

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ» НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО
ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

На правах рукописи

Евгенов Александр Геннадьевич

НАУЧНЫЕ ОСНОВЫ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ
СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ
КОМПОЗИЦИЙ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ И ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ
СПЛАВОВ ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ И УСТАНОВОК

Научная специальность 2.6.17 Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени
доктора технических наук

Научный консультант:

*доктор технических наук
Петрушин Николай Васильевич*

г. Москва
2025

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	4
Общая характеристика работы.....	4
Глава 1. Состояние вопроса.....	22
1.1 Общее описание процесса селективного лазерного сплавления	22
1.2 Геометрия трека в зависимости от параметров экспонирования	27
1.3 Ячеистая структура трека	29
1.4 Текстура	31
1.5 Зеренное строение	37
1.6 Напряжения.....	39
1.7 Жаропрочные сплавы в технологии селективного лазерного сплавления	40
1.7.1 Свариваемые жаростойкие сплавы.....	40
1.7.2 Литейные сплавы в селективном лазерном сплавлении.....	46
1.8 Вопросы повторного применения оборотных порошков	50
1.9 Окисление продуктов кипения ванны расплава	55
1.10 Изменение технологических характеристик и уровня газовых примесей в оборотных порошках	57
1.11 Известные методики оценки загрязнения оборотных порошков и экспонируемых сечений. Влияние применения оборотных порошков на механические характеристики синтезированных материалов	58
Глава 2. Физическая модель формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления.....	64
2.1 Природа ячеистой структуры и возможности управления температурным градиентом при селективном лазерном сплавлении.....	64
2.2 Эпитаксиальный рост и механизм передачи кристаллографической ориентации в процессе сверхбыстрой кристаллизации	72
2.3 Влияние энерго-скоростных параметров селективного лазерного сплавления и стратегий экспонирования сечения на формирование текстуры и зеренное строение синтезированного материала	82
2.4 Влияние характеристических температур порошковой композиции на необходимую плотность энергии экспонирования	96
Глава 3. Разработка синтезированных материалов	104
3.1 Жаропрочные жаростойкие материалы на никелевой основе	104
3.1.1 ЭП648	104
3.1.2 ВЖ159.....	108
3.1.3 Особенности формирования гетеротипных соединений в высокохромистых сплавах, полученных методом селективного лазерного сплавления	114
3.1.4 Оптимизация состава сплава ВЖ159 применительно к процессу селективного лазерного сплавления	123

3.1.5 Сравнение механических характеристик сплавов ВЖ159-ПС и ЭП648-ПС с зарубежными аналогами по применению	128
3.1.6 ВЖ171	131
3.2 Литейные жаропрочные никелевые сплавы в технологии селективного лазерного сплавления	141
3.2.1 Исследование анизотропии структуры и свойств при синтезе литейных жаропрочных никелевых сплавов методом селективного лазерного сплавления.....	141
3.2.2 Разработка технологических приемов наведения острой кристаллографической текстуры при синтезе литейных жаропрочных никелевых сплавов методом селективного лазерного сплавления	148
3.2.3 Жаропрочные сплавы на основе интерметаллида Ni_3Al в технологии селективного лазерного сплавления	154
3.2.4 Влияние содержания углерода на структуру сплавов после горячего изостатического прессования.....	162
3.2.5 Механические свойства синтезированных материалов на основе интерметаллида Ni_3Al	168
Глава 4. Деграция оборотных порошков и синтезированного материала в зависимости от цикличности их использования в процессе селективного лазерного сплавления	177
4.1 Исследование причин и факторов деграции оборотных порошков в процессе селективного лазерного сплавления.....	177
4.2 Универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных порошков в процессе селективного лазерного сплавления	188
4.3 Механизм деграции синтезированного материала при перекрестном загрязнении и выбор критерия его оценки.....	199
4.4 Методика оценки зональности распределения продуктов кипения расплава и деграции структуры и механических свойств синтезированного металла	214
ВЫВОДЫ	246
Список использованных источников.....	251
ПРИЛОЖЕНИЕ	277

ВВЕДЕНИЕ

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Технология селективного лазерного сплавления – наиболее востребованная из аддитивных технологий для авиационного двигателестроения. Это связано не только с возможностью реализации новых принципов проектирования и изготовления деталей из жаропрочных материалов в части улучшения весовой эффективности, увеличения ресурса, кратного сокращения сроков получения первых годных образцов изделий и прототипов, соответствующих чертежу, но и особым структурным состоянием получаемых материалов.

Несмотря на то, что появление первых рабочих, хоть и весьма примитивных, экземпляров СЛС-оборудования относится аж к середине 90-х годов прошлого века [1], сам процесс послойного лазерного синтеза изучен далеко не полно. При внушительном общем количестве материалов в линейке каждого крупного зарубежного производителя оборудования, количество материалов одной основы не превышает 4-5 марок. Значительные различия химического состава, оптических характеристик металлических порошков и сплавленного массива при малой выборке ограничивали исследователей в поиске единых закономерностей формирования тонкой трековой структуры, текстуры, приемов и основ управления ими.

Серийное коммерческое оборудование к началу выполнения данной работы поставлялось только из-за рубежа. Соответственно, и материалы, доступные к приобретению вместе с оборудованием были импортными. Работы по выпуску полных отечественных аналогов зарубежных материалов позволили производить металлопорошковые композиции в России под отечественными наименованиями при сохранении возможности получения изделий из них на стандартных, разработанных производителями режимах. Однако, особенности и проблемы, свойственные оригинальным зарубежным материалам, остались актуальными и для материалов-аналогов. Так, свариваемые никель-железные жаропрочные сплавы In718, In625 и Hastelloy X в классическом и аддитивном вариантах имеют

или малую рабочую температуру (650 °С), или недостаточный комплекс механических свойств, что не позволяет изготавливать из них большинство деталей современных камер сгорания и жаровых труб современных ГТД.

Задачи более глубокого понимания процессов формирования структур на микро- и мезоуровнях требовали постановки и проведения исследований не только при адаптации существующих серийных сплавов, но и разработки новых материалов на основе различных систем легирования.

Та же задача стояла и в практическом плане: необходимо было создать отечественные материалы и технологии селективного лазерного синтеза деталей, соответствующих по своим функциональным и эксплуатационным параметрам изделиям, получаемым традиционными технологиями. При этом, для внедрения разработанных материалов и технологий в серийное производство необходимы не только комплексные режимы СЛС, включающие разработку технологических параметров экспонирования основного металла, поддерживающих структур, элементов, формирующих поверхности изделия и режимов термической (баротермической) обработки, но и полноценные исследования эволюции структуры синтезированных материалов при термическом воздействии, имитирующем наработку, и обеспечивающие возможность прогнозирования их ресурса. Отдельным вопросом технологии СЛС, наиболее слабо изученным не только в России, но и за рубежом, остается возможность применения оборотных порошков – материала, задействованного при синтезе изделий, но не затронутого непосредственным тепловым воздействием: механизмов и интенсивности его деградации, влияния повторного использования на механические характеристики и структуру синтезированного материала, связи интенсивности загрязнения с плотностью заполнения плиты построения, геометрией сплавляемых изделий, режимами экспонирования, химическим составом металлопорошковых композиций.

Выполнение основных разделов работы проводилось в рамках НИР, выполненных в соответствии с Государственной программой Российской Федерации «Развитие авиационной промышленности на 2013-2025 годы» (шифры

«Импульс-2016», «Альтаир 2016-2018»), грантом Российского научного фонда (РНФ) по направлению «Проведение фундаментальных научных исследований и поисковых научных исследований по приоритетным тематическим направлениям исследований» (Проект РНФ № 15-19-00164); мероприятием 1.4 федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2021 годы» (Соглашение о предоставлении субсидии № 14.626.21.0001 от «03» октября 2014 г.).

Таким образом, тема работы крайне актуальна, является крупной научной и практической проблемой авиационного материаловедения, имеет важное народно-хозяйственное значение для развития отечественного авиационного двигателестроения и смежных отраслей промышленности.

Цели и задачи работы:

Целью работы являлась разработка научных основ структурообразования в процессе селективного лазерного сплавления порошковых композиций жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов для деталей газотурбинных двигателей и установок, а также разработка комплексных технологий синтеза заготовок деталей из них, исследование структуры и механических характеристик синтезированных материалов в зависимости от термической предыстории.

Для достижения указанной цели в работе были поставлены и решены следующие задачи:

- установление и эмпирическое подтверждение природы ячеистой структуры в материалах, получаемых методом селективного лазерного сплавления, и разработка физической модели формирования тонкой структуры трека;
- установление механизмов эпитаксиального роста ячеек и формирования специфических текстур в процессе СЛС;
- установление единых закономерностей, связывающих плотность подводимой энергии и получение минимальной объемной доли несплошностей в синтезированном материале в процессе СЛС;

- разработка комплексных технологических процессов СЛС для адаптируемых и вновь разрабатываемых жаропрочных сплавов;

- исследование эволюции структуры, фазового состава, включая кинетику выделения ТПУ-фаз, и механических характеристик адаптированных и разработанных жаропрочных сплавов на основе никеля и интерметаллида Ni_3Al после СЛС, термической обработки и имитации наработки;

- исследование влияния технологических факторов и природы материалов на интенсивность деградации синтезированного металла, загрязнения оборотных порошков;

- разработка методик и выбор критериев оценки деградации синтезированного металла и оборотных порошков в процессе СЛС, отвечающих условиям серийного производства;

- установление механизмов загрязнения рабочей зоны построения (синтезированного материала и оборотного порошка) в процессе СЛС и разработка подходов к прогнозированию интенсивности загрязнения оборотных порошков применительно к реальным изделиям.

Научная новизна результатов работы:

1. Благодаря установленным физическим закономерностям структурообразования в процессе СЛС на базе деформируемых и литейных сплавов разработана гамма отечественных синтезированных жаропрочных материалов на никелевой (ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС, ВЖЛ12У, ЖС6К) и интерметаллидной (ВКНА25Р, ВИН5) основах для изготовления деталей горячего тракта ГТД и ГТУ методом селективного лазерного сплавления.

2. Впервые разработана физическая модель формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления. Доказано, что формирование ячеистой структуры трека связано с концентрационным переохлаждением. Установлено, что в процессе сверхбыстрой кристаллизации формирование протяженных (столбчатых) ячеек за счет ориентированного нарастания (эпитаксии) становится не только энергетически выгодным, но и единственно

возможным, а все видимые в плоскости шлифа ячейки имеют эпитаксиальную природу.

3. Теоретически обоснован и экспериментально подтвержден механизм стохастической бинаризации кристаллографической ориентации ячеек при кристаллизации трека, объясняющий формирование специфических текстур, увеличение фрагментированности составляющих трек кристаллитов при изменении стратегии штриховки и межтрекового расстояния. Действие механизма заключается в передаче КГО ячеек предыдущего слоя только в соответствии с КГО подложки: осями первого или второго порядка, в соответствии с радиальным направлением теплоотвода.

4. Для жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта впервые установлена корреляционная связь необходимой плотности энергии экспонирования, обеспечивающая получение материала с уровнем пористости менее 0,1%, с температурами солидус и ликвидус порошковой композиции. Полученное в результате обработки экспериментальных данных линейное регрессионное уравнение позволяет рассчитать необходимую плотность энергии экспонирования основного металла для никелевых и кобальтовых сплавов с погрешностью не более 10 %, минуя трудоемкую стадию определения «технологического окна процесса».

5. Впервые установлена взаимосвязь плотности подводимой энергии отдельных составляющих комплексного режима экспонирования с изменением интенсивности загрязнения газовыми примесями оборотных порошков. Показано, что источником загрязнения оборотных порошков являются продукты кипения ванны расплава: металлический конденсат и окисляющиеся в защитной среде частицы выбросов (брызги расплава), соответствующие по размерам рабочему диапазону частиц менее 63 мкм.

6. Установлены два основных механизма перекрестного загрязнения синтезированного металла: загрязнение экспонируемых сечений металлическим конденсатом, приводящее к интенсивной деградации границ зерен; и загрязнение микронными и субмикронными частицами оксидов глобулярной и неправильной

формы, вызывающих снижение циклической прочности и высокотемпературной пластичности металла.

7. Сформулирована универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных металлических порошков газовыми примесями, позволяющая рассчитать увеличение содержания газовых примесей в оборотном порошке после завершения процесса синтеза в зависимости от сложности геометрии изделий и их количества на платформе построения. Методика основана на послойном автоматическом анализе протяженности (суммы протяженностей) всех составляющих комплексного режима экспонирования и влияния плотности энергии каждой из них в отдельности на загрязнение оборотного порошка образующимися в процессе кипения ванны расплава окисленными выбросами.

8. По результатам исследования кинетики диффузионных процессов в диапазоне температур термической обработки и эксплуатации построены С-образные кривые выделения частиц ТПУ-фаз в сплаве ВЖ159-ПС оптимизированного состава, полученном методом СЛС.

Практическая значимость и реализация результатов исследований:

1. Разработаны комплексные технологические процессы селективного лазерного сплавления адаптированных и новых жаропрочных сплавов на никелевой (ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС, ЖС6К, ВЖЛ12У) и интерметаллидной (ВКНА25Р, ВИН5) основах, включая термическую (газостатическую) обработку и постобработку изделий.

2. По результатам работ разработан и выпущен ГОСТ Р «Аддитивные технологии. Изделия из жаростойких сплавов на основе никеля, изготовленные методом селективного лазерного сплавления. Общие технические условия».

3. Разработанные и синтезированные жаропрочные материалы ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС и ВИН6 прошли общую квалификацию (паспортизацию). Материалы ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС, ВЖ159-ПС, ВИН6 применены для изготовления по разработанным СЛС-технологиям ресурсных деталей авиационных газотурбинных двигателей ПД-14 и ПД-35,

малоэмиссионной камеры сгорания (МЭКС) двигателя ПС-90ГП-2М, универсальной вспомогательной силовой установки (ВСУ).

4. По результатам проведенных исследований, поставок экспериментальных и опытных партий деталей, опыту серийного производства совместно с АО «ОДК-Авиадвигатель» разработаны единые технические условия ТУ08.289 «Заготовки фасонные, полученные методом селективного лазерного сплавления. Технические условия».

5. По результатам разработки технологических процессов СЛС, термической и газостатической обработки, постобработки и комплексных исследований синтезированных материалов впервые в отечественной практике разработан, утвержден и применяется в серийном производстве в условиях АО «ОДК-Авиадвигатель» и АО «ОДК-ПМ» Руководящий технический материал (РТМ08.184) «Классификатор дефектов заготовок деталей, изготовленных методом селективного лазерного сплавления», устанавливающий единую систему классификации и кодирования дефектов по их характерным признакам и причинам их появления для деталей, изготовленных методом СЛС.

6. Разработан, выпущен в формате Технологической инструкции (ТИ 1.595-16-1541-2021) и верифицирован в условиях АО «ОДК-Авиадвигатель» «Метод оценки изменения механических свойств и пористости синтезированного материала в зависимости от цикличности использования металлопорошковых композиций».

7. Разработана методика эмпирического определения коэффициентов загрязнения оборотных порошков для каждой из составляющих комплексного режима экспонирования, имеющих различия по плотности подводимой энергии, с целью прогнозирования деградации оборотных порошков в условиях опытного и серийного производства.

8. Разработаны специальные конструкции образцов для имитации реального загрязнения в процессе СЛС, позволяющие оценить зональность изменения содержания газовых примесей в оборотном порошке, структурных изменений, уровня механических свойств синтезированного металла, для любого

сплава при обеспечении идентичности условий загрязнения на протяжении всего процесса синтеза.

Основные положения, полученные лично автором и выносимые на защиту:

1) Физическая модель формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления.

2) Механизм стохастической бинаризации кристаллографической ориентации ячеек при кристаллизации трека, объясняющий формирование специфических текстур, увеличение фрагментированности составляющих трек кристаллитов при изменении стратегии штриховки и межтрекового расстояния, увеличении или снижении плотности подводимой энергии.

3) Механизмы перекрестного загрязнения синтезированного металла: загрязнение экспонируемых сечений металлическим конденсатом, приводящее к интенсивной деградации границ зерен, и загрязнение микронными и субмикронными частицами оксидов глобулярной и неправильной формы, вызывающее снижение циклической прочности и мало влияющее на длительную прочность.

4) Математическая модель и универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных металлических порошков газовыми примесями, позволяющая рассчитать увеличение содержания газовых примесей в оборотном порошке по окончании процесса синтеза в зависимости от сложности геометрии изделий и их количества на платформе построения.

5) Корреляционная связь необходимой плотности энергии экспонирования с температурами солидус и ликвидус порошковой композиции и линейное регрессионное уравнение, позволяющее рассчитать необходимую плотность энергии для экспонирования основного металла для никелевых и кобальтовых сплавов с погрешностью не более 10 %, минуя трудоемкую стадию определения «технологического окна» процесса.

Методология: методы производства, исследования и испытаний материалов:

Основу методологии построения плана исследований составили публикации зарубежных и отечественных исследователей, которые упоминаются в диссертации.

Все описанные в работе исследования проведены с использованием металлопорошковых композиций, полученных методом газовой атомизации (распыление расплава потоком аргона с предварительным плавлением шихтовой заготовки в вакууме не ниже 6,67 Па). Исследования особенностей кристаллизации в процессе СЛС, исследования по отработке комплексных режимов селективного лазерного сплавления проведены на оборудовании EOS M290, EOS M400-4 и ConceptLaser M2 (только для материала ЭП648-ПС) в среде азота, вырабатываемого штатным генератором оборудования, и аргона высшего сорта по ГОСТ 10157-2016. Исследования структуры и элементного состава синтезированных материалов проводились методами просвечивающей электронной (ПЭМ, в том числе ПЭМ высокого разрешения – исследования выполнены Д.В. Зайцевым), растровой электронной (РЭМ – исследования выполнены С.В. Шуртаковым и Е.В. Филоновой) и оптической микроскопии (значительная часть исследований выполнена А.А. Сборщиковым) с соответствующими детекторами и программным обеспечением. Исследования кристаллографических текстур посредством построения прямых полюсных фигур выполнены к.ф.-м.н. П.Н. Медведевым. Определение химического состава шихтовых заготовок, металлопорошковых композиций и синтезированного металла, включая анализ газовых примесей, проводили на современном аналитическом оборудовании методами атомно-эмиссионного анализа с индуктивно-связанной плазмой, оптико-эмиссионной спектрометрии, анализа содержания газов методом плавления в инертной среде по гостированным методикам и методическим материалам, разработанным НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ. Испытания на кратковременную, длительную прочность, ползучесть, предел выносливости на базе на базе циклов $N=2 \cdot 10^7$ циклов и

малоцикловой усталости на базе $N=1 \cdot 10^4$ циклов выполнялись в соответствии с действующими ГОСТ. Обработка результатов испытаний на циклическую прочность выполнены П.В. Рыжковым.

Личный вклад автора состоит:

В диссертации представлены результаты исследований, изложение методик и приемов, выполненных и разработанных самим автором или под его непосредственным руководством. Личный вклад автора заключается в научном обосновании и постановке задач исследований, разработке приемов и методик экспериментальных исследований в части исследований природы ячеистой структуры синтезированного материала, особенностей эпитаксиального роста ячеек, механизмов и особенностей загрязнения оборотных порошков и деградации синтезированного материала при их циклическом применении, разработке комплексных режимов СЛС для жаростойких и жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов, их апробации в условиях опытного и серийного производства, создании нормативной базы для применения синтезированных материалов в отрасли авиационного двигателестроения, включая ГОСТ Р, технические условия, технологические рекомендации, технологические инструкции, паспорта на синтезированные материалы, проведении исследований и анализе полученных результатов, их обобщении, выявлении тенденций и механизмов, оформлении результатов в виде научных публикаций, докладов и патентов.

Апробация работы:

Основные результаты диссертационной работы были доложены и обсуждены на следующих конференциях:

II-ой, III-ей, IV-ой, V-ой, VI-ой и VII-ой Международных конференциях «Аддитивные технологии: настоящее и будущее». Москва, 2016-2021; XIV-ой и XV-ой Всероссийской конференции по испытаниям и исследованиям свойств материалов "ТестМат", Москва, 2022; 18-й Международной on-line школе-конференции "Новые материалы": Неравновесные состояния, Москва, 2020; III-ей Международной научно-технической конференции «Новые материалы и

технологии глубокой переработки сырья - основа инновационного развития экономики России», Москва, 2022; VII-ей Всероссийской научно-технической конференции «Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года», Москва, 2021; Всероссийской научно-технической конференции «Фундаментальные и прикладные исследования в области деформируемых и литейных интерметаллидных сплавов на основе титана и никеля», Москва, 2018; Международной научно-практической конференции «Ключевые тренды в композитах: наука и технологии», Москва, 2019; Научно-техническом конгрессе по двигателестроению (НТКД-2016) в рамках 2-го Международного форума двигателестроения (МФД-2016), Москва, 2016.

Основные результаты диссертационной работы А.Г. Евгенова опубликованы в 28 статьях в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России для публикации основных научных результатов диссертации на соискание ученой степени доктора наук, и научных изданиях, индексируемых в международных базах данных и рекомендованных ВАК при Минобрнауки России, и трех патентах Российской Федерации.

Список работ, опубликованный по теме диссертации:

1. Евгений А.Г., Шуртаков С.В., Галушка И.А. Универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных порошков в процессе селективного лазерного сплавления // Заготовительные производства в машиностроении. 2024. Т. 22. № 5. С. 229-238.
2. Евгений А.Г., Петрушин Н.В., Шуртаков С.В., Рыжков П.В. Структура, фазовый состав и прочность интерметаллидного сплава на основе соединения Ni_3Al , полученного методом СЛС. Ч. I // Заготовительные производства в машиностроении. 2023. Т. 21. № 10. С. 472-478.
3. Евгений А.Г., Петрушин Н.В., Шуртаков С.В., Рыжков П.В. Структура, фазовый состав и прочность интерметаллидного сплава на основе соединения

Ni₃Al, полученного методом СЛС. Ч. II // Заготовительные производства в машиностроении. 2023. Т. 21. № 11. С. 521-528

4. Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Медведев П.Н., Галушка И.А., Шуртаков С.В. Влияние характеристических температур порошковой композиции и плотности подводимой энергии на структуру и внутренние напряжения жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления. Часть 1 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 11 (821). С. 41-59 (Evgenov A.G., Petrushin N.V., Medvedev P.N., Galushka I.A., Shurtakov S.V. Effect Of Powder Composition Characteristic Temperatures And Input Energy Density On Microstructure And Internal Stresses Of Nickel- And Cobalt-Based Heat-Resistant Alloys Produced By Selective Laser Melting. Part 1 // Metal Science and Heat Treatment. 2024. Vol. 65. P. 706-713).

5. Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Медведев П.Н., Галушка И.А., Шуртаков С.В. Влияние характеристических температур порошковой композиции и плотности подводимой энергии на структуру и внутренние напряжения жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления. Часть 2 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 11 (821). С. 50-57 (Evgenov A.G., Petrushin N.V., Medvedev P.N., Galushka I.A., Shurtakov S.V. Effect Of Powder Composition Characteristic Temperatures And Input Energy Density On Microstructure And Internal Stresses Of Nickel- And Cobalt-Based Heat-Resistant Alloys Produced By Selective Laser Melting. Part 2 // Metal Science and Heat Treatment. 2024. Vol. 65. P. 714-721).

6. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Сборщиков А.А. Деградация синтезированного материала при циклическом использовании оборотных порошков в процессе СЛС. Часть 1: Пористость и кратковременная прочность при нормальной температуре // Материаловедение. 2023. № 5. С. 35-47. (Evgenov, A.G., Shurtakov S.V., Prager S.M., Sborschikov A.A. Degradation of Synthesized Material Obtained Using Recycled Powder in SLF Process: Part 1. Porosity and Short-Term Strength at Normal Temperatures // Inorganic Materials: Applied Research. 2023. Vol. 15. № 1. P. 115-125)

7. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Сборщиков А.А. Дegradaция синтезированного материала при циклическом использовании оборотных порошков в процессе СЛС. Часть 2: Кратковременная прочность и длительная прочность при рабочих температурах, жаростойкость // Материаловедение. 2023. № 6. С. 33-46. (Evgenov, A.G., Shurtakov S.V., Prager S.M., Sborschikov A.A. Degradation of Synthesized Material Obtained Using Recycled Powder in SLF Process: Part 2. Short-Term and Long-Term Strength at Operating Temperatures and Heat Resistance // Inorganic Materials: Applied Research. 2024. Vol. 15. № 1. P. 126-137)

8. Евгенов А.Г., Рыжков П.В., Шуртаков С.В., Малинин Р.Ю. Влияние алгоритма экспонирования поверхностных элементов при селективном лазерном сплавлении на механические свойства синтезируемого материала. Часть 1. Кратковременная и длительная прочность // Деформация и разрушение материалов. 2023. № 10. С. 10-18. (Evgenov A. G., Ryzhkov P. V., Shurtakov S. V., Malinin R. Yu. Effect of a Surface Element Exposure Algorithm for Selective Laser Melting on the Mechanical Properties of the Synthesized Material: I. Short- and Long-Term Strength // Russian Metallurgy (Metally). 2024. Vol. 2024. №2. P. 331-338).

9. Евгенов А.Г., Рыжков П.В., Шуртаков С.В., Малинин Р.Ю. Влияние алгоритма экспонирования поверхностных элементов при селективном лазерном сплавлении на механические свойства синтезируемого материала. Часть 2. Усталость // Деформация и разрушение материалов. 2023. № 11. С. 02-12. (Evgenov A. G., Ryzhkov P. V., Shurtakov S. V., Malinin R. Yu. Effect of a Surface Element Exposure Algorithm for Selective Laser Melting on the Mechanical Properties of the Synthesized Material: II. Fatigue // Russian Metallurgy (Metally). 2024. Vol. 2024. №2. P. 339-347).

10. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В. К вопросу о механизме формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 2 (812). С. 44-55. (Kablov E.N., Evgenov A.G., Petrushin N.V., Shurtakov S.V., Zaitsev D.V. On the Mechanism of Formation of the Fine Structure of

a Track in Selective Laser Melting // Metal Science and Heat Treatment. 2023. Vol. 65. Is. 1-2. P. 104-115).

11. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Крупнина О.А. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 1. Материалы и технологии синтеза // Электromеталлургия. 2022. № 1. С. 2-12 (Kablov E.N., Evgenov A.G., Bakradze M.M., Nerush S.V., Krupnina O.A. Next-generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts in FGUP VIAM: Part I. Synthesis materials and technologies // Russian Metallurgy (Metally). 2022. Vol. 2022. № 6. P. 611-618)

12. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Крупнина О.А. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 2. Компенсация и контроль отклонений, ГИП и термическая обработка // Электromеталлургия. 2022. № 2. С. 2-12 (Kablov E.N., Evgenov A.G., Bakradze M.M., Nerush S.V., Krupnina O.A. Next-generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts in FGUP VIAM: Part II. Deviation compensation and control, HIP, and heat treatment // Russian Metallurgy (Metally). 2022. Vol. 2022. № 12. С. 1529-1535).

13. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Базылева О.А., Мазалов И.С., Дынин Н.В. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 3. Адаптация и создание материалов // Электromеталлургия. 2022. № 4. С. 15-25 (Kablov E.N., Evgenov A.G., Bakradze M.M., Nerush S.V., Krupnina O.A. Next-generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts in FGUP VIAM: Part III. Adaptation and Creation of Materials // Russian Metallurgy (Metally). 2023. Vol. 2023. № 6. С. 743-751).

14. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Базылева О.А., Мазалов И.С. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 4. Разработка жаропрочных материалов // Электromеталлургия. 2022. № 5. С. 8-19 (Kablov E.N.,

Evgenov A.G., Bakradze M.M., Nerush S.V., Krupnina O.A. Next-generation materials and digital additive technologies for the production of resource parts in FGUP VIAM: Part IV. Development of Superalloys // Russian Metallurgy (Metally). 2023. Vol. 2023. № 12. С. 1879-1887).

15. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Рыжков П.В., Зайцев Д.В. Определение критерия оценки деградации структуры синтезированного материала в процессе селективного лазерного сплавления жаропрочных сплавов // Заготовительные производства в машиностроении. 2021. Т. 19. № 3. С. 134-144.

16. Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Исследование интерметаллидного никелевого сплава для изготовления деталей методами равноосного литья и аддитивных технологий // Вопросы материаловедения. 2021. № 2 (106). С. 38-46.

17. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Структура и свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления сплавов ЭП648 и ВЖ159 после имитационных отжигов // Материаловедение. 2020. № 6. С. 3-10 (Kablov E.N., Evgenov A.G., Mazalov I.S., Shurtakov S.V., Zaitsev D.V., Prager S.M. Structure and characteristics of EP648 and VZh159 alloys synthesized by selective laser melting after simulated annealing // Inorganic Materials: Applied Research. 2021. Т. 12. № 1. Р. 117-124).

18. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю. К вопросу о разработке универсальной расчетной методики оценки деградации оборотных металлических порошковых материалов в зависимости от цикличности использования в процессе селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 4 (61). С. 3-11.

19. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Эволюция структуры и свойств высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159, полученного методом селективного лазерного сплавления. Ч. I // Материаловедение. 2019. № 3. С. 9-17 (Kablov E.N., Evgenov A.G., Mazalov I.S., Shurtakov S.V., Zaitsev D.V., Prager S.M. Evolution of the structure and properties of

high-chromium heat-resistant VZh159 alloy prepared by selective laser melting: Part I // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2020. Т. 11. № 1. С. 7-16).

20. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Эволюция структуры и свойств высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159, полученного методом селективного лазерного сплавления. Ч. II // *Материаловедение*. 2019. № 4. С. 9-15 (Kablov E.N., Evgenov A.G., Mazalov I.S., Shurtakov S.V., Zaitsev D.V., Prager S.M. Evolution of the structure and properties of high-chromium heat-resistant VZh159 alloy prepared by selective laser melting: Part II // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2020. Т. 11. № 1. С. 17-24).

21. Базылева О.А., Унчикова М.В., Головлев Н.А., Евгенов А.Г. Исследование влияния технологических параметров селективного лазерного сплавления на дефекты строения никелевого сплава типа ВКНА-4УР // *Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Серия Машиностроение*. 2018. № 6 (123). С. 90-102.

22. Тренингов И.А., Петрушин Н.В., Евгенов А.Г. Кристаллографическая структура сплава ЖС32-ВИ, полученного селективным лазерным сплавлением порошковой композиции на монокристаллической подложке // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2018. № 12 (762). С. 35-40 (Treninkov I.A., Petrushin N.V., Evgenov A.G. Crystallographic structure of alloy ZhS32-VI obtained by selective laser melting of powder composition on single-crystal substrate // *Metal Science and Heat Treatment*. 2019. Т. 60. № 11-12. С. 788-794).

23. Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю. Особенности загрязнения оборотного порошкового материала в процессе селективного лазерного синтеза // *Технология металлов*. 2018. № 11. С. 21-29 (Evgenov A.G., Shurtakov S.V., Prager S.M., Malinin R.Y. Contamination of a recirculated powder material during selective laser synthesis // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2019. Vol. 2019. № 13. С. 1343-1350).

24. Евгенов А.Г., Базылева О.А., Головлев Н.А., Зайцев Д.В. Особенности структуры и свойства сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al , полученных методом СЛС // *Труды ВИАМ*. 2018. № 12 (72). С. 25-36.

25. Петрушин Н.В., Евгенов А.Г., Заводов А.В., Тренингов И.А. Структура и прочность жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, полученного методом селективного лазерного сплавления на монокристаллической подложке // Материаловедение. 2017. № 11. С. 19-26. (Petrushin N.V., Evgenov A.G., Zavodov A.V., Treninkov I.A. Structure and strength of the ZhS32-VI heat-resistant nickel alloy produced by the method of selective laser alloying on a single-crystal substrate // Inorganic Materials: Applied Research. 2018. Т. 9. № 4. Р. 620-627).

26. Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Григорьев М.В., Евгенов А.Г., Карачевцев Ф.Н., Василенко С.А. Дефекты жаропрочных сплавов, синтезированных методом селективного лазерного сплавления // Материаловедение. 2016. №4. С.34-38. (Alyoshin N.P., Murashov V.V., Grigoryev M.V., Yevgenov A.G., Karachevtsev F.N., Shchipakov N.A., Vasilenko S.A. Defects of heat-resistant alloys synthesized by the method of selective laser melting // Inorganic Materials: Applied Research. 2017. Т. 8. № 1. С. 27-31).

27. Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Евгенов А.Г., Григорьев М.В., Щипаков Н.А., Василенко С.А., Краснов И.С. Классификация дефектов металлических материалов, синтезированных методом селективного лазерного сплавления, и возможности методов неразрушающего контроля для их обнаружения // Дефектоскопия. 2016. № 1. С. 48-55 (Aleshin N.P., Grigoriev M.V., Shchipakov N.A., Murashov V.V., Evgenov A.G., Vasilenko S.A., Krasnov I.S. The classification of flaws of metal materials synthesized by the selective laser melting method and the capabilities of nondestructive testing methods for their detection // Russian Journal of Nondestructive Testing. 2016. Т. 52. № 1. С. 38-43).

28. Евгенов А.Г., Сухов Д.И., Неруш С.В., Рогалев А.М. Механические свойства и структура сплава системы Ni-Cr-W-Mo-Al-Ti-Nb, получаемого методом селективного лазерного сплавления // Технология машиностроения. 2016. № 3. С. 5-9.

ПАТЕНТЫ:

29. Интерметаллидный сплав на основе никеля и изделие, выполненное из него: патент № 2685926 С1 РФ / Каблов Е.Н., Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Шестаков А.В., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Заявл. 14.11.2018. Оpubл. 23.04.2018.

30. Способ повышения плотности сложнопрофильных изделий из интерметаллидных сплавов на основе никеля, полученных аддитивными технологиями: патент № 2640117 С1 РФ / Е.Н. Каблов, А.Г. Евгенов, А.М. Рогалев, Н.В. Петрушин, О.А. Базылева, С.А. Суркова, В.А. Игнатов. Заявл. 26.12.2016. Оpubл. 26.12.2017.

31. Способ изготовления деталей послойным лазерным сплавлением металлических порошков жаропрочных сплавов на основе никеля: патент № 2623537 / Е.Н. Каблов, А.Г. Евгенов, А.М. Рогалев, С.А. Василенко, Н.А. Ходырев, Д.И. Сухов, С.В. Неруш. Заявл. 27.04.2022. Оpubл. 21.02.2023.

Глава 1. Состояние вопроса

1.1 Общее описание процесса селективного лазерного сплавления

В ходе процесса селективного лазерного сплавления (СЛС) после нанесения слоя металлического порошка определенной толщины происходит его выборочное сплавление в пределах текущего сечения 3D-модели, которая предварительно разделяется на слои в специальной программном обеспечении. Конструктивно схемы различных производителей значительно отличаются друг от друга, однако общим является расположение сплавляемых изделий на плите построения, которые удерживаются на ней поддерживающими структурами, в последствии удаляемыми. Слой порошка наносится специальным устройством (рекоатером), выполняемым в виде «ножа» с мягкими (силикон, резина) или жесткими (сталь, керамика) сменными лезвиями, для отдельных моделей реализовано нанесение с помощью валика (как на схеме, рис. 1.1.). Процесс печати происходит следующим образом: на плиту построения из диспенсера наносится слой порошка заданной толщины, при этом избыток материала сбрасывается в коллектор. Лазерный луч, отклоняемый по управляющей программе специальным устройством (коллиматором), штрихует актуальные для данного слоя сечения 3D-модели вместе с поддерживающими структурами в соответствии с заданными энерго-скоростными параметрами, алгоритмами и порядком сплавления. На следующем слое плита построения опускается на заданную толщину слоя наносимого порошка. Порошок в зависимости от схемы нанесения подается или гравитационно в корпус рекоатера из выше расположенного диспенсера, или (как на схеме) порошок наносится сдвигом (сгребанием) из зоны диспенсера в рабочую зону при подъеме

платформы диспенсера с порошком. Далее повторяется процесс штриховки (экспонирования) следующих актуальных сечений 3D-моделей и нанесения порошка до завершения построения детали. Часть порошка на плите построения и в коллекторе при этом не затрагивается непосредственным тепловым воздействием лазера.

Отличия технологии СЛС от других аддитивных технологий, связанных с послойным нанесением материала плавлением, заключается в высокой локальности подвода тепла, благодаря чему, при правильно отработанных режимах, достигается приемлемая по сравнению с литьем шероховатость поверхностей получаемых деталей.

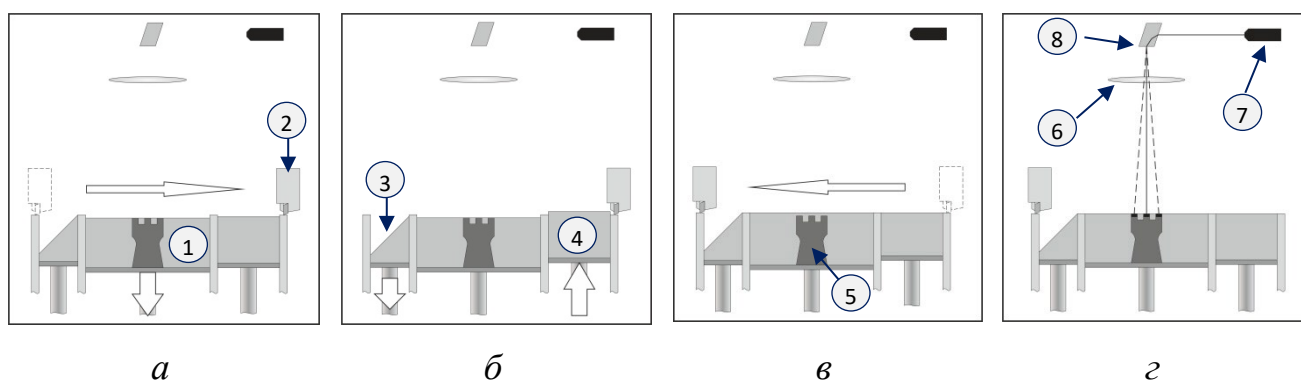


Рисунок 1.1 – Схема формирования заготовки методом СЛС: а) завершение штриховки сечения, ход плиты построения вниз на толщину порошкового слоя, возврат рекоатера в начальную позицию для нанесения; б) ход диспенсера вверх, ход плиты коллектора вниз; в) распределение порошка рекоатером по зоне построения; г) штриховка следующего сечения.

1 – зона построения (заполнена порошком); 2 – устройство нанесения порошка (рекоатер); 3 – коллектор для сброса порошка; 4 – диспенсер (устройство подачи) с порошком; 5 – деталь; 6 – F-theta линза; 7 – лазер; 8 – сканатор

Главным недостатком технологии СЛС традиционно считались малые скорости построения по сравнению с электроннолучевыми технологиями и лазерной газопорошковой наплавкой. Однако разработка высокоскоростных режимов печати и появление многолазерных систем, напротив, выводит данную технологию в лидеры по производительности, т.к. для СЛС-деталей не требуется полная механическая обработка всех поверхностей и полостей деталей, как в электроннолучевом сплавлении и газопорошковой наплавке.

Комплексный режим сплавления состоит из трех основных элементов: основного металла, поддерживающих структур и поверхностей. Поддерживающие структуры являются вспомогательными элементами, соответственно режим их экспонирования должен обеспечивать необходимую прочность для фиксации детали на плите построения и теплоотвода. Требования к их сплошности и качеству поверхности не предъявляется, поскольку они являются удаляемыми элементами.

Алгоритмы экспонирования поверхностей являются интеллектуальной собственностью разработчика и, как правило, не разглашаются. В современных системах более 80 настраиваемых параметров отвечает за формирование поверхностей изделий. При разработке нового материала приходится или использовать режимы экспонирования поверхностей близкого по легированию материала, или разрабатывать параметры заново, предварительно расшифровав по данным исследования микроструктур и визуализации векторов движения лазера, принцип их формирования, отличающийся у различных производителей оборудования.

Дискретность сечений разделенной на слои 3D-модели предполагает ступенчатое смещение экспонируемого сечения на наклонных поверхностях [2-4] или так называемый эффект лестницы (stair-step effect [5]). Принципиальные различия при формировании верхних (up-face) и нижних (down-face) наклонных поверхностей обусловлены именно этим эффектом. При синтезе нависающих поверхностей происходит смещение следующего слоя наружу относительно контура изделия, сопровождающееся налипанием частиц порошка и выраженным повышением шероховатости поверхности [4, 6, 7]. Для верхних наклонных поверхностей, напротив, следующий слой сдвигается внутрь относительно контура предыдущего сечения с заданной величиной отступа. Лестничный эффект сглаживается экспонированием контуров с высокой плотностью энергии, что однако сопровождается интенсификацией кипения ванны расплава и увеличением количества выбросов [8-11], ухудшением шероховатости за счет загрязнения поверхностными сателлитами [12]. Известными факторами [13-18], влияющими на качество поверхности полученных методом СЛС деталей, являются:

энергоскоростные параметры, включая межтрековое расстояние, стратегия сканирования по режиму основного металла, толщина порошкового слоя и температура платформы построения. Фракционный состав порошка вследствие различной скорости и полноты плавления частиц также может значительно влиять на шероховатость изделий [19].

Свойства синтезированного материала в изделии, в особенности тонкостенном, во многом определяются качеством поверхности, зависящим от параметров и стратегии СЛС. Очевидно, что исследования, проводимые на стандартных образцах, полученных только по режиму основного металла с последующей полировкой рабочей поверхности, не вполне адекватно воспроизводят свойства изделия. При этом в части исследования влияния дефектов поверхности на механические характеристики синтезированного материала опубликованы лишь эпизодические научные работы [8, 20] .

Третья составляющая комплексного режима сплавления – режим экспонирования основного металла – является основным фактором, определяющим на мезо- и микроуровнях сплошность металла, остроту текстуры, а, следовательно, уровень механических характеристик и их изотропность. Структура синтезированного методом СЛС металла на мезоуровне представляет собой последовательно накладывающиеся друг на друга закристаллизованные ванны расплава (рис. 1.2). Трековая структура материалов, получаемая методом СЛС, довольно хорошо изучена [21-28].

