

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

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель

Чеверикин В.В., к.т.н., старший научный сотрудник

Научный консультант

Петровский П.В., к.т.н., заместитель директора

Москва 2018

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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 преимуществ 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 оптимальный 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>).

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** показана актуальность исследуемых проблем, представлены цель и задачи работы, ее научная новизна и практическая значимость, положения, выносимые на защиту, а также сведения об апробации результатов работы.

В **первой главе** представлен аналитический обзор литературы по тематике исследования. Рассмотрены методы аддитивного производства готовых металлических изделий, подробно описана технология получения изделий методом селективного лазерного плавления (СЛП), а также рассмотрены дефекты, образующиеся в процессе СЛП, и методы их устранения, возможные перспективы получения изделий с улучшенным комплексом механических свойств данным методом. Рассмотрена структура жаропрочных никелевых сплавов, проанализировано влияние термической обработки и горячего изостатического прессования (ГИП) на структуру и свойства объектов, полученных методом СЛП. Показано, что моделирование процессов СЛП позволяет в значительной мере упростить разработку технологии производства изделий сложной формы. На основе аналитического обзора литературы были сформулированы основная цель и задачи работы.

Во **второй главе** описаны исходный материал и методики исследования, используемые в работе. В качестве материала для исследования был выбран сплав ХН62ВМЮТ-ВД (ЭП708). Изготовление образцов методом СЛП проводили на установке SLM280.

Горячее изостатическое прессование проводили в газостате HIRP70/150-200-1300 при температуре 1140 °С и давлении 150 МПа в течение 2,5 ч в атмосфере аргона. Термообработку образцов проводили в печи Naberteherm RHTV в защитной атмосфере инертного газа. Текучесть порошка сплава ЭП708 определяли по ГОСТ 20899-98 (ИСО 4490-78) с использованием калиброванной воронки (прибор Холла). Определение гранулометрического состава порошка производили на анализаторе частиц SALD-7500nano методом статического светорассеяния.

Металлографические исследования проводили с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axiovert 200M MAT и программного обеспечения для анализа пористости AxioVision 4.5.

Исследование микроструктуры и фрактограмм образцов изучали на растровом электронном микроскопе TESCAN VEGA LMH с катодом LaB₆ (РЭМ) и системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy.

Измерение плотности образцов из сплава ЭП708 проводили на лабораторных аналитических весах VIBRA AF225DRCE методом гидростатического взвешивания.

Изменение линейных размеров образцов при нагреве и определение зависимости коэффициента термического расширения (КТР) от температуры проводили на закалочном деформационном dilatометре DIL805A/D. Определение теплоемкости производили на калориметре DSC Labsys Evo Setaram с использованием детектора 3D Cp Sensor.

Термодинамические расчеты для сплава ЭП708 были проведены с использованием программного обеспечения Thermo-Calc v.2016 и базы данных TCNI8.

Исследование температуропроводности образцов проводили методом лазерной вспышки на приборе NETZSCH LFA 457 MicroFlash.

Измерение кинематической вязкости расплавленного металла проводили с использованием вискозиметра ВК-ВМР.

Механические свойства образцов сплава ЭП708 в различных состояниях определяли стандартным методом испытаний на одноосное растяжение по ГОСТ 1497–84.

Оценку механических свойств на сжатие (условный предел текучести, модуль Юнга, скорость ползучести, скоростная чувствительность) при повышенных температурах образцов сплава ЭП708 в различных состояниях определяли на цилиндрических образцах с использованием многофункционального испытательного комплекса системы Gleeble 3800.

Испытания на усталостную выносливость проводили на вибростенде типа ВЭДС-400 при комнатной температуре по первой изгибной форме колебаний на резонансной

частоте. Сравнительные испытания осуществляли при ступенчатой нагрузке 340 МПа – 1 ступень и 380 МПа – 2 ступень и наработке более 10^6 циклов.

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.

Пористость с помощью компьютерной томографии определяли с использованием рентгеновского томографа XT H 225 ST Nikon Metrology и программного продукта VG Studio MAX3.0.0.

В **третьей главе** представлены исследования характеристик полученного методом центробежного плазменного распыления порошка сплава ЭП708, включая гранулометрический состав, форму частиц, микроструктуру и химический состав.

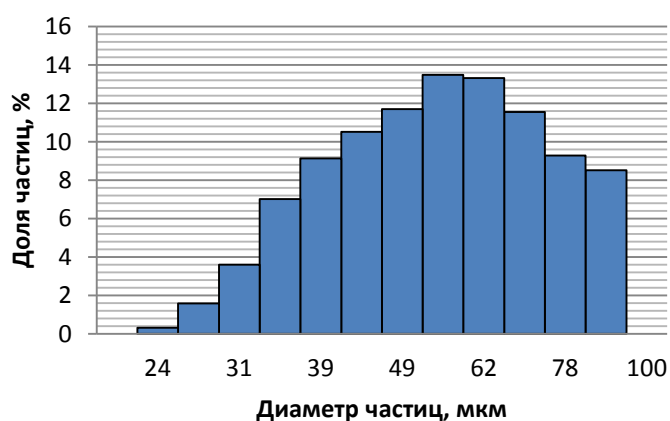


Рис. 1 – Гранулометрический состав порошка сплава ЭП708 фракции от 40 до 80 мкм

Текущность порошка сплава ЭП708 с размером частиц от 40 до 80 мкм (доля частиц приведена на рис. 1) составила 16 с, а его насыпная плотность 4,84 г/см³, что соответствует рекомендациям производителя установки SLM280 использовать порошок с текущностью 30 с и лучше. Внешний вид частиц порошка из сплава ЭП708 и его микроструктура представлены на рис. 2.

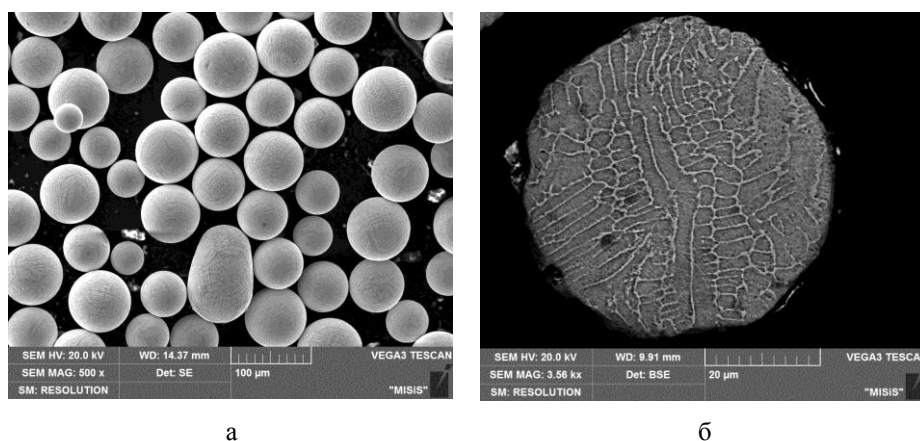


Рис. 2 – Изображение частиц порошка из сплава ЭП708 с размером частиц от 40 до 80 мкм (а) и его микроструктура (б)

Как видно, частицы полученного порошка сплава ЭП708 имеют преимущественно сферическую форму. Сателлиты практически полностью отсутствуют. На рис.2б видны

дендриты γ -фазы и неравновесные выделения фаз (γ' -фазы и карбиды) по их границам, что соответствует неравновесной структуре сплава ЭП708, полученным методами литья.

