

Селективное лазерное плавление (СЛП) представляет собой процесс аддитивного производства, который использует лазерный луч для избирательного плавления металлических частиц путем сканирования поперечных сечений изделия, имеющего заданную трехмерную форму на основе CAD – модели, на поверхности порошкового слоя. После сканирования порошкового слоя рабочий стол опускается на заданную толщину слоя, новый слой порошкового материала распределяется сверху, и процесс повторяется до завершения выращивания изделия [9–11]. Во время данного процесса металлический порошок полностью расплавляется под воздействием мощного лазерного излучения с образованием металлического слоя, который почти не содержит пор и не требует последующей обработки, что позволяет достигать уровня механических свойств изделия, равного или даже лучше, чем свойства катаных листов. Данный процесс сложно контролировать из-за большой подачи энергии на частицы порошка, что вызывает проблемы, такие как сгибание, развитие остаточного напряжения и коробление детали [9]. В настоящее время имеющиеся сплавы, используемые в этом процессе, включают нержавеющую сталь, кобальтовый хром, инконель и титан [7].

Плавление электронным лучом (ПЭЛ) – технология аддитивного производства, появившаяся совсем недавно, в некотором смысле она похожа на процесс СЛП, поскольку здесь также используется плавление в порошковом слое. Основное различие заключается в том, что в процессе ПЭЛ в качестве источника энергии используется электронный луч, а не лазерный, в камере с глубоким вакуумом [12–16]. Сформированные детали полностью плотные, практически не содержат пор и чрезвычайно прочные. По сравнению с СЛП, ПЭЛ обычно имеет более высокую скорость выращивания изделия из-за более высокой плотности энергии и более высокой скорости сканирования; однако, поверхность детали получается более шероховатой [7].

Прямое лазерное выращивание (ПЛВ) представляет собой технологию аддитивного производства, в которой, как и в СЛП, порошок полностью расплавляется лазерным лучом, что позволяет получать цельные беспористые изделия без необходимости последующей обработки. Основное различие между ПЛВ и СЛП заключается в подаче порошкового материала. В технологии ПЛВ порошковый материал с потоком инертного газа локально поставляется через специальное сопло под лазерный луч, тогда как в СЛП изделие изготавливается в порошковом слое [17–21]. ПЛВ также позволяет наращивать слои материала непосредственно на поверхностях готовых изделий, и, следовательно, данную технологию можно использовать для ремонта и защиты от износа и коррозии изделий [21].

1.2 Производство металлических изделий методом СЛП

Селективное лазерное плавление (СЛП) является одной из широкоприменяемых в настоящее время технологий аддитивного производства, основанной на использовании энергии лазера для плавления и кристаллизации контура готового изделия в порошковом слое (металлических, полимерных, композитных или керамических материалов) заданной толщины, при послойном получении готового изделия [7, 9–11, 22].

Процесс СЛП состоит из ряда этапов: от подготовки трехмерной CAD-модели к удалению готового изделия с платформы построения. Прежде чем данные CAD-модели будут загружены на станцию управления установки СЛП для производства детали, файлы STereoLithography (STL-файлы) модели изделия должны быть обработаны специальным программным обеспечением, таким как Magics, для обеспечения структур поддержек у любых «нависающих» или находящихся незакрепленными к основному массиву частей детали и для создания данных среза для лазерного сканирования отдельных слоев. Процесс строительства начинается с укладки тонкого слоя металлического порошка на подложку в камере построения. После укладывания порошка для расплавления используют лазер с высокой плотностью энергии и сплавляют выбранные области в соответствии с обработанными данными. Как только лазерное сканирование завершено, строительная платформа опускается, на верхний слой наносят следующий слой порошка, и лазер сканирует новый слой. Затем процесс повторяется для последовательных слоев порошка до тех пор, пока необходимые компоненты не будут полностью построены. На рисунке 1.2 приведена принципиальная схема рабочей камеры установки СЛП. Параметры процесса, такие как мощность лазера, скорость сканирования, интервал штриховки и толщина слоя, регулируются таким образом, чтобы один вектор расплава мог полностью сливаться с соседними векторами расплава и предшествующим слоем. Как только процесс лазерного сканирования завершен, из строительной камеры удаляются свободные порошки, и изделие может быть отделено от платформы вручную или посредством механической обработки. Помимо подготовки и удаления готового изделия со строительной платформы, весь процесс автоматизирован [22]. Рисунок 1.3 иллюстрирует концепцию процесса построения готового изделия методом СЛП.

Во время процесса СЛП камера построения, как правило, заполняется инертным газом (азотом или аргоном) для защиты от окисления. Кроме того, некоторые из установок СЛП способны обеспечить подогрев либо подложки (платформы построения), либо всей камеры построения для уменьшения уровня остаточных напряжений и предотвращения коробления изделия. Толщину порошкового слоя обычно задают от 20 до 100 мкм. Такие значения

выбирают как баланс между достижением высокого разрешения при сканировании и обеспечением хорошей текучести порошка при насыпании слоя [24]. Порошки с более крупными размерами частиц приводят к уменьшению разрешающей способности при сканировании и устойчивости к росту (неравномерному росту изделия), в то время как порошки с частицами меньших размеров имеют склонность к агломерации из-за сил Ван-дер-Ваальса, что снижает текучесть порошка и, следовательно, влияет на равномерность распределения порошкового слоя по поверхности [22].

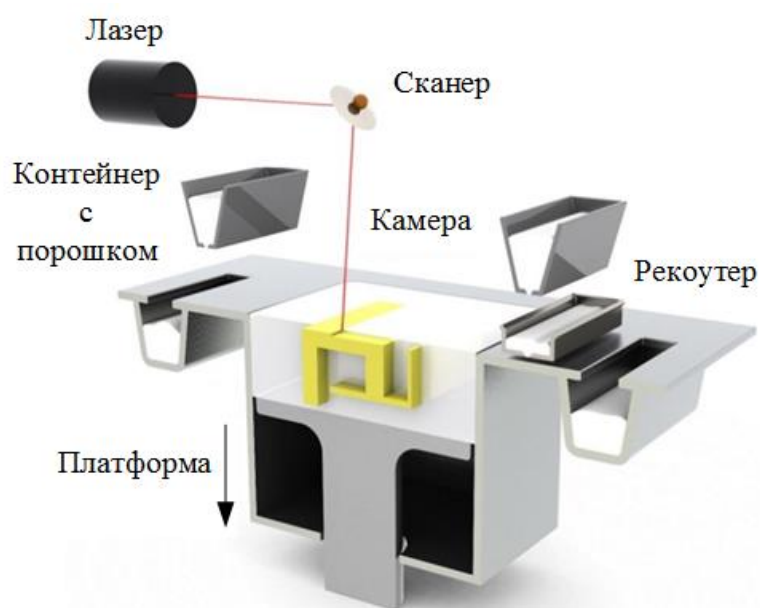


Рисунок 1.2 – Принципиальная схема рабочей камеры установки СЛП [23]

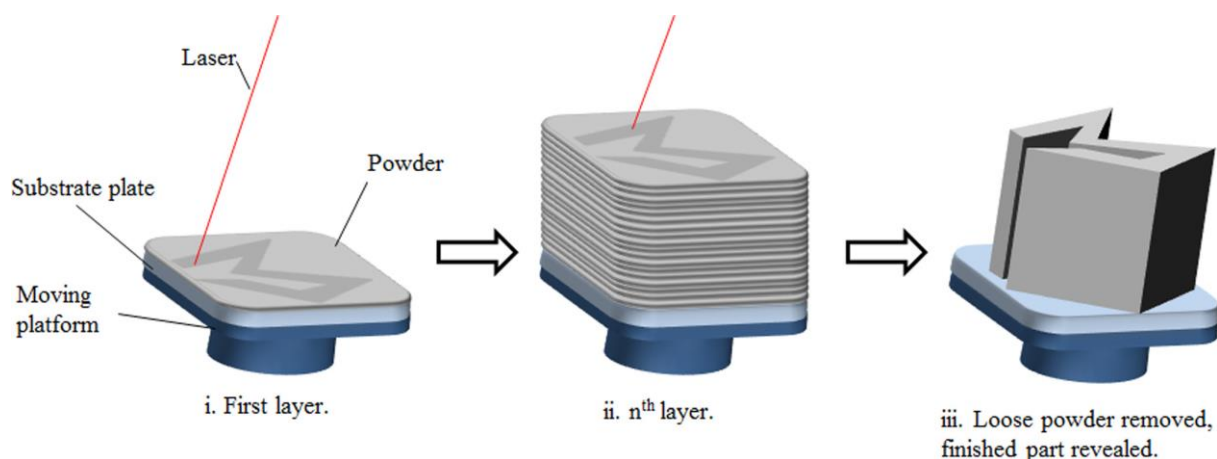


Рисунок 1.3 – Концепция процесса СЛП: (1) Лазер высокой мощности расплавляет избирательные области порошкового слоя; (2) Процесс является повторяющимся для последующих слоев; (3) Недействующий в изготовлении детали порошок удаляют и снимают деталь с платформы [22]

1.2.1 Физические параметры процесса СЛП

СЛП включает в себя такие процессы, как: нагрев и плавление порошкового материала лазерным лучом, и быстрое затвердевание расплавленного материала с формированием необходимого сечения детали. Существует несколько физических явлений, которые важны для процесса, такие как поглощаемость лазерного излучения порошковым материалом, явления свертывания капель расплава, которые нарушают образование непрерывных слоев, и тепловые флуктуации, испытываемые материалом во время процесса, которые могут привести к образованию трещин и повреждению выращиваемого изделия [22].

Для оптимизации технологии получения изделий методом СЛП обычно выделяют следующие основные параметры: мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между треками и толщина слоя. На рисунке 1.4 представлена визуализация этих параметров процесса, которые обычно подбирают в зависимости от типа металлического порошка (состава, размера частиц и прочее).

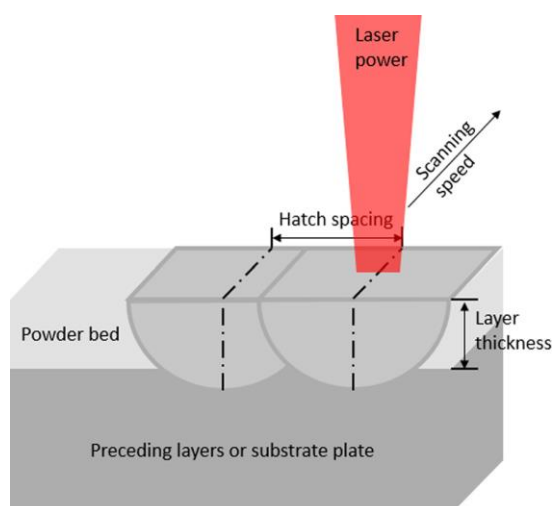


Рисунок 1.4 – Параметры процесса СЛП: мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между треками и толщина слоя [22]

Связь между данными параметрами лазера и стратегии выращивания определяет количество энергии, получаемой порошковым материалом, что впоследствии оказывает большое влияние на структуру и свойства готового изделия. Плотность энергии (Дж/м^3) связывает мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между треками и толщину порошкового слоя [25–28]:

$$E = \frac{P}{vht}, \quad (1.1)$$

где P – мощность лазера, Дж/с;
 v – скорость сканирования, м/с;
 h – расстояние между треками, м;
 t – толщина порошкового слоя, м.

При нагревании и плавлении необходимо учитывать теплоемкость и скрытую теплоту плавления. Они сильно зависят от материала и пропорциональны расплавленной массе. Недостаточная плотность энергии, обычно являющаяся результатом комбинации низкой мощности лазера, высокой скорости сканирования и большой толщины слоя, часто приводит к образованию капель из-за отсутствия смачивания расплава с предыдущим слоем [29]. Однако, высокая скорость лазера и низкая скорость сканирования могут привести к экстенсивному испарению материала и эффекту «замочной скважины» [30]. Кроме того, малая дистанция между треками часто приводит к увеличению пористости в выращиваемых изделиях, поскольку смежные линии расплава не сливаются полностью. Кроме того, испарение материала во время СЛП часто приводит к конденсации улетучившихся веществ на оптике лазера, тем самым понижая его мощность [31]. Следовательно, подбор подходящей комбинации мощности лазера, скорости сканирования, расстояния между треками и толщины слоя имеет важное значение для успешного выращивания изделий с хорошей плотностью.

1.2.2 Дефекты получаемых методом СЛП изделий и способы их устранения

Как известно, процесс СЛП сопровождается температурными градиентами и связанными процессами плавления и затвердевания, градиентами поверхностного натяжения расплава и капиллярными силами. Все эти факторы могут приводить к неконтролируемым движениям расплава и образованию небольших не проплавленных областей порошка, что является основным источником дефектов, обычно возникающих в изделиях, полученных СЛП [32]. Такие дефекты снижают усталостные характеристики и механические свойства получаемых изделий, поскольку они действуют как концентраторы напряжений, что приводит к снижению пластичности [33–35]. Изучение причин образования дефектов в деталях и как они распространяются во время процесса изготовления изделия является неотложной задачей для устранения таких недостатков.

В настоящее время проблеме взаимосвязи параметров процесса СЛП и концентрации образуемых в выращиваемом изделии дефектов посвящено множество работ [22, 24, 29–31, 32, 36–40]. Так авторы [36] показали, что тип пор, образующихся во время СЛП, связан со скоростью лазерного сканирования, а авторы [37] на примере сплава системы Co-Cr-Mo определили, что с увеличением плотности энергии происходит увеличение объема пор. В работе [38] описано, что образование пор связано с шероховатостью поверхности, плавлением частиц, стабильностью ванны расплава и механизмами повторной кристаллизации. Авторы [39] обнаружили, что дефекты, образующиеся при плавлении порошка под воздействием слишком высокой плотности энергии, являются результатом чрезмерного испарения материала, что приводит к образованию кристаллизованных областей над поверхностью порошкового слоя, которые вырывало лезвие, выравнивающее порошковый слой, а также из-за испарения компонентов расплава с более низкой температурой плавления образуются поры в треках с формой замочной скважины (рисунок 1.5). С другой стороны, недостаточная плотность энергии вызывает образование нерасплавленных областей вдоль линий трека из-за уменьшения размера ванны расплава, что способствует появлению пустот вдоль или между линиями штриховки. Авторы [40] предположили, что оксидная пленка, присутствующая на поверхности частиц порошка, остается в ванне расплава, тем самым создавая остаточную пористость в кристаллизованных объемах.

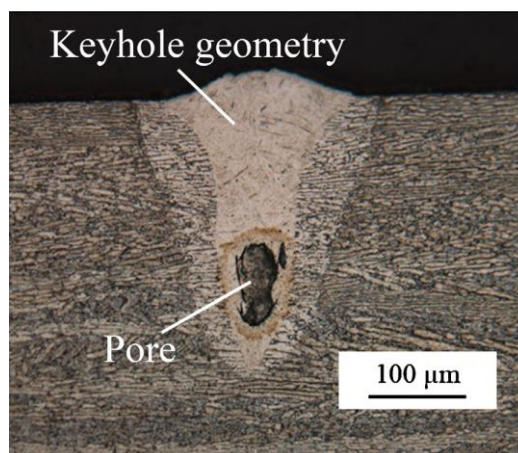


Рисунок 1.5 – Профиль ванны расплава Ti-6Al-4V в форме замочной скважины, полученного методом СЛП [39]

Как отмечалось выше, расплавленный металл может образовывать сфероидальные гранулы из-за недостаточного смачивания расплавом предыдущего слоя и высокого поверхностного натяжения [31, 41], что препятствует образованию сплошных линий расплава, формируя грубую и шарообразную поверхность. При этом данное ухудшение может

накапливаться при формировании последующих слоев во время СЛП, что может привести к остановке устройства нанесения и выравнивания порошкового слоя большими металлическими шариками, которые выступают над порошковым слоем (рисунок 1.6) [29].

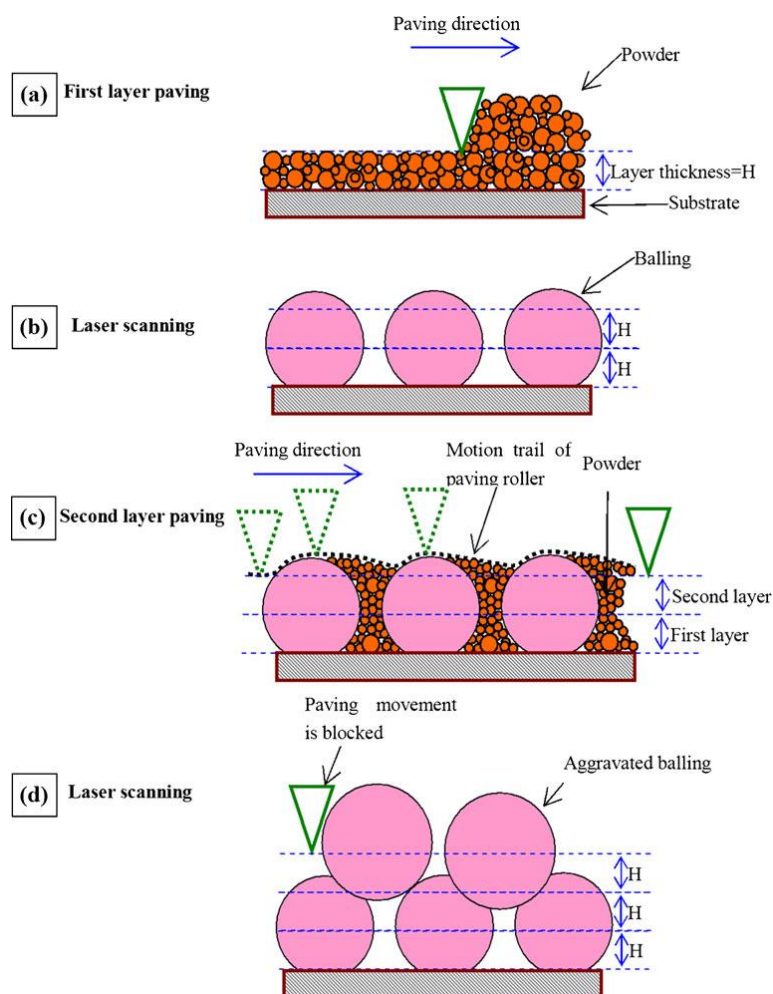


Рисунок 1.6 – Схема влияния образования сферических гранул из расплава на устройство выравнивания порошкового слоя в установке СЛП: (а) выравнивание первого слоя порошка; (б) образование сферических гранул; (с) нанесение второго порошкового слоя; (д) блокировка устройства выравнивания порошкового слоя сферическими гранулами [29]

В работе [29], посвященной феномену образования сферических гранул из расплава, показано, что при снижении уровня кислорода до 0,1 % можно было бы значительно снизить вероятность образования гранул, путем повышения мощности лазера и понижения скорости сканирования или применяя повторное сканирование лазером. Авторы [9, 31] показали, что оксидная пленка на предыдущем слое препятствует межслойному связыванию и приводит к свертыванию капель расплава, поскольку расплавы металлов обычно не вступают в химическую реакцию с оксидными пленками. Расслаиванию также способствуют термические

напряжения, возникающие в изделии во время СЛП. Следовательно, снижение уровня кислорода во время процесса СЛП и введение повторного воздействия лазера на разрушение оксидных пленок - это способы минимизации возникновения сферических гранул [22], а также значительного уменьшения пористости [42].

Однако, авторы работ [43–45] предлагают использовать стратегию не просто повторного сканирования слоя, а так называемую двухзонную стратегию или стратегию межслоевого прохода, когда при повторном сканировании слоя происходит смещение лазера в область между треками предыдущего сканирования, как это схематично показано на рисунке 1.7. При этом авторы [43] отмечают, что микроструктура при использовании такой стратегии выращивания получается более монолитной (рисунок 1.8), содержание пор значительно меньше 1 %, а механические свойства сопоставимы по уровню со свойствами кованных образцов.

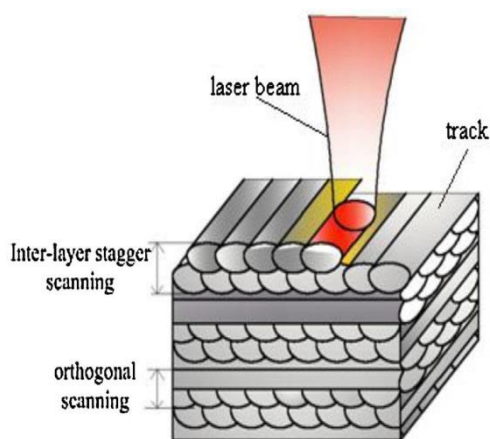


Рисунок 1.7 – Схема двухзонной техники прохода лазера при повторном сканировании слоя [44]

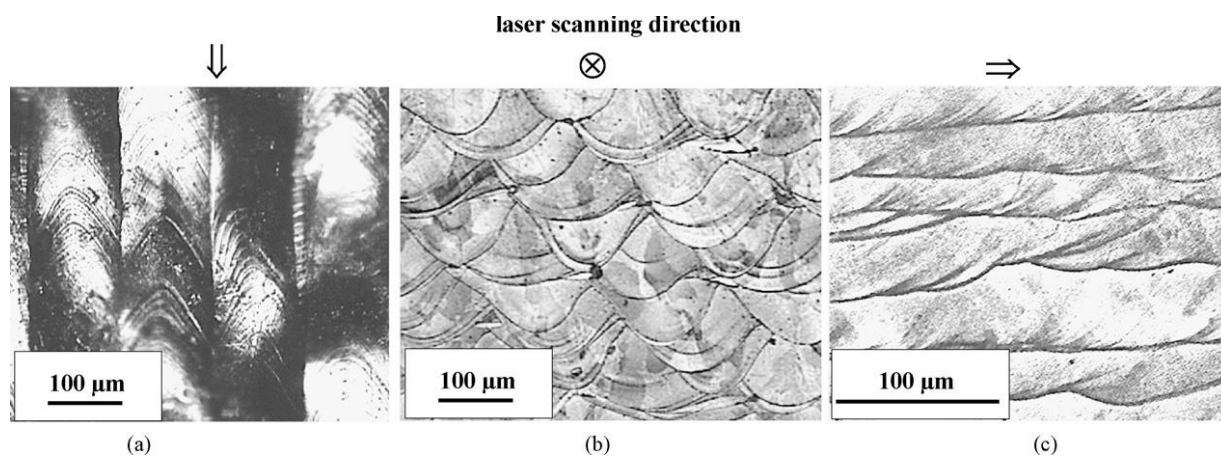


Рисунок 1.8 – Микроструктура образца из сплава Inconel 625, полученного методом СЛП с использованием двухзонной стратегии переплава слоя: вид сверху (a), поперечный разрез (b), продольный разрез (c) [43]

Во время процесса СЛП выращиваемые изделия испытывают разную степень тепловых колебаний, что приводит к развитию остаточных напряжений в них, из-за градиента температур между слоями, которые испытывают тепловое воздействие от лазерного излучения, и теми частями изделия, которые этому воздействию уже не подвергаются [22]. Этот механизм может привести к образованию трещин и расслаиванию деталей, как показано на рисунке 1.9. Авторы [46] в своей работе сравнивали распределение температурных полей в образцах, полученных методом СЛП из нержавеющей стали 316L и сплава Ti-6Al-4V, и показали, что температурный градиент более выражен в сплаве Ti-6Al-4V из-за разницы в тепловых свойствах.

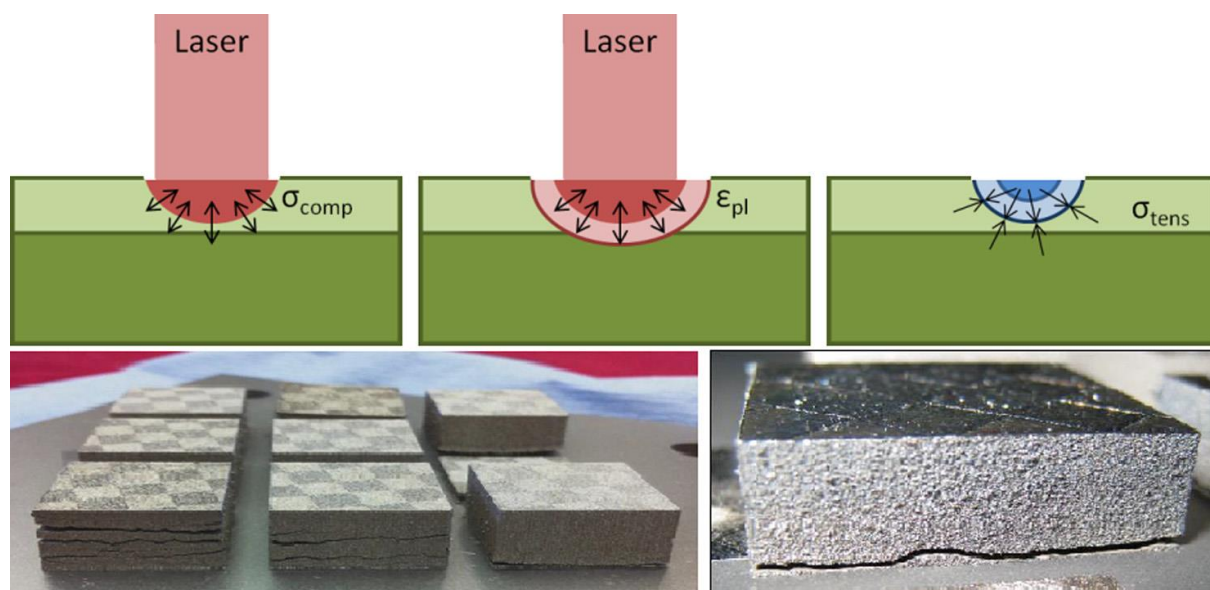


Рисунок 1.9 – Механизм градиента температуры (сверху), приводящий к образованию трещин и расслаиванию (снизу) [22]

Авторы [46] приводят также данные, что нет прямой корреляции между свойствами материала, такими как удельная теплоемкость, температуропроводность, коэффициент теплового расширения, температура плавления, предел текучести и значениями остаточных напряжений, поскольку свойства материалов зависят от температуры, и эта зависимость не является линейной. Теме не менее, развитие остаточных напряжений во время процесса СЛП зависит от свойств материала, геометрии изделия и расположения поддерживающих структур, параметров процесса, таких как мощность и скорость лазера, толщины слоя порошка, стратегии сканирования, предварительного нагрева и т.д. Анализ значений и направления развития напряжений в выращиваемом методом СЛП изделии является жизненно важной проблемой для обеспечения надежных свойств высококачественных деталей.

Авторы [47] рассмотрели вопрос о развитии остаточных напряжений и методах их уменьшения в изделиях, полученных методом СЛП и порошков хромомолибденовой стали и

фосфата меди. Было установлено, что отжиг таких изделий в интервале температур от 600 °С до 700 °С в течение 1 ч способствует снижению уровня остаточных напряжений на 70 %; повторное сканирование лазером порошкового слоя уменьшает остаточные напряжения на 55 %; и нагрев платформы построения до 160 °С приводит к уменьшению уровня остаточных напряжений на 40%. Данные методы уменьшения уровня остаточных напряжений являются основными [22].

В работе [48] авторы представили стратегию сканирования порошкового слоя лазером, которая разбивает слой на небольшие квадратные сетки (рисунок 1.10), а соседние сетки сканируются перпендикулярно друг другу. Было показано, что «секторальное сканирование» способно значительно уменьшить остаточные напряжения, причем размер квадрата сетки не влияет на уровень остаточных напряжений. Эта стратегия теперь доступна в программном обеспечении процессов СЛП, таких как Autofab или SLM Build Processor, и известна как стратегия шахматной доски [22].

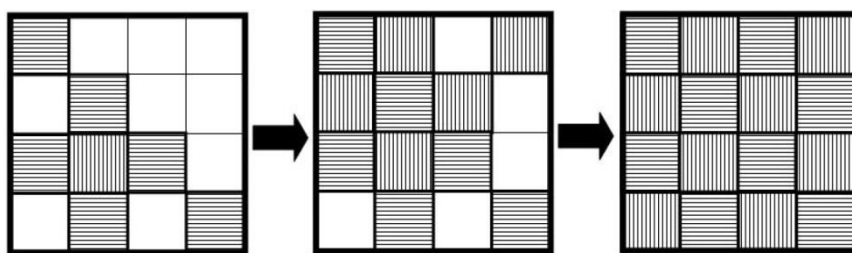


Рисунок 1.10 – Секторальная стратегия сканирования порошкового слоя [48]

Во время процесса выращивания из-за внутренних остаточных напряжений, связанных с наличием градиента температур в разных частях образца, из-за неправильного подбора режима процесса, а также из-за качества порошка, в образце могут появляться трещины и поры. Для решения этой проблемы применяются различные численные методы, один из которых – метод конечных элементов [49–51]. Авторы [51] пришли к выводу, что при увеличении пробега лазера увеличиваются остаточные напряжения в образце, поэтому следует избегать выращивания больших частей за один раз. Во избежание деформаций следует использовать выращивание детали по небольшим сегментам. Но из литературных данных следует, что полностью удалить пористость практически нельзя, но можно значительно снизить концентрацию таких дефектов путем использования процесса горячего изостатического прессования (ГИП) [52–61] и правильного подбора его параметров. В работе [62] авторы на примере сплава Inconel 718 показали, что процесс ГИП обеспечивает механические свойства, сопоставимые со свойствами материалов, полученных по традиционной технологии. Таким образом, применение ГИП – необходимое условие получения качественных бездефектных изделий методом СЛП.

1.2.3 Моделирование остаточных напряжений и коробления изделий, получаемых методом СЛП

Моделирование процессов аддитивного производства позволяет в значительной степени упростить оптимизацию технологии изготовления функциональных изделий. Топологическая оптимизация основывается на оценке функциональных требований, таких как эксплуатационные нагрузки, и на конструктивных ограничениях, соответствующих требованиям спецификации на изделие. В установленном порядке проведения оптимизации производятся расчеты, делаются соответствующие выводы о свойствах материала, таких как прочность, пористость или уровень остаточных напряжений изделия, образуемые в процессе выращивания [63].

Большое количество проведенных экспериментальных научных исследований предполагает зависимость свойств материала от характеристик исходного материала и технологических параметров [63–67]. Распределение температурных полей во время процесса СЛП наиболее часто прогнозируют с использованием метода конечных элементов, например, в работах [68] и [69] при расчете температурных полей и напряжений, когда для выращиваемого изделия не использовали поддерживающие структуры. Авторы [70] разработали трехмерную модель для расчета распределения тепловых полей для нескольких слоев изделия, посредством использования, так называемого, метода «рождения и смерти элемента». Влияние геометрии источника тепла на распределение температуры изучали авторы [71]. Исследователи [72] продемонстрировали важность эволюции теплофизических свойств в температурном поле во время процесса селективного лазерного спекания. С использованием программ Matlab и ANSYS авторы [73] разработали модель, рассчитывающую распределение температуры в одном уровне порошкового слоя при воздействии лазерным лучом различной мощности, диаметра пятна и интервала штриховки. Влияние плавления и кристаллизации порошка на изменение температуры и на размер ванны расплава было исследовано в работе [74]. Перенос тепла, поля тепловых и остаточных напряжений вместе с короблением были смоделированы авторами [75], и с включением эффекта перехода от порошка к твердому состоянию в работе [76] предсказали деформацию и остаточное напряжение во время процесса СЛП, посредством предлагаемой конечно-элементной термомеханической модели. Влияние распределения частиц по размерам, мощности лазера и скорости сканирования на размеры и распределение температуры в ванне расплава также было рассчитано в работе [77]. Авторы [78] исследовали влияние на распределение температуры с учетом и без учета явления испарения при СЛП, а авторы [79] создали аналитическую модель, включающую функцию Грина для предсказания

температуры, испытываемой материалом во время процесса облучения лазером высокой мощности. В работе [80] изучали термомеханическое воздействие изготовленных методом СЛП аэрокосмических компонентов с помощью анализа различных подходов к моделированию. Авторы [81] предложили переходную трехмерную конечно-элементную модель, учитывающую тепловые и спекающие явления, участвующих в процессе селективного лазерного спекания. Конечно-элементное моделирование процесса нагрева и уплотнения полукристаллического полимера в процессе селективного лазерного спекания также обсуждалось в работе [82]. Авторы [83] предприняли попытку собрать в единое взаимосвязи, описывающие модуль Юнга и пористость, применительно к процессам аддитивного производства, в качестве основы для инженеров-проектировщиков и технологов. Их выводом стало то, что уравнений, способных как-то это спрогнозировать, пока не существует. Учитывая большое количество технологических процессов при СЛП и их комплексное воздействие друг на друга, требуется проведение обширного исследования для обеспечения производства качественных изделий методом СЛП [63].

Конечно-элементное моделирование процессов СЛП сможет пролить свет на вопросы о том, каким образом разнообразные технологические параметры взаимодействуют друг с другом, тем самым обеспечив основу для оптимизации технологии СЛП. Моделирование может прогнозировать свойства выращенных изделий, и, впоследствии, способствовать проведению быстрой оптимизации технологии производства изделий. В зависимости от линейных размеров и временных масштабов, типы моделей можно условно разделить на микро-, мезо- и макромасштабные модели (рисунок 1.11) [63].

Микромодели включают взаимодействие источника тепла и исходного материала, теплопоглощение, а также смену фаз в области, сравниваемой по размеру с ванной расплава и зоной термического влияния. Микромодели представляют информацию о размере ванны расплава, термическом цикле, а также о качестве уплотнения материала и делает возможным определение наиболее подходящего технологического окна в режимах СЛП [63].

Макромодели используют определенные геометрические параметры ванны расплава и термического цикла для расчета в выращиваемых моделях остаточных напряжений. Данные об исходном материале и фазовые переходы здесь не учитываются. Фазовые превращения и соответствующее изменение свойств материала учитываются при расчете изменения температуры заготовки во времени (см. мезомасштабные модели ниже). Параметры зажима, а также методы наплавления предписываются в качестве ограничивающих условий для прогнозирования остаточных напряжений и формы окончательной заготовки [63].

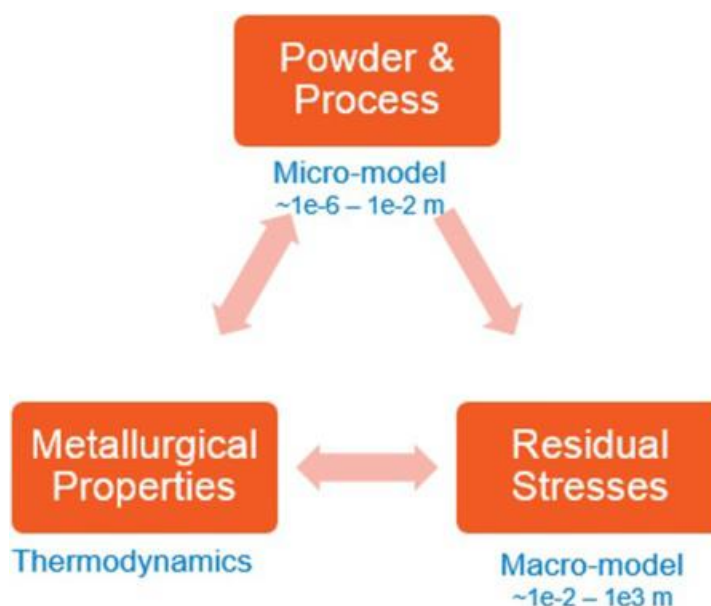


Рисунок 1.11 – Типы моделей в аддитивном производстве в зависимости от масштабов моделирования [63]

Мезомасштабные модели предназначены для расчета и обеспечения механических и теплофизических свойств, зависящих от состава и температуры, включая описание термомеханического поведения материала. Информация передается в микро- и макромоделю в соответствии с требованиями в процессе соответствующих расчетов. Модели, анализирующие изменение зерна и микроструктуру, принадлежат к категории микромоделирования, однако, могут дублироваться как для микро-, так и для макромоделей [63].

1.3 Структура никелевых сплавов, полученных методом СЛП

Основное влияние на формирования структуры объектов, получаемых методом СЛП, оказывает быстрая скорость плавления и кристаллизации порошкового слоя. Скорость кристаллизации при этом, согласно данным, приведенным в работах [84–87], составляет от 10^4 до 10^6 К/с для разных материалов и режимов выращивания. Такие высокие скорости достигаются за счет того, что при воздействии быстродвигающегося лазерного пучка небольшой объем порошка плавится, а затем кристаллизуется за счет теплоотвода в массивную подложку. Сверхбыстрое охлаждение может приводить к образованию метастабильных структур, свойства которых существенно отличаются от наблюдаемых в равновесном состоянии. Кроме того, при плавлении локальной области порошка повторному нагреву подвергаются соседние уже перекристаллизованные области, то есть происходит

термоциклирование материала, которое может привести к стабилизации дефектов кристаллического строения в структуре [84, 88]. Изучение структуры, формирующейся в процессе СЛП, и подбор режимов последующих обработок (термической или ГИП) с целью достижения максимального комплекса механических свойств в настоящее время является актуальной задачей, поскольку в литературных источниках данному вопросу, применительно к жаропрочным никелевым сплавам, посвящено небольшое количество работ.

Жаропрочные сплавы на основе никеля представляют собой особый класс металлических материалов с исключительной комбинацией высокотемпературной прочности, ударной вязкости и стойкости к разрушению в агрессивных или окислительных средах. Эти материалы широко используются в авиационных и энергетических турбинах, ракетных двигателях и других сложных условиях, в том числе в атомной и химической промышленности [89].

Множество никелевых жаропрочных сплавов содержат в своем составе до 40 вес.% комбинаций от 5 до 10 других элементов, наиболее часто используемые из которых представлены на рисунке 1.12. При увеличении содержания в сплаве Al, добавляемого к γ -никелю, образуется вторая фаза. Эта фаза имеет номинальный состав Ni_3Al , обозначается как γ' -фаза и имеет упорядоченную интерметаллическую кристаллическую структуру L1_2 [89, 90]. Формирование γ' -фазы происходит в твердом состоянии, так как пересыщенный твердый раствор γ -никеля охлаждается ниже ее равновесной температуры сольвуса, следовательно, кинетика выделения и роста γ' -фазы очень чувствительны к скорости, с которой сплав охлаждается. Унимодальное распределение тонких частиц γ' -фазы (300 – 500 нм) обычно связаны со скоростями охлаждения, превышающими 40 К/мин, тогда как более медленные скорости охлаждения, как правило, способствуют образованию выделений γ' , состоящих из комбинации больших (> 500 нм) и небольших (< 50 нм) частиц. Частицы γ' является основной упрочняющей фазой. Эти две фазы остаются основными составляющими микроструктуры суперсплавов, даже при добавлении шести-десяти дополнительных легирующих элементов. В общем случае для твердорастворного упрочнения γ -фазы добавляют тугоплавкие легирующие элементы с большими различиями в электронной структуре и атомных радиусах по сравнению с Ni, такие как Mo, W, Nb и Re. Добавки Ti, Ta и Nb способствуют образованию и упрочнению $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Ta}, \text{Nb})$ γ' -фазы [89, 90]. Добавления железа составляют основу важной группы сверхсплавов Ni-Fe, причем наиболее распространенным сплавом является IN718. Добавки Cr, Y и La обычно улучшают коррозионные свойства сплава [89].

IIA	IIIA	IVB	Элемент					
	B 0.097	C 0.077	Атомный радиус (нм)					
	Al 0.143	IVA	VA	VIA	VIIA	VIIIA	VIIIA	VIIIA
		Ti 0.147	V 0.132	Cr 0.125		Fe 0.124	Co 0.125	Ni 0.125
	Y 0.181	Zr 0.158	Nb 0.143	Mo 0.136		Ru 0.134		
		Hf 0.159	Ta 0.147	W 0.137	Re 0.138			

Входит в γ' -фазу

Микролегирующие элементы

Входит в γ -фазу

Рисунок 1.12 – Основные легирующие элементы жаропрочных никелевых сплавов [89]

Малые добавки В, С, Hf и Zr приводят к образованию боридов или карбидов, часто расположенных по границам зерен. Эти элементы важны для контроля размера зерна во время деформационной обработки и для минимизации накопления повреждений на границах зерен во время эксплуатации изделий из этих сплавов при повышенных температурах [91]. Углерод проявляет высокое сродство к таким элементам, как Hf, Zr, Ta, Ti, Nb, W, Mo, V, и Cr и имеет тенденцию образовывать первичные карбиды MC непосредственно из расплава при кристаллизации сплавов на основе Ni. В зависимости от состава первичных карбидов MC и легирующих элементов, присутствующих в сплаве, последующее твердофазное превращение может разлагать карбид MC на множество $M_{23}C_6$, M_6C , и карбиды M_7C_3 во время термообработки или при температуре эксплуатации. Например, Cr из матрицы может потенциально реагировать с менее стабильными карбидами TiC и NbC с образованием ряда карбидов $M_{23}C_6$, M_6C и M_7C_3 . По сообщению авторов [90], при содержании в сплаве W и Mo карбиды типа $M_{23}C_6$ приблизительно соответствуют формуле $Cr_{21}(Mo,W)_2$, но, однако, Ni может занимать значительное место в этих карбидах. Превращение первичных карбидов MC с вытягиванием Cr из матрицы, окружающей карбиды, приводит к образованию слоя γ' -фазы на поверхности карбидов. Поскольку эти карбиды занимают значительно больший объем вдоль границ зерен и часто взаимосвязаны, возможно понижение механических свойств, когда карбиды MC распадаются по такому фазовому превращению [89]. Хотя карбиды могут служить местами инициирования трещины при усталостных нагрузках (при отсутствии других более крупных типов дефектов) [92], наличие дискретных карбидов на границах зерен сдерживает скопление и накопление повреждений при высокотемпературной ползучести [91]. Также,

согласно работам [89, 90, 93, 94], нежелательным является образование в микроструктуре жаропрочных никелевых сплавов таких топологически плотноупакованных фаз, богатых тугоплавкими элементами, как: орторомбическая Р-фаза, тетрагональная σ -фаза, ромбоэдрические R- и μ -фазы; поскольку образование данных фаз также приводит к охрупчиванию и понижению механических свойств. В таблице 1.2 приведены характеристики типичных фаз, встречающихся в микроструктуре жаропрочных никелевых сплавов, а на рисунке 1.13 приведена зависимость формирования структуры от концентрации хрома в суперсплавах на основе никеля.

Таблица 1.2 – Фазы, присутствующие в жаропрочных никелевых сплавах [95]

Фаза	Кристаллическая решетка	Период решетки, нм	Формула	Комментарий
1	2	3	4	5
γ	Гранецентрированная кубическая (ГЦК)	зависит от сплава		Твердый раствор на основе Ni
γ'	ГЦК ($L1_2$)	от 0,3561 для Ni_3Al до 0,3568 для $Ni_3(Al_{0,5}Ti_{0,5})$	Ni_3Al $Ni_3(Al,Ti)$	Основная фаза упрочнения во многих суперсплавах на основе Ni и Ni-Fe; кристаллическая решетка незначительно изменяется (от 0 до 0,5 %) от кристаллической решетки γ -фазы; форма варьируется от сферической до кубической; размер варьируется в зависимости от времени и температуры старения, частицы γ' являются сферическими в сплавах на Ni-Fe основе и в некоторых более старых сплавах на основе Ni, таких как Nimonic 80 и Waspaloy. В недавно разработанных сплавах на основе никеля частицы γ' обычно имеют кубовидную форму. Эксперименты показали, что изменения содержания Mo и отношения Al/Ti могут изменять морфологию γ' -фазы. При увеличении несоответствия решеток γ/γ' форма изменяется в следующем порядке: сферическая, глобулярная, блочная, кубическая. Когда рассогласование решеток γ/γ' велико, длительные выдержки выше 700 °C вызывают появление нежелательных фаз η (Ni_3Ti) или δ (Ni_3Nb).