При нанесении порошкового слоя лазерный луч переплавляет не только дисперсные частицы порошка, но и сплавленный металл предыдущего слоя, а также часть предыдущего трека в текущем слое. Локальность воздействия и малый диаметр зоны оплавления предполагают специфические условия кристаллизации в условиях высоких скоростей охлаждения и температурных градиентов. Особенности формирования ячеистой структуры трека и стратегии экспонирования сечений могут существенно влиять на текстуру, формирование зеренной структуры при последующей термической обработке и, соответственно, на механические характеристики синтезированного материала. Процесс

селективного лазерного сплавления является многофакторным, сложным для описания. Для определения задач исследований имеющиеся литературные данные систематизированы по следующим направлениям: геометрия трека в зависимости от энерго-скоростных параметров экспонирования, природа и особенности ячеистой структуры трека, текстура и зеренная структура.

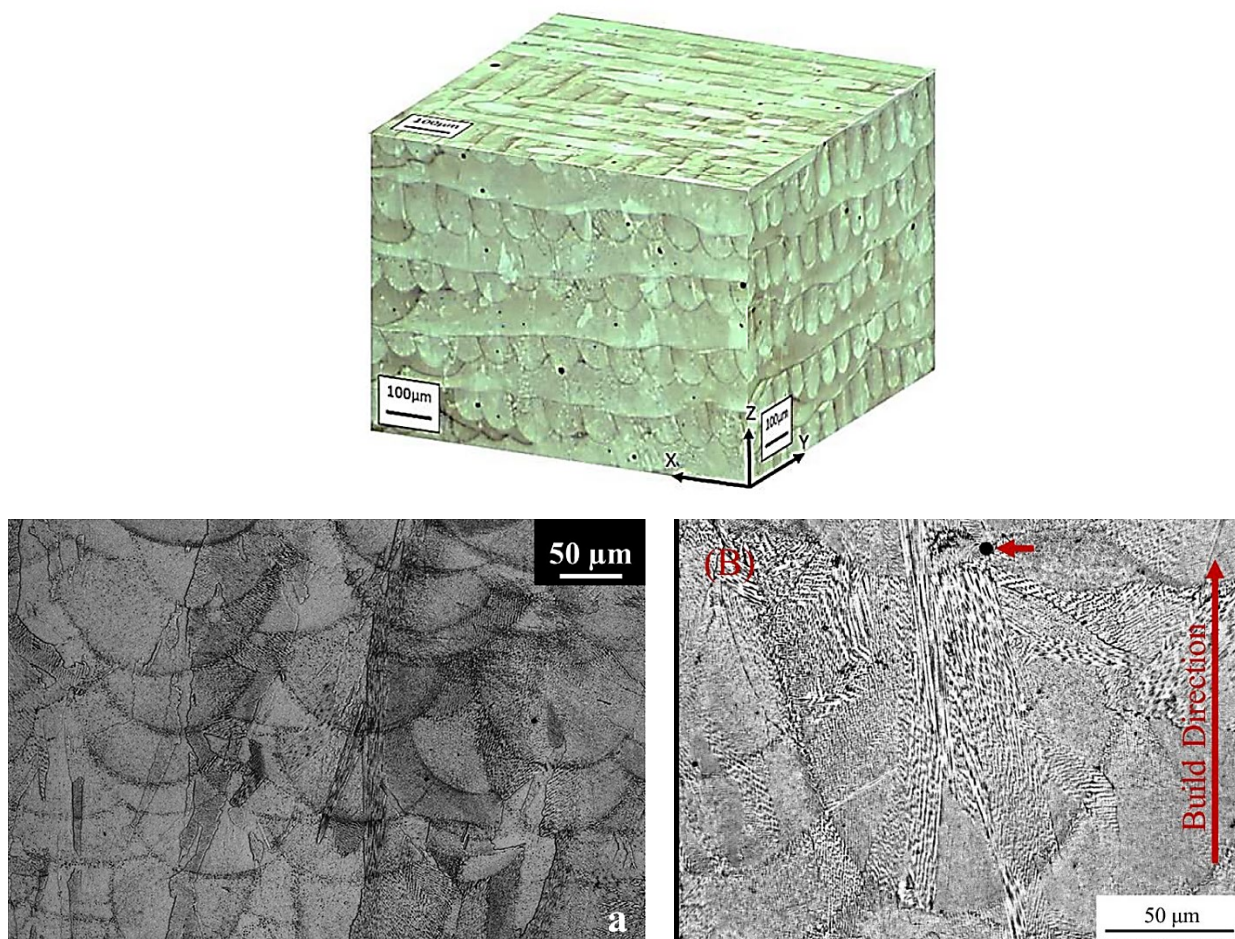


Рисунок 1.2 Микроструктура материала, полученного методом СЛС: *а)* объемная визуализация трековой структуры на основе оптической металлографии сплава Inconel 718; *б), в)* – трековая структура [29]

1.2 Геометрия трека в зависимости от параметров экспонирования

Большой прогиб поперечного профиля ванны расплава обусловлен профилем распределения энергии лазерного луча по Гауссу. Из литературы известно, что геометрия трека связана с сочетанием мощности и скорости сканирования. При штриховке единичных треков в исследовании [30] авторами, при фиксации остальных технологических параметров, показано увеличение ширины ванны расплава почти в полтора с ростом скорости штриховки с 1050 до 1450 мм/с, при незначительном изменении глубины проплавления основы. Близкие значения получены при печати стали 316L авторами [31] и для сплавов на никелевой основе марок Inconel 625 и IN718 в работах [32, 33]. При этом для материалов 316L и IN718 отмечается значительное увеличение глубины трека при минимальных скоростях перемещения лазера.

В исследованиях [34, 35] установлено, что профиль распределения мощности лазера кардинально влияет на форму ванны расплава: при идентичной плотности энергии с использованием лазера с гауссовым профилем распределения мощностью 250 Вт и с прямым профилем мощностью 950 Вт ширина ванны расплава отличается втрое. Глубина же в обоих случаях была практически идентична (рис. 1.3а,б).

Уменьшение скорости экспонирования при использовании «гауссовского» лазера ведет к получению почти полукруглого сечения ванны расплава. Рост мощности при малых скоростях штриховки мало сказывается на ширине ванны, но ее глубина увеличивается в несколько раз. В исследовании [36] при мощности лазера (Р) в интервале от 300 до 500 Вт при скорости штриховки 250 мм/с (рис. 1.3в).

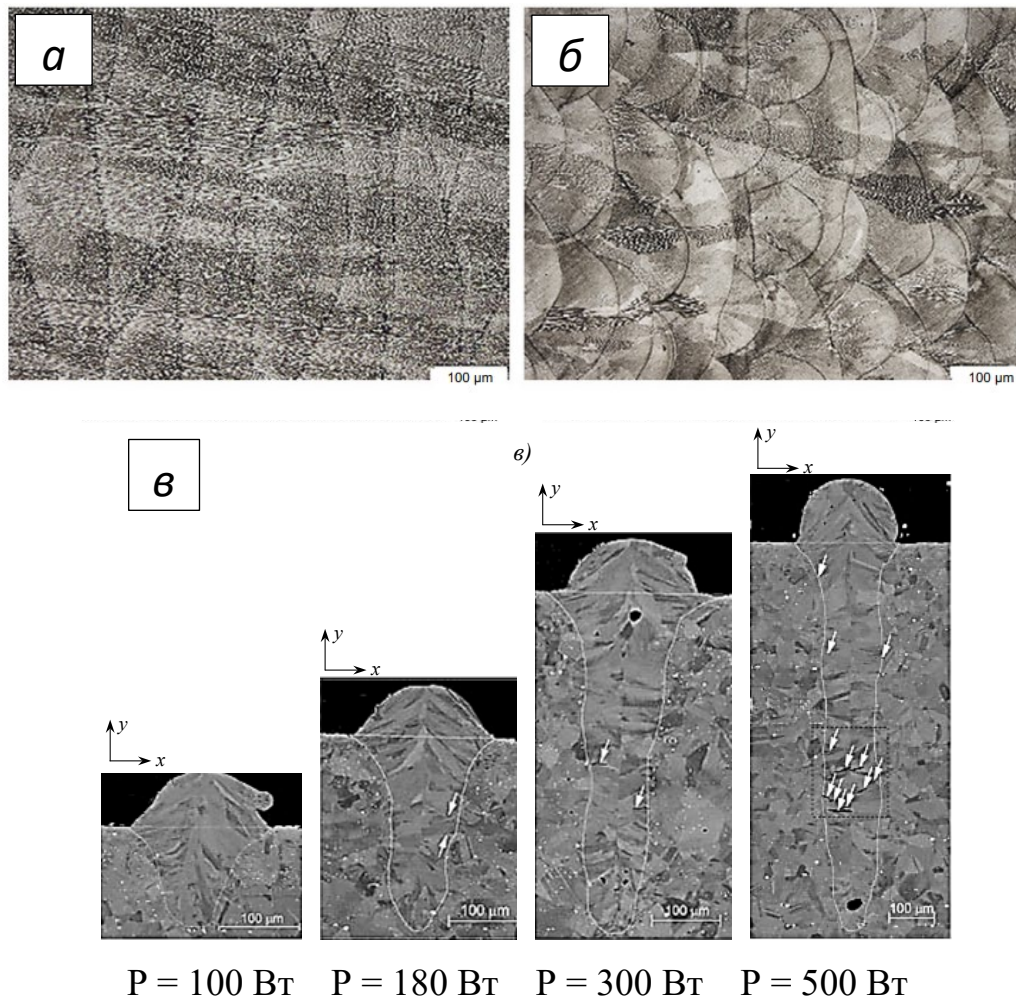


Рисунок 1.3 – Микроструктура сплава In718, полученная при одинаковой плотности энергии с использованием мощности 250 и 900 Вт с прямым (а) и гауссовым (б) профилем распределения мощности [34] и (в) микроструктура единичных треков, полученных при различной мощности (Р) и постоянной скорости перемещения лазера [35]

1.3 Ячеистая структура трека

Процесс кристаллизации ванны расплава при селективном лазерном сплавлении и формирования тонкой структуры трека является крайне сложным для его описания. Большой объем исследований в данном направлении посвящен математическому (компьютерному) моделированию процесса кристаллизации ванны расплава. Численное моделирование позволяет адекватно описать гидродинамические процессы формирования ванны расплава при плавлении порошкового слоя движущимся источником тепловой энергии. Модели корректно описывают процессы теплопереноса в расплаве, появление адвективных, конвективных и слоистых течений, температурные градиенты на границах слоя (объема) [37-41]. В частности, авторы [11] приводят трехмерную модель формирования ванны расплава в порошковом слое при экспонировании единичного трека. В модели описаны процессы образования пор, брызг при сплавлении частиц порошка лазерным лучом, втягивания нерасплавленных гранул расплавом, образования зон «оголения» – стягивания расплава к оси трека под действием сил поверхностного натяжения относительно начальной фазы плавления.

В части моделирования полей влияния плотности энергии лазерного излучения и толщины слоя порошка на распределение температур по профилю ванны расплава проведено достаточно много исследований [42-49]. Приводимые в них данные подтверждаются металлографическими исследованиями поддержек – структур, штрихуемых одиночным треком при ширине ванны расплава примерно в 150 мкм. Исследованию действия поверхностного натяжения, его совместного влияния при изменении плотности энергии на сплошность и наличие дефектов в структуре кристаллизующейся ванны расплава посвящен ряд работ [50, 51]. Моделированием в работе [42] установлено, что наиболее горячей точкой ванны расплава является дальняя по ходу движения кромка лазерного пятна.

Движение лазера порождает и движение расплава в ванне: адвективного теплового течения в направлении штриховки. В [42] описаны процессы перемещения расплава от свода трека к его периферийным областям под действием термокапиллярных сил. Также показано, что за перемещение более нагретых зон расплава к донной части ванны обусловлено усадкой при кристаллизации, поскольку происходит значительное изменение объема порошкового материала при плавлении.

Рассмотренные многофакторные модели относительно адекватно описывают гидродинамику расплава при формировании единичного трека. Процесс же кристаллизации при СЛС гораздо сложнее, поскольку связан с горизонтальным и вертикальным наложением треков (ванн расплава), их частичным переплавом. Накопление большого массива экспериментальных данных должно обеспечить достоверное описание процессов формирования текстур и микроструктурных особенностей при кристаллизации ванны расплава. Но для адекватности такой модели необходимо однозначно установить движущую силу процесса, причины образования и роста микроструктурных составляющих.

Однозначное понимание самой природы ячеек, закономерностей формирования ячеистой структуры являются ключевым для понимания механизма кристаллизации трека. Обзорная работа [52] разделяет теории образования ячеистых структур трека при СЛС на три группы: конвективные процессы [53, 54], концентрационное переохлаждение [55-58] и силы поверхностного натяжения [59-60]. Авторы самой работы [52] объясняют формирование ячеек кристаллизации эффектом Бенара-Марангони, или термокапиллярной конвекции. В работах по моделированию формирования трека [61-63] именно эффект Бенара-Марангони постулируется в качестве причины формирования ячеистой структуры. Последнее вызывает сомнение, поскольку тепловая конвекция подтверждена только для стационарных систем: например, при выращивании монокристаллов по методу Чохральского, выражающаяся в полосчатой неоднородности [64]. Даже наоборот, в [65] прямо указывается, что формирование ячеек вследствие тепловой конвекции должно сопровождаться со дна ванны расплава, а никак не с ее поверхности. В

нашем же случае, в процессе СЛС, нагрев всегда происходит по направлению от свода ванны ко дну. Различные взгляды на физическую природу возникновения ячеек при кристаллизации, а также явные противоречия при ее объяснении посредством нелинейной самоорганизации (нестабильностью Бенара), требуют проведения более углубленных исследований в данном направлении.

1.4 Текстура

Для большинства исследованных сплавов установлено формирование более или менее острой текстуры при СЛС. По данным [31, 34, 35, 66, 67, 68] можно обозначить три основных параметра, связанных с формированием текстуры: совокупное тепловложение, наличие и величина подогрева платформы построения и алгоритм штриховки сечения. Обострение текстуры наблюдаются при увеличении тепловложения вкупе с повышением температуры подогрева, а также с увеличением температурного градиента. Обострение текстуры также связано с увеличением размеров субзерен трека.

Алгоритмы штриховки влияют на текстуру по-разному. На практике преимущественно используется штриховка сечениями отдельными элементами: полосами или квадратами. Экспонирование по сплошному алгоритму применяется нечасто, что связано с генерацией максимальных напряжений. Алгоритмы штриховки определяют траектории движения лазера внутри экспонируемого элемента: полосы формируются поперечным движением лазера, а квадратные элементы могут заполняться по различным вариантам (продолжно или диагонально, с применением «меандрового» заполнения и дополнительной окантовкой каждого элемента). Текстурные особенности определяются

относительным послойным смещением «шахматных» клеток или полос относительно предыдущего слоя, включением функции поворота или самих элементов, или направления их штриховки на последующих слоях. В [69] на примере сплава Ni–25% Мо (ат.) исследована текстура синтезированных образцов в зависимости от алгоритма и расположения векторов штриховки по слоям. Исследованы алгоритмы с одноходной (только по оси X, включая вариант без послойного смещения) и ортогональной (по оси X и оси Y через слой) штриховкой, а также стандартный алгоритм «полосы» при повороте элементов на 67°. В результате для двух первых вариантов показано формирование схожих с монокристаллической текстур. Для третьего варианта установлено формирование волокнистой текстуры. В зависимости от стратегии показана различная ориентировка кристаллитов: при одноходном алгоритме вдоль направлений $\langle 001 \rangle$, а при ортогональном – и вдоль $\langle 101 \rangle$. Микроструктурными исследованиями установлены и различия в реализации эпитаксии: при использовании одноходной стратегии кристаллиты сформированы преимущественно радиально в поперечном сечении трека, по направлению к своду, а при ортогональной – вдоль и поперек оси ванны расплава по ходу движения лазера.

Отдельные сочетания параметров экспонирования приводят к появлению нетипичных кристаллографических текстур. Например, «шевронная» в работе [70] (рис. 1.4а-в). Ее появление объясняется совокупностью гетерогенного образования зародышей кристаллизации и эпитаксии и вызвано периодическими угловыми смещениями кристаллической решетки. Последнее объясняется присутствием дислокаций, однако исследования методом ПЭМ [71] однозначно подтверждают наличие дислокаций после синтеза независимо от типа примененной штриховки. Сами границы ячеек, по данным [71] являются клубками дислокаций.

Другая нетипичная «ламеллярная» текстура приведена авторами [72]. Анализ методики работы и приведенных фотографий микроструктуры позволяет предположить, что ее формирование связано с увеличением расстояния между соседними треками (рис. 1.4г-е). При исследовании в режиме EBSD хорошо видны массивные кристаллиты $\langle 011 \rangle$, ориентированные от образующей к центру трека, и

тонкие кристаллиты $\langle 001 \rangle$, ориентированные преимущественно по поперечной оси трека. При увеличении плотности энергии авторам удалось избавиться от такой текстуры, т.е. в центральной части трека тонких кристаллитов $\langle 001 \rangle$ не обнаружено (рис. 1.4ж-и). Авторы отдают ведущую роль в появлении подобной текстуры именно плотности подводимой энергии. Между тем, похожие текстуры наблюдали и авторы [70], а в [73] было проведено моделирование формирования текстур. Анализ методик и исходных данных обеих работ позволяет предположить, что величина межтрекового расстояния может иметь решающую роль для реализации эпитаксиального механизма, наряду со стратегией экспонирования.

Более сложные дискретные алгоритмы с послойным смещением направлений штриховки и самих элементов относительно предыдущего слоя может значительно влиять на текстуру синтезированного металла. При шахматной штриховке с постоянной величиной послойного смещения «квадратиков» наблюдается дробная текстура из квадратных объемов, размер которых точно можно связать с величиной смещения элементов экспонирования [67, 74, 75] или наличием ортогонального изменения направления штриховки отдельных «шашек» [75, 76]. При малой плотности энергии формируются дисперсные разориентированные кристаллиты, что приводит к размыванию текстуры. Увеличение тепловложения приводит к обострению текстуры, четкому оформлению квадратных объемов – кристаллитов одной ориентации, идентифицируемых при исследовании микроструктуры не только в режиме EBSD, но и при исследовании травленных шлифов в оптическом микроскопе. При снижении свариваемости сплавов их склонность к трещинообразованию в процессе СЛС увеличивается. Применение шахматных штриховок приводит и к наследованию расположения основной массы трещин – по линиям перекрытия элементов штриховки (шашаек) [74].

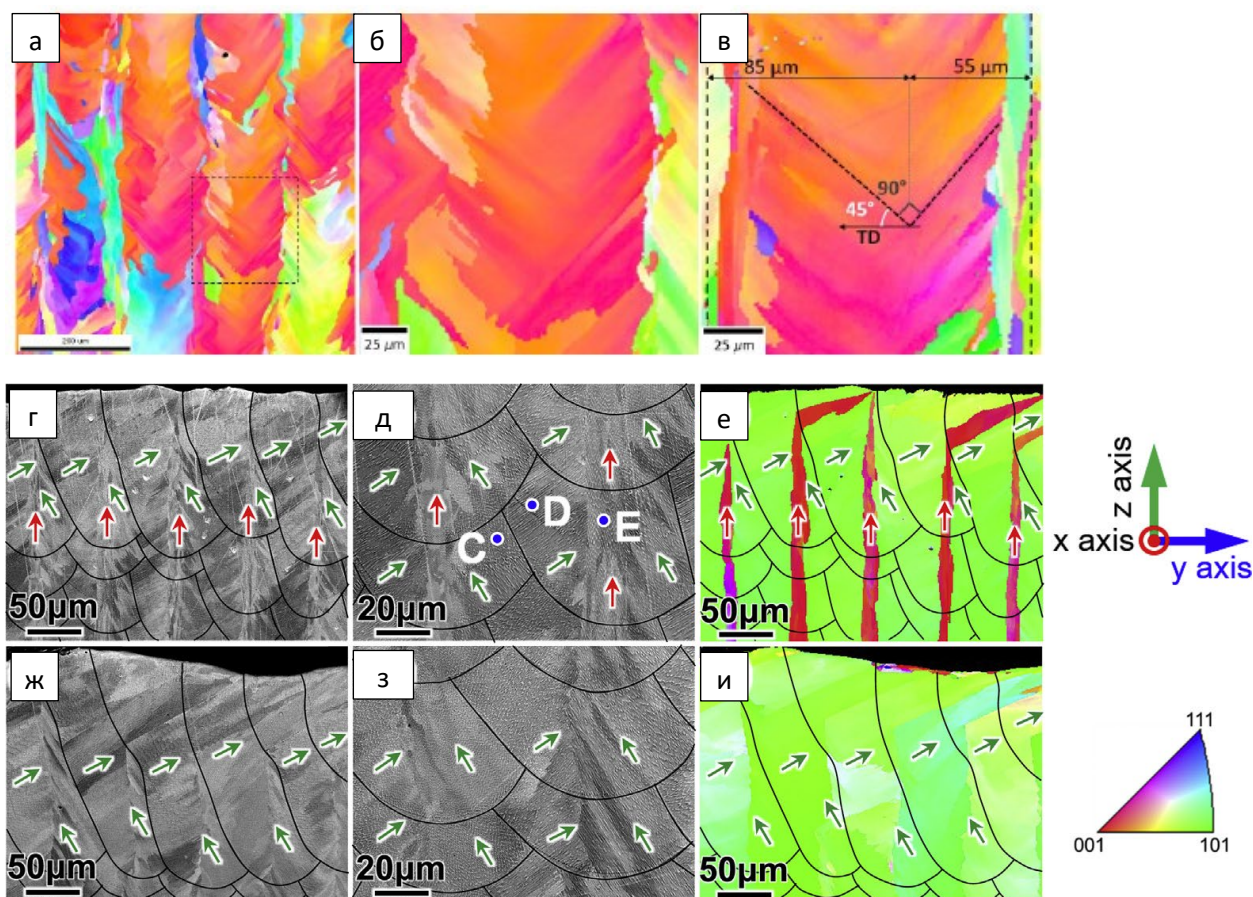


Рисунок 1.4 – «Шевронная» (а-в) [70] и ламеллярная (г-е) текстуры в сравнении со структурой металла при меньшем межтрековой расстоянии (ж-и) [72]

Для задач серийного производства применяются лишь несколько стратегий штриховки в соответствии с конкретным назначением. Для массивных деталей вопрос снижения напряжений при печати стоит весьма актуально. При этом следствием высоких напряжений является не только коробление или разрушение фрагментов печатаемой детали, но и поводки плиты построения, нередко приводящие к повреждению системы ее крепления к опорному устройству. Генерация напряжений и их релаксация связана с текстурными особенностями, характерными для выбранного алгоритма штриховки. Так, дискретизация и измельчение кристаллитов при шахматной штриховке со смещением на каждом слое в целом размывает текстуру. Применяя одноходные или ортогональные алгоритмы теоретически можно добиться обострения текстуры в направлении, продольном приложению максимального эксплуатационного напряжения для изготавливаемой детали, что будет способствовать повышению механических ее

ресурса. Однако применение таких алгоритмов ограничено локализацией микронапряжений. Обострение текстуры приводит, как правило, к увеличению протяженности кристаллитов, границы которых и являются зонами локализации наибольшего количества микротрещин, в особенности для проблемных для сварки материалов [77].

Величина подогрева платформы построения сказывается на общем количестве подведенного в область экспонирования тепла, однако мало влияет на остроту текстуры. В работе [68] был исследован текстурный индекс синтезированных образцов при изменении температуры плиты построения в диапазоне от 20 до 800 °С. Авторами было установлено, что основным фактором, повлиявшим на остроту текстуры была скорость движения лазера, а повышение температуры подогрева платформы построения практически не сказалось на изменении текстурного индекса. Надо отметить, что повышение температуры подогрева плиты построения может быть полезным для снижения уровня внутренних напряжений, в особенности при работе с ограниченно свариваемыми материалами.

Анализ доступных исследований позволяет заключить, что величина перекрытия треков и скорость движения лазера — это основополагающие параметры процесса. Понятно, что в части тепловложения скорость движения теплового источника может рассматриваться только в совокупности с мощностью. Все три параметра тогда определяют общее время процесса экспонирования сечений (без учета времени нанесения порошкового слоя) и определяют количество тепла, сообщенного на единицу сплавляемого объема. Отдельным вопросом является постоянство значения оптимальной плотности энергии в диапазоне применяемых скоростей штриховки. Так, в исследовании [49] на примере синтеза образцов из технического железного порошка показано, что минимальная пористость для высоких (более 3 м/с) скоростей штриховки была обеспечена при снижении плотности подводимой энергии относительно средних скоростей (0,8-1,5 м/с). Соответственно, авторами [49] показано снижение температурного градиента при увеличении скорости штриховки, но насколько эта зависимость будет

соблюдаться для сложнолегированных материалов на основе никеля или кобальта – вопрос, требующий дополнительного изучения.

Исследования по никелевым и кобальтовым материалам показывают, что свариваемые и литейные материалы в технологии СЛС имеют значительные отличия в части формирования тонкой структуры. При рассмотрении поперечного сечения ванны расплава для свариваемых сплавов формирование кристаллитов происходит от стенок к центру (радиально), а для литейных – в основном от дна к своду (по перпендикулярной оси трека). Это обуславливает более выраженную текстуру в направлении $\langle 001 \rangle$ для литейных сплавов. При этом имеющиеся публикации не дают отведений о общих закономерностях или механизмах процесса кристаллизации, которые могли бы объяснить обострение или нивелирование текстур в зависимости от изменения параметров процесса. Данный вопрос является ключевым для дальнейших исследований.

Можно предположить, что текстурные особенности во многом связаны с величиной оптимального тепловложения, обеспечивающего минимальную пористость получаемого металла. Сама задача отработки режима экспонирования основного металла и заключается в поиске такого оптимального значения. Данный процесс трудоемок ввиду большого количества необходимых металлографических исследований, и даже попытки моделирования так называемого окна процесса [49,79,80] включает в себя исследование заведомо неудовлетворительных сочетаний параметров, т.е., по сути, столь же трудоемки. В данном направлении наиболее полезным представляется создание математической модели для расчета не «окна», а непосредственного значения плотности энергии, что могло быкратно снизить трудоемкость исследований. Решению этой задачи до настоящего момента мешало малое количество данных по материалам одной системы легирования. Так, не смотря на многочисленность производителей оборудования, материалы одной основы у них представлены в основном 4-5 марками. Разработка отечественных жаропрочных материалов и увеличение объема статистических данных по влиянию легирования материалов одной основы на необходимую плотность энергии представляет большой интерес именно в плане создания модели для ее расчета.

1.5 Зеренное строение

Как и для традиционных, свойства синтезированных материалов напрямую связаны с размером зерна. Стратегии штриховки и тепловложение влияют на размер зерен синтезированного металла, что подтверждено большим объемом работ [26, 76, 81]. Само определение зерна в данном случае нуждается в уточнении. Зарубежные исследователи применяют его и к состоянию после СЛС, описывая им различно ориентированные структурные составляющие тонкой структуры трека, и собственно зерно, границы которого формируются в процессе термического воздействия на СЛС-материал. Такой подход, на наш взгляд, требует уточнения. Представляется необходимым внести различие между зеренным строением термически обработанного металла и кристаллитами, формирующими трек в состоянии после СЛС. Кристаллиты являются совокупностью одинаково ориентированных ячеек кристаллизации. Похожее объединение понятий наблюдается и в плане описания текстуры синтезированного материала. В работе [70] совершенно правильно предлагается различать собственно кристаллографическую текстуру синтезированного металла после СЛС и морфологическую текстуру после термической обработки.

Исходные размеры кристаллитов, по опубликованным данным, не вполне коррелируют с размером образующихся при термической обработке зерен. Объяснение этому можно найти в работе [82], где показано, что рекристаллизация синтезированного металла связана с преимущественным протеканием одного трех механизмов. При миграции границ или слиянии субзерен происходит рост зерна. В случае интенсивного двойникования, наоборот, образуются новые зерна на месте

крупных кристаллитов [82]. При этом двойникование при термической обработке или горячем изостатическом прессовании и, как следствие, интенсивное измельчение зерна, характерны для низкоуглеродистых слабостареющих сплавов [26, 82, 83, 84].

Все металлические синтезированные материалы после СЛС находятся в метастабильном состоянии. Для слабостареющих сплавов термическая обработка приводит к повышению изотропности структуры [26, 83]. Для высокоуглеродистых дисперсионнотвердеющих сплавов рекристаллизация идет крайне медленно. Карбидные частицы препятствуют миграции границ зерен, что сохраняет выраженную морфологическую текстуру [85].

В литературе накоплен большой объем экспериментальных данных и данных моделирования структурных составляющих трека [30-32, 68, 73, 86-90]. На их основе предпринимаются попытки прогнозных расчетов размера зерна в металле после термической обработки, исходя из параметров СЛС [49, 78]. Модели, построенные на основе изменения температурных градиентов и скорости кристаллизации, коррелируют с экспериментальными данными, но не во всех диапазонах скоростей. Вопрос протекания рекристаллизации и зависимости размерных и морфологических параметров зерен от технологических параметров СЛС необходимо углубленно исследовать.

.

1.6 Напряжения

Многие исследования показывают возможность снижения внутренних напряжений в синтезированном материале за счет применения дискретных (шахматных) стратегий экспонирования [74, 88-90]. Дополнительно снижение напряжений достигается уменьшением длины штриха (габаритов дискретного элемента экспонирования) или увеличением величины перекрытия соседних элементов [91]. Снижение напряжений в последнем случае достигается за счет частичного повторного экспонирования уже кристаллизованного участка при локальном термическом воздействии. Отдельные работы посвящены использованию повторного экспонирования сечений, что в большей степени используется для релаксации напряжений при синтезе несвариваемых сваркой плавлением материалов. Однако полный переплав полученного слоя не является панацеей, а даже наоборот, в зависимости от плотности энергии повторного экспонирования процесс может создавать условия для увеличения уровня термических напряжений. Кроме того, отрицательной стороной применения подобных подходов становится увеличение общей продолжительности процесса, т.е. снижение его производительности.

Идея изменения стратегий экспонирования в зависимости от толщины и геометрии сечений для снижения локальных напряжений [92] представляется перспективной только в исследовательском плане. Для реального серийного производства материал, полученный при одинаковых энерго-скоростных параметрах, но с разными стратегиями экспонирования, т.е. при различающихся настройках перекрытия отдельных элементов экспонирования, представляют собой разные материалы с точки зрения их общей или специальной квалификации. Соответственно, для применения таких материалов в рамках серийного производства необходимо полное дублирование объема квалификационных

испытаний для каждой из стратегий экспонирования. То же можно отнести и к изменению размера фокального пятна в зависимости от геометрии сечения детали [1], что также является изменением режима синтеза. Соответственно, применительно к серийному производству, интересны исследования, посвященные тем наиболее распространенным алгоритмам экспонирования, которые применяются при квалификации синтезированных материалов с однопроходной схемой сканирования.

Необходимо отметить, что в литературных данных отсутствуют сведения по единым механизмам, объясняющим общие закономерности влияния параметров процесса СЛС на ориентацию, размеры и форму кристаллитов, возникновение внутренних напряжений.

1.7 Жаропрочные сплавы в технологии селективного лазерного сплавления

1.7.1 Свариваемые жаростойкие сплавы

Жарочные материалы в технологии СЛС занимают особое место. Именно с ними связаны наибольшие успехи в части серийного освоения технологии, поскольку для авиационного и ракетного двигателестроения можно добиться максимальной экономической эффективности их применения. Это обусловлено двумя основными факторами: снижением массы конструкции при оптимизации и перепроектировании под возможности послойного синтеза, а также возможностью кратного снижения трудоемкости при агрегатировании большого количества ДСЕ в один узел, получаемый в процессе синтеза зацело. Возможности обоих подходов определяются, в первую очередь, характеристиками освоенных в технологии материалов, а они, как и оборудование СЛС, являются импортными. В наборе

материалов практически любого зарубежного производителя оборудования для СЛС представлены свариваемые жаропрочные сплавы на железо-никелевой (Inconel 718, Hastelloy X) и никелевой (Inconel 625, Hayness 230) основах. При этом наиболее широко применяются универсальные жаропрочные хорошо свариваемые материалы, такие как Inconel718 и Inconel625.

Фазовый состав данных материалов хорошо изучен применительно к классическим способам производства [93-100]. Основной упрочняющей фазой в обоих сплавах является γ'' -фаза (Ni_3Nb) с тетрагональной решеткой. При нагреве выше 650 °С происходит трансформация γ'' -фазы в δ -фазу с орторомбической решеткой, имеющей как правило неблагоприятную морфологию в виде игл или пластин. В зависимости от температуры и времени выдержки частицы δ -фазы выпадают по границам, а потом и в объеме зерен, в виде видманштеттовой структуры [101].

Образование δ -фазы, связанное с нестабильностью γ'' -фазы (Ni_3Nb) при температуре выше 650°С отмечается и для материала, полученного в аддитивном производстве. Аналогично ведет себя и материал, полученный по другим технологиям со схожими скоростями кристаллизации в процессе формирования материала, например, при спрэй-форминге [26, 27, 102, 103]. Высокая гомогенность и дисперсность фазовых составляющих СЛС-материала не препятствует формированию нежелательных фаз. Так, специально для повышения термической стабильности сплава Inconel 718 была разработана модификация ATI 718Plus, дополнительно легированная алюминием, кобальтом и вольфрамом. Даже для этой, оптимизированной по фазовому составу, модификации по данным [27] в процессе СЛС могут возникать условия для формирования нежелательных фаз, в частности δ -фазы. Соответственно, применение принципиально нового способа производства даже для хорошо известного материала требует проведения всесторонних исследований.

Материалы типа Inconel 718 и Inconel 625 хорошо изучены применительно к технологии СЛС: исследовано влияние энерго-скоростных параметров СЛС,

фракционного состава, морфологии гранул и наличия замкнутой аргонной пористости, а также стратегий сканирования на плотность (пористость) синтезированного материала [27, 66, 104-108]. Большое внимание уделяется исследованию влияния термической и газостатической обработки на фазовый состав, эволюцию структурных составляющих, текстуру и механические свойства материала [26, 82, 102, 109, 110]. Тем не менее, общим ограничением для исследуемых никель-железных и железосодержащих жаропрочных зарубежных сплавов остается их низкая рабочая температура, ограниченная температурой трансформации $\gamma'' \rightarrow \delta$ в районе 650 °С.

В отечественной школе двигателестроения для жаровых труб и камер сгорания традиционно применяются материалы с более высокой жаростойкостью: высокохромистые свариваемые жаростойкие сплавы. Их рабочая температура без дополнительной защиты ограничена 1000, а при использовании химикотермической обработки и дополнительных покрытий – 1200 °С в листовом варианте. Отечественные материалы значительно превосходят зарубежные аналоги по рабочим температурам. При высоком содержании хрома и тугоплавких элементов такие сплавы имеют склонность к выделению топологически плотноупакованных (ТПУ) фаз (σ -, μ -фазы) при эксплуатационных температурах. Их выделение в виде пластин, игл вызывает снижение пластичности, длительной прочности, усталостных характеристик, повышает чувствительность к надрезу.

Наиболее распространенным свариваемым жаростойким сплавом, применяемым для изготовления деталей камер сгорания в традиционном производстве, является деформируемый сплав ЭП648 и его литейная модификация ВХ4Л с содержанием хрома до 35%. Сплав ЭП648 относится к переходному классу слабо стареющих материалов, отличается высокой жаростойкостью, хорошо сваривается. При рабочей температуре до 1000 °С сплав имеет достаточно высокие характеристики кратковременной и длительной прочности в среднем температурном интервале (650–800 °С). Количество упрочняющей γ' -фазы после закалки и старения не превышает 8–10%, однако ввиду высокого содержания хрома

в структуре сплава присутствуют избыточные фазы α -Cr и σ -фаза. Другие недостатки сплава ЭП648 также связаны с высоким содержанием хрома: при наработке хромсодержащие фазы склонны к коалесценции, изменению морфологии с округлой на пластинчатую и иглообразную. Из-за нестабильности твердого раствора при эксплуатации происходит дополнительное выделение пластинчатых ТПУ-фаз: σ -фазы, μ - и фазы Лавеса, снижающих пластичность и длительную прочность материала. При этом содержание хрома на уровне 32-35% не дает значимого повышения жаростойкости при температурах свыше 1000°C в сравнении с гомогенными сплавами, содержащими 20–25% хрома. Несмотря на это, разработанный еще в конце 1960-х годов сплав ЭП648 применяется в конструкциях большинства отечественных ГТД в литом и деформированном состояниях.

Проблемы со структурной стабильностью ЭП648 заставили еще в начале 90-х годов прошлого века разработать для его замены новый сплав ВЖ159. Сплав хорошо сваривается всеми видами сварки, коррозионностоек, обладает высоким для своего класса комплексом кратковременной и длительной прочности. Важной особенностью сплава ВЖ159 является высокая термостойкость, необходимая характеристика для деталей камеры сгорания, сочетающих массивные и тонкие сечения и работающих в жестких условиях теплосмен. Основной упрочняющей фазой является γ' -фаза в количестве до 15% об. Сплав разработан с учетом концепции сбалансированного легирования [111] и относится к структурностабильным. Промышленное производство широкой номенклатуры деформированных полуфабрикатов из сплава ВЖ159 освоено на металлургических заводах. При этом серийного применения в качестве материала для сложнопрофильных деталей камеры сгорания авиационных ГТД сплав не нашел ввиду отсутствия литейной модификации на момент начала работ с ним в части послойного синтеза.

Оба отечественных материала значительно превосходят Inconel 718 по длительной прочности и рабочей температуре, проигрывая по прочности при 20 °C. Оба материала представляют большой интерес в части адаптации их к

условиям послойного синтеза. Если сплав ВЖ159 оптимален как структурностабильный и, благодаря отличной свариваемости, является наиболее технологичным материалом для процесса СЛС, то ЭП648 востребован именно как наиболее знакомый конструкторам материал, что должно облегчить освоение новой технологии в производстве.

При этом основной задачей является не просто разработка комплексных режимов селективного лазерного сплавления для указанных сплавов. Для полноценного внедрения материалов необходимо всестороннее исследование особенностей формирования синтезированных материалов в условиях сверхбыстрой кристаллизации при синтезе в защитной среде, а также последующей эволюции структуры, фазового состава и механических характеристик в зависимости от термического воздействия, включая длительные выдержки при рабочих температурах. Тем более, по данным материалам, даже произведенным по классическим технологиям, данных по фазовому составу, опубликованных в открытой печати, крайне мало.

Для статорных деталей и узлов, работающих в наиболее горячих зонах газотурбинного двигателя (жаровых труб камер сгорания, экранов, кожухи, и др.), необходимы жаропрочные сплавы с большей рабочей температурой. В традиционном производстве их изготавливают из свариваемых деформируемых жаростойких сплавов, преимущественно из листового проката. Отдельные гомогенные сплавы на основе никеля с твердорастворным упрочнением имеют рабочую температуру до 1100 °С. Однако на современном уровне развития ГТД этого недостаточно, и проблема повышения рабочей температуры гомогенных листовых сплавов решается применением химико-термической обработки: высокотемпературного азотирования [112-115]. Дополнительное упрочнение обеспечивается за счет образования равномерно распределенных мелкодисперсных термодинамически стабильных нитридов [116], формирующихся по всему объему детали за счет реакции диффундирующих вглубь металла атомов азота с компонентами сплава. Благодаря высокой термической стабильности нитридов рабочая температура такого материала приближается к

температуре плавления γ -матрицы [117]. Основы создания таких материалов заложены работами известных ученых в области физической химии и материаловедения: Ю.М. Лахтина, С.С. Кипарисова, Ю.В. Левинского, Л.Г. Петровой, В.Б. Латышева, S.K. Srivastava [118-123]. В данное время серийно освоены в рамках классического производства три марки свариваемых жаростойких деформируемых сплавов, упрочняемых внутренним азотированием: ВЖ155 и ВЖ171 (разработки ВИАМ) на основе системы Ni-Co-Cr-W, и HAYNES® NS-163 (Haynes International inc.) на основе Co-Fe-Cr-Ni [122, 123]. Все эти материалы предназначены для изготовления деталей с ограничением толщины сечений до ~ 2 мм. Однако среди материалов, предназначенных для синтеза методом СЛС, подобных сплавов нет. Для технологии селективного лазерного сплавления такой материал представляет чрезвычайный интерес в части изготовления деталей жаровых труб и камеры сгорания в целом. Основной вопрос для данного материала заключается в необходимости последующей длительной высокотемпературной обработки – азотирования. При этом синтез в среде азота может приводить к некоторому росту содержания растворенного в металле азота, появлению нитридов объеме металла уже на стадии СЛС, что может влиять на кинетику процесса образования нитридов при ХТО. Данные особенности материала требуют проведения полноценных углубленных исследований.

1.7.2 Литейные сплавы в селективном лазерном сплавлении

Выращивание рабочих и сопловых лопаток ГТД методом СЛС – идея, лежащая на поверхности. Особенности технологии потенциально позволяют реализовать новые, сверхсложные системы охлаждения внутренней полости для рабочих и сопловых лопаток. Это и «многостеночная» конструкция пера лопатки, и интегрированный (агрегированный) дефлектор. Реализация таких подходов в рамках литья по выплавляемым моделям связано с проблемами прессования стержней сверхсложной геометрии, их надежной фиксации в керамической форме и т.п. [124]. Однако потенциальная возможность «печати» лопатки заданной геометрии еще не означает соответствие ее ресурсных характеристик требуемым. Литейные сплавы, применяемые для литья лопаток, преимущественно относятся к несвариваемым сваркой плавлением.

Наиболее жаропрочные современные литейные сплавы на основе никеля содержат до 70, а на основе интерметаллида Ni_3Al до 90-95% γ' -фазы, что, по сложившемуся мнению, делает их непригодными для технологии СЛС. По крайней мере, на стандартном оборудовании с максимальной температурой подогрева платформы построения 200-250°C. Даже при работе с менее легированными литейными жаропрочными сплавами на никелевой основе CM247LC, MAR-M-200, Hastelloy X зарубежные исследователи сталкиваются с проблемами в части образования трещин [22, 74, 125, 126]. Для решения этой проблемы предлагается применение специальных стратегий сканирования при самых малых толщинах наносимого порошкового слоя.

Необходимо отметить большой объем исследований литейных сплавов применительно к процессам послойного нанесения, проведенных за рубежом. Работы в части технологий селективного лазерного сплавления и технологии лазерной наплавки и ее вариаций в основном сосредоточены на материалах

CM247LC [127-132], CMSX-4®[133-137], MAR-M247 [138-140], IN100 [140-142], IN738LC [143-150], K418 [151], René 142 [152-154], René 80 [155] и René N5 [156-158].