Средней размер дендритной ячейки составил 4 мкм, что соответствует скорости кристаллизации примерно 10^3 К/с.

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 их прочность при испытании на изгиб.

Для подбора оптимального режима выращивания образцов было проанализировано 25 разных вариантов сочетания параметров построения поддерживающих структур (поддержек) и самих образцов. В качестве варьируемых параметров при выращивании поддержек с размерами 7x7x5 мм были взяты мощность в интервале 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 интервале от 260 до 320 Вт и скорость движения лазера – от 605 до 1005 мм/с. Стратегия лазерного сканирования шахматная (секторальная). 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.

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 проведенных экспериментов, для изготовления образцов был определен оптимальный режим для выращивания методом СЛП изделий из порошка сплава ЭП708 с фракционным составом от 40 до 80 мкм при толщине слоя 60 мкм: мощность лазера – 250 Вт, скорость сканирования – 600 мм/с, расстояние между треками – 80 мкм с повторным проходом лазера между уже сформированными слоями.

Были проведены металлографические исследования образцов после процесса выращивания и последующей термической обработки. Выявлено, что после выращивания объемная доля пор составляет менее 1 %, а после процесса ГИП – менее 0,35 % (рис. 4).

Видно, что микроструктура после выращивания имеет ячеистое строение (рис. 5а): дендриты γ -фазы, окруженные сеткой первичной γ' -фазы и карбидов. В тройных стыках дендритных ячеек можно наблюдать компактные светлые частицы, основываясь на термодинамических расчетах (рис. 6а), предположительно, карбиды стехиометрического состава M_6C , а вытянутые вдоль границ зерна фазы представляют собой также карбиды M_6C и топологически плотно упакованную μ -фазу. При температуре закалки и ГИП (1150 °С) по данным термодинамического расчета (рис. 6б) в равновесии находится только γ -твердый раствор, однако, в микроструктуре (рис. 5б) в тройных стыках зерен видно присутствие M_6C , что говорит о неполном прохождении процессов диффузии в процессе закалки ввиду их трудной растворимости.

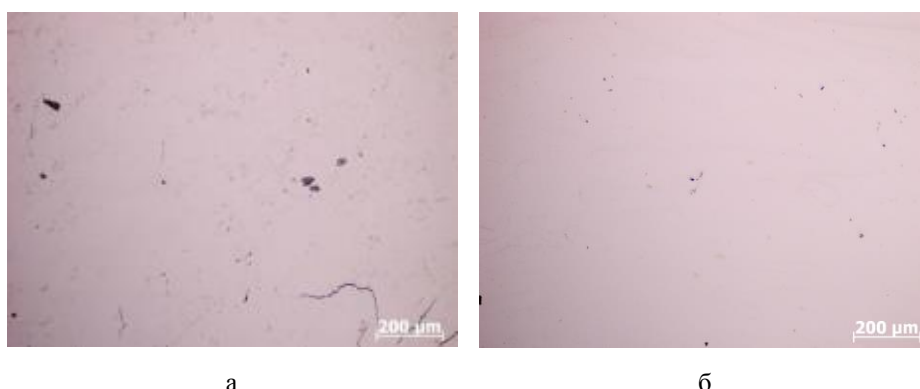


Рис. 4 – Наличие дефектов в микроструктуре образцов сплава ЭП708, полученного методом СЛП: а – после выращивания; б – после выращивания и ГИП.

После старения при больших увеличениях можно наблюдать сетку вторичных выделений γ' -фазы (рис. 5г). При этом, согласно термодинамическим расчетам, сплав ЭП708 при 800 °С (рис. 6б) находится в области: γ -фазы (объемная доля ~80 %), γ' -фазы (~15 %), и в небольших количествах фазы M_6C , $M_{23}C_6$, σ и μ . Микроструктура выращенных образцов после ГИП, последующей закалки и старения можно наблюдать более полное выделение вторичных фаз (рис. 5д), а при больших увеличениях сетку γ' -фазы (рис. 5е). При этом по границам зерен присутствует сетка пластинчатых карбидов типа $M_{23}C_6$.

Следует отметить, что в процессе СЛП формирование слоя в результате плавления порошка под действием лазерного воздействия сопровождается высокой скоростью кристаллизации, которая составляет порядка 10^4 К/с. Кроме того, за счет плавления и разогрева соседних слоев, сформированных ранее, имеет место процесс термоциклирования. Протекание обоих процессов существенно влияет на структуру изделия. Имеет место неравновесная кристаллизация, сопровождающаяся формированием мелкодисперсной структуры. В результате распределение и размер упрочняющих фаз будет отличаться от материала, полученного по традиционным технологиям.