Продолжение таблицы 1.2

1	2	3	4	5
η	Гексагональная плотноупакованная (ГП) ($D0_{24}$)	$a_0 = 0,5093$ $c_0 = 0,8276$	Ni_3Ti (другие элементы не растворяются)	Обнаружена в сплавах на основе Ni с высоким отношением Ti/Al после длительных температурных выдержек; может образовываться в виде частиц по границам зерен или в виде внутризеренных игольчатых пластинок по типу видманштета
γ''	Объемно центрированная тетрагональная ($D0_{22}$)	$a_0 = 0,3624$ $c_0 = 0,7406$	Ni_3Nb	Основная фаза упрочнения в сплаве IN718. γ'' представляют собой когерентные дискретные частицы, которые образуются на плоскостях {100} (средний диаметр приблизительно 60 нм, толщина, приблизительно, 5 - 9 нм). При перестаревании γ'' преобразуется в δ .
δ	Орторомбическая (Cu_3Ti)	$a_0 = 0,3624$ - 0,511 $b_0 = 0,421$ - 0,4251 $c_0 = 0,452$ - 0,4556	Ni_3Nb	Наблюдается в перестаренном состоянии IN-718; имеет игольчатую форму при образовании в интервале температур от 815 до 980 °C. Выделяется на границах зерен, тем самым оказывая влияние на ползучесть
MC	Кубическая	$a_0 = 0,43$ -0,47	TiC NbC HfC	MC обладает некоторой растворимостью для Ni, Zr и Mo; выделяется как шаровидные частицы неправильной формы; «М» может быть Ti, Ta, Nb, Hf, Th или Zr.
$M_{23}C_6$	ГЦК	$a_0 = 1,05$ -1,07 (зависит от состава фазы)	$Cr_{23}C_6$ (Cr,Fe,W,Mo) $_{23}C_6$	Форма выделений важна для механических свойств; частицы могут выделяться в виде глобул, пластин или ламелей; обычно образуется на границах зерен; Элемент «М» обычно представляет собой Cr, но Ni, Co, Fe, Mo и W могут его замещать.
M_6C	ГЦК	$a_0 = 1,085$ - 1,175	Fe_3Mo_3C Fe_3W_3C , Fe_4W_2C Fe_3Nb_3C Nb_3Co_3C Ta_3Co_3C	Случайно распределенные карбиды; «М» обычно представляет собой Mo или W; существует некоторая растворимость для Cr, Ni, Nb, Ta и Co.
M_7C_3	Гексагональная	$a_0 = 1,398$ $c_0 = 0,4523$	Cr_7C_3	Обычно выделяется по границам зерен в виде блоков; наблюдается в сплавах, таких как Nimonic 80A после выдержек выше 1000 °C
M_3B_2	Тетрагональная	$a_0 = 0,56$ -0,62 $c_0 = 0,3$ -0,33	Ta_3B_2 V_3B_2 Nb_3B_2 (Mo,Ti,Cr,Ni,Fe ₃ B ₂) Mo_2FeB_2	Наблюдается в сплавах на никелевой основе при содержании B, примерно, 0,03 % или выше; бориды похожи на карбиды; элементами «М» могут быть Mo, Ta, Nb, Ni, Fe или V.

Продолжение таблицы 1.2

1	2	3	4	5
MN	Кубическая	$a_0 = 0,424$	TiN (Ti,Nb,Zr)N (Ti,Nb,Zr)(C,N) ZrN NbN	Нитриды наблюдаются в сплавах, содержащих Ti, Nb или Zr; они являются нерастворимыми при температурах ниже точки плавления; легко распознаются после полировки, имеют прямоугольную форму и цвет от желтого до оранжевого. Они часто служат местами зародышеобразования для карбидов.
μ	Ромбоэдрическая	$a_0 = 0,475$ $c_0 = 2,577$	Co_2W_6 $(\text{Fe},\text{Co})_7(\text{Mo},\text{W})_6$	Обычно наблюдается в сплавах с высоким содержанием Mo или W; появляется как грубые, иррегулярные видманштеттовыe пластинки; образуется при высоких температурах
σ	Тетрагональная	$a_0 = 0,88-0,91$ $c_0 = 0,45-0,48$	FeCr FeCrMo CrFeMoNi CrCo CrNiMo	Чаще всего появляется в сплавах основе Ni-Fe, менее распространена в сплавах на основе Ni; формируется в виде шаров неправильной формы, часто удлинённых; образуется после длительного отжига в интервале температур между 540 и 980 °C. Иглы или пластины часто в форме видманштеттовой структуры.
M_2SC	ГП	$a_0 = 0,3234-3,386$ $c_0 = 11,233-11,834$	$(\text{Zr},\text{Ti},\text{Nb})_2\text{SC}$	Появляется при высоком содержании S или низком соотношении C/S

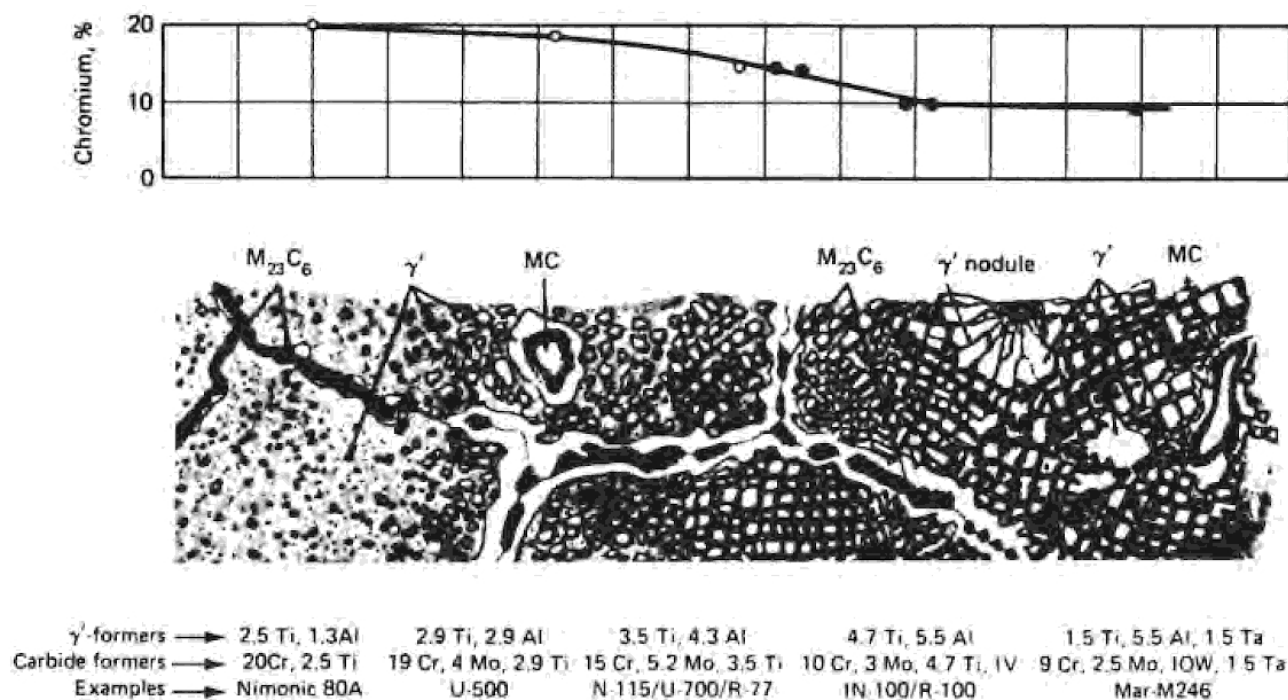


Рисунок 1.13 – Эволюция микроструктуры и изменение содержания Cr в представленных сплавах [95]

Микроструктура изделий, получаемых методом СЛП, из-за высоких скоростей плавления и кристаллизации гомогенна по химическому составу и, в основном, не содержит сегрегаций и остаточных эвтектических включений [96, 97].

1.4 Применение сплава ЭП708 в промышленности

Жаропрочный сплав на никелевой основе ЭП708 предназначен для изготовления деталей энергомашиностроения и турбиностроения, в том числе колец цельнокатаных различного назначения, сварных силовых узлов, работающих при температуре до 850 °С, включая камеры сгорания и др. (разработчик – ФГУП «ВИАМ») [100], и, согласно ГОСТ 5632-14 [101], его назначение – изготовление дисков компрессора с рекомендуемой температурой применения до 900 °С при длительном сроке службы. Выпускается в основном в виде круга (прутка) различного диаметра и листа различной толщины [102, 103].

Химический состав, механические и физические свойства сплава ЭП708 представлены соответственно в таблицах 1.3 [104], 1.4 и 1.5 [105], соответственно.

Таблица 1.3 – Химический состав сплава ЭП708 (массовые %) [104]

Ni	C	Si	Mn	Al	Ti	Cr	Fe	B	Mo	W	Ce
Осн.	≤0.1	≤0.6	≤0.3	1.9-2.3	1.0-1.4	17.5-20	≤4.0	≤0.008	4.0-6.0	5.5-7.5	≤0.03

Таблица 1.4 – Механические свойства сплава ЭП708 при разных температурах [105]

Состояние	Температура испытания, °С	E, ГПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Термическая обработка по режиму: закалка с 1140 °С на воздухе, старение при 800 °С, 10 час	20	-	690 – 735	1080 – 1180	20 – 30
	700	-	640 – 690	880 – 980	10 – 15
	800	-	550 – 640	690 – 755	10 – 15
	850	-	490 – 570	540 – 640	12 – 17
	900	-	315 – 345	390 – 470	15 – 25
Закалка с 1140 °С на воздухе, двойное старение: при 950 °С, 3 час + при 800 °С, 5 – 10 час	20	191	640 – 735	1030 – 1130	20 – 30
	700	142	590 – 685	880 – 960	20 – 30
	800	134	490 – 590	590 – 650	30 – 37
	900	128	245 – 295	320 – 370	40 – 48

Таблица 1.5 – Физические свойства сплава ЭП708 [105]

Температурный коэффициент линейного расширения										
Температура, °C	20 – 100	20 – 200	20 – 300	20 – 400	20 – 500	20 – 600	20 – 700	20 – 800	20 – 900	20 – 1000
$\alpha \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	11,3	11,55	11,9	12,2	12,5	12,7	13,1	13,5	14,4	15,6
Температура, °C	100 – 200	200 – 300	300 – 400	400 – 500	500 – 600	600 – 700	700 – 800	800 – 900	900 – 1000	
$\alpha \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	11,8	12,5	13,1	13,75	14,0	15,25	16,6	21,3	25,1	
Коэффициент теплопроводности										
Температура, °C	100	200	300	400	500	600	700	800	900	
$\lambda, \text{ Вт/(м·K)}$	10,4	12,6	13,8	15,5	17,6	19,3	21,3	23,0	25,1	
Удельная теплоемкость										
Температура, °C	100	200	300	400	500	600	700	800	900	
$c, \text{ кДж/(кг·K)}$	0,398	0,419	0,441	0,460	0,481	0,523	0,586	0,628	0,690	

Сплав относится к группе дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов с достаточным количеством алюминия и титана, которые, взаимодействия с никелем, образуют γ' -фазу типа $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Микроструктура сплава представляет собой твердый раствор с ГЦК-решеткой, содержащий карбиды и когерентную с твердым раствором интерметаллидную γ' -фазу, прочность которой возрастает с ростом температуры, а ее наследственная пластичность препятствует охрупчиванию сплавов [104]. Жаропрочность сплавов зависит от содержания, состава и размера γ' -фазы и определяется в значительной мере содержанием алюминия и титана. Тугоплавкие элементы (вольфрам и молибден), упрочня твердый раствор, могут также входить в состав γ' -фазы, увеличивая ее содержание. Наибольшая жаропрочность сплава достигается после закалки и последующего старения, в результате чего образуются мелкодисперсные выделения γ' -фазы, которые создают торможение пластической деформации в сплаве. В частности, в сплаве ЭП708 после закалки на воздухе при температуре 1100 °C и последующего старения при температуре 800 °C в течение 15 часов на воздухе содержание γ' -фазы в сплаве составляет от 13 до 16 % [104].

Применительно к аддитивным технологиям очень важным являются сведения о склонности сплава к образованию горячих трещин в процессе сварки. Как и в процессе СЛП, при сварке происходит локальный нагрев и оплавление части детали, в результате которого происходит термическое воздействие на всю деталь. Но, в отличие от сварки, при СЛП происходит многократное плавление и нагрев одного и того же участка при послойном формировании изделия, имеет место процесс термоциклирования слоев в процессе лазерного воздействия [84]. Поэтому технологичность сплава применительно к процессу СЛП можно оценить по данным о его стойкости против образования горячих (термических) трещин.

Сварные конструкции из дисперсионно-твердеющих сплавов склонны к растрескиванию при термообработке. Большинство исследователей связывают этот вид разрушения с суммарным действием остаточных сварочных напряжений, объемных напряжений, вызванных

выделением из твердого раствора γ' -фазы, и термических напряжений. Авторы [106] предложили классификацию жаропрочных никелевых сплавов по их стойкости против образования трещин при термообработке в зависимости от содержания алюминия, титана и γ' -фазы. В работе [104] выделяют 3 группы сплавов: 1 группа - сплавы, не склонные к образованию трещин, 2 группа - сплавы с умеренной склонностью к образованию трещин, 3 группа - сплавы с высокой склонностью к образованию трещин. На рисунке 1.14 представлены результаты исследований стойкости жаропрочных сплавов против образования трещин при термообработке сварных соединений в зависимости от содержания алюминия и титана.

Согласно предложенной классификации, к первой группе относятся гомогенные и слабо стареющие сплавы с содержанием после старения до 2,7 % алюминия и до 3,7 % титана, что соответствует не более 12 % γ' -фазы. К этой группе относятся сплавы ЭП648, ВХ4Л, ЭП718, ЭП437, ЭП914. При содержании в сплавах от 2,7 до 3,5 % алюминия и от 3,7 до 5 % титана возможность образования трещин увеличивается. К этой группе с умеренной склонностью к образованию трещин сплавов относится сплав ЭП708, который после старения содержит от 13 до 16 % γ' -фазы. Причем, в ряду сплавов данной группы склонность к образованию трещин возрастает в следующей последовательности: ЭП693, ЭП708, ЭП199, ЭП99 [104].

В результате можно ожидать, что в процессе СЛП сплав ЭП708 может проявить некоторую склонность к образованию в структуре микротрещин, для устранения которых потребуется дополнительная обработка, в частности горячее изостатическое прессование и другой тип обработки давлением.

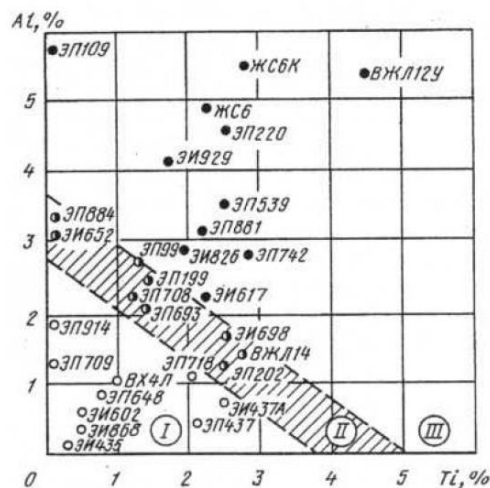


Рисунок 1.14 – Стойкость против образования трещин при термообработке сварных соединений жаропрочных сплавов в зависимости от содержания алюминия и титана (I – сплавы, не склонные к образованию трещин; II – сплавы с умеренной склонностью к образованию трещин, III – сплавы с высокой склонностью к образованию трещин) [104]

В таблице 1.6 приведены сведения о механических свойствах сварного соединения в конструкциях из сплава ЭП708.

Таблица 1.6 – Механические свойства сварных соединений конструкций из сплава ЭП708 [104]

Способ сварки	Присадочный материал	Толщина, мм	σ _В , МПа, при Т, °С			σ ₁₀₀ , МПа, при Т, °С	
			20	800	900	800	900
Основной металл			1100 – 1200	700 – 770	400 – 480	230 – 260	65 – 85
ЭЛС	-	2	1020 – 1030	740 – 760	430 – 500	-	90
ЭЛС	-	12	1110 – 1130	680 – 710	-	250	-
АрДЭС	ЭП533	22	1010 – 1020	710 – 740	430 – 800	-	90
ДЭС	ВИ-ИМ-1	2	950 – 960	520 – 650	-	150	-

Выводы по обзору литературы

1. Технология СЛП позволяет получать готовые тонкостенные металлические изделия сложной формы с хорошей шероховатостью поверхности, что является преимуществом перед остальными технологиями прямого получения металлических изделий методами аддитивного производства. При этом технология СЛП позволяет использовать металлические порошки с фракцией от 20 до 100 мкм.

2. Для оптимизации технологии получения изделий методом СЛП варьируют следующие основные параметры: мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между треками, толщина слоя металлического порошка. С целью уменьшения развития дефектов в выращиваемом изделии применяют секторальную стратегию сканирования порошкового слоя, а для их полного устранения в готовом изделии и улучшения комплекса механических свойств применяют горячее изостатическое прессование.

3. Структура изделий из жаропрочных никелевых сплавов, получаемых методом СЛП, является метастабильной, мелкодисперсной и гомогенной по химическому составу. В соответствии с этим необходимо подбирать режимы последующей термической обработки, отличные от классических.

4. Моделирование процессов СЛП позволяет в значительной мере ускорить и упростить технологию получения качественных готовых изделий из сплавов.

5. Одним из широко используемых жаропрочных никелевых сплавов, применяемых в самолетостроении, является деформируемый сплав ХН62ВМЮТ-ВД (ЭП708). Применение сплава ЭП708 для изготовления изделий методом селективного лазерного плавления требует полной разработки технологии получения изделий.

2 Материалы и методика исследования

2.1 Материалы и объекты исследования

Объектами исследований являлись образцы из цилиндрических заготовок сплава ЭП708, изготовленный из этих заготовок порошок для СЛП, а также полученные методом СЛП образцы данного сплава. Химический состав цилиндрических заготовок по данным завода – изготовителя приведен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав цилиндрических заготовок из сплава ЭП708 по данным завода – изготовителя (массовые %) [103]

Элемент	Ni	C	Si	Mn	W	Cr	Mo	Fe	Ti	Al	Co	B расч.	Ce расч.	S	P
Содержание	осн.	0,05	0,35	0,06	6,12	18,14	4,78	1,01	1,20	2,15	0,07	0,006	0,015	0,001	0,003

Состояние поставки цилиндрических заготовок по данным завода – изготовителя было горячекатаное и термообработанное по режиму: закалка с 1140 °С на воздухе и старение при 800 °С в течение 15 ч [103].

Порошок для СЛП получали методом центробежного плазменного распыления полученных цилиндрических заготовок из сплава ЭП708 диаметром 60 мм и длиной 700 мм на установке УЦРТ-6. Установка центробежного распыления УЦРТ-6 предназначена для получения металлических порошков высокореакционных металлов, жаропрочных никелевых и титановых сплавов методом центробежного распыления заготовок, оплаиваемых плазменным нагревателем в среде инертных газов с одновременной транспортировкой получаемых порошковых материалов в объемную герметичную емкость без контакта с воздухом. Скорость вращения слитка-электрода составляла 14000 об/мин.

Процесс СЛП проводили на установке SLM280 с максимальной мощностью лазера 400 Вт с подогревом платформы построения до 100 °С. Толщина настилаемого порошкового слоя составляла 60 мкм.

2.2 Горячее изостатическое прессование (ГИП)

Операцию ГИП после СЛП проводили на газостате HIRP70/150-200-1300 фирмы ABRAAG при температуре 1140 °С и давлении 150 МПа в атмосфере аргона в течение 2,5 ч.

2.3 Термическая обработка

Термообработку полученных методом СЛП образцов проводили в трубчатой печи Naberteherm RHTV с программируемым логическим контроллером P310 в защитной атмосфере инертного газа по режиму: отжиг в течение 2 ч и закалка с 1140 °С на воздухе, старение при 800 °С в течение 15 ч [103].

2.4 Методики проведения исследований и испытаний

2.4.1 Методика определения текучести и насыпной плотности порошка

Текучесть порошка сплава ЭП708 определяли по ГОСТ 20899-98 (ИСО 4490-78) [107] с использованием калиброванной воронки (прибор Холла) с диаметром отверстия 2,5 мм по порошковой насыпке весом $50 \pm 0,1$ г, рассчитывая среднее арифметическое значение по 5 измерениям.

Для расчета усадки порошкового слоя при его плавлении и кристаллизации под воздействием лазерного излучения определяли насыпную плотность порошка методом воронки в соответствии с ГОСТ 19440-94 [108].

2.4.2 Методика определения гранулометрического состава порошка

Определение гранулометрического состава порошка производилось на анализаторе частиц SALD-7500nano (Shimadzu, Япония) методом статического светорассеяния.. Анализатор частиц управлялся помощью программного обеспечения WingSALD II. Перед определением размера частиц навеску порошка диспергировали в 7 мл спирта. Полученную суспензию вводили в анализатор частиц. При анализе был использован фиксированный индекс преломления частиц.

При определении размеров частиц их облучают лазерным лучом. Из-за рассеяния лазерного излучения позади пробы возникает характерное, кольцообразное распределение интенсивности, которое измеряется детектором особой формы. По расстоянию между этими кольцами (или соответствующему углу рассеяния) рассчитывается размер частиц: большие частицы создают тесно расположенные кольца (малые углы рассеяния), маленькие частицы - кольца, расположенные шире (большие углы рассеяния).

2.4.3 Металлографические исследования

Структуру образцов сплава ЭП708 в различных состояниях (исходных горячекатаных прутков, после выращивания методом СЛП, после процесса ГИП, после термической обработки) исследовали методами микроструктурного анализа, а также с помощью растровой электронной микроскопии.

Для приготовления металлографических шлифов использовалась установка «Struers LaboPol-5». Образцы запрессовывали в полистироловый полимер, поверхность шлифовали на наждачной бумаге разной зернистости (220, 500, 800, 1000, 2400, 4000), затем полировали на водно-спиртовой суспензии SiO_2 . Для выявления зеренной структуры и γ' -фазы приготовленные шлифы были протравлены раствором Каллинга (5 г CuCl , 100 мл HCl , 100 мл $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

Анализ и фоторафирование микрошлифов проводили с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axiovert 200M MAT и программного обеспечения для анализа пористости AxioVision 4.5. Пористость образцов оценивали металлографическим способом по 15 полям.

2.4.4 Растровая электронная микроскопия (РЭМ) и микрорентгеноспектральный анализ

Исследование микроструктуры и фрактографию образцов изучали на растровом электронном микроскопе TESCAN VEGA LMN с катодом LaB_6 (СЭМ) и системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy. Использовали режимы отраженных электронов и вторичных электронов. С помощью РЭМ определяли фазовый состав сплавов. С помощью приставки микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) (включая INCA Energy 350)/X-max 50 — система рентгеновского энергодисперсионного микроанализа с безазотным детектором X-max 50 Standard (кремний-дрейфовый детектирующий элемент активной площадью 50 мм^2 ; разрешение на линии $\text{Mn K}\alpha$ — 127 эВ) определяли химический состав избыточных фаз и твердого раствора образцов сплава ЭП708. Стандартная ошибка в определении химического состава равна 0,1 % вес. Объектами исследования были те же шлифы, которые использовали в световой микроскопии, а изломы изучали у образцов после механических испытаний на растяжение и усталость.

2.4.5 Измерение плотности

Измерение плотности образца из сплава ЭП708 проводили на лабораторных аналитических весах VIBRA AF225DRCE методом гидростатического взвешивания. Плотность образца определяли по формуле:

$$\rho_{обр} = \frac{m_{\text{в}}}{V} = \frac{m_{\text{в}} \cdot (\rho_{\text{ж}} - \rho_{\text{в}})}{m_{\text{в}} - m_{\text{ж}}} + \rho_{\text{в}}, \quad (2.1)$$

где $m_{\text{в}}$ – масса образца на воздухе, г;

$m_{\text{ж}}$ – масса образца в жидкости (дистиллированной воде), г;

$\rho_{\text{ж}}$ – плотность жидкости, г/см³;

$\rho_{\text{в}}$ – плотность воздуха, г/см³;

V – объём, см³.

Температуру воздуха при нормальном давлении и дистиллированной воды приняли равными 24 °С.

2.4.6 Дилатометрический анализ

Изменение линейных размеров образца при нагреве и определение зависимости коэффициента термического расширения (КТР) от температуры проводили на закалочном деформационном дилатометре DIL805A/D. Для эксперимента использовали цилиндрический образец сплава ЭП708 диаметром 4 мм и высотой 10 мм. Исследуемый образец нагревали в вакууме до температуры 1100 °С со скоростью 5 К/мин. Во время эксперимента фиксировали изменение высоты и диаметра образца, а также изменение КТР при нагреве. По изменениям длины и диаметра образца во время нагрева с учетом сохранения массы образца была посчитана плотность образца при повышенных температурах.

2.4.7 Определение теплоемкости и дифференциальный термический анализ (ДТА)

Определение теплоемкости производили на калориметре DSC Labsys evo Setaram с использованием детектора 3D Cp Sensor. На выходе из системы определяется текущая

температура образца, выраженная в микровольтах. Максимальные размеры цилиндрического образца составляли: диаметр 4 миллиметра и высота 11 миллиметров. Вывод показаний калориметра и расчет теплоемкости осуществляли с использованием специального программного обеспечения Calisto Software. Образцы взвешивали на аналитических весах, с точностью до десятитысячных долей грамма. Измерения теплоемкости проводились в интервале температур 100 – 1000 °С. Эксперимент проводили в платиновом тигле со вставкой из Al_2O_3 в потоке аргона (99,999 %, очищенный от O_2 , примерно 20 мл/мин). Измерения состояли из трех последовательных экспериментов: с пустым тиглем (*blank*), с исследуемым образцом (*sample*) и с образцом сравнения с известной теплоемкостью в исследуемом интервале температур (*reference*). В качестве образца сравнения использовали спрессованный оксид алюминия. Для расчета теплоемкости использовалось следующее уравнение:

$$C_p(T_i) = \frac{HF_{sample}(T_i) - HF_{blank}(T_i)}{HF_{ref}(T_i) - HF_{blank}(T_i)} \cdot \frac{Mass_{ref}}{Mass_{sample}} \cdot C_{pref}(T_i), \quad (2.2)$$

где HF - сигнал, полученный на калориметре, мВ;

$Mass$ - масса, г;

C_p – теплоемкость, Дж/г/К;

blank – для пустого тигля;

ref – для образца сравнения;

sample – для исследуемого образца;

ДТА также проводили на калориметре DSC Labsys evo Setaram с использованием образца из сплава ЭП708 диаметром 3 мм и высотой 3 мм. Образец нагревали со скоростью 20 К/мин до температуры 1600 °С и фиксировали зависимость теплового потока от температуры при нагреве и охлаждении.

2.4.8 Термодинамические расчеты

Термодинамические расчеты для сплава ЭП708 были проведены с использованием программного обеспечения ThermoCalc v.2016b и базы данных TCNI8 (последняя версия базы данных ТС для никелевых сплавов). Оценивали изменения объема равновесных фаз и фазовые превращения в зависимости от температуры, определяли зависимость доли твердой фазы от температуры при кристаллизации, а также были построены изотермические разрезы при разных температурах.

2.4.9 Определение коэффициента теплопроводности

Исследование температуропроводности образцов проводили методом лазерной вспышки на приборе NETZSCH LFA 457 MicroFlash. Процесс определения температуропроводности по данному методу происходит в два этапа: 1) регистрация прецизионным инфракрасным датчиком роста температуры тыльной стороны плоскопараллельного образца как функции времени после облучения его фронтальной стороны коротким мощным импульсом лазерного излучения; 2) расчет температуропроводности с использованием выбранной математической модели. Образцы покрывались тонким (около 10 мкм) слоем графита (спрей Graphite 33). Измерения проводили в атмосфере аргона. Скорость продувки составляла 50 мл/мин. Измерения проводили на изотермических участках температурной программы при температурах 24, 300, 600, 800, 1000°C; нагревание проводили со скоростью 10 К/мин. При каждой температуре проводили по 5 или более вспышек-измерений. Для расчета температуропроводности использовали математическую модель «Care-Lehmann + коррекция импульса», учитывающую фронтальные и радиальные потери тепла.

Коэффициент теплопроводности определяли по формуле:

$$x = \alpha \rho C_p, \quad (2.3)$$

где α – коэффициент температуропроводности, м²/с;
 ρ – плотность при заданной температуре, кг/м³;
 C_p – теплоёмкость при заданной температуре, Дж/(г·К).

2.4.10 Определение вязкости расплава методом крутильных колебаний

Измерение кинематической вязкости расплавленного металла проводили с использованием вискозиметра ВК-ВМР. Измерения осуществляли в атмосфере высоко чистого гелия. В первой части исследования была определена температура плавления ($T_{пл}$) исследуемого сплава, которая составила 1365 °С. При дальнейшем разогреве образца была получена зависимость кинематической вязкости расплава от температуры в режиме нагрева.

Динамическую вязкость расплава рассчитывали по формуле:

$$\eta = \nu \rho, \quad (2.4)$$

где ν – кинематическая вязкость расплава, $\text{м}^2/\text{с}$;
 ρ – плотность расплава, $\text{кг}/\text{м}^3$.

Плотность расплава приняли равной $7770 \text{ кг}/\text{м}^3$.

2.4.11 Определение механических свойств на сжатие при повышенных температурах

Для получения полной и достоверной информации об упругих, пластических и вязкопластических свойствах сплава ЭП708, используя multifunctional испытательный комплекс Gleeble System 3800 (США), был проведён широкий ряд термомеханических воздействий, включающий в себя:

- проведение контролируемой осадки в упругой и частично пластичной (до 0,01 % деформации) области с целью определения упругих констант материала в широком диапазоне температур;
- определение коэффициентов скоростной чувствительности сопротивления деформации;
- определение условного предела текучести и истинного сопротивления деформации;
- запись кривых релаксации напряжений после предварительной деформации при разных температурах, скоростях и степенях деформации;
- определение температурной зависимости скоростей ползучести на установившейся стадии при фиксированном уровне внешней нагрузки.

Для прецизионной и одновременной регистрации наблюдаемых продольных и поперечных изменений размеров - использовались внешние навесные датчики. Нагрев образцов осуществляли прямым пропусканием электрического тока. Для контроля температуры непосредственно к поверхности образца приваривали термопары.

Для экспериментального определения упругих модулей материала были проведены контролируемые осадки в упругой (и частично пластичной до 0,01%) области в широком диапазоне температур. Упругое поведение материала при одноосном растяжении/сжатии - описывает модуль Юнга (E). Модуль сдвига (G), характеризующий отклик материала на сдвиговую нагрузку наряду с другими упругими модулями, используется в обобщённом законе Гука. У однородного, изотропного материала модуль сдвига связан с модулем Юнга через коэффициент Пуассона [109]:

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}, \quad (2.5)$$

где ν – значение коэффициента Пуассона для данного материала.

Измерение упругих модулей и их температурную зависимость определяли на цилиндрических образцах из сплава ЭП708 диаметром 10 мм и высотой 15 мм, прикладывая к ним одноосное усилие в пределах упругой зоны.

С целью определения значения упругих констант материала и их температурной зависимости в широком диапазоне температур в ходе исследования были проведены контролируемые осадки в упругой и частично пластичной до 0,01% области в интервале температур от комнатной до 1100 °С. Модуль Юнга определяли, как отношение приложенного усилия к деформации в упругой области. Коэффициент Пуассона определяли из отношения степени продольной деформации к степени поперечной [109].

Оценку параметров вязкопластического течения исследуемого материала проводили при испытании образцов на сжатие в диапазоне температур от 600 до 1100 °С. Сразу после накопления деформации образцы сплава ЭП708 фиксировали в конечном деформированном состоянии для последующей записи кривых релаксации напряжений. Пример такой кривой приведён на рисунке 2.1.

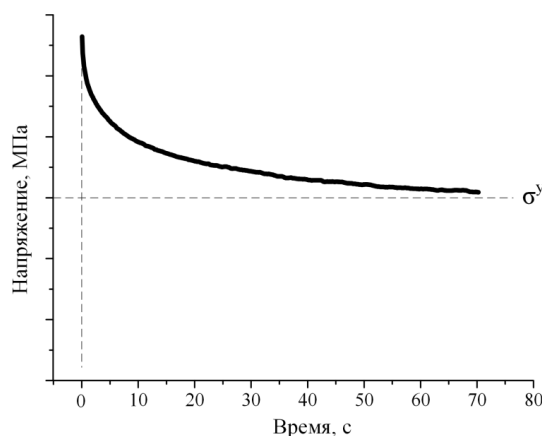


Рисунок 2.1 – Экспериментальная кривая релаксации напряжений для определения предела упругости (σ^y) в вязкопластичном состоянии

Определение коэффициента скоростной чувствительности проводили на основе экспериментально полученных диаграмм деформации при изменении скорости деформации (от 0,001 до 0,1 с⁻¹) в ходе деформирования образцов сплава ЭП708 в температурном интервале от

900 до 1100 °С. Примеры кривой деформации со скачкообразным изменением скорости во время деформации образцов сплава ЭП708 и метода определения коэффициента скоростной чувствительности приведены на рисунке 2.2.

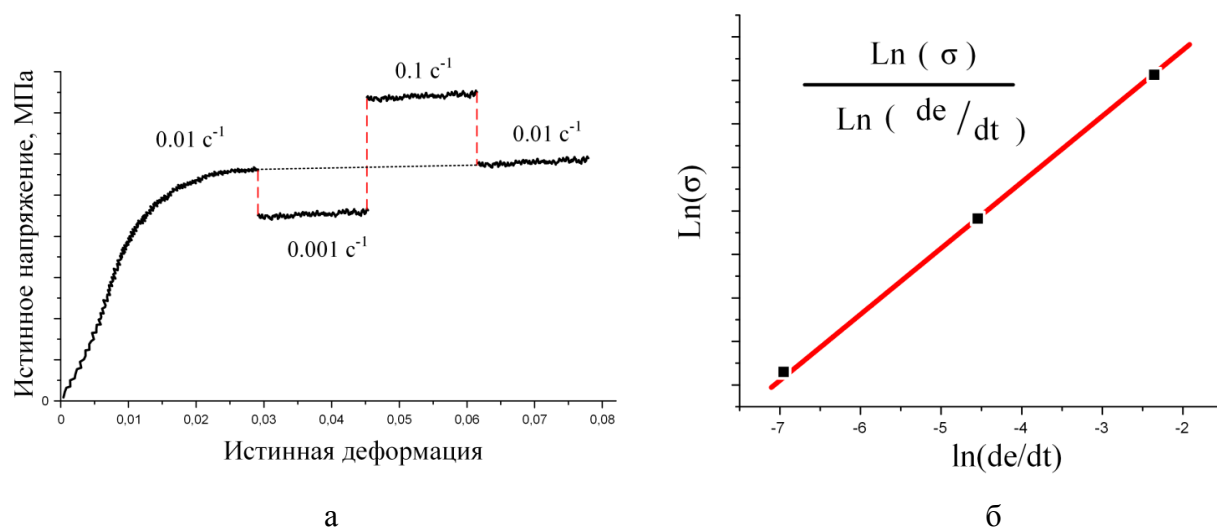


Рисунок 2.2 – Значимое изменение сопротивления деформации (а) и соответствующий этому коэффициент скоростной чувствительности на графике зависимости в логарифмических координатах (б)

Испытания на высокотемпературную ползучесть образцов из сплава ЭП708 проводили при фиксированной нагрузке, записывая диаграмму ползучести при нескольких значениях температур. Для получения температурной зависимости скорости ползучести на установившейся стадии испытания на высокотемпературную ползучесть ограничивали накоплением суммарной пластической деформации в пределах около 0,5 – 1 % при каждой температуре испытания при фиксированной нагрузке.

2.4.12 Механические испытания на растяжение

Механические свойства образцов сплава ЭП708 после горячей прокатки и термообработки, после СЛП, после СЛП и термообработки, после ГИП, после ГИП и термообработки определяли стандартным методом испытаний на одноосное растяжение по ГОСТ 1497–84 [110] на плоских образцах тип I.

Изготовленные стандартные образцы испытывали на растяжение при комнатной температуре и 800 °С на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z250 (с автоматической записью кривой растяжения).

По кривым растяжения определяли значения напряжения течения при различных значениях степени остаточной деформации и предела прочности σ_B .

2.4.13 Испытания на усталостную выносливость

Образцы сплава ЭП708 после горячей прокатки и термообработки, после СЛП и термообработки, после ГИП и термообработки испытывали на усталостную выносливость на вибростенде типа ВЭДС-400 при комнатной температуре по первой изгибной форме колебаний на резонансной частоте [111]. Сравнительные испытания осуществляли на двух образцах в каждом состоянии со ступенчатым повышением нагрузки с 340 МПа до 380 МПа через 2×10^6 циклов и до достижения состояния разрушения образца.

2.4.14 Методика моделирования плавления порошкового слоя, коробления и остаточных напряжений изделий, получаемых методом СЛП

Моделирование процессов СЛП, а также коробления изделия и расчет уровня остаточных напряжений проводили в программном комплексе конечно – элементного моделирования ESI Additive Manufacturing (ESI Group) с использованием базы свойств материала EP708.

2.4.15 Методика определения пористости с помощью компьютерной томографии

Анализ пористости образцов проводили с использованием рентгеновского томографа ХТ Н 225 ST Nikon Metrology с микрофокусной рентгеновской трубкой открытого типа максимальным напряжением 225 кВ, номинальной мощностью 225 Вт и размером фокального пятна 3 мкм. Для анализа трехмерного изображения использовали программный продукт VG Studio MAX3.0.0. Данный метод позволяет определять поры и неметаллические включения с линейным размером от 20 мкм и более.

2.4.16 Методика статистической обработки результатов эксперимента

Результаты структурных исследований обрабатывали с помощью методов математической статистики в соответствии с общепринятой методикой [112]. Для оценки случайной погрешности измерений определяли среднеквадратичное отклонение:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - x)^2}{n - 1}}, \quad (2.6)$$

где S – среднее квадратичное отклонение;

x – среднее значение параметра;

x_i – множество определенных в результате испытаний значений ($i = 1, 2, \dots, n$).

Также для оценки статистической ошибки использовали отношение среднеквадратичного отклонения к среднему экспериментальному значению свойства, выраженное в процентах.

Уровень доверительной вероятности α принимали равным 0,95. Величину доверительного интервала определяли средним значением x , средним квадратичным отклонением S и критерием Стьюдента t , который зависит от выбранной доверительной вероятности α и числа измерений n (число степеней свободы k равным $n-1$). При использовании данной методики обработки экспериментальных результатов истинное значение X будет находиться в пределах доверительного интервала:

$$x + \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t < X < x - \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \quad (2.7)$$

где $x \pm \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t$ – доверительный интервал.

3 Экспериментальная часть

3.1 Исследование характеристик порошка сплава ЭП708

Проведены исследования характеристик полученного методом центробежного плазменного распыления порошка сплава ЭП708, включая гранулометрический состав, форму частиц, микроструктуру и химический состав. В таблице 3.1 приведен гранулометрический состав всех полученных после распыления фракций порошка сплава ЭП708.

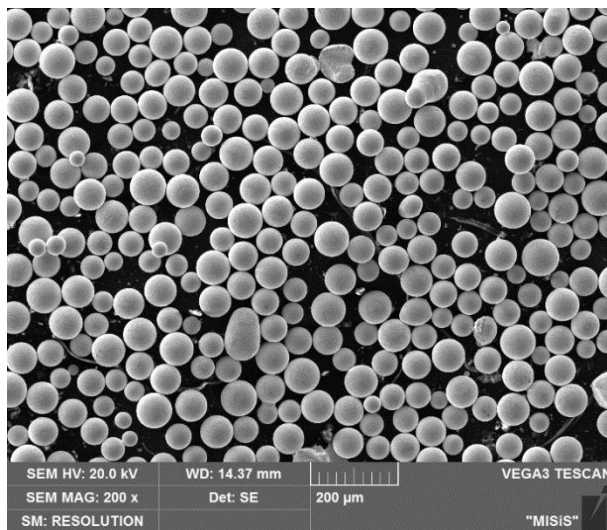
Таблица 3.1 – Гранулометрический состав порошка из сплава ЭП708

Размер частиц, мкм	Массовая доля частиц, %
менее 40	2,87
40-80	43,39
80-100	17,64
100-125	26,97
более 125	9,13

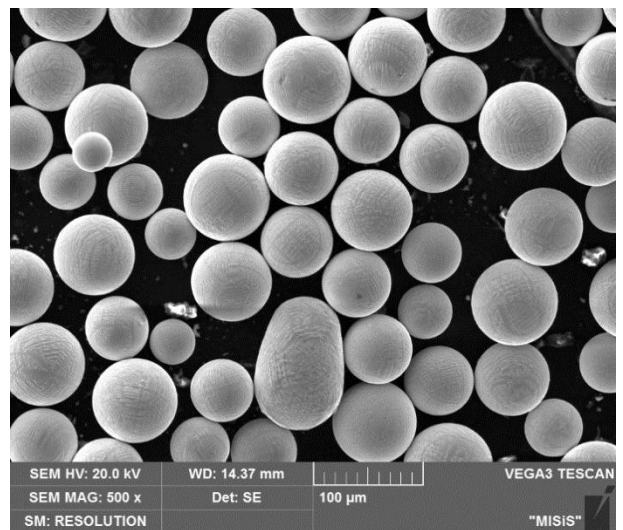
В технологии СЛП и в дальнейшей работе использовали порошок сплава ЭП708 с фракцией от 40 до 80 мкм, что составило не менее 43 % от общего количества порошка, полученного из распыления цилиндрических заготовок. Остальные фракции частиц порошка могут быть использованы в технологии прямого лазерного выращивания или плавления электронным лучом [7].

Внешний вид частиц порошка из сплава ЭП708 фракции от 40 до 80 мкм представлен на рисунке 3.1. Как видно, частицы полученного порошка сплава ЭП708 имеют сферическую форму, сателлиты практически полностью отсутствуют. На рисунке 3.2 приведен результат гранулометрического анализа данного порошка. Видно, что большую долю составляют частицы с размером около 60 мкм.