Наглядно оценить склонность к образованию трещин отечественных материалов и зарубежных сплавов можно по диаграмме свариваемости (рис. 1.5), построенной с использованием данных [157, 159, 160]. Как видно из рис. 1.5, наиболее востребованные для технологии СЛС свариваемые сплавы лежат в нижней правой области диаграммы. Относительно новый для процесса СЛС материал In939, хоть и является литейным, тем не менее, относится к ограниченно свариваемым. При оптимальном режиме синтеза детали из него можно производить по данной технологии без опасности образования трещин в объеме основного металла и по периферии (контурам). Материалы, отнесенные в соответствии с данной диаграммой к проблемным для сварки, уже крайне сложны в части разработки режимов экспонирования для стандартных, не оборудованных дополнительными системами подогрева установок СЛС [160]. К этому классу относится большинство материалов, исследованных зарубежными коллективами.

Большинство же отечественных литейных сплавов, а также сплавы In100 и CMSX4, относятся к несвариваемым сваркой плавлением и считаются непригодными для СЛС-технологии. Основной объем зарубежных исследований применительно к таким материалам сосредоточен на ремонтных технологиях, лишь отчасти родственные технологии СЛС. В частности, это метод сканирующей лазерной эпитаксии (SLE), направленный на получение относительно тонких слоев при ремонте литых лопаток из одноименного материала. На примере сплавов CMSX-4 и René N5 показана возможность получения плотного материала без трещин при нанесении на одноименные литые монокристаллические заготовки [133-137, 140-142]. Условия охлаждения в данной опытной технологии весьма близки к условиям технологии СЛС, обеспечиваемым серийным оборудованием. Полноценных же работ в части получения методом именно селективного

лазерного сплавления плотных бездефектных заготовок или деталей из подобных материалов не было найдено.

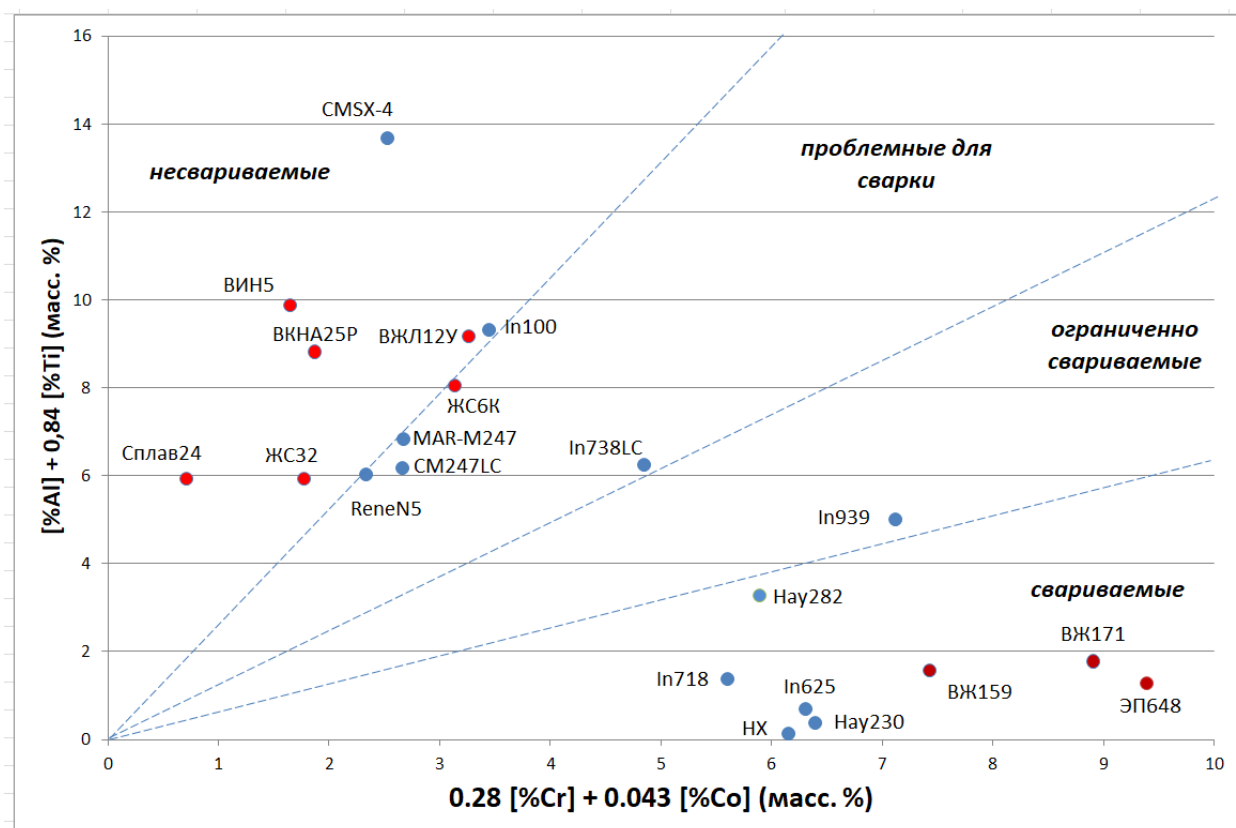


Рисунок 1.5 – Диаграмма свариваемости жаропрочных никелевых сплавов (построена с использованием данных [157, 159, 160])

Проблемы литейных сплавов применительно к технологии СЛС обусловлены тремя основными факторами: их функциональным легированием (большим количеством γ' -фазы), спецификой их применения в виде исходного материала – мелкодисперсного порошка и особенностями самой технологии.

Очевидно, что исходное сырье для литья и послойного лазерного синтеза кардинально отличаются. Шихтовая заготовка литейных жаропрочных сплавов в обоих случаях имеет жесткое ограничение по содержанию цветных и газовых примесей, как правило, на уровне не более 0,001 % масс. Однако, из-за особенностей оборудования для газоструйного распыления максимально достижимая глубина вакуума при плавлении металла составляет 6–7 Па. Большая удельная поверхность частиц распыленного порошка, контакт с большими объемами газа приводят к интенсивному поглощению кислорода (в меньшей

степени азота) из распыляющего инертного газа. Соответственно, полученный порошковый материал, аналогичный литой шихтовой заготовке по содержанию цветных примесей, серы и фосфора, имеет на порядок более высокое содержание газовых примесей. Проведение процесса СЛС в контролируемой среде (для литейных сплавов, как правило, применяется аргон) дополнительно увеличивает содержание газовых примесей в синтезированном металле.

Исходное качество порошка оказывает большое влияние на плотность получаемого послойным синтезом материала. Например, в исследовании [149] показан значительный разброс удельной плотности трещин в синтезированных заготовках для различных использованных партий порошка. Там же установлено, что появление несплошностей в синтезированном материале связано с повышенным содержанием кислорода в порошке, окислением в процессе синтеза, обуславливающим ухудшение смачиваемости расплавом «соседних» треков.

Главной проблемой для литейных сплавов при СЛС является трещинообразование, вызываемое высоким уровнем кристаллизационных напряжений. Цикличность смены интенсивного нагрева и охлаждения, сверхбыстрая кристаллизация определяют сложнонапряженное состояние материала [161].

При послойном синтезе никелевых литейных жаропрочных сплавов реализуются сразу несколько механизмов растрескивания. Это т.н. горячее растрескивание, связанное с микроликвационными явлениями и выражающееся в появлении трещин по границам кристаллитов. Растрескивание в процессе старения в результате выделения хрупких фаз. Такие трещины относят к холодным. Вторичное растрескивание – релаксация напряжений при механическом воздействии: абразивной резке и электроэрозионной обработке.

Для снижения напряжений при лазерном синтезе гомогенных и слабостареющих сплавов (например, системы Co-Cr-Mo) применяют дискретные или «островковые» алгоритмы экспонирования. Однако для литейных сплавов такой подход оказался неэффективным [74, 129]. Для уменьшения количества

трещин зарубежными исследователями разработаны опытные «фрактальные» алгоритмы экспонирования [131] для лабораторных установок, проводятся исследования в части применения повторного сканирования [133, 162]. Отмечается, что зарождение большей части трещин связано с присутствием по границам зерен частиц оксидов Al_2O_3 , смесей оксидов WO_2 и SiO_2 [74, 131]. Очевидно, одной лишь стратегией экспонирования решить проблему образования трещин в литейных сплавах при СЛС невозможно.

Ключевая проблема – величина плотности энергии. Зарубежными исследователями отмечено, что для литейных сплавов не только недостаток, но и превышение плотности энергии над некоей оптимальной величиной приводит к снижению плотности (сплошности) получаемого материала [133, 147].

В целом необходимо отметить, что вопрос лазерного синтеза рабочих лопаток, а, следовательно, разработки комплексных технологий СЛС для литейных жаропрочных сплавов, крайне актуален. Если замещение монокристаллического литья напрямую представляется маловероятным, то создание полнофункциональных образцов лопаток, хоть и с ограниченным ресурсом, крайне востребовано в части отработки конструктивных решений и проведения термометрирования на рабочих режимах двигателя.

1.8 Вопросы повторного применения оборотных порошков

Для технологии СЛС, как и любой другой, при выходе на серию едва ли не главным вопросом становится экономическая эффективность, во многом определяемая полнотой использования порошкового материала. В [163] показано,

что стоимость порошка может составлять до 46% стоимости напечатанной детали, при этом в процессе печати используется в основном менее 5% от загружаемого в оборудование порошкового материала [164]. При освоении и внедрении разработанных технологий СЛС в серийном производстве на моторостроительных заводах наиболее остро проявляется проблема вовлечения оборотных порошков.

Необходимое количество порошкового материала для процесса СЛС определяется высотой самой габаритной выращиваемой детали. Соответственно, для минимизации издержек целесообразно максимально плотное заполнение плиты построения деталями с многократным, до полного исчерпания за исключением отсевов, использованием всего оборотного порошка. В таком ключе теоретически можно обеспечить коэффициент использования материала на уровне 0,9-0,95. Однако сложившееся благодаря публикациям в популярных изданиях мнение о возможности «бесконечного» использования оборотного порошка не имеет под собой научных оснований. Системных исследований или статистических данных по этому направлению практически нет, а регламенты NASA [165] и Honeywell [164] напрямую запрещают применение оборотных порошков на основе титана и алюминия в производстве. Тем не менее, задачи вовлечения оборотных порошков остаются, однако стандартизованных отраслевых регламентов для этого не существует [164]. Даже плотность заполнения плиты построения деталями является дискуссионной. Не установлены единые механизмы загрязнения оборотных порошков и деградации синтезированного материала при их применении не только для отдельных основ или систем легирования, но даже для конкретных марок материалов.

Оборотный порошковый материал при печати находится в контакте с продуктами кипения ванны расплава, послойно подвергаясь такому загрязнению. Перегрев расплава связан с точечным подведением тепла и составляет по данным моделирования и лабораторных опытов температуру ванны расплава можно оценить на уровне 2000 [166] - 2500°C [167, 168]. Экспериментальные системы мониторинга процесса [169] подтверждают приведенные значения. Для многих сплавов такие температуры соответствуют температуре кипения. Как и в процессе

сварки плавлением, происходит не только частичное испарение металла, но и выброс многочисленных скрапин, визуально это идентифицируется как специфический факел [170]. Отдельные исследователи объясняют его наличие гидродинамикой расплава [171, 172]. Наиболее информативные схемы формирования факела приведены в [173, 174], из них видно (рис. 1.6), что помимо плазменного облака, конденсирующихся частиц металлического пара факел – это еще и выбрасываемые частицы исходного порошка.

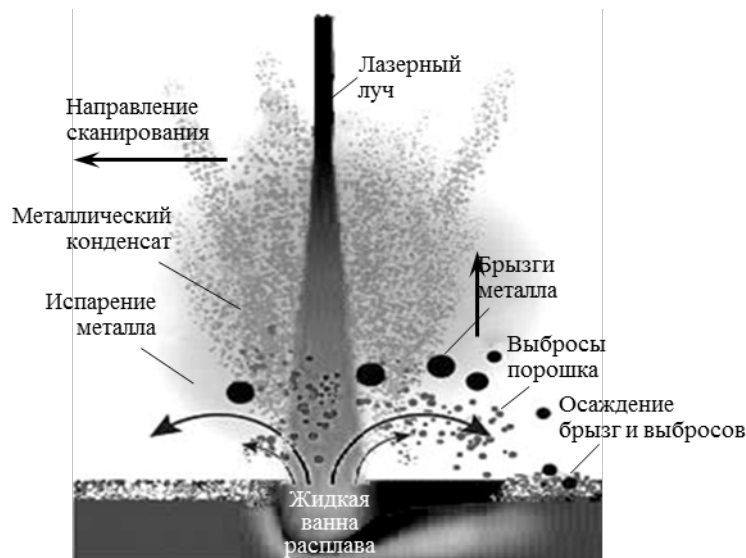


Рисунок 1.6 – Схема образования выбросов и металлического конденсата в процессе экспонирования сечения [173]

Исследователи [175] попытались классифицировать продукты кипения расплава на три составляющих. Причиной их образования обозначены эффект отдачи при схлопывании ванны под действием сил поверхностного натяжения, тепловой эффект и эффект Марангони. На наш взгляд, работа [172] предлагает более адекватную классификацию: вследствие мгновенного тепловложения часть фрагментов расплава охлаждается в свободном падении (это сферические частицы), часть – при соударении с порошковой массой (это неправильной формы агломераты). Третий класс частиц – это гранулы исходного порошка, выброшенные микровзрывами паров металла, что соответствует данным исследования [176]. В исследованиях [170, 171] даже предприняты попытки количественно оценить распределение частиц указанных классов. Величина «вылета», или разброса таких

частиц в соответствии с [177, 178] невелика, т.е. они осаждаются непосредственно возле факела.

В [172] появление крупных фрагментов связывается с взрывом паров металла при их соприкосновении с окружающим порошком, более мелкие скрапины образуются при резком изменении величины поверхностного натяжения расплава при охлаждении.

Для исследования процессов формирования факела привлекают наиболее современные методы [178-184], большой объем работ выполнен и в части разработки математических моделей процесса кипения микрокапель расплава [11, 171, 185-188]. Величина тепловложения напрямую влияет на количество образующихся скрапин и интенсивность испарения металла [175, 183]. Однако в сравнении с повышением энергетического вложения еще большее влияние на количество образующихся скрапин имеет скорость штриховки [172, 183]. В [175, 189] показано, что образующиеся частицы скрапин могут пять-шесть раз превосходить максимальный размер частиц рабочего диапазона применяемого порошка. Попадание частиц выбросов в экспонируемое сечение может стать причиной появления крупных несплошностей [175, 191]. В [178] показано, что сплавление на поверхности сечения крупных окисленных скрапин порождает образование локальные искажения поверхности (бугорки или вспучивания), наследуемые и через сотни слоев. Образующиеся при этом довольно большие несплавления – потенциальные очаги коррозионных повреждений при эксплуатации напечатанных изделий [191].

В [170, 185] установлено, что основное направление «разброса» частиц совпадает с направлением движения лазерного луча. Существенное влияние на зону разлета частиц могут оказывать: изменение направления штриховки относительно направления газового потока системы обдува области построения и изменение его интенсивности [170, 192]. Указанные факторы должны сказываться на зональности загрязнения в пределах зоны построения.

Авторами [193] проведено исследование влияния процессов нанесения порошкового материала и обдува зоны построения на интенсивность образования

скрапин и их локализации по зоне построения. Критерием оценки авторами принята шероховатость образцов после завершения процесса экспонирования. Установлено увеличение шероховатости от 14,2 у входного до 28 мкм у выходного сопла. Влияния направления нанесения порошка при этом не выявлено. В [173, 170] в области с меньшей скоростью потока установлено осаждение вторичных частиц (фрагментов расплава) размерами до 500 мкм. Однако там же показано, что даже при высокой скорости потока обдува траектории разброса частиц определяются преимущественно их начальным импульсом.

Однако влияние процесса кипения расплава не ограничивается только зональным загрязнением зоны построения вторичными частицами. Так, в исследовании [173] установлено совокупное влияние потока обдува и направления штриховки (при их совпадении), выражающееся в увеличении ширины ванны расплава. Данное явление объясняется авторами диссипацией энергии лазерного луча в облаке металлического пара. Похожие данные показаны и в [70] при синтезе коррозионностойкой стали 316L: при совпадении движения лазера и направления потока обдува зоны построения глубина трека уменьшается на 33%. Ширина при этом остается без изменений.

Таким образом, литературные данные однозначно свидетельствуют о негативном воздействии продуктов кипения расплава на структуру и морфологию поверхности синтезированного металла, а также о наличии зональности такого воздействия, связанного с расположением деталей и образцов относительно направления обдува зоны построения.

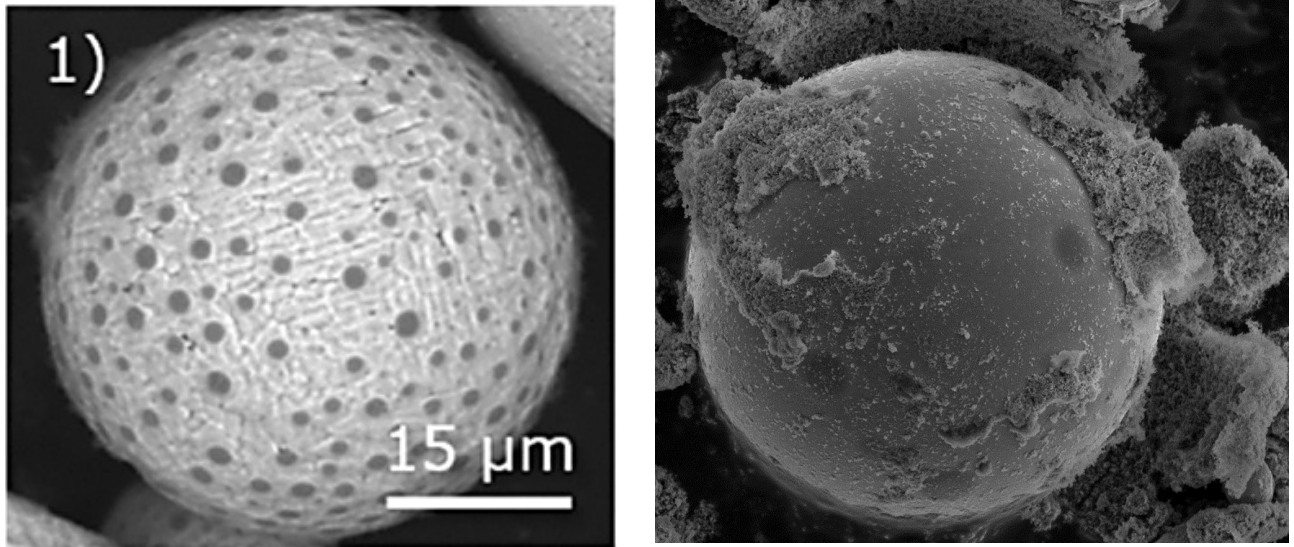
В работах [183, 185, 194] констатируется вывод: для уменьшения количества скрапин целесообразно снизить тепловложение, что обеспечит повышение плотности получаемых. Но, очевидно, такие корректировки режима сплавления возможны только в исследовательских целях. Серийный режим представляет собой замороженный технологический процесс, изначально разработанный для минимизации времени экспонирования. Представляется целесообразным проведение исследований в части оценки загрязнения оборотных порошков и деградации синтезированного материала именно для серийных режимов синтеза.

Дополнительно надо отметить, что указанные зависимости количества выбросов (брызг) от плотности энергии приведены в описанных исследованиях только для основного металла, хотя представляется очевидным, что различия плотности энергии при экспонировании поддерживающих структур или элементов, формирующих поверхность, также должны сказываться на интенсивности разбрызгивания. Однако, исследований в данном направлении практически не проводится.

1.9 Окисление продуктов кипения ванны расплава

В процессе СЛС в защитной среде (азоте или аргоне) всегда присутствуют примеси кислорода даже в случае предварительного вакуумирования рабочей камеры. Соответственно, с учетом большой эффективной поверхности, практически мгновенное окисление образующихся брызг металла и металлического конденсата неизбежно. Так, Чжан и др. в работе [195] установили, что окисление алюминия возможно даже в среде высокочистого аргона (99,9999% Ar) при синтезе сплава Inconel 718, при том, что парциальное давление кислорода находилось ниже порогового значения по диаграмме Эллингема (10^{-58} атм на диаграмме Эллингема). В исследовании [195] установлено, что образование оксидных плен Al_2O_3 и Cr_2O_3 при сплавлении порошков материалов типа Inconel 718 будет происходить даже при использовании самых чистых технических защитных газов. Работа [196] показывает, что порог окисления элементов Al, Cr, Fe и Ti в сплаве Inconel 718 достигается при величинах разрежения, типичных для традиционных технологий вакуумной плавки и литья, или электроннолучевой сварки. Попадание окисленных фрагментов в плоскость

сплавляемого сечения и в оборотный порошок не может не оказывать влияния на структуру и свойства получаемых методом СЛС изделий.



a

б

Рисунок 1.7 – Микроструктура поверхности частиц выбросов: (*a*) очаговое окисление [189] и (*б*) кластеры наночастиц на поверхности гранулы [192]

Скрапины [197,198] сами интенсивно окисляются (рис. 1.7*a*), кроме того, металлический пар осаждается на поверхности таких частиц в виде хлопьев, представляющих собой оксиды элементов, входящих в состав сплавляемого материала (рис. 1.7*б*). В работе [189] при синтезе сплава In718 на частицах скрапин обнаружены кластеры наночастиц, содержащих в основном хром. В исследовании [192] показано, что металлический конденсат при сплавлении коррозионностойкой стали 304L содержит в своем составе почти все основные легирующие элементы. Авторами [182] показано, что интенсивность испарения металла связана в основном с температурой перегрева ванны расплава, природой защитной среды установлена. Определенное влияние оказывает и температура подогрева платформы построения, поскольку именно от нее во многом зависит температура циркулирующей защитной среды.

1.10 Изменение технологических характеристик и уровня газовых примесей в оборотных порошках

Кипение расплава и образование многочисленных скрапин приводит к укрупнению оборотных порошков в процессе СЛС, что подтверждается данными [199]: укрупнение на каждом последующем старте показано для коррозионностойкой стали 17-4РН и кобальт-хромового сплава. В работе [200] при работе на оборотных порошках при многократном использовании показано увеличение содержания в порошке сплава In718 в соответствии с формулой выражением $y=0.0001x+0.0167$, (где 0,0167 (%) – исходное количество кислорода, x – номер цикла использования). На титановом порошке сплава Ti6-4 теми же исследователями показан прирост содержания кислорода на 300 ppm за десять циклов построения. К сожалению, данных по геометрии сплавляемых образцов, площади заполнения плиты построения данное исследование не содержит. Исследованием [201] установлено, что при синтезе сплавов AlSi10Mg, Scalmalloy и Inconel 718 на оборудовании SLM Solutions 280B отмечается укрупнение оборотного порошка. Сам процесс укрупнения в [201] авторы объясняют отсевом агломерирующих в процессе СЛС мелких частиц порошка. Все рассмотренные работы отмечают повышение характеристик текучести для оборотных порошков различных основ, также улучшается и насыпная плотность, что можно, помимо укрупнения, связать и с действием послойной просушки на плите построения при нанесении.

Исследование [202], напротив, свидетельствует о неизменности как характеристик обратного порошкового материала, так и синтезированного металла – мартенситностареющей стали 1.2709: пористость и шероховатость поверхности полученных образцов остались неизменными после 11 циклов сплавления. Всего в

каждом цикле изготавливались три квадратных образца размером 10x10x10 мм на плите построения размером 250×250 мм. Однако даже сами авторы склонились к слишком малой площади сплавляемых образцов и относительно площади плиты построения, т.е. к слишком ничтожному воздействию на оборотный порошок. Результаты [202], тем не менее, подтверждают значимость параметра плотности заполнения платформы построения.

1.11 Известные методики оценки загрязнения оборотных порошков и экспонируемых сечений. Влияние применения оборотных порошков на механические характеристики синтезированных материалов

Известные исследования, связанные с разработкой методик или подходов по исследованию особенностей загрязнения на свойства синтезированного металла, технологических характеристик оборотного порошка можно разделить на две основные группы. К первой можно отнести исследование влияния скрапин на механические характеристики, структурные особенности синтезированного материала (пористость, несплавления) и/или шероховатость отдельных поверхностей синтезированных заготовок. К второй – опробованные исследователями подходы и инженерные решения для определения влияния ключевых параметров процесса и положения сплавляемых заготовок на плите построения, включая нанесение порошкового материала, обдув зоны построения и т.д.

В первой группе исследователи преимущественно ограничиваются изготовлением фиксированного количества образцов с заданным количеством циклов использования порошка. После чего происходит оценка негативного

влияния загрязнения порошка на механические свойства или пористость получаемого металла. Получаемые результаты часто разнятся. В [203] говорится, что применение оборотного порошка сплава Inconel 718 до четырнадцати циклов не влияет на прочностные характеристики, твердость сплава при сохранении примерно на одном уровне пористости получаемого материала. В исследовании [200] установлено, что после 42 циклов использования оборотного порошка сплавов In718 и Ti-6-4 значительно повышаются прочностные характеристики при снижении пластических примерно на треть. В [204] исследовано влияние шестнадцати циклов применения оборотного порошка жаропрочного сплава ВЖ159 на ползучесть при температуре 800 °С, кратковременную прочность при нормальной температуре, а также сплошность синтезированного металла. Исследования проводились на идентичном наборе из горизонтальных образцов и модельной сложнопрофильной заготовке. Авторами не выявлено никаких изменений механических свойств, показано лишь некоторое увеличение среднего размера пор. шероховатости (кроме увеличения среднего размера пор) авторами не выявлено. К минусам проведенных исследований нужно отнести позиционирование всех образцов только в одной части плиты построения и изменение площади сечений по высоте построения, что предопределяет различия в части подачи порошкового материала в начале и конце серии циклов построения.

Работы второй группы представлены оригинальными методиками. В работе [173] при помощи ультразвукового сканирования исследовано воздействие обдува на распределение скрапин по зоне построения. Исследования проведены в части фиксации количества налипших скрапин (в особенности крупных) на свободных поверхностях синтезированных образцов по направлению газового потока и формирующихся в результате этого дефектов строения. Исследователи в работе [177] предложили способ сбора скрапин из зоны построения при наложении на порошковый слой стальной пластинки с вырезом в форме сечения 3D-модели. Все частицы, оседающих на поверхности пластины, иначе говоря, в зоне построения, собирали после завершения печати каждого слоя и отдельно исследовали.

Исследования влияния плотности заполнения плиты построения на уровень загрязнения оборотного порошка стали 304L проведены в [205]. Плиту построения заполняли группами квадратных с долей заполнения плиты построения от 12,5 до 75%. Количество образцов в зависимости от размера составляло 11x11, 9x9, 7x7 или 5x5. С ростом плотности заполнения показано увеличение количества скрапин в оборотном порошковом материале. Причем авторами реализована оригинальная методика оценки их количества. Из-за сниженной относительно газораспыленного порошка скорости охлаждения скрапин, они содержат δ -феррит, увеличение количества которого и является индикатором количества скрапин.

В работе [203] исследовали деградацию синтезированного металла после четырнадцати циклов печати на оборотном материале на примере ударной вязкости. Исследования проведены на идентичных группах горизонтально ориентированных образцов. Исследования по методу Шарпи показали разброс значений в пределах точности метода.

Особо интересны исследования в части попыток восстановления оборотных порошков разбавлением, а также работы, где свежий порошковый материал вносился только для компенсации потерь. Например, в работе [178] исследована наработка порошка алюминиевого сплава AlSi10Mg в течение пяти тысяч машиночасов, при этом внесение свежего материала проводили только в количестве, достаточном для компенсации потерь в процессе построения для каждого последующего старта. Методика проведения работы, к сожалению, не содержит данных о количестве сплавляемых за старт заготовок, их положения на плите построения, результатов испытаний механических свойств. В качестве результатов исследований приведены лишь данные по увеличению количества скрапин в оборотном порошке и приросту толщины окисных плёнок. На практике полученные данные, по сути, не применимы. В исследовании [191] сделана попытка сравнить два подхода по работе с оборотными порошками. В первом случае для исходной небольшой партии порошка проводится только компенсация потерь на построение, а во втором изначально формируется большая однородная партия порошка, для которой задается конкретное число циклов использования.

Интересны приведенные авторами расчеты для первого варианта: компенсация потерь на построение приведет к полной замене частиц порошка исходной загрузки через тридцать пять стартов. Проблемой данной работы являются критерии оценки через характеристики обеспечения производства (потребление электричества, сред, отведение газов и прочее), а не через оценку структурных или механических характеристик синтезированного металла.

В ряде работ приводятся данные по влиянию применения оборотных порошков на механические характеристик, однако описания методик в них или отсутствуют или приведены не полностью. Результаты этих работ также отличаются: в исследованиях [175] и [164] для сплавов Co-Cr и Alloy 718 соответственно не установлено негативных последствий применения оборотных порошков в части структуры и механических свойств полученного металла. В работах [178] и [200] напротив, показана деградация механических характеристик при повторном применении порошков на примере коррозионностойкой стали AISI 316L и силумина DMLS-AlSi10Mg_200C соответственно. Противоположные выводы, сделанные различными исследователями, вероятно, свидетельствуют о некорректности применяемых методик, включая выбор самих типов, количества и положения печатаемых образцов, оцениваемых характеристик применительно к синтезированному материалу. Так авторы [175] справедливо замечают, что практически все работы, связанные с исследованием воздействия цикличности применения оборотных порошков оперируют именно количеством циклов его использования, однако единовременного построение одного или ста образцов в обоих случаях является циклом построения, при этом очевидно, что воздействие на оборотных порошок будет кардинально различным. Такой подход явно некорректен. Адекватная методика оценки загрязнения оборотного порошка требует комплексного учета базовых параметров: плотности заполнения плиты построения (соотношения объемов и площадей), формы образцов, энерго-скоростных параметров экспонирования и времени воздействия теплового источника на порошок, массы загружаемого порошка и т.д. [175].

Можно заключить, что критерии определения степени деградации оборотных порошков и синтезированного металла до настоящего момента не выбраны, не разработаны репрезентативные типы образцов, способных имитировать реальное загрязнение при синтезе изделий, не говоря уже о создании методики прогнозирования загрязнения оборотных порошков применительно к серийному производству.

Выводы к главе 1:

Различные взгляды на физическую природу возникновения ячеек при кристаллизации, а также явные противоречия при ее объяснении посредством нелинейной самоорганизации (нестабильностью Бенара), требуют проведения более углубленных исследований в части природы формирования ячеек, разработки физической модели формирования ячеистой структуры трека, механизмов эпитаксиального роста ячеек при частичном оплавлении предыдущего слоя / соседнего трека.

Малые выборки по зарубежным материалам одной основы не позволяют определить единых закономерностей влияния подводимой энергии на плотность синтезированного металла. Найти решение можно при разработке режимов сплавления достаточного набора материалов на одной или близких основах и близкими оптическими и реологическими характеристиками расплавов.

Образования зеренной структуры в процессе термической (газостатической) обработки недостаточно изучено, в том числе, в зависимости от изменения основных параметров режима экспонирования основного металла: скорости движения лазера и величины перекрытия треков.

Имеющиеся исследования в части эпитаксиального роста, обострения или нивелирования текстур, формирование внутренних напряжений, как и реализация механизмов рекристаллизации, формирование границ зерен после термического воздействия в зависимости от примененных стратегий и параметров синтеза неполны. Полученные на отдельных марках материалов, часто экзотических, они

не позволяют перейти к описанию единых механизмов формирования тонкой структуры трека и текстурных особенностей синтезированного материала. Показанные в зарубежных исследованиях специфические текстуры требуют полноценных исследований и объяснения причин их появления, которые могут стать основой физической модели кристаллизации в процессе СЛС.

Исследования в части разработки отечественных синтезированных материалов целесообразно сосредоточить на классе свариваемых жаростойких сплавов с рабочими температурами до 1000°C в массивных сечениях и до 1100-1200 °C – в тонких. Слабо изучено направление литейных и интерметаллидных материалов для процесса СЛС, представляющих большой интерес в плане создания материалов с рабочими температурами до 1200 °C в массивных сечениях.

Литературные данные однозначно свидетельствуют о негативном воздействии продуктов кипения расплава на структуру и морфологию поверхности синтезированного металла, а также о наличии зональности такого воздействия, связанного с расположением деталей и образцов относительно направления обдува зоны построения, однако не установлены единые механизмы загрязнения обратных порошков и деградации синтезированного материала при их применении не только для отдельных основ или систем легирования, но даже для конкретных марок материалов. Опубликованные работы носят спорадический характер, отрывочны, а приведенные методические подходы в них не дают возможность однозначно трактовать результаты даже применительно к конкретному материалу, не говоря уже о выявлении единых закономерностей.

Необходимо определить и описать однозначные критерии оценки степени деградации структуры и механических свойств синтезированного металла и обратных порошков с учетом цикличности их использования.

Глава 2. Физическая модель формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления

2.1 Природа ячеистой структуры и возможности управления температурным градиентом при селективном лазерном сплавлении

Процесс селективного лазерного сплавления ни по температурным градиентам, ни по скорости кристаллизации (10^5 - 10^6 К/с) не является уникальным. Относительно экзотические процессы спиннингования или экстракции висящей капли расплава обеспечивают еще более высокие скорости кристаллизации в сравнении с СЛС. Схожим по динамике охлаждения является процесс распыления расплава струей инертного газа, т.е. получение исходного порошка для процесса СЛС. В зависимости от размера исходных фрагментов расплава для формирующихся частиц порошка изменяется скорость их кристаллизации: что влияет и на структуру частиц: ячеистую для наиболее дисперсных и тонкодендритную для более крупных гранул. Такое изменение структуры объясняется не действием конвективных потоков, а с позиций классических представлений о теории затвердевания многокомпонентных расплавов.

Основным отличием при кристаллизации ванны расплава в процессе СЛС и частицы порошка при атомизации [206] является выраженный теплоотвод, т.е. формирование градиента температур в направлении подложки. Дополнительно на структуру влияет последовательный переплав соседних треков по сложному алгоритму [207]. Плавление порошковой массы лазерным лучом – это микрометаллургический процесс. Закономерности кристаллизации для ванны расплава во многом родственны и литью в охлаждаемый металлический кокиль. Поскольку формирование ванны расплава является следствием полного плавления порошкового материала и последующей кристаллизации, т.е. является микрометаллургическим процессом, наиболее логичным объяснением ячеистой

структуры трека представляется именно концентрационное переохлаждение. Соответственно, морфология ячеек должна определяться скоростью охлаждения расплава. Подтверждением этому служит следующий эксперимент, связанный с изменением интенсивности теплоотвода. Образцы жаропрочного сплава ЖС32 были получены методом СЛС по следующим схемам: на стальной плите построения без подогрева (рис. 2.1а) и с подогревом до 200°С (рис. 2.1б); на закладном элементе с резьбой (литой монокристаллической подложке с кристаллографической ориентацией <001>) с подогревом платформы построения до 200°С (рис. 2.1в), а также на аналогичном закладном элементе с применением дополнительной теплоизоляции резьбовой части и образующих (рис. 2.1г) [208].

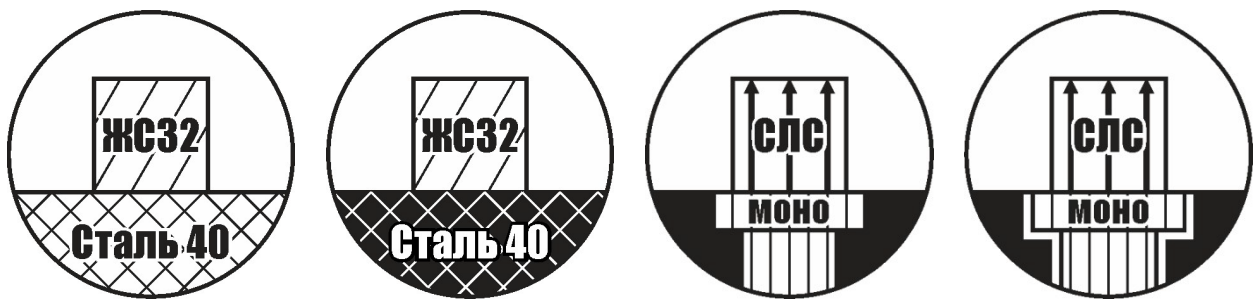


Рисунок 2.1 – Схемы изготовления образцов сплава ЖС32 методом СЛС на плите построения без подогрева (а), с подогревом до 200°С (б), на литом закладном элементе с КГО <001> с подогревом до 200°С (в), то же с применением теплоизоляции резьбовой части и образующих (г)

Микроструктурными исследованиями подтверждено, что морфология ячеек изменяется в соответствии с классическим представлением об эволюции ячеистой структуры [48] (рис. 2.2д). Без подогрева платформы построения форма ячеек является почти равносной (рис. 2.2а), слегка ограненной. При синтезе с подогревом до 200 °С ячейки приобретают октетную (рис. 2.2б) или крестообразную (рис. 2.2в) форму (последнее – при синтезе на закладном элементе). При теплоизоляции резьбовых зазоров закладного элемента при той же температуре подогрева в структуре наблюдается образование тонких дендритов с выраженными осями второго порядка (рис. 2.2г).

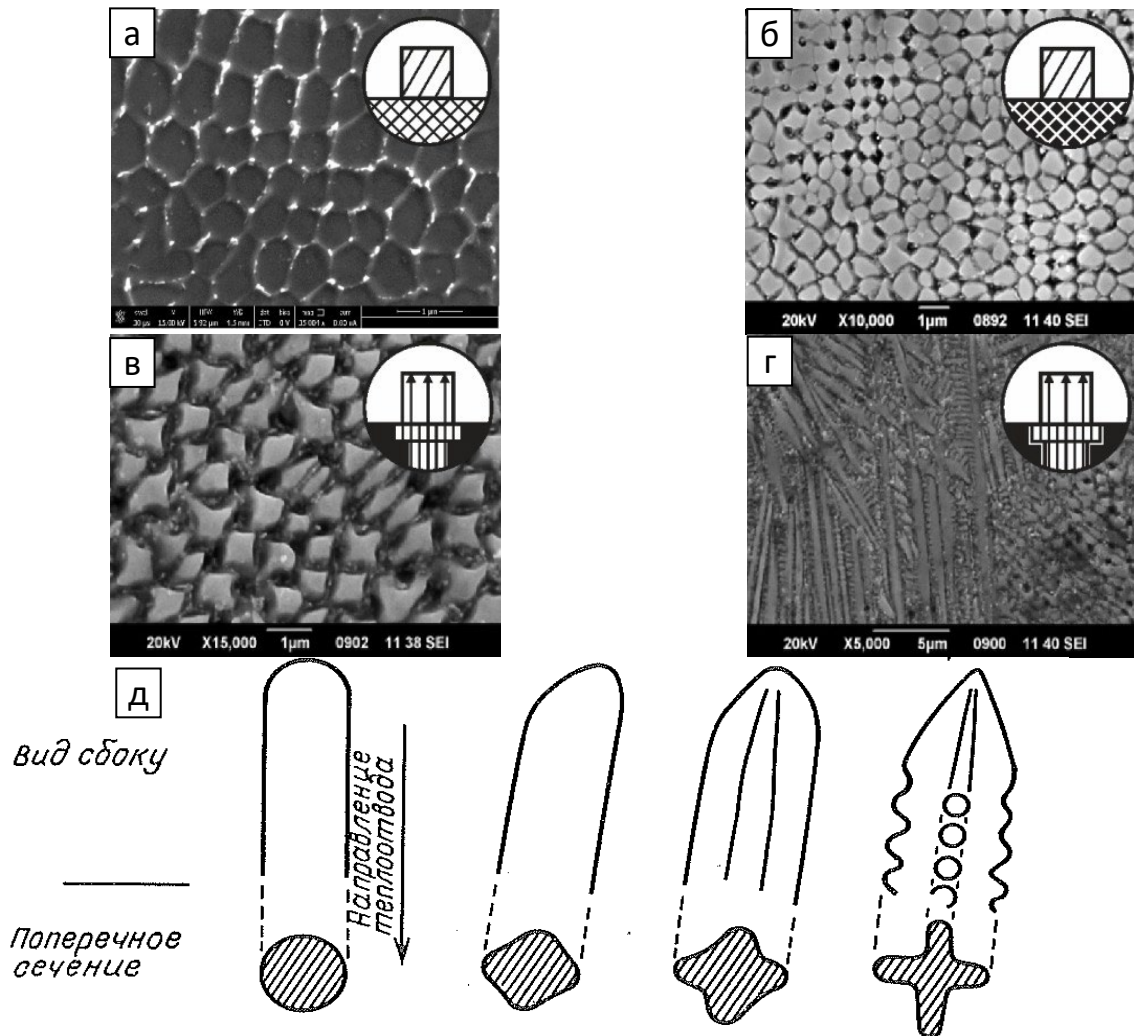


Рисунок 2.2 – Микроструктура образцов сплава ЖС32, полученных методом СЛС непосредственно на стальной плите построения без подогрева (а), с подогревом до 200°C (б), на литых закладных элементах из сплава ЖС32 с подогревом до 200°C без теплоизоляции (в), с теплоизоляцией резьбовой части и образующих (г) и соответствующие схемы эволюции ячеистой структуры (д), приведенные в работе [48]

В литературе [24, 25, 66, 209] можно встретить разделение отдельных зон тонкой структуры трека по форме ячеек (равноосные, столбчатые и т.п.). Однако, на наш взгляд, это не вполне правильно. Выраженный теплоотвод и большой температурный градиент – неизбежные следствия исключительной локальности подведения тепла при СЛС. При этом образование зон с равноосными или вытянутыми ячейками должно сопровождаться образованием новой поверхности раздела в жидкости, что увеличивает свободную энергию системы. Присоединение

же атомов в виде агрегатов или кластеров к имеющейся поверхности (подложка стальной плиты, предыдущий сплавленный слой) – напротив, уменьшает ее. При частичном смачивании, как в случае сплавления жаропрочного материала на конструкционной стали, работа образования зародыша уменьшается, а при абсолютной смачиваемости, как при сплавлении жаропрочного сплава поверх предыдущего одноименного слоя, равна нулю. Для степени переохлаждения, соответствующей условиям СЛС, процесс нуклеации протекает в соответствии с механизмом ориентированного присоединения кристаллических зародышей [210, 211], что связано с увеличением времени появления зародышей критического размера [212]. Соответственно, в условиях процесса СЛС появление протяженных, или столбчатых, ячеек, формирующихся по механизму ориентированного нарастания (эпитаксии) с использованием кристаллографических ориентровок наиболее благоприятных с точки зрения теплоотоода кристаллитов, являются не только энергетически более выгодными, чем формирование равноосного зерна, но и единственно возможными [208].