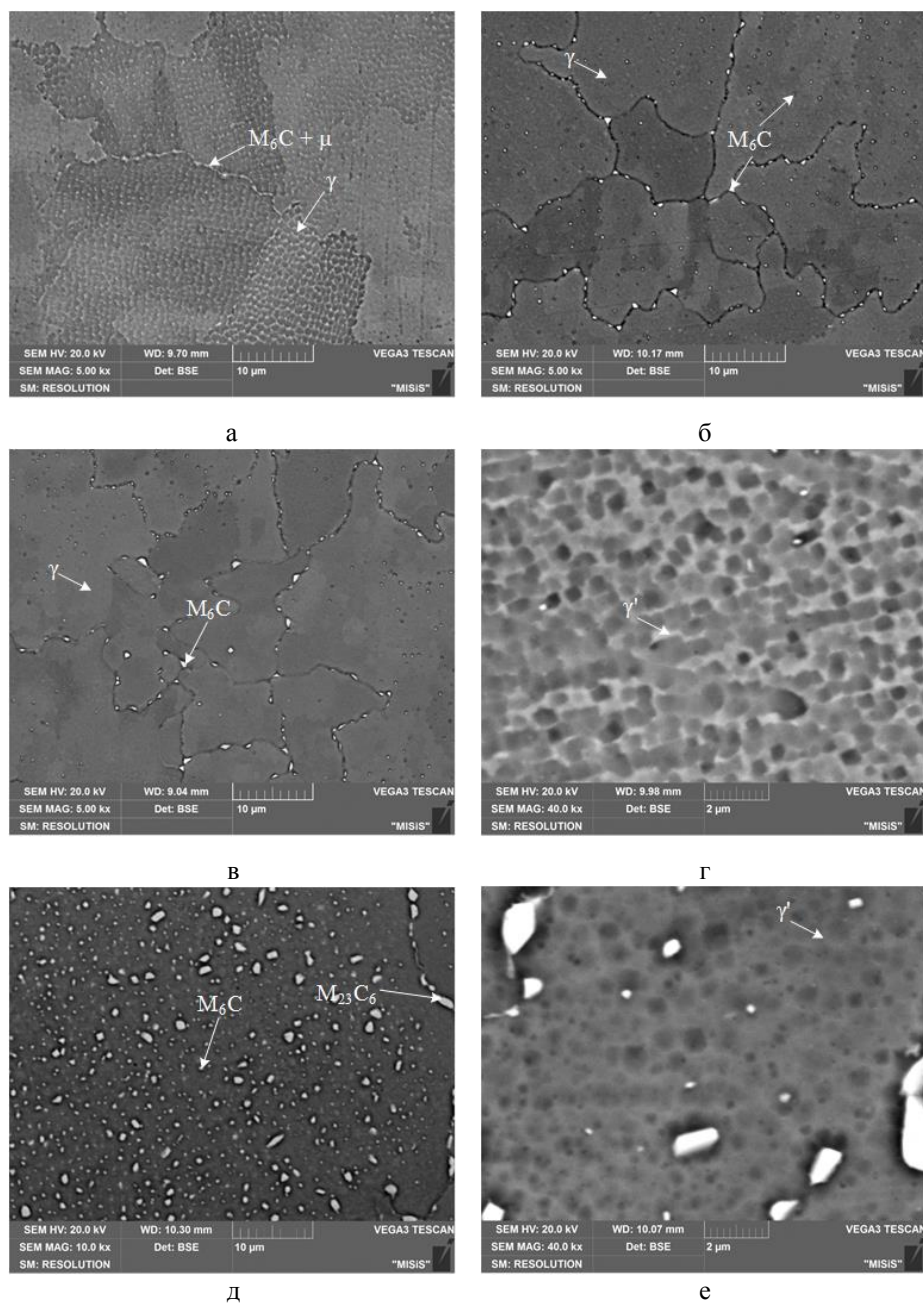


Рис. 5 – Микроструктура образцов сплава ЭП708 после выращивания и после разных стадий термообработки: а – после выращивания; б – после закалки; в, г – после старения; д, е – после ГИП, закалки и старения

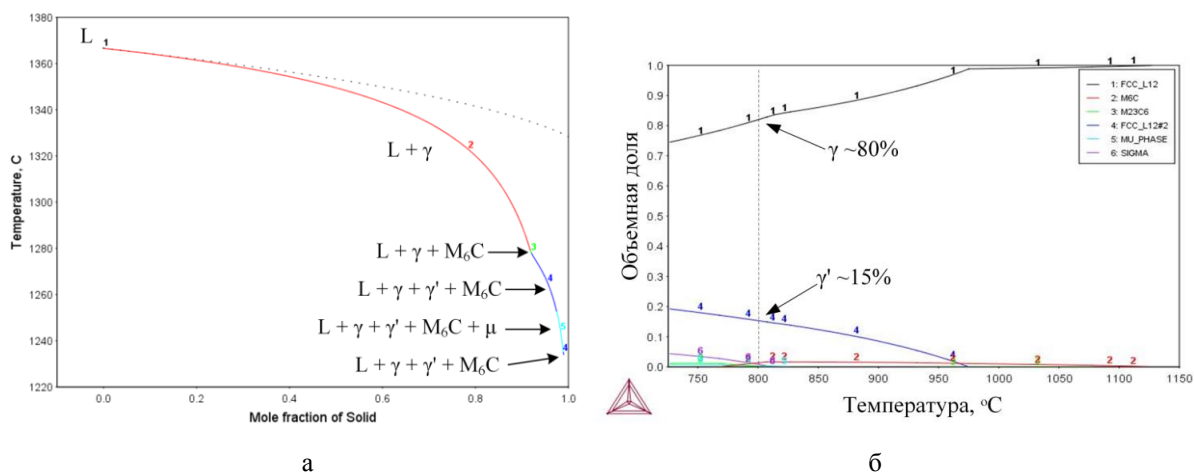


Рис. 6 – Расчеты для сплава ЭП708 неравновесной кристаллизации по Шайлю с быстродиффундирующим элементом С (а) и зависимости объемной доли фаз от температуры в интервале от 700 до 1150 °С

В табл. 1 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

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 (рис. 7а и 7б). На поверхности излома обнаружены поры, которые могут являться причинами зарождения трещин. После термообработки (рис. 7в и 7г) 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 (рис. 7д). Пористость в данном случае отсутствует.

Таблица 1 – 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+ТО	800±14	895±18	3,4±0,5
ГИП	825±15	1150±46	27±1,6
ГИП+ТО	840±9	1145±35	26±1,8
г/к прутки+ТО	915±7	1240±28	29±2,1
ТУ 14-1-1018-98 (г/к прутки после ТО)	> 686	> 1078	> 18

Результаты испытаний на растяжение образцов сплава ЭП708 в различных состояниях при температуре 800 °С приведены в табл. 2. Видно, что по сравнению с горячекатаными термически обработанным состоянием прутка образцы после СЛП имеют пониженную пластичность. Следовательно, в процессе нагрева образцов для проведения

испытаний происходит термическое воздействие на образец с протеканием процессов диффузии и выделением частиц упрочняющих фаз, что приводит к резкому охрупчиванию сплава.