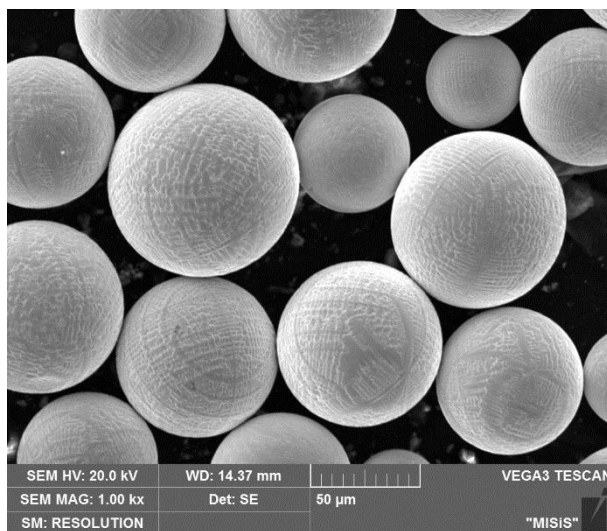
Для установок послойного лазерного синтеза типа SLM280 производители оборудования рекомендуют использовать порошки с текучестью 30 секунд и лучше (по методу воронки). В этой связи проведены работы по определению текучести порошка сплава ЭП708, результаты определения приведены в таблице 3.2. Видно, что текучесть порошка сплава ЭП708 удовлетворяет требованиям производителя установки СЛП.



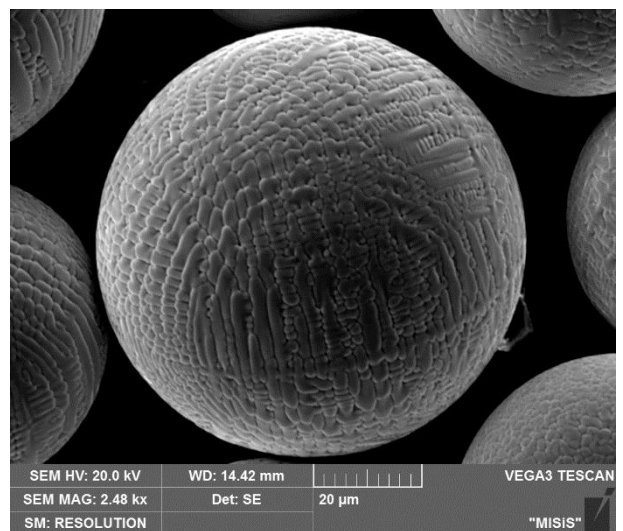
а



б



в



г

а – увеличение 200 крат;

б – увеличение 500 крат;

в – увеличение 1000 крат;

г – увеличение 2500 крат

Рисунок 3.1 – Порошок из сплава ЭП708. Размер частиц от 40 до 80 мкм

Таблица 3.2 – Результаты определения текучести порошка сплава ЭП708

№	Размер частиц	Текучесть, с	Среднее значение текучести, с
1	40-80	16,4	16,3
2	40-80	16,2	
3	40-80	16,4	
4	40-80	16,2	
5	40-80	16,2	

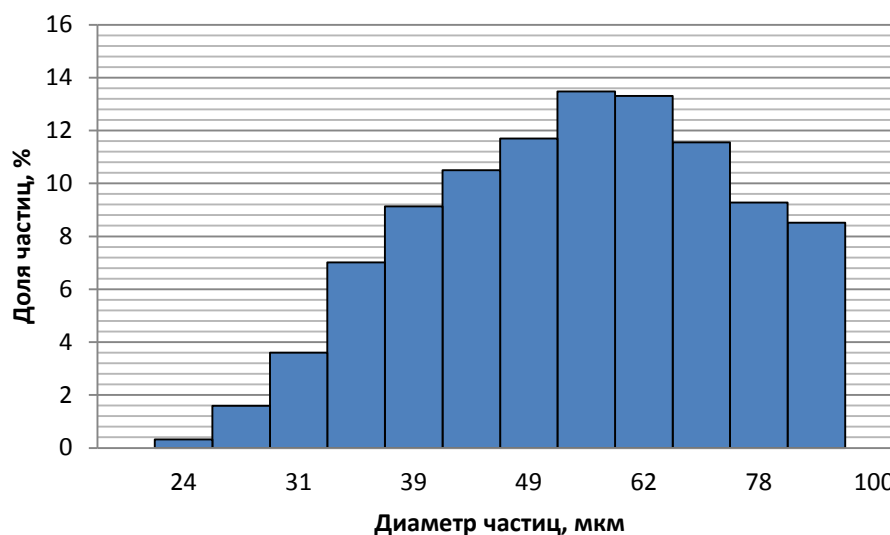


Рисунок 3.2 – Гранулометрический состав порошка сплава ЭП708 фракции от 40 до 80 мкм

Результаты определения насыпной плотности приведены в таблице 3.3. Порошок в слое в местах после прохода и сплавления лазером имеет объемную усадку, которую оценивали по формуле [113]:

$$Y_{об} = \frac{\rho_{спл} - \rho_n}{\rho_{спл}} \cdot 100\%, \quad (3.1)$$

где $Y_{об}$ – объемная усадка слоя порошка после сплавления, %

$\rho_{спл}$ – плотность сплава, кг/м³;

ρ_n – насыпная плотность порошка, кг/м³.

Плотность образца сплава ЭП708, полученного методом СЛП, составляет 8370 кг/м³. Тогда объемная усадка после прохода и сплавления лазером порошка составляет 42,2 %.

В местах после прохода лазером за счет объемной усадки толщина сплавленного слоя будет составлять [113]:

$$h_2 = \frac{100 - Y_{об}}{100} \cdot h_1, \quad (3.2)$$

где h_2 – толщина слоя после прохода лазером, мкм;

h_1 – исходная толщина слоя до прохода лазером, мкм.

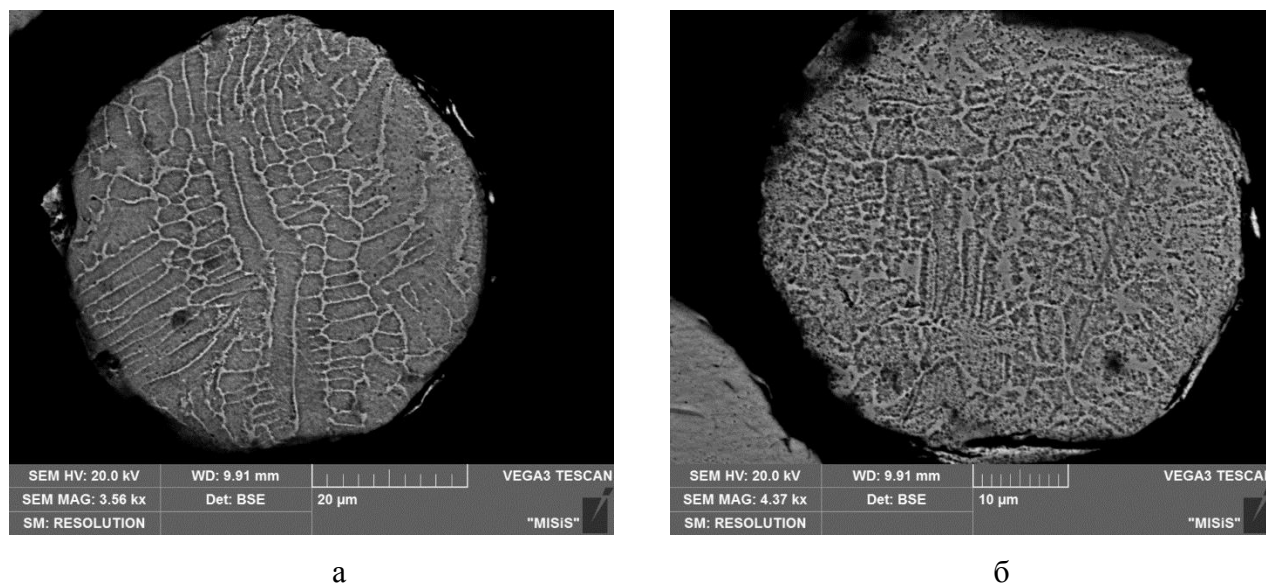
При исходной толщине порошкового слоя в 60 мкм в местах после прохода лазером толщина проплавленного слоя составляет около 35 мкм. В этой связи после опускания

платформы построения на 60 мкм для формирования следующего порошкового слоя в местах после прохода лазером предыдущего слоя общая высота с учетом усадки проплавленного участка составляет 95 мкм, что обеспечивает укладку частиц порошка размером от 40 до 80 мкм. В участках предыдущего слоя, в которых порошок не участвовал в построении изделия, при формировании нового слоя идет перемешивание порошка нового и предыдущих слоев, что также обеспечивает возможность пользования порошка с частицами размером от 40 до 80 мкм при толщине слоя в 60 мкм.

Таблица 3.3 – Результаты определения насыпной плотности порошка сплава ЭП708

№	Размер частиц	Объем емкости, см ³	Масса порошка, г	Насыпная плотность, г/см ³	Среднее значение насыпной плотности, г/см ³
1	40-80	25	120,7	4,83	4,84
2	40-80	25	120,9	4,84	
3	40-80	25	120,9	4,84	

На рисунке 3.3 представлена микроструктура частиц порошка из сплава ЭП708.



а – увеличение 3600 крат;

б – увеличение 4400 крат

Рисунок 3.3 – Микроструктура частиц порошка сплава ЭП708 при разных увеличениях

Частицы порошка имеют литую дендритную структуру, средней размер дендритной ячейки составил около 4 мкм, что соответствует скорости кристаллизации, примерно, 10^3 К/с [98].

В таблице 3.4 приведен результат МРСА по химическому составу частиц полученного порошка сплава ЭП708, а в приложении А приведены карты распределения элементов по объему частиц. Химический состав частиц соответствует сплаву ЭП708 по ТУ14-1-1018-98 [103]. Распределение основных элементов в частицах, в целом, равномерное.

Таблица 3.4 – Химический состав частиц порошка из сплава ЭП708 (массовые %)

Элемент	Ni	Al	Ti	Cr	Fe	Mo	W
Концентрация	осн.	2,58	1,41	19,12	0,92	5,65	6,45

3.2 Подбор оптимальных параметров СЛП для изготовления изделий из сплава ЭП708

В обзоре литературы было показано, что на формирование структуры изделия в процессе СЛП влияют ряд факторов, в первую очередь, теплофизические свойства материала порошка, мощность лазерного излучения, скорость сканирования лазерного луча, диаметр пятна лазера, количество расстояние между соседними треками, толщина порошкового слоя и фракционный состав порошка. Количество подводимой в процессе лазерного воздействия энергии с одной стороны должно быть достаточным для формирования монолитной структурой с минимальной пористостью, с другой стороны необходимо обеспечить минимально возможный подвод энергии для снижения термических напряжений. Причем параметры СЛП за счет разных условий теплопереноса будут разные в процессе формирования поддерживающих структур, поверхностных слоев и основного тела изделия.

В настоящей работе оптимизацию параметров СЛП осуществляли экспериментальным путем. Для этого на установке селективного лазерного плавления SLM280 из сплава ЭП708 были изготовлены экспериментальные образцы. Первоначально была предпринята попытка выбрать оптимальный режим по методике, которую предложил производитель оборудования – компания SLM Solution. Сущность методики заключается в выборе оптимального режима на основе визуальной оценки сформированных треков на поверхности образцов. Критериями оценки объемных образцов служили форма треков, наличие больших капель на поверхности, цвет. Критериями оценки для поддерживающих структур служили форма треков и прочность на изгиб.

Для подбора оптимального режима всего было проанализировано 25 разных вариантов сочетания параметров построения поддерживающих структур и самих образцов (таблицы 3.5 и 3.6). В качестве варьируемых параметров при выращивании поддержек с размерами 7x7x5 мм были взяты мощность в пределах от 120 до 180 Вт и скорость движения лазера – от 500 до 900 мм/с, а для выращивания образцов с размерами 7x7x5 мм были взяты мощность в пределах от 260 до 320 Вт и скорость движения лазера – от 605 до 1005 мм/с. Стратегия лазерного сканирования шахматная (разгрузочная). Для всех образцов неизменными были фракционный состав порошка от 40 до 80 мкм, толщина порошкового слоя 60 мкм и расстояние между треками 120 мкм, а также параметры для поверхностного слоя, рекомендуемые производителем оборудования SLM280 для никелевых сплавов типа Inconel 718 (275 Вт, 805 мм/с). Оценку проводили по качеству получаемых треков после лазерного сплавления. Качество треков определяли на основании анализа внешних поверхностей на предмет недостатка/избытка плотности подводимой энергии (рисунок 3.4): однородность, цвет, наличие крупных капель металла.

В результате исследования определены наиболее оптимальные параметры построения: - для поддерживающих структур режим №17 (таблица 3.5);
- для построения образцов (базовый режим) – №2 (таблица 3.6).

Режим для поддерживающих структур в дальнейшей работе оставался неизменным.



Рисунок 3.4 – Внешний вид образцов после выращивания

В результате металлографической оценки структуры образца по базовому режиму была выявлена значительная пористость образцов с выходом на поверхность, которая впоследствии не может быть устранена операцией горячего изостатического прессования (рисунок 3.5).

Таблица 3.5 – Параметры построения поддерживающих структур

№	Параметры построения	
	Мощность лазера, Вт	скорость лазерного сканирования, мм/с
1	120	500
2	120	600
3	120	700
4	120	800
5	120	900
6	135	500
7	135	600
8	135	700
9	135	800
10	135	900
11	150	500
12	150	600
13	150	700
14	150	800
15	150	900
16	165	500
17	165	600
18	165	700
19	165	800
20	165	900
21	180	500
22	180	600
23	180	700
24	180	800
25	180	900

Таблица 3.6 – Параметры построения образцов

№	Параметры построения	
	Мощность лазера, Вт	Скорость лазерного сканирования, мм/с
1	260	605
2	260	705
3	260	805
4	260	905
5	260	1005
6	275	605
7	275	705
8	275	805
9	275	905
10	275	1005
11	290	605
12	290	705
13	290	805
14	290	905
15	290	1005
16	305	605
17	305	705
18	305	805
19	305	905
20	305	1005
21	320	605
22	320	705
23	320	805
24	320	905
25	320	1005

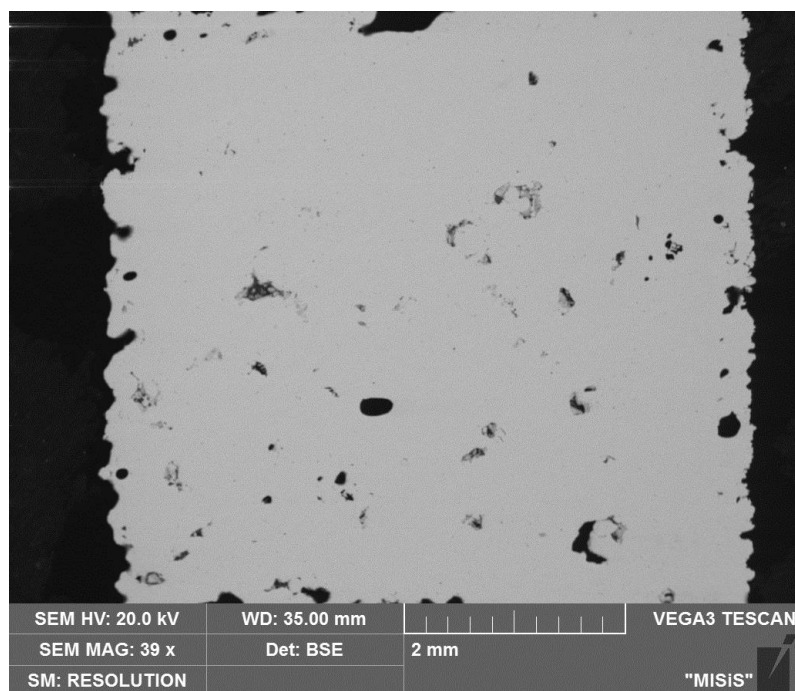


Рисунок 3.5 – Пористость в образцах из сплава ЭП708

Для устранения дефектов были проведены работы по оценке влияния расстояния между треками (hatch spacing, рисунок 1.4) на плотность и пористость как в массивной части изделия, так и в поверхностных слоях. Также были проведены работы по оценке влияния параметров лазера и стратегии выращивания на формирование структуры поверхностного слоя.

Для оценки влияния расстояния между треками на плотность и пористость массивной части изделия были выращены 9 кубических образцов размером 7x7x7 мм. Расстояние между треками варьировали от 60 до 140 мкм.

В результате оценки микроструктуры во всех образцах было выявлено наличие значительной пористости в поверхностном слое толщиной до 0,6 мм, которая связана с развитой поверхностью образца (рисунок 3.6). Поэтому оценку плотности массивной части изделий проводили на образцах после удаления механическим путем поверхностного слоя толщиной 1 мм.

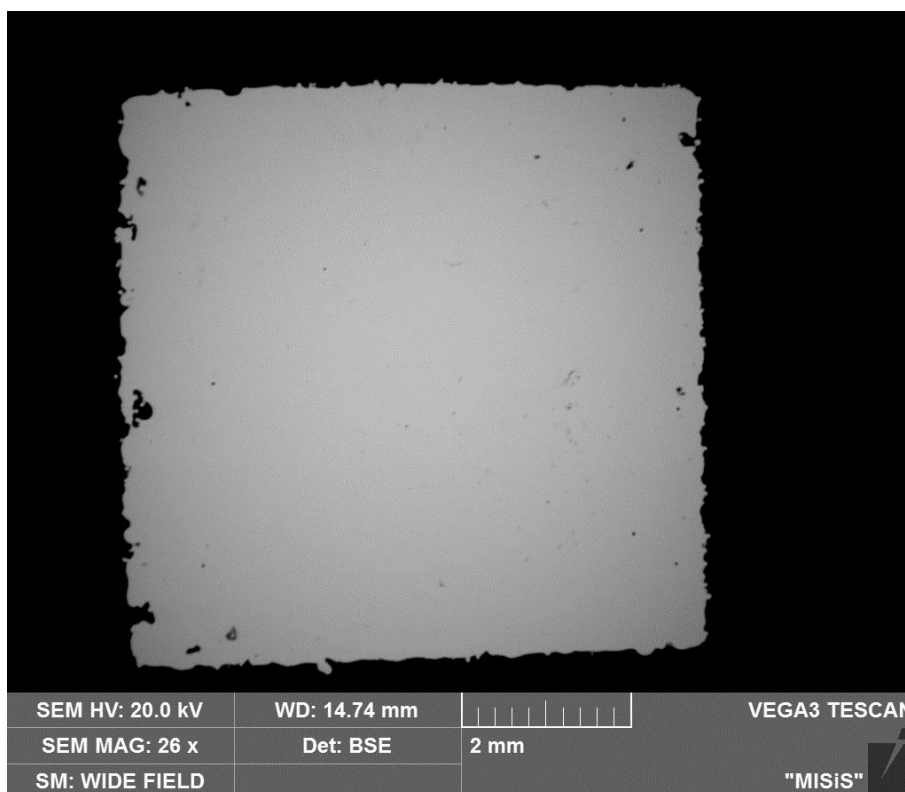


Рисунок 3.6 – Микроструктура образца при расстоянии между треками 80 мкм

Результаты исследований влияния расстояния между треками на плотность образцов представлен на рисунке 3.7. Видно, что наилучшей плотностью обладает образец, при выращивании которого был задан параметр «расстояние между треками» равный 80 мкм. При таком расстоянии происходит повторное оплавление предыдущего трека, так как размер формируемого трека составляет порядка 200 мкм (рисунок 3.8). Однако видно, что дальнейшее уменьшение расстояния между треками не увеличивает плотность образцов. При увеличении расстояния между треками плотность также уменьшается, что связано с большим размером частиц используемого порошка, сопоставимым с толщиной порошкового слоя, и формированием при первичном переплаве трека с дефектной структурой. Как показывают результаты ряда исследований [43–45], повторный переплав слоя между треками предыдущего трека положительно сказывается на уменьшении пористости. Происходит устранение дефектов, которые возникли в результате первичного переплава треков. С целью гарантированного получения структуры с минимальной пористостью добавили повторный переплав всего слоя с проходом лазера между уже сформированными треками.

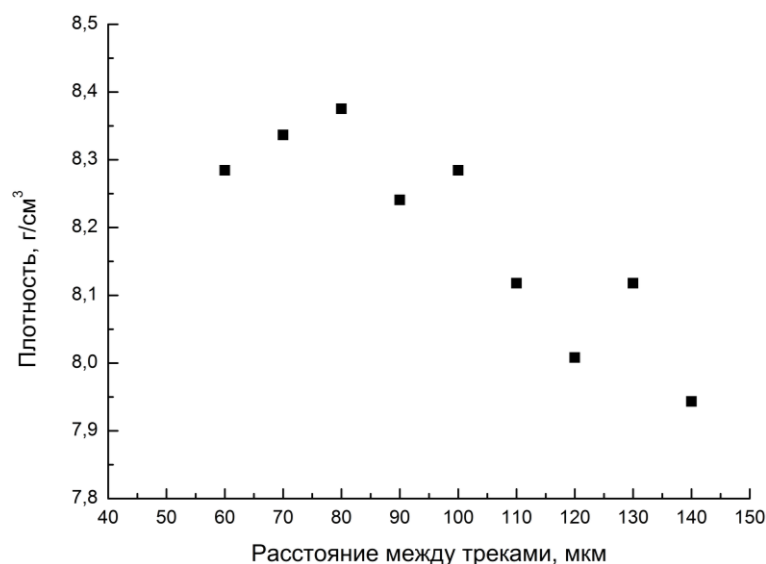


Рисунок 3.7 – Зависимость плотности полученных образцов от расстояния между треками

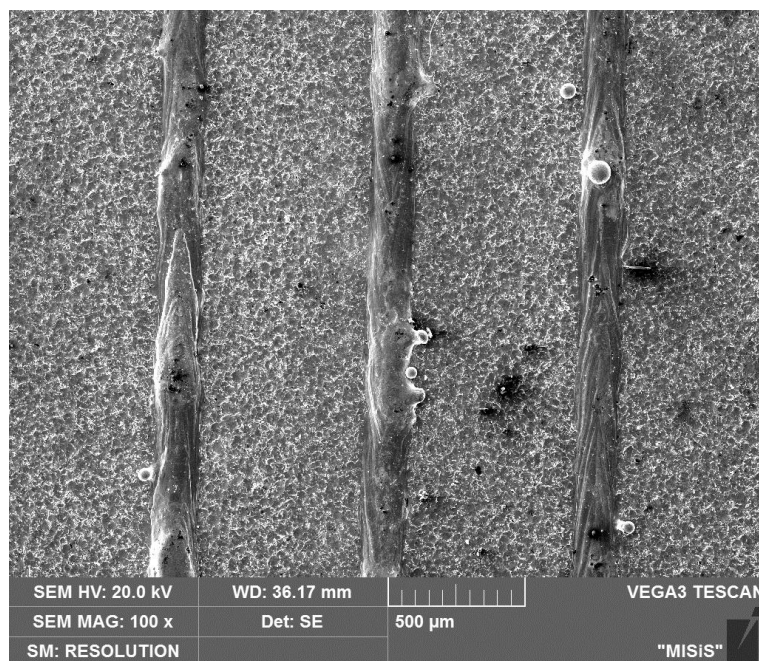


Рисунок 3.8 – Единичные треки сплава ЭП708, формируемые в процессе СЛП

С целью устранения поверхностной пористости была проведена оптимизация режимов СЛП. Для этого варьировали расстояние между треками в поверхностном слое в пределах от 30 до 70 мкм и значение коэффициента блокировки скорости движения лазера (blocked path laser speed) – 100 и 130 % (рисунок 3.9). Количество формируемых слоев в образцах составляло 15 шт. Последующую оценку пористости данных образцов проводили с помощью компьютерной томографии (рисунок 3.10).

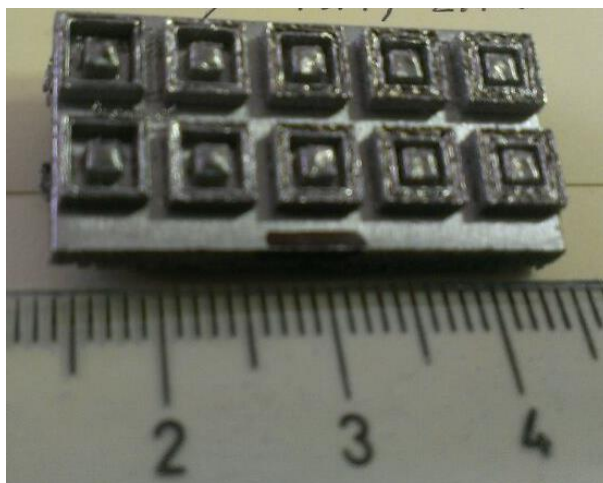


Рисунок 3.9 – Образцы для оптимизации режима поверхности изделий из сплава ЭП708

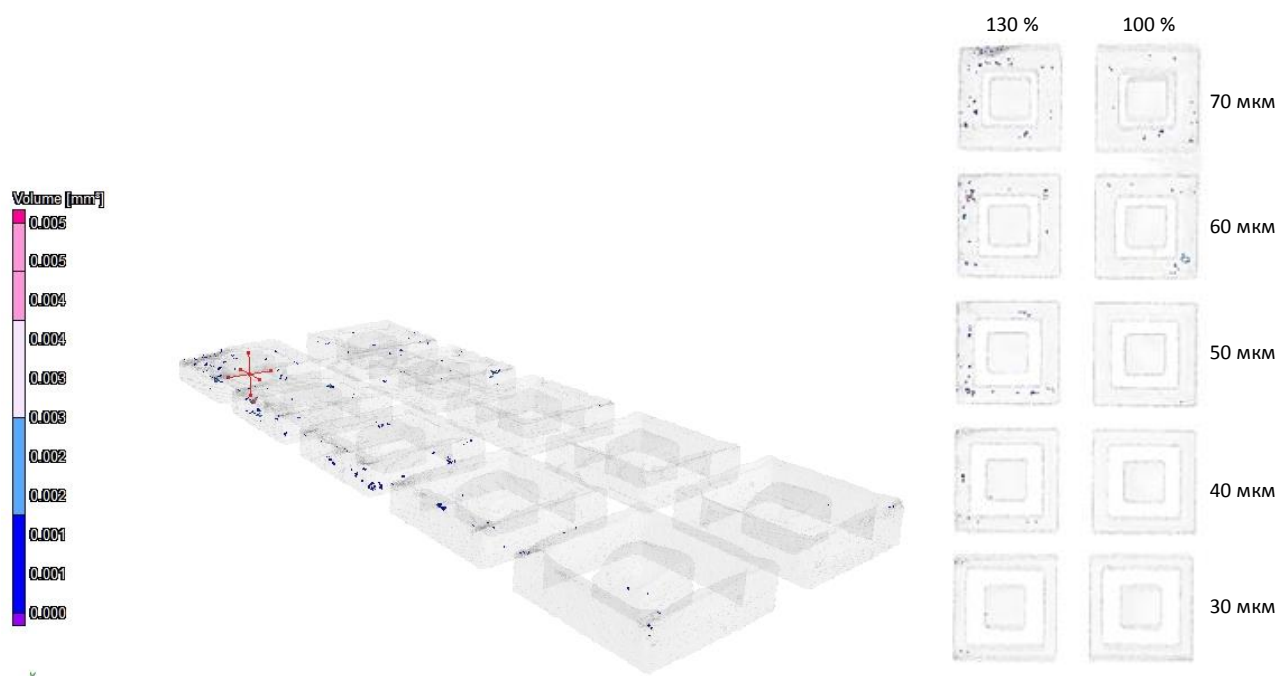


Рисунок 3.10 – Объёмные изображения образцов из сплава ЭП708, полученные методом компьютерной томографии для определения режимов выращивания на поверхности изделий

Как видно, с уменьшением расстояния между треками пористость в образцах снижается. Наименьшая пористость получена в образцах, полученных при расстоянии между треками равным 30 мкм и значении коэффициента блокировки скорости движения лазера 100 %.

Таким образом, для дальнейших исследований определен оптимальный режим выращивания методом СЛП изделий из порошка сплава ЭП708 с фракционным составом от 40 до 80 мкм при толщине слоя 60 мкм:

Для основного тела:

Мощность лазера: 250 Вт

Скорость сканирования: 600 мм/с

Расстояние между треками: 80 мкм

Повторный проход лазера между уже сформированными треками.

Для поверхности:

Мощность лазера: 165 Вт

Скорость сканирования: 600 мм/с

Расстояние между треками: 30 мкм

Для поддерживающих структур:

Мощность лазера: 165 Вт

Скорость сканирования: 600 мм/с

Расстояние между треками: 120 мкм.

3.3 Анализ микроструктуры и механических свойств образцов из сплава ЭП708, полученных методом СЛП

3.3.1 Анализ микроструктуры образцов сплава ЭП708

Полученные методом СЛП экспериментальные образцы исследовали на наличие дефектов в микроструктуре. Изображения микроструктур выращенных образцов представлены на рисунке 3.11. В продольном (плоскость ХУ) и поперечном (вдоль оси Z) сечениях направлении росту образца видны трещины. На рисунке 3.11б видно, что зерна более вытянуты вдоль направления роста (направления теплоотвода при кристаллизации). На последующих рисунках все изображения микроструктуры приведены в поперечных направлении роста сечениях.

В данном случае режим выращивания был оптимальным, так как разрывов в треках, а также нерасплавленных частей в образцах не наблюдалось. Объемная доля пор в выращенных образцах составляет менее 1 об. % ($0,6 \pm 0,28$ об. %, рисунок 3.12), что сопоставимо с материалами, получаемыми по традиционной технологии.

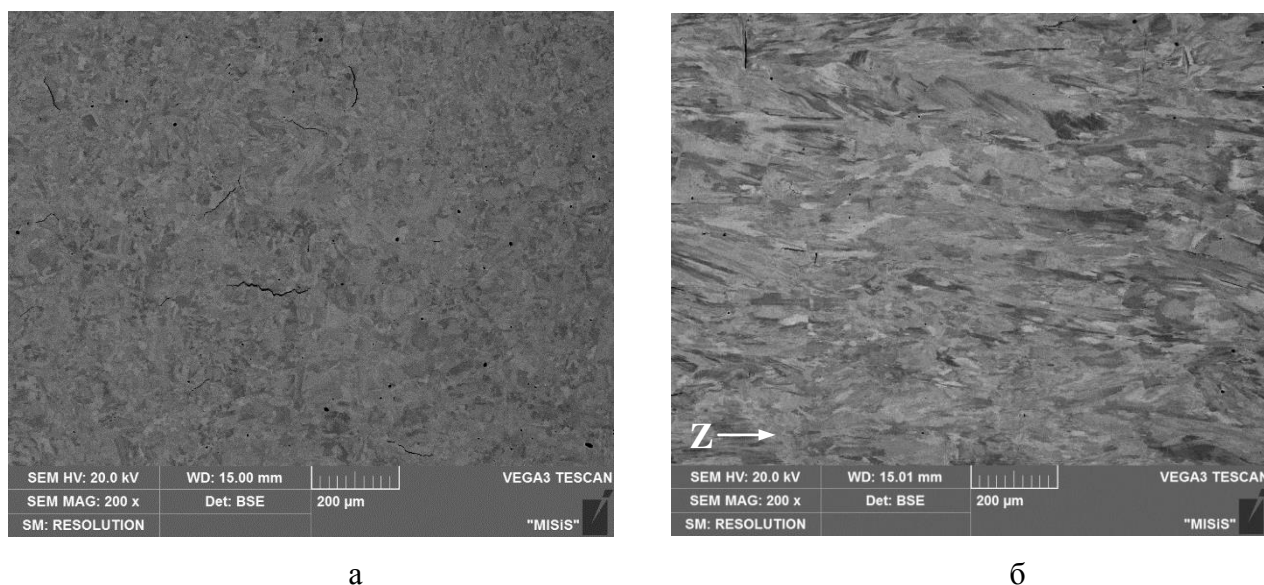


Рисунок 3.11 – Микроструктура образцов из сплава ЭП708 в состоянии после выращивания:
плоскость XY (а); вдоль оси Z (б)

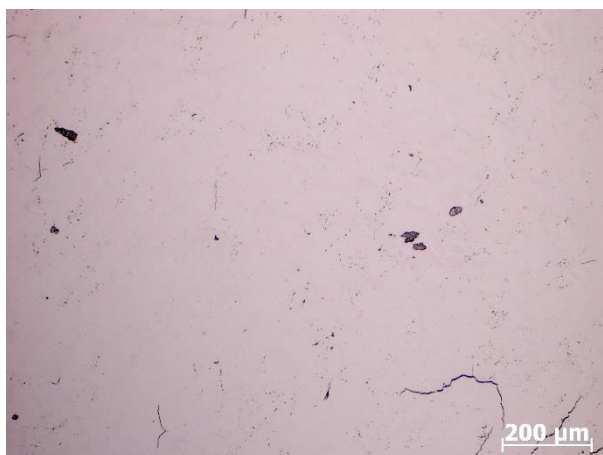


Рисунок 3.12 – Наличие дефектов в микроструктуре образца сплава ЭП708, полученного методом СЛП

Как было отмечено выше, полностью от пористости избавиться практически невозможно, поэтому для ответственных деталей после их выращивания следует применять дополнительную обработку, например, горячее изостатическое прессование (ГИП), что также должно благоприятно сказаться на устранении трещин и снижении пористости. Поэтому для устранения дефектов и ликвации в структуре полученные методом СЛП образцы подвергли процессу ГИП, после которого объемная доля дефектов стала менее 0,35 % об. (рисунок 3.13).



Рисунок 3.13 – Наличие дефектов в микроструктуре образца сплава ЭП708, полученного методом СЛП и прошедшего ГИП

На рисунке 3.14 приведены микроструктуры образцов после выращивания и прошедших разные стадии термической обработки, а на рисунке 3.15 и в таблице 3.7 приведены обозначения и химический состав представленных на них фаз. Видно, что микроструктура после выращивания имеет ячеистое строение: дендриты γ -фазы (размер порядка 1-2 мкм), окруженные сеткой из смеси фаз. Основываясь на термодинамических расчетах (рисунок 3.16) показано, что в структуре должны присутствовать: карбиды типа M_6C , первичная γ' -фаза и топологически плотно упакованная μ -фаза. В связи с тем, что по данным расчета неравновесной кристаллизации по Шайлю, μ -фаза заканчивает кристаллизацию последней, то можно сделать вывод, что большие светлые частицы, находящиеся на границах зерен, могут являться частицами этой фазы. При этом методом МРСА (рисунок 3.15а и таблица 3.7) выявить явное различие в составе фаз не удалось.

Температурные данные термодинамического расчета хорошо согласуются с данными ДСК-анализа (рисунок 3.17): в интервале температур, примерно, от 1365 до 1280 °С идет кристаллизация γ -фазы. Исходя из размера дендритной ячейки, можно оценить скорость кристаллизации по формуле [98]:

$$d = A\varepsilon^{-b}, \quad (3.3)$$

где d – размер дендритной ячейки, мкм;

ε – скорость кристаллизации, К/с;

A и b – константы.

По данным работы [98] для сплавов на никелевой основе: $b = 1/3$ и $A = 50 \text{ мкм}/(\text{K} \cdot \text{с})$; тогда скорость кристаллизации составляет, примерно, от 10^4 до 10^5 K/с .

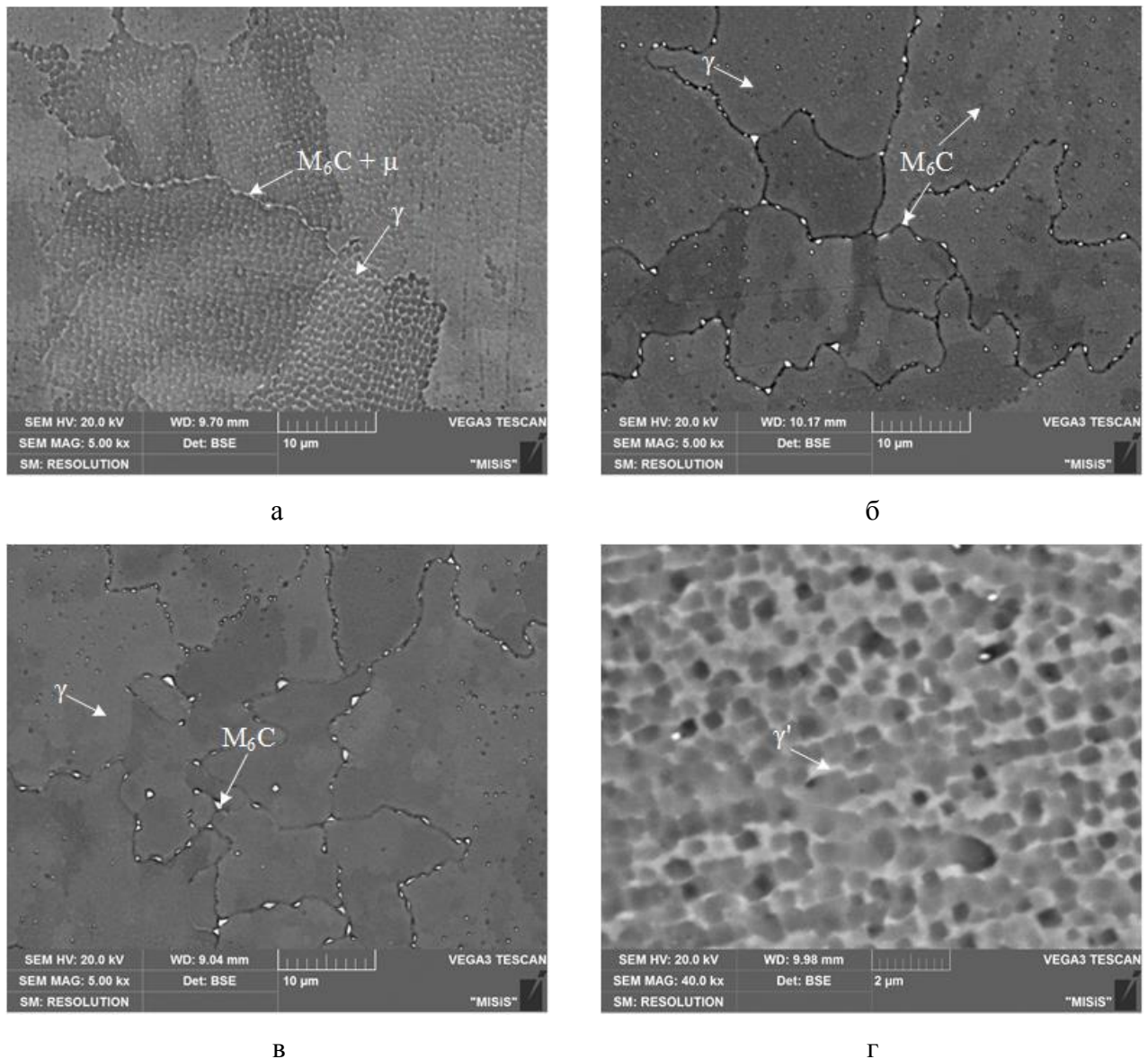


Рисунок 3.14 – Микроструктура образцов сплава ЭП708 после выращивания и после разных стадий термообработки: а – после выращивания; б – после закалки; в, г – после старения

При температуре закалки ($1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$) по данным термодинамического расчета (рисунок 3.18) в равновесии находится только γ твердый раствор, однако, в микроструктуре (рисунок 3.14б) видны крупные частицы на границах зерен и мелкие сферические частицы внутри зерен. По данным МРСА, а также данных литературного анализа, светлые частицы, близкие к сферической форме, являются карбидами типа M_6C , а вытянутые частицы вдоль границ зерен – карбидами типа $M_{23}C_6$.

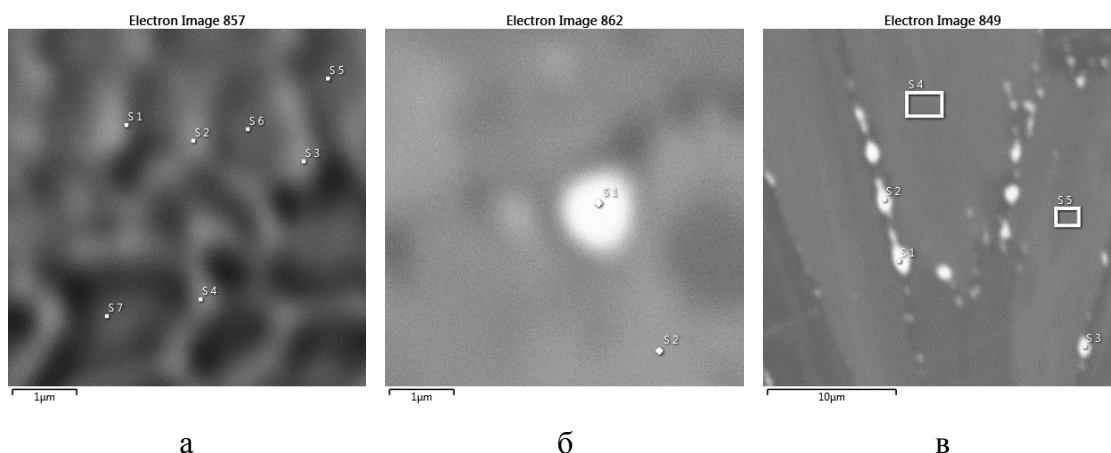


Рисунок 3.15 – Микроструктура выращенных образцов после разных стадий термической обработки с точками МРСА: а – после выращивания; б – после закалки; в – после старения

Таблица 3.7 – Химический состав обозначенных на рисунке 3.15 спектров (ат. %)

Номер спектра	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Mo	W	C
Рисунок 3.15а								
S 1	2,35	1,19	18,5	1,01	64,5	5,17	7,27	-
S 2	2,4	1,19	18,8	1,09	65,2	5,32	6,01	-
S 3	2,69	1,21	18,7	1,05	64,2	5,69	6,41	-
S 4	2,49	1,2	18,7	1,07	64,5	5,41	6,61	-
S 5	2,22	1,18	18,8	1	65,3	5,02	6,52	-
S 6	2,18	0,98	18,3	1,13	65	4,95	7,41	-
S 7	2,26	1,28	18,9	1,17	64,1	5,4	6,92	-
Рисунок 3.15б								
S 1	1,93	1,03	13,26	0,62	30,66	8,34	5,99	38,16
S 2	3,6	1,08	15,43	0,84	47,7	2,21	1,71	27,44
Рисунок 3.15в								
S 1	1,4	1,07	11,68	0,39	22,32	10	6,82	46,28
S 2	1,82	1,11	12,69	0,48	27,58	9,09	6,13	41,1
S 3	1,7	1,0	13,02	0,44	27,44	9,78	6,93	39,7
S 4	3,6	1,03	15,33	0,84	48,17	2,36	1,6	27,08
S 5	3,41	1,12	14,92	0,69	45,98	2,2	1,67	30,02

После старения сплава (рисунок 3.14в) в микроструктуре не произошло каких-либо заметных изменений по сравнению с закаленным состоянием, но при больших увеличениях можно наблюдать сетку вторичных выделений γ' -фазы (рисунок 3.14г). При этом, согласно термодинамическим расчетам, сплав ЭП708 при 800 °С (рисунок 3.19) находится в области: γ -фазы (объемная доля ~80 %), γ' -фазы (~15 %), и в небольших количествах карбидов Me_6C , $Me_{23}C_6$ и фаз σ и μ .