При этом, можно с достаточной уверенностью предполагать, что процесс нуклеации реализуется именно за счет смачиваемости, минуя паровую фазу. Не смотря на высокие температуры перегрева ванны расплава, соответствующие интенсивному испарению, по крайней мере, отдельных компонентов сплава, процесс кристаллизации начинается от образующей трека, т.е. от зон с минимальной температурой. По данным моделирования температурных полей [42, 45, 52] температура на дне ванны не превышает температуры плавления материала. Об этом же свидетельствует и практически полное отсутствие зоны термического влияния, ширина которой не превышает 1 мкм (рис. 2.3). Можно с уверенностью предполагать, что кристаллизация начинается в условиях тиксотропии (твёрдо-жидком состоянии) границы раздела ванны расплава и предыдущего слоя / трека.

Соответственно, представляется обоснованным утверждение: все ячейки, формирующие тонкую структуру трека, образованы по механизму эпитаксии. Т.е., являются столбчатыми, а их форма и размеры – лишь проекции поперечного сечения в зависимости от плоскости шлифа.

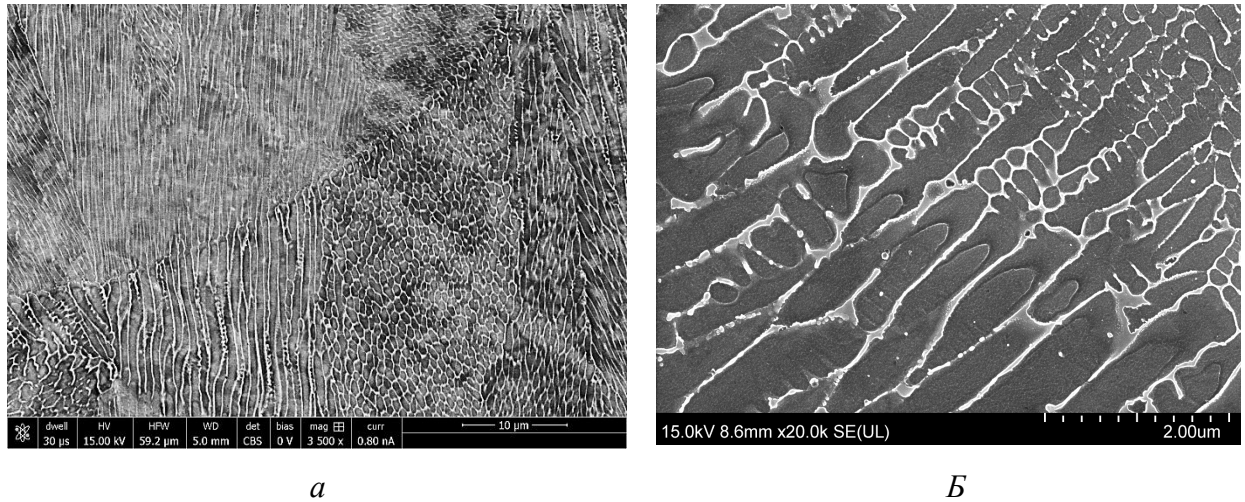


Рисунок 2.3 – Микроструктура образцов сплава ВЖ159 (а) и ВЖЛ12У (в) в зоне наложения треков

Данное предположение подтверждает исследование дефектов и различных артефактов биметаллических синтезированных методом СЛС материалов. Например, полученного при сплавлении МПК сплава ВЖЛ12У на предварительно синтезированной тем же методом подложке из сплава ВЖ159. Материалы значительно отличаются по химическому составу, в особенности по хрому, но имеют близкие температуры плавления.

При исследовании переходной зоны выявляется переходная зона, травление в которой идет отлично от гомогенных участков обоих материалов. Это вызвано образованием локальной гальванопары в зоне неполного перемешивания ввиду отличия химического состава. При этом травление происходит селективно: объем ячеек растравливается, а обогащенные хромом границы сохраняются в виде ажурного каркаса (белые участки на рис. 2.4). Селективное вытравливание формирует топологические неровности шлифа. Такое «объемное» травление позволяет оценить морфологию ячеек в нескольких плоскостях. При исследовании структуры видно, как вытяженные ячейки, обрываясь на волнистом микрорельефе, выглядят равноосными или продолговатыми (рис. 2.4,а). Дефекты строения также показательны для исследования изменения формы (а точнее, графического плоскостного ее отображения) ячеек: от продолговатых на дне газовой поры, до практически равноосной в плоскости шлифа (рис. 2.4б).

Приведенные исследования подтверждают, что не зависимо от видимой в плоскости шлифа формы, все ячейки, формирующие кристаллиты, являются столбчатыми. Их поперечный размер обусловлено скоростью охлаждения, а продольный – размером кристаллита.

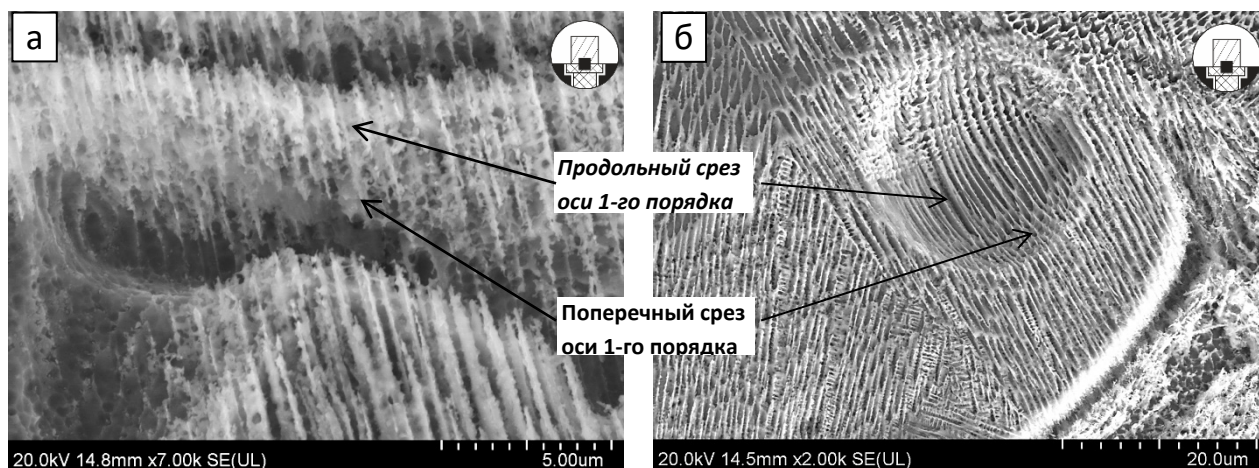


Рисунок 2.4 – Фотографии микроструктур переходной зоны образцов сплава ВЖЛ12У, нанесенного на подложку из сплава ВЖ159: зона смещения (а) и газовая пора в материале ВЖЛ12У (б) после глубокого селективного электрохимического травления

Один из главных доводов зарубежных исследователей в пользу конвективной природы ячеек – микроликвация легирующих элементов по сечению ячейки, объясняемая нестабильностью Бенара. Однако микроликвация по сечению дендритов при литье в керамические формы или кокили объясняется изменением состава жидкой и твердой фаз при кристаллизации, т.е. процессом концентрационного переохлаждения. Для твердой фазы, т.е. оси дендрита, в центре наблюдается максимальная концентрация элементов, повышающих температуру плавления основы сплава. Для никеля – это вольфрам, рений и кобальт. Все прочие элементы снижают температуру плавления никеля, и их концентрация от центра к периферии увеличивается. Для подтверждения аналогичности процессов кристаллизации при СЛС и в большой металлургии проведено исследование методом ПЭМ распределения элементов по сечению ячеек синтезированного сплава ЖС32, содержащего помимо кобальта и вольфрама еще и около 4% рения. Кривые распределения приведены на рис. 2.5. Количественная оценка проведена

усреднением набора измерений по нескольким ячейкам. Для определения средних арифметических значений по длине профилей выбиралось одинаковое количество точек анализа с учетом пропорционального соотношения длин получаемых профилей (поскольку анализируемые ячейки имели не идентичные размеры поперечного сечения). Средние арифметические представляли собой линейное усреднение по одиннадцати анализируемым точкам в виде функции полиномов четвертой, полученные при обработке данных по девяти произвольно выбранным ячейкам кристаллизации.

Анализ полученных результатов (рис.2.5) показывает их полное соответствие нормальному закону кристаллизации. Так, для элементов основы (Co, Ni) и элементов, повышающих температуру плавления основы (Re,W), видная явная тенденция к снижению концентрации на периферии ячеек. Для снижающих температуру плавления основы элементов концентрация к периферии ячейки повышается. Для вольфрама, хрома, тантала и ниобия это связано еще и с их участием в образовании карбидов. Наиболее яркой иллюстрацией служит распределение алюминия. Содержание его на периферии ячейки почти на 1% больше, чем в центральной области. Поскольку алюминий в значимых количествах не входит в состав карбидов, на самой границе ячейки содержание его вновь резко уменьшается. Полученные данные хорошо согласуются с результатами исследований микроликвации в ячейках синтезированного жаропрочного сплава ЖС6К [213]. Значительные колебания содержания алюминия при линейном анализе также объяснимы. Несмотря на высокие скорости охлаждения, для данного сплава в процессе послойного синтеза протекает распад твердого раствора с образованием субмикронных частиц γ' -фазы (рис. 2.6), как установлено в [214]. Значительные флуктуации распределения элементов (и алюминия в частности) по плоскости сечения ячейки можно объяснить различным содержанием элементов в γ' -фазе и γ -твердом растворе.

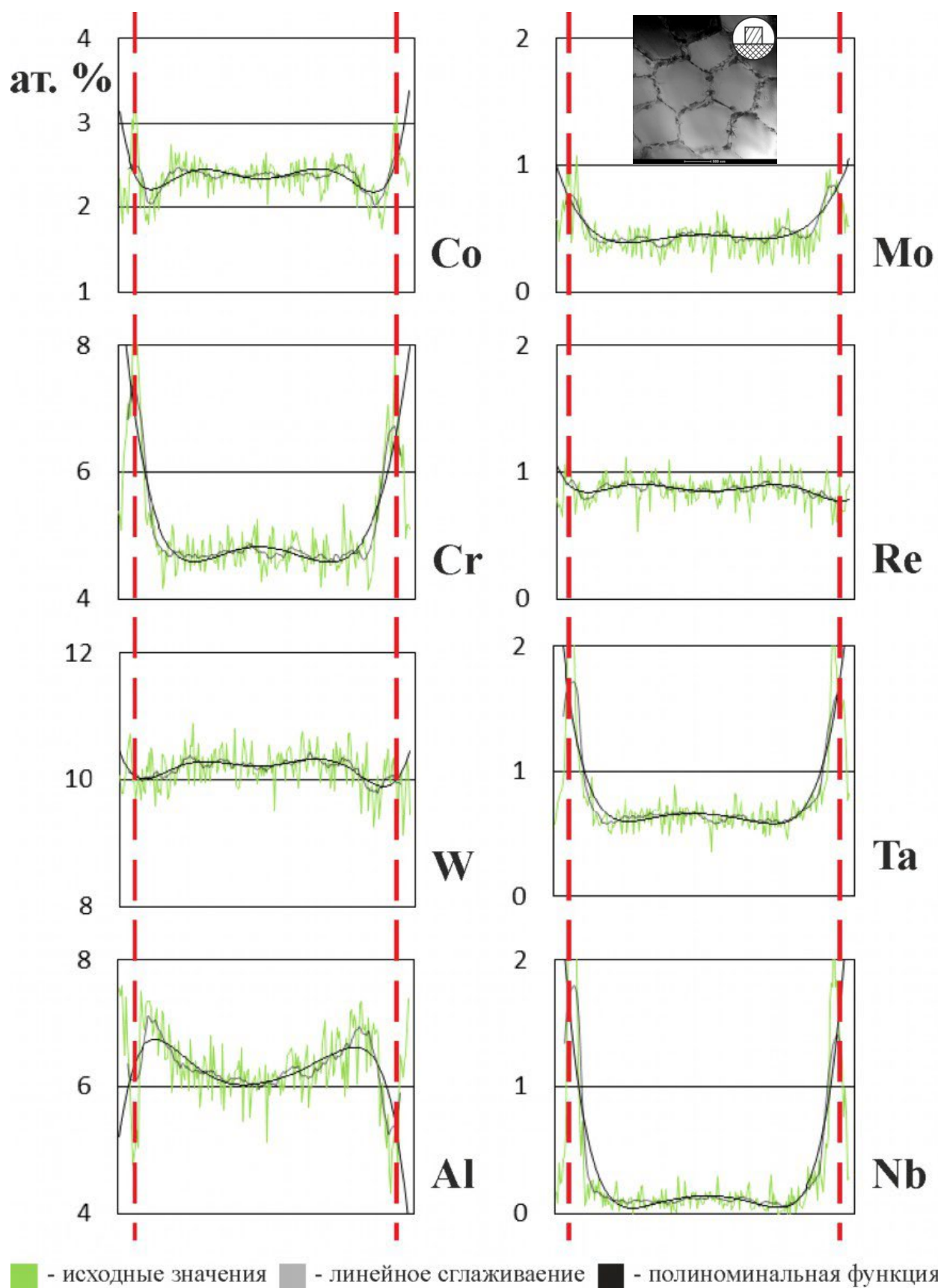


Рисунок 2.5 – Усредненные профили распределения элементов по сечению ячейки (на вклейке: ячейчатая структура трека, полученного на сплаве ЖС32 без подогрева (ПЭМ))

Таким образом, изложенные данные однозначно подтверждают, что причиной формирования ячеек в процессе СЛС является именно концентрационное переохлаждение (изменение состава в соответствии с диаграммами состояния), а не конвективные процессы.

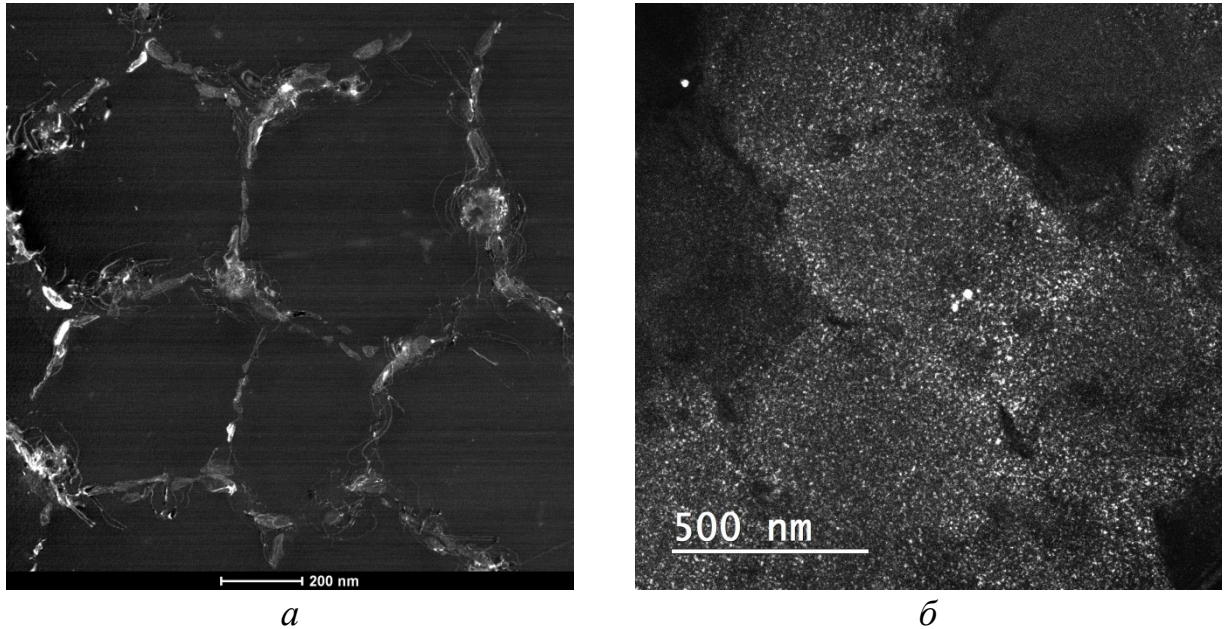


Рисунок 2.6 – Ячеистая структура синтезированного сплава ЖС6К после СЛС: а) темнопольное STEM изображение границ ячеек; б) темнопольное ТЕМ изображение γ' -фазы в ячейках [43]

2.2 Эпитаксиальный рост и механизм передачи кристаллографической ориентации в процессе сверхбыстрой кристаллизации

Преобладание эпитаксиального роста ячеек в процессе послойного лазерного синтеза отмечается во многих публикациях [28, 44, 66, 83, 125, 215-219]. Формирование обнаруживаемой для большинства исследованных материалов выраженной текстуры связывается именно с эпитаксиальным ростом.

Наиболее точные данные для определения основного фактора, определяющего формирование тонкой структуры трека, получены при исследовании переходных

зон при сплавлении разнородных материалов. Так, зоны транскристаллизации, т.е. области сквозного прорастания ячеек из материала подложки в нанесенный материал через зону смешения (рис. 2.7а,б), обнаружены при синтезе сплава ВЖЛ12У на подложке из синтезированного сплава ВЖ159. При этом зоны неполного смешения, частичная слоистость материала подтверждена исследованием распределения элементов вдоль линии, перпендикулярной границе двух материалов. Эти зоны легко идентифицируются (рис. 2.7в) ввиду значительной разницы в содержании хрома, титана и кобальта (Ti и Co отсутствуют в сплаве ВЖ159).

На рис. 2.7б видно наличие групп протяженных одинаково ориентированных столбчатых ячеек (кристаллитов) в областях слоистого изменения химического состава. Т.е. зоны транскристаллизации присутствуют в этих областях, как и в гомогенном материале. Довольно значительные колебания химического состава в зонах неполного смешения двух материалов, определяющие наличие выраженного рельефа травления, существенно не влияют на эпитаксиальный рост. В то же время, наблюдаемые в переходной зоне застывшие вихревые течения металла по своей форме хорошо согласуются с приведенными в работах [42, 220, 221] данными моделированию конвективных течений в ванне расплава.

Приведенные данные показывают, что эпитаксиальный рост ячеек и гидродинамические процессы, связанные с движением расплава при формировании трека, – процессы, не связанные друг с другом напрямую. В качестве аналогичного примера можно привести процесс из классической металлургии: интенсивность заливки металла в изложницу не оказывает влияния на структуру слитка. Скорость и температура заливки металла влияют только на локализацию и форму усадочной раковины и дисперсность дендритов, само же строение слитка остается всегда одинаковым. Оно определяется геометрией изложницы и интенсивностью теплоотвода, а возникающие турбулентные потоки при изменении параметров заливки металла, его массы, влияния не оказывают.

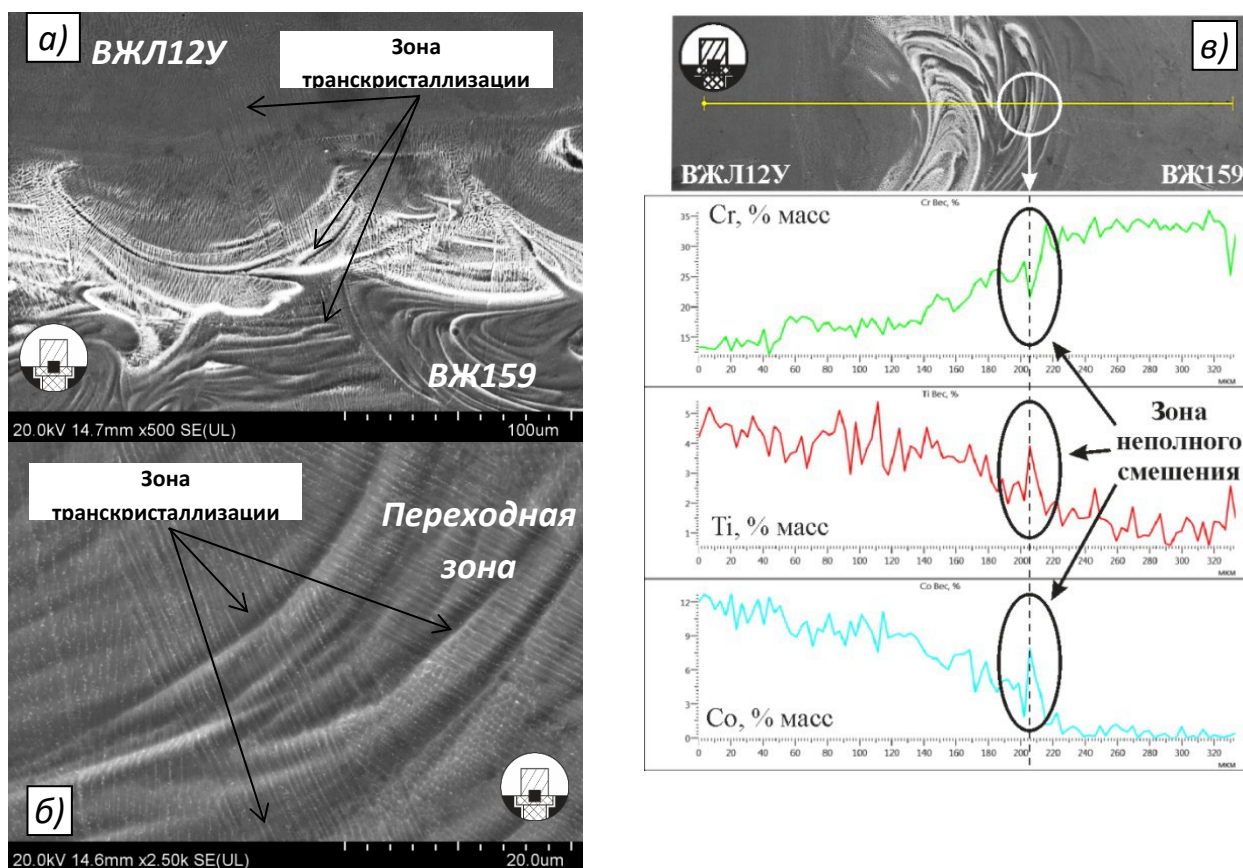


Рисунок 2.7 – Микроструктура переходной зоны образцов сплава ВЖЛ12У, нанесенного на подложку из сплава ВЖ159, в зоне смешения после электролитного травления (а, б) и профили распределения элементов Cr, Ti, Co вдоль линии измерения (h – расстояние от начала измерений) в переходной зоне от сплава ВЖЛ12У к сплаву ВЖ159 (в кружке – зона неполного смешения)(в)

В подтверждение выше приведенного положения рассмотрим формирование трека с точки зрения гидродинамики процесса, сопровождающего движение лазерного луча при постоянных энергоскоростных параметрах. В таком ключе конвективные процессы в ванне расплава обусловлены градиентом концентраций, поверхностным натяжением, вязкостью расплава, подводимой плотностью энергии, которая определяет глубину проплавления, и самой скоростью движения лазера. Иными словами, формирование ячеек, как следствие термокапиллярной или термогравитационной конвекции, не должно зависеть от кристаллографической ориентации подложки, на которой происходит синтез. Однако в реальности наблюдается обратное.

Наглядно преимущественную роль эпитаксиального роста при формировании структуры трека можно наблюдать при синтезе сплава ЖС32 на литой одноименной монокристаллической подложке с КГО $\langle 001 \rangle$ (рис. 2.8а). В начальной стадии процесса, для первых четырех-пяти «слоев», передача ориентации ячеек происходит строго в направлении $\langle 001 \rangle$, даже при значительном прогибе профиля ванны расплава. Флуктуации, связанные с изменением рельефа свода треков, приводят к формированию паразитных кристаллитов, КГО которых отлична от изначально заданной монокристаллическим закладным элементом. Одним из главных факторов изменения ориентации нарастания кристаллитов является передача КГО не только осями первого, но и второго порядков или их зачатков (рис. 2.8б).

Преобладание ориентированного роста ячеек также подтверждается при исследовании артефактов стартовой зоны: границы с монокристаллической подложкой. Исследование проведено на примере т.н. экстратрека, представляющего собой углубленную ванну расплава (микропрожог подложки), образующуюся при торможении луча в пределах экспонируемого сечения при постоянной мощности (область II на рис. 2.9а,б) без специального компенсирующего режима (см. более подробно о режиме в работе [108]).

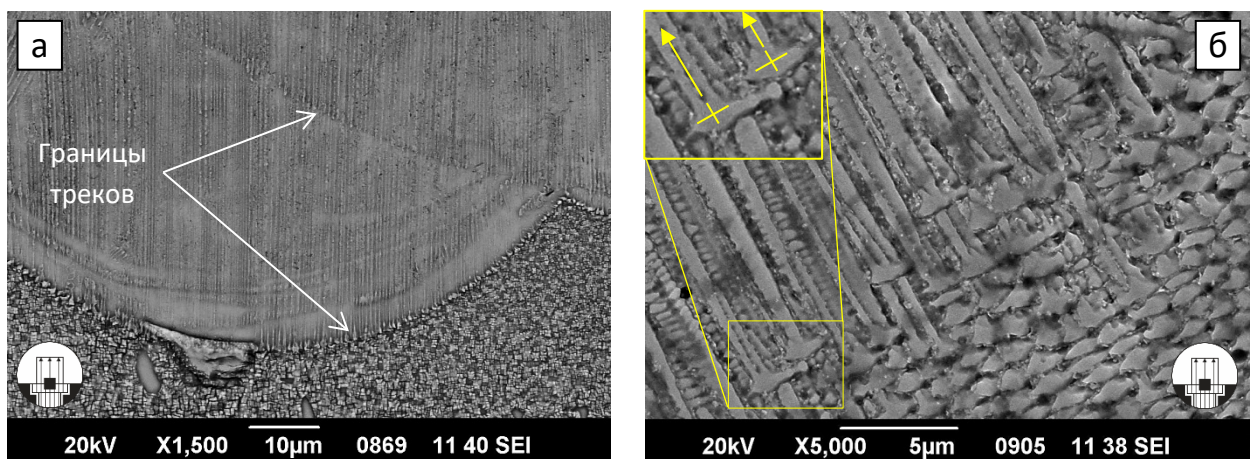


Рисунок 2.8 – Микроструктура синтезированного материала ЖС32, полученного на подложке литого сплава ЖС32 с заданной КГО $\langle 001 \rangle$:

(а) границы треков; (б) передача КГО осями 2-го порядка

Исследование поперечного сечения такого «экстратрека» показывает, что ориентированное нарастание столбчатых ячеек происходит не радиально, как при синтезе на поликристаллической подложке, а в соответствии с КГО подложки. В объеме «экстратрека» - в направлениях $[100]$, а в объеме соседних, «нормальных» по глубине и геометрии треков, – в направлении $[001]$. Также хорошо видно сохранение строгой передачи ориентации и при частичном оплавлении соседнего трека справа: по зачаткам осей второго порядка (рис. 2.9в).

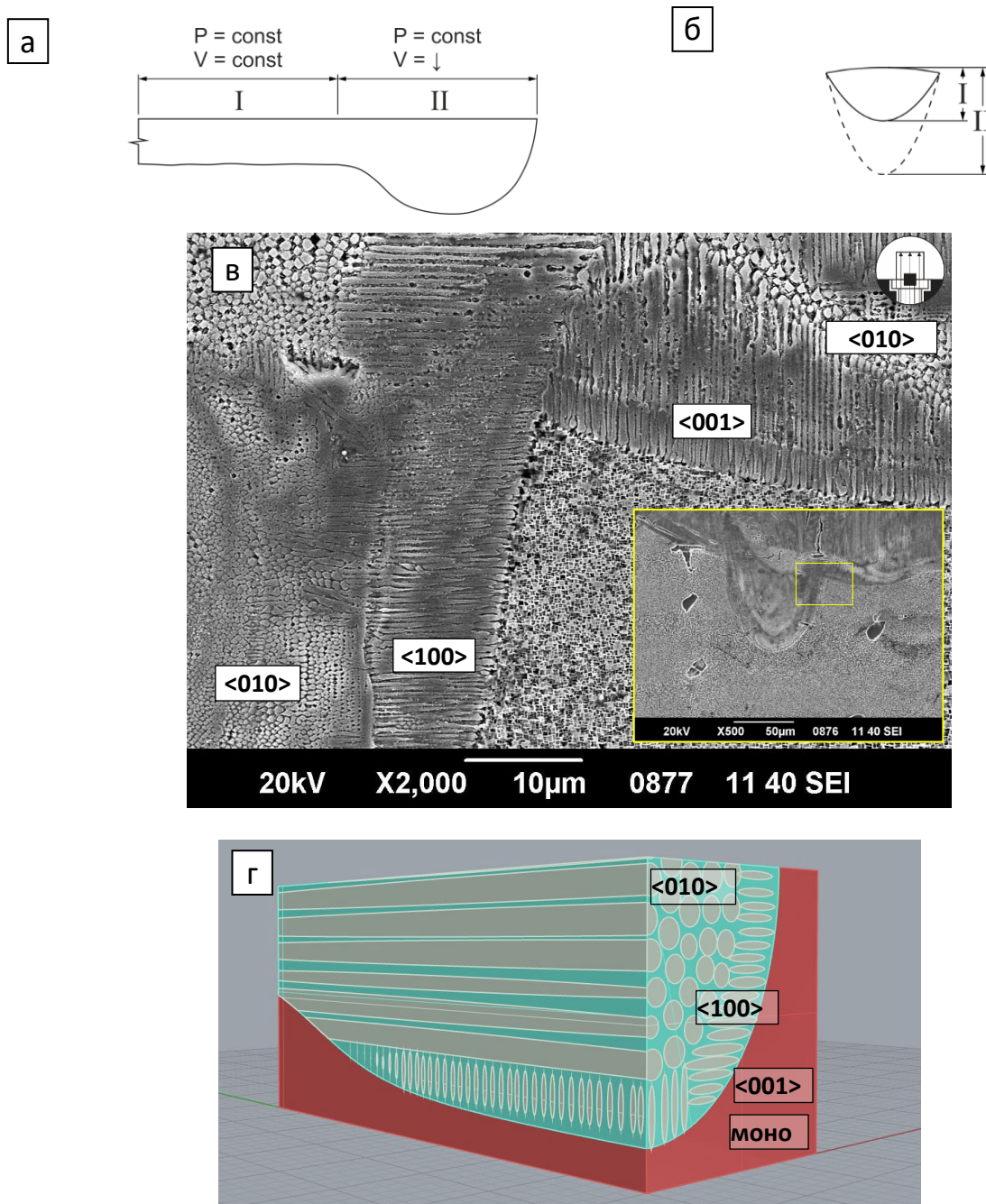


Рисунок 2.9 – Схемы формирования «экстратрека» в продольном (а) и поперечном (б) сечениях, а также микроструктура (в) и схема конкурентного роста ячеек экстратрека (г)

Кристаллиты, сформированные столбчатыми ячейками одной ориентировки, имеют ограниченную длину. Их рост прерывается такими же кристаллитами, ориентированными перпендикулярно плоскости шлифа: иначе говоря, ячейками, растущими в направлении $[010]$ (направлении движения лазера), как показано на схеме (рис. 2.9г). Описанный процесс соответствует конкурентному росту, аналогичному классической направленной кристаллизации в «большой» металлургии.

В периферийных областях (на границе, в верхней части трека) появление разориентированных кристаллитов обусловлено эпитаксиальным ростом ячеек в условиях радиального теплоотвода и изменения преимущественной благоприятной с точки зрения максимизации теплоотвода ориентации.

На рис. 2.10а приведена структура периферийной области трека, а на рис. 2.10б,в – схемы, иллюстрирующие механизм появления разориентированных кристаллитов.

Принимая во внимание, что СЛС по скоростям кристаллизации является пограничным процессом, для которого характерно образование и ячейистой и тонкодендритной структуры, далее условно рассматриваются оси первого и второго порядка дендритов и применительно к ячейистой, и применительно к тонкодендритной структуре. Для первой стадии эпитаксия реализуется в направлении $[001]$: КГО передается осями первого порядка, несмотря на изменение угла радиального теплоотвода. С увеличением доли бокового теплоотвода и достижением определенного «критического» значения угла передача КГО меняется на ортогональную, осями второго порядка. Размер или протяженность формирующегося кристаллита определяется линейной скоростью роста: нарастание ячеек с ориентацией $[001]$ прерывается столкновением с кристаллитом, ориентированным в направлении $[100]$. Формирование нового трека в следующем $(n+1)$ слое связано с частичным переплавом предыдущего слоя и повторением процесса ориентированного нарастания. Теперь передача ориентации $[001]$ участку нового трека в слое $n+1$ от n -слоя идет осями второго порядка кристаллита с

ориентацией $[100]$ и осями первого порядка кристаллита с ориентацией $[001]$. Соответственно, изменение ориентировки кристаллитов не связано с обязательным наличием каких-либо специфических центров кристаллизации, а обусловлено изменением благоприятного направления теплоотвода и передач КГО осями второго порядка. Подтверждающие такой процесс микроструктуры можно встретить во многих зарубежных публикациях [23-25].

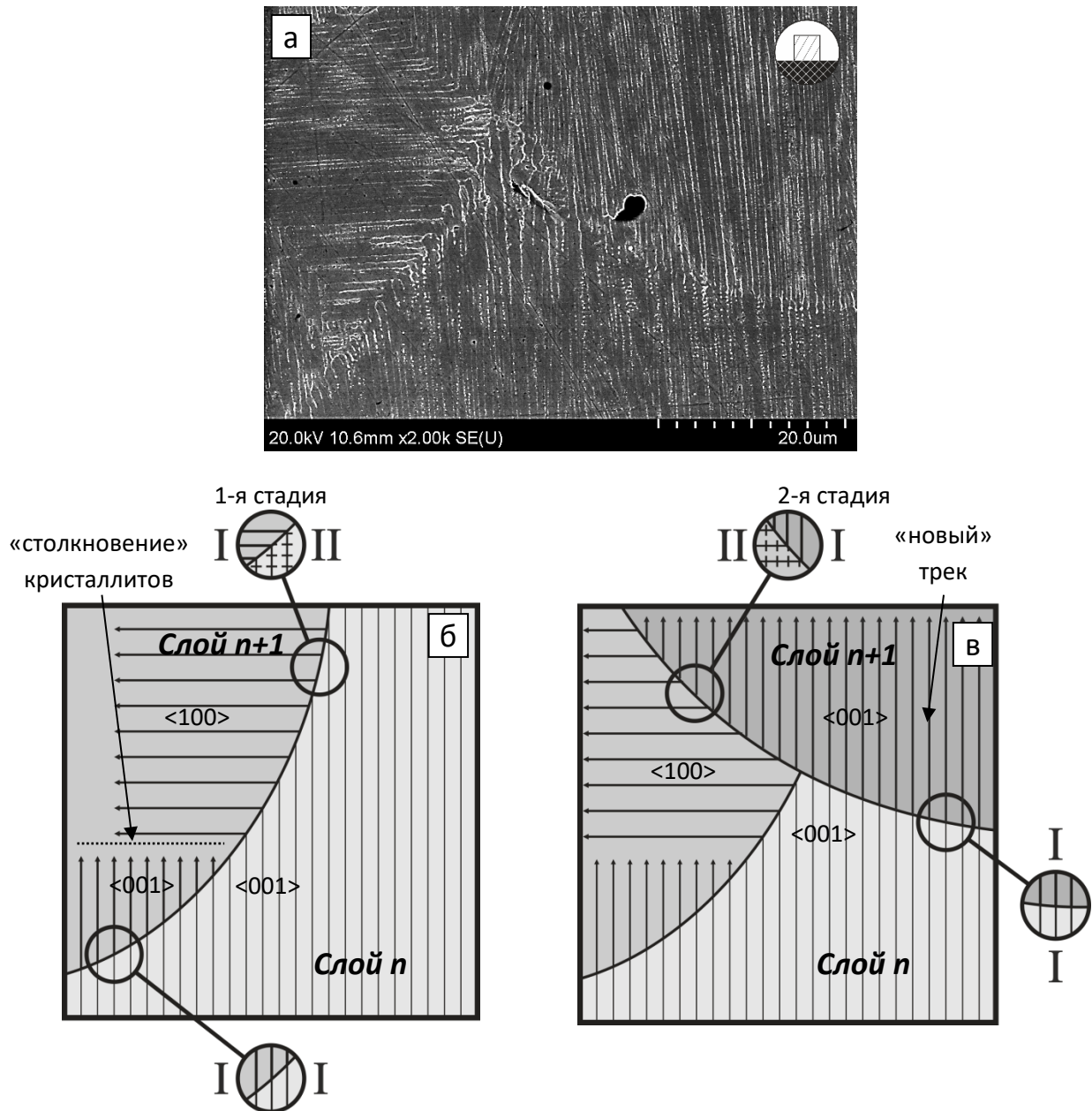


Рисунок 2.10 – Микроструктура периферии трека (а) и схемы конкурентного роста ячеек кристаллизации (б, в)

На рис. 2.11 приведены показательные в плане установления причин появления многочисленных разориентированных кристаллитов примеры структуры и соответствующих схем образования новых кристаллитов из фрагментов частично переплавленного трека. Рост радиально ориентированных кристаллитов (области темно-серого цвета на рис. 2.11б,в) с большим отклонением от оси Z (условно 101) прерывается в центральной области трека кристаллитами с большей линейной скоростью роста. При экспонировании следующего трека оба кристаллита, за исключением оконечностей, попадают в зону переплава (рис. 2.11б). Оставшиеся фрагменты служат источником двух основных КГО, одна из которых совпадает с предпочтительным радиальным направлением теплоотвода. Она реализуется в виде нового кристаллита с ортогональной ориентировкой ячеек осям первого порядка исходного фрагмента. Более того, передача КГО для всех фрагментов кристаллитов, попавших в зону переплава, реализуется передача КГО осями второго порядка (рис. 2.11в).

Соответственно, логично предположить, что хаотичная ориентировка кристаллитов определяется последовательным переплавом части закристаллизовавшегося трека и сменой направления ориентированного нарастания путем передачи ориентации осями первого или второго порядков в зависимости от благоприятного направления теплоотвода.

На основании проведенного анализа механизм формирования тонкой структуры трека представляется следующим. Ванна расплава контактирует с частично переплавленными краями трека в текущем слое и вершиной трека(ов) в предыдущем слое. Объем переплавляемого металла определяется плотностью энергии процесса и межтрековым расстоянием.

Очевидно, что подплавление ячеек соседних треков осуществляется по всей поверхности формирующегося трека, за исключением зоны контакта с газопорошковой смесью. Как ранее показано, формирование нового трека происходит в условиях абсолютной смачиваемости и нулевой работы образования зародыша, а само формирование ячеек при кристаллизации является следствием концентрационного переохлаждения. Соответственно, ориентированное

нарастание становится не просто энергетически выгодным, а единственно возможным в условиях высоких скоростей кристаллизации.

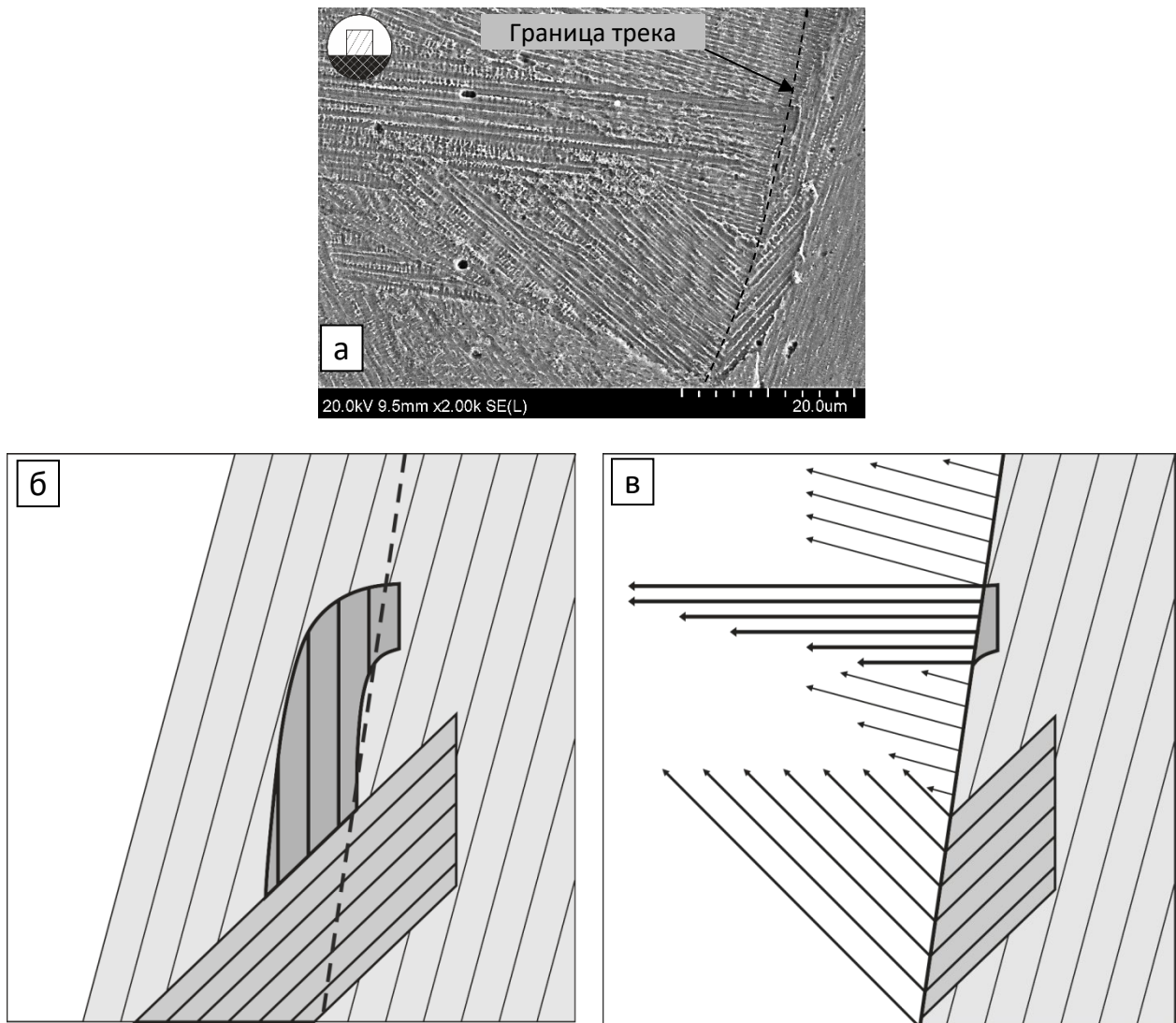


Рисунок 2.11 – Микроструктура соседних треков в пределах одного слоя (а) и схема роста ячеек (б, в): б – закристаллизовавшийся (n)-трек; в – эпитаксиальная кристаллизация (n+1)-трека

Передача ориентации новому кристаллиту происходит по направлению осей первого или второго порядков, а конкретное направление обусловлено максимальным градиентом температур. Радиальные направления теплоотвода определяются самой выгнутой формой трека. Если ориентировка осей ячеек фрагмента кристаллита соседнего трека соответствуют максимальному температурному градиенту, то обеспечиваются условия для максимальной

линейной скорости роста, т.е., для формирования наиболее протяженных и массивных кристаллитов.