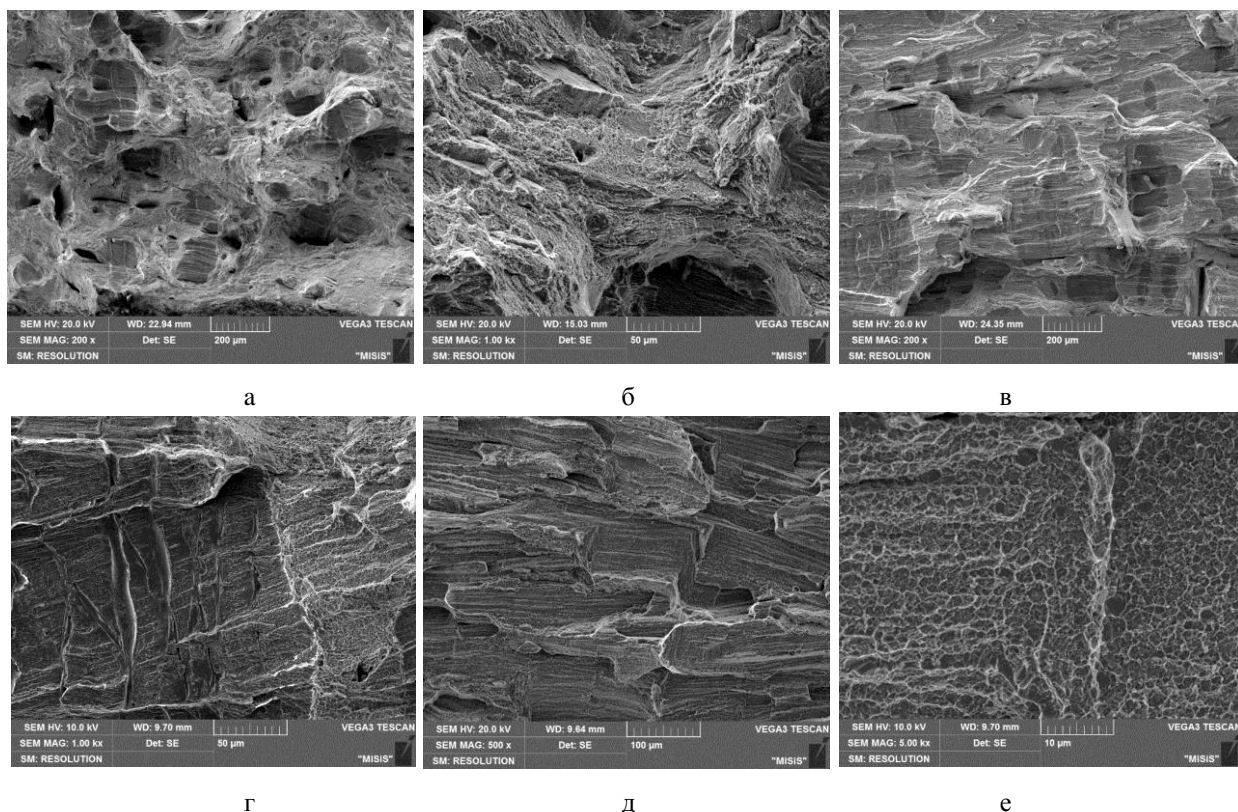


Рис. 7 – Фрактограммы выращенного (а, б), термообработанного (в, г) и термообработанного после ГИП (д, е) образцов сплава ЭП708

Таблица 2 – 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, %
Пруток 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

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 табл. 3.

По результатам испытаний видно (табл. 3), 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.

Таблица 3 – Результаты испытаний на усталостную выносливость образцов из сплава ЭП708 в разных состояниях

Состояние	Напряжение, МПа	Наработка, цикл	Результат испытания
Пруток 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	$5,2 \cdot 10^6$	Разрушение

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.

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 рис. 8а 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 рис. 8а 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. 8б) 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.

На рис. 9 представлены зависимости скорости ползучести от температуры при разных нагрузках для образцов сплава ЭП708, полученных в разных состояниях. При сопоставлении данных зависимостей (рис. 9г) видно, что до температуры, примерно, 900 °С при воздействии сжимающих напряжений в 275 МПа скорости ползучести в пределах погрешности одинаковы для всех состояний.

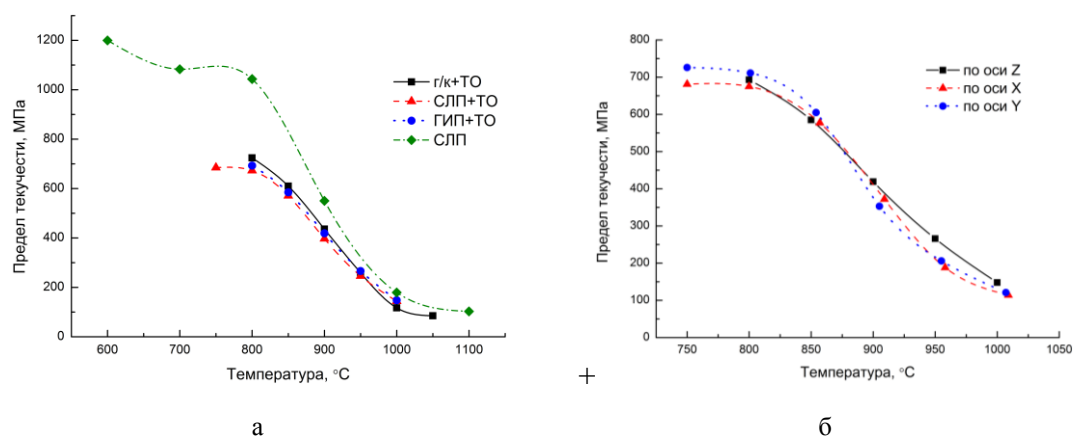


Рис. 8 – Зависимости предела текучести от температуры для образцов сплава ЭП708 в разных состояниях (а) и его сравнение в разных направлениях выращивания после ГИП и термообработки (б)

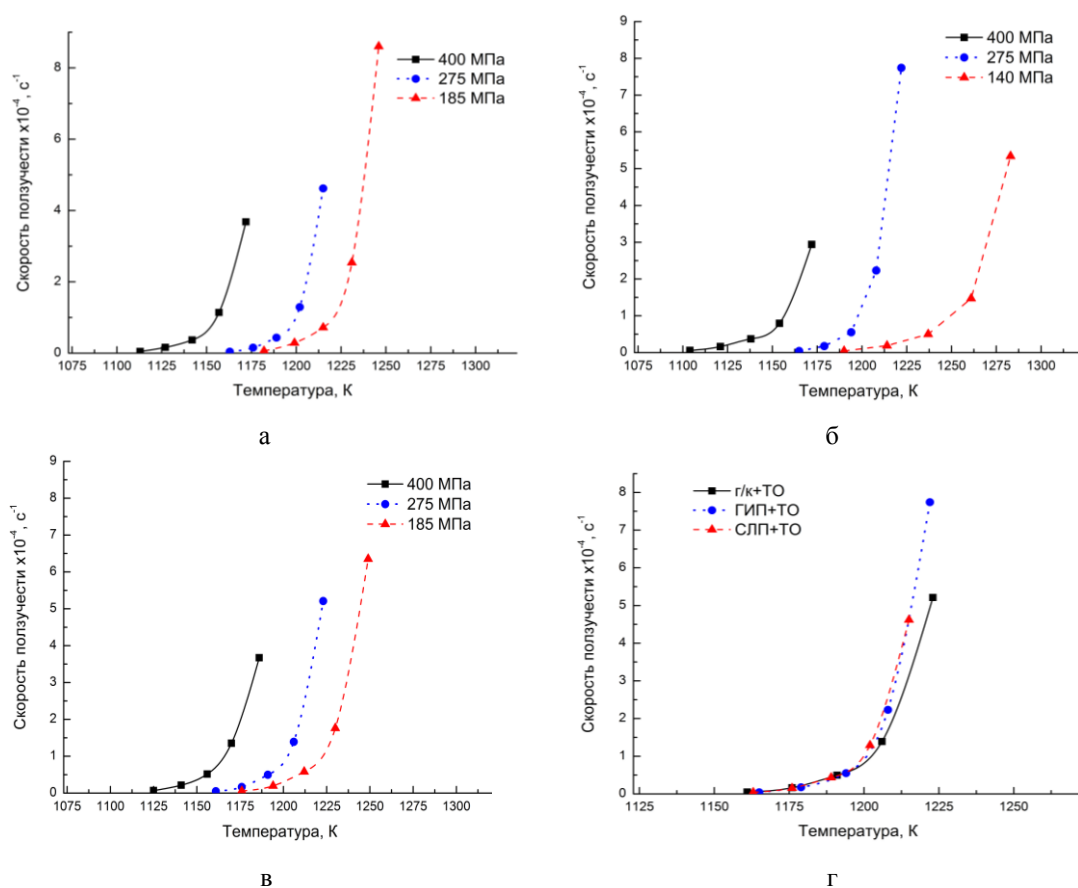


Рис. 9 – Зависимости скорости ползучести от температуры при разных нагрузках для образцов сплава ЭП708 в разных состояниях: а – после СЛП и термообработки; б – после СЛП, ГИП и термообработки; в – после горячей прокатки и термообработки; г – в разных состояниях при напряжении 275 МПа

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. По данным термодинамических расчетов в интервале температур от 1066 до 1127 °C (рис. 6б) сплав ЭП708 находится в двухфазной области γ твердого раствора и карбидов типа M_6C . По результатам ДСК-анализа (рис. 10)

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 рис. 11. Видно, что концентрационная точка сплава ЭП708 находится вблизи границы фазовой области, в которой присутствуют карбиды типа $M_{23}C_6$.