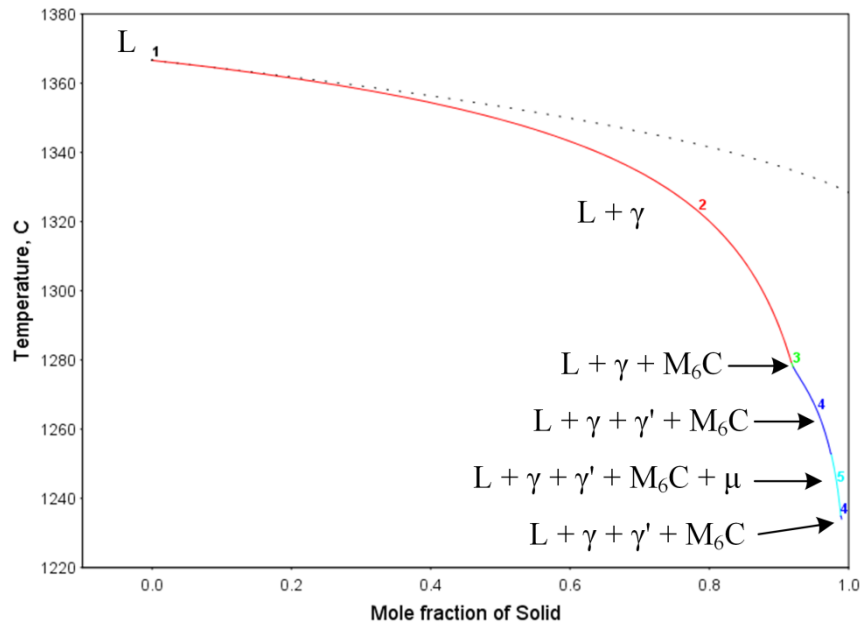


Рисунок 3.16 – Расчет неравновесной кристаллизации по Шайлю для сплава ЭП708 с быстродиффундирующим элементом – углерод

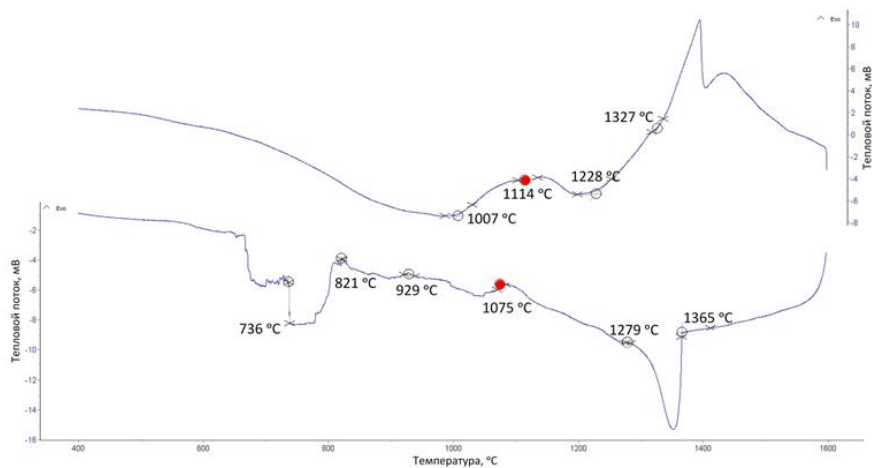


Рисунок 3.17 – Зависимость теплового потока от температуры образца из сплава ЭП708: верхний график – нагрев, нижний – охлаждение

Микроструктура образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после ГИП и последующей закалки (рисунок 3.20а и 3.20б, соответственно) качественно схожи со структурой после СЛП и закалки (рисунок 3.14б). Однако, после старения можно наблюдать более полное выделение вторичных фаз (рисунок 3.20в), а при больших увеличениях сетку γ'-фазы (рисунок 3.20г). При этом по границам зерен присутствует сетка пластинчатых карбидов типа M₂₃C₆.

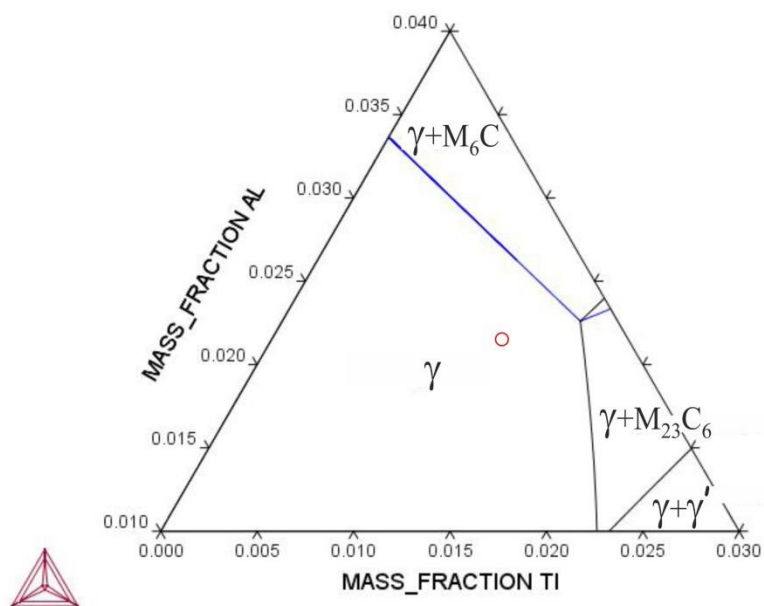


Рисунок 3.18 – Изотермическое сечение при температуре 1150 °С для сплава ЭП708
(концентрационная точка обозначена красным кругом)

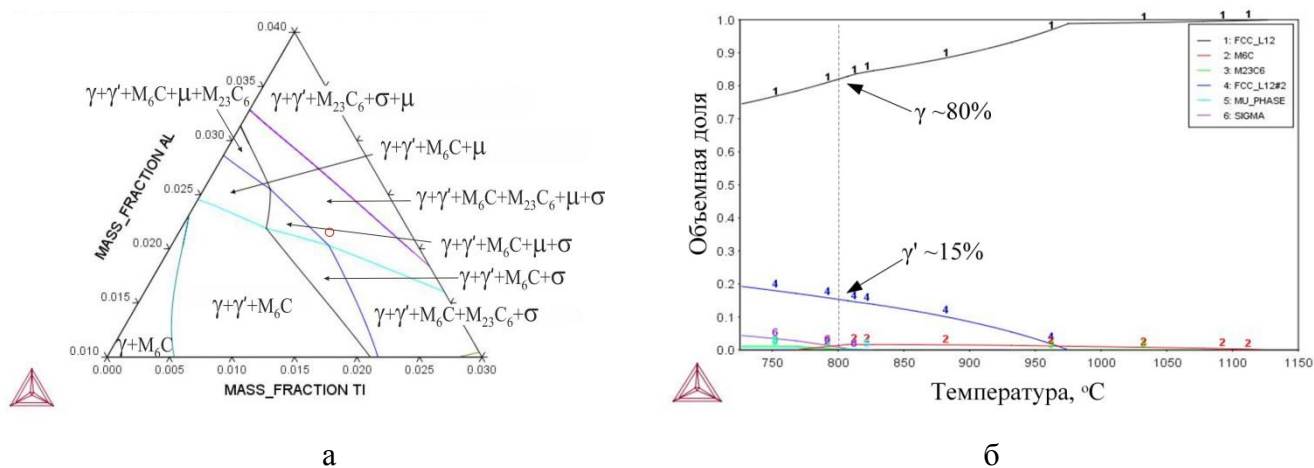
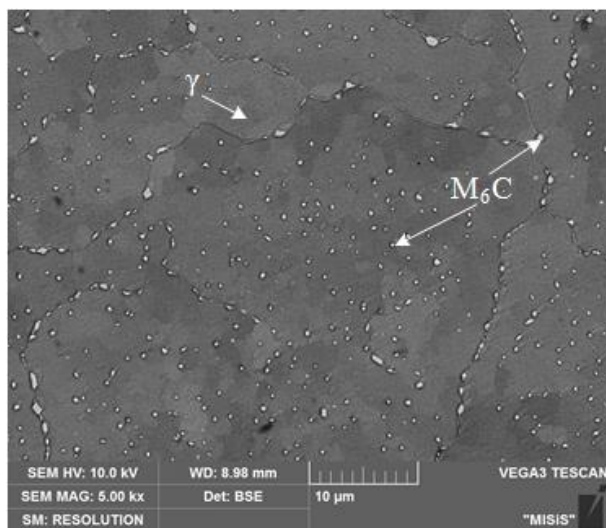
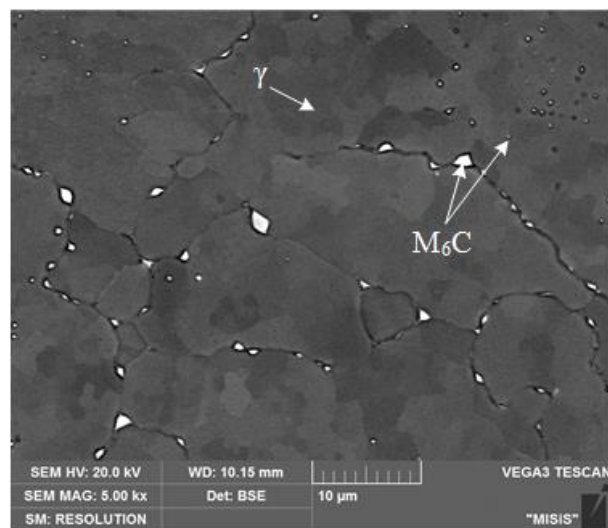


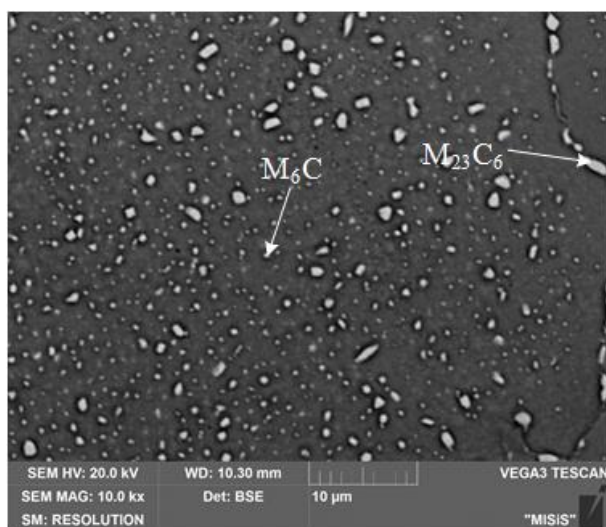
Рисунок 3.19 – Термодинамические расчеты фазового состава: а – изотермическое сечение при 800 °С (красный круг – концентрационная точка сплава ЭП708); б – зависимость объемной доли фаз от температуры в интервале от 700 до 1150 °С



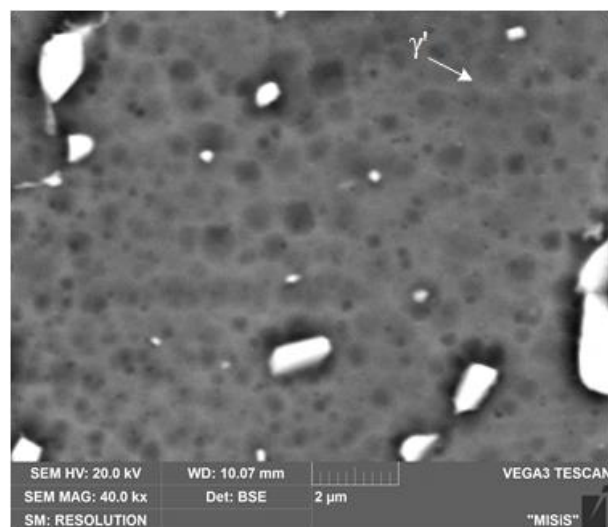
а



б



в



г

Рисунок 3.20 – Микроструктура образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после ГИП и разных стадий термообработки: а – после ГИП; б – после ГИП и закалки; в, г – после ГИП, закалки и старения

На рисунке 3.21 и в таблице 3.8 приведены обозначения и химический состав представленных на них фаз.

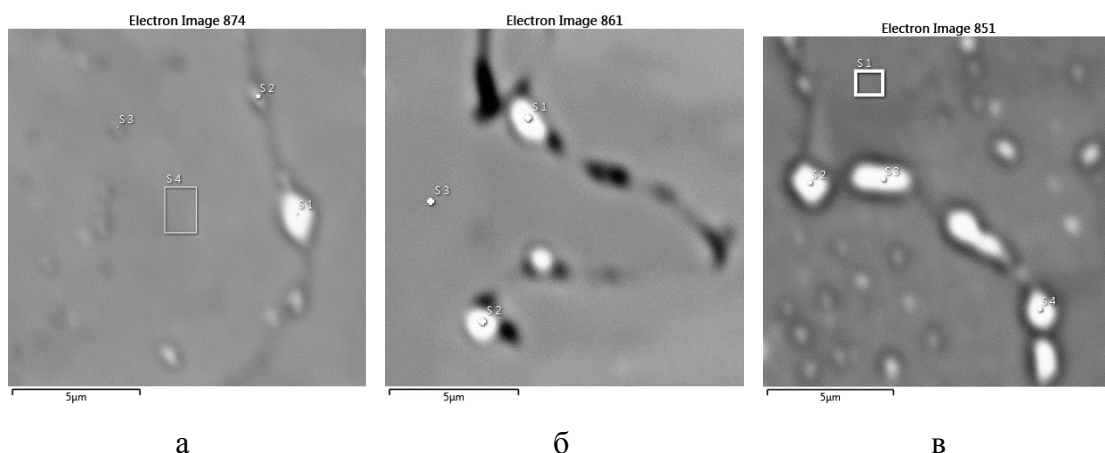
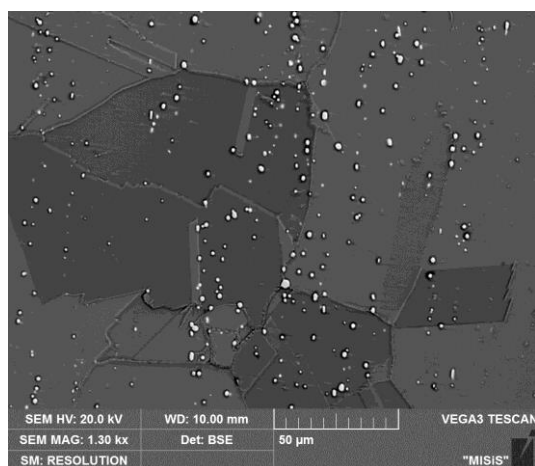


Рисунок 3.21 – Микроструктура выращенных образцов, подвергнутых процессу ГИП, после разных стадий термической обработки с точками МРСА: а – после ГИП; б – после ГИП и закалки; в – после ГИП, закалки и старения

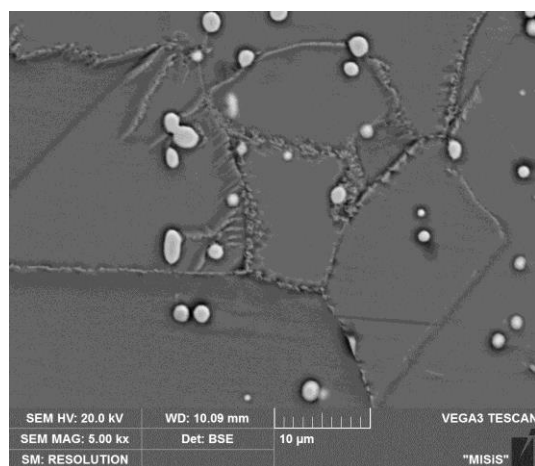
Таблица 3.8 – Химический состав обозначенных на рисунке 3.21 спектров (ат. %)

Номер спектра	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Mo	W	C
Рисунок 3.21а								
S 1	1,53	1,0	12,0	0,35	20,9	12,2	8,27	43,78
S 2	2,79	1,1	13,3	0,66	35,0	5,44	3,44	38,24
S 3	3,39	1,06	15,0	0,87	45,1	3,04	2,18	29,29
S 4	3,48	1,19	15,5	0,94	48,1	2,2	1,54	27,07
Рисунок 3.21б								
S 1	40	1,39	1,13	13,0	0,35	25,42	11,2	7,53
S 2	38,02	1,52	1,1	13,4	0,43	26,58	11,3	7,73
S 3	24,14	3,73	1,04	16,1	0,86	50,05	2,43	1,59
Рисунок 3.21в								
S 1	3,35	1,57	14,9	0,75	47,25	1,8	1,24	29,06
S 2	1,3	1,32	12,4	0,35	22,05	10,7	7,22	44,73
S 3	1,38	1,49	12,4	0,35	22,47	10,7	6,9	44,29
S 4	1,26	1,54	12,2	0,34	22,71	9,54	6,45	46,0

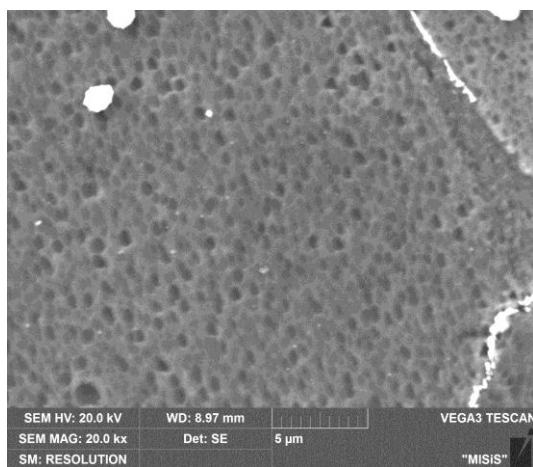
Микроструктура образцов сплава ЭП708 после горячей прокатки и термической обработки представлена на рисунке 3.22, а на рисунке 3.23 и в таблице 3.9 приведены обозначения мест спектров МРСА и его результат, соответственно.



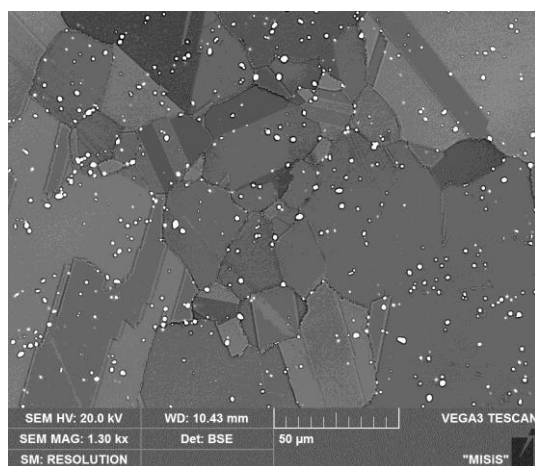
а



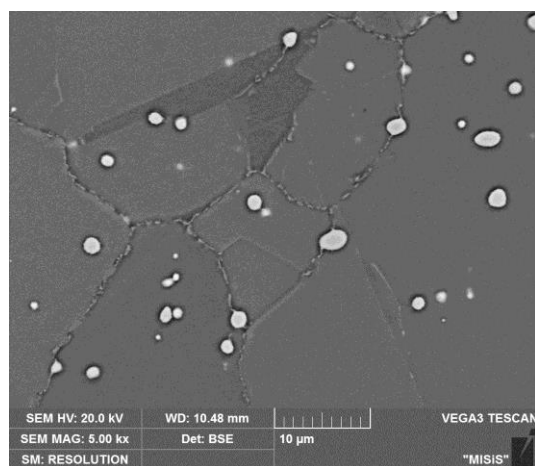
б



в



г



д

Рисунок 3.22 – Изображение микроструктуры сплава ЭП708 после горячей прокатки и термической обработки: а, б, в – вдоль направления прокатки, г, д –поперек направлению прокатки

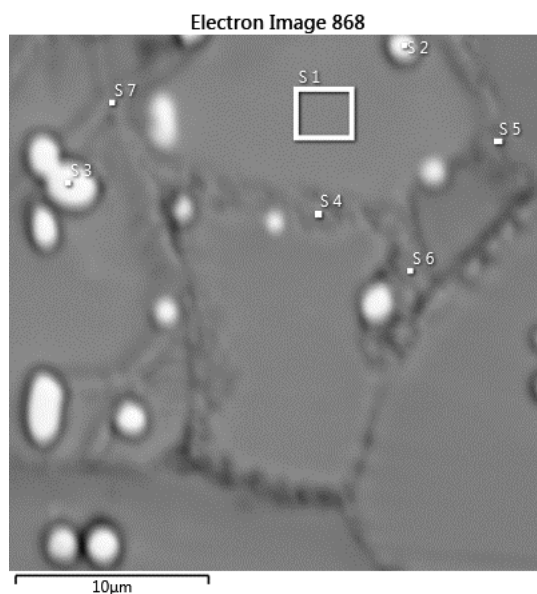


Рисунок 3.23 – Микроструктура образца сплава ЭП708 после горячей прокатки и термической обработки с точками МРСА

Таблица 3.9 – Химический состав обозначенных на рисунке 3.23 спектров (ат. %)

Номер спектра	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Mo	W	C
S 1	4,2	1,13	16,46	0,85	67,91	2,46	1,75	5,24
S 2	1,73	1,06	12,19	0,43	39,67	9,64	5,97	29,31
S 3	1,91	1,03	13,55	0,35	50,58	11,13	7,18	14,27
S 4	3,38	0,92	15,98	0,66	57,61	2,53	1,36	17,56
S 5	4,1	1,12	15,42	0,72	61,04	2,3	1,2	14,1
S 6	2,39	0,76	14,36	0,61	51,73	1,83	1,05	27,27
S 7	4,05	1,06	16,4	0,76	66,72	2,23	1,4	7,38

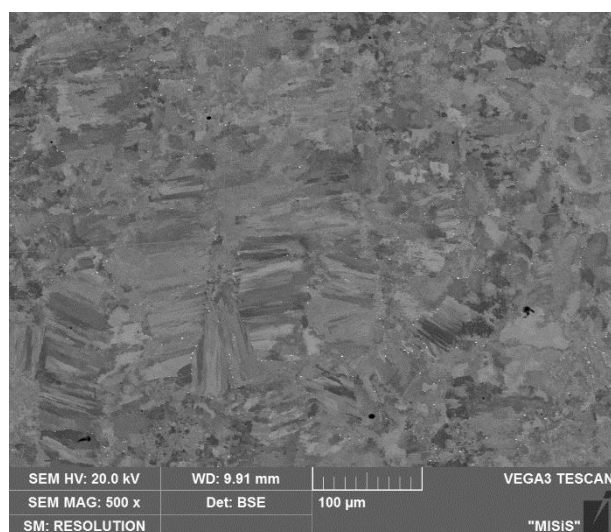
Сплав ЭП708 является дисперсионно твердеющим и подвергается упрочняющей термической обработке. В литом состоянии он имеет плохие механические свойства, поэтому прессизделия из него обычно поставляют в горячекатаном термообработанном состоянии.

После термической обработки микроструктура выращенного образца очень неоднородна по форме и размерам зерен (рисунок 3.24а). Средний размер зерна равен (27 ± 2.0) мкм. Также местами в микроструктуре видны белые частицы округлой формы размером около 2 мкм, располагающиеся преимущественно по границам зерен. Проведенный рентгеновский энергодисперсионный микроанализ (рисунок 3.25 и таблица 3.10) показал, что светлые частицы представляют собой карбиды вольфрама, где частично растворены хром и молибден.

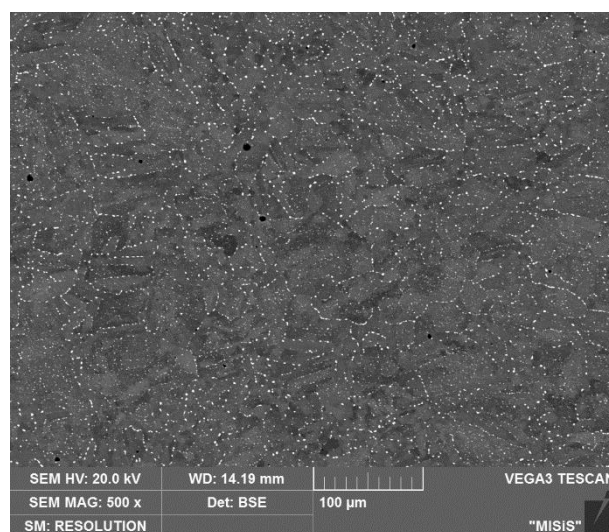
Микроструктура образца после упрочняющей термообработки выращенного и подвергнутого процессу ГИП (рисунок 3.24б) отличается от предыдущего образца заметным

увеличением объёмной доли и размеров карбидов (до 3 мкм) на основе вольфрама, молибдена и хрома по границам зерен.

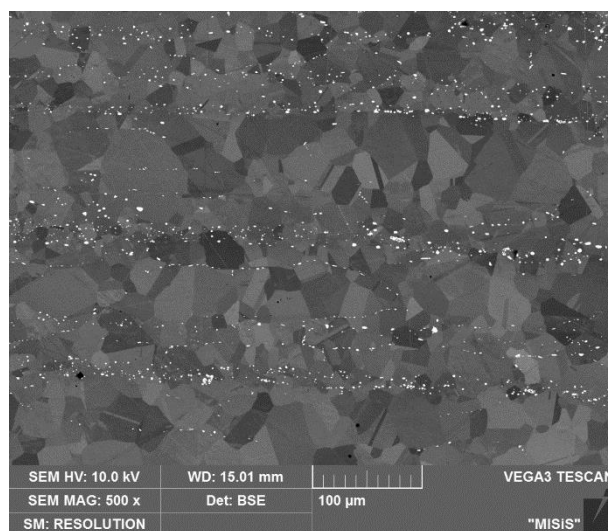
По сравнению с выращенным и после ГИП образцами микроструктура исходного прутка (рисунок 3.24в) состоит из рекристаллизованных зерен со средним размером ($43 \pm 1,8$) мкм с малым содержанием карбидов на основе вольфрама, молибдена и хрома, неравномерно вытянутых в строчку вдоль направления прокатки. Размер карбидов вольфрама составляет $\sim 4 - 5$ мкм.



а



б



в

Рисунок 3.24 – Микроструктура образцов из сплава ЭП708 в состоянии после выращивания с последующей термической обработкой (а), после выращивания и ГИП, подвергнутого упрочняющей термообработке (б) и горячекатаного термообработанного образца (в)

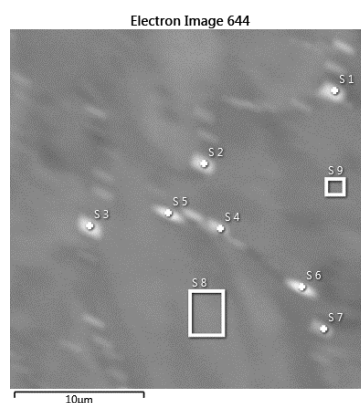


Рисунок 3.25 – Микроструктура выращенного образца сплава ЭП708 после термообработки с точками МРСА

Таблица 3.10 – Химический состав, обозначенных на рисунке 3.25 спектров (массовые %).

Номер спектра	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Mo	W
S 1	1,86	1,15	17,32	0,69	51,21	11,94	15,82
S 2	1,76	1,23	17,32	0,89	53,47	10,84	14,49
S 3	1,84	1,14	17,01	0,83	50,63	12,51	16,03
S 4	2,09	1,28	18,14	0,87	56,6	9,3	11,72
S 5	1,68	1,18	17,11	0,76	49,64	12,77	16,86
S 6	1,76	1,07	16,24	0,76	46,87	14,38	18,92
S 7	2,16	1,2	17,9	0,84	59,76	7,74	10,39
S 8	2,41	1,24	18,36	1,00	65,15	5,39	6,44
S 9	2,35	1,34	18,71	0,98	64,59	5,12	6,92

После оценки микроструктуры были подготовлены образцы для испытаний на одноосное растяжение и усталостную выносливость.

3.3.2 Механические испытания на растяжение

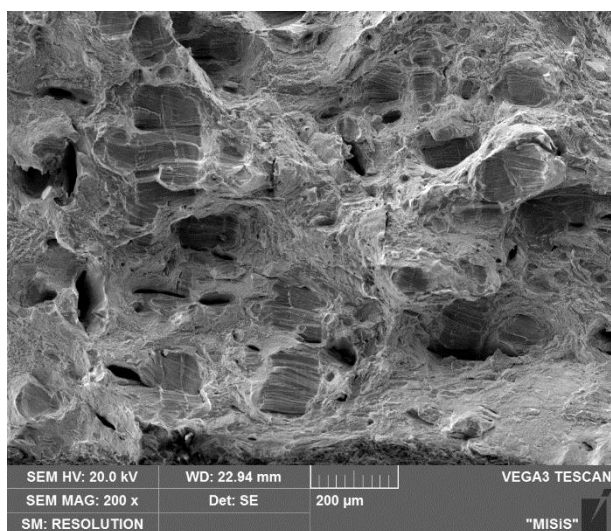
В таблице 3.11 приведены результаты испытаний на одноосное растяжение плоских образцов сплава ЭП708 в разных состояниях. Образцы сплава ЭП708 после выращивания имеют низкий уровень прочностных характеристик (σ_b , $\sigma_{0,2}$) и довольно высокий уровень пластичности. После термообработки выращенный образец показал увеличение прочности, но при этом пластичность существенно снизилась. Упрочнение и, соответственно, падение пластичности связано с выделением в процессе термообработки упрочняющих фаз – интерметаллидов и карбидов. В тоже время выращенный образец после процесса ГИП и термообработки показал более высокий уровень прочности и пластичности, удовлетворяющие

требованиям ТУ 14-1-1018-98 для горячекатаных термообработанных прутков. Данное обстоятельство подтверждает факт, что процесс ГИП устраняет дефекты, тем самым повышая механические свойства. При этом стоит обратить внимание на то, что последующая термическая обработка практически не влияет на механические свойства образцов после ГИП. Следовательно, операция ГИП может быть окончательной термической обработкой изделий из данного сплава.

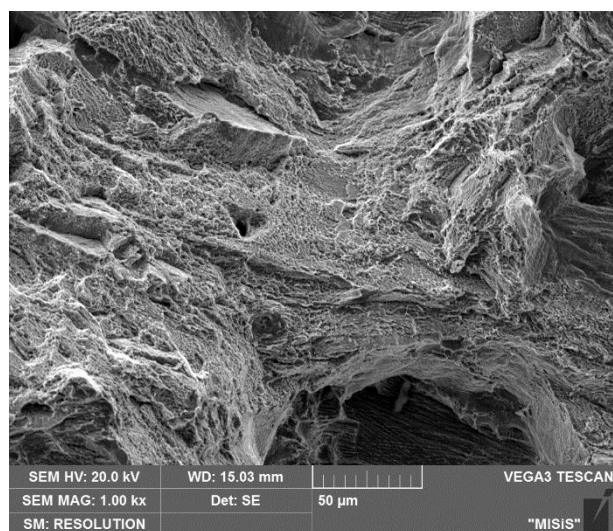
Таблица 3.11 – Механические свойства образцов из сплава ЭП708 в разных состояниях при комнатной температуре

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	Удлинение, %
СЛП	620±12	830±8	21±1,5
СЛП+закалка	800±8	960±19	9±0,6
СЛП+ТО	800±14	895±18	3,4±0,5
ГИП	825±15	1150±46	27±1,6
ГИП+закалка	825±13	1125±23	25±2,0
ГИП+ТО	840±9	1145±35	26±1,8
г/к+ТО	915±7	1240±28	29±2,1
ТУ 14-1-1018-98 (после ТО) [103]	> 686	> 1078	> 18

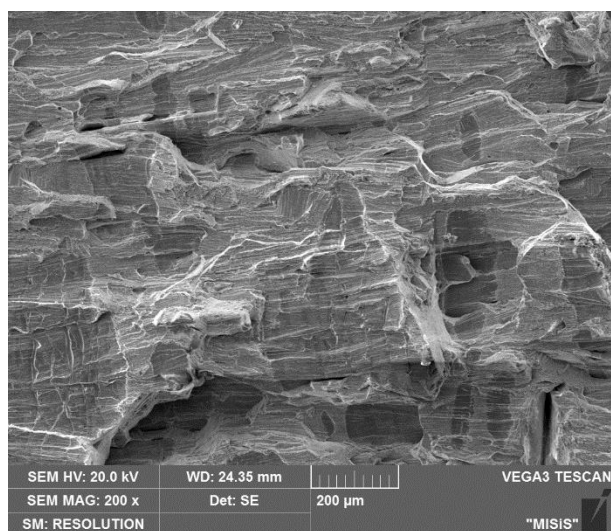
После испытаний на одноосное растяжение провели исследования изломов образцов. На фрактограммах выращенного образца видно, что излом хрупковязкий. Видна ячеистая структура поверхности излома, характерная для пластичных материалов, а также места со сколом, характеризующие хрупкое разрушение (рисунок 3.26а и 3.26б). На поверхности излома обнаружены поры, которые могут являться причинами зарождения трещин. После термообработки (рисунок 3.26в и 3.26г) характер излома сильно не изменился. Как и в случае выращенного образца на фрактограмме наблюдаются поры, вследствие чего пластичность материала понижена. Излом образца после процесса ГИП и термообработки является в большей степени вязким с микроямочным строением (рисунок 3.26д). Пористость в данном случае отсутствует.



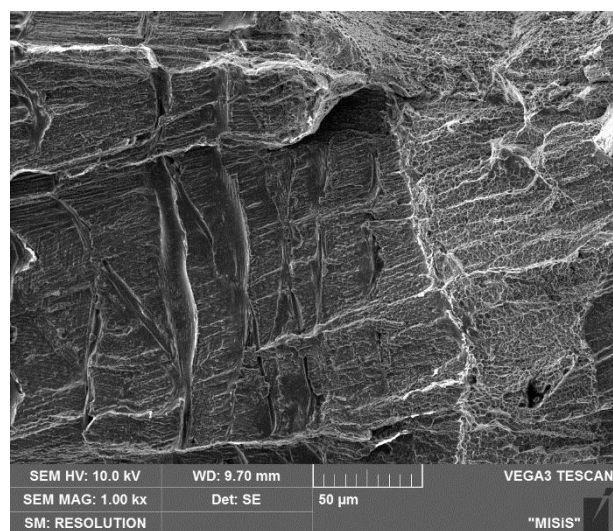
а



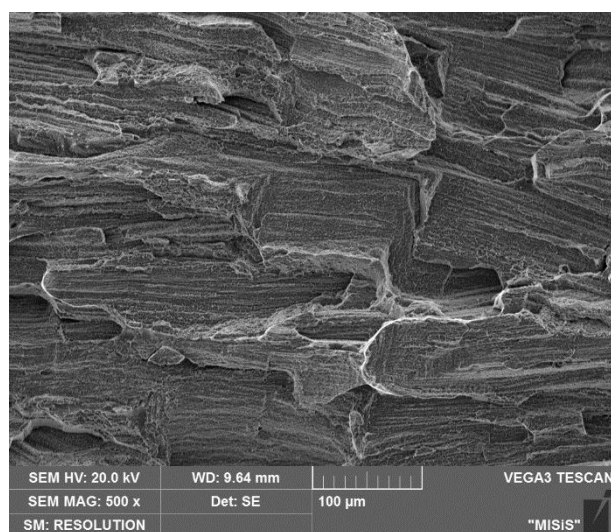
б



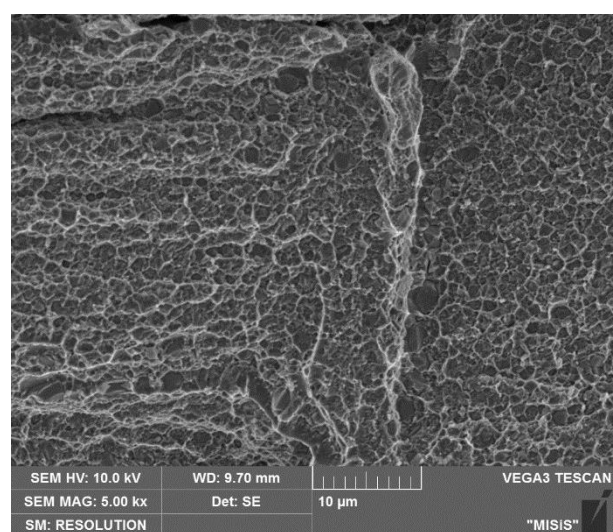
в



г



д



е

Рисунок 3.26 – Фрактограммы выращенного (а, б), термообработанного (в, г) и термообработанного после ГИП (д, е) образцов сплава ЭП708

Результаты испытаний на растяжение образцов сплава ЭП708 в разных состояниях при температуре 800 °С приведены в таблице 3.12. Из данных результатов можно сделать вывод, что необходима корректировка режимов ГИП и термической обработки для выращенных материалов с целью оптимизации механических свойств.

Таблица 3.12 – Результаты испытаний на растяжение при температуре 800 °С образцов сплава ЭП708, полученных разным способом, после закалки и старения

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	Удлинение, %
Г/к+ТО	550±7	785±16	35,8±2,9
СЛП+ТО	530±13	595±18	0,7±0,2
ГИП+ТО	520±11	750±23	7,0±0,35

3.3.3 Определение усталостных характеристик сплава ЭП708, полученных методом СЛП и горячей прокатки

Образцы сплава ЭП708 были исследованы на усталостную выносливость в трёх состояниях: после горячей прокатки и термической обработки; после выращивания и термообработки; после выращивания, ГИП и термообработки. Результаты испытаний проводились по специальной ускоренной методике, применяемой для сплава ЭП708 на УМПО, с разными степенями нагружения. Результаты представлены в таблице 3.13.

Таблица 3.13 – Результаты испытаний на усталостную выносливость образцов из сплава ЭП708 в разных состояниях

Состояние	Напряжение, МПа	Наработка, цикл	Результат испытания
Прутки после горячей прокатки и ТО	340	$2,0 \cdot 10^6$	Нет разрушения
	380	$5,5 \cdot 10^6$	Разрушение
После выращивания и ТО	340	$2,0 \cdot 10^6$	Нет разрушения
	380	$0,5 \cdot 10^6$	Разрушение
После выращивания, ГИП и ТО	340	$2,0 \cdot 10^6$	Нет разрушения
	380	$3,3 \cdot 10^6$	Разрушение

По результатам испытаний видно (таблица 3.13), что при напряжении 340 МПа на 1 ступени все образцы, полученные методом СЛП, после термообработки и после ГИП и термообработки, а также горячекатаные термообработанные выдержали $2 \cdot 10^6$ циклов. При

продолжении испытаний данных образцов на второй ступени при напряжении до 380 МПа наблюдаются различия по уровню усталостной выносливости образцов. Наибольшая циклическая долговечность наблюдается у образцов из горячекатаного термообработанного прутка. При этом выращенные образцы после ГИП и термообработки показали близкий уровень по наработке циклов в отличие от горячекатаного. Образцы, полученные методом СЛП и прошедшие только термическую обработку, имеют наработку циклов на порядок меньшую, чем у других образцов.

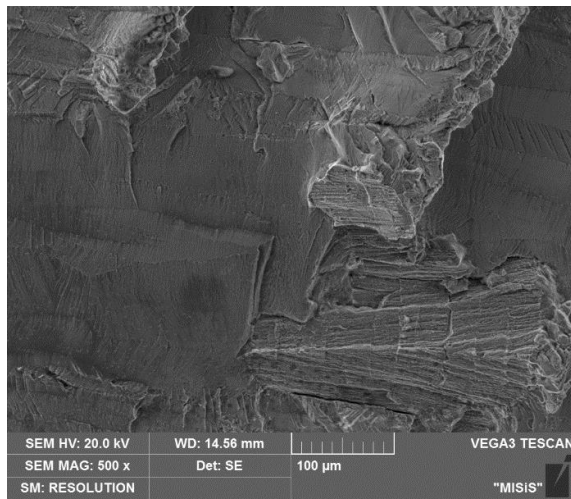
Таким образом, использование технологии СЛП для получения готовых изделий сложного профиля из сплава ЭП708 с последующим процессом ГИП и термической обработки сопоставимо по усталостной выносливости со сплавами, полученными по стандартным технологиям.

После испытаний на усталость провели исследования изломов образцов. На фрактограммах выращенного термообработанного образца (рисунок 3.27а и 3.27б) видно, что излом хрупкий, внутризеренный, присутствуют характерные хрупкие усталостные микрополосы. Видно наличие микротрещин, образованных при выращивании образца.

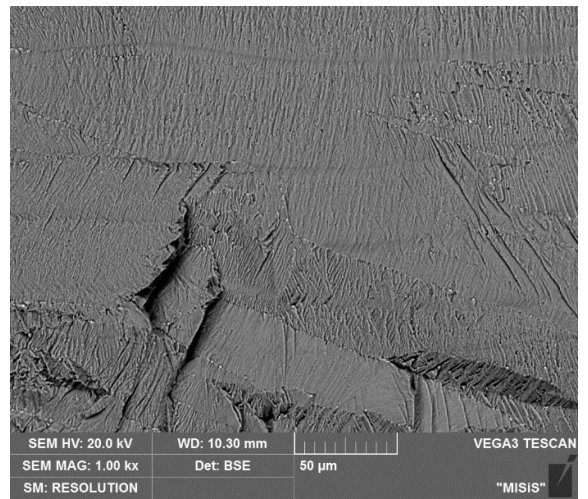
Усталостный излом выращенного образца, подвергнутого ГИП и термической обработке (рисунок 3.27в и 3.27г), является хрупко-вязким, так как здесь в большей степени присутствуют «гребни» отрыва, что характерно для пластичных полос, а также в некоторых участках можно наблюдать ямочное строение излома.

Излом горячекатаного термообработанного образца (рисунок 3.27д и 3.27е) также является хрупко-вязким, но при этом, размеры пластичных полос гораздо меньше, чем у выращенного образца после ГИП, и здесь видно заметно большее присутствие участков вязкого излома с ямочным строением.

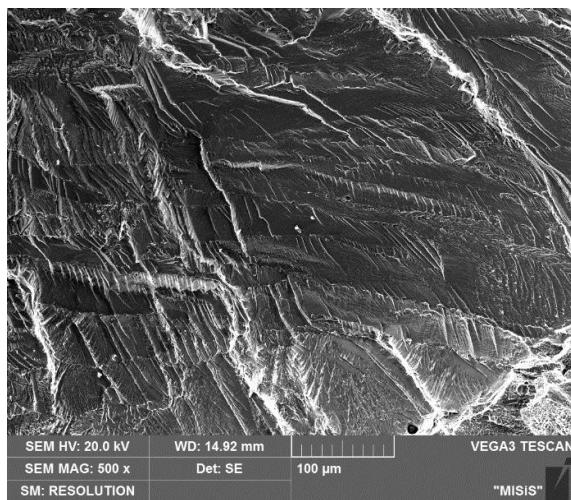
Полученные данные свидетельствуют о возможности использования технологии СЛП для получения готовых изделий из сплава ЭП708 взамен использования технологии сварки катаных листов, которая должна обеспечить уровень усталостной выносливости не менее, чем $2 \cdot 10^6$ циклов при уровне напряжений 340 МПа и $5,2 \cdot 10^6$ циклов при напряжении 380 МПа. Видно, что выращенный материал после ГИП имеет сопоставимые со сварными изделиями характеристики по усталостной выносливости, соответствующие требованиям нормативных документов к изделиям из сплава ЭП708.