Фактором разориентировки и фрагментации структуры трека является столкновение и частичное прораствание значительно разориентированных кристаллитов друг в друга. При экспонировании последующего трека могут образовываться многочисленные фрагменты кристаллитов, служащих источниками потенциальных предпочтительных КГО. В результате формируются многочисленные разориентированные кристаллиты, способствуя фрагментации тонкой структуры трека. Частичное оплавление кристаллитов с возможным вскрытием новых предпочтительных для теплоотвода ориентировок, а также изначальная возможность бинарной передачи ориентировки от ячеек предыдущего трека можно обозначить как процесс *стохастической бинаризации* ориентированного нарастания ячеек.

С большой долей уверенности можно полагать, что все видимые в плоскости шлифа ячейки, независимо от видимой морфологии, являются столбчатыми. Группы одинаково ориентированных ячеек представляют собой кристаллиты, сформировавшиеся в соответствии с механизмом стохастической бинаризации ориентированного нарастания. Видимая равноосная форма ячеек соответствует нормальному к плоскости шлифа расположению сечения, столбчатая – продольному, а продолговатая форма обусловлена ориентацией, отличной от плоскости шлифа и нормали к ней. КГО кристаллитов определяется соответствием благоприятного направления теплоотвода относительно профиля трека и поступательного движения фронта кристаллизации (вслед за лазерным лучом).

2.3 Влияние энерго-скоростных параметров селективного лазерного сплавления и стратегий экспонирования сечения на формирование текстуры и зеренное строение синтезированного материала

Для изучения влияния изменения условий эпитаксиального роста и уровня генерируемых напряжений в зависимости от стратегий экспонирования, скорости и межтрекового расстояния проведен комплекс исследований на свариваемом сплаве ВЖ159 при использовании процесса СЛС в среде азота [222]. Стратегии экспонирования были выбраны в соответствии со схемами, приведенными на рис. 2.12:

- сплошная сонаправленная, трек под треком, без смещения продольных осей, с поворотом на 90 град. на каждом последующем слое, далее именуемая «Х-У» (рис. 2.12а);

- шахматная, с ортогональной штриховкой соседних элементов при ширине элемента 5 мм, далее именуемая «шахматная» (рис. 2.12б);

- полосы, с поворотом на 67 град. на каждом последующем слое, при ширине полос 10 мм, далее именуемая «полосы» (рис. 2.12в).

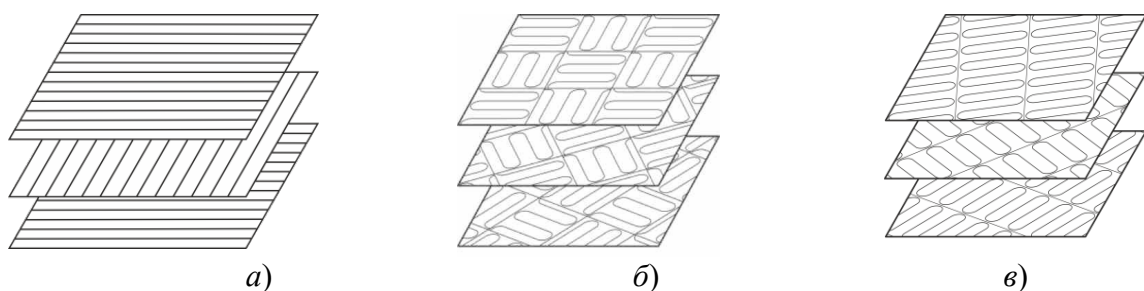


Рисунок 2.12 – Схемы экспонирования: а – Х-У; б – шахматная; в - полосы

Для всех исследованных стратегий плотность энергии была выбрана постоянной, в соответствии со стандартным режимом синтеза для материала ВЖ159-ПС, при обеспечении остаточной доли несплошностей не более 0,07 %.

При анализе прямых полюсных фигур (рис. 2.13) образцов сплава ВЖ159, синтезированных по исследованным стратегиям экспонирования установлено следующее.

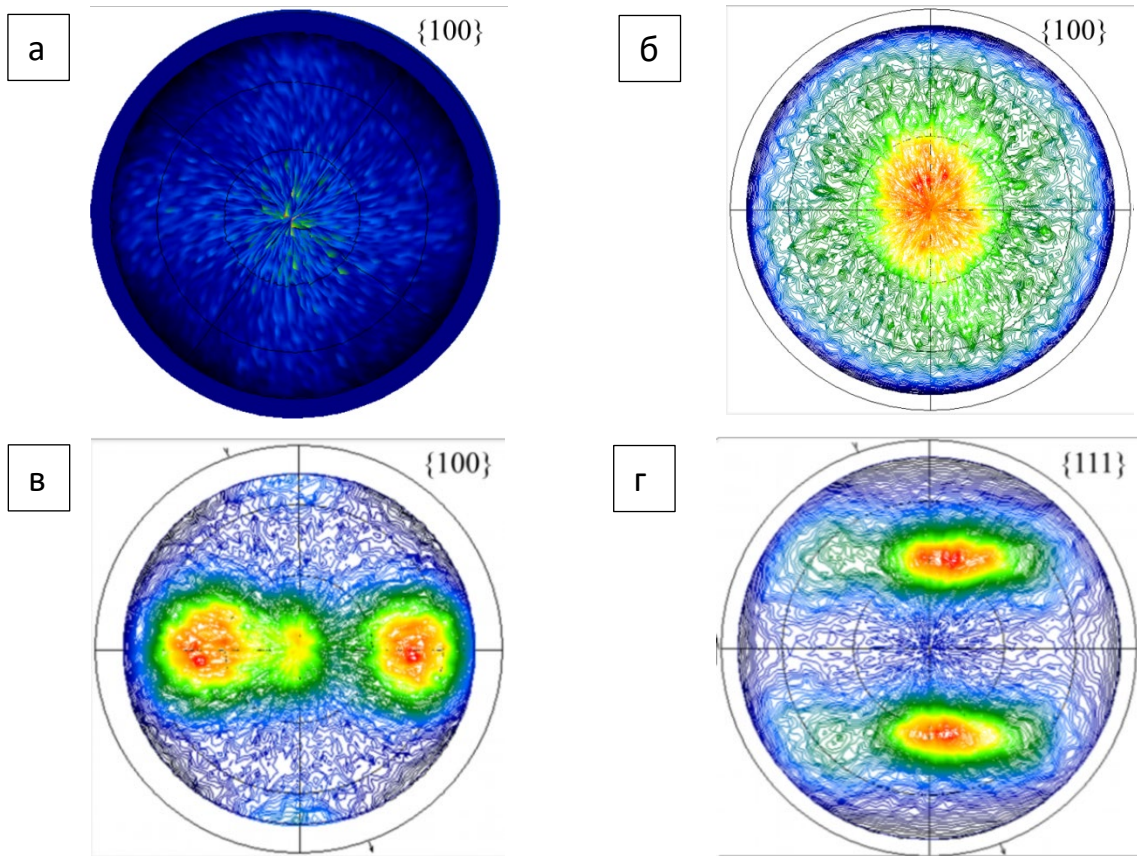


Рисунок 2.13 – Прямые полюсные фигуры поперечного сечения образцов, экспонированных по алгоритму «шахматная» (а), «полосы» (б) и «X-Y» (в,г) при одинаковой плотности энергии

При схеме «шахматная» наблюдается слабовыраженная текстура (рис. 2.13а): вдоль оси построения (Z-направление) и направлений экспонирования выстраиваются плоскости $\{100\}$. При схеме «полосы» (рис. 2.13б) формируется слабовыраженная аксиальная текстура с кристаллографической ориентировкой $\langle 100 \rangle$, параллельной оси построения образца (Z-направление). В текстуре, вероятно, присутствует вторая компонента $\langle 110 \rangle$, параллельная оси построения образца. Наиболее острая формируется в образце со стратегией экспонирования «X-Y» (рис. 2.13в,г): двухкомпонентная текстура с $\{001\}\langle 100 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$

(плоскости типа $\{hkl\}$, параллельные высотному направлению, а семейство направлений $\langle 100 \rangle$ параллельно направлению сканирования).

Исследования остаточных напряжений (исследования выполнены к.ф.-м.н. П.Н. Медведевым) проведены с использованием рентгеновского метода $\sin^2\psi$ [223]. При рентгеновской тензометрии, ввиду ограничения глубины проникновения рентгеновского излучения в поверхность образца около 10 мкм, определяли плосконапряженное состояние, характеризующееся ортогональными векторами напряжений σ_1 и σ_2 . Для расчёта численных значений внутренних остаточных напряжений использовали модуль Юнга и коэффициент Пуассона, равные соответственно 220 ГПа и 0,3.

Значения определенных внутренних напряжений для исследованных алгоритмов экспонирования приведены в табл. 2.1. В соответствии с табл. 2.1, для алгоритмов «Х-У» и «полосы» получены сопоставимые результаты по напряжениям в обоих направлениях измерения. В обоих случаях напряжения являются растягивающими. При «шахматной» стратегии напряжения имеют обратный знак (напряжения сжатия), а их уровень кратно ниже.

Полученные данные по внутренним напряжениям в зависимости от алгоритмов экспонирования (см. табл. 2.1) хорошо согласуются с опубликованными в литературных источниках. Согласно работам [74, 76] отмечаемый более низкий уровень напряжений для шахматного алгоритма объясняется большей фрагментированностью тонкой структуры при выраженной разориентировке кристаллитов. Более высокие напряжения для стратегий «Х-У» и «полосы» связывают с наличием двухкомпонентной текстуры и формированием протяженных кристаллитов [70, 72], или с формированием так называемой волокнистой текстурой при экспонировании полосами [69].

Для разработки высокопроизводительных режимов СЛС едва ли не главным является вопрос сохранения плотности подводимой энергии при использовании высоких (сопоставимых с предельными для сканаторных систем) скоростей экспонирования. Для оценки влияния кратного увеличения скорости экспонирования на формирование текстуры проведен синтез образцов в интервале

скоростей 1900–4300 мм/с при одинаковой плотности энергии по наиболее распространенному алгоритму «полосы». Результаты определения доли пор в полученных образцах приведены на рис. 2.14.

Таблица 2.1 – Остаточные напряжения в образцах, экспонированных при постоянной плотности энергии и различных типах штриховки

Тип штриховки	σ_1 , МПа	σ_2 , МПа
X-Y	$+286 \pm 28$	$+92 \pm 62$
Шахматная	-79 ± 40	$-2,4 \pm 31$
Полосы	$+327 \pm 51$	$+94 \pm 18$
Примечание: $-/+$ – сжимающие/растягивающие напряжения.		

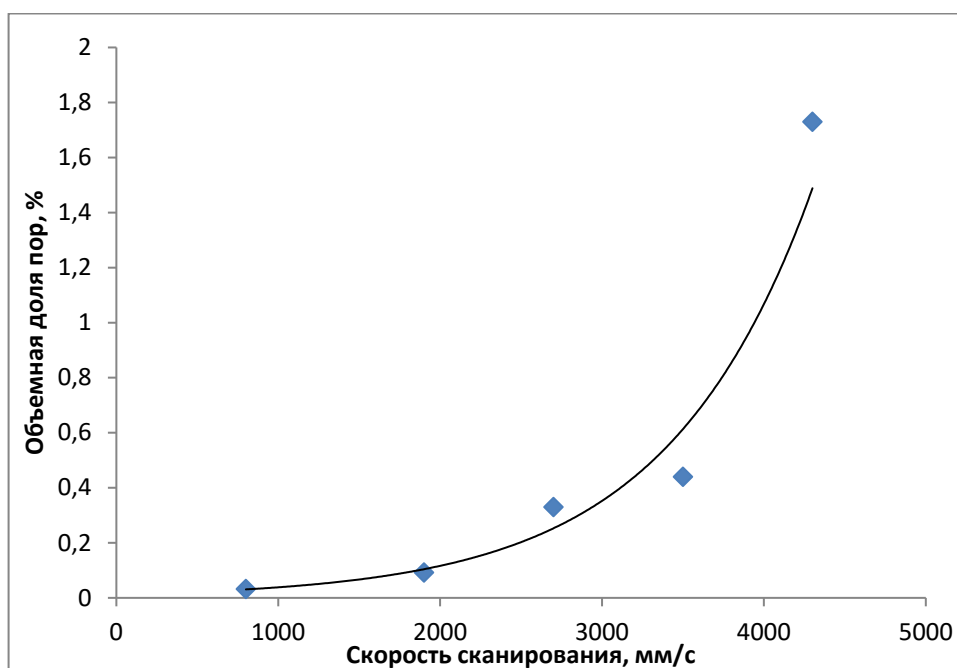


Рисунок 2.14 – Зависимость объемной доли пор в синтезированном сплаве ВЖ159 от скорости экспонирования при постоянной плотности энергии E

Графическая обработка данных показывает экспоненциальный рост доли несплошностей, включая несплавления, с увеличением скорости экспонирования или степенной рост – при уменьшении величины межтрекового расстояния, описываемые уравнениями вида:

$$V = 0,0127e^{0.0011v}, R^2=0,9764 \quad (2.1)$$

$$V = 0.0003l^{-2.419}, R^2=0,9278 \quad (2.2)$$

где V – объемная доля пор, %; v – скорость сканирования, мм/с; l – межтрековое расстояние, мм; R^2 – коэффициент детерминации.

Полученные эмпирические зависимости (2.1) и (2.2) описывают одно и то же значение пористости в зависимости от межтрекового расстояния или скорости экспонирования. Данные параметры процесса можно связать уравнением:

$$l = e^{(-0.0466v+\xi)} \quad (2.3)$$

где коэффициент ξ – константа, связанная с отражающей способностью сплавляемых материалов. Для сплава ВЖ159, коэффициент ξ принимает значение, равное 0,55, и связан с отражающей способностью материала.

Коррекция плотности подводимой энергии в соответствии с выражением (2.3) обеспечивает снижение объемной доли пор при всех вариантах экспонирования до $\leq 0,03\%$, что подтверждает влияние на плотность получаемого материала незначительного при малых и средних скоростях экспонирования фактора, связанного с отражающей способностью сплавляемого материала.

Положительный результат коррекции режима повышением плотности энергии подтверждает формирование пор и несплавлений [224] именно как следствие недостатка подводимой энергии. Соответственно, при кратном увеличении скорости экспонирования для обеспечения высокой плотности синтезированного материала требуется увеличение плотности подводимой энергии для компенсации потерь на отражение лазерного излучения.

Исследование влияния скорости экспонирования на структурно-текстурные характеристики выполнены после корректировки плотности подводимой энергии в

соответствии с выражением (2.3) на стандартном алгоритме экспонирования «полосы». Основные параметры экспонирования образцов приведены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Основные параметры синтеза экспериментальных образцов из сплава ВЖ159

Наименование образца	полосы–1,9	полосы–2,7	полосы–3,5	полосы–4,3
Скорость экспонирования v , мм/с	1900	2700	3500	4300
Межтрековое расстояние l , мм	0,09	0,06	0,04	0,03

На рис. 2.15 приведены прямые полюсные фигуры (ППФ) поперечных сечений образцов, полученных при скоростях сканирования от 2,7 до 4,3 м/с. Из анализа следует, что во всех образцах текстура одинаковая – аксиальная с ориентировкой $\langle 001 \rangle$, параллельной направлению Z . Размытие текстурного максимума также одинаковое.

При идентичном алгоритме экспонирования с увеличением скорости штриховки с 1,9 до 2,7 м/с уровень растягивающих напряжений (табл. 2.3), ожидаемо увеличивается. При дальнейшем увеличении скорости до 3,5 м/с напряжения остаются на том же уровне, а в направлении σ_2 даже несколько снижаются. Повышение скорости экспонирования до 4,3 мм/с напротив приводит к снижению напряжений.

Таблица 2.3 – Остаточные внутренние напряжения на поверхности образцов, синтезированных по алгоритму «полосы» при скоростях экспонирования в интервале 2,7–4,3 м/с

Образец	σ_1 , МПа	σ_2 , МПа
«Полосы-1,9»	327 ± 36	94 ± 41
«Полосы-2,7»	423 ± 44	136 ± 54
«Полосы-3,5»	423 ± 39	110 ± 33
«Полосы-4,3»	344 ± 29	50 ± 62

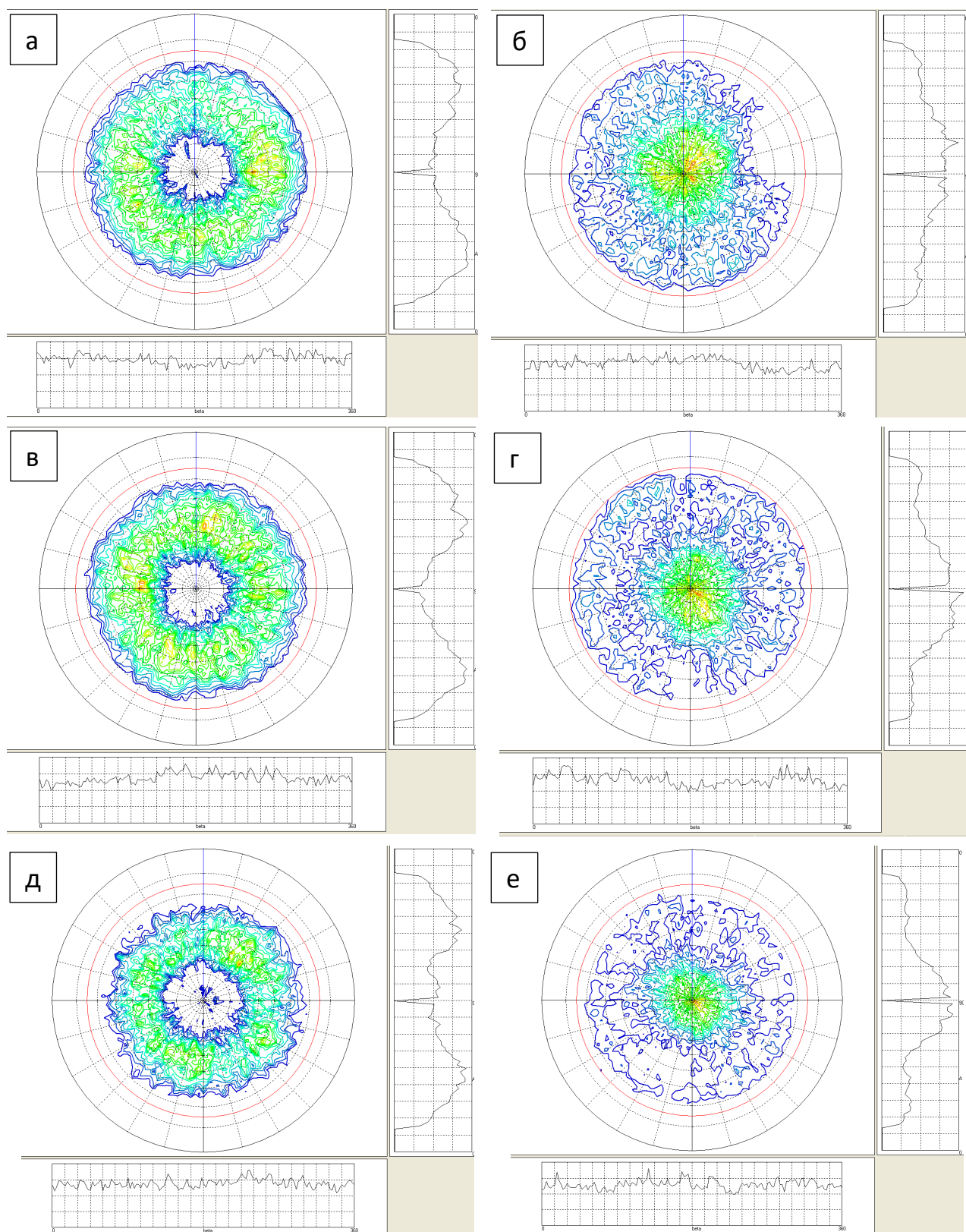


Рисунок 2.15 – Прямые полюсные фигуры $\{111\}$ (а, в, д) и $\{100\}$ (б, г, е) поперечного сечения образцов, экспонированных по алгоритму «полосы» при скоростях экспонирования 2,7 (а, б), 3,5 (в, г) и 4,3 м/с (д, е)

В таблице 2.4 приведены результаты определения размера и вытянутости зерен в синтезированных образцах из сплава ВЖ159 после термической обработки. Из таблицы 2.4 видно, что для стратегий «X-Y» и «шахматная» получен максимальный размер зерна в плоскостях XZ и XY. Описывающий общую вытянутость зерен параметр dxz/dxy имеет максимальное значение для шахматной стратегии и равен 1,3. Для стратегии «полосы» параметр dxz/dxy почти линейно уменьшается с ростом скорости экспонирования и уменьшением межтрекового расстояния. При максимальных скоростях штриховки и межтрековом расстоянии 0,04–0,03 мм его значение соответствует равноосному зерну.

В обеих плоскостях анализа размер зерен уменьшается почти линейно с увеличением скорости экспонирования, кроме минимальной скорости исследованного диапазона.

Таблица 2.4 – Средние размеры зерна в сплаве ВЖ159 после одинаковой термической обработки при различных стратегиях экспонирования

Стратегия сканирования	«Полосы»					«Шахматная»	«X-Y»
Скорость сканирования, м/с	0,8	1,9	2,7	3,5	4,3	0,8	0,8
Межтрек, мм	0,10	0,09	0,06	0,04	0,03	0,10	0,10
Средний размер dxz , мкм	63,6	65,6	54,9	50,3	40,9	73,0	73,8
Средний размер dxy , мкм	55,3	58,4	51,3	49,4	39,8	55,8	67,6
dxz / dxy	1,15	1,12	1,07	1,02	1,03	1,3	1,09

Для понимания физики процесса анализ измеренных внутренних напряжений проведен вкупе с анализом зеренного строения полученных образцов. Логично предположить, что увеличение энергозатрат с увеличением скорости экспонирования не должно вызывать значимого роста скорости кристаллизации (охлаждения), поскольку одновременно повышается и интенсивность отражения. Т.е., ввиду постоянства интервала плавления синтезируемого материала, для получения плотного материала должно выполняться условие постоянства

фактически подводимой удельной энергии на единицу объема. Корректировка «оптимальной» плотности энергии для высоких скоростей экспонирования, рекомендованная в [78] и показанная нами обусловлена оптической составляющей сплавляемого материала. Можно также уточнить, что целесообразно оперировать не абсолютными значениями количества тепла, полученного сплавляемым материалом, а относительными значениями подведенной энергии. Такой подход позволит учитывать потери на отражение за счет изменения степени черноты кристаллизующегося металла при окислении в процессе охлаждения [78]. Представляется логичным, что для обеспечения идентичной сплошности металла при различных скоростях экспонирования поглощенное удельное количество теплоты должно быть одинаковым или, с учетом гидродинамики расплава, весьма близким. Также одинаковыми должны быть и геометрические размеры ванны расплава: глубина и ширина. Следовательно, наблюдаемое при кратном увеличении скоростей экспонирования измельчение зерна напрямую со скоростью охлаждения не связано.

И в работе [78], и в настоящей работе повышение скоростей более 2 м/с обеспечено уменьшением межтрекового расстояния, т.е. за счет увеличения перекрытия треков. В таком ключе, объяснение причины измельчения зерна при увеличении плотности энергии для высоких скоростей экспонирования дает предложенный нами механизм стохастической бинаризации КГО. При уменьшении межтрекового расстояния зона переплава предыдущего трека смещается от оси к образующей, а переплавляемый объем предыдущего трека увеличивается. Преимущественно радиальный характер роста ячеек в свариваемых сплавах обеспечивает вскрытие большего количества новых направлений при передаче КГО осями дендритов первого и второго порядка (рис. 2.16а) от стенки предыдущего трека. За счет последнего горизонтально (радиально) ориентированные ячейки передают «вертикальную» (ортогональную) ориентировку новым ячейкам, что обеспечивает сохранение слабовыраженной текстуры, именуемой в литературе «волокнистой», характерной для стратегии экспонирования «полосы», не зависимо от скорости экспонирования (рис. 2.16б).

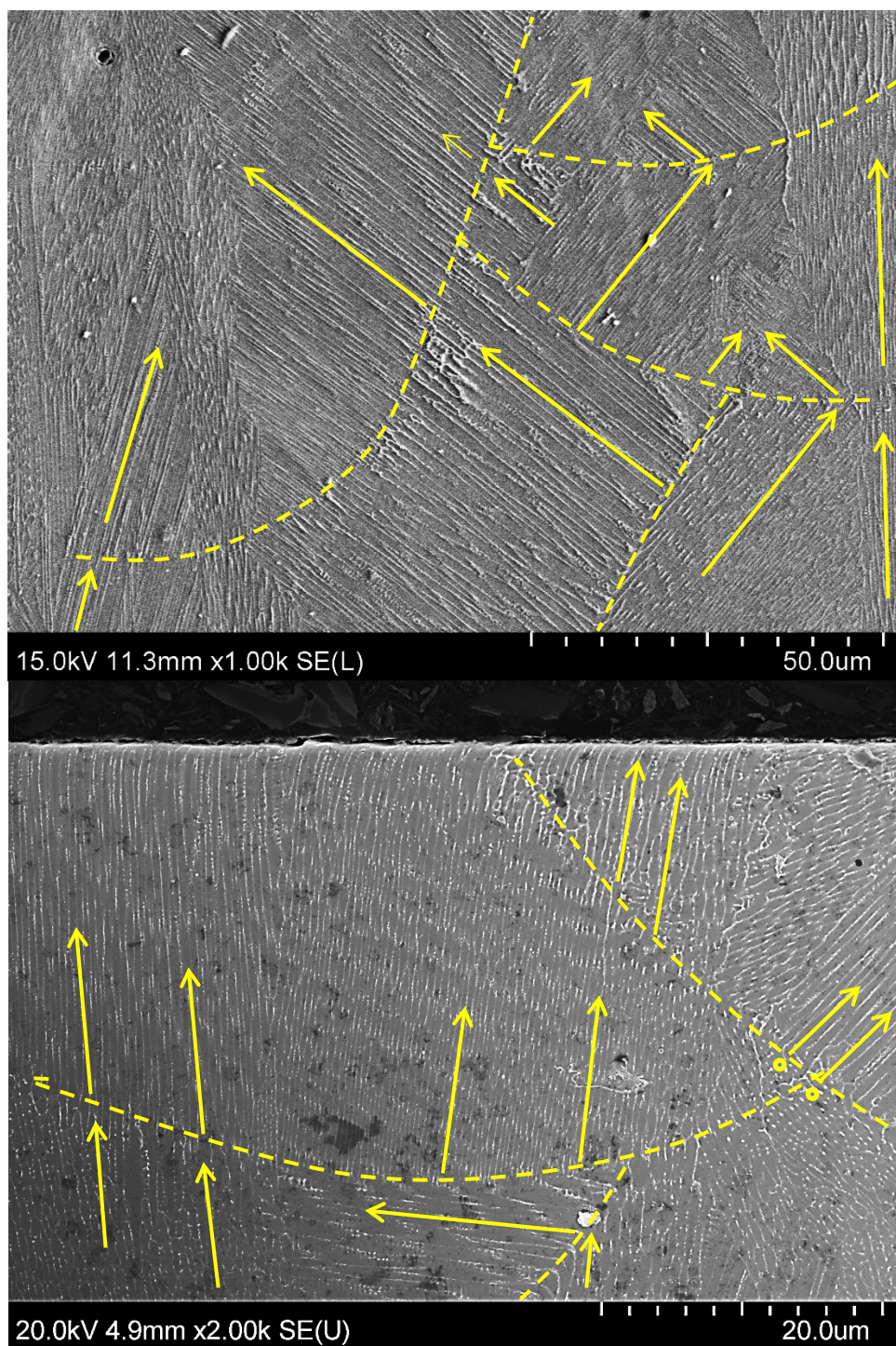


Рисунок 2.16 – Микроструктура образцов сплава ВЖ159, полученного при скоростях экспонирования 1,9 (а) и 2,7 м/с (б) (стрелками показаны направления передачи кристаллографических ориентировок ячеек кристаллизации)

С точки зрения КГО, морфологические отличия «горизонтальных» и «вертикальных» ячеек, видимых на фото микроструктур, для кубической решетки

не играют роли. Именно с этим связано формирование «шевронных» [70, 73] структур при увеличенных межтрековом расстоянии и применении регулярных (трек над треком по одной продольной оси) стратегий экспонирования: частично переплавленный кристаллит передает ортогональную ориентировку новому кристаллиту осями второго порядка. Не смотря на смену направления роста, оба фрагмента представляют собой единый кристаллит одной ориентировки и при исследовании методом EBSD идентифицируются как одно целое (фрагмент одной окраски).

Приведенная на рис. 2.17 структура, наглядно иллюстрирующая смену направления роста ячеек, не только подтверждает реализацию механизма стохастической бинаризации, но и наличие «запрещенных» углов, определяющих изменение передачи КГО или осями первого или второго порядка относительно направления преимущественного теплоотвода. При переплаве зоны 1 направление максимального градиента температур не соответствует передаче КГО осями первого порядка, из-за чего при кристаллизации зоны 2 передача осуществляется ортогонально (осями второго порядка). Затем, при частичном переплаве трека и кристаллизации зоны 2 даже при малом изменении угла наклона образующей (касательной к ней) нового трека, условия теплоотвода вновь становятся благоприятными для возобновления исходной «вертикальной» ориентации ячеек. При кристаллизации в зоне 3 ориентировка вновь передается осями второго порядка. Результатом этого становятся специфические зигзагообразные структуры, наблюдавшиеся также и авторами [225].

Показанное в таблице 2.3 снижение внутренних напряжений с ростом скорости экспонирования выше определенного пикового значения подтверждают действие механизма стохастической бинаризации. Можно уверенно связать его с уменьшением межтрекового расстояния. В данном случае, снижение напряжений связано со вскрытием новых предпочтительных направлений КГО в результате частичного переплава кристаллитов «соседнего» трека, что связано с дополнительной фрагментацией и увеличением разориентировки кристаллитов, аналогично применению «шахматной» штриховки. В случае же рассмотрения

отдельно увеличения скорости кристаллизации, с ростом скорости экспонирования внутренние напряжения должны монотонно увеличиваться. Экспериментально же подтверждается обратное.

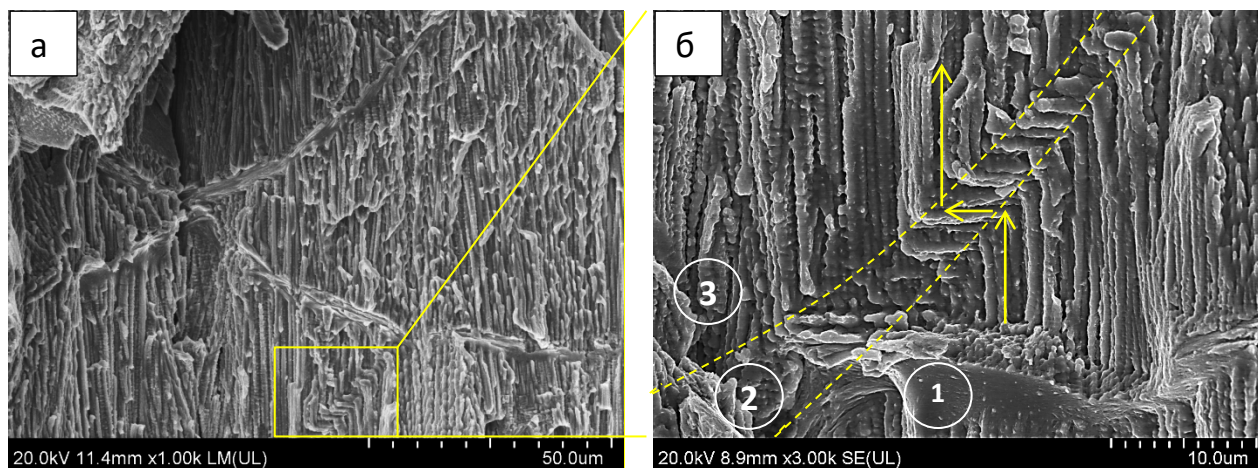


Рисунок 2.17 – Микроструктура излома образца сплава на основе интерметаллида Ni_3Al , полученного методом СЛС: а) - общий вид, б) - зона двойного наложения треков

Важно отметить, что установленное почти линейное уменьшение размеров зерна при увеличении скорости экспонирования для термически обработанных образцов (см. табл. 2.4) обусловлено конкретной примененной штриховкой полосами. Увеличение фрагментации, разориентировки кристаллитов и изменении внутренних напряжений вследствие кратного увеличения потенциальных кристаллографических направлений могут оказывать различное влияние на процесс рекристаллизации [82]. Например, для шахматного алгоритма экспонирования, при минимальных внутренних напряжениях, максимальной разориентировке и минимальном размере кристаллитов, после термической обработки размер зерна значительно увеличивается в сравнении со штриховкой полосами. Вероятно, это обусловлено преобладанием рекристаллизации по механизмам миграции границ и слияния субзерен.

В таблице 2.5 приведены результаты механических испытаний при растяжении синтезированных образцов сплава ВЖ159 (алгоритм «полосы», скорость экспонирования 4,3 м/с в сравнении с образцами, полученным по стандартному, серийному режиму синтеза).

Для комнатной температуры значения кратковременной прочности для обоих режимов экспонирования мало отличаются. Испытания при максимальной рабочей температуре 1000 °С показывают прочностных характеристик для высокоскоростного режима (4,3 м/с), что объясняется значительным увеличением протяженности границ зерен.

Таблица 2.5 – Механические свойства при растяжении (средние значения) образцов сплавов ВЖ159 и ВЖ159-ПС, синтезированных в направлении «Х-У» при скорости экспонирования 4,3 м/с и по стандартному режиму

№ обр.	Т исп, °С	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %
ВЖ159, «Полосы» 4,3 м/с	20	1180	760	21	19
ВЖ159-ПС, стандарт		1180	735	24	23
ВЖ159, «Полосы» 4,3 м/с	1000	115	100	13,5	11
ВЖ159-ПС, стандарт		125	120	9,1	10

Важным практическим выводом проведенных исследований является следующее: исходя даже из геометрических параметров алгоритмов экспонирования, увеличение скорости экспонирования свыше определенного предела является нецелесообразным. Увеличение величины наложения треков требует компенсации потерь подведенного тепла из-за увеличения доли отраженного излучения увеличением плотности подводимой энергии, что при ограничении мощности лазера и постоянной толщины слоя можно обеспечить только уменьшением скорости или межтрекового расстояния. В результате, рост скорости экспонирования при использовании лазеров средней мощности не только не повышает производительность процесса, но, наоборот, приводит к ее снижению. Более того, чрезмерное измельчение зерна может приводить к снижению механических свойств при максимальных рабочих температурах синтезированного материала.

Установленные экспериментальные данные и обнаруженные закономерности позволяют сформулировать следующие положения физической модели кристаллизации трека.

1. Размер и морфология ячеек определяется скоростью охлаждения. Все ячейки и тонкие дендриты формируются по эпитаксиальному механизму.

2. Ячейки одной кристаллографической ориентировки (КГО) формируют кристаллиты, протяженность которых определяется максимальной линейной скоростью роста.

3. Ориентированное нарастание (эпитаксия) происходит по механизму стохастической бинаризации, который в зависимости от межтрекового расстояния, применяемой стратегией экспонирования и локально достижимой линейной скорости роста и определяет текстурные особенности синтезированного материала, степень фрагментации и разориентации кристаллитов.

4. Бинаризация КГО заключается в передаче кристаллографической ориентировки только осями первого или второго порядка и реализуется в зависимости от совпадения КГО кристаллита и радиального вектора теплоотвода.

5. Стохастическая составляющая обусловлена вскрытием кристаллита с предпочтительной относительно радиального направления теплоотвода кристаллографической ориентировкой и связана с изменением межтрекового расстояния, наложением элементов штриховки, движением фронта кристаллизации.

По результатам исследований показано, что удельная плотность подводимой энергии экспонирования является основной характеристикой, определяющей физическую плотность получаемого материала. При одинаковых значениях плотности энергии ключевую роль для формирования текстуры играет межтрековое расстояние. Оно определяет объем переплавляемого монолитного металла соседнего трека и треков предыдущего слоя, вскрытие фрагментов с КГО, совпадающими с предпочтительным направлением теплоотвода для передачи ориентировки осями первого или второго порядков.

2.4 Влияние характеристических температур порошковой композиции на необходимую плотность энергии экспонирования

Литературные данные [67, 85, 128, 226, 227] показывают, что для литейных сплавов (In939, ЖС32, ВИН5, ВИН6, ВКНА1ВР) характерно формирование более острой текстуры в сравнении со свариваемыми (In718, In625, ВЖ159, ЭП648 и др.). Увеличение плотности энергии для всех исследованных материалов приводит к обострению аксиальной текстуры, что связано с дополнительным перегревом ванны расплава и улучшением условий для эпитаксиального роста [66, 68, 228, 229]. Иначе говоря, из-за подведения увеличенного количества тепла на единицу объема расплава увеличивается время кристаллизации. Физически это выражается в увеличении толщины ячеек (осей дендритов) и их протяженности (размера кристаллитов).

Зависимость размера ячейки или дендритного параметра от скорости кристаллизации, ранее описанная для кристаллизации традиционных литых сплавов справедлива и для технологии СЛС. Авторами [68] показан почти линейный рост размеров ячеек от 0,6 до 1,6 мкм с увеличением температуры подогрева плиты построения (до 800 °С) для стали X30Mn21. В исследовании [219] установлено увеличение среднего размера ячеек приблизительно на 25% при увеличении плотности энергии экспонирования на 2/3 от номинальной при синтезе литейного жаропрочного никелевого сплава ЖС6К. Более того, изменение размера ячеек отмечается даже в пределах одного трека, что связано с высокой локальностью подвода энергии и изменением возникающего температурного градиента. Например, авторы [32] расчетным и экспериментальным путями показал, что размер поперечного сечения ячеек от периферии к своду трека

увеличивается почти вдвое (от 0,33-0,36 до 0,81 мкм). Авторы связывают это со снижением значения температурного градиента по направлению к своду ванны расплава от максимума на границе оплавления. С увеличением поперечных размеров ячеек увеличиваются и размеры формируемых ими кристаллитов. Значительные изменения размеров ячеек треков в соседних слоях отмечаются при синтезе материала одним лазером с одинаковыми параметрами экспонирования, что зафиксировано преимущественно для литейных сплавов [227, 230].

Увеличение количества подводимого тепла приводит к увеличению поперечного размера (ширины) кристаллитов с соответствующим уменьшением их количества. Т.е., последовательный переплав большей части соседнего трека увеличивает вероятность появления протяженных кристаллитов, нормально ориентированных к платформе построения. Иначе говоря, создаются максимально благоприятные условия для транскристаллизации. Главенствующую роль направления теплоотвода при передаче КГО наглядно можно подтвердить экспериментом. При синтезе жаропрочного сплава ЖС32 на одноименной литой при одинаковых технологических параметрах показано, что направления $\langle 001 \rangle$ наследуются от подложки, а $\langle 111 \rangle$ – нет, что способствует формированию выраженной аксиальной текстуры [231].

Дополнительный перегрев расплава обеспечивает дополнительную подпитку из теплового узла в своде трека эпитаксиально растущих «аксиальных» ячеек. Создаются условия, близкие процессу движения фронта кристаллизации при отливке монокристаллических деталей из жаропрочных никелевых сплавов. Аксиально ориентированные кристаллиты, для которых обеспечиваются максимальные температурный градиент и линейная скорость роста (это преимущественно направления, нормальные к подложке и соответствующие направлению $[001]$ с небольшими отклонениями), подавляют рост кристаллитов прочих радиальных ориентировок.

Для большинства литейных сплавов характерно наличие острой кристаллографической текстуры $\{001\}$ [231-233]. Это объясняется необходимостью большего тепловложения при синтезе литейных сплавов по

сравнению со свариваемыми для минимизации количества несплошностей. Причем даже при более высоком содержании тугоплавких элементов в составе свариваемых сплавов. Представляется логичным, что различные условия формирования тонкой структуры трека свариваемых и литейных сплавов обусловлены не особенностями легирования, а фундаментальными характеристиками порошковых композиций этих материалов, а именно, температурами солидус T_S и ликвидус T_L и необходимой величиной перегрева расплава.

Соответственно, жаропрочные сплавы в части особенностей кристаллизации в процессе СЛС могут быть рассмотрены в соответствии с величинами температурных интервалов плавления порошковых композиций этих сплавов, т.е. температурами солидус и ликвидус порошковых композиций. Именно их значения (данные по температурам T_S и T_L), определенные для порошковых композиций, необходимо принять в качестве опорных данных для разработки модели расчета плотности энергии экспонирования. В качестве выходной характеристики должна фигурировать обеспечиваемая физическая плотность получаемого материала, выраженная через остаточную долю пористости, с установленным уровнем для проведения анализа на уровне не более 0,1 %.

В настоящей работе были проведены исследования тринадцати жаропрочных сплавов на никелевой основе и двух сплавов на основе кобальта, и определены методом дифференциального термического анализа (ДТА) характеристические температуры T_S и T_L , представленные в табл. 2.6 [234].