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 (рис. 12). 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 по сравнению с микроструктурой выращенного образца после ГИП и термической обработки (рис. 5д).

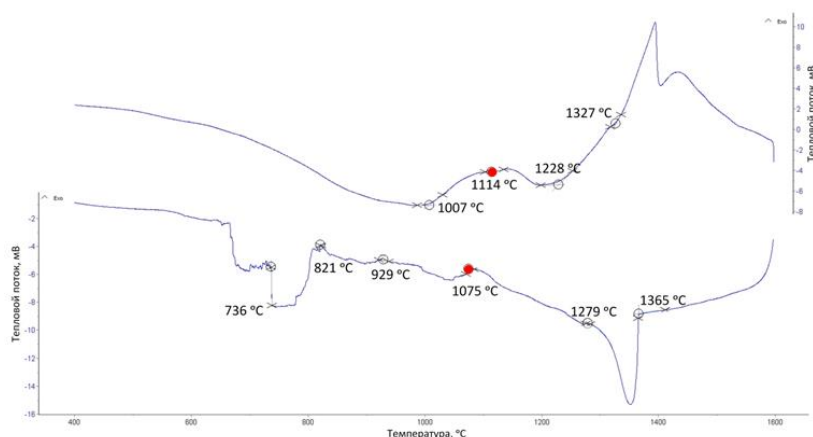


Рис. 10- Зависимость теплового потока от температуры образца из сплава ЭП708: верхний график – нагрев, нижний – охлаждение.

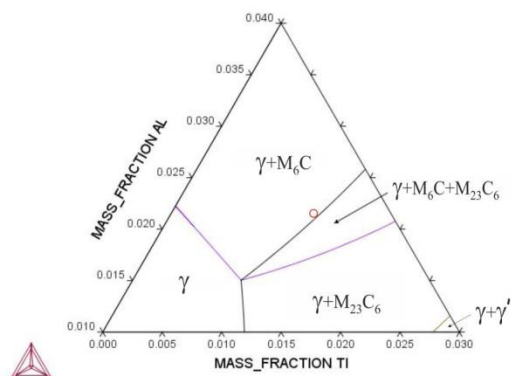


Рисунок 11 – Изотермическое сечение при температуре 1095 °С для сплава ЭП708 (концентрационная точка сплава ЭП708 обозначена красным кругом)

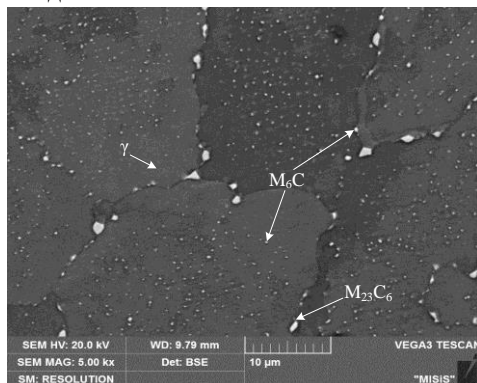


Рис. 12 – Микроструктура образца сплава ЭП708, полученного методом СЛП, после отжига при температуре 1095 °С и охлаждения с печью, последующей закалки на воздухе с температуры 1095 °С после 2 ч отжига, а затем старения при 800 °С в течение 15 ч

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 (рис. 13). 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 (рис. 13г), при этом качественно видно, что размер карбидов по границам зерен меньше, чем в случае отжига при температуре 1095 °С (рис.12). 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, рис. 8а) [116, 117].

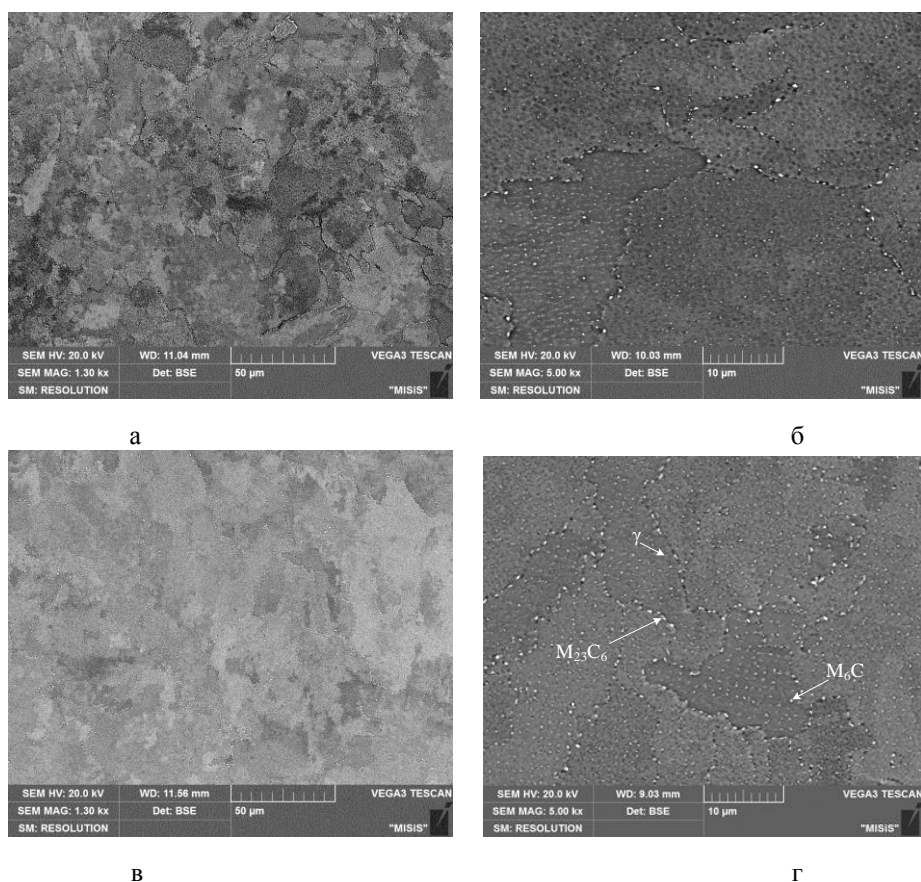


Рис. 13 – Изображения микроструктур образцов сплава ЭП708, полученных методом СЛП, после отжига при температуре 950 °С в течение 3 ч (а, б) и последующего отжига при 800 °С в течение 15 ч (в, г)

В **четвертой главе** представлено моделирование процесса 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 необходимые 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.