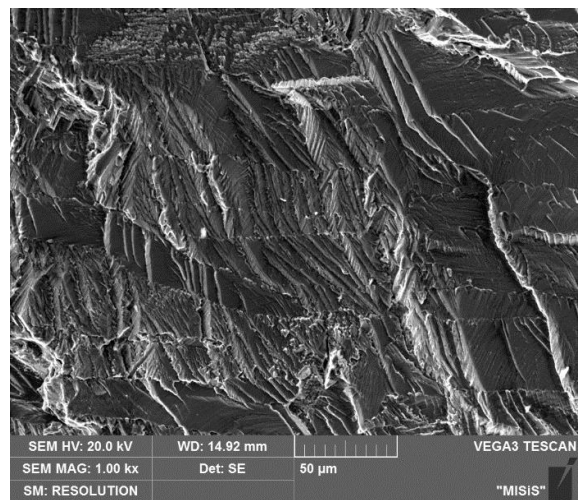
а



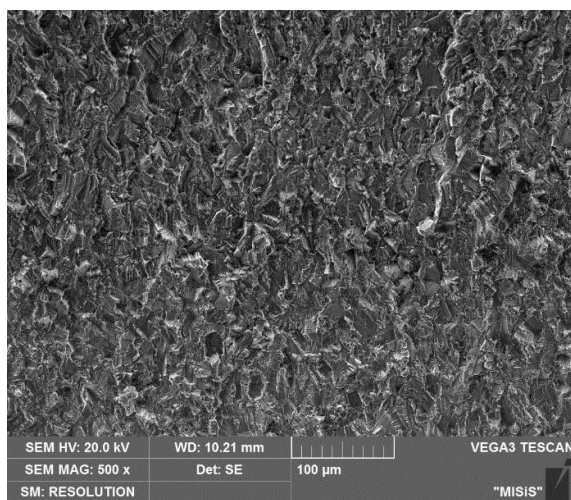
б



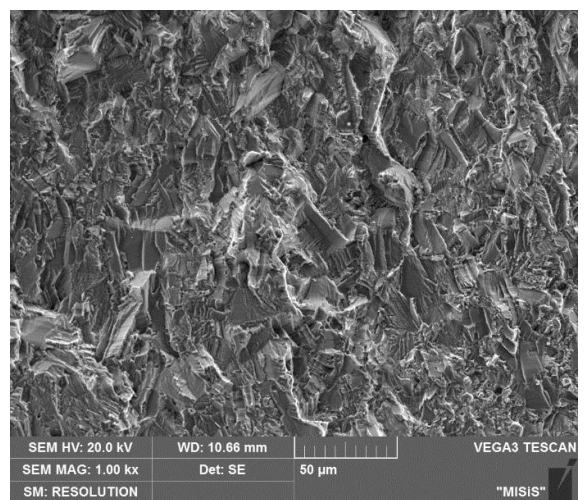
в



г



д



е

Рисунок 3.27 – Фрактограммы выращенного термообработанного (а, б), термообработанного после ГИП (в, г) и горячекатаного термообработанного (д, е) образцов сплава ЭП708 после усталостных испытаний

3.3.4 Оценка механических свойств на сжатие при повышенных температурах образцов сплава ЭП708

Были проведены испытания образцов сплава ЭП708 на сжатие при температурах от 600 °С до 1100 °С с целью оценки прочностных свойств и возможного предела ползучести. На рисунке 3.28а приведены зависимости предела текучести от температуры для образцов сплава ЭП708 в разных состояниях: горячекатаном и термообработанном; выращенном и термообработанном; после выращивания, ГИП и термообработки. Видно, что уровень предела текучести для всех трех состояний практически одинаков. При этом на рисунке 3.28а для сравнения приведены значения предела текучести образца после выращивания. Видно, что из-за присутствия сетки первичной γ' -фазы и твердорастворного упрочнения легирующими элементами, значения предела текучести до температуры, примерно, 900 °С значительно выше, чем в термообработанных образцах.

Также для выращенных образцов, подвергнутых ГИП и термической обработке, было проведено сравнение зависимостей предела текучести от температуры (рис. 3.28б) в трех направлениях выращивания: вдоль направления роста (ось Z) и в двух взаимно перпендикулярных направлениях в плоскости выращивания (оси X и Y). Видно, что анизотропия свойств практически отсутствует.

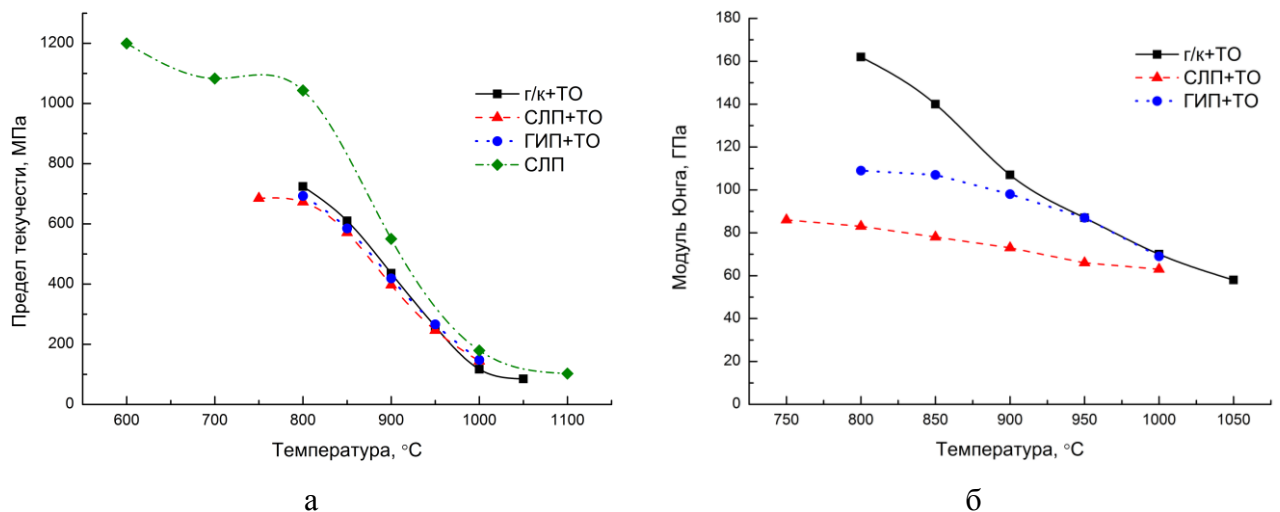


Рисунок 3.28 – Зависимости предела текучести (а) и модуля Юнга (б) от температуры для образцов сплава ЭП708 в разных состояниях

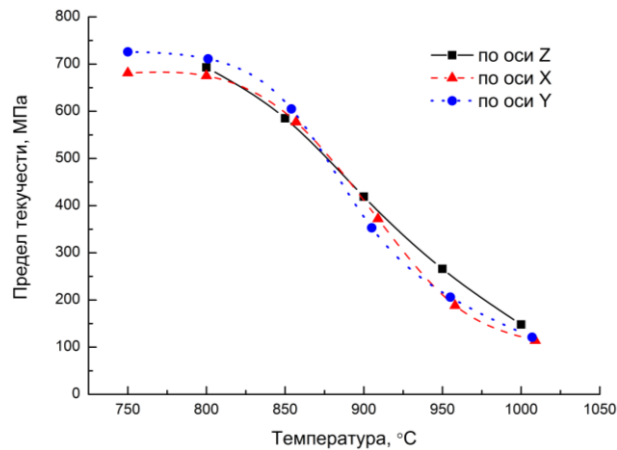


Рисунок 3.29 – Сравнение зависимостей предела текучести от температуры для выращенных образцов после ГИП и термообработки в трех разных направлениях.

На рисунке 3.30 представлены зависимости скорости ползучести от температуры при разных нагрузках для образцов сплава ЭП708 полученных разными способами. При сопоставлении данных зависимостей (рисунок 3.30г) видно, что до температуры, примерно, 900 °C при воздействии сжимающих напряжений в 275 МПа скорости ползучести одинаковы для всех состояний.

Известно, что скорость ползучести на установившейся стадии зависит от температуры и напряжения по следующему закону [115]:

$$\dot{\varepsilon}_c = A \sigma^n \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right), \quad (3.4)$$

где σ – напряжение, МПа;

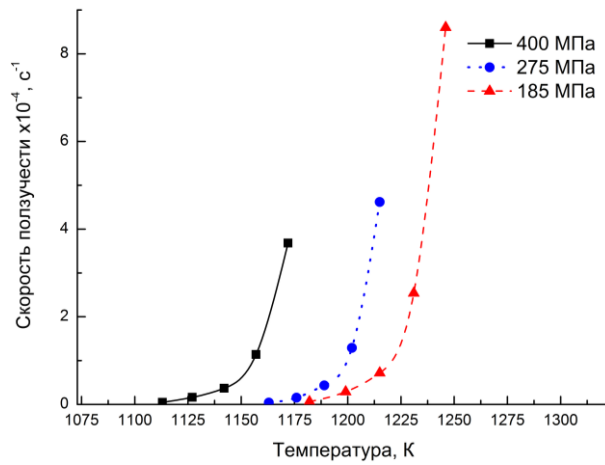
Q_c – энергия активации ползучести, кДж/моль;

T – температура, К;

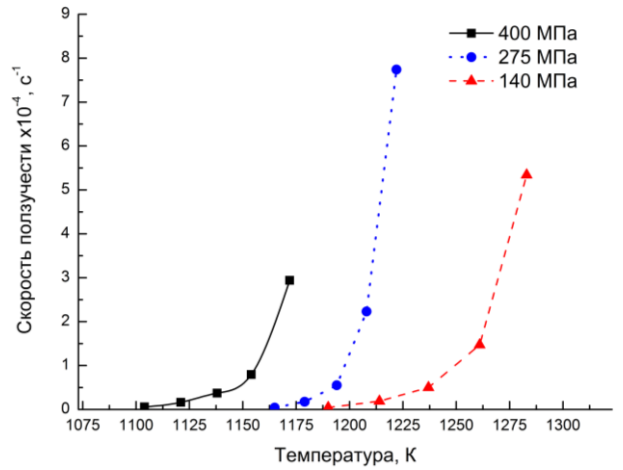
R – универсальная газовая постоянная, 8,31 Дж/(моль·К);

A, n – коэффициенты.

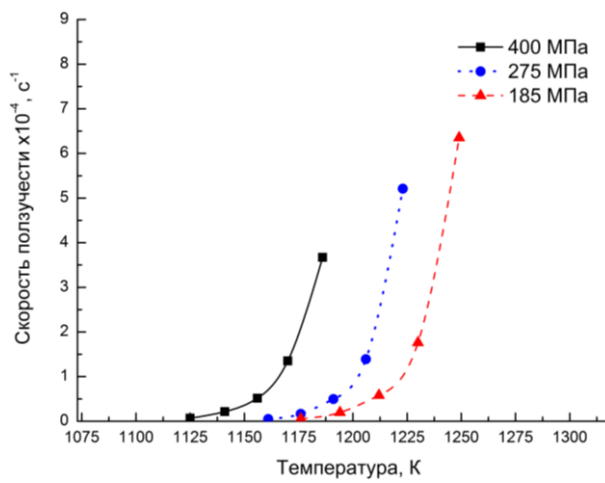
Методом минимизации ошибки между расчетными и экспериментальными значениями (пример приведен на рисунке 3.31) были определены значения энергии активации ползучести Q_c и коэффициентов A и n для исследуемых состояний сплава ЭП708, значения которых приведены в таблице 3.14.



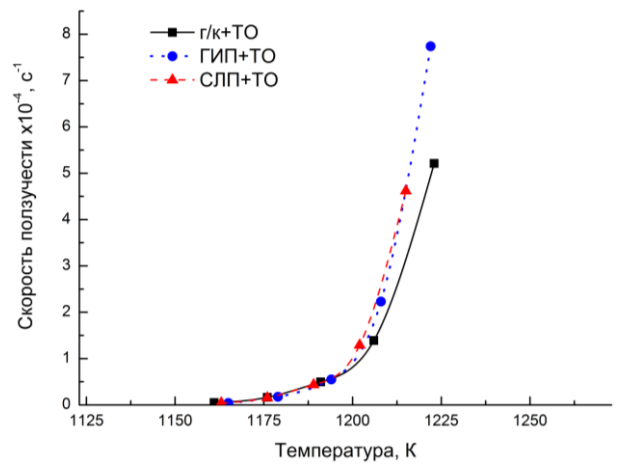
а



б



в



г

Рисунок 3.30 – Зависимости скорости ползучести от температуры при разных нагрузках для образцов сплава ЭП708 в разных состояниях: а – после СЛП и термообработки; б – после СЛП, ГИП и термообработки; в – после горячей прокатки и термообработки; г – в разных состояниях при напряжении 275 МПа

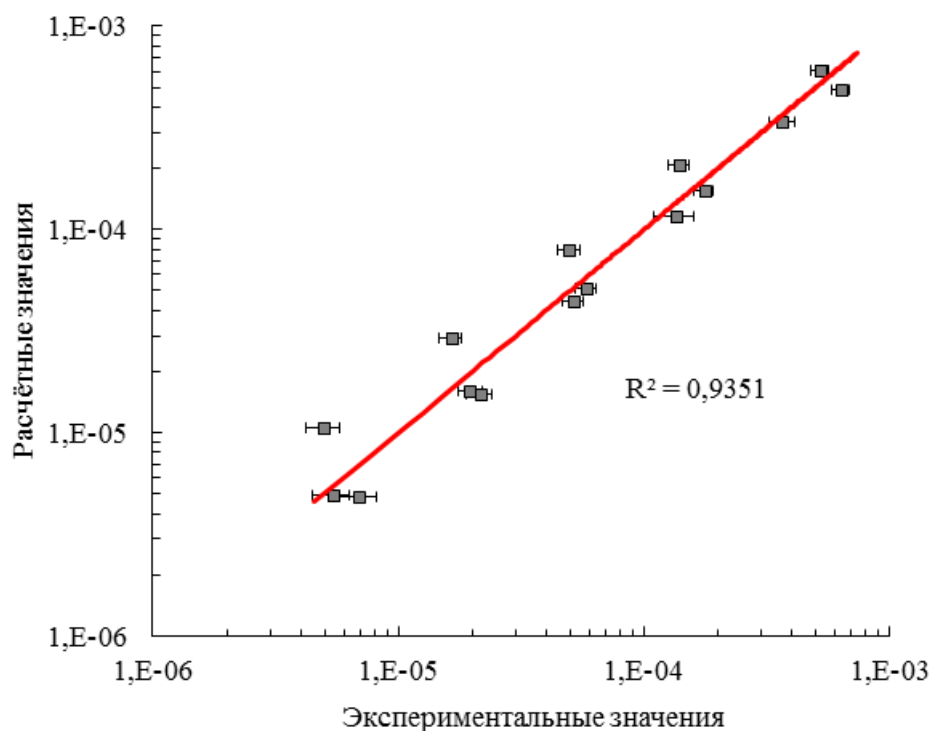


Рисунок 3.31 – Сопоставление расчетных и экспериментальных значений скорости ползучести (с^{-1}) для образцов сплава ЭП708 после горячей прокатки и термообработки (коэффициент достоверности аппроксимации 0,9351)

Таблица 3.14 – Значения констант, описывающих ползучесть сплава ЭП708 в разных состояниях

Состояние	Константы		
	$Q_c, \text{кДж/моль}$	A	n
г/к+ТО	770	$1,91 \cdot 10^{18}$	4,68
СЛП+ТО	933	$6,56 \cdot 10^{20}$	6,64
ГИП+ТО	775	$2,22 \cdot 10^{16}$	5,6

С помощью выявленного уравнения ползучести можно прогнозировать пластическое течение сплава ЭП708 в зависимости от разных температурно-силовых воздействий при напряжении до 400 МПа.

3.3.5 Оптимизация режима термической обработки сплава для ЭП708, полученного методом СЛП

Согласно литературным данным, для некоторых жаропрочных никелевых сплавов снижение температуры гомогенизационного отжига способствует большому выделению компактных карбидов типа M_6C , вместо пластинчатых на границах зерен $M_{23}C_6$, что приводит к увеличению пластичности [90]. По данным термодинамического расчета в интервале температур от 1066 до 1127 °С (рисунок 3.19б) сплав ЭП708 находится в двухфазной зоне γ твердого раствора и карбидов типа M_6C . По результатам ДСК-анализа (рисунок 3.17) видно, что данный температурный интервал сужается – от 1075 до 1114 °С. В связи с этим, для увеличения объемной доли выделений типа M_6C было принято решение снизить температуру закалки образцов сплава ЭП708 после СЛП до 1095 °С. Изотермическое сечение при данной температуре приведено на рисунке 3.32. Видно, что концентрационная точка сплава ЭП708 находится вблизи границы фазовой области, в которой присутствуют карбиды типа $M_{23}C_6$.

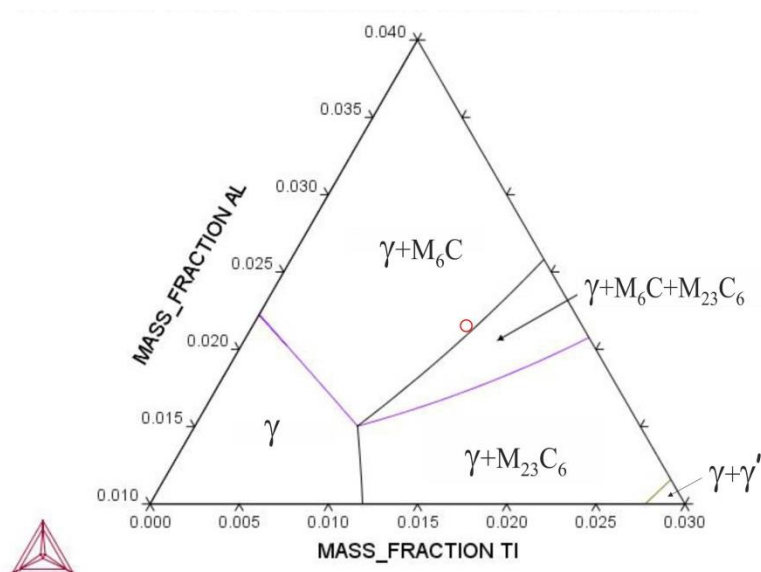
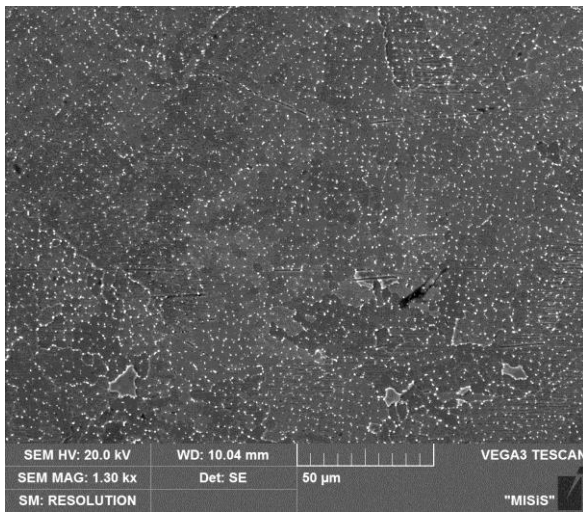
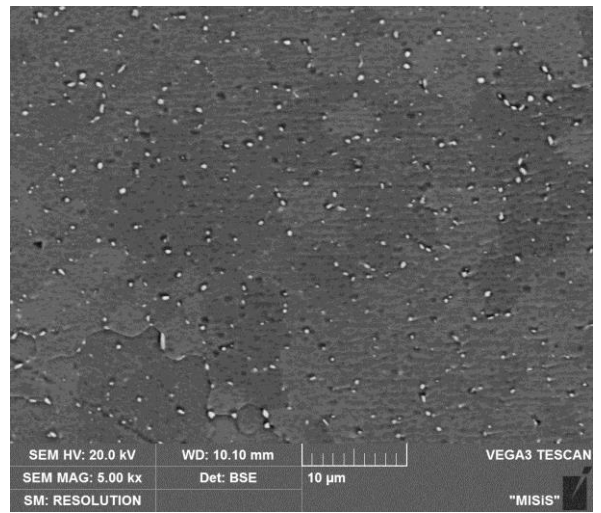


Рисунок 3.32 – Изотермическое сечение при температуре 1095 °С для сплава ЭП708 (концентрационная точка сплава ЭП708 обозначена красным кругом)

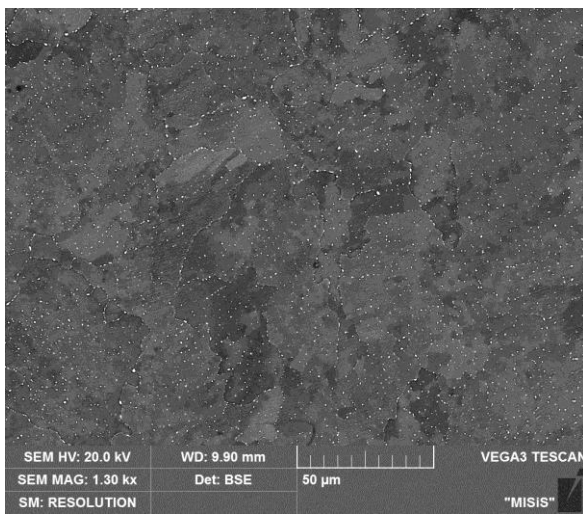
На рисунке 3.33 приведены результаты изображения микроструктур образцов после отжига при 1095 °С в течение 2,5 ч, 3,5 ч и 4,5 ч и закалки на воздухе.



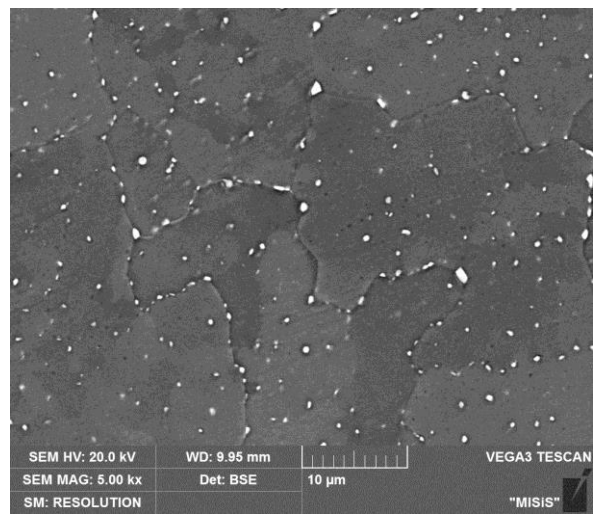
а



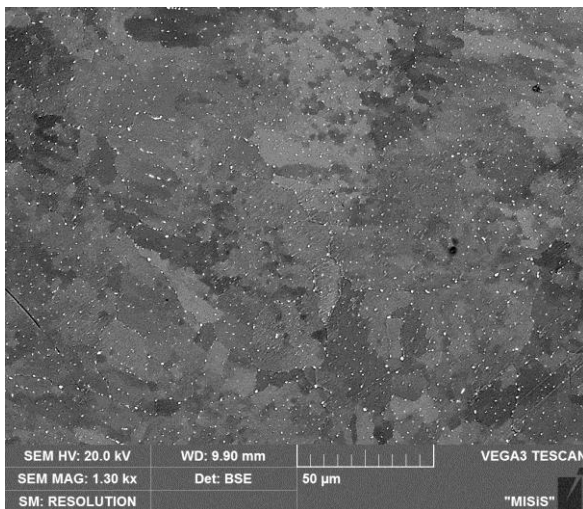
б



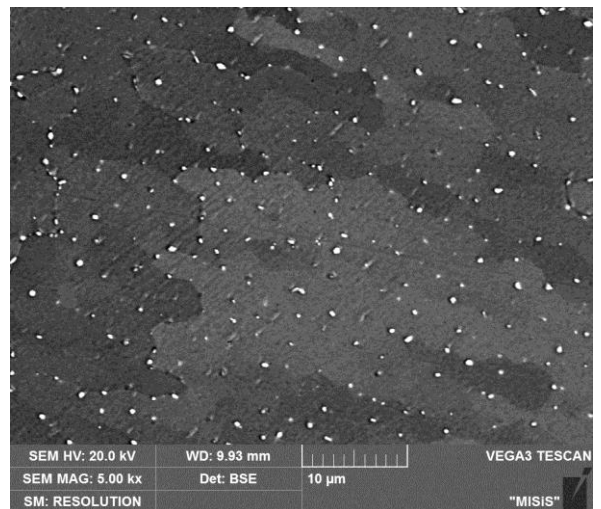
в



г



д



е

Рисунок 3.33 – Микроструктуры образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после отжига при температуре 1095 °С с разным временем выдержки (а, б – 2,5 ч; в, г – 3,5 ч; д, е – 4,5 ч) и последующей закалкой на воздухе

На рисунке 3.34 приведены микроструктуры образцов сплава ЭП708 после отжига при 1095 °С в течение 2,5 ч, 3,5 ч и 4,5 ч, последующей заалке на воздухе и старения при 800 °С в течение 15 ч, а на рисунке 3.35 и в таблице 3.15 приведены результаты фазового анализа с обозначением точек спектров МРСА и его результата, соответственно.

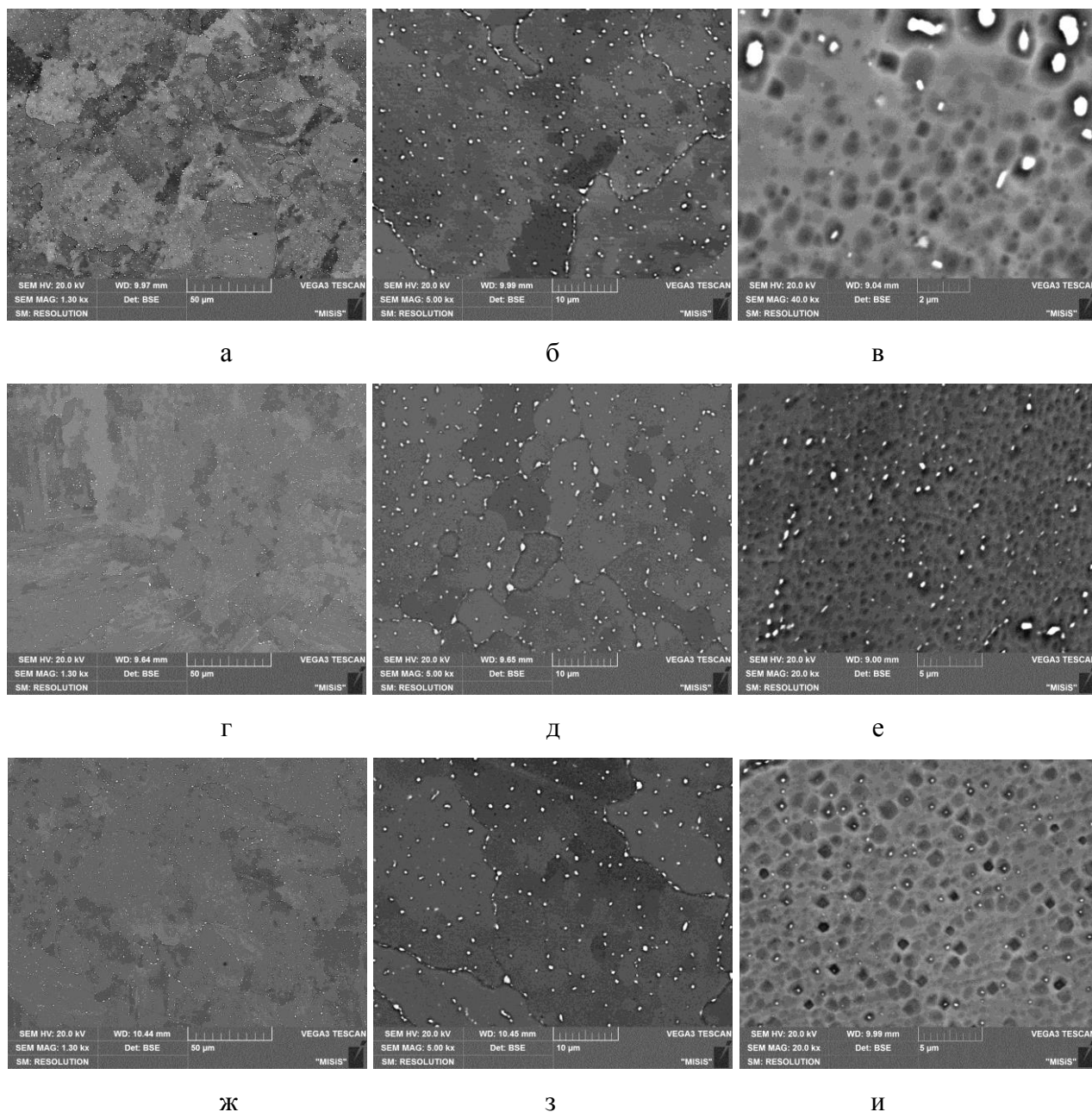


Рисунок 3.34 – Микроструктуры образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после заалки на воздухе при температуре 1095 °С с разными временами выдержки (а, б, в – 2,5 ч; г, д, е – 3,5 ч; ж, з, и – 4,5 ч) и последующего старения при 800 °С в течение 15 часов

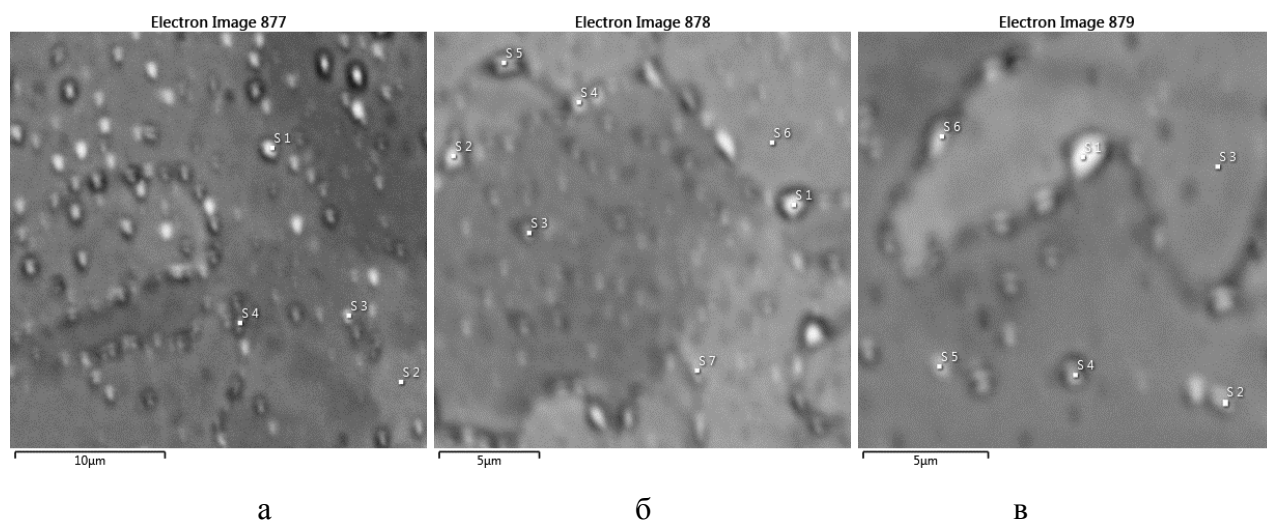


Рисунок 3.35 – Обозначение точек МРСА на микроструктуре образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после закалки на воздухе при температуре 1095 °С с разными временами выдержки (а – 2,5 ч; б – 3,5 ч; в – 4,5 ч) и последующего старения при 800 °С в течение 15 часов

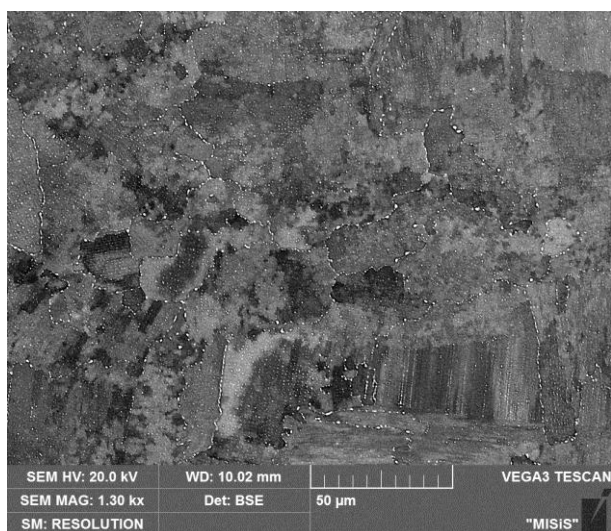
Таблица 3.15 – Химический состав обозначенных на рисунке 3.35 спектров (ат. %)

Номер спектра	Al	Ti	Cr	Fe	Ni	Mo	W	C
Рисунок 3.35а								
S 1	3,15	1,26	16,78	0,92	50,52	4,23	2,73	20,36
S 2	3,78	1,22	16,74	0,98	52,2	2,44	1,66	20,97
S 3	4,08	1,24	16,86	0,99	52,3	2,34	1,76	20,49
S 4	3,5	1,19	16,25	0,84	50,05	3,05	2,02	23,13
Рисунок 3.35б								
S 1	3,12	1,31	17,1	0,97	53,6	3,02	2,25	18,64
S 2	4,06	1,21	16,2	0,77	50,7	2,28	1,53	23,27
S 3	3,86	1,3	17,0	0,85	52,1	2,63	1,73	20,51
S 4	4,08	1,28	16,9	0,96	52,1	2,61	1,81	20,28
S 5	3,94	1,24	16,3	0,88	50,1	2,63	1,68	23,23
S 6	3,9	1,14	16,4	0,89	50,8	2,51	1,6	22,78
S 7	4,04	1,24	16,4	0,85	50,7	2,62	1,91	22,27
Рисунок 3.35в								
S 1	3,72	1,28	16,4	0,89	51,7	2,6	1,76	21,68
S 2	4,0	1,16	16,2	0,84	50,8	2,33	1,59	23,07
S 3	4,17	1,39	16,7	0,93	51,4	2,3	1,73	21,41
S 4	4,08	1,23	16,8	0,9	53,0	2,4	1,57	20,11
S 5	3,77	1,16	16,8	0,95	52,7	2,45	1,82	20,37
S 6	4,01	1,22	16,6	0,86	52,2	2,49	1,69	20,99

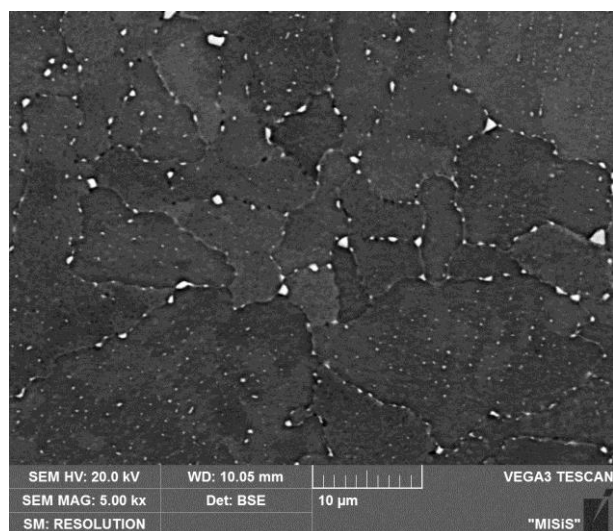
Для имитации термического воздействия при операции ГИП был проведен отжиг образцов сплава ЭП708 при температуре 1095 °С в течение 2,5 ч с последующим охлаждением с

печью и закалкой на воздухе с 1095 °С в течение 2 ч, а также старением при 800 °С в течение 15 ч (рисунок 3.36). В этом случае в микроструктуре помимо γ' -твердого раствора можно наблюдать более равномерное распределения компактных карбидов типа M_6C по всему объёму, а также отсутствие сплошной сетки карбидов по границам зерен (рисунок 3.36е) по сравнению с микроструктурой выращенного образца после ГИП и термической обработки (рисунок 3.20в).

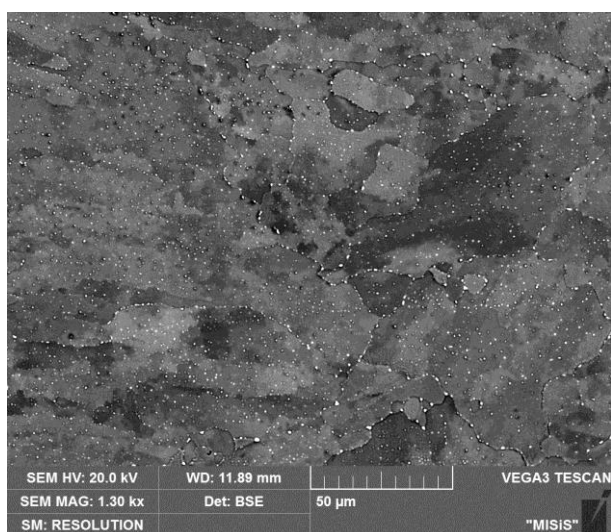
Из литературных источников известно, что для сплава ЭП708 после закалки с 1140 °С иногда применяют двухступенчатое старение: отжиг при 950 °С в течение 3 ч и отжиг при 800 °С в течение 5 – 10 ч. Поскольку после процесса СЛП из-за высоких скоростей кристаллизации (более 10^4 К/с) структура сплава ЭП708 близка к закаленной, с целью максимального сохранения структуры, полученной после выращивания, был проведен отжиг образцов сплава ЭП708 после СЛП при 950 °С в течение 3 ч и при 800 °С в течение 15 ч (рисунок 3.37). Данная температура выбрана на основании термодинамических расчетов и ДСК-анализа, так как вблизи температуры 950 °С начинается выделение γ' -фазы. Здесь также в микроструктуре карбиды типа M_6C равномерно распределены по всему объёму и отсутствует сплошная сетка карбидов по границам зерен (рисунок 3.37г), при этом качественно видно, что размер карбидов по границам зерен меньше, чем в случае отжига при температуре 1095 °С (рисунок 3.36е). В связи с этим, с целью устранения трещин и пористости можно рекомендовать режим ГИП при температуре 950 °С и напряжение выше предела текучести образцов сплава ЭП708 после СЛП при температуре 950 °С (330 МПа, рисунок 3.28а) [116, 117].



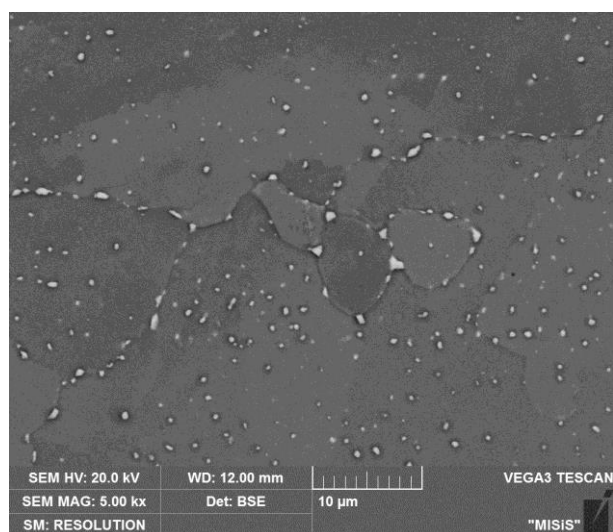
а



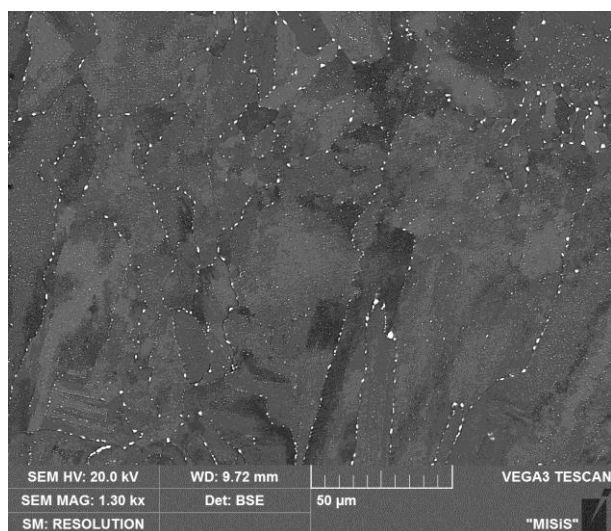
б



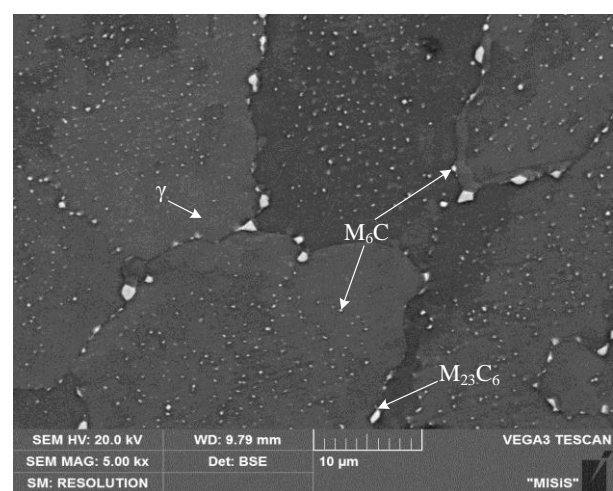
в



г

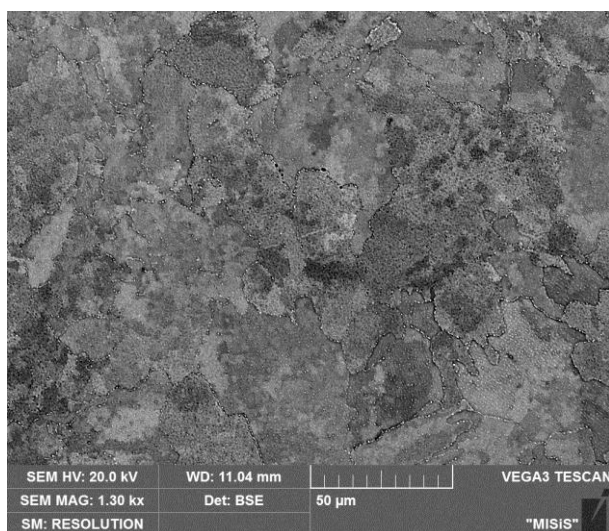


д

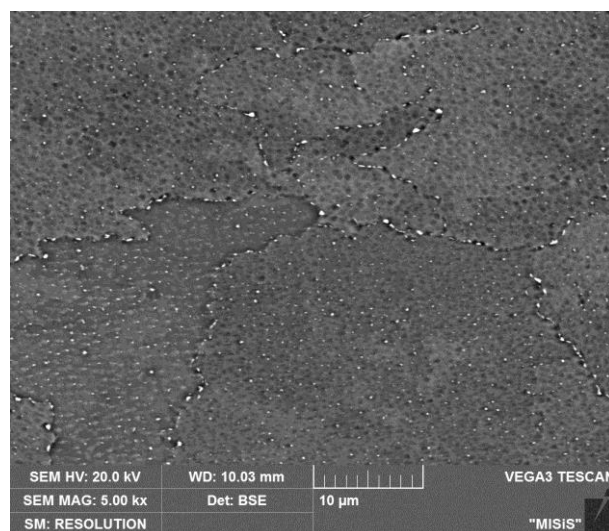


е

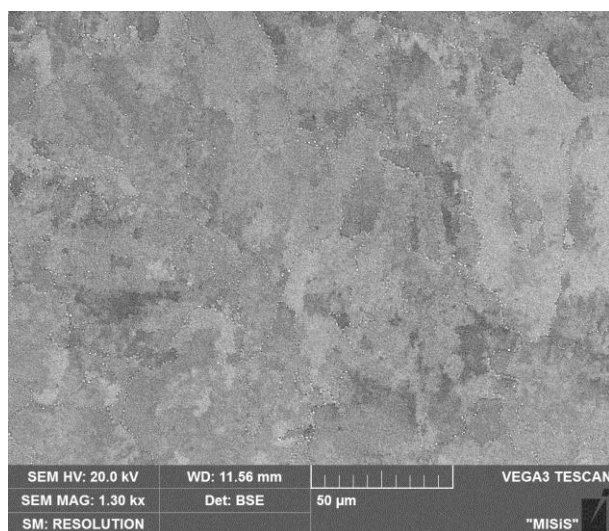
Рисунок 3.36 – Микроструктуры образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после отжига при температуре 1095 °С и охлаждения с печью (а, б), последующей закалки на воздухе с температуры 1095 °С после 2 ч отжига (г, д), а затем старения при 800 °С в течение 15 ч (д, е)



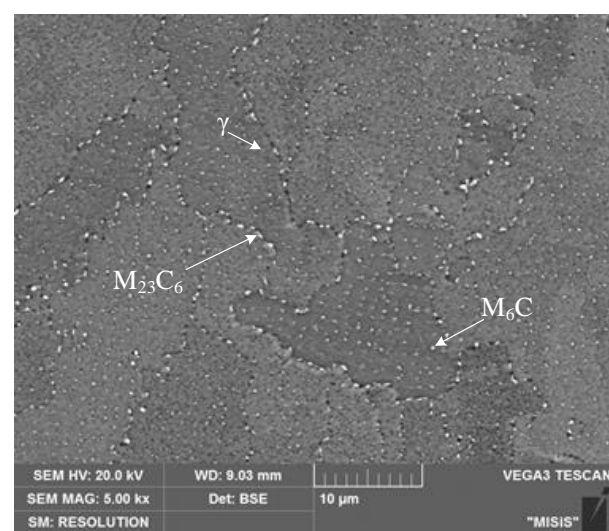
а



б



в



г

Рисунок 3.37 – Изображения микроструктур образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после отжига при температуре 950 °С в течение 3 ч (а, б) и последующего отжига при 800 °С в течение 15 ч (в, г)

Выводы по разделу 3

1. Методами сканирующей электронной микроскопии установлено, что структура и свойства сплава ЭП708, полученных методом СЛП, существенно зависят от технологических параметров производства изделий (в частности, от мощности и скорости лазера, фракционного состава порошка и др.).