Те же данные сведены в гистограмму в порядке возрастания необходимой плотности энергии и представлены на рис. 2.18. Из рис. 2.18 можно предположить, что важное значение имеет не температура солидус сама по себе, а вкупе с температурным интервалом плавления порошковой композиции. Т.е., для МПК сплава с более высокой температурой солидус и меньшим температурным интервалом плавления требуется увеличение необходимой плотности энергии при СЛС.

Так, показательным примером являются порошковые композиции литейных никелевых сплавов IN-939 и ВЖЛ12У: за счет большего интервала плавления при более низкой почти на 100 °С температуре солидус энергия, необходимая для получения минимальной пористости для сплава ВЖЛ12У, несколько выше по сравнению со сплавом IN-939.

Таблица 2.6 – Температуры солидус и ликвидус порошковых композиций жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта

Сплав	ВЖ159	ЭП648	ЖС6К	ВИН5	ВКНА25Р	IN-939	ВЖЛ12У	Сплав 24
T_s , °С	1226	1285	1257	1296	1292	1362	1274	1353
T_L , °С	1348	1365	1364	1362	1374	1398	1345	1425
Продолжение таблицы 2.6								
Сплав	ЭК61	НХ	ВЖ171	ЖС32	ХК62М6	ВКЛС20	ЛК20	
T_s , °С	1300	1260	1295	1316	1379	1348	1330	
T_L , °С	1350	1355	1389	1414	1439	1376	1398	

В результате математической обработки данных построено линейное уравнение регрессии (2.4), полученное решением задачи аппроксимации с минимальной среднеквадратической ошибкой для обучающей выборки, состоящей из экспериментальных данных для 15 порошковых композиций из исследуемых сплавов:

$$E = 0,0675T_s + 0,0998T_L - 159,19 \text{ Дж/см}^3, \quad r_{T_s T_L} = 0,81 \quad (2.4)$$

где E – необходимая плотность энергии (Дж/см³) при СЛС; T_s – и T_L – соответственно температуры солидус и ликвидус (°С) порошковых композиций жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта; R – коэффициент детерминации.

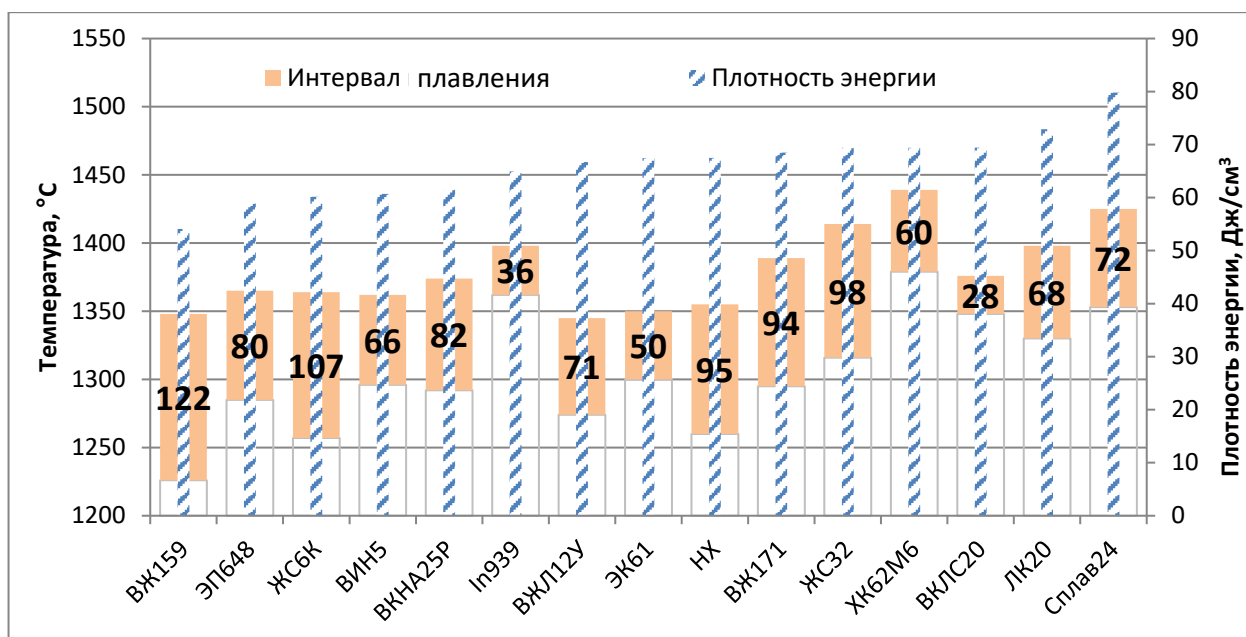


Рисунок 2.18 – Интервалы плавления порошковых композиций и необходимая плотность энергии для СЛС жаропрочных сплавов на никелевой и кобальтовой основе

При сравнении расчетных данных по необходимой плотности энергии с экспериментально отработанными значениями для рассмотренных порошковых композиций подтверждается весьма высокая сходимость (таблица 2.7). Максимальные отклонения из выборки находятся в пределах 10-11%. Практически это выражается в необходимости корректировки режима синтеза приблизительно на 100 мм/с по скорости экспонирования или на 10 Вт по мощности лазера. Такие корректировки являются уже прецизионной доводкой режима.

Таблица 2.7 – Отклонения значений фактической плотности энергии экспонирования от расчетных значений

Сплав	ВЖ159	ЭП648	ЖС6К	ВИН5	ВКНА25Р	IN-939	ВЖЛ12У	Сплав 24
Отклонение от $E_{расч.}$, %	7,385	8,276	2,710	5,778	5,843	11,280	-8,491	-6,826
<i>Продолжение таблицы 2.7</i>								
Сплав	ЭК61	НХ	ВЖ171	ЖС32	ХК62М6	ВКЛС20	ЛК20	
Отклонение от $E_{расч.}$, %	-6,195	-9,498	-2,416	1,956	11,678	-0,454	-3,833	

Полученные данные подтверждают наличие корреляции удельной плотности энергии экспонирования с температурами солидус и ликвидус порошковой композиции для синтезируемых жаропрочных сплавов на основе никеля и

кобальта. Полученное линейное регрессионное уравнение позволяет рассчитать необходимую плотность энергии с погрешностью в пределах 10%.

Модель верифицирована на примере слабостареющего жаропрочного никелевого сплава ЭИ437Б. Значения температур солидус и ликвидус порошковой композиции и расчетные значения необходимой плотности энергии для данного материала приведены в таблице 2.8. Сравнение проведено с наилучшим экспериментальным вариантом, обеспечившим долю пор менее 0,08%. Как видно из таблицы 2.8, отклонение от расчетного значения плотности энергии составило менее 1%.

Таблица 2.8 – Отклонения значений фактической плотности энергии экспонирования от расчетных значений

Характеристика	$T_S, ^\circ\text{C}$	$T_L, ^\circ\text{C}$	$T_L - T_S, ^\circ\text{C}$	$E_{расч.}, \text{Дж/см}^3$	Отклонение от $E_{расч.}, \%$
Значение	1381	1420	39	75,74	0,85

Иными словами, полученное уравнение позволяет получить базовые значения необходимой плотности энергии для материалов на основе никеля и кобальта, минуя трудоемкую стадию определения «технологического окна процесса». При этом полученное уравнение с увеличением количества материалов обучающей выборки может и должно быть скорректировано в дальнейшем. Кроме того, набор в дальнейшем статистических данных в части влияния легирования на оптические характеристики расплава и связанную с ними диссипацию или излишнее поглощение энергии, может повысить точность данного уравнения при введении соответствующих коэффициентов.

Выводы к главе 2:

1. Экспериментально и теоретически доказано, что формирование ячеистой структуры трека связано с концентрационным переохлаждением, а не с действием неустойчивости Бенара (термокапиллярной конвекцией). Установлено, что в процессе сверхбыстрой кристаллизации формирование протяженных (столбчатых) ячеек за счет ориентированного нарастания (эпитаксии) становится не только энергетически выгодным, но и единственно возможным, а все формирующие трек ячейки являются столбчатыми, их видимая при исследовании микроструктуры морфология связана только с ориентацией относительно плоскости шлифа.

2. Предложен механизм стохастической бинаризации кристаллографической ориентации ячеек при кристаллизации трека, объясняющий формирование специфических текстур, увеличение фрагментированности составляющих трек кристаллитов при изменении стратегии штриховки и межтрекового расстояния, а также при увеличении или снижении плотности подводимой энергии. Действие механизма заключается в передаче КГО от ячеек предыдущего слоя только в соответствии с КГО подложки: осями первого или второго порядка, стохастический характер при этом связан с изменением направлений экспонирования на каждом последующем слое и гауссовым распределением мощности лазерного излучения, т.е. большим прогибом фронта кристаллизации ванны расплава, за счет вскрытия новых предпочтительных в тепловом отношении КГО.

3. На основании выявленных закономерностей впервые разработана физическая модель формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления и сформулированы ее основные положения.

4. Для жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта установлена корреляционная связь необходимой плотности энергии экспонирования с температурами солидус и ликвидус порошковой композиции. Полученное линейное регрессионное уравнение позволяет рассчитать необходимую плотность

энергии для экспонирования основного металла с погрешностью не более 10 %, минуя трудоемкую стадию определения «технологического окна процесса».

Глава 3. Разработка синтезированных материалов

Теоретические наработки в части формирования тонкой структуры трека, экспериментальные данные по формированию текстур и генерации внутренних напряжений в процессе СЛС в зависимости от стратегии экспонирования и технологических параметров, определяющих дискретность структурных составляющих, легли в основу разработки комплексных режимов селективного лазерного сплавления при создании отечественных жаропрочных синтезированных материалов для изготовления деталей горячего тракта ГТД и ГТУ. Разработки в данной области проводились по трем основным направлениям: жаростойкие свариваемые материалы, литейные никелевые жаропрочные сплавы и сплавы на основе интерметаллида Ni_3Al .

3.1 Жаропрочные жаростойкие материалы на никелевой основе

3.1.1 ЭП648

Сплав ЭП648 едва ли не самый распространенный материал для деталей горячего тракта ГТД за счет наличия литейной (ВХ4Л) и деформируемой модификаций (ВХ4А). Именно широкое применение традиционного аналога должно было облегчить освоение синтезированного материала на его основе.

Сплав ЭП648 относится к высокохромистым, дополнительно легирован вольфрамом (таблица 3.1 [235]). В литом и деформированном виде сплав склонен к образованию ТПУ-фаз, что наблюдается, как правило, для плавок с высоким

содержанием железа (допускается до 5% масс.). Соответственно, содержание железа уже на стадии разработки было ограничено уровнем $\leq 0,5$ %масс., как и для литейной модификации ВХ4Л.

Таблица 3.1 – Химический состав жаропрочного сплава ЭП648

Сплав	Ni	Cr	Al	Ti	Nb	Mo	W	C
ЭП648	Основа	32,0-35,0	0,5-1,1	0,5-1,1	0,5-1,1	2,3-3,3	4,3-5,3	$\leq 0,10$

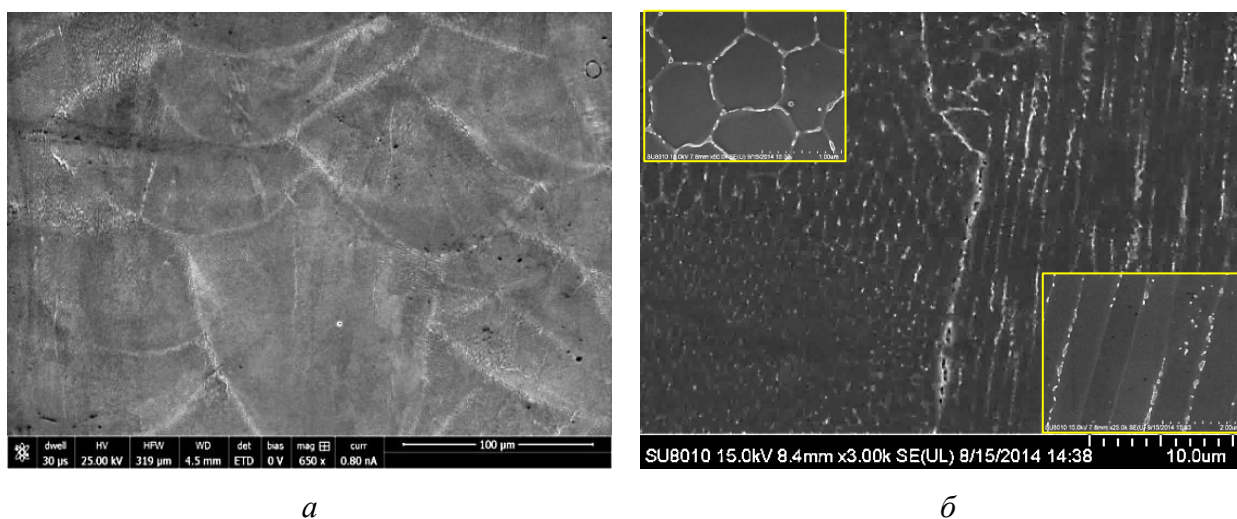


Рисунок 3.1 – Микроструктура сплава ЭП648 после СЛС: трековая структура (а) и ячеистая структура кристаллитов (б), на вкладках – ячейки в поперечном (слева) и продольном (справа) сечениях; РЭМ

Для исследования влияния склонности сплава к выделению частиц ТПУ-фаз процесс синтеза проводили в атмосфере азота и аргона. После синтеза структура сплава типичная для СЛС, трековая (рис. 3.1а). Ячейки, формирующие тонкую структуру трека, имеют размер около 800 нм (рис. 3.1б).

Термическое воздействие на синтезированный металл приводит к растворению трековой структуры и формированию границ зерен. ГИП по температуре и достигаемым скоростям охлаждения в газостате соответствует закалке на воздухе. После ГИП количество частиц и форма вторых фаз в зависимости от среды синтеза (рис. 3.2) отличаются. Синтезированные в среде азота образцы (рис. 3.2б) имеют в структуре частицы σ -фазы двух морфологических типов: протяженные и дискретные неправильной формы.

Протяженные частицы выделяются в виде пластин или игл по плоскостям наиболее плотной упаковки. По границам зерен видны выделения вторых фаз, по большей части, в виде сплошного каркаса. В объеме зерен видны довольно крупные единичные, слегка ограненные частицы, идентифицируемые по данным МРСА как α -Cr. В их состав, помимо хрома, входит около 15% W, 6,5% Mo, 6,5% Ni по массе. Остальные легирующие элементы присутствуют в виде следов. После синтеза в аргоне (рис. 3.2б) плотность выделения частиц σ -фазы значительно меньше, при хаотичном распределении частиц в объеме зерна. Сплошного каркаса из частиц по границам зерен не наблюдается: присутствуют лишь отдельные дискретные частицы. Субмикронные глобулярные выделения частиц γ' -фазы размером не более 20 нм, видимые при больших увеличениях (рис. 3.2в,г), идентифицируются только в этом состоянии. После термического воздействия идентифицировать их из-за высокой плотности частиц σ -фазы уже не удастся.

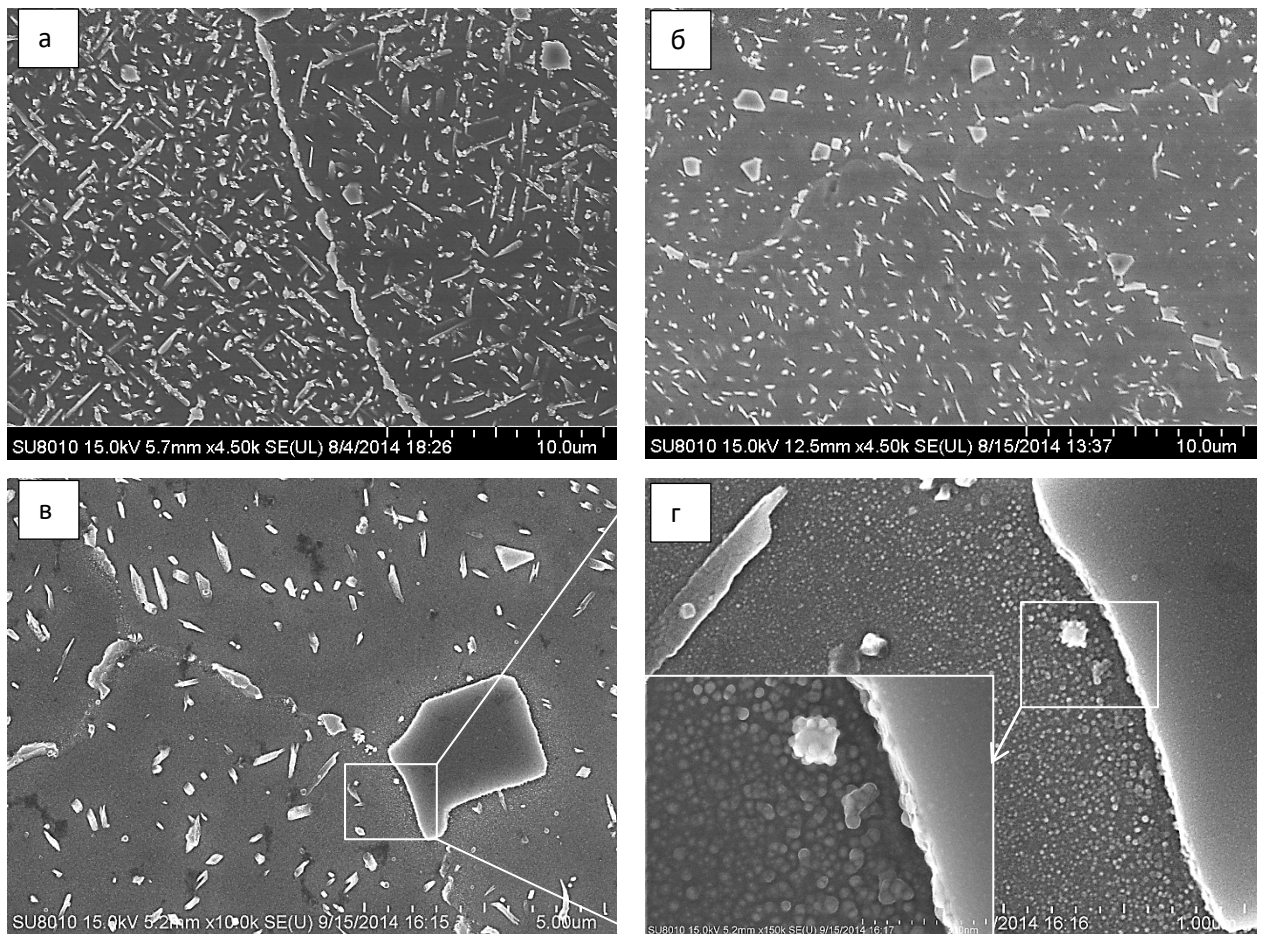


Рисунок 3.2 – Микроструктура сплава ЭП648 после СЛС в среде азота (а) и аргона (б-г)

Даже при удовлетворительной свариваемости базового сплава ЭП648, в структуре синтезированного материала после СЛС без подогрева плиты построения в структуре могут появляться микротрещины. Из-за этого горизонтально выращенные образцы имеют более низкую пластичность в состоянии СЛС, характерную и для металла после термической обработки (рис. 3.3). После ГИП по разработанному режиму пластичность горизонтально выращенных образцов повышается, что обусловлено залечиванием микротрещин.

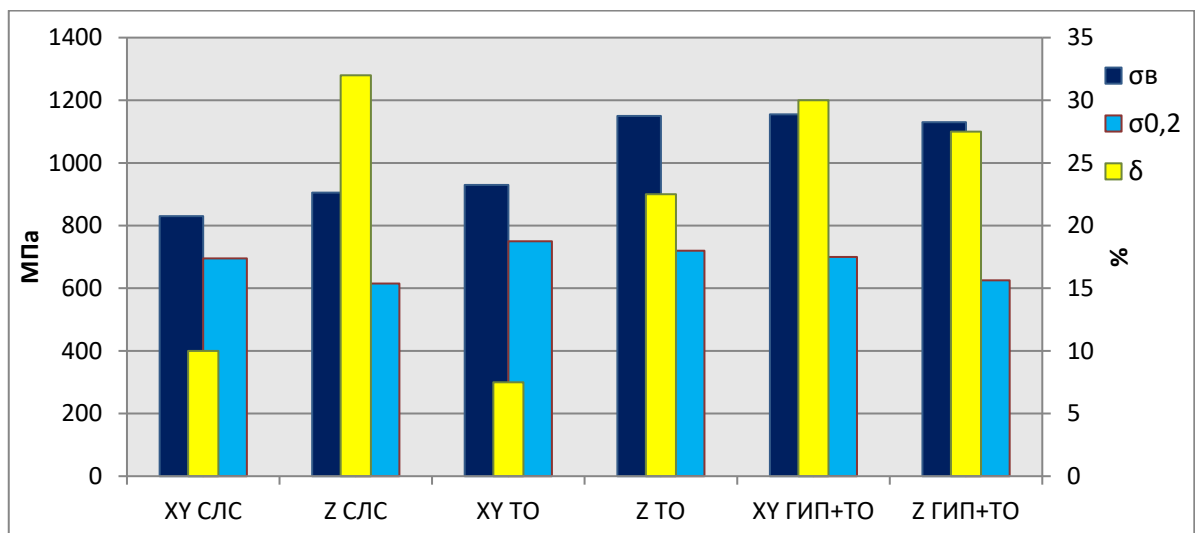


Рисунок 3.3 – Кратковременная прочность синтезированных образцов сплава ЭП648 при температуре 20°C в зависимости от ориентации

Старение по единому режиму нивелирует разницу в структуре для материалов, синтезированных в азоте и аргоне. Для обоих вариантов частицы σ -фазы преимущественно выделяются вдоль плоскостей наиболее плотной упаковки (протяженные частицы). Образование по периметру частиц характерной бахромы обусловлено гетерогенным зарождением вторичных частиц при старении [236]. В обоих случаях структура синтезированного материала сильно отличается и от литого, и от деформированного металла, что предполагает отличия в эволюции структуры при дальнейшем тепловом воздействии, которые будут рассмотрены в сравнении с материалом ВЖ159-ПС.

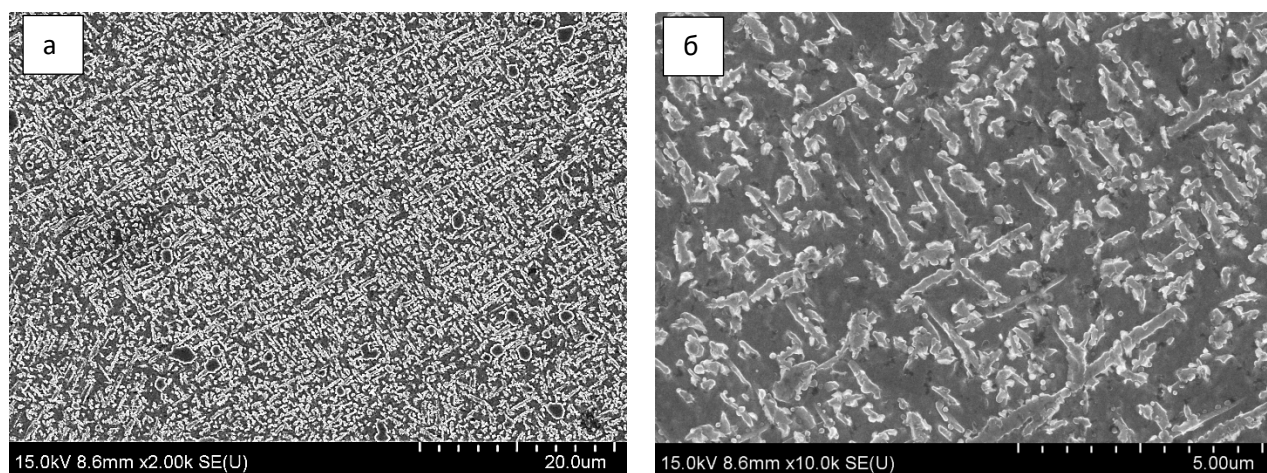


Рисунок 3.4 – Микроструктура сплава ЭП648 после СЛС в среде азота (а) и аргона (б) и последующего старения

3.1.2 ВЖ159

Сплав ВЖ159 в классическом виде умеренно легирован хромом при довольно высоком содержании молибдена. Химический состав сплава ВЖ159 по основным легирующим элементам приведен в таблице 3.2 [236, 238].

Таблица 3.2 – Химический состав жаропрочного сплава ВЖ159

Элемент	Ni	Cr	Al	Mo	Nb	C	B
Содержание	Осн.	25,0- 28,0	1,25- 1,55	7,0- 8,0	2,5- 3,5	0,05- 0,09	0,005

На рис. рис. 3.5а показана характерная трековая структура синтезированного сплава ВЖ159. Треки образованы почти равноосными ячейками (рис. 3.5б), объединенными в кристаллиты в соответствии с кристаллографической ориентацией. Ячейки имеют размер 500–800 нм, что по данным [239] соответствует скорости кристаллизации $4 \times 10^6 - 1 \times 10^7$ К/с.

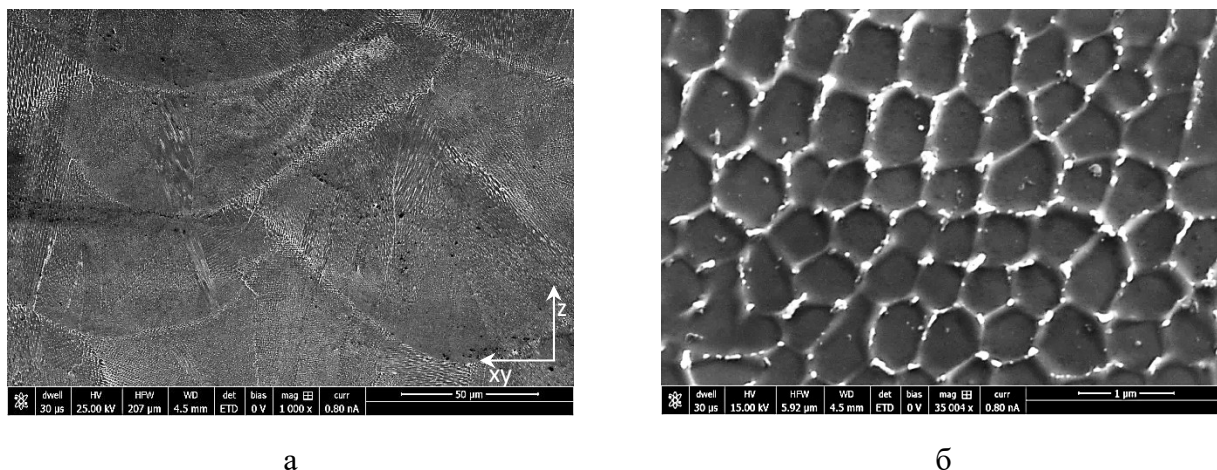


Рисунок 3.5 – Микроструктура синтезированных образцов сплава ВЖ159 после СЛС: треки (а) и ячеистая структура (б)

Методом ПЭМ (рис. 3.6а) что границы ячеек представляют собой скопления дислокаций. Большое количество дислокаций присутствует и в теле ячеек. По границам ячеек в виде неравномерно пространственной сетки выделяются частицы карбидов (карбоборидов) хрома (рис. 3.6б).

Выявляемая по результатам МРСА микроликвация элементов по сечению ячейки (рис. 3.6в) обусловлена нормальным законом кристаллизации: концентрация никеля (основы сплава) снижается к границам ячейки, концентрации легирующих (ниобия, молибдена и хрома, образующих карбиды и бориды) к периферии ячеек увеличивается. Для алюминия показано достаточно равномерное распределение по сечению ячейки, кроме локальных приграничных областей, в которых его содержание снижено. Образования частиц γ' -фазы, т.е. распада твердого раствора в процессе сверхбыстрого охлаждения, не зафиксировано, в отличие от более легированного жаропрочного сплава ЖС6К [214]. При рентгенофазовом анализе монокристаллических образцов наличия спектров фазы типа Ni_3Al также не выявлено, что обусловлено более низким содержанием γ' -образующих элементов в сплаве ВЖ159 [237].

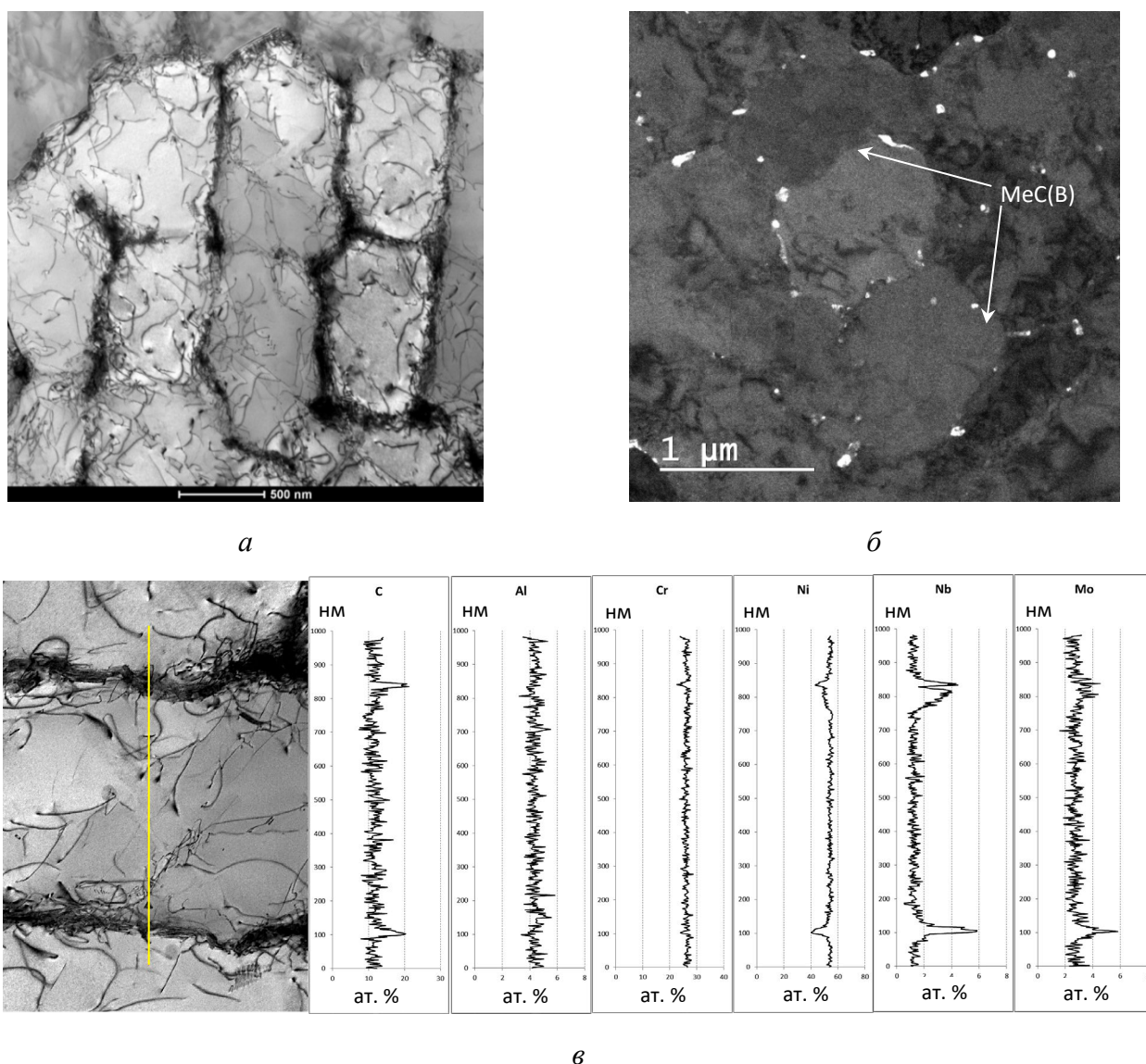


Рисунок 3.6 – Электронномикроскопические изображения ячеистой структуры сплава ВЖ159 после синтеза: а) в режиме светлого поля; б) в режиме темного поля в рефлексе карбидов; в) распределение концентрации легирующих элементов вдоль линии, пересекающей границы ячейки

Синтезированный материал ВЖ159, полученный по отработанной технологии, обладает высокой исходной плотностью и при отличной свариваемости не требует применения газостатической обработки. Термическая обработка для него заключается закалке и двойном старении. Особенности материала, полученного по новой технологии, обуславливают необходимость полноценного исследования влияния термического воздействия на фазовый состав и механические характеристики.

После закалки синтезированный материал имеет максимальную пластичность и наименьший предел текучести. При исследовании методом ПЭМ показано протекание частичного распада пересыщенного твердого раствора при охлаждении с температуры закалки с образованием псевдосферических частиц γ' -фазы (рис. 3.7a).

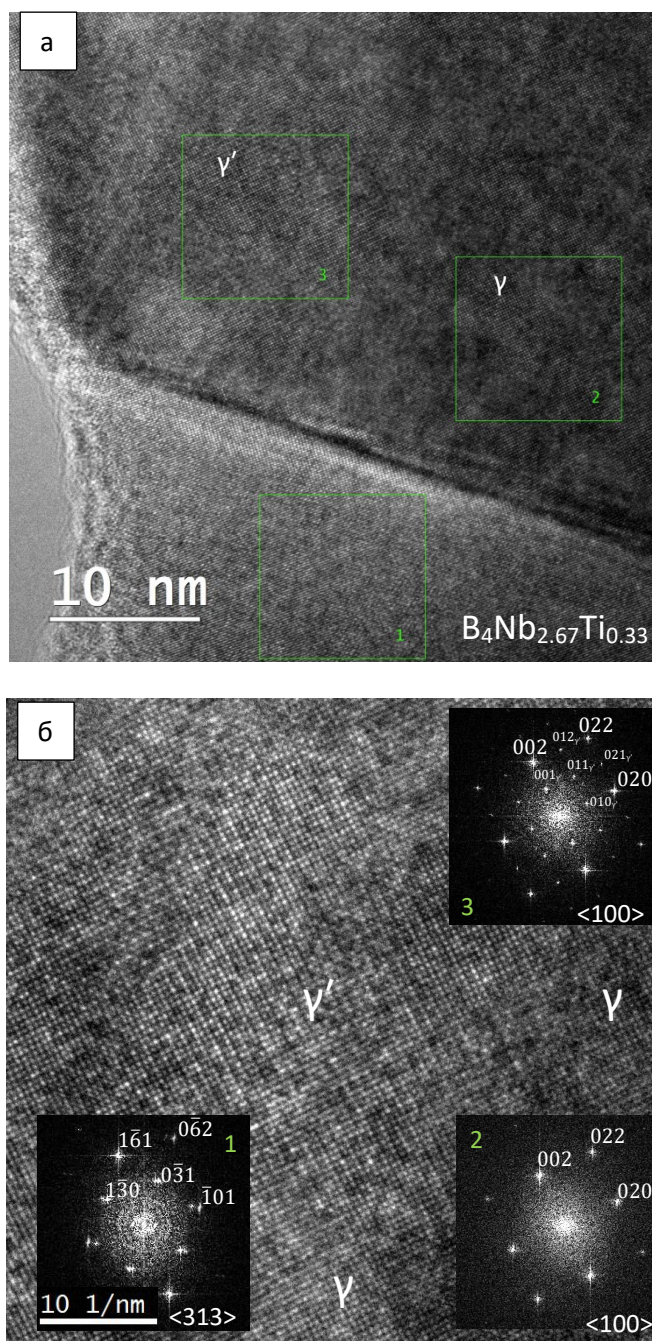


Рисунок 3.7 – Электронномикроскопические изображения микроструктуры сплава ВЖ159 после закалки и изображение кристаллической решетки фрагментов γ - и γ' -фаз, полученное с помощью ПЭМ ВР

Частицы равномерно распределены в объеме зерна, а сверхструктурные рефлексы на электронограммах и картинах Фурье говорят об упорядочении твердого раствора (3.7б). В структуре после закалки присутствуют и частиц боридной фазы, в состав которой по данным энергодисперсионного анализа входит ниобий при соотношении с титаном (в ат.%) примерно (8-10):1. При этом титан в состав сплава непосредственно не вводится, однако, практически всегда содержится в сотых долях в виде примеси.

Проведение двухступенчатого старения и последующих кратковременных изотермических отжигов позволяют оценить динамику изменения механических характеристик и структуры материала. Механические характеристики после полной термической обработки (на гистограмме обозначены как «ТО») и кратковременных изотермических отжигов приведены в виде гистограммы на рис. 3.8.

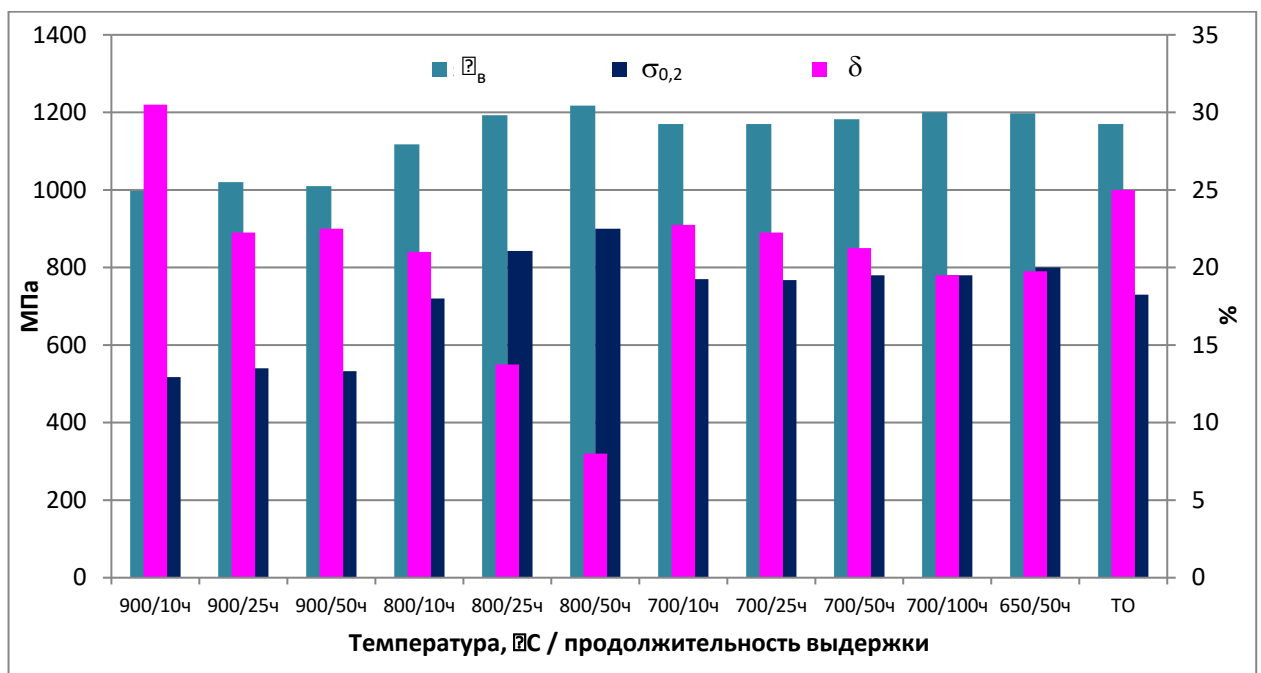


Рисунок 3.8 – Кратковременная прочность при температуре 20 °C сплава ВЖ159-ПС после закалки и двойного старения и изотермических отжигов при 650, 700, 800 и 900 °C

При температуре 900 °C в структуре материала присутствуют только единичные частицы первичной γ' -фазы, расположенные в основном на поверхности пластин σ -фазы (рис. 3.9a). Очевидно, температура 900 °C

соответствует температуре полного растворения γ' -фазы сплава. Не зависимо от продолжительности нагрева для всех вариантов при больших увеличениях видны равномерно распределенные по зерну субмикронные частицы γ' -фазы.

Это вторичные частицы, выделяющиеся после перекристаллизации при охлаждении. Пластины σ -фазы преимущественно чистые, без обрамления γ' -фазой. Повышение пластичности после десятичасовой выдержки связано, вероятно, с неполным протеканием диффузии. При выдержке 25 и 50 ч пластичность сплава снижается, немного уступая уровню металла после ПТО. Прочностные характеристики металла при комнатной температуре низкие.

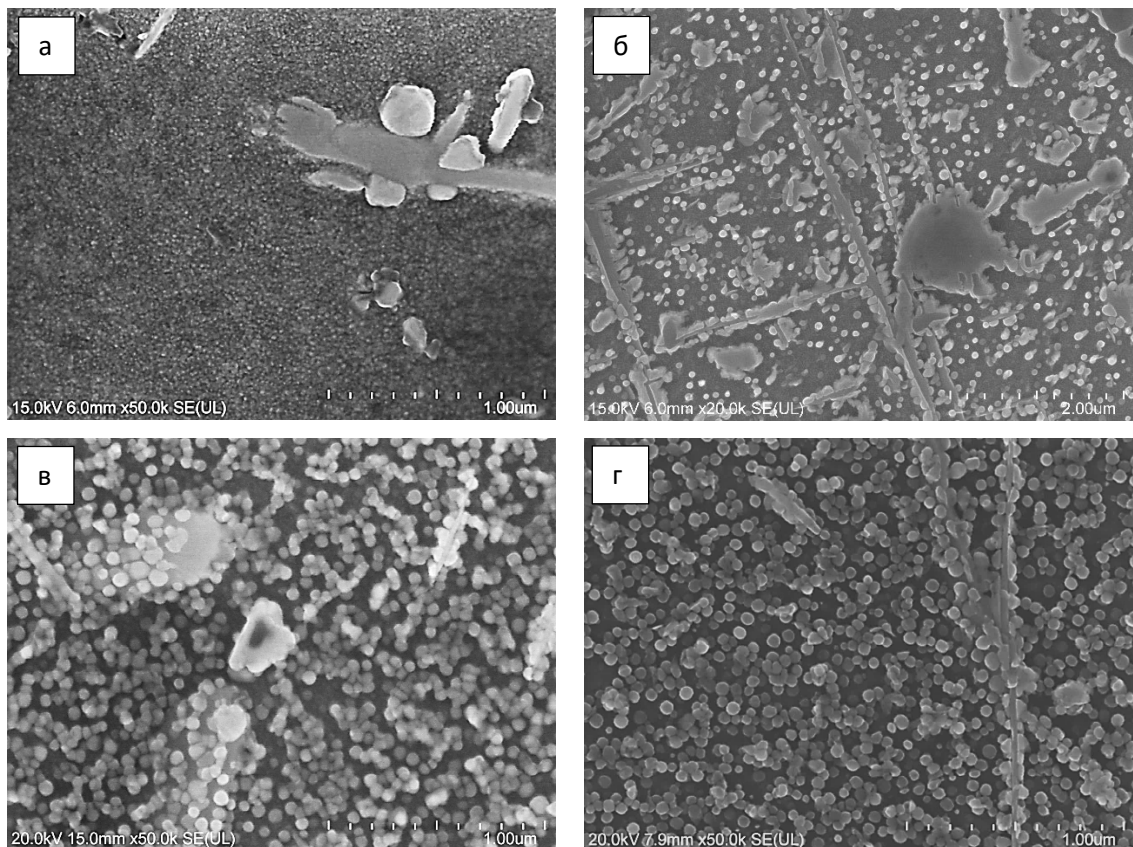


Рисунок 3.9 – Микроструктура синтезированных образцов сплава ВЖ159 сплава после ПТО и последующих отжигов в течение 50 часов при температурах 900 (а), 800 (б), 700 (в) и 650 °С (г), РЭМ

Температура 800°C – температура максимального выделения частиц σ -фазы и интенсивной коалесценции γ' -фазы. В структуре видны частицы как минимум двух морфологических типов: в виде тонких пластин и гладких, неправильной формы

окатышей (рис. 3.9б). Размер частиц σ -фазы и плотность выделения их увеличивается. С увеличением времени отжига пластинки частиц формируют сплошной каркас. Отмечается интенсивное гетерогенное образование частиц γ' -фазы на поверхности обоих типов частиц σ -фазы. С увеличением времени отжига размер частиц γ' -фазы увеличивается, а плотность выделения уменьшается. При увеличении протяженности частиц σ -фазы пластичность металла ухудшается при росте прочностных характеристик.