В работе были экспериментально определены свойства 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 легирующих элементов, 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).

Как видно на рис. 14а, из-за протекающих фазовых превращений в образце сплава ЭП708 в интервале температур 463 – 812 °С наблюдается заметное изменение температурных зависимостей как в изменениях линейных размеров, так и, соответственно, плотности образца (рис. 14б).

Результат определения удельной теплоемкости приведен на рис. 14в. «Скачкообразные» изменения теплоемкости образца из сплава ЭП708 до температуры 680 °С также связаны с протеканием фазовых превращений, а последующий «нормальный» рост – с увеличением температуры образца.

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.

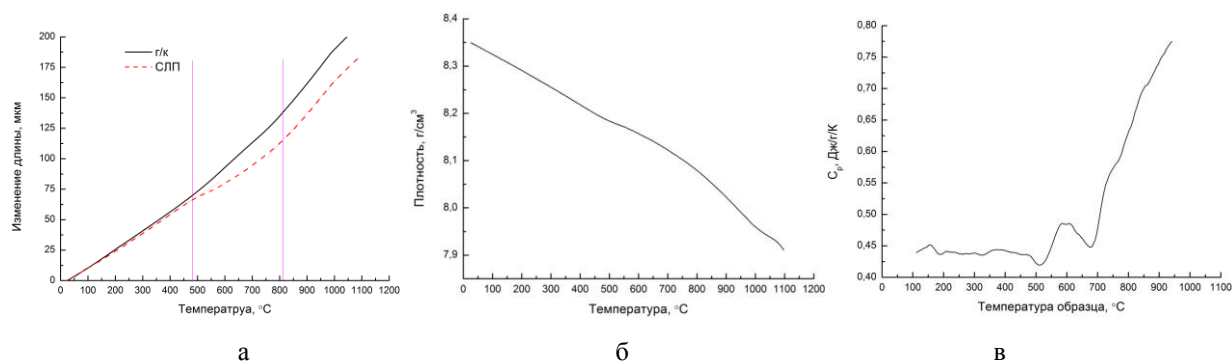


Рис. 14 – Зависимость линейных размеров (а), плотности (б) и удельной теплоемкости (в) образцов из сплава ЭП708 от температуры

При регистрации зависимости поперечной деформации образца относительно продольной при осадке в упруго-пластическом диапазоне деформации можно было выделить три зоны (рис. 15). 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.

Результат определения упругих констант от температуры приведен в табл. 4.

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, что связано, в первую очередь, с тем или иным временным ограничением на протекание релаксационных процессов.

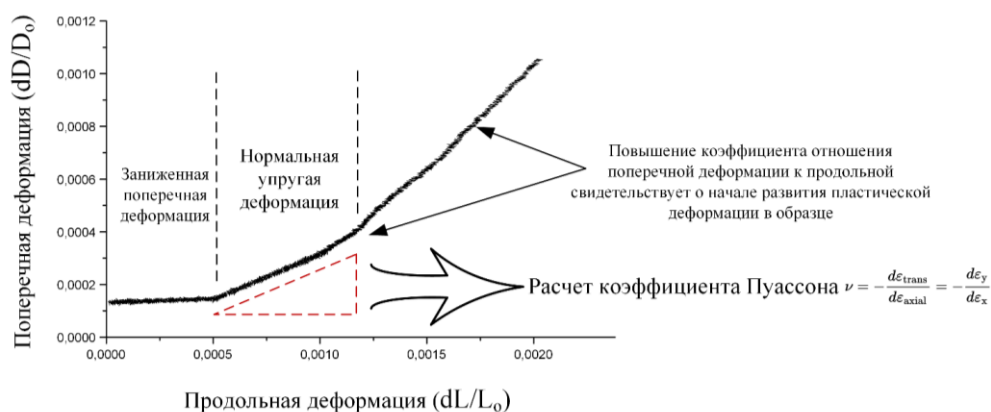


Рис. 15 – График экспериментальной зависимости поперечной деформации образца относительно продольной при осадке в упруго-пластическом диапазоне деформации при 1000 °C

Таблица 4 – Экспериментальных значений упругих констант в широком диапазоне температур для сплава ЭП708

Температура, °C	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

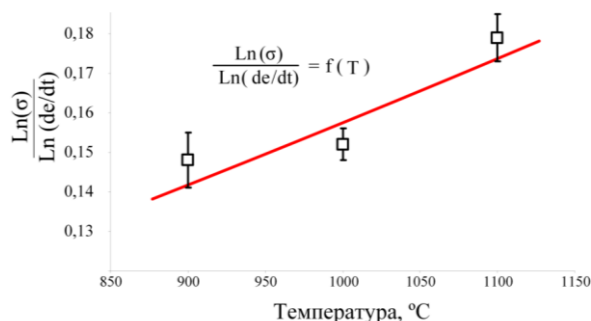


Рис. 16 – Температурная зависимость коэффициента скоростной чувствительности для образцов сплава ЭП708

Были получены коэффициенты скоростной чувствительности на основе экспериментально полученных диаграмм деформации при изменении скорости деформации во время деформирования (рис. 16).

Моделирование распределение порошкового слоя по поверхности рабочего стола и его плавление проводили в модулях Spreading и Melting, соответственно, программы ESI Additive Manufacturing при следующих основных параметрах: мощность лазера – 250 Вт; скорость сканирования – 600 мм/с; толщина порошкового слоя – 60 мкм.

На рис. 17 приведен выбор области на поверхности порошкового слоя длиной 10 мм для моделирования его плавления, а на рис. 18 показано распределение температурных полей при движении лазера и образовании ванны расплава в порошковом слое в разные моменты времени. Видно, что помимо расчета глубины ванны расплава данный способ моделирования способен предсказывать образование пор в зависимости от режимов выращивания и типа материала.

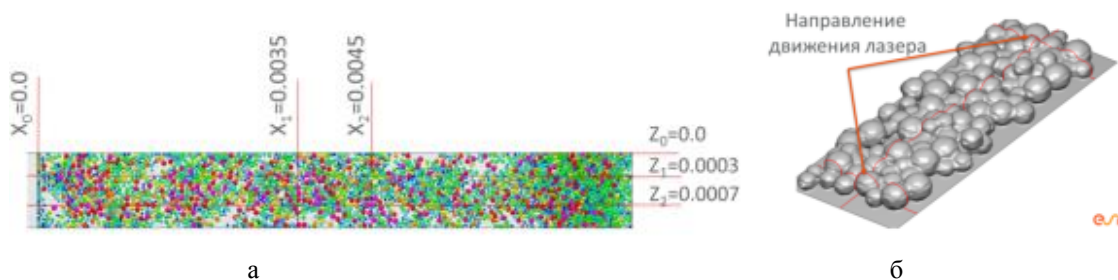


Рис. 17 – Выбор области для плавления порошкового слоя: а – задание квадрата для моделирования процесса плавления на поверхности рабочего стола; б – обозначение направления движения лазера