2. Установлено, что за счет получения мелкодисперсной структуры сплава (размер дендритной ячейки не более 5 мкм) и равномерного распределения упрочняющих фаз (γ' -фазы и карбиды) в процессе изготовления методом СЛП, уровень механических свойств сплавов

(предел прочности, предел текучести, усталостные характеристики) при комнатной температуре соответствует требованиям, предъявляемым к материалам, получаемыми стандартными методами горячей прокатки согласно ТУ 14-1-1018-98.

3. Структура и свойства сплава ЭП708, полученных методом СЛП, существенно зависят от технологических параметров производства изделий. Оптимальными параметрами получения изделий из сплава ЭП708 для фракционного состава исходного порошка от 40 до 80 мкм достигается при использовании следующих параметров: мощность лазера 250 Вт, скорость движения 600 мм/с, расстояние между треками 80 мкм.

4. На основе анализа микроструктуры после различных режимов термической обработки разработан оптимальный режим термической обработки совмещенный с ГИП, так как рекомендованные режимы для ГИП и термообработки не оптимальны для изделий, полученных методом СЛП.

5. Показано, что операция ГИП может быть окончательной термической обработкой изделий из сплава ЭП708.

4 Моделирования плавления порошкового слоя, коробления и остаточных напряжений изделий, получаемых методом СЛП

Процесс компьютерного моделирования остаточных напряжений и коробления изделий в процессе лазерного послойного плавления с использованием программы конечно-элементного моделирования Additive Manufacturing (ESI Group) включает в себя следующие основные пункты:

- 1) Определение физических и механических свойств в широком интервале температур (в том числе, выше температуры плавления) материала, из которого проводят выращивание изделий;
- 2) Микромоделирование: расчет распределения частиц порошка используемой фракции по порошковому слою и плавление данного слоя лазером с заданными мощностью и скоростью прохода для определения распределения температурных полей;
- 3) Макромоделирование: расчет остаточных напряжений и коробления изделия заданной геометрии на основе вязкопластичного поведения материала в заданных условиях послойного выращивания.

4.1 Определение теплофизических и механических свойств сплава ЭП708, необходимых для моделирования

Список свойств сплава ЭП708, необходимых для числового моделирования коробления и остаточных напряжений в программном комплексе Additive Manufacturing (ESI Group), в твердом и жидком состояниях:

- Плотность (зависимость от температуры);
- Теплоемкость (зависимость от температуры);
- Теплопроводность (зависимость от температуры);
- Температура солидуса;
- Температура ликвидуса;
- Удельная теплота плавления;
- Зависимость доли твердой фазы от температуры при кристаллизации;
- Коэффициент распределения;
- Предел текучести (зависимость от температуры);
- Модуль Юнга (зависимость от температуры);

Модуль сдвига (зависимость от температуры);
 Коэффициент Пуассона (зависимость от температуры);
 Плотность (зависимость от температуры);
 Теплопроводность (зависимость от температуры);
 Теплоёмкость (зависимость от температуры);
 Вязкость расплава (зависимость от температуры);
 Поверхностное натяжение расплава (зависимость от температуры).

Также для моделирования необходимы свойства сплава ЭП708, полученные по результатам испытаний на релаксацию напряжений и ползучести.

Плотность образца из сплава ЭП708 в состоянии после выращивания при комнатной температуре составила $8,37 \text{ г/см}^3$. Зависимость плотности образца от температуры была определена с помощью дилатометрического анализа (рисунки 4.1 и 4.2).

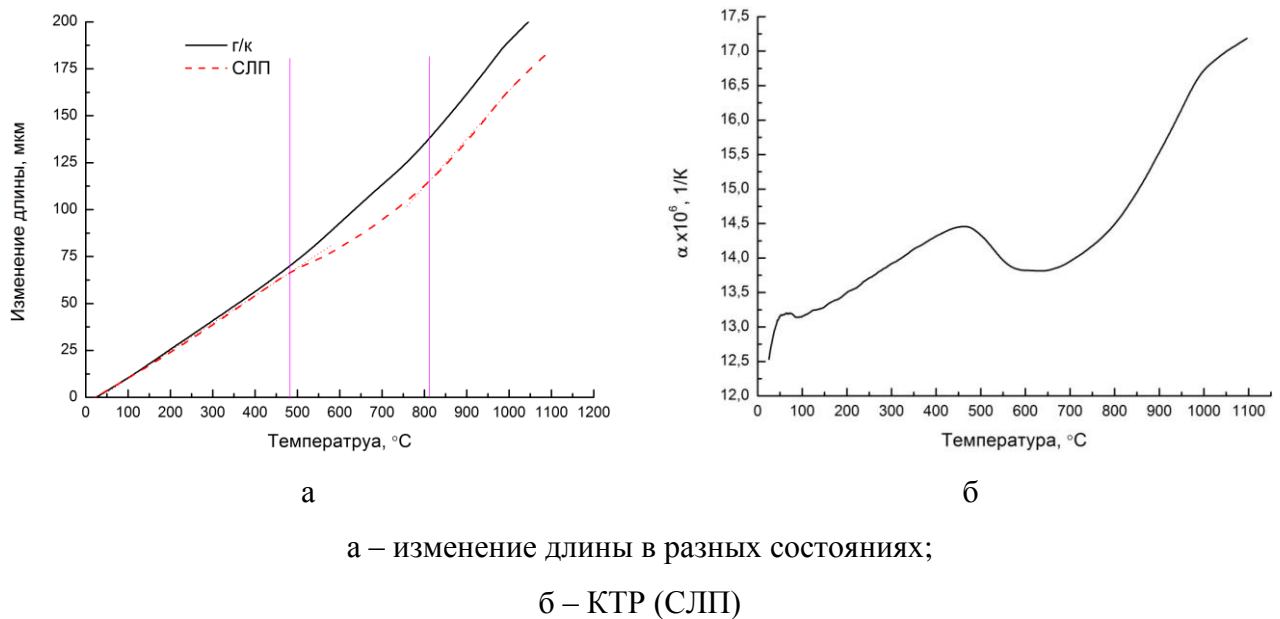


Рисунок 4.1 – Температурные зависимости образцов сплава ЭП708

Как видно по рисунку 4.1, из-за протекающих фазовых превращений в образце сплава ЭП708 после выращивания в интервале температур $480 - 812 \text{ }^{\circ}\text{C}$ наблюдается спад температурных зависимостей как в изменениях линейных размеров, так и, соответственно, КТР. Более подробно анализ фазовых превращений при изменении температуры для образцов сплава ЭП708 будет рассмотрен ниже.

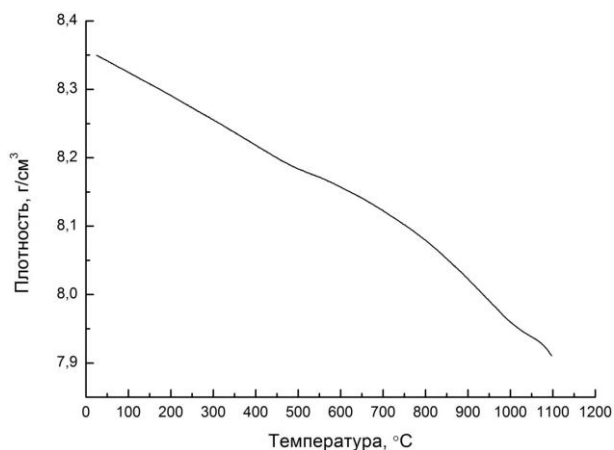


Рисунок 4.2 – Зависимость плотности образца из сплава ЭП708 от температуры

Результат определения удельной теплоемкости приведен на рисунке 4.3. «Скачкообразные» изменения теплоёмкости образца из сплава ЭП708 до температуры 680 °C, скорее всего, связаны с неоднородностью по химическому составу и его устранением, а последующий «нормальный» рост – с увеличением температуры образца.

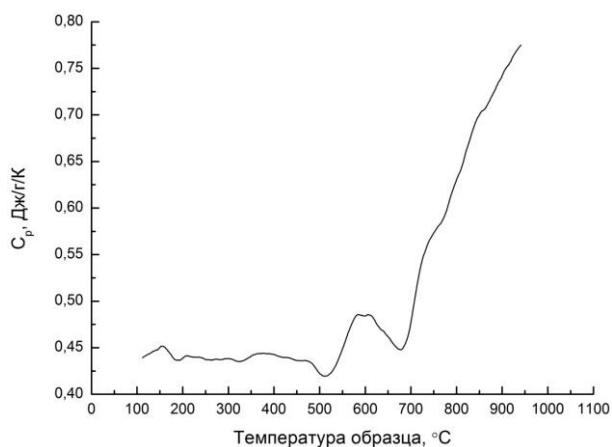


Рисунок 4.3 – Зависимость удельной теплоёмкости образца из сплава ЭП708 от его температуры

На рисунке 4.4 приведены результат расчета коэффициента теплопроводности с использованием данных по температурным зависимостям плотности и теплоемкости образцов сплава ЭП708.

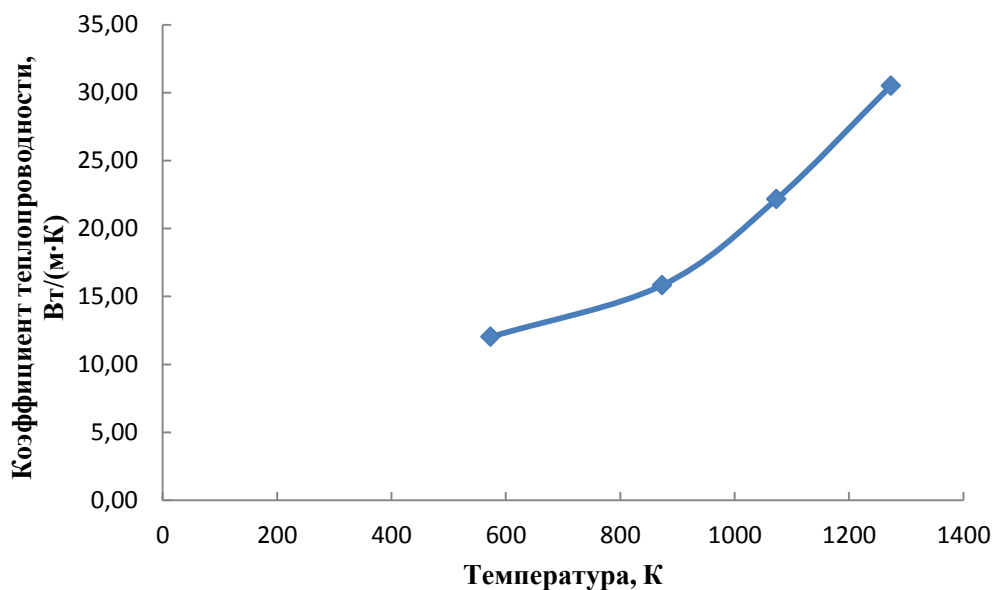


Рисунок 4.4 – Зависимость коэффициента теплопроводности образца из сплава ЭП708 от температуры

По результатам ДТА были определены температуры солидуса ($1317\text{ }^{\circ}\text{C}$ – при нагреве) и ликвидуса ($1384,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ – при нагреве, $1361\text{ }^{\circ}\text{C}$ – при охлаждении). Также были определены температуры фазовых превращений при нагреве ($998\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1104\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1219\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1317\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1385\text{ }^{\circ}\text{C}$) и охлаждении ($1361\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1275\text{ }^{\circ}\text{C}$, $1073\text{ }^{\circ}\text{C}$, $929\text{ }^{\circ}\text{C}$, $821\text{ }^{\circ}\text{C}$, $738\text{ }^{\circ}\text{C}$), что хорошо соотносится с результатами ДТА, представленными на рисунке 3.17.

Результаты расчета по определению зависимости доли равновесной фазы от температуры показаны на рисунке 4.5. Основная фаза, образующаяся из жидкости при равновесной кристаллизации – FCC_L12 (разупорядоченная фаза). Температуры ликвидуса и солидуса, полученные в результате расчетов: $1377,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $1352,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, соответственно. При температуре около $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ из фазы FCC_L12 начинает формироваться фаза FCC_L12#2 (упорядоченная фаза). При температурах ниже $850\text{--}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ начинают образовываться другие фазы, μ , σ и т.д.

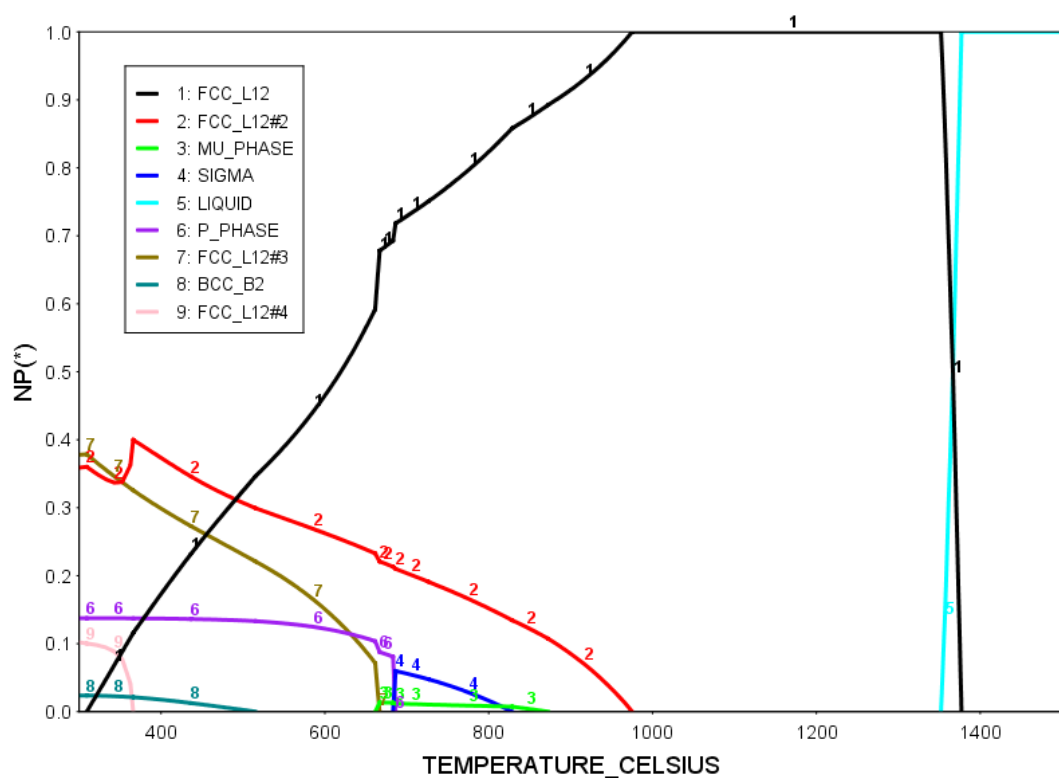


Рисунок 4.5 – Расчёт объёмных долей равновесных фаз для ЭП708 в зависимости от температуры

Состав разупорядоченной фазы FCC_L12 в зависимости от температуры приведен на рисунке 4.6. Основные составляющие разупорядоченной фазы – это Ni, Cr. Также в данном растворе содержится Al, Ti и др. элементы. Видно, что при начале формирования упорядоченной фазы (FCC_L12#2) содержание Al и Ti в фазе FCC_L12 уменьшается. Пунктиром на рисунке 4.7 обозначена метастабильная область.

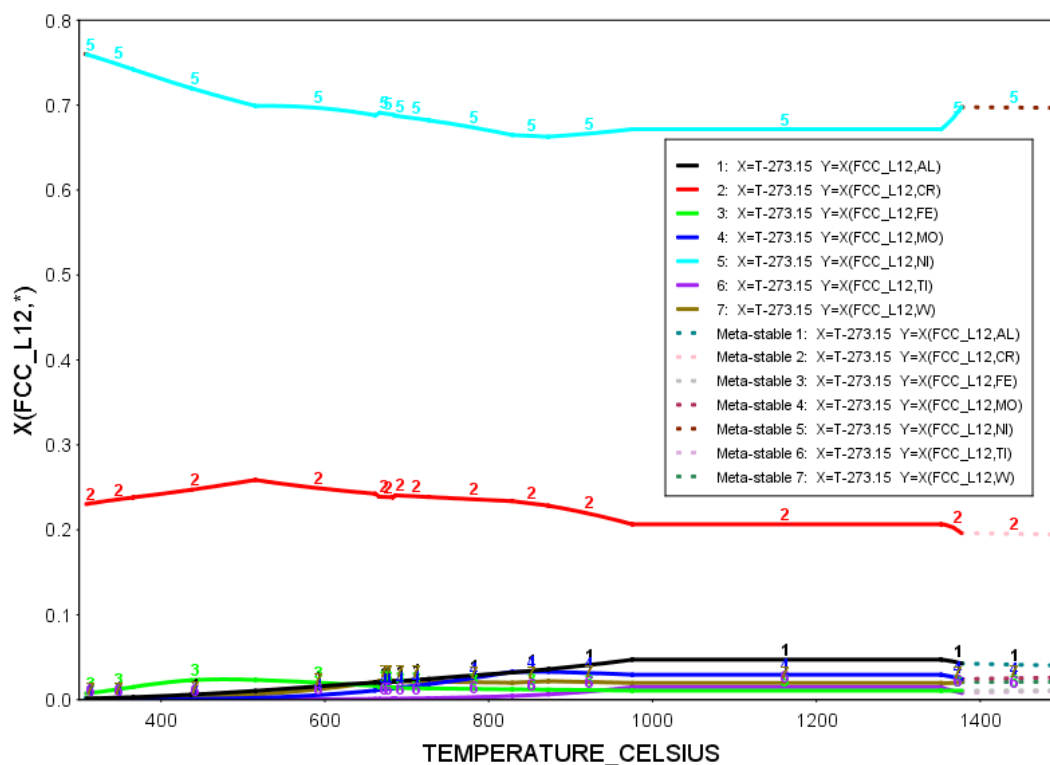


Рисунок 4.6 – Состав разупорядоченной фазы FCC_L12 в зависимости от температуры

Состав упорядоченной фазы FCC_L12#2 в зависимости от температуры приведен на рисунке 4.7. Видно, что стехиометрия фазы приближенно равна $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti}, \text{Cr})$. При повышении температуры содержание Ti падает, а Cr растет.

Коэффициент распределения (partition coefficient) был оценен по концентрации Ni на ликвидусе и на солидусе, полученных из термодинамических расчетов: $k = C_S / C_L = 0,6717 / 0,6976 = 0,96287$.

Кристаллизация по Шайлу (зависимость доли твердой фазы от температуры при кристаллизации) для сплава ЭП708 представлена на рисунке 4.8.

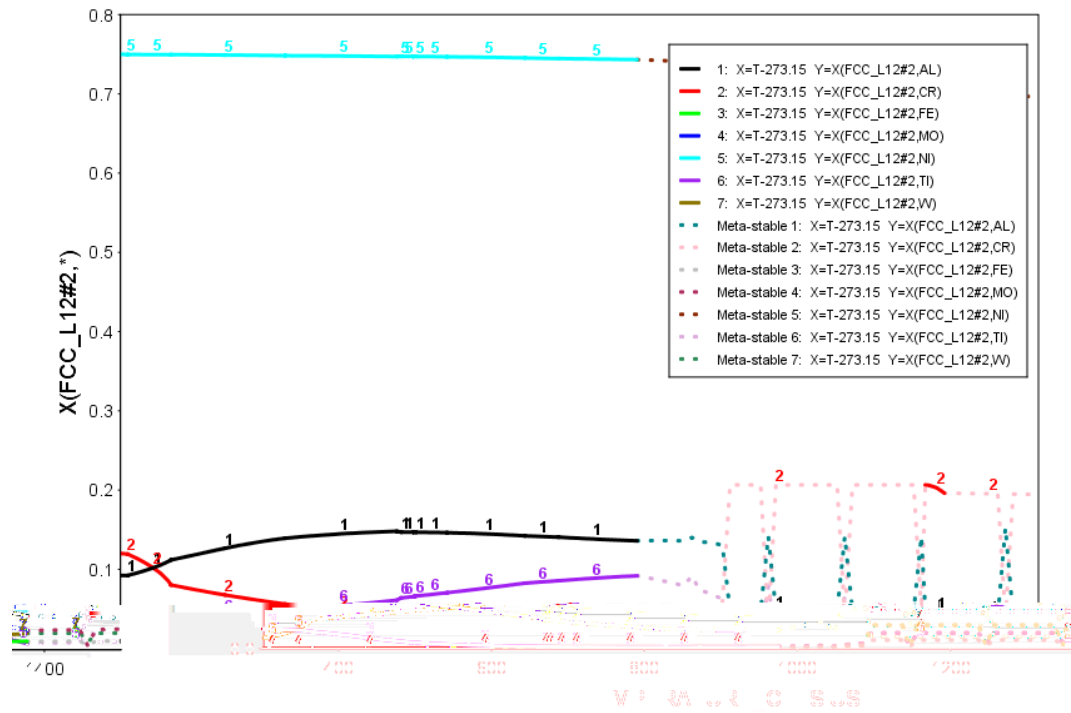


Рисунок 4.7 – Состав упорядоченной фазы FCC_L12#2 в зависимости от температуры

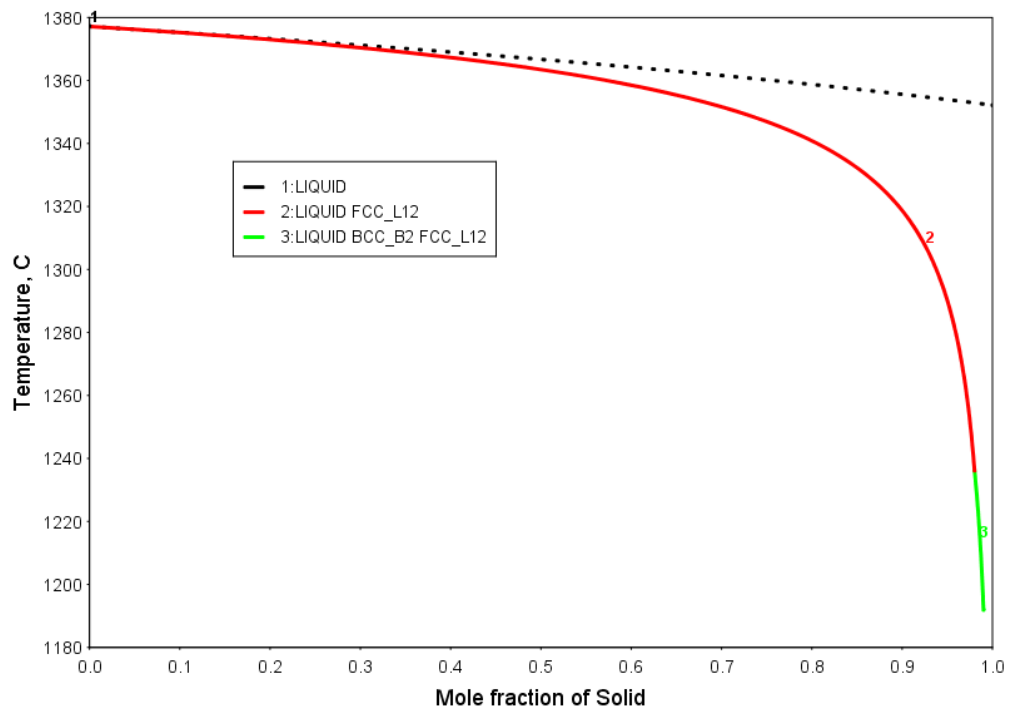


Рисунок 4.8 – Зависимость доли твердой фазы от температуры при кристаллизации сплава
ЭП708

С целью определения значения упругих констант материала и их температурной зависимости в широком диапазоне температур в ходе исследования были проведены контролируемые осадки в упругой и частично пластичной до 0,01% области в интервале температур от комнатной до 1100 °С. Вычисление упругих модулей и коэффициента Пуассона при данном виде испытаний на цилиндрических образцах после СЛП имел ряд особенностей, вызванных тем, что структура образца имела микропористость. В результате этого осадка на малые деформации имела специфических характер.

При регистрации зависимости поперечной деформации образца относительно продольной при осадке в упруго-пластическом диапазоне деформации можно было выделить три зоны (рисунок 4.9). Первая – с аномально низким коэффициентом Пуассона – зона отвечающая осадке, сопровождающаяся процессом упруго-пластического схлопывания микропор, что и приводит к почти полному отсутствию поперечной деформации. Вторая зона (стадия) – стадия, отвечающая упругой деформации уже практически сплошного материала. Наклон на этом участке определяется значением истинного коэффициента Пуассона. На третьем участке (зоне, стадии) – наблюдался рост кажущегося коэффициента Пуассона, что связано с началом пластического течения материала. В виду соблюдения правила сохранения объёма при пластическом течении - коэффициент Пуассона становится равным 0,5, что наглядно отражается на показанном иже примере экспериментальной кривой зависимости поперечной деформации образца относительно продольной при осадке в упруго-пластическом диапазоне деформации.

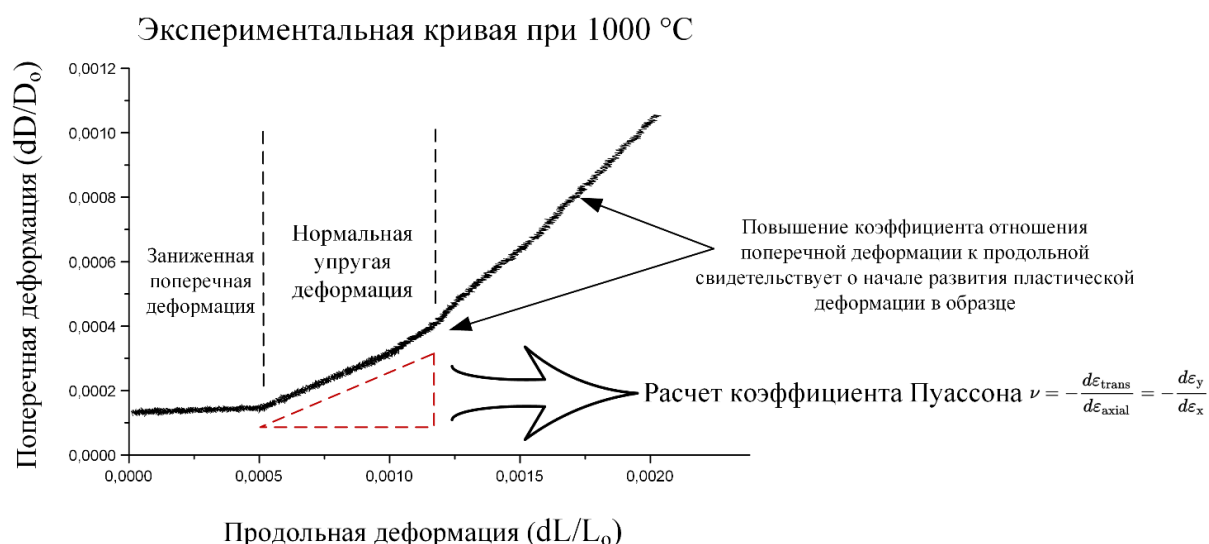


Рисунок 4.9 – График экспериментальной зависимости поперечной деформации образца относительно продольной при осадке в упруго-пластическом диапазоне деформации при 1000 °С

Результат определения упругих констант от температуры приведен в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Экспериментальных значений упругих констант в широком диапазоне температур для сплава ЭП708

Температура, °С	Коэффициент Пуассона (ν)	Модуль Юнга (E), ГПа	Модуль сдвига (G), ГПа
0	0,24	226	91,1
100	0,24	222	89,5
200	0,24	218	87,9
300	0,2405	213	85,9
400	0,241	206	83
500	0,2425	198	79,7
600	0,244	186	74,8
700	0,247	167	67
800	0,255	137	54,6
900	0,27	97	38,2
1000	0,296	60	23,1
1100	0,337	28	10,5
1200	0,401	10	3,6
1270	0,454	2	0,7
1325	0,5	0	0

Результаты экспериментов на релаксацию напряжений для определения предела упругости (σ^y) в вязкопластичном состоянии образцов из сплава ЭП708 приведены в приложении Б, а его зависимость от температуры приведена на рисунке 4.10. По рисункам (приложение Б) видно, что предел упругости по результатам испытаний на релаксацию напряжений слабо зависит от увеличения степени деформации (при малых степенях деформации), а его зависимость от температуры качественно похожа на зависимость предела текучести от температуры в состоянии СЛП (рисунок 3.28а).

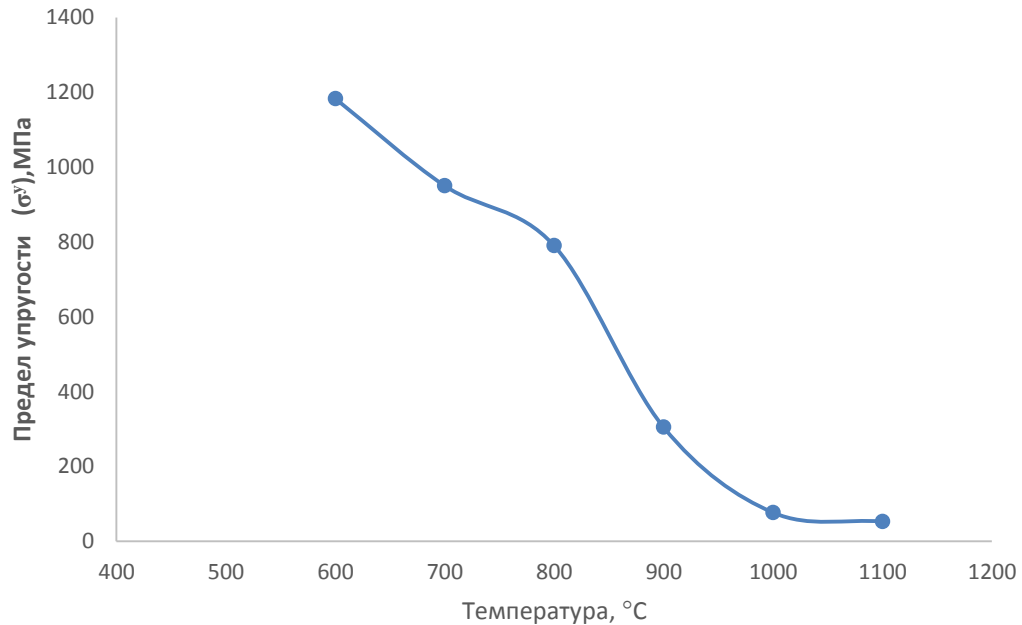


Рисунок 4.10 – Температурная зависимость предела упругости по результатам испытаний на релаксацию напряжений сплава ЭП708

Ресурс пластичности, как и уровень сопротивления пластической деформации материала в значительной мере определяется не только температурой и схемой напряжённого состояния, но и скоростью нагружения или скоростью деформирования. Связанно это, в первую очередь, с тем или иным временным ограничением на протекание релаксационных процессов за счёт протекания структурных и/или фазовых превращений в материале, подвергнутому деформационному воздействию. Скорость этих процессов зависит от степени накопленной внутренней энергии и от температуры, увеличение которой повышает уровень тепловых флуктуаций, что, в свою очередь, повышает вероятность преодоления энергетического барьера и соответственно интегральную (среднюю) скорость процессов разупрочнения.

В ходе исследования были получены коэффициенты скоростной чувствительности на основе экспериментально полученных диаграмм деформации при изменении скорости деформации в ходе деформирования. Изменяя скорость деформации в ходе деформирования на образцах при разных температурах (рисунок 4.11), была выявлена температурная зависимость коэффициента скоростной чувствительности (рисунок 4.12).



6

B

a – 900 °C; б – 1000 °C; в – 1100 °C

Рисунок 4.11 – Графики изменения сопротивления деформации от скорости деформации в логарифмических координатах при разных температурах испытания для образцов сплава ЭП708

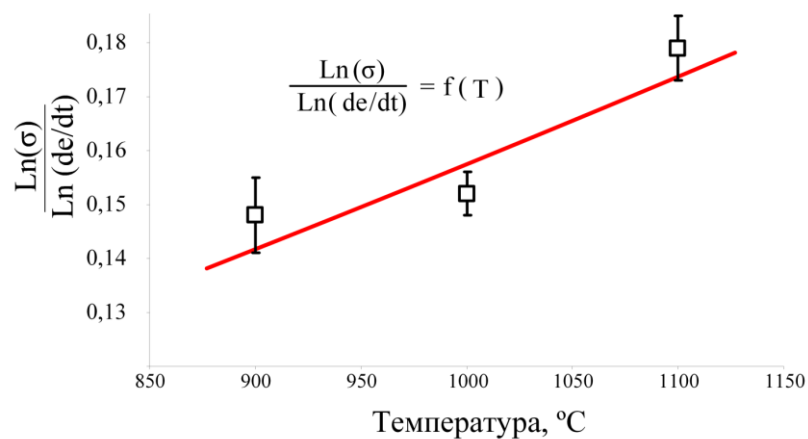


Рисунок 4.12 – Температурная зависимость коэффициента скоростной чувствительности для образцов сплава ЭП708

Для определения динамической вязкости расплава ЭП708 в первой части исследований была получена зависимость кинематической вязкости расплава от температуры в режиме нагрева. Результаты приведены на рисунках 4.13 и 4.14.

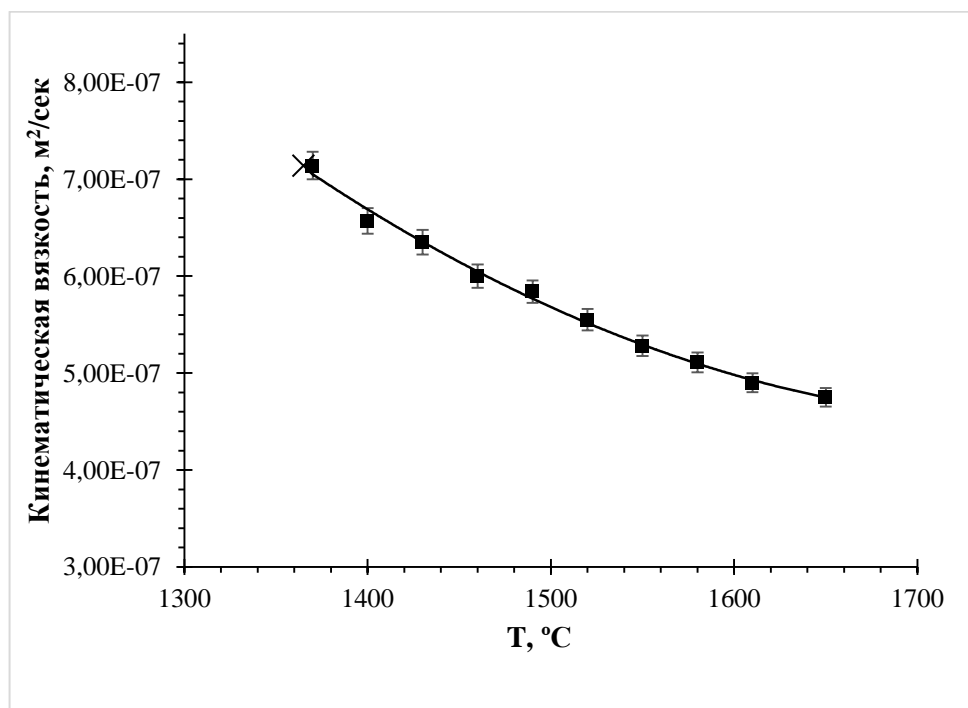


Рисунок 4.13 – Зависимость кинематической вязкости расплава исследуемого сплава от полученной температуры

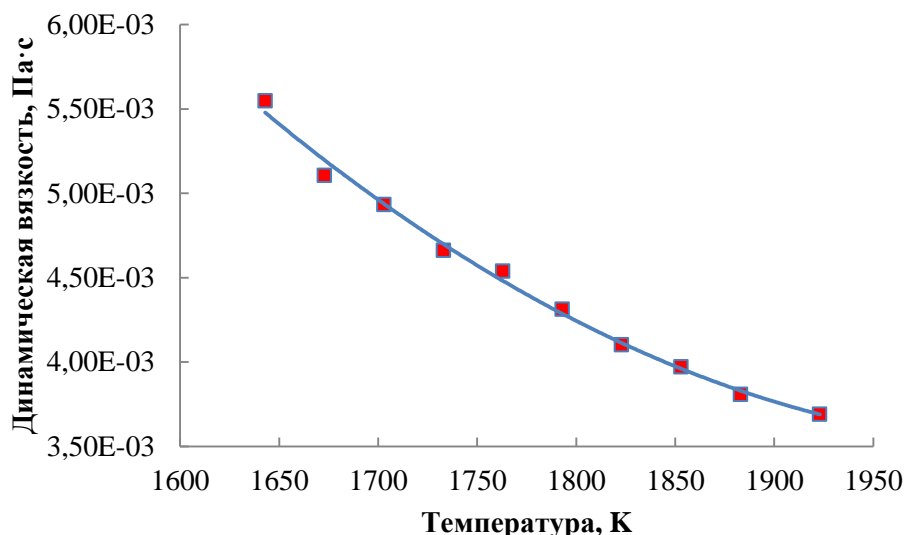


Рисунок 4.14 – Зависимость динамической вязкости расплава из ЭП708 от температуры

4.2 Моделирование плавления порошкового слоя

Моделирование распределение порошкового слоя по поверхности рабочего стола и его плавление проводили в модулях Spreading и Melting, соответственно, программы ESI Additive Manufacturing с заданием следующих вводных параметров:

Порошок (гранулометрический состав, рисунок 3.2):

0-40 мкм – 12 об. %

40-50 мкм – 32 об. %

40-60 мкм – 40 об. %

60-80 мкм – 16 об. %

Скорость движения выравнивающего инструмента 0,1 м/с

Плавление:

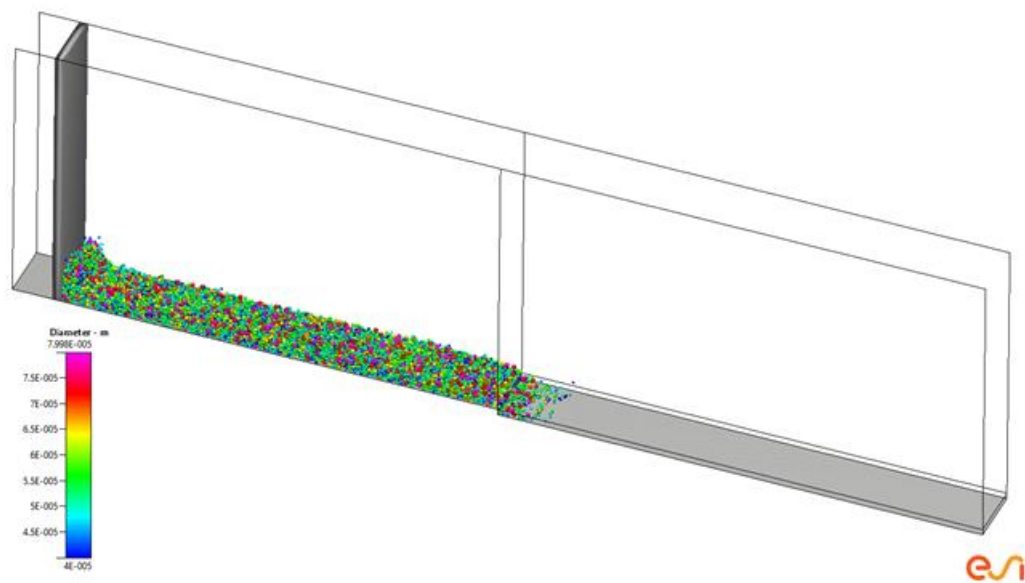
Толщина порошкового слоя: 60 мкм

Мощность лазера: 250 Вт

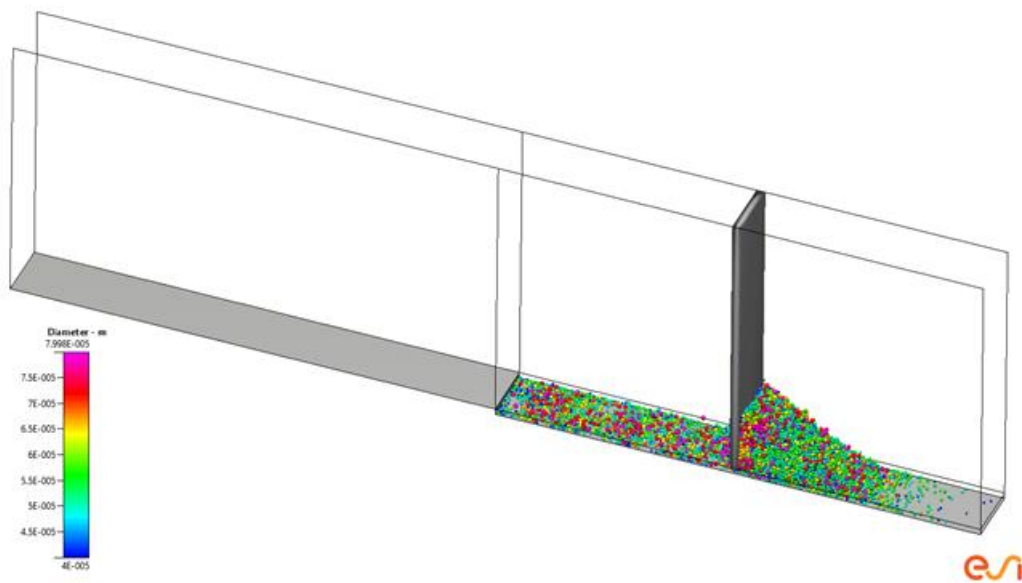
Скорость сканирования: 600 мм/с

Длина трека: 80 мм

На рисунок 4.15 приведена визуализация моделирования процесса распределения порошка заданной фракции по столу выращивания в разные моменты времени, а на рисунке 4.16 приведен результат распределения пустот в порошковом слое на поверхности подложки, при засыпке первого слоя.