При температурах 700 и 650 °С частицы σ -фазы дополнительно практически не образуются, что подтверждается весьма высокой пластичностью. Происходит медленная коалесценция первичных частиц. Для частиц упрочняющей γ' -фазы этот температурный интервал соответствует наиболее полному выделению (рис. 3.9в,г) при умеренной коалесценции частиц. Прочность и пластичность материала в данном температурном интервале остаются на высоком уровне.

3.1.3 Особенности формирования гетеротипных соединений в высокохромистых сплавах, полученных методом селективного лазерного сплавления

ЭП648 и ВЖ159 представляют собой высокохромистые жаростойкие сплавы. Эволюция структур и кинетика выделения вторых фаз при распаде твердого раствора в процессе термического воздействия рассмотрено при одинаковой высокотемпературной обработке вкупе с изменением механических характеристик [240].

После СЛС для сплава ВЖ159 характерна более высокая пластичность, в сравнении с ЭП648. При этом прочностные характеристики последнего несколько

выше (рис. 3.10). После газостатической обработки по одинаковому режиму для обоих сплавов значительно повышается пластичность, при снижении пределов текучести и прочности. После старения по соответствующим режимам оба материала ожидаемо прибавляют в части прочности при сохранении весьма высокой пластичности (более 25%). Имитационный отжиг продолжительностью 500ч для сплава ВЖ159 вызывает дальнейшее повышение пределов текучести и прочности, при снижении относительного удлинения до 15%. Для сплава ЭП648 достигается обратный эффект: отмечается некоторый рост пластичности сплава при снижении предела текучести до значений, близких к состоянию после ГИП.

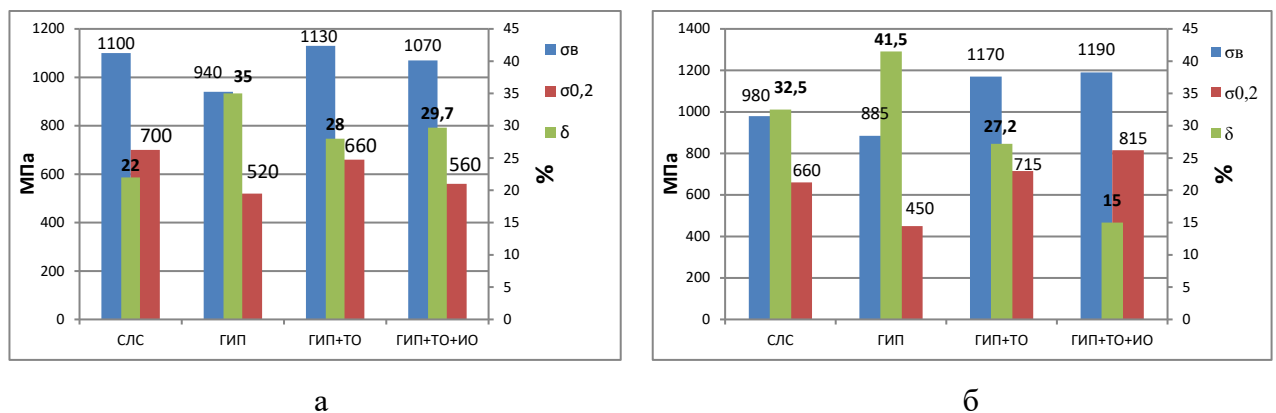


Рисунок 3.10 – Кратковременная прочность при температуре 20 °С сплавов ЭП648(а) и ВЖ159(б) после СЛС, ГИП, ГИП и старения и после 500-часового отжига при температуре 800°С

Объяснить разницу поведения близких по химическому составу материалов можно исследованием изменений микроструктуры (рис. 3.11). При старении основное упрочнение для сплава ВЖ159 обеспечивается частицами γ' -фазы сферической морфологии, при этом хромистые фазы выпадают преимущественно на границах зерен и реже – в теле зерна (рис. 3.11а). Сплав ЭП648 упрочняется преимущественно σ -фазой, имеющей развитую поверхность и неровные края, что указывает на преимущественно гетерогенный характер зарождения «вторичных» частиц (рис. 3.11б). Такая структура сообщает обоим сплавам высокие прочностные и пластические характеристики.

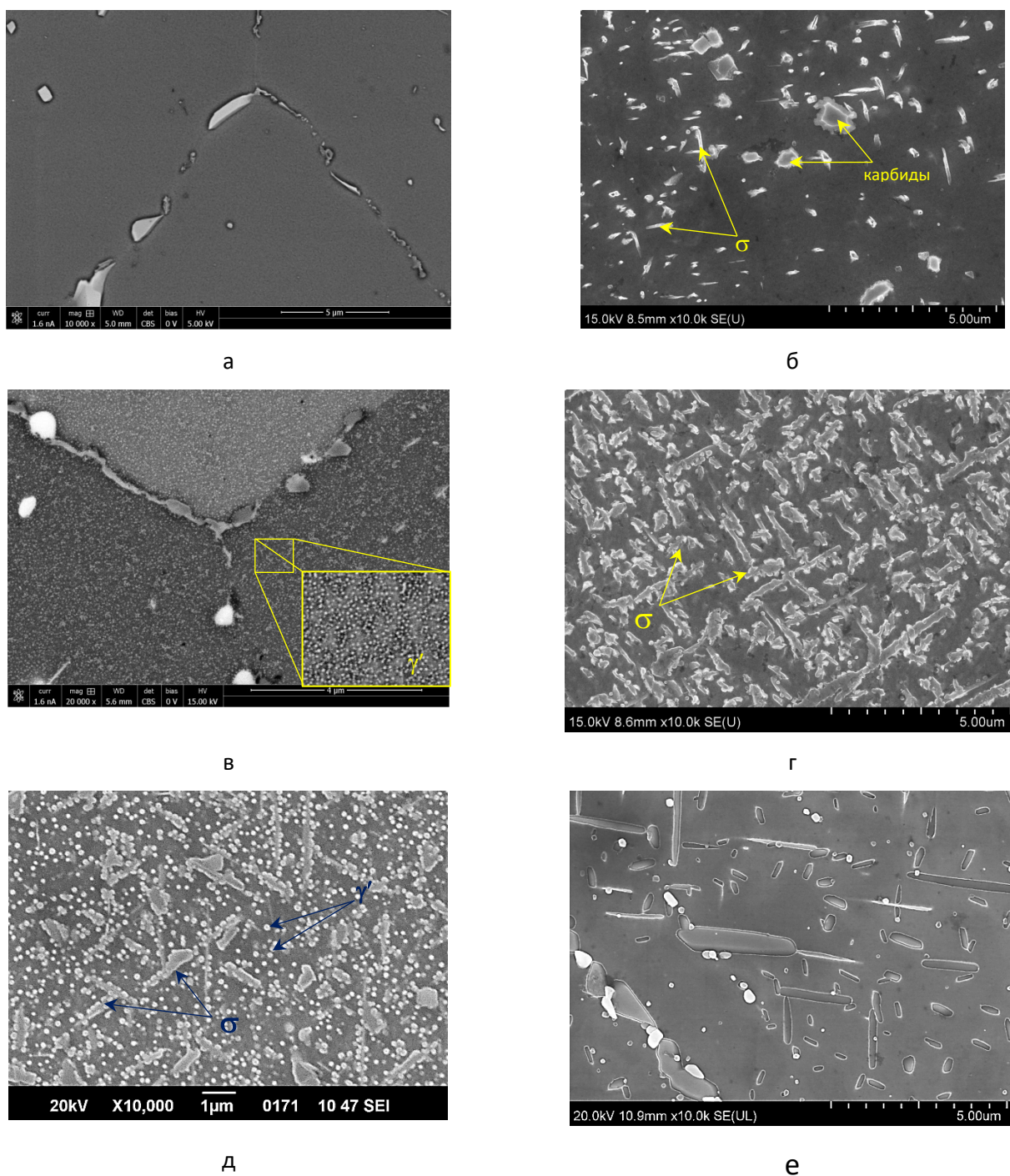


Рисунок 3.11 – Микроструктура сплавов ВЖ159 (а,в,д) и ЭП648 (б,г,е) после ГИП (а,б), ГИП+старение (в,г) и имитационного отжига (д,е)

После имитационных отжигов при температуре 800 °С в течение пятисот часов (рис. 3.11д) выраженная коалесценция частиц γ' -фазы в сплаве ВЖ159 не приводит к снижению прочности. Наоборот, значимый рост предела текучести можно связать с дополнительным образованием дискретных частиц σ -фазы размером

около 1 мкм. Такое состояние материала соответствует максимальной прочности и средним значениям пластичности.

После имитационного отжига для сплава ЭП648 (рис. 3.11e) отмечается значительное уменьшение объемной доли выделений упрочняющих фаз в сравнении с состаренным состоянием. В структуре можно уверенно дифференцировать несколько морфологических типов избыточных фаз: частицы неправильной формы, расположенные по границам зерен, протяженные частицы, кристаллографически ориентированные по плоскостям $\{111\}$, в форме пластин длиной около 5 мкм, и мелкие, около 1 мкм, хаотично расположенные частицы. Данные источников [111, 241-245] подтверждают, что выделение ТПУ-фаз нескольких морфологических типов при одинаковом химическом составе частиц является типичным для высокохромистых сталей и сплавов. Повышение пластичности и снижение прочностных характеристик для синтезированного сплава ЭП648 после имитационного отжига хорошо объясняется уменьшением объемной доли упрочняющих частиц. Однако движущая сила и сам механизм диффузионных процессов для сплава со столь высоким содержанием хрома остается неясным.

Для выяснения причин различного поведения сплавов ЭП648 и ВЖ159 после имитационных отжигов проведена оценка дисбаланса легирования по методике Г.И. Морозовой [111, 246]. Расчеты проведены для усредненных расчетных и фактически полученных химических составов исследованных сплавов.

Для сплава ЭП648 расчеты (табл. 3.3) показывают значительный отрицательный дисбаланс легирования и для расчетного среднего ($\Delta\bar{E} = -0,17$) и, в особенности, для фактического исследованного химического состава ($\Delta\bar{E} = -0,22$). По данным [247] отрицательный дисбаланс легирования предполагает образование гетеротипных соединений (фаз σ , μ , Лавеса и др.), что соответствует структуре сплава ЭП648 после старения. Сплав ВЖ159 обладает практически сбалансированным составом: для среднего расчетного состава дисбаланс

легирования составляет $\Delta\bar{E} = -0,04$, а для фактически полученного - всего $\Delta\bar{E} = -0,01$.

Таблица 3.3 – Химический состав и дисбаланс легирования сплавов ЭП648 и ВЖ159, полученных методом СЛС

Состав	Содержание элементов, %(масс.)							$\bar{A}$	$\bar{E}$	$\Delta\bar{E}$
	Ni	Cr	Ti	Al	Nb	Mo	W			
ЭП648										
расч.	57,08	33,2	0,7	0,72	0,68	2,72	4,9	62,68	8,36	-0,17
факт	56,2	33,7	0,83	0,82	0,83	2,78	4,84	62,66	8,32	-0,22
ВЖ159										
расч.	61,2	26,9	-	1,41	2,9	7,6	-	61,90	8,47	-0,04
факт.	61,7	26,2	-	1,36	3,04	7,71	-	61,99	8,50	-0,01

Анализ расчетных данных при сопоставлении с результатами микроструктурных исследований выявляет следующие противоречия:

1) Выраженный отрицательный дисбаланс легирования сплава ЭП648 должен вызывать дополнительное образование гетеротипных соединений, а приводить к уменьшению их объёмной доли при длительном высокотемпературном воздействии, как показано выше при исследовании микроструктуры.

2) Почти нулевой дисбаланс легирования сплава ВЖ159 не предполагает образования гетеротипных фаз при дальнейшем термическом воздействии. Однако при исследовании микроструктуры видно обратное.

По результатам исследования микроструктуры сплава ЭП648 после имитационного отжига методом ПЭМ (рис. 3.12а,б) установлено, что частицы фаз в теле зерна имеют различные ориентационные соотношения с матрицей и морфологию. В пределах одного зерна наблюдаемые частицы фаз можно разделить на три: равноосные размером менее 100нм и два типа пластинчатых фаз.

Результаты микрорентгеноспектрального анализа фазовых составляющих сплава ЭП648 по линии приведены на рис. 3.12в. При анализе спектрограмм видно,

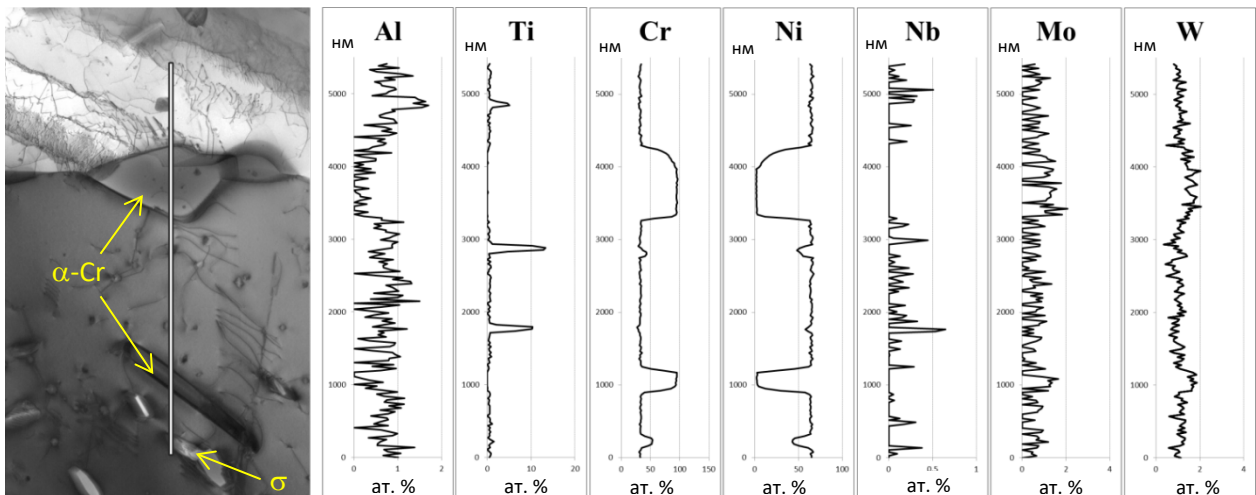
что из трех исследованных частиц размером более 1 мкм две частицы не являются σ -фазой. В соответствии с кривыми распределения, в состав частицы σ -фазы входит около 50% Cr и более 40% Ni. Две другие частицы содержат более 90% Cr, с примесями вольфрама и молибдена (около 2% ат. каждого).



а



б



в

Рисунок 3.12 – Электронномикроскопические изображения структуры сплава ЭП648 после ГИП, старения и имитационного отжига (а,б) и распределение концентрации легирующих элементов вдоль линии, пересекающей частицы ТПУ-фаз (в)

В работе [248] при исследовании процесса объемного азотирования сплава ЭП648 также показано формирование подобных частиц, содержащих, однако в

значительных количествах никель. В данной работе эти частицы предположительно идентифицированы как α -Cr. Вероятно, показанное в [248] наличие никеля в составе обнаруженной фазы связано с недостаточной локальностью анализа. В работе [249] сообщается, что образование твердых растворов на основе вольфрама и хрома имеет место в сложнолегированных сплавах, хотя и является относительно редким случаем. Такие частицы могут выделяться в виде метастабильных фаз.

Посредством анализа электронограмм, полученных на участках сопряжения таких частиц с матрицей в настоящем исследовании, установлены тип кристаллической решетки и ориентационные соотношения с матрицей. Приведенные на рис. 3.13 электронограммы получены в ориентировках, близких к $[010]_{\gamma}, [001]_{Cr}$ (а), и точных ориентировках $[110]_{\gamma}, [111]_{Cr}$ (б). Угол разворота между ними составляет $\sim 50^\circ$. Для разделения сеток рефлексов дополнительно получены электронограммы на отдельных участках фазы и матрицы вдали от межфазных границ. Индицированием электронограмм подтверждено соответствие кристаллической решетки фазы на основе хрома ОЦК. Также выявлены общие кристаллографические направления фазы и матрицы, установлены их ориентационные соотношения. Совпадение рефлексов, соответствующих отражениям от плоскостей $(1\bar{1}1)_{\gamma}$ и $(10\bar{1})_{Cr}$, на осях зон $[110]_{\gamma}, [111]_{Cr}$ (рис. 3.12б) позволяет записать ориентационное соотношение матрицы и фазы на основе Cr можно в следующем виде:

$$[110]_{\gamma} || [111]_{Cr}; (1\bar{1}1)_{\gamma} || (10\bar{1})_{Cr}$$

Данное ориентационное соотношение наблюдается, в частности, в сталях при сопряжении фаз аустенита и мартенсита и известно как соотношение Курдюмова-Закса. На рис. 3.12в представлен профиль линейного сечения обратного пространства в направлениях 101_{γ} и 100_{Cr} , отмеченного пунктирной линией на электронограмме рис. 3.12а, из которого определены межплоскостные расстояния ($\sim 1.28 \text{ \AA}$ для $(202)_{\gamma}$ и $\sim 1.46 \text{ \AA}$ для $(200)_{Cr}$) и периоды решеток матрицы $\sim 3.6 \text{ \AA}$ и фазы на основе Cr $\sim 2.9 \text{ \AA}$. Определенный период решетки частицы на основе Cr

соответствует аналогичным фазовым выделениям, обнаруженных при исследовании сплава ЭИ868 в работе [249]. Проведенные исследования и сопоставление с литературными данными однозначно показывают, что обнаруженные частицы представляют собой α -Cr. Увеличение периода решетки частиц относительно чистого Cr ($2,885\text{\AA}$) связано с наличием в составе примесей вольфрама и молибдена.

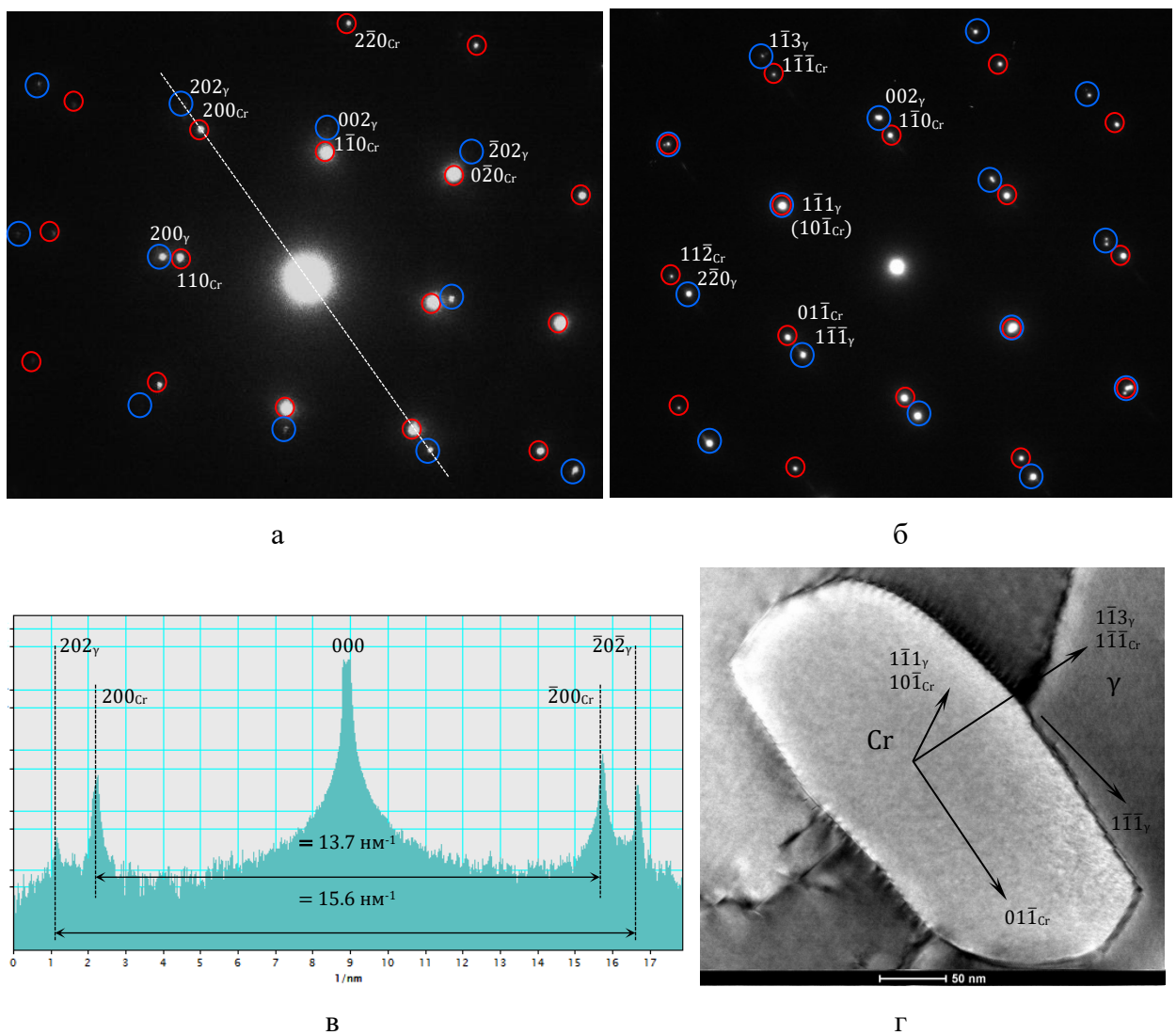


Рисунок 3.13 – Ориентационные соотношения и параметры решетки фазы на основе хрома: а) $[010]_\gamma, [001]_{Cr}$; б) $[110]_\gamma, [111]_{Cr}$; в) линейное сечение обратного пространства в направлении 100_{Cr} (периоды решеток ГЦК-матрицы $\sim 3.6\text{\AA}$, ОЦК Cr-фазы $\sim 2.9\text{\AA}$); г) снимок частицы фазы в ориентировке, соответствующей дифракционной картине (б)

Выделение единичных частиц α -Cr для сплава ЭП648 установлено и после ГИП с последующим старением. В таком состоянии выделения имеют строго

определенную морфологию: с легкой огранкой, преимущественно равноосные. После имитационного 500-часового отжига частицы α -Cr уже не имеют морфологических отличий от частиц σ -фазы. Форма частиц меняется от камневидной до пластинчатой (веретенообразной).

Частицы выделяются по границам и в объеме зерен. После имитационного отжига объемная доля частиц α -Cr значительно увеличивается по сравнению с состоянием ГИП+старение.

В результате проведенного исследования можно заключить следующее. Уменьшение объемной доли σ -фазы в синтезированном материале ЭП648 после имитационного отжига не противоречит уравнению сбалансированного легирования. Отрицательный дисбаланс легирования сплава ЭП648 способствует последовательному образованию ТПУ-фаз нескольких типов. После закалки (ГИП) и последующего старения образуется большое количество частиц σ -фазы пластинчатой или неправильной формы. Единичные частицы α -Cr при этом образуются в основном по границам зерен. При имитационном отжиге с дополнительным образованием частиц α -Cr, содержащих более 90% хрома, объемная доля σ -фазы уменьшается. В конечном счете, трансформация σ -фазы в частицы α -Cr с более высоким содержанием хрома приводит к уменьшению общей объемной доли упрочняющих фаз, что и приводит к росту пластичности материала при снижении кратковременной и длительной прочности.

3.1.4 Оптимизация состава сплава ВЖ159 применительно к процессу селективного лазерного сплавления

Склонность сплава ВЖ159, изначально разработанного в соответствии с принципами сбалансированного легирования, к выделению гетеротипных соединений при получении методом СЛС также неясна. Основой обнаруженных в синтезированном материале ТПУ-фаз является хром. Соответственно, исследования в данном направлении проводили на опытных составах с изменением содержания хрома с расчетом на нижний и верхний предел легирования и на среднее его содержание. Фактически полученное в синтезированном металле содержание хрома составило 24,8; 26,7 и 27,4% (по массе). Исследование микроструктур полученных вариантов после СЛС и двухступенчатого старения (рис. 3.14) показало наличие прямой зависимости количества и морфологии частиц ТПУ-фаз от содержания хрома: увеличивается не только общее количество частиц, но и их протяженность.

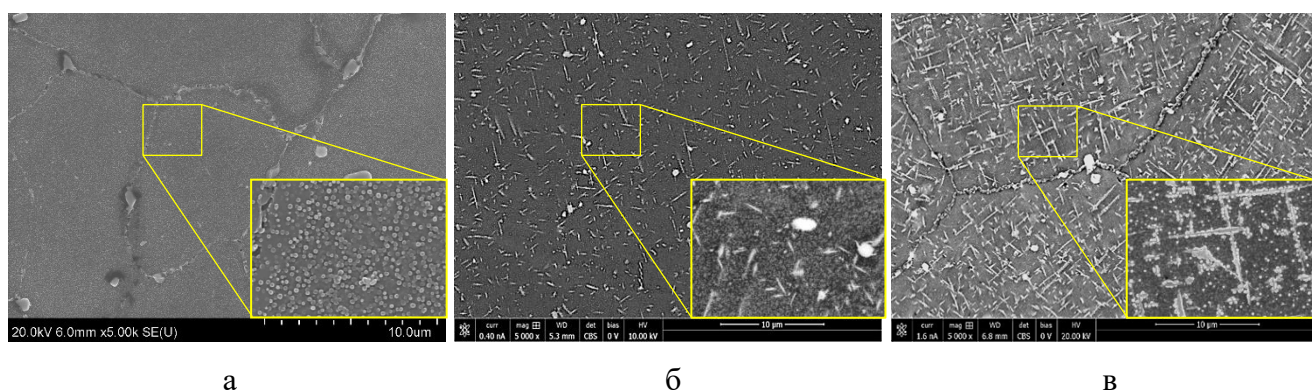


Рисунок 3.14 – Микроструктура сплава ВЖ159 с содержанием хрома (а)24,8, (б)26,7 и (в) 27,4%

Проведенные испытания механических характеристик (табл. 3.4) при идентичном режиме термической обработки показали, что с повышением

содержания хрома более 27% происходит резкое снижение относительного удлинения синтезированного материала. Причиной этого являются протяженные пластины σ -фазы, являющиеся концентраторами напряжений

Таблица 3.4 – Средние значения механических характеристик синтезированного материала после идентичной термической обработки в зависимости от содержания хрома, полученные на образцах одной ориентации

Содержание Cr, % масс.	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %
24,8	1150	770	25,2
26,7	1170	760	24,6
27,4	1180	780	17,2

Снижение же содержания хрома до 25 (24,8)% не оказало значимого отрицательного влияния на механические свойства и при комнатной, и при повышенной температуре. Жаростойкость материала с 24,8% Cr идентична материалу с содержанием 26,7% Cr на базе испытаний 100 ч.

Возможные факторы, дестабилизирующие систему легирования сплава ВЖ159 в процессе СЛС, анализировали, исходя из ключевых отличий получаемого синтезированного металла от металла вакуумно-индукционной выплавки (вакуумно-дугового переплава). В этом смысле, главным отличием является содержание азота. После процесса СЛС в защитной среде азота его содержание в синтезированном металле в сравнении с исходной шихтовой заготовкой и порошком увеличивается примерно в три раза. Исследование СЛС-металла с различным содержанием хрома показало (таблица 3.5), рост содержания азота с увеличением содержания хрома. Подобная зависимость показана и в работе [250], посвященной влиянию легирующих элементов на порообразование при сварке никель-хромовых сплавов. Авторами [250] увеличение растворимости азота в расплаве объясняется увеличением т.н. хромового эквивалента: содержанием всех элементов, повышающих растворимость азота в матрице. Для сплава ВЖ159 к таковым, кроме самого хрома, относятся ниобий и молибден.

Таблица 3.5 – Зависимость содержания азота от содержания хрома а в сплаве ВЖ159 при синтезе в среде азота

Элемент	Содержание ¹⁾ , % масс.		
Cr	24,8	25,7	26,7
[N]	0,015	0,018	0,019
¹⁾ Содержание [N] в МПК 0,0060-0,0076 % по массе.			

По результатам исследования кинетики выделения частиц ТПУ-фаз в диапазоне температур термической обработки и эксплуатации построены С-образные для сплава ВЖ159 при содержании хрома 26,7% (рис. 3.15).

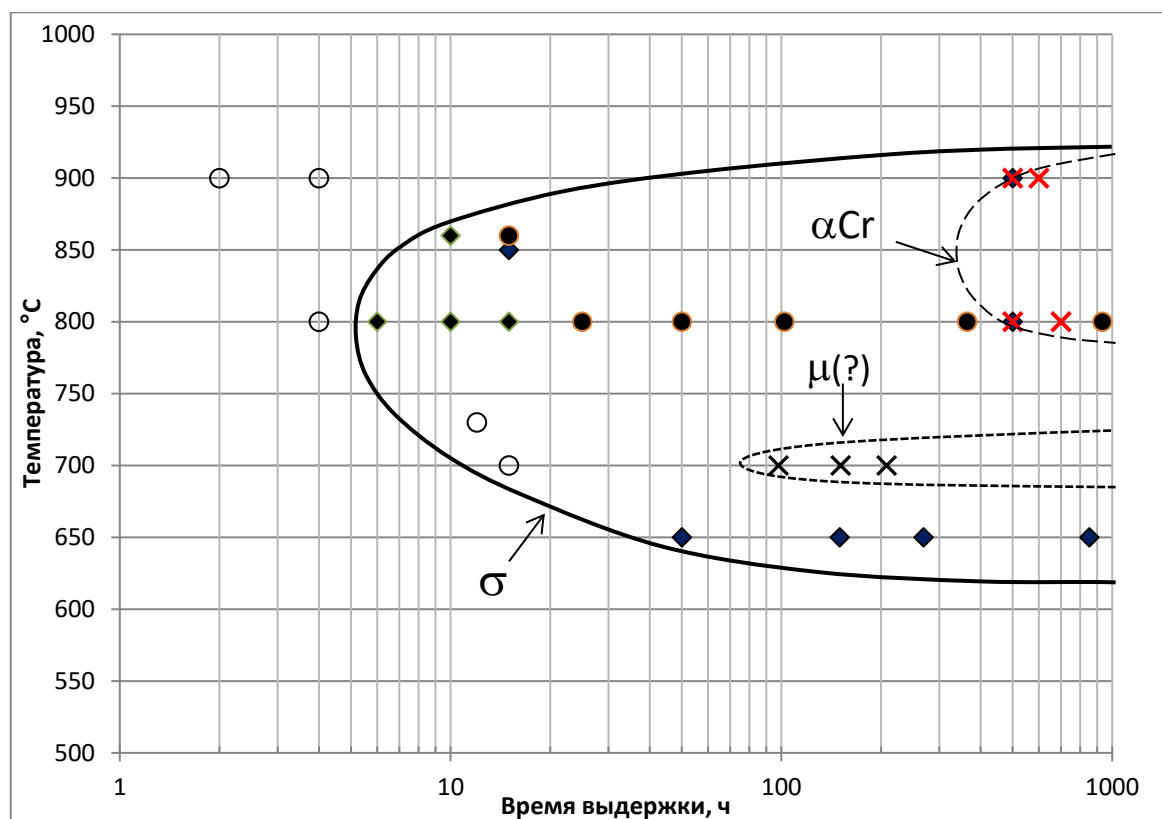


Рисунок 3.15 – С-образные кривые выделения частиц ТПУ-фаз в сплаве ВЖ159 с 26,7% Cr

Из рис. 3.15 видно, что основной интервал температур выделения частиц σ -фазы – это 650-800°C. При температуре 800°C частицы σ -фазы обнаруживаются в структуре уже спустя 2 часа выдержки, при температуре 900 °C – спустя 10-20 часов. После 8-10 часов выдержки в интервале температур 800-900°C

присутствуют частицы σ -фазы минимум двух морфологических типов. С увеличением продолжительности выдержки в зависимости от температуры нагрева увеличивается количество и/или размер частиц. Выдержки свыше 250 ч при температуре 800°C приводят к образованию частиц α -Cr, а при температуре 700° – частиц ТПУ-фазы, отличной по морфологии от σ -фазы и α -Cr, предположительно, μ -фазы, приближенная формула которой по данным МРСА $\text{Cr}_{55}\text{Mo}_{12}\text{Ni}_{33}$. Само присутствие дискретных частиц обнаруженных ТПУ-фаз выраженного негативного влияния на механические характеристики синтезированного материала ВЖ159 не оказывают. Именно образование протяженных частиц пластинчатой морфологии, обнаруживаемых в металле с содержанием хрома ближе к верхнему пределу легирования, резко снижает пластичность сплава.

Рассматривать химическую неоднородность, вызванную ликвацией, в качестве причины образования ТПУ-соединений в СЛС-металле не приходится. Исходным материалом при СЛС является дисперсный порошок. При распылении расплава с высоким ($T_L + 250^\circ\text{C}$ и более) перегревом, получаемый порошок отличается наиболее высокой химической однородностью. В процессе СЛС сплавление порошка сопровождается высокими скоростями кристаллизации, формированием ячеистой, а при дельнейшей термической обработке – мелкозернистой структуры, что обеспечивает высокую химическую гомогенность материала.

Как показано в [111], образование гетеротипных соединений можно объяснить недостатком углерода в высокохромистой системе. Из-за нехватки углерода «лишние» хром и молибден связываются в ТПУ-фазы. Для СЛС стабилизация системы легирования увеличением содержания углерода малопродуктивно: интенсивное карбидообразование приведет к сохранению выраженной морфологической текстуры, характерной для синтезированного металла.

Появление частиц ТПУ-фаз уже в процессе термической обработки, вероятно, вызвано повышенным содержанием в СЛС-металле азота. Можно предположить два механизма. Первый: увеличение азота приводит к снижению растворимости

хрома в никелевой матрице при высоких температурах. Второй: формирование многочисленных субмикронных частиц нитридов, служащих зародышами для выделения частиц σ -фазы. Однако после закалки в структуре сплава и так присутствуют наноразмерные частицы γ' -фазы, образующиеся по спинодальному механизму. Их наличие не зависит от содержания хрома, т.е. не требуется образования дополнительных частиц, провоцирующих распад пересыщенного твердого раствора. Представляется наиболее вероятным, что именно снижение растворимости хрома при повышенных температурах, вызванное увеличением содержания азота, дестабилизирует систему легирования при синтезе ВЖ159 методом СЛС.

Замена защитной среды синтеза на аргон для исключения негативного воздействия частичного объемного азотирования для сплава ВЖ159 представляется нецелесообразной прежде всего по экономическим соображениям. Генератор азота для большей части СЛС-оборудования является штатным периферийным оборудованием, в отличие от аргонной станции. Для СЛС-металла проведена корректировка химического состава введением компенсационного сдвига пределов легирования на 1% (25-27 вместо 26-28%). Это позволило стабилизировать систему легирования применительно к синтезу в азоте и исключить выпадения по пластичности, связанные с образованием протяженных пластинчатых частиц σ -фазы.

3.1.5 Сравнение механических характеристик сплавов ВЖ159-ПС и ЭП648-ПС с зарубежными аналогами по применению

Результатом проведенных исследований стала разработка комплексных технологий СЛС: технологических режимов селективного лазерного сплавления, ГИП и термической обработки для ЭП648-ПС, закалки и двухступенчатого старения для ВЖ159-ПС. Проведена общая квалификация разработанных синтезированных материалов для авиационного применения. Определены характеристики кратковременной, длительной и циклической прочности, а также теплофизические характеристики. Установлено, что разработанные материалы близки по длительной прочности (рис. 3.16) с небольшим преимуществом ВЖ159-ПС в области средних (до 800 °С) температур.

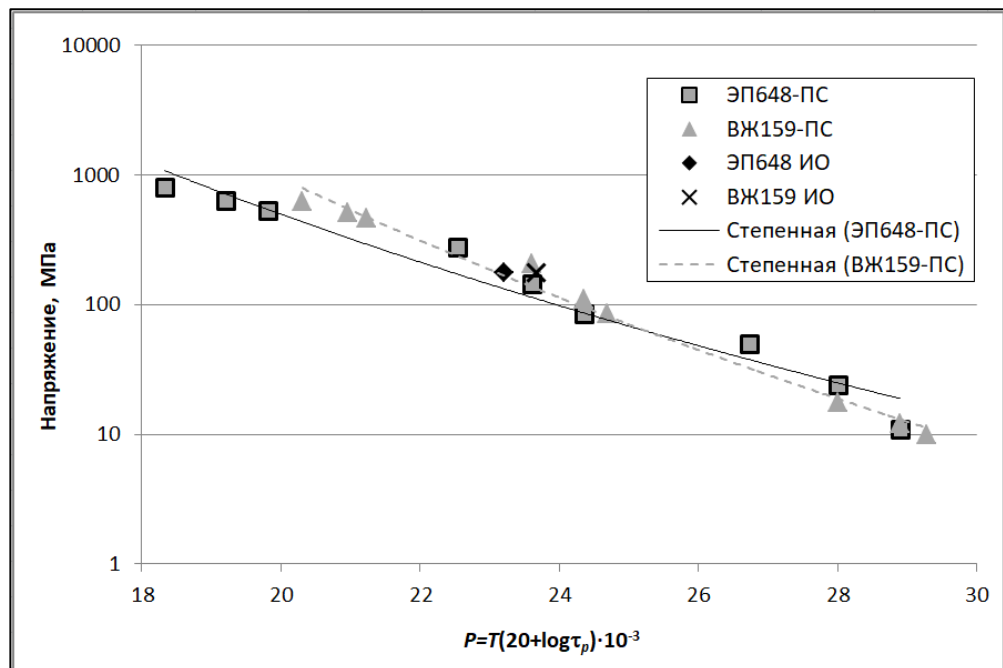


Рисунок 3.16 – Параметрические зависимости Ларсона-Миллера для длительной прочности синтезированных методом СЛС сплавов ВЖ159-ПС и ЭП648-ПС в интервале температур 800 - 1000 °С на базах до 500 ч

Средний уровень механических свойств сплава ВЖ159-ПС после закалки и двухступенчатого старения составляет: $\sigma_B^{20} = 1160$ МПа; $\sigma_{100}^{800} = 180$ МПа, $\sigma_{500}^{800} =$

90 МПа и существенно превосходит показатели листового материала-прототипа. Средний уровень механических свойств сплава ЭП648-ПС после ГИП и старения составляет: $\sigma_B^{20} = 1120$ МПа; $\sigma_{100}^{800} = 145$ МПа, $\sigma_{500}^{800} = 80$ МПа, и существенно превосходит литой аналог ВХ4Л и близок по кратковременной прочности деформируемому ВХ4А, несколько уступая обоим материалам по длительной прочности.

По кратковременной прочности (табл. 3.6) оба материала несколько уступают зарубежному аналогу по применению EOS In718, превосходя другой зарубежный материал EOS In 625.