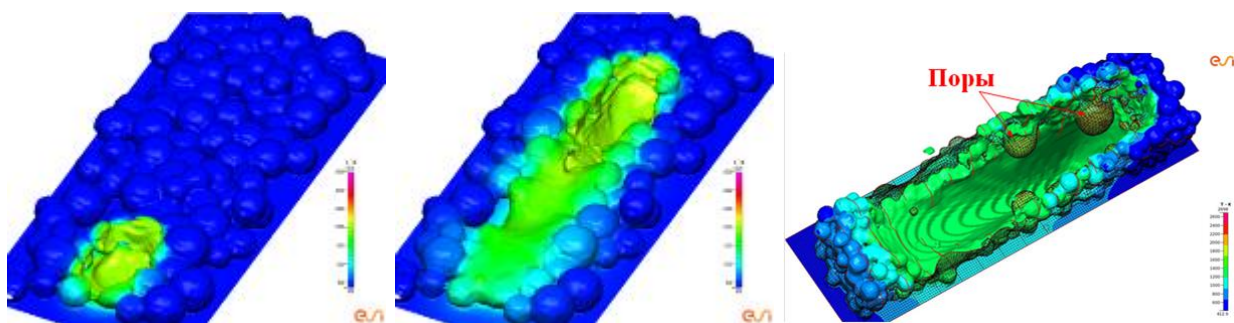


Рис. 18 – Распределение температурных полей при образовании ванны расплава в порошковом слое в разные моменты времени

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 рис. 19.

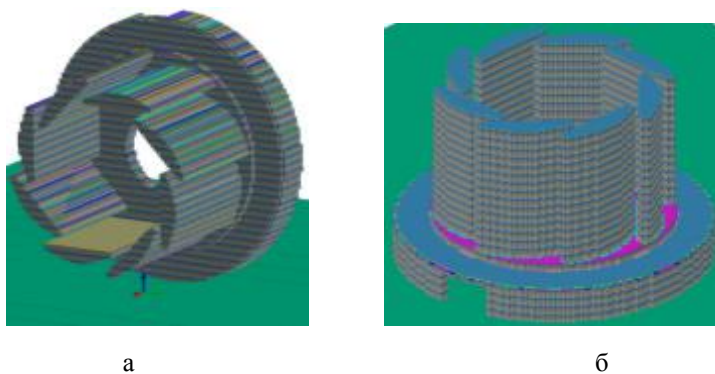


Рис. 19 – Расположение модели изделия «элемент камеры сгорания» на рабочем столе с послойной разбивкой сетки: а – горизонтальное расположение; б – вертикальное расположение

На рисунках рис. 20 и рис. 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. По данным рисункам 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 исходной формы модели и после выращивания и снятия с поддержек приведено на рис. 26.

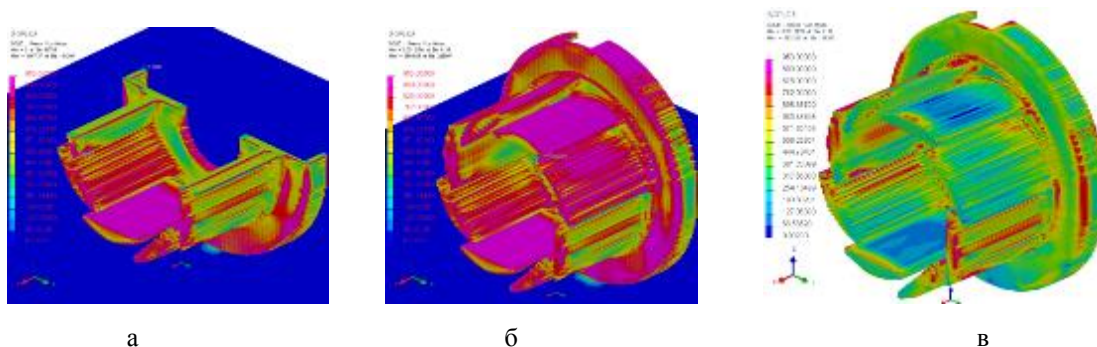


Рис. 20 – Распределение уровня остаточных напряжений при горизонтальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек

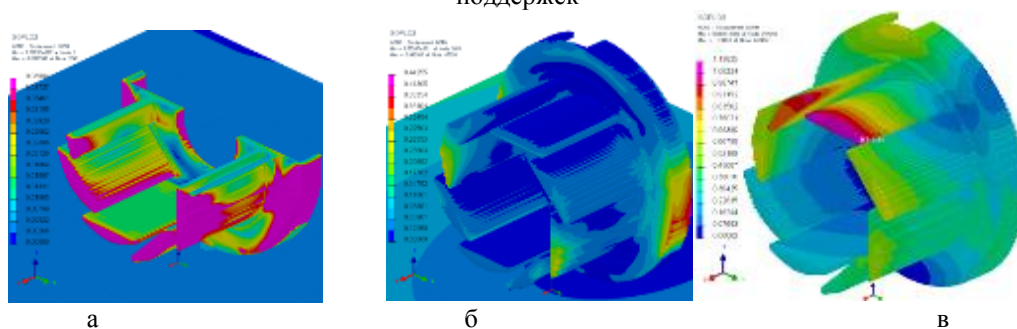


Рис. 21 – Коробление изделия «элемент камеры сгорания» при горизонтальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек

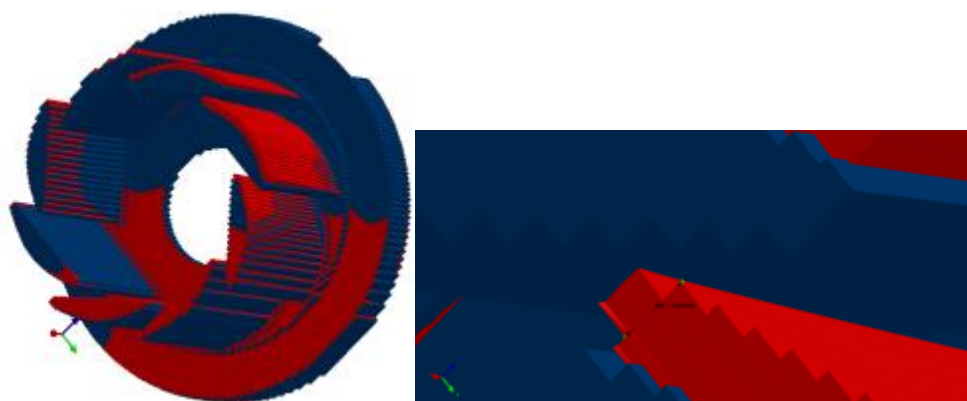


Рис. 22 – Сопоставление исходной геометрии модели (синий цвет) в горизонтальном положении выращивания и после выращивания (красный цвет): а – общий вид; б – пример участка с отклонением геометрии (до 0,9 мм)

При моделировании послойного выращивания в вертикальном расположении изделия «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708 можно наблюдать иную картину (рис. 23 и 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 рис. 25. Однако, до снятия изделия с поддержек платформы выращивания (рис. 24б и 26) изделие подвергается незначительным деформациям (до 0,08 мм, в пределах шероховатости поверхности), и, следовательно, проведение отжига изделия для снятия остаточных напряжений перед удалением с платформы позволит сохранить такую геометрию модели.