а



б

Рисунок 4.15 – Распределение частиц порошка сплава ЭП708 в разные моменты времени при нанесении первого слоя: а – в начале нанесения; б – в середине нанесения

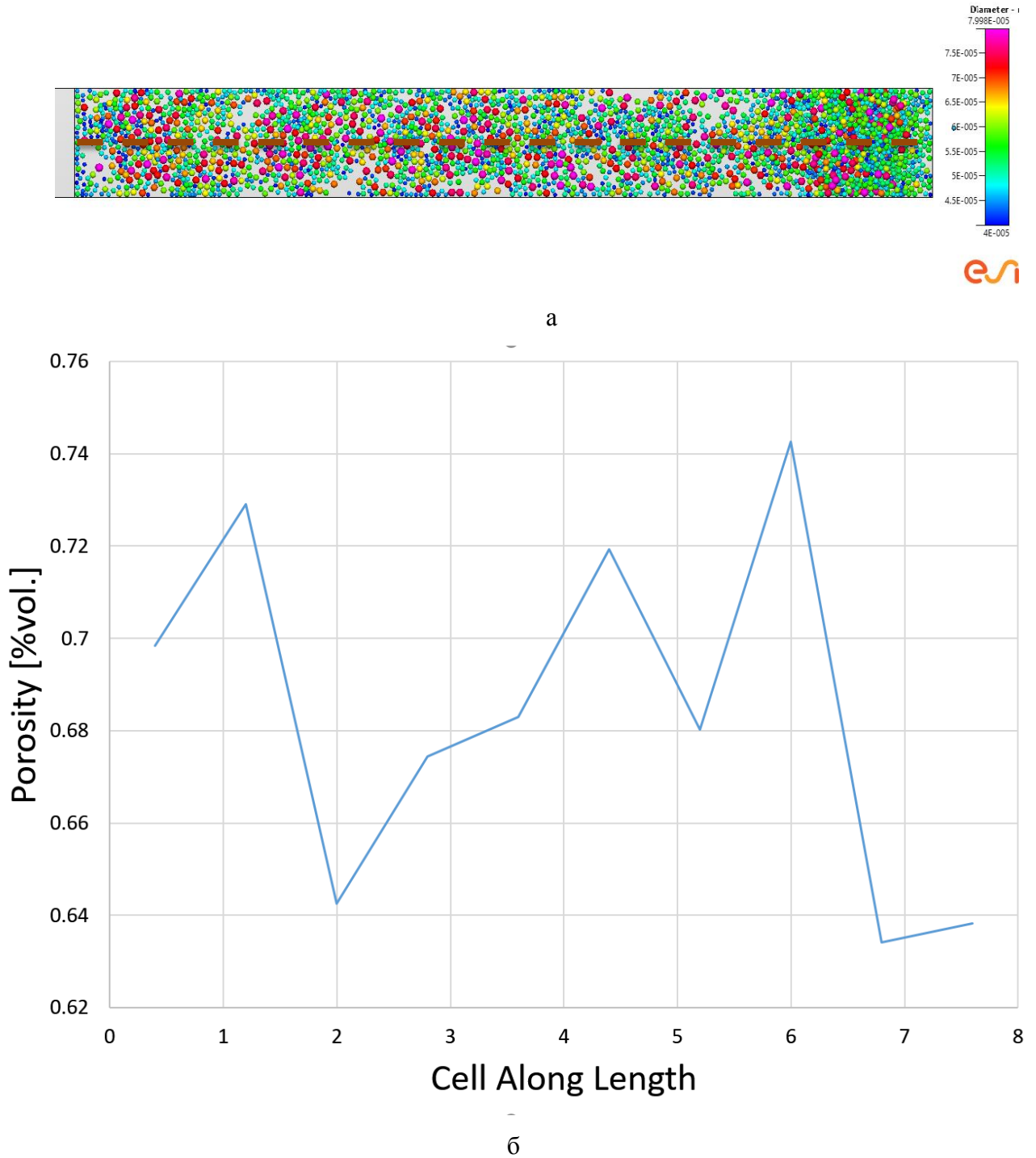
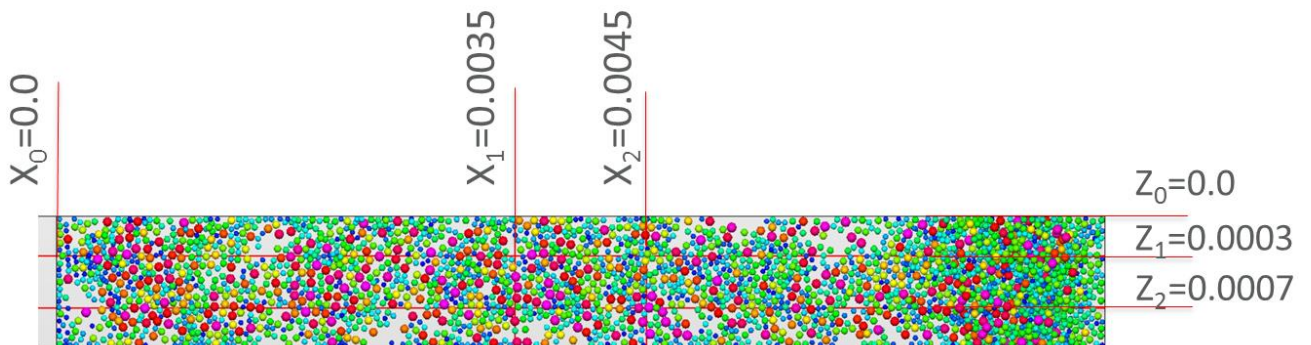


Рисунок 4.16 – Результат распределения частиц порошка на поверхности порошка: а – вид сверху на сечение области анализа; б – распределение пустот в порошковом слое по длине сечения

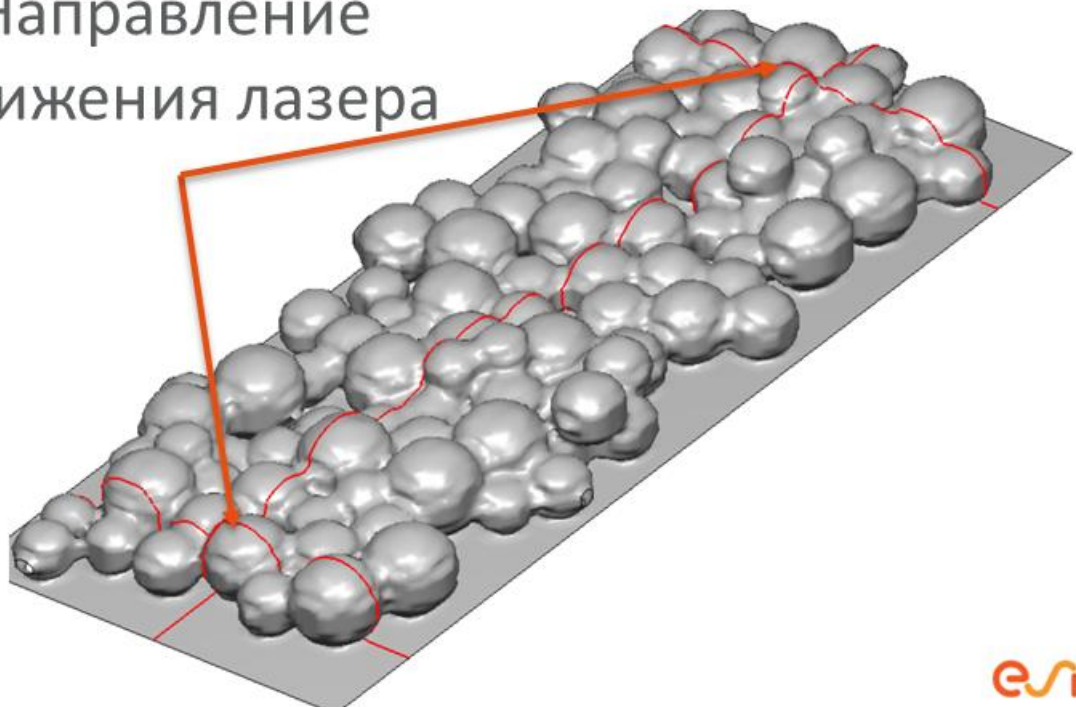
На рисунке 4.17 приведен выбор области на поверхности порошкового слоя для моделирования процесса плавления, а на рисунке 4.18 показано распределение температурных

полей при движении лазера и образовании ванны расплава в порошковом слое в разные моменты времени.



а

Направление
движения лазера



б

Рисунок 4.17 – Выбор области для плавления порошкового слоя: а – задание квадрата для моделирования процесса плавления на поверхности рабочего стола; б – обозначение направления движения лазера

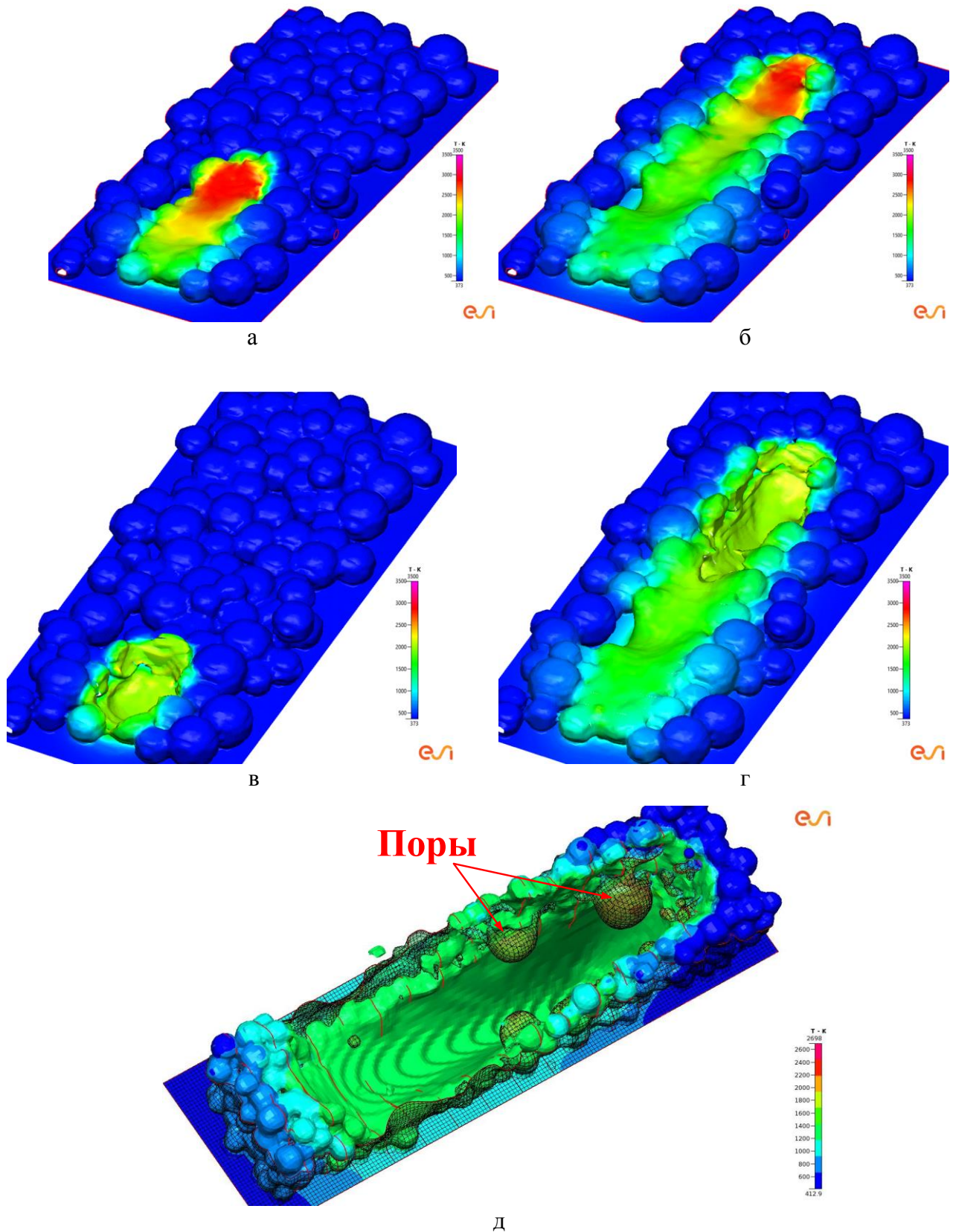


Рисунок 4.18 – Процесс плавления порошкового слоя: а и б – распределение температурных полей при движении лазера в разные моменты времени; в и г – распределение температурных полей при образовании ванны расплава в порошковом слое

4.3 Моделирование остаточных напряжений и коробления изделий из сплава ЭП708 во время выращивания методом СЛП

Расчет коробления и распределение остаточных напряжений в изделии «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708 был проведен в модуле Distortion программы ESI Additive Manufacturing. Для сравнения расчет коробления и распределения остаточных напряжений был выполнен для двух вариантов расположения изделия, представленных на рисунке 4.19, с заданием толщины слоя – 60 мкм, а также с указанием расположения поддержек.

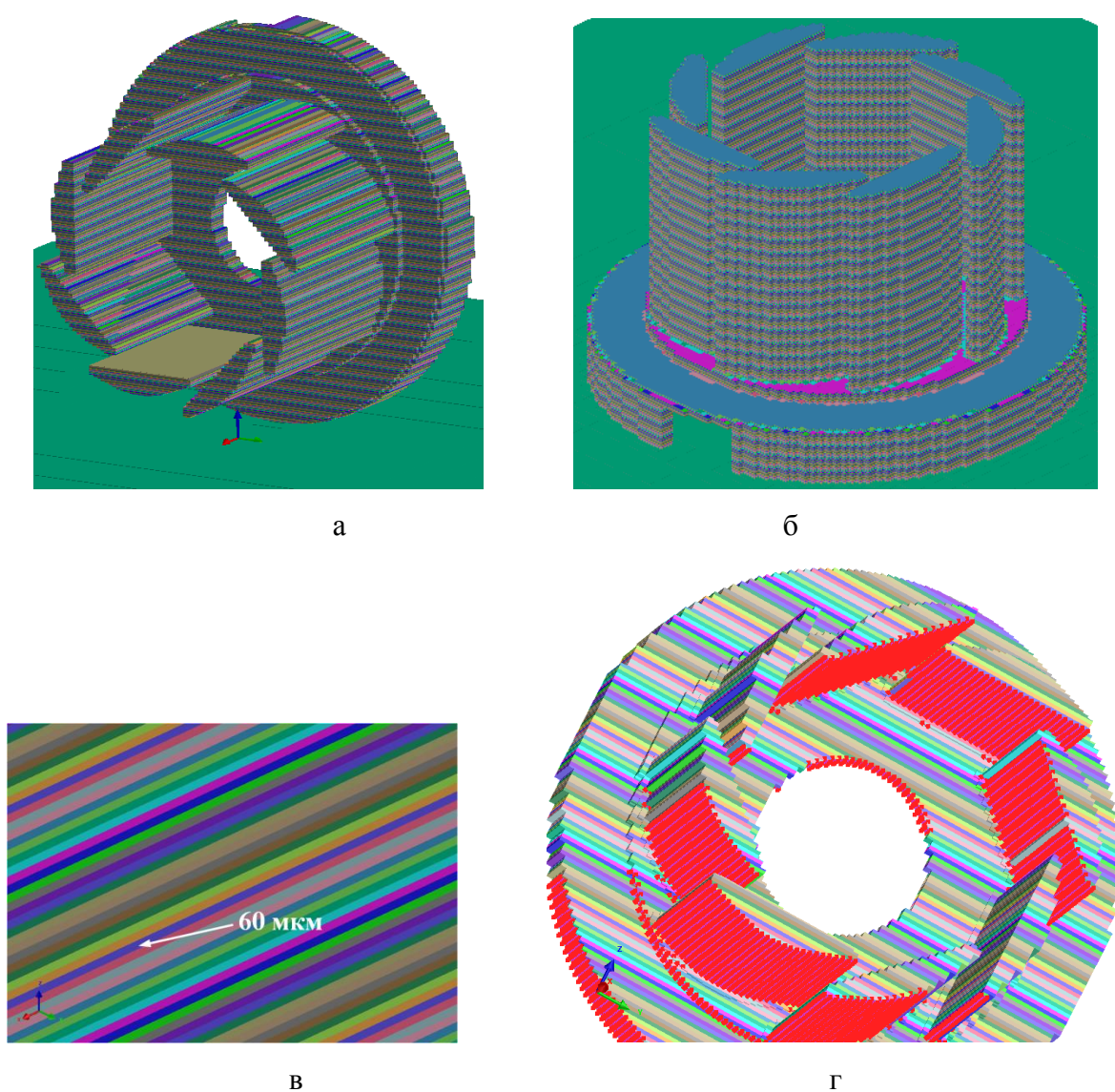


Рисунок 4.19 – Расположение модели изделия «элемент камеры сгорания» на рабочем столе с послойной разбивкой сетки: а – горизонтальное расположение; б – вертикальное расположение; в – увеличенное изображение расчетных слоев модели; г – плоскости детали в горизонтальном положении, зафиксированные поддерживающими элементами (красные маркеры)

На рисунках 4.20 и 4.21 представлены результаты расчета распределения уровня остаточных напряжений и коробления в изделии «элемент камеры сгорания», расположенного в горизонтальном положении в разные моменты времени: в процессе выращивания, после выращивания, после удаления поддержек.

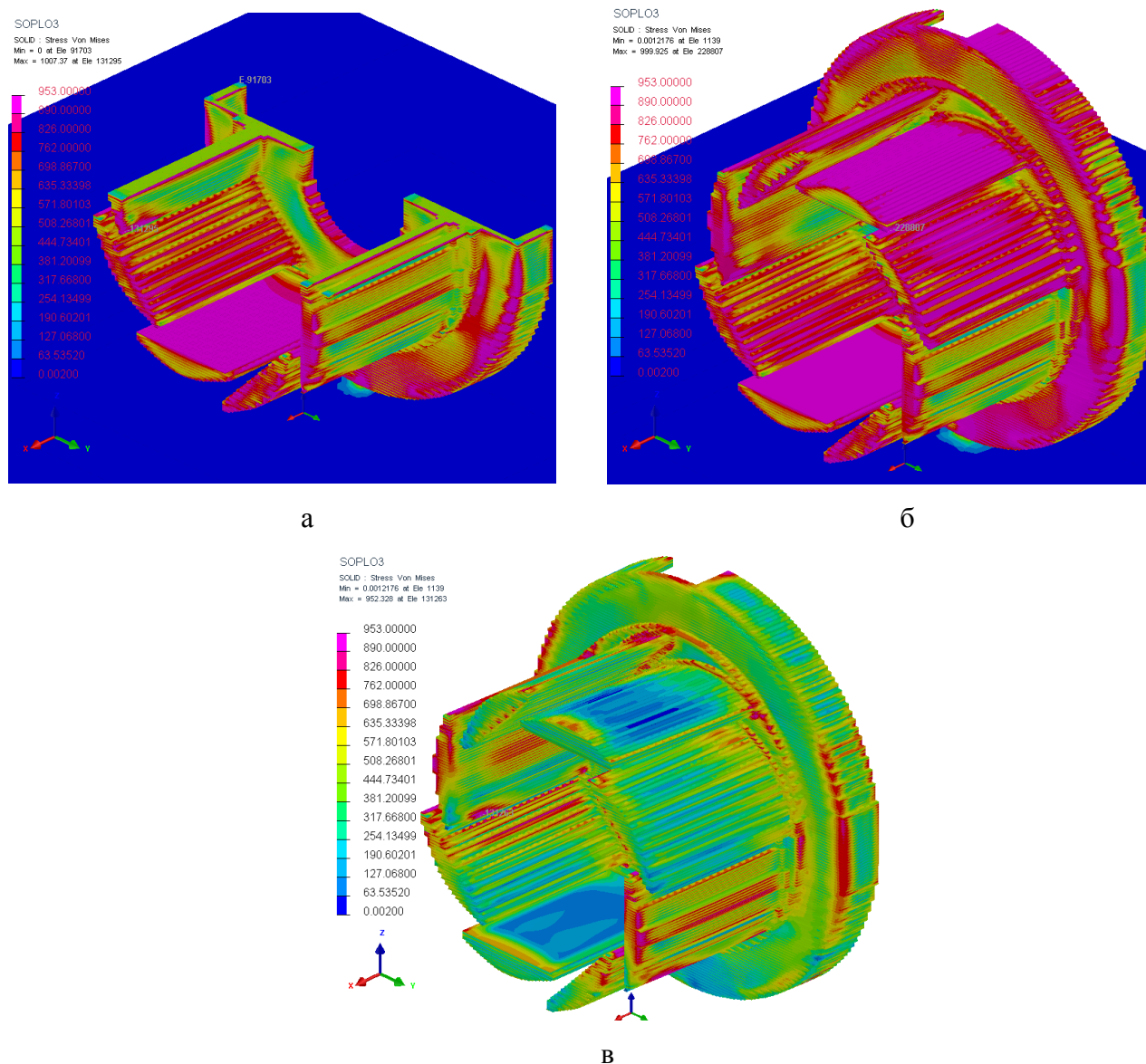


Рисунок 4.20 – Распределение уровня остаточных напряжений при горизонтальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек

По рисункам 4.20 и 4.21 видно, что при таком расположении выращиваемое изделие испытывает в некоторых участках высокий уровень остаточных напряжений (около 1000 МПа) и коробление (до 1,1 мм) ещё в процессе выращивания. Следовательно, такой способ

расположения изделия не рекомендуется для использования, поскольку приведет к браку или остановке выращивания изделия ещё на начальных этапах. Развитие такого уровня остаточных напряжений, способствующих короблению, связано с большой площадью пробега лазера в сечении одного порошкового слоя. Сопоставление задаваемой формы модели и после выращивания и снятия с поддержек приведено на рисунке 4.22.

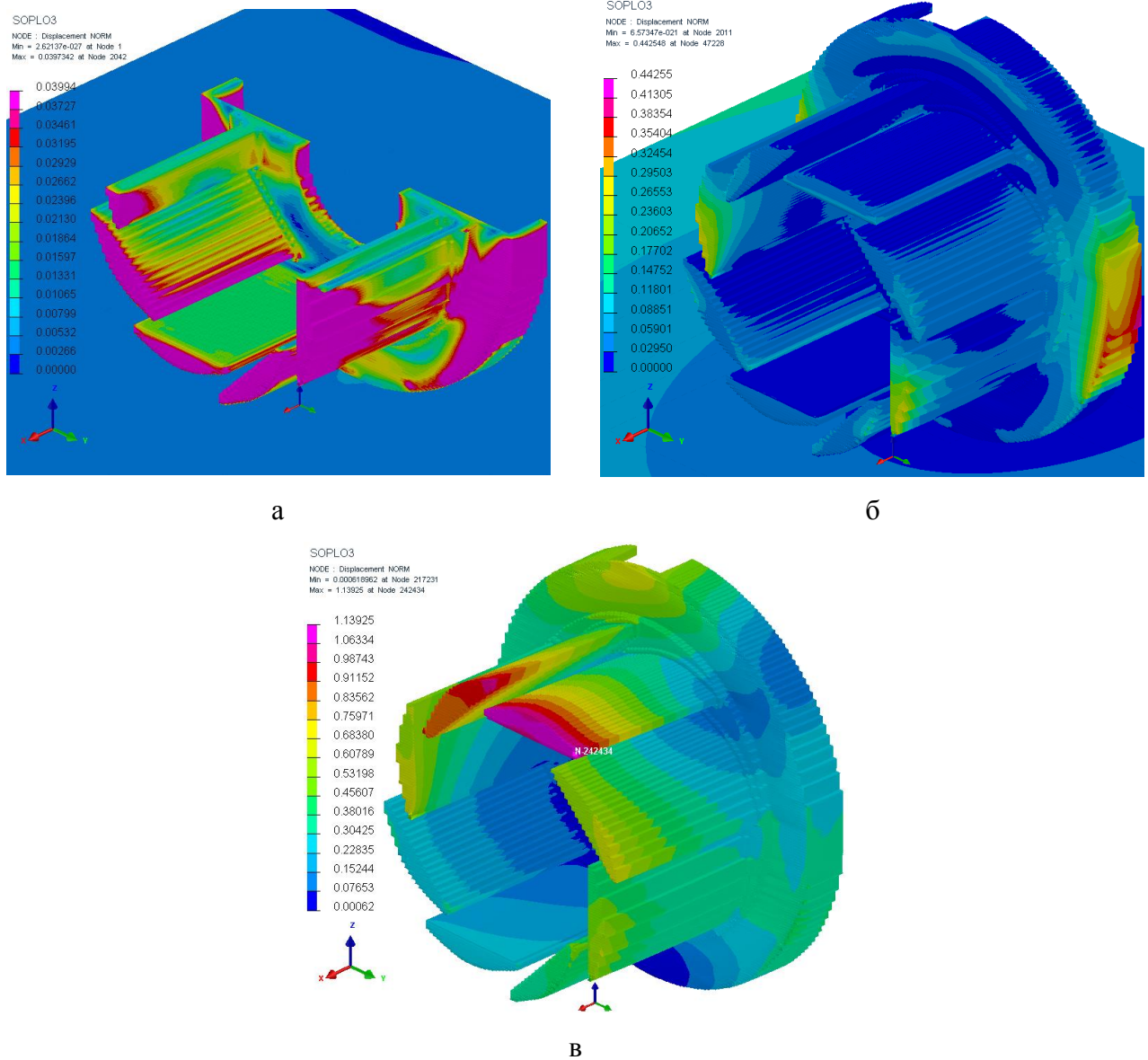
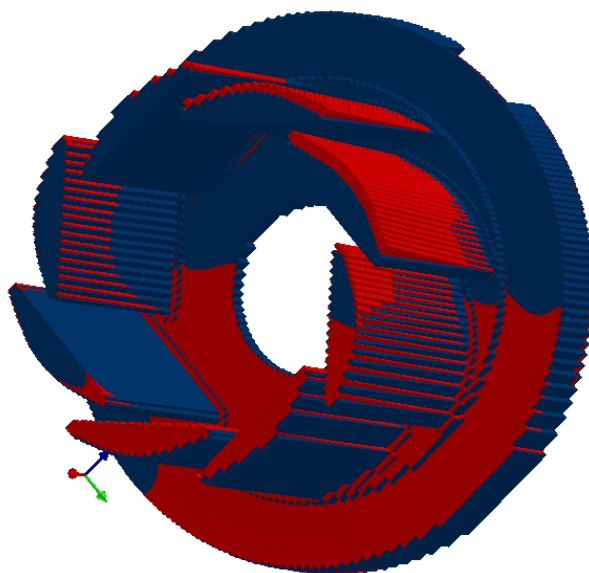
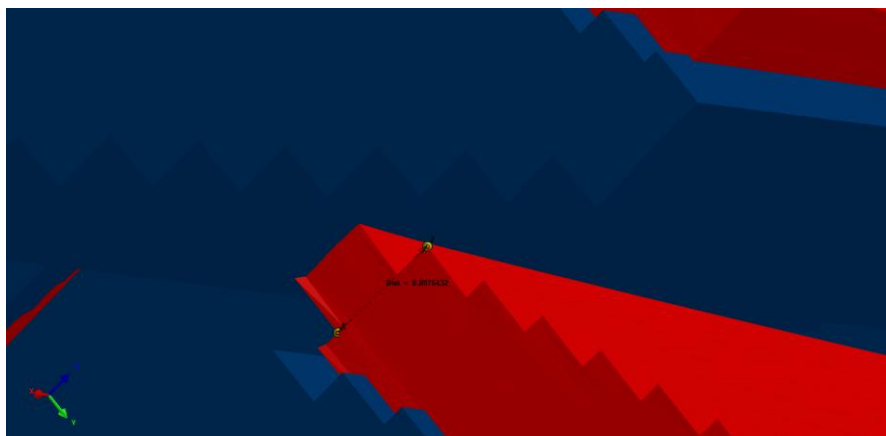


Рисунок 4.21 – Коробление изделия «элемент камеры сгорания» при горизонтальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек



а



б

Рисунок 4.22 – Сопоставление задаваемой формы модели (синий цвет) в горизонтальном положении выращивания и после выращивания (красный цвет): а – общий вид; б – пример участка с отклонением геометрии (до 0,9 мм)

При моделировании послойного выращивания в вертикальном расположении изделия «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708 можно наблюдать иную картину (рисунок 4.23 и 4.24): несмотря на то, что уровень остаточных напряжений до снятия с платформы выращивания находится, примерно, на том же уровне, что и при горизонтальном расположении, деформация, которой подвергаются некоторые части модели, значительно ниже (до 0,3 мм после снятия с платформы), как это наглядно показано на рисунке 4.25. Однако, до снятия изделия с поддержек платформы выращивания (рисунок 4.24б и 4.26) изделие подвергается незначительным деформациям (до 0,08 мм), и, следовательно, проведение отжига изделия для снятия остаточных напряжений перед удалением с платформы позволит сохранить заданную форму изделия.

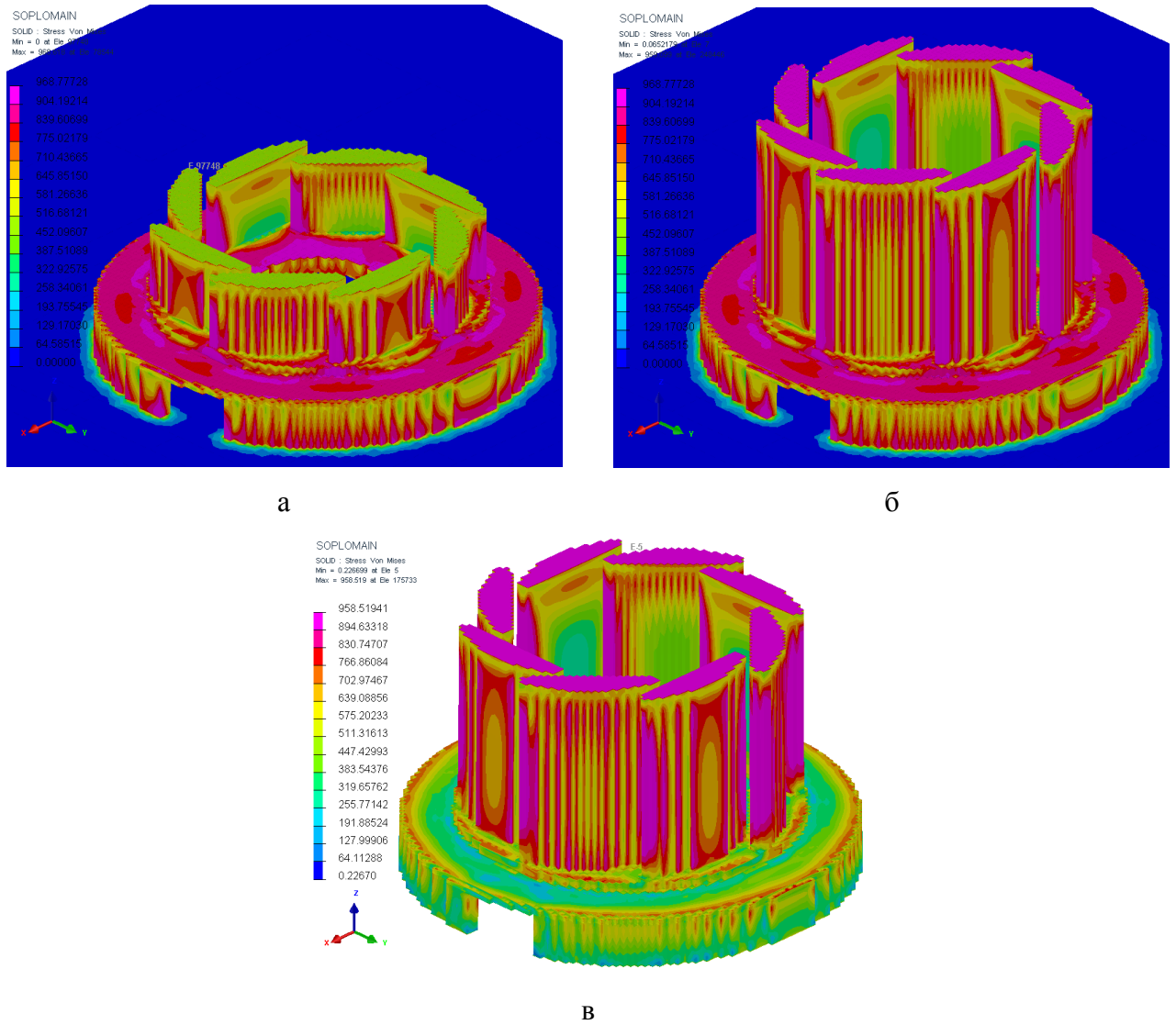
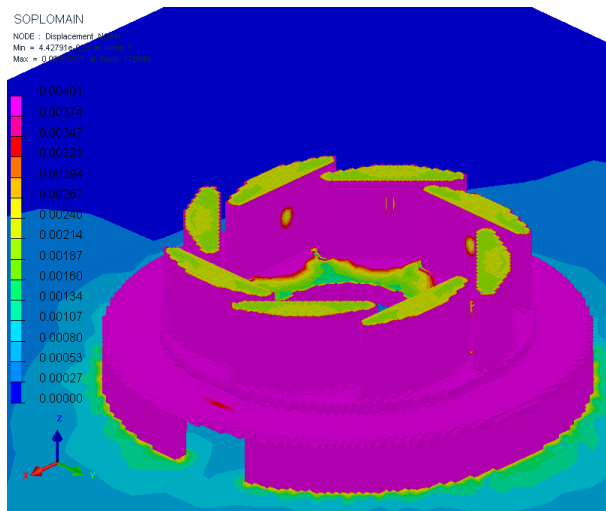
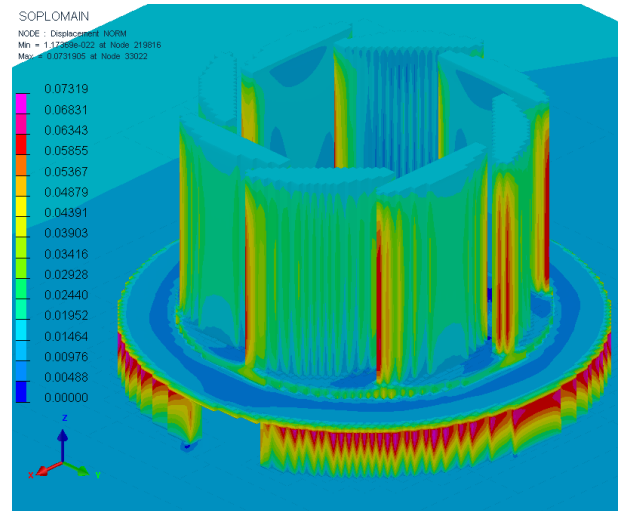


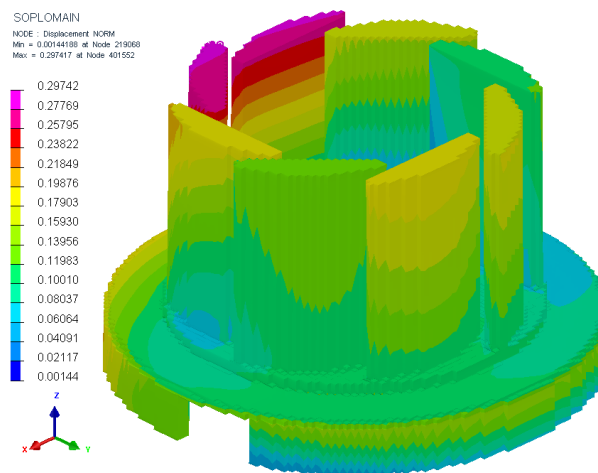
Рисунок 4.23 – Распределение уровня остаточных напряжений при вертикальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек



а

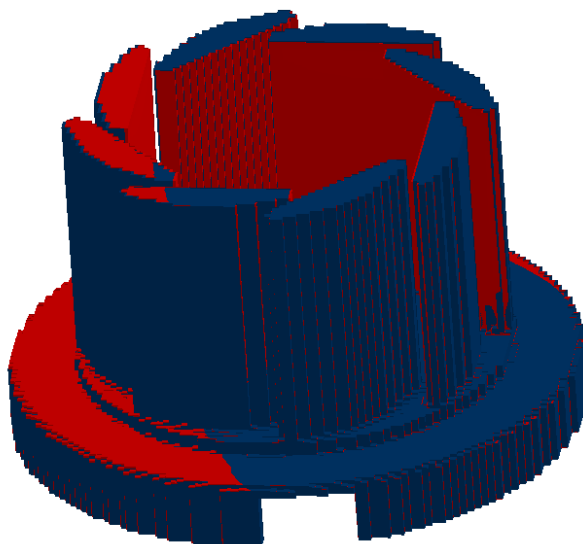


б



в

Рисунок 4.24 – Коробление изделия «элемент камеры сгорания» при вертикальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек

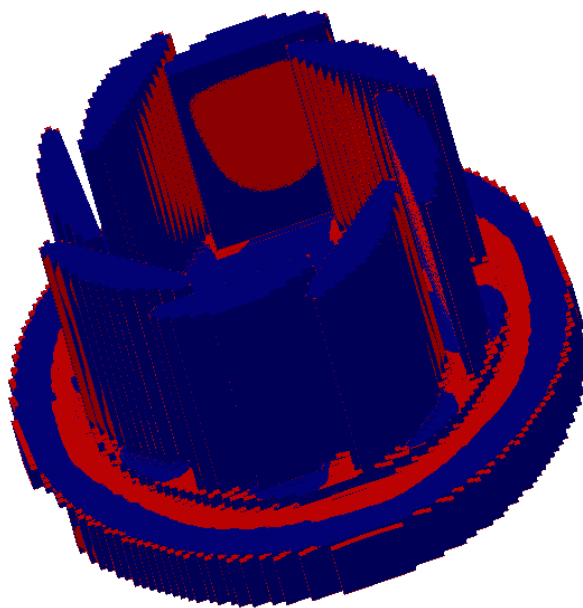


а



б

Рисунок 4.25 – Сопоставление заданной формы модели (синий цвет) в вертикальном положении выращивания и после выращивания (красный цвет): а – общий вид; б – пример участка с отклонением геометрии (до 0,3 мм)



а



б

Рисунок 4.26 – Сопоставление исходной геометрии модели (синий цвет) в вертикальном положении выращивания и после выращивания до снятия с платформы (красный цвет):

а – общий вид; б – пример участка с отклонением геометрии (до 0,005 мм)

На основании вышеизложенных расчетов было проведено выращивание образца – демонстратора изделия «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708 по отработанному режиму (250 Вт, 600 мм/с), представленного на рисунке 4.27, а по проделанной работе было зарегистрировано НОУ-ХАУ «Технологический процесс получения изделий из сплава ЭП708 методом селективного лазерного плавления» (приложение В). Механические свойства полученного изделия соответствует требованиям, предъявляемым заводом – изготовителем (приложение Г).

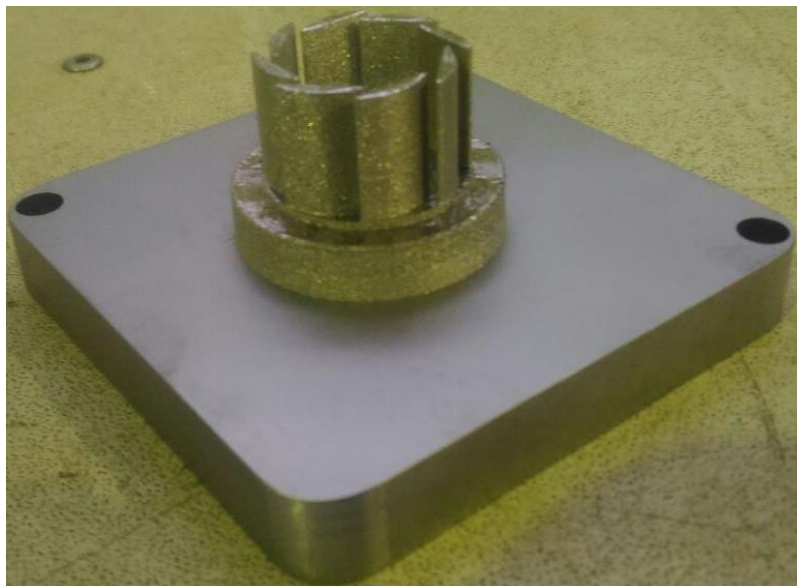


Рисунок 4.27 – Выращенный методом СЛП образец – демонстратор «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708

Выводы по главе 4

1. На основе адаптированной компьютерной модели коробления изделий в процессе выращивания проведена оптимизация технологии их производства, позволившая получить требуемую структуру сплава. Оптимальная структура для сплава ЭП708 получается после режимов лазера: мощность лазера 250 Вт, скорость движения 600 мм/с, расстояние между треками 80 мкм;

2. Экспериментальными методами получены зависимости свойств от параметров получения изделий для сплава ЭП708, такие как: релаксации напряжений после различных степеней пластической деформации и температурах, вязкости расплава от температуры. На основе экспериментальных данных по свойствам определены оптимальные параметры для выращивания изделий методом СЛП и произведено моделирование процесса изготовления изделий типа «Элемент камеры сгорания» с использованием программы конечно-элементного моделирования ESI Additive Manufacturing (ESI Group)»;

ВЫВОДЫ

1. Исследовано влияние термической и термомеханической обработки на структуру и свойства образцов сплава ЭП708, полученных методом селективного лазерного плавления. Показано, что в процессе селективного лазерного плавления при лазерном воздействии на порошковый слой с плотностью энергии $80 - 90 \text{ Дж/мм}^3$ за счет достижения скорости кристаллизации порядка 10^4 К/с получена мелкодисперсная структура сплава (размер дендритной ячейки не более 5 мкм), а также достигнуто равномерное распределение упрочняющих фаз (γ' -фазы и карбидов).

2. В процессе изготовления методом селективного лазерного плавления и последующей обработки горячим изостатическим прессованием уровень механических свойств сплава при комнатной температуре составляет: предел текучести – 825 МПа , предел прочности – 1150 МПа , относительное удлинение – 27% ; что соответствует требованиям, предъявляемым к изделиям из сплава ЭП708, получаемыми стандартными методами горячей прокатки и термической обработки.

3. Установлено, что после применения горячего изостатического прессования при температуре $1140 \text{ }^\circ\text{C}$ и давлении 150 МПа в атмосфере аргона в течение $2,5 \text{ ч}$ не требуется дополнительной термической обработки изделий.