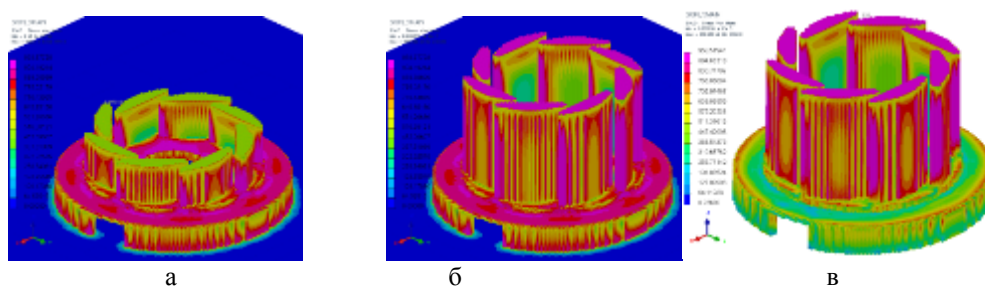


Рис. 23 – Распределение уровня остаточных напряжений при вертикальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек

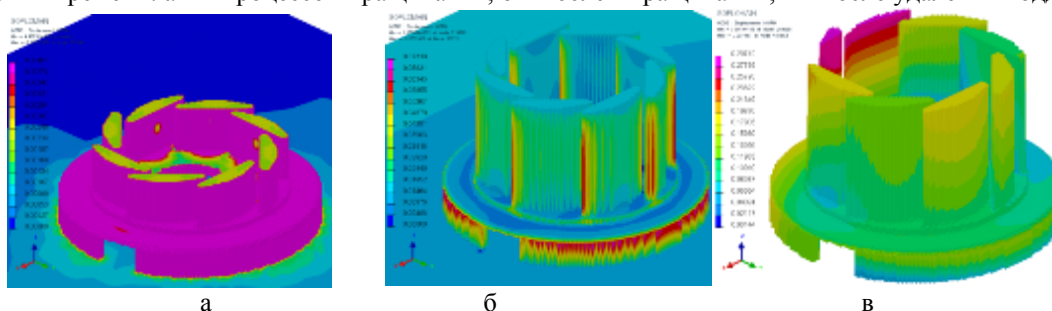


Рис. 24 - Коробление изделия «элемент камеры сгорания» при вертикальном расположении модели в разные моменты времени: а – в процессе выращивания; б – после выращивания; в – после удаления поддержек

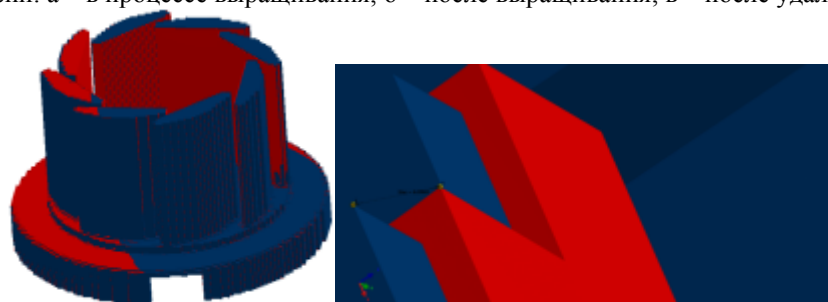


Рис. 25 – Сопоставление исходной геометрии модели (синий цвет) в вертикальном положении выращивания и после выращивания (красный цвет) с примером участка с отклонением геометрии (до 0,3 мм)

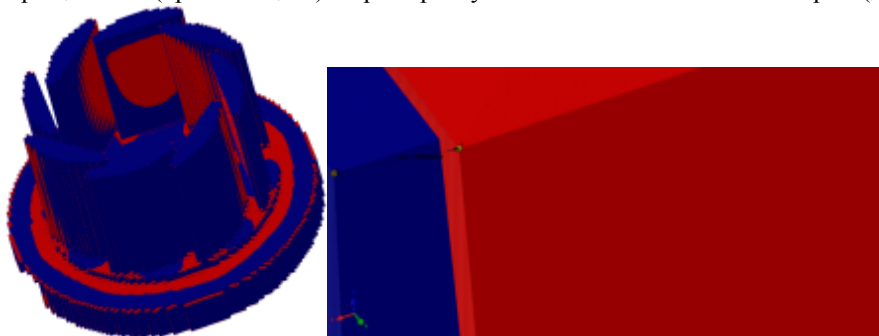


Рис. 26 – Сопоставление исходной геометрии модели (синий цвет) в вертикальном положении выращивания и после выращивания до снятия с платформы (красный цвет) с примером участка с отклонением геометрии (до 0,005 мм)

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 рис. 27, а по проделанной работе было зарегистрировано НОУ-ХАУ «Технологический процесс получения изделий из сплава ЭП708 методом селективного лазерного плавления». Механические свойства полученного изделия соответствует требованиям, предъявляемым заводом – изготовителем, что подтверждается актом проведения механических испытаний в условиях ПАО «ОДК-УМПО».

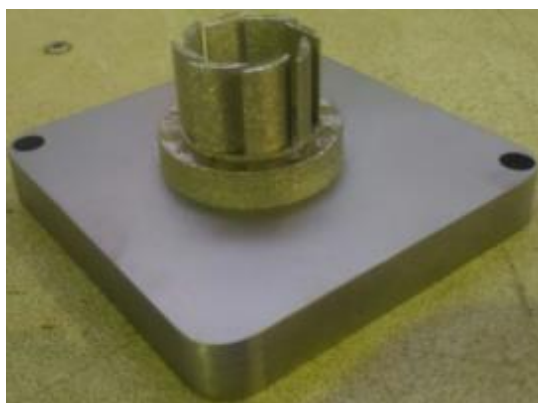


Рис. 27 – Выращенный методом СЛП образец – демонстратор «элемент камеры сгорания» из сплава ЭП708

ВЫВОДЫ

1. Исследовано влияние термической и термомеханической обработок 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 Дж/мм³ 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 °С и давлении 150 МПа в атмосфере аргона в течение 2,5 ч не требуется дополнительной термической обработки изделий.

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). 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 термомодеформационной обработки (при температуре 1095 °С) 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 ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Структура и свойства сплава ЭП708, полученного в процессе послойного лазерного плавления / М. Хомутов, А. Травянов, П. Петровский и др. // Цветные металлы.– 2018. – №4, с. 49-55.

2. Comparison of fatigue properties for alloy EP708 specimens prepared by selective laser melting and hot rolling / M. Khomutov, A. Travyanov, P. Petrovskii et al. // Metallurgist. – 2018. – V. 62. – I. 3 – 4. P. 283 – 288.
3. Травянов А.Я., Петровский П.В, Хомутов М.Г., Коротичский А.В., Алексеева Е.В. Моделирование остаточных напряжений и коробления изделий из никелевых сплавов в процессе послойного лазерного синтеза. Сборник докладов III Международной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее». Москва, ФГУП «ВИАМ», 23 марта 2017 г., с. 22.