4. Экспериментальными методами получены температурные зависимости релаксации напряжений после пластической деформации (в интервале от 600 до $1100 \text{ }^\circ\text{C}$), вязкости расплава (от 1370 до $1650 \text{ }^\circ\text{C}$), теплопроводности (от 300 до $1000 \text{ }^\circ\text{C}$), упругих констант (от 20 до $1100 \text{ }^\circ\text{C}$) и теплоемкости (от 100 до $950 \text{ }^\circ\text{C}$) для образцов из сплава ЭП708, изготовленных методом селективного лазерного плавления. С использованием полученных данных проведено моделирование процессов плавления порошкового слоя, распределения остаточных напряжений и коробления изделия типа «Элемент камеры сгорания» в процессе СЛП с использованием программы конечно-элементного моделирования ESI Additive Manufacturing (ESI Group). Установлено, что перед снятием изделия с платформы выращивания необходимо провести отжиг для снятия остаточных напряжений с целью предотвращения его коробления.

5. С использованием теоретических и экспериментальных исследований фазовых превращений в сплаве ЭП708, полученного методом селективного лазерного плавления, разработаны рекомендации по оптимизации режимов термической обработки и горячего изостатического прессования. Показано, что за счет оптимизации режима термомеханической обработки (при температуре $1095 \text{ }^\circ\text{C}$) удастся избежать

преимущественного образования сетки карбидов по границам зерен, снижающих механические свойства.

6. Разработаны рекомендации технологических параметров процесса селективного лазерного плавления для получения изделия типа «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708. Оптимальными параметрами получения изделий из сплава ЭП708 для фракционного состава исходного порошка от 40 до 80 мкм являются: мощность лазера 250 Вт, скорость движения 600 мм/с, расстояние между треками 80 мкм, толщина слоя 60 мкм. При этом показано, что применение горячего изостатического прессования позволяет снизить объемную долю пор до 0,35 % с 1 %, а также устраняет термические трещины.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. D.D. Gu, W. Meiners, .K Wissenbach, R. Poprawe, Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms // *International Materials Reviews.*– 2013. – V. 57:3/ p. 133-164. DOI: 10.1179/1743280411Y.0000000014.
2. Jyun-Rong Zhuang, Yee-Ting Lee, Wen-Hsin Hsieh, An-Shik Yang, Determination of melt pool dimensions using DOE-FEM and RSM with process window during SLM of Ti6Al4V powder // *Optics and Laser Technology.* – 2018. – V. 103.– p. 59–76.
3. J.-P. Kruth, G. Levy, F. Klocke, T.H.C. Childs, Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing // *CIRP Annals.*– 2007.– V. 56.– I. 2.– p. 730-759.
4. J. Sun, Y. Yang, D. Wang, Parametric optimization of selective laser melting for forming Ti6Al4V samples by Taguchi method // *Optics & Laser Technology.*– 2013.– V. 49.– p. 118–124.
5. B. Zhang, L. Dembinski, C. Coddet, The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder // *Materials Science and Engineering: A.*– 2013.– V. 584.– p. 21-31.
6. W. E. Frazier, Metal Additive Manufacturing: A Review // *Journal of Materials Engineering and Performance.*– 2014.– V. 23(6) .– p. 1917 – 1928.
7. Nannan GUO, Ming C. LEU, Additive manufacturing: technology, applications and research needs // *Front. Mech. Eng.*– 2013.– V. 8(3) .– p. 215–243.
8. C.M. Cheah, C.K. Chua, C.W. Lee et al., Rapid prototyping and tooling techniques: a review of applications for rapid investment casting // *International Journal of Advanced Manufacturing Technology.*– 2005.– V. 25(3–4) .– p. 308–320.
9. J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh and all, Selective laser melting of iron-based powder // *Journal of Materials Processing Technology.*– 2004.– V. 149.– p. 616–622.
10. L. Lu, J.Y.H. Fuh, Z.D. Chen and all, In situ formation of TiC composite using selective laser melting // *Materials Research Bulletin.*– 2000.– V. 35.– p. 1555–1561.
11. K. Osakada, M. Shiomi, Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder // *International Journal of Machine Tools & Manufacture.*– 2006.– V. 46.– p. 1188–1193.
12. D. Cormier, O. Harrysson, H. West, Characterization of H13 steel produced via electron beam melting // *Rapid Prototyping Journal.*– 2004.– V. 10.– I. 1.– p. 35-41.
13. P. Heinl, A. Rottmair, Dr. C. Körner, R. F. Singer, Cellular Titanium by Selective Electron Beam Melting // *Advanced Engineering Materials.*– 2007.– V. 9(5) .– p. 360–364.

14. L-E. Rännar, A. Glad, C-G. Gustafson, Efficient cooling with tool inserts manufactured by electron beam melting // *Rapid Prototyping Journal*.– 2007.– V. 13.– I. 3.– p. 128 – 135.
15. Harrysson O., Cansizoglu O., Marcellin-Little D.J., Cormier D.R, West H.A. II, Direct metal fabrication of titanium implants with tailored materials and mechanical properties using electron beam melting technology // *Materials Science and Engineering C*.– 2008.– V. 28(3) .– p. 366–373.
16. Heinel P., Müller L., Körner C., Singer R.F., Müller F.A., Cellular Ti-6Al-4V structures with interconnected macro porosity for bone implants fabricated by selective electron beam melting // *Acta Biomaterialia*.– 2008.– V. 4(5) .– p. 1536–1544.
17. Gasser A., Backes G., Kelbassa I., Weisheit A., Wissenbach K., Laser additive manufacturing: laser metal deposition (LMD) and selective laser melting (SLM) in turbo-engine applications // *Laser Material Processing*.– 2010.– V. 2.– p. 58–63.
18. Balla V.K., DeVasConCellos P.D., Xue W., Bose S., Bandyopadhyay A., Fabrication of compositionally and structurally graded Ti-TiO₂ structures using laser engineered net shaping (LENS) // *Acta Biomaterialia*.– V. 2009.– V. 5(5) .– p. 1831–1837.
19. Lewis G.K., Schlienger E., Practical considerations and capabilities for laser assisted direct metal deposition // *Materials & Design*.– 2000.– V. 21(4) .– p. 417–423.
20. Zhang K., Liu W., Shang X., Research on the processing experiments of laser metal deposition shaping // *Optics & Laser Technology*.– 2007.– V. 39(3) .– p. 549–557.
21. Hofmeister W., Griffith M., Ensz M., Smugeresky J., Solidification in direct metal deposition by LENS processing // *JOM*.– 2001.– V. 53(9) .– p. 30–34.
22. C.Y. Yap, C.K. Chua, Z.L. Dong and all, Review of selective laser melting: Materials and applications // *Applied Physics Reviews* 2.– 2015.– 041101; DOI:10.1063/1.4935926.
23. <https://userscontent2.emaze.com/images/3cbbe61b-dd89-4deb-933b-9d4475fc7303/>
[Электронный ресурс] (дата обращения 26.02.2018 г.).
24. A.T. Clare, P.R. Chalker, S. Davies, C.J. Sutcliffe, S. Tsopanos // *Int. J. Mech. Mater. Des.*– 2007.– V. 4.– p. 181–187.
25. L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J.V. Humbeeck, J.-P. Kruth, A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V // *Acta Materialia*.– 2010.– V. 58.– p. 3303–3312.
26. M. Islam, T. Purtonen, H. Piili, A. Salminen, O. Nyrhilä, Temperature profile and imaging analysis of laser additive manufacturing of stainless steel // *Physics Procedia*.– 2013.– V. 41.– p. 835–842.

27. N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attallah, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimization and mechanical properties development // *Materials and Design*.– 2015.– V. 65.– p. 417–424.
28. J.A. Cherry, H.M. Davies, S. Mehmood, N.P. Lavery and all, Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting // *Int J Adv Manuf Technol*.– 2015.– V. 76.– p. 869–879.
29. R. Li, J. Liu, Y. Shi and all, Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process // *Int J Adv Manuf Technol*.– 2012.– V. 59.– p. 1025–1035.
30. P. Krakhmalev, I. Yadroitsev, Microstructure and properties of intermetallic composite coatings fabricated by selective laser melting of TiSiC powder mixtures // *Intermetallics*.– 2014.– V. 46.– p. 147-155.
31. S. Das, Physical aspects of process control in selective laser sintering of metals // *Adv. Eng. Mater*.– 2003.– V. 5.– p. 701–711.
32. X. Zhou, D. Wang, X. Liu and all, 3D-imaging of selective laser melting defects in a Co–Cr–Mo alloy by synchrotron radiation micro-CT // *Acta Materialia*.– 2015.– V. 98.– p. 1–16.
33. S. Dadbakhsh, L. Hao, N. Sewell, Effect of selective laser melting layout on the quality of stainless steel parts // *Rapid Prototyping J*.– 2012.– V. 18.– p. 241–249.
34. H. Gong, Effect of Defects on Fatigue Tests of As-Built Ti-6Al-4V Parts Fabricated By Selective Laser Melting // *Solid Freeform Fabrication Symposium, the University of Texas at Austin, Austin, U.S*.– 2012.– p. 499–506.
35. D. Dai, D. Gu, Tailoring surface quality through mass and momentum transfer modeling using a volume of fluid method in selective laser melting of TiC/AlSi10Mg powder // *Int. J. Mach. Tools Manuf*.– 2015.– V. 88.– p. 95–107.
36. N.T. Aboulkhair, N.M. Everitt, I. Ashcroft, C. Tuck, Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting // *Add. Manuf*.– 2014.– V 1–4.– p. 77–86.
37. K. Monroy, Study of the pore formation on CoCrMo alloys by selective laser melting manufacturing process // *Proc. Eng*.– 2013.– V. 63.– p. 361–369.
38. K.A. Mumtaz, N. Hopkinson, Selective Laser Melting of thin wall parts using pulse shaping // *J. Mater. Process. Technol*.– 2010.– V. 210.– p. 279–287.
39. H. Gong, K. Rafi, H. Gu, T. Starr, B. Stucker, Analysis of defect generation in Ti–6Al–4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes // *Add. Manuf*.– 2014.– V. 1–4.– p. 87–98.

40. D. Dai, D. Gu, Thermal behavior and densification mechanism during selective laser melting of copper matrix composites: simulation and experiments // *Mater. Des.*– 2014.– V. 55.– p. 482–491.
41. N. K. Tolochko, S. E. Mozzharov, I. A. Yadroitsev, T. Laoui, L. Froyen, V. I. Titov, and M. B. Ignatiev // *Rapid Prototyping J.*– 2004.– V. 10.– p. 78–87.
42. E. Yasa, J. Deckers, J.-P. Kruth, The investigation of the influence of laser re-melting on density, surface quality and microstructure of selective laser melting parts // *Rapid Prototyping Journal.*– 2011.– V. 17.– I. 5.– p. 312–327.
43. I. Yadroitsev, L. Thivillon, Ph. Bertrand, I. Smurov, Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder // *Applied Surface Science.*– 2007.– V. 254.– p. 980–983.
44. D. Wang, Y. Yang, R. Liu and all, Study on the designing rules and processability of porous structure based on selective laser melting (SLM) // *Journal of Materials Processing Technology.*– 2013.– V. 213.– p. 1734– 1742.
45. I. Yadroitseva, P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, Hierarchical design principles of selective laser melting for high quality metallic objects // *Additive Manufacturing.*– 2015.– V. 7.– p. 45–56.
46. I. Yadroitseva, I. Yadroitsava, Evaluation of residual stress in stainless steel 316L and Ti6Al4V samples produced by selective laser melting // *Virtual and Physical Prototyping.*– 2015.– DOI: 10.1080/17452759.2015.1026045.
47. M. Shiomi, K. Osakada, K. Nakamura, T. Yamashita, F. Abe, Residual Stress within Metallic Model Made by Selective Laser Melting Process // *CIRP Annals.*– 2004.– V. 53.– I. 1.– p. 195–198.
48. E. Yasa, J. Deckers, J.-P. Kruth, M. Rombouts, J. Luyten // *ASME 2010 10th Biennial Conference on Engineering Systems Design and Analysis (ASME, 2010)* .– p. 695–703.
49. M. Matsumoto, M. Shiomi, K. Osakada, F. Abe, Finite element analysis of single layer forming on metallic powder bed in rapid prototyping by selective laser processing // *International Journal of Machine Tools and Manufacture.*– 2002.– V. 42.– I. 1.– p. 61–67.
50. M. Shiomi, A. Yoshidome, F. Abe, K. Osakada, Finite element analysis of melting and solidifying processes in laser rapid prototyping of metallic powders // *International Journal of Machine Tools and Manufacture.*– 1999.– V. 39.– I. 2.– p. 237–252.
51. K. Osakada, M. Shiomi, Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder // *International Journal of Machine Tools & Manufacture.*– 2006.– V. 46.– p. 1188–1193.

52. Santos EC, Osakada K, Shiomi M, Kitamura Y, Abe F, Microstructure and mechanical properties of pure titanium models fabricated by selective laser melting // *Proc Inst Mech Eng C, J Mech Eng Sci.*– 2004.– V. 218(7) .– p. 711–9.
53. S. Das, M. Wohler, J.J. Beaman, D.L. Bourell. Producing Metal Parts with Selective Laser Sintering/HotIsostatic Pressing // *JOM.*– 1998.– V. 50.– I. 12.– p 17–20.
54. F. Wang. Mechanical property study on rapid additive layer manufacture Hastelloy X alloy by selective laser melting technology // *Int J Adv Manuf Technol.*– 2012.– V. 58.– p. 545–551.
55. N. Ordása, L.C. Ardila, I. Iturriza, F. Garcianda, P. Álvarez, C. García-Rosales, Fabrication of TBMs cooling structures demonstrators using additive manufacturing (AM) technology and HIP // *Fusion Engineering and Design.*– 2015.– V. 96–97.– p. 142–148.
56. G. Kasperovich, J. Hausmann. Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processedby selective laser melting // *Journal of Materials Processing Technology.*– 2015.– V. 220.– p. 202–214.
57. A. Röttger, K. Geenen, M. Windmann, F. Binner, W. Theisen. Comparison of microstructure and mechanical properties of 316 L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-isostatic pressed and cast material // *Materials Science and Engineering: A.*– 2016.– V. 678.– p. 365-376.
58. S. Beretta, S. Romano. A comparison of fatigue strength sensitivity to defects for materials manufactured by AM or traditional processes // *International Journal of Fatigue.*– 2017.– V. 94, Part 2.– p. 178-191.
59. S. Dadbakhsh, L. Hao. Effect of hot isostatic pressing (HIP) on Al composite parts made from laser consolidated Al/Fe₂O₃ powder mixtures // *Journal of Materials Processing Technology.*– 2012.– V. 212.– I. 11.– p. 2474-2483.
60. L. Rickenbacher, T. Etter, S. Hovel. High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology // *Rapid Prototyping Journal.*– 2013.– V. 19/4.– p. 282–290.
61. Agarwala M, Bourell D, Beaman J, Marcus H, Barlow J. Post-processing of selective laser sintered metal parts // *Rap Prototyping J.*– 1995.– V. 1(2) .– p. 36–44.
62. K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting // *Acta Materialia.*– 2012.– V. 60.– p. 2229–2239.
63. M. Megahed, H.-W. Mindt, N. N'Dri, H. Duan, O. Desmaison. Metal additive-manufacturing process and residual stress modeling // *Integrating Materials and Manufacturing Innovation.*– 2016.– V. 5:4.

64. Loong-Ee Loh, Chee-Kai Chua, Wai-Yee Yeong, Jie Song, Mahta Mapar, Swee-Leong Sing, Zhong-Hong Liu, Dan-Qing Zhang. Numerical investigation and an effective modelling on the Selective Laser Melting (SLM) process with aluminium alloy 6061 // *International Journal of Heat and Mass Transfer*.– 2015.– V. 80.– p. 288–300.
65. G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder. Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability // *Materials Science and Engineering A*.– 2009.– V. 509.– p. 98–104.
66. L.E. Murr, E. Martinez, K.N. Amato and all. Fabrication of Metal and Alloy Components by Additive Manufacturing: Examples of 3D Materials Science // *Journal of Materials Research and Technology*.– 2012.– V. 1.– p. 42–54.
67. G. Bi, C.-N. Sun, H. Chen, F Lan Ng, C.C. Khin Ma. Microstructure and tensile properties of superalloy IN100 fabricated by micro-laser aided additive manufacturing // *Materials and Design*.– 2014.– V. 60.– p. 401–408.
68. D. Zhang et al., Select laser melting of W–Ni–Fe powders: simulation and experimental study // *Int. J. Adv. Manuf. Technol*.– 2010.– V. 51 (5–8).– p. 649–658.
69. A. Hussein, L. Hao, C. Yan, R. Everson, Finite element simulation of the temperature and stress fields in single layers built without-support in selective laser melting // *Mater. Des*.– 2013.– V. 52.– p. 638–647.
70. I.A. Roberts, C.J. Wang, R. Esterlein, M. Stanford, D.J. Mynors. A three-dimensional finite element analysis of the temperature field during laser melting of metal powders in additive layer manufacturing // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*.– 2009.– V. 49.– I. 12–13.– p. 916–923.
71. M. Van Elsen, M. Baelmans, P. Mercelis, J.-P.Kruth. Solutions for modelling moving heat sources in a semi-infinite medium and applications to laser material processing // *International Journal of Heat and Mass Transfer*.– 2007.– V. 50.– I. 23–24.– p. 4872–4882.
72. S. Kolossov, E. Boillat, R. Glardon, P. Fischer, M. Locher. 3D FE simulation for temperature evolution in the selective laser sintering process // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*.– 2004.– V. 44.– I. 2–3.– p. 117–123.
73. Rahul B. Patil, Vinod Yadava. Finite element analysis of temperature distribution in single metallic powder layer during metal laser sintering // *International Journal of Machine Tools & Manufacture*.– 2007.– V. 47.– p. 1069–1080.
74. J. Yin, H. Zhu, L. Ke, W. Lei, C. Dai, D. Zuo. Simulation of temperature distribution in single metallic powder layer for laser micro-sintering // *Computational Materials Science*.– 2012.– V. 53.– p. 333–339.

75. K. Dai, L. Shaw. Thermal and mechanical finite element modeling of laser forming from metal and ceramic powders // *Acta Materialia*.– 2004.– V. 52.– p. 69–80.
76. M.F. Zaeh, G. Branner. Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting // *Prod. Eng. Res. Devel.*– 2010.– V. 4(1) .– p. 35–45.
77. T.H.C. Childs, C. Hauser, M. Badrossamay. Selective laser sintering (melting) of stainless and tool steel powders: experiments and modelling // *Proc. Inst. Mech. Eng., Part B: J. Eng. Manuf.*– 2005.– V. 219(4) .– p. 339–357.
78. F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Heulens, L. Pandelaers. A pragmatic model for selective laser melting with evaporation // *Acta Materialia*.– 2009.– V. 57.– p. 6006–6012.
79. P. Majumdar, H. Xia. A Green's function model for the analysis of laser heating of materials // *Applied Mathematical Modelling*.– 2007.– V. 31.– p. 1186–1200.
80. L. Papadakis et al., A computational reduction model for appraising structural effects in selective laser melting manufacturing: a methodical model reduction proposed for time-efficient finite element analysis of larger components in Selective Laser Melting // *Virtual Phys. Prototyp.*– 2014.– V. 9(1) .– p. 17–25.
81. L. Dong et al., Three-dimensional transient finite element analysis of the selective laser sintering process // *J. Mater. Process. Technol.*– 2009.– V. 209(2) .– p. 700–706.
82. L. Dong et al., Simulation of the densification of semicrystalline polymer powders during the selective laser sintering process: application to Nylon 12 // *Polym. Sci. Ser. A.*– 2008.– V. 50(6) .– p. 704–709.
83. J.A. Choren, S.M. Heinrich, M.B. Silver-Thorn. Young's modulus and volume porosity relationships for additive manufacturing applications // *J Mater Sci.*– 2013.– V. 48.– p. 5103–5112.
84. M. Doubenskaia, A. Domashenkov, I. Smurov, P. Petrovskiy. Study of Selective Laser Melting of intermetallic TiAl powder using integral analysis // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*.– 2018.– V. 129.– p. 1–14.
85. Buchbinder D., Schleifenbaum H., Heidrich S., Meiners W., Bültmann J. High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts // *Physics Procedia*.– 2011.– V. 12.– p. 271–278.
86. H. Krauss, M. F. Zaeh. Investigations on manufacturability and process reliability of selective laser melting // *Physics Procedia*.– 2013.– V. 41.– p. 815 – 822.
87. T. Vilaro, C. Colin, J.D. Bartout. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting // *Metallurgical and Materials Transactions A.*– 2011.– V. 42.– I. 10.– p 3190–3199.

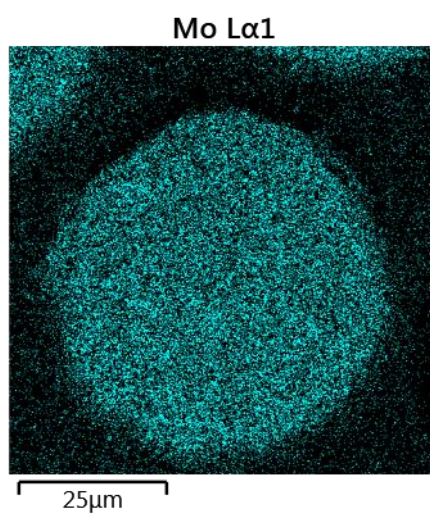
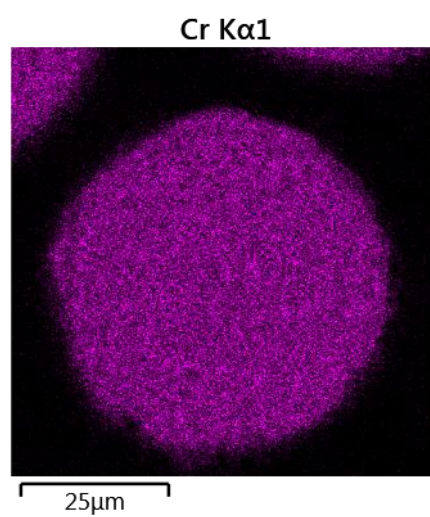
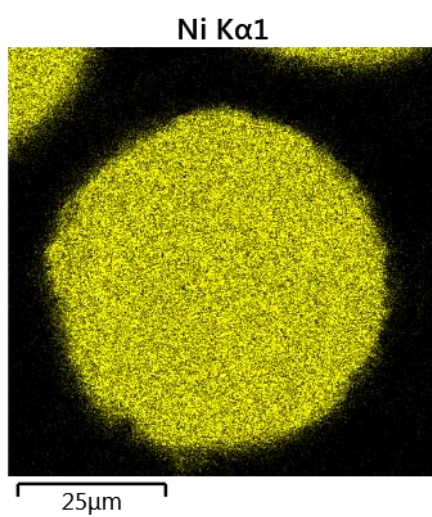
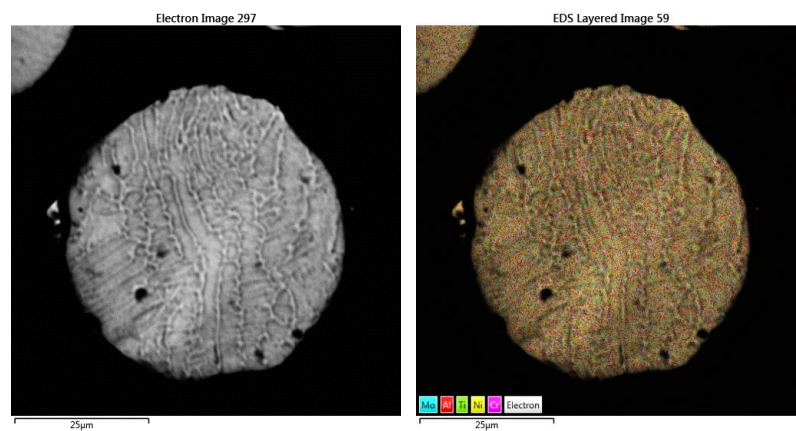
88. Цветкова Е.В. Особенности формирования структуры и свойств аустенитной стали 03X17H14M3 в процессе селективного лазерного плавления и последующей термической обработки: дисс...канд. техн. наук. – М., 2017.– 140 с.
89. T.M. Pollock, S.J. Tin, Nickel-based Superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties // *Journal of propulsion and power*.– 2006.– V. 22.– No. 2.– p. 361 – 374.
90. Sims C.T., Stoloff N.S., Hagel W.C. Суперсплавы II. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок. Книга 1; пер. с англ. под ред. Р.Е. Шалина.– М; Металлургия, 1995.
91. VerSnyder F.L., Shank M.E. Development of Columnar Grain and Single Crystal High-Temperature Materials Through Directional Solidification // *Materials Science and Engineering*.– 1970.– V. 6.– No. 4.– p. 213–247.
92. J.S. Crompton, J.W. Martin. Crack growth in a single crystal superalloy at elevated temperature // *Metallurgical Transactions A*.– 1984.– V. 15.– I. 9.– p. 1711–1719.
93. Nystrom J.D., Pollock T.M., Murphy W.H., Garg A. Discontinuous Cellular Precipitation in a High-Refractory Nickel-Base Superalloy // *Metallurgical and Materials Transactions*.– 1997.– V. 28A.– p. 2443–2452.
94. Rae C.M.F., Reed R.C., The Precipitation of Topologically Close-Packed Phases in Rhenium-Containing Superalloys // *Acta Materialia*.– 2001.– V. 49.– No. 10.– p. 4113–4125.
95. B. Geddes, H. Leon, X. Huang, Superalloys: alloying and performance. ASM International, Materials Park (OH).– 2010.
96. K. Kunze, T. Etter, J. Grässlin, V. Shklover. Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM) // *Materials Science & Engineering A*.– 2015.– V. 620.– p. 213–222.
97. L. Rickenbacher, T. Etter, S. Hovel, K. Wegener. High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology // *Rapid Prototyping Journal*.– 2013.– V. 19/4.– p. 282–290
98. S. Li, Q. Wei, Y. Shi, Z. Zhu, D. Zhang. Microstructure Characteristics of Inconel 625 Superalloy Manufactured by Selective Laser Melting // *Journal of Materials Science & Technology*.– 2015.– V. 31.– p. 946–952.
99. T. Vilario, C. Colin, J.D. Bartout, L. Nazéb, M. Sennour. Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy // *Materials Science and Engineering A*.– 2012.– V. 534.– p. 446– 451.

100. <http://www.компания-кондор.рф/kol-tsa-svarny-e-raskatny-e-iz-splava-marki-hn62vmyut-vd-e-p708-vd/> [Электронный ресурс] (дата обращения 20.03.2018 г.).
101. ГОСТ 5632-14. Легированные нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки. М.: Стандартинформ, 2015.
102. ТУ 14-1-3556–83. Листы из жаропрочного сплава марки ХН26ВМЮТ-ВД (ЭП708-ВД).
103. ТУ 14-1-1018-98. Прутки и прутки-прессизделия из жаропрочного сплава марки ХН62ВМЮТ-ВД (ЭП708-ВД). Введен 01.02.98г.
104. <https://viam.ru/public/files/1996/1996-202214.pdf> [Электронный ресурс] (дата обращения 20.03.2018 г.).
105. Кишкин С.Т. Жаропрочные стали и сплавы. Сплавы на основе тугоплавких металлов. Деформируемые жаропрочные стали и сплавы.– Т.3.– Ч.1.– 1989
106. Сорокин Л.И., Тупикин А.И. Классификация жаропрочных никелевых сплавов по их стойкости против трещин при термической обработке сварных соединений // Автоматическая сварка.– 1985.– №5. С. 25-28.
107. ГОСТ 20899-98 (ИСО 4490-78). Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). – М.: Изд-во стандартов, 2001.
108. ГОСТ 19440-94. Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки. Часть 2. Метод волюмометра Скотта. – М.: Изд-во стандартов, 1996.
109. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. – М.: МИСИС.– 1998.
110. ГОСТ 1497–84 Металлы. Методы испытания на растяжение. – Переизд. Февраль 1997 с изм. 1, 2, 3 – М.: Изд-во стандартов, 1997.
111. Трощенко, В.Т. , Л.А. Сосновский. Сопротивление усталости металлов и сплавов – Справочник в 2–х частях. – Киев: Наукова думка.– 1987. – 1303 с.
112. Новик Ф.С. Математические методы планирования экспериментов в металловедении: Учеб. Пособие. Часть 2.– М.: МИСИС, 1979.
113. D. Ivanov, A. Travyanov, P. Petrovskiy, V. Cheverikin, E. Alekseeva, A. Khvan, I. Logachev. Evolution of structure and properties of the nickel-based alloy EP718 after the SLM growth and after different types of heat and mechanical treatment // Additive Manufacturing.– 2017.– V. 18.– p. 269-275.
114. Смирнов И.В. Сварка специальных сталей и сплавов. Уч. Пособие. С-Петерб.: Изд-во Лань.– 2012. – 272с.

115. J.M. Birch, B. Wilshire. The compression creep behavior of silicon nitride ceramics // Journal of Materials Science.– 1978.– V. 13.– p. 2627 – 2636.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Карты распределения элементов по объему частиц порошка ЭП708



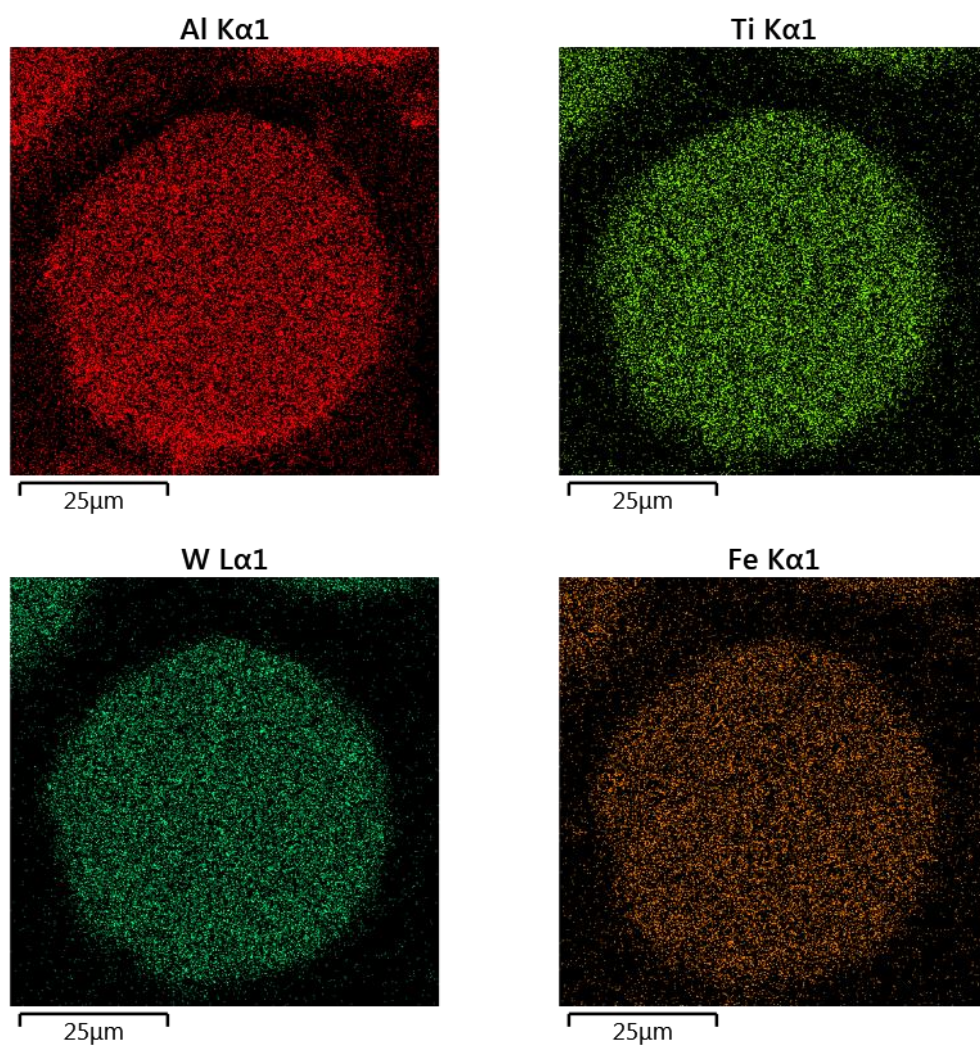
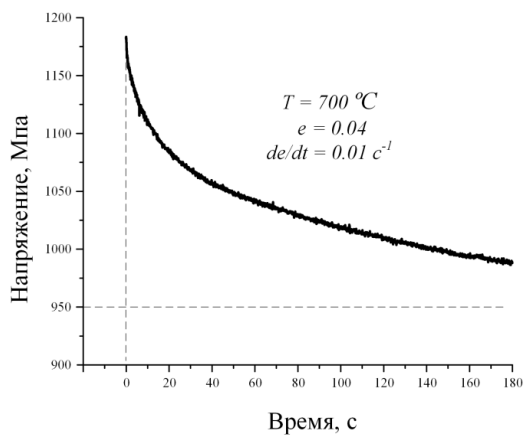


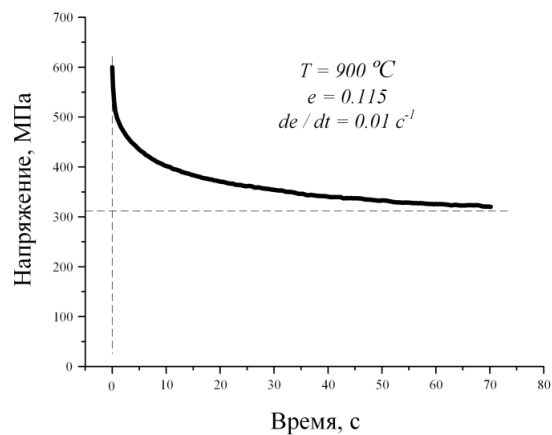
Рисунок А.1 – Распределение химических элементов по объему частиц порошка сплава ЭП708

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

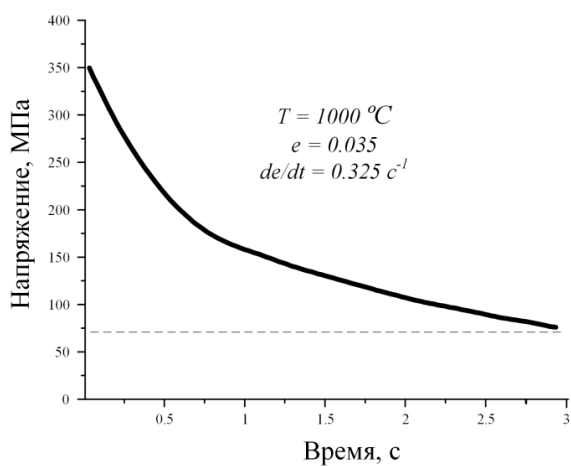
Кривые релаксации напряжений для сплава ЭП708 при разных температурах и степенях деформации



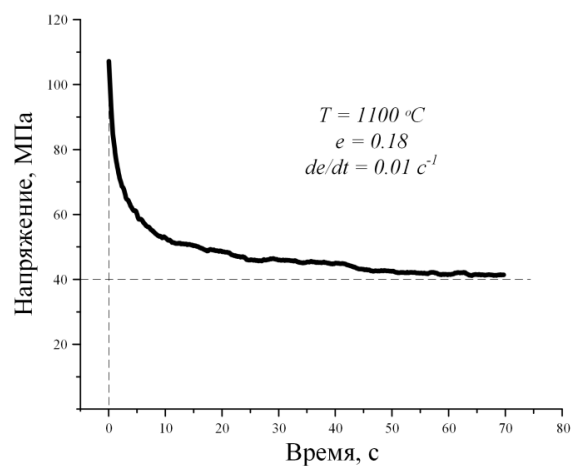
а



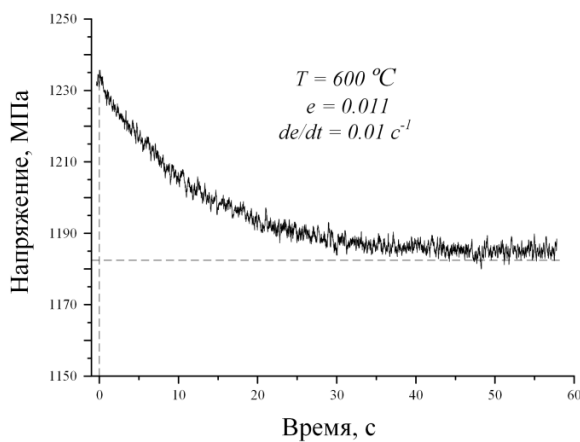
б



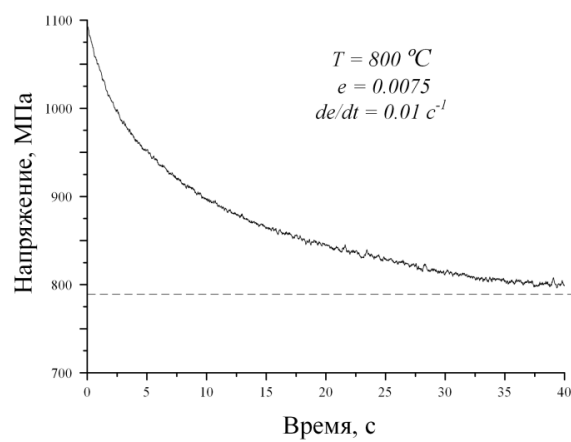
в



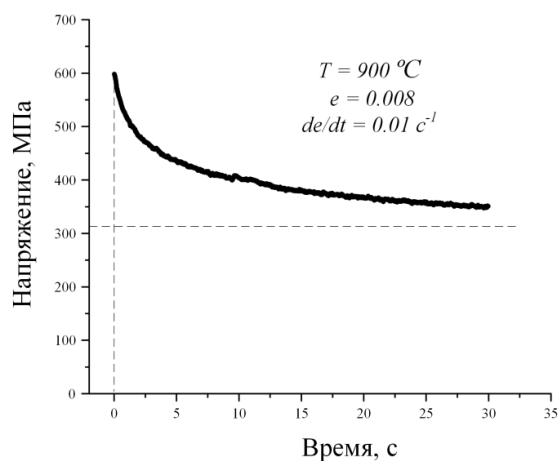
г



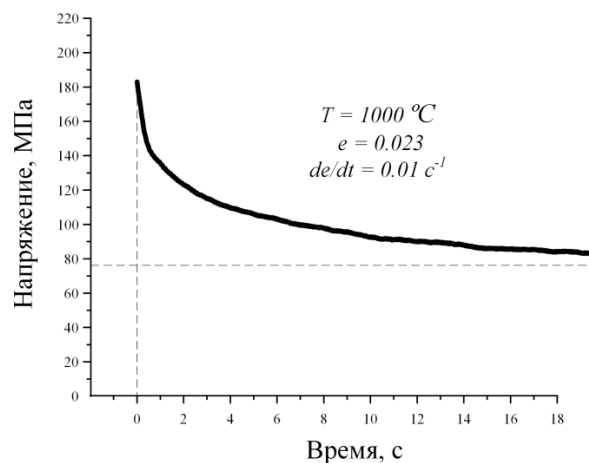
д



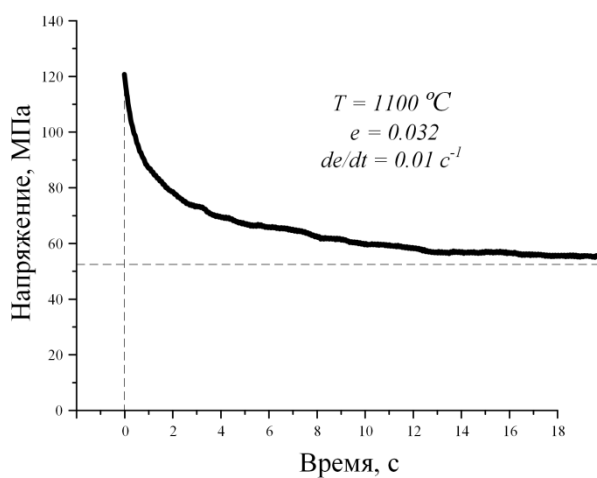
е



Ж



З



И

а – $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,04$; б – $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,115$;
 в – $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,035$; г – $T = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,18$;
 д – $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,011$; е – $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,0075$;
 ж – $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,008$; з – $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,023$;
 и – $T = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $e = 0,032$

Рисунок Б.1 – Экспериментальные кривые релаксации напряжений для сплава ЭП708 при разных температурах и степенях деформации

ПРИЛОЖЕНИЕ В

Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ



СВИДЕТЕЛЬСТВО О РЕГИСТРАЦИИ НОУ-ХАУ

На основании «Положения о правовой охране секретов производства (ноу-хау) НИТУ «МИСиС», утвержденного ректором «15» декабря 2015 г., проведена регистрация секрета производства (ноу-хау):

Технологический процесс получения изделий из сплава ЭП708 методом селективного лазерного плавления

Правообладатель: *федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»*

Авторы: Хомутов Максим Геннадьевич,
Травянов Андрей Яковлевич,
Петровский Павел Владимирович

Зарегистрировано в Депозитарии ноу-хау НИТУ «МИСиС»
№ 40-708-2017 ОИС от «28» декабря 2017 г



Проректор по науке и инновациям

/М.Р.Филонов/

Рисунок В.1 – Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

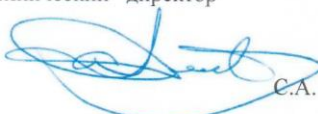
Акт проведения механических испытаний в условиях ПАО «ОДК-УМПО»



АКТ от 28.09.2018 г.

по результатам работ в рамках инициативного проекта
 «Изготовление детали «Элемент камеры сгорания авиадвигателя» из сплава ЭП708
 методом селективного лазерного плавления»
 между ПАО «ОДК-УМПО» и НИТУ «МИСиС»

1. В НИТУ «МИСиС» разработана технология изготовления изделия «Элемент камеры сгорания авиадвигателя» из порошка российского сплава ЭП708 методом селективного лазерного плавления (СЛП). Получены образцы для исследования механических свойств и структуры. Получены данные о структуре и свойствах материала в с использованием различных вариантов последующей термической и термо-деформационной обработки. Проведена оптимизация термической обработки. Изготовлен опытный образец изделия «Элемент камеры сгорания авиадвигателя» из сплава ЭП708.
2. В производственных условиях ПАО «ОДК-УМПО» проведены испытания образцов сплава ЭП708, полученного из российского порошка методом селективного лазерного плавления. По уровню долговечности сплав ЭП708, полученный методом СЛП с последующим горячим изостатическим прессованием и термической обработкой уступает горячекатанному, однако соответствует требованиям, предъявляемым к сварным изделиям из сплава ЭП708.

От ПАО «ОДК-УМПО»
 Заместитель управляющего директора –
 технический директор

 С.А. Симонов

Зам. начальника УТРИП

 П.В. Аликин

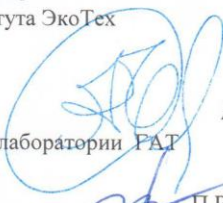


От НИТУ «МИСиС»
 Директор
 института ЭкоТех

 А.Я. Травянов
 В.н.с. лаборатории РАТ

 П.В. Петровский
 Ведущий инженер

 М.Г. Хомутов

Рисунок Г.1 – Акт проведения механических испытаний в условиях ПАО «ОДК-УМПО»