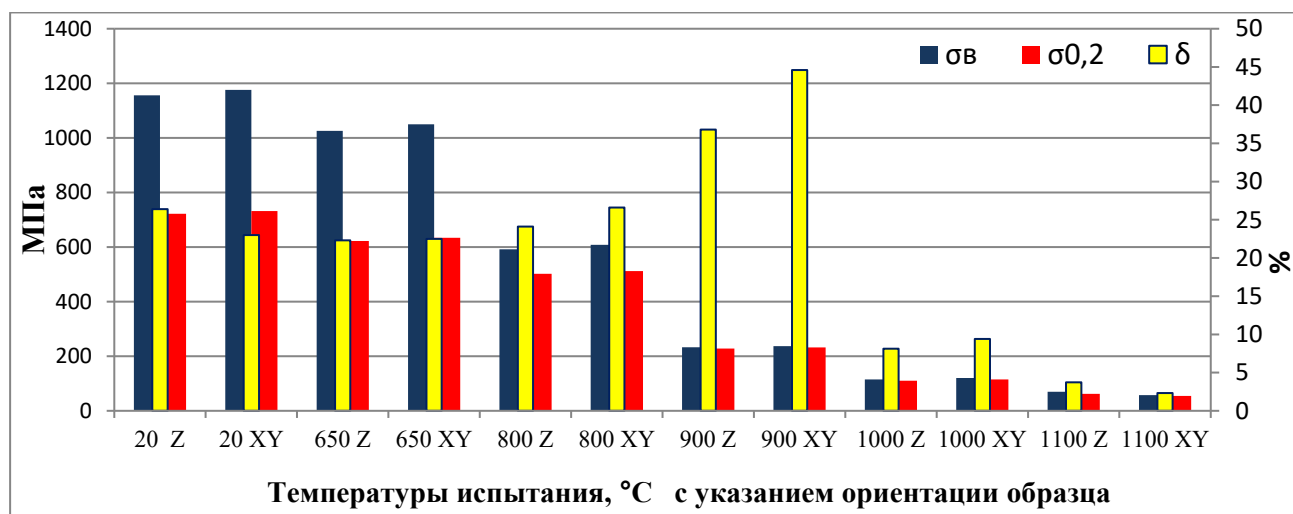
Таблица 3.6 – Сравнение механических характеристик жаростойких и жаропрочных материалов ВЖ159-ПС и ЭП648-ПС с зарубежными аналогами по применению

Характеристика	Уровень свойств (средние значения)			
	ВЖ159-ПС	ЭП648-ПС	EOS In 625 [251]	EOS In 718 [251]
σ_B^{20} , МПа	1180/1160	1130	1000/890	1505/1375
$\sigma_{0,2}$, МПа	735/725	660	680/640	1240/1145
δ , %	26,0/24,0	28	34/49	12/17
$\sigma_B^{650}/\sigma_{0,2}^{650}$ (Z), МПа	1030/625	980/520 *	н/д	1210/1010
$\sigma_B^{800}/\sigma_{0,2}^{800}$ (Z), МПа	595/505	530	н/д	н/д
σ_{100}^{650} , МПа	605/590	770/795*	н/д	~550-570
σ_{100}^{800} , МПа	170/185	130/145	н/р	н/р
* При 600 °C				

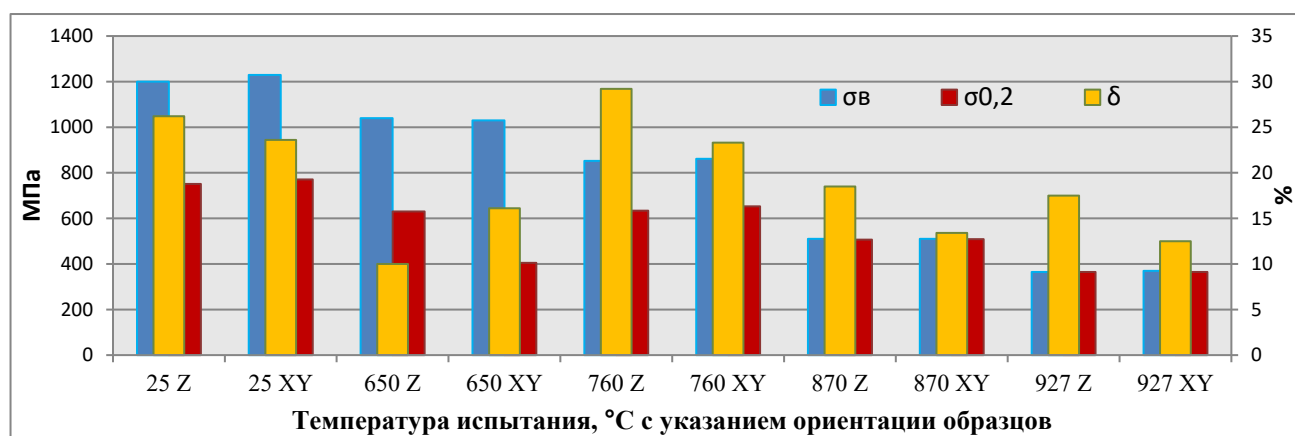
Однако по рабочим температурам и длительной прочности оба разработанных материала значительно превосходят упомянутые зарубежные аналоги. Определение прочностных характеристик в интервале рабочих температур выявляет особенность синтезированных материалов, не свойственную традиционным аналогам: снижение пластичности при максимальных рабочих температурах, что характерно также и для зарубежных материалов, в частности для EOS Hayness 282 (рис. 3.17).

Снижение прочностных характеристик, по-видимому, связано с состоянием границ зерен, обусловленных изначально более высоким содержанием газовых примесей,

в особенности, кислорода по сравнению с прототипами, получаемыми по традиционным технологиям.



а



б

Рисунок 3.17 – Сравнение кратковременной прочности материалов ВЖ159-ПС (а) и EOS Hayness 282 (б) в интервале рабочих температур с указанием ориентации образцов относительно платформы построения

Материал ЭП648-ПС применен для изготовления первой серийной детали в РФ по технологии СЛС – завихрителя СЛ100-03-293 фронтального устройства камеры сгорания двигателя ПД-14; сопловых аппаратов, корпуса подшипников и др. для вертолетного двигателя ВК-650В, деталей и узлов испытательных стендов для термометрии ГТД в эксплуатационных условиях. Материал ВЖ159-ПС – для

изготовления деталей «Корпус форсунки», «Завихритель тангенциальный» перспективного ГТД большой тяги ПД-35; деталей «Стабилизатор» малоэмиссионной камеры сгорания (МЭКС) двигателя ПС-90ГП-2М.

3.1.6 ВЖ171

Ограничение рабочих температур до 1000 °С у ранее рассмотренных материалов потребовало параллельной разработки более высокотемпературного материала под технологию СЛС для тонкостенных изделий (жаровые трубы, теплозащитные панели и др.). Для этой цели был выбран ВЖ171, листовой материал, разработанный в ВИАМ более 30 лет назад. Особенностью сплава является применение последующей ХТО для тонколистового проката, что обеспечивает дополнительное упрочнение при высоких температурах [235].

Сплав ВЖ171 при высоком содержании вольфрама [253] и высокой температуре плавления при СЛС требует более высокой плотности подводимой энергии в сравнении со сплавами ВЖ159 и ЭП648. Этим обусловлены особенности структуры синтезированного металла. Трековая структура менее выражена, вероятно, вследствие частичной полигонизации при большом тепловложении. Исследование в режиме обратно отраженных электронов показывает значительную разориентацию кристаллитов, видимую по выраженному контрасту. Границы треков можно идентифицировать далеко не везде (рис. 3.18*а,б*). Границы формирующих кристаллиты ячеек оформлены в виде прослоек, видимых в режиме композиционного контраста. Их появление связано с микроликвационной неоднородностью, вызванной концентрационным переохлаждением. В режиме обратно отраженных электронов в объеме ячеек видно два типа контрастных

частиц: светлые, содержащие тугоплавкие элементы, и темные, вероятно, соединения с азотом или кислородом (рис. 3.18в,г).

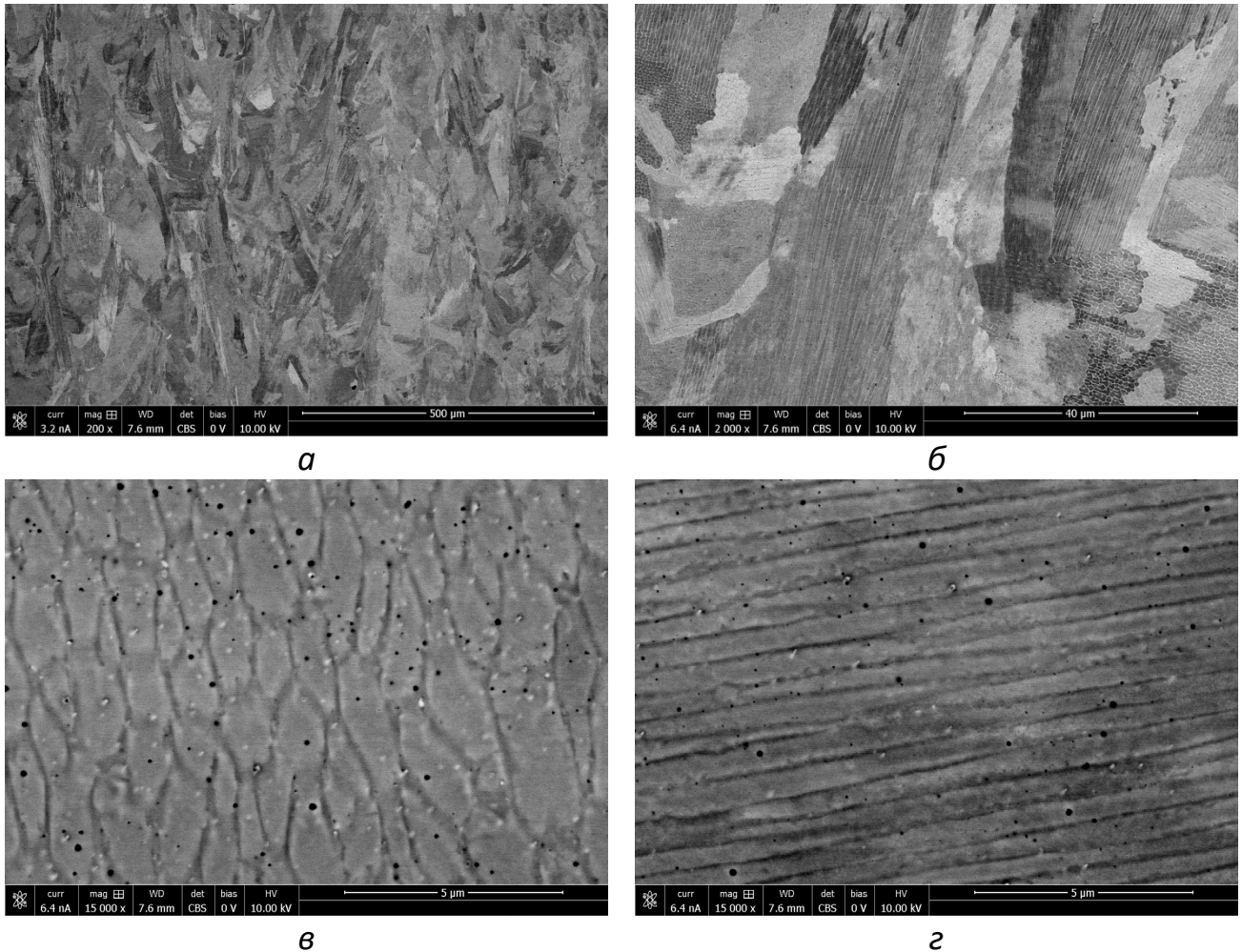


Рисунок 3.18 – Структура синтезированного сплава ВЖ171 после СЛС: трековая структура (а) и кристаллиты (б); ячеистая структура (в,г)

При исследовании синтезированного материала методом ПЭМ отмечена высокая плотность дислокаций и наличие полос скольжения в плоскости (111) ГЦК решетки (рис. 3.19а,б). Некоторый контраст на разных ячейках обусловлен незначительной разориентировкой фрагментов. Направления полос скольжения при этом практически не изменяются. Появление полос скольжения может быть связано с деформацией кристаллической решетки γ -матрицы под действием кристаллизационных напряжений или с повышенной концентрацией дефектов упаковки матрицы твердого раствора при высоком содержании кобальта.

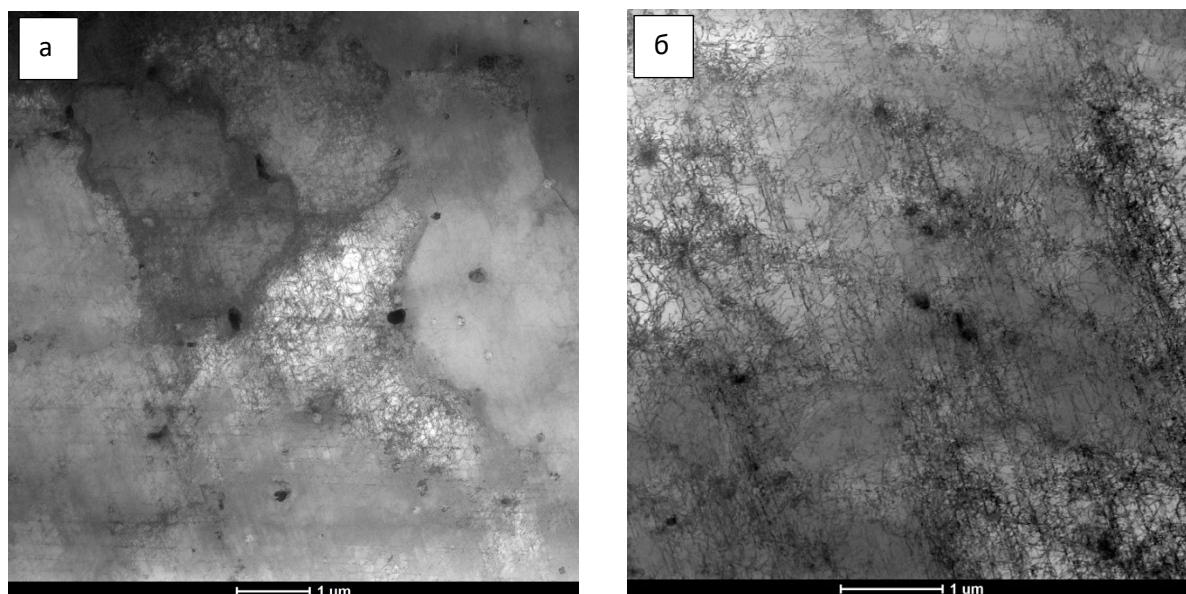


Рисунок 3.19 – Структура материала из сплава ВЖ171 после СЛС:

а) общий вид фрагментов структуры и частиц упрочняющей фазы; б) дислокации на границах и в объёме ячеек кристаллизации

При построении карт и профилей распределения легирующих элементов по линии методом энергодисперсионного анализа, установлено обогащение границ ячеек титаном и хромом (рис. 3.20).

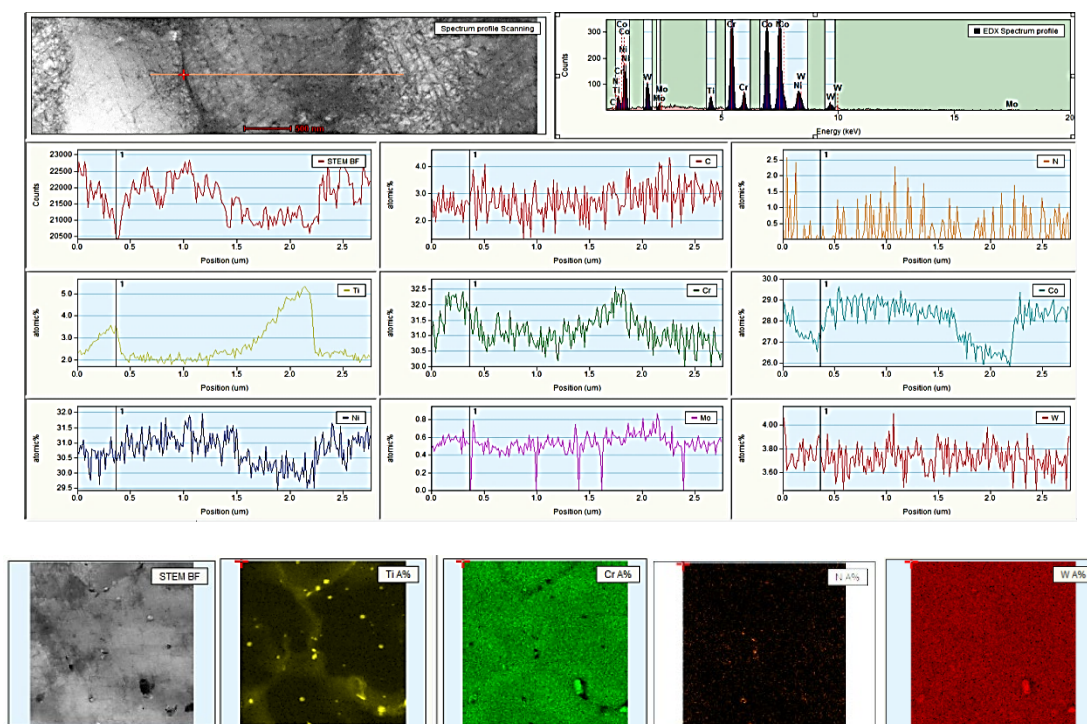


Рисунок 3.20 – Распределение легирующих элементов на границах и в теле ячеек после СЛС и карты распределения элементов

Дисперсные частицы фаз размером 100-300, расположенные в объеме и по границам ячеек, отличаются по составу и имеют форму от многогранных призм до псевдосферической.

Более контрастные частицы фазы имеют в составе более высокое содержание титана (10-25% ат.) и повышенную (в сравнении с твердым раствором) концентрацию азота, хрома, вольфрама и других твердорастворных элементов (рис. 3.21).

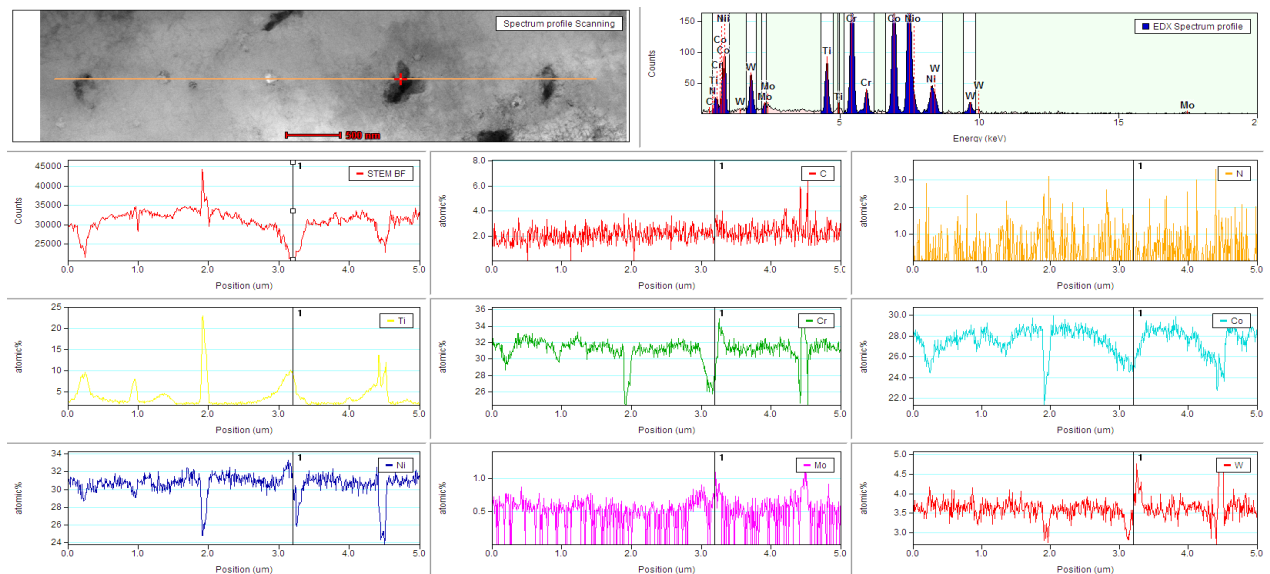


Рисунок 3.21 – Распределение легирующих элементов в частицах фаз

Более крупные темные частицы округлой формы, с более высоким содержанием хрома, вольфрама и углерода можно идентифицированы как карбиды.

Можно предположить, что субмикронные азотсодержащие частицы образуются в результате реакции с нитридообразующими элементами непосредственно при послойном синтезе аналогично показанному выше процессу для сплава ЭП648. Однако в сплаве ВЖ171 после СЛС азот связан не в выделениях на основе хрома и молибдена, а, в по большей части, в частицах, богатых титаном.

С целью минимизации пористости и снижения уровня внутренних напряжений после СЛС для материала ВЖ171 разработан режим горячего изостатического прессования (ГИП). После ГИП в структуре хорошо видны

рекристаллизованные зерна 4-6 номера по шкале ГОСТ 5639-82, присутствуют двойники отжига (рисунок 3.22а,б). Остаточной ячеистой структуры не отмечено, дислокации локализованы около некогерентных частиц фаз (рисунок 3.22,в).

После ГИП на поверхности материала образуется измененный слой глубиной около 50 мкм (рис. 3.22,б), в котором плотность выделения частиц фаз значительно больше, чем в основном сечении.

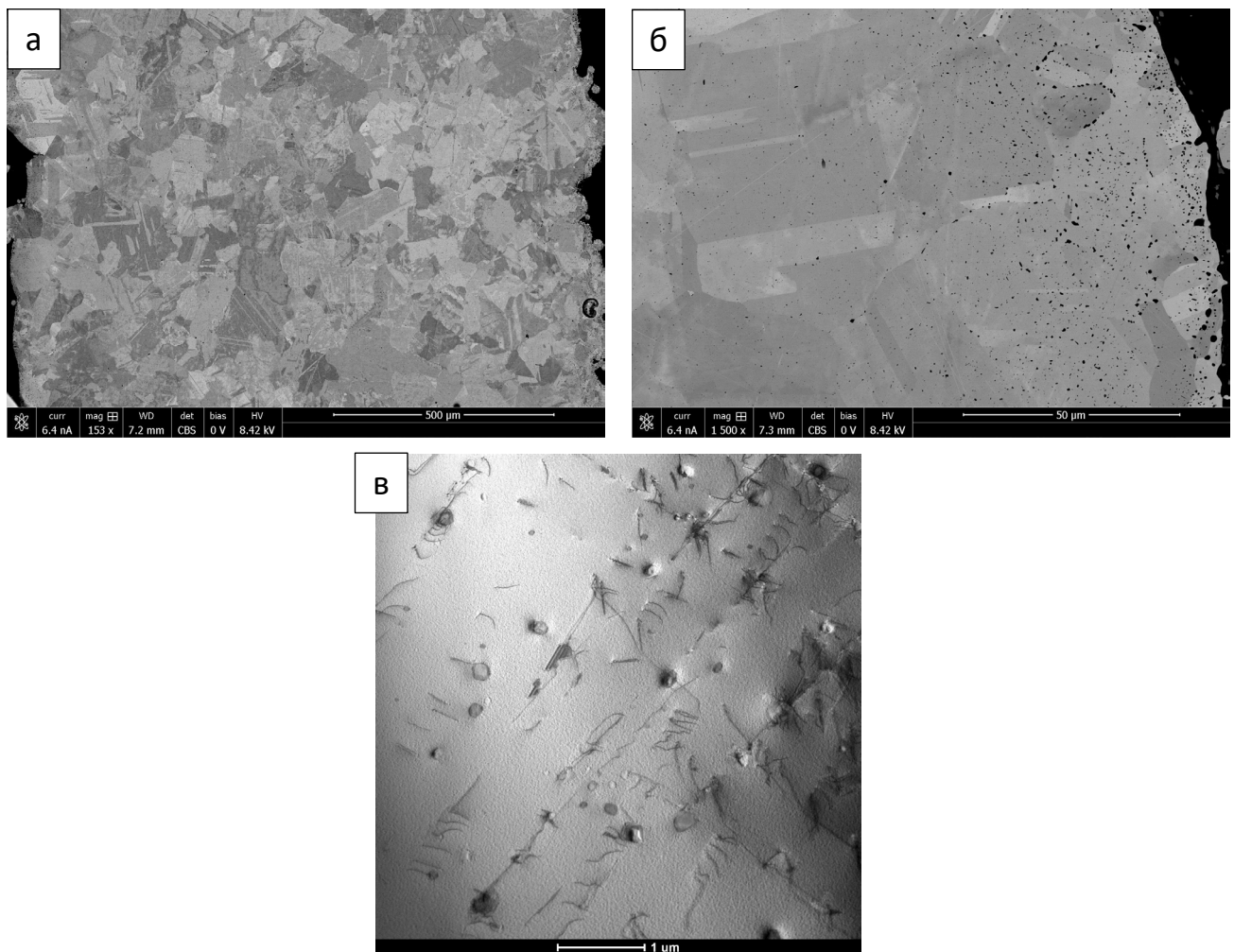


Рисунок 3.22 – Структура синтезированного сплава ВЖ171 после ГИП:

- а) зеренная структура в сечении образца;
- б) поверхностный слой с высокой плотностью частиц;
- в) субструктура зерна с дислокациями и частицами фаз

Размер частиц у поверхности увеличивается до 1 мкм, при размере в основном сечении менее 500 нм. Такие структурные изменения можно объяснять протеканием распада нестабильных азотсодержащих частиц, и интенсивной

диффузией азота к поверхности образца при длительной высокотемпературной выдержке в процессе ГИП. Азотсодержащие частицы видны в структуре и по границам зерен, и в их объеме. Исследование элементного состава частиц после ГИП показывает повышение содержанием титана с 20 до 40 % (ат. масс) по сравнению с исходным состоянием, т.е. образуются стабильные соединения, приближенные к стехиометрическому составу TiN . Синтезированные заготовки из сплава ВЖ171 после ГИП подвергаются химико-термической обработке (ХТО) в среде азота по режиму, применяемому для деформированного материала [253]. После ХТО дисперсные частицы нитридов размером менее 1 мкм формируются в основном в области, отстоящей от поверхности на 700-800 мкм. Подавляющее число частиц нитридов в синтезированном металле имеет размер 200 – 500 нм. Они преимущественно расположены в объеме рекристаллизованных зерен (рисунок 3.23,а). На межзеренных границах присутствуют отдельные более крупные частицы размером около 1 мкм (рисунок 3.23,б). Большая часть частиц нитридов формируется по наследуемым границам ячеек, обедненных хромом, вероятно, по механизму коалесценции при диффузии азота. Более крупные частицы образуются по границам зерен в результате недостатка связанного азотом титана за счет диффузии хрома. В центральной части плоских образцов толщиной свыше 1,5 мм присутствуют лишь отдельные частицы нитридов, объемная доля которых на порядок меньше, в сравнении со сплошным азотированным слоем.

Кинетика процессов азотирования для синтезированного металла по данным металлографии схожа с деформируемым аналогом: нитриды титана образуются на расстоянии (глубине) до 800 мкм от поверхности при той же продолжительности процесса ХТО. Однако для синтезированного металла размер частиц нитридов кратно меньше в сравнении с листовым материалом: 0,1-1 мкм против 2-6 мкм соответственно.

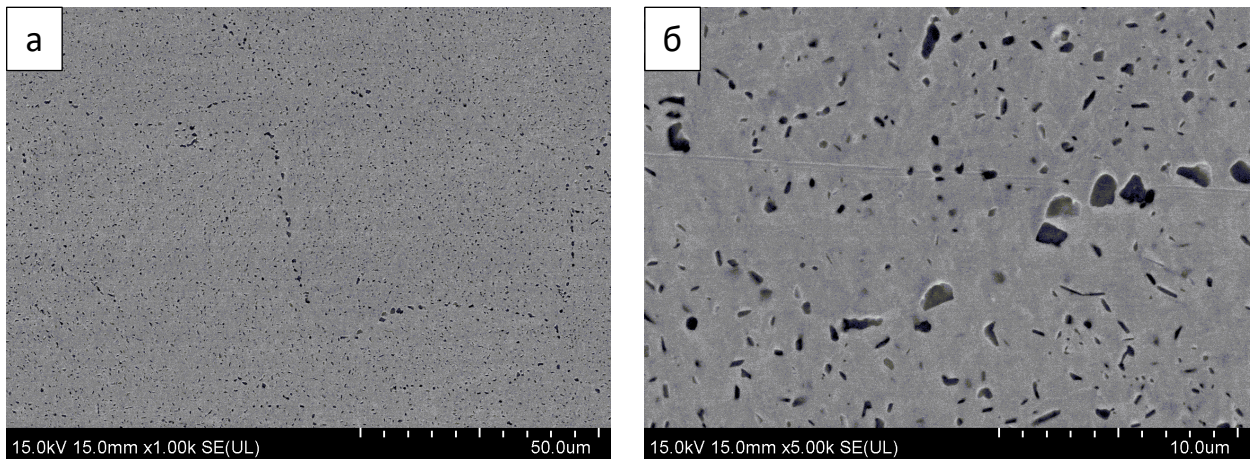


Рисунок 3.23 – Структура материала из сплава ВЖ171 после СЛС+ГИП-2+ХТО:

- а) Распределение нитридов внутри и по границам зерна;
- б) Различие морфологии частиц нитридов внутри и на границах зерна

В СЛС-металле после ХТО частицы нитридов имеют преимущественно форму дисков. Только отдельные частицы вне сплошного азотированного слоя имеют кубическую форму или форму параллелепипедов (рисунок 3.24,а,б). Большая часть нитридов предположительно формируется по наследственным границам ячеек, что определяет отличия их морфологии от нитридов в листовом материале. По результатам МРСА можно однозначно подтвердить природу нитридов: типа TiN со следами хрома (рисунок 3.24,в).

На глубине до 100 мкм от поверхности присутствуют отдельные округлые частицы нитридов хрома, располагающиеся преимущественно по границам зерен. Их отрицательное влияние на пластичность металла известно по исследованиям деформированного металла. Для повышения пластичности после ХТО проводится дополнительный отжиг с целью растворения нестабильных частиц нитридов хрома в структуре.

Расчетные значения механических характеристик при общей квалификации (паспортизации) ВЖ171-ПС были получены на пластинах, синтезированных в направлении построения X-Y. После ГИП из пластин изготавливали плоские образцы толщиной 1,5 мм с последующими ХТО и отжигом.

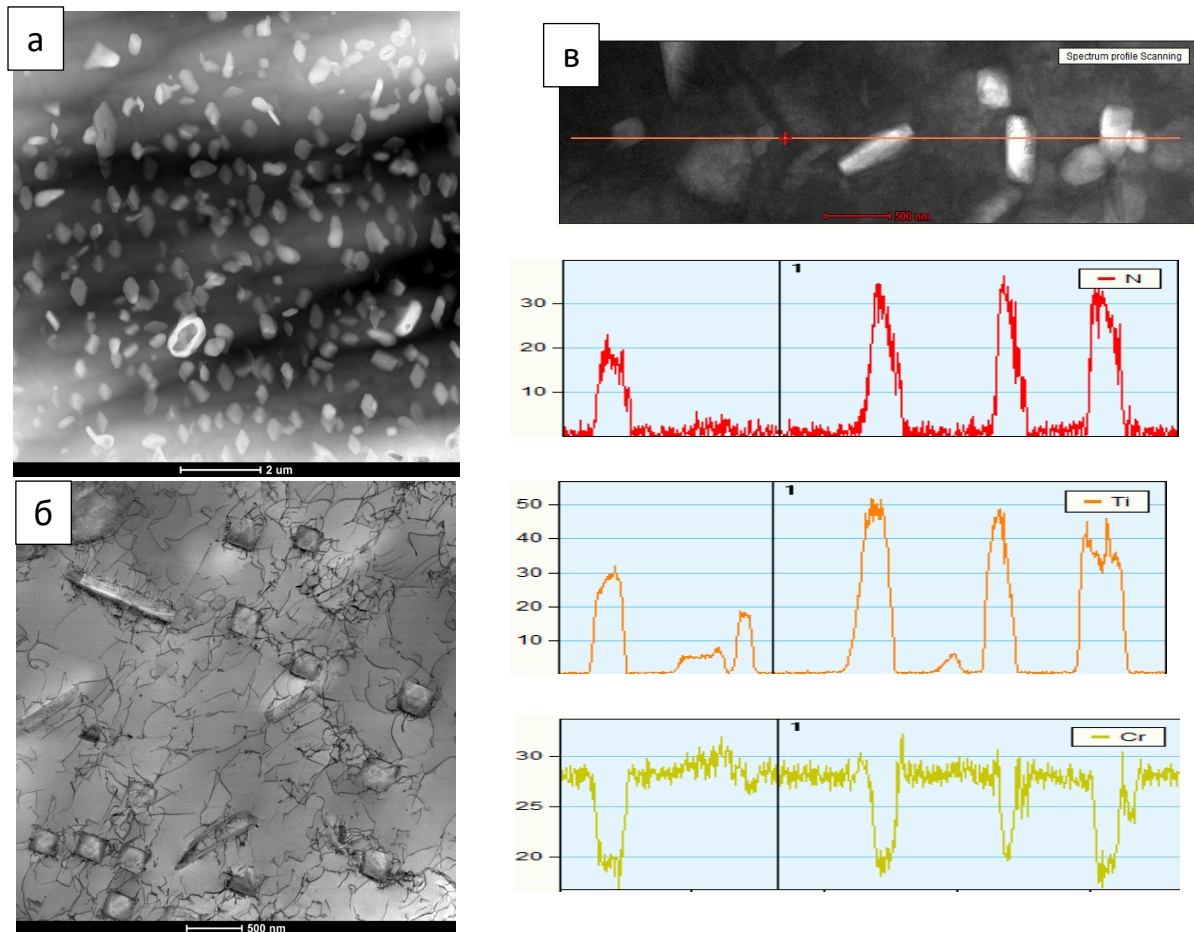


Рисунок 3.24 – Морфология и распределение химических элементов в нитридной фазе после ХТО: а) Морфология нитридов в образце после ХТО; б) Взаимодействия частиц нитридов с дислокациями при статических испытаниях на длительную прочность;

в) Распределение химических элементов в нитридах

Средний уровень механических свойств сплава ВЖ171-ПС после ГИП и ХТО составляет: $\sigma_B^{20} = 1210$ МПа; $\sigma_{100}^{900} = 115$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 65$ МПа. Синтезированный материал существенно превосходит показатели сплавов-аналогов (таблица 3.7) и деформируемого сплава ВЖ171 (по кратковременной прочности) при схожей длительной прочности.

Результаты испытаний длительной прочности представлены в виде обобщенных кривых Ларсона-Миллера, аппроксимированных результатами, полученными при общей квалификации сплавов (рис. 3.25). Приведенные данные показывают преимущество синтезированного материала после химико-термической обработки (азотирования).

Таблица 3.7 – Механические свойства синтезированного сплава ВЖ171ПС и аналогов

Мех. св-ва, МПа	Уровень свойств (средние значения)					Квоты превосходства, %			
	Марка сплава								
	ВЖ171-ПС	ЭП648-ПС	ВЖ171	ЭП648	Hastelloy X [254]	ЭП648-ПС	ВЖ171	ЭП648	Hastelloy X
σ_B^{20}	1210	1130	870	970	755	7	40	24	160
σ_B^{1000}	200	106	205	145	177	180	-	38	13
σ_B^{1200}	110	-	80	-	-	-	37	-	-
σ_{100}^{900}	115	-	105	-	73	-	-	-	57
σ_{100}^{1000}	65	24	60	29	26	170	-	120	150
σ_{100}^{1000}	45	-	45	-	-	-	-	-	-
σ_{100}^{1200}	15	-	23	-	-	-	-	-	-

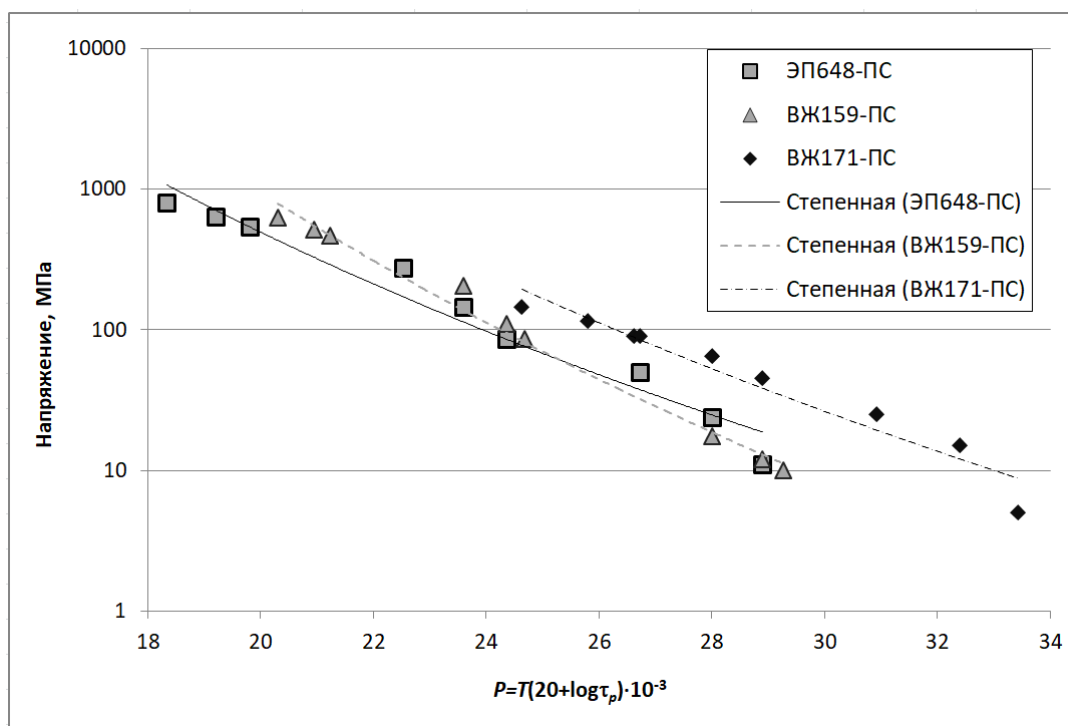


Рисунок 3.25 – Параметрические зависимости Ларсона-Миллера для длительной прочности синтезированных методом СЛС сплавов ВЖ159, ЭП648 и ВЖ171 в интервале температур 800 - 1200 °С на базах до 500 ч

Сплав ВЖ171-ПС кратно превосходит слабостареющие материалы ВЖ159-ПС и ЭП648-ПС по приложенной нагрузке или времени до разрушения в области средних (900-1000 °С) температур. При высоких (1100-1200 °С) температурах материал также демонстрирует достаточный для статорных деталей ресурс.

На момент разработки материал ВЖ171-ПС является единственным не только в России, но и в мире свариваемым сплавом, получаемым методом СЛС, с рабочей температурой до 1200 °С. Синтезированный материал ВЖ171-ПС применен для изготовления деталей «Панель теплозащитная» 15-ти типоразмеров для двигателя ПД-35, жаровой трубы перспективной универсальной вспомогательной силовой установки (ВСУ).

3.2 Литейные жаропрочные никелевые сплавы в технологии селективного лазерного сплавления

3.2.1 Исследование анизотропии структуры и свойств при синтезе литейных жаропрочных никелевых сплавов методом селективного лазерного сплавления

Значимые отличия при формировании ячеистой структуры в процессе СЛС литейных и свариваемых сплавов выявляются с применением тонких методов исследования. Объем ячейки для свариваемых сплавов (ВЖ159, ЭП648), не смотря на выявляемую микроликвацию элементов, в структурном плане является условно гомогенным, т.е. скорость охлаждения при СЛС достаточная для подавления распада пересыщенного твердого раствора. При тех же скоростях охлаждения для литейных сплавов в объеме ячейки уже обнаруживаются продукты распада твердого раствора: частицы γ' -фазы, не имеющие четкой огранки, размером до 5 нм [71]. При исследовании однородности выделения наноразмерных частиц γ' -фазы в литейном жаропрочном сплаве ЖС6К, синтезированном с разными скоростями сканирования при сохранении мощности коллегами установлено, что с увеличением скорости (с уменьшением плотности подводимой энергии) неоднородность выделений увеличивается [255-259]. Количество частиц γ' -фазы вблизи границ значительно больше в сравнении с центром ячейки. С ростом плотности подводимой энергии увеличивается и плотность дислокаций. При относительно низкой плотности энергии авторами отмечено формирование по границам ячеек хромистых прослоек, имеющих ГЦК-решетку с ориентационным соотношением $(001)\text{Cr} \parallel (001)\gamma$; $[010]\text{Cr} \parallel [010]\gamma$. Прослойки частично когерентны матрице. При увеличении плотности энергии по границам ячеек оформляются отдельные частицы карбидов [71], а период решетки γ -твердого раствора

уменьшается [214, 226]. Авторы [71] связывают эти изменения с частичным подавлением диффузионных процессов. В [214] показано, что с уменьшением плотности энергии форма ячеек стремится к равноосной, а их размер уменьшается, что авторы связывают с уровнем микронапряжений. Рассмотрение приведенных данных выявляет кажущееся противоречие: при уменьшении размера ячейки с уменьшением энергетики экспонирования, но обостряются ликвационные эффекты, связанные с зональностью выделения частиц упрочняющей γ' -фазы. При этом авторами данных работ подчеркивается, что распределение элементов по сечению ячейки соответствует распределению в осях дендритов второго порядка при литье.

Рассмотрим формирование ячеистой структуры не через призму одной отдельно взятой ячейки, а с учетом тепловой инерции кристаллизации всей ванны расплава. С увеличением плотности энергии, как удельной характеристики, повышается температура ванны расплава, т.е. обеспечивается большая степень перегрева. Соответственно, ванна расплава приобретает большую тепловую инерцию, что ведет к увеличению времени охлаждения ванны расплава. При этом критическая скорость охлаждения, обеспечивающая подавление распада пересыщенного твердого раствора или, как в случае литейных сплавов, только частичного (или локального) распада на определенном пределе значения уже не достигается. Распад твердого раствора идет уже по всему объему ячейки. При малой величине перегрева распад твердого раствора в периферийных областях ячеек связан с большим их пересыщением алюминием/титаном, которое обусловлено концентрационным переохлаждением. При этом обратной зависимости микроликвации от энерговложения нет. Неоднородность распределения элементов по сечению ячейки увеличивается с увеличением поперечного размера ячейки. Неравномерный распад твердого раствора по сечению ячейки, показанный в [255-259] связан с изменением скорости охлаждения. Частичный распад зафиксирован при увеличении скорости кристаллизации и уменьшении размера ячейки, а равномерный распад твердого раствора по сечению ячейки зафиксирован при увеличении времени охлаждения (с

уменьшением скорости кристаллизации). Последнее сопровождается уменьшением параметра γ -твердого раствора a_γ , связанного с переходом в состав γ' -фазы легирующих элементов (титана, ниобия, вольфрама) с большим атомным радиусом в сравнении с никелем. Оформление карбидов по границам ячеек вместо хромистых прослоек с увеличением плотности энергии вызвано теми же процессами: увеличением времени охлаждения всей системы.

Формирование ячеистой структуры при СЛС для литейных сплавов связано еще и с их легированием (рис. 3.26). Литейные жаропрочные сплавы для поликристаллического литья содержат в составе добавки углерода и горофильных элементов. Повышение их содержания значительно меняет вид ячеистой структуры. При малых (0,06–0,08 % масс.) содержаниях углерода (для свариваемых сплавов типа ЭП648 (ВХ4Л)) единичные частицы карбидов (карбоборидов) выделяются по границам ячеек. При увеличении содержания углерода до 0,12–0,14 % масс. размер и объемная доля частиц карбидов увеличивается. При этом частицы выделяются также дискретно. С ростом содержания углерода до 0,42 % масс. (сплав ВКЛС-20) уже частицы карбидов начинают выделяться по границам ячеек слоями, формируя сплошную оторочку, а вот размер частиц кратно уменьшается, что, вероятно, можно связать с малым интервалом температурным кристаллизации сплава (всего 20 °С). Им же можно объяснить и минимальный размер ячеек после СЛС для ВКЛС-20 из исследованных сплавов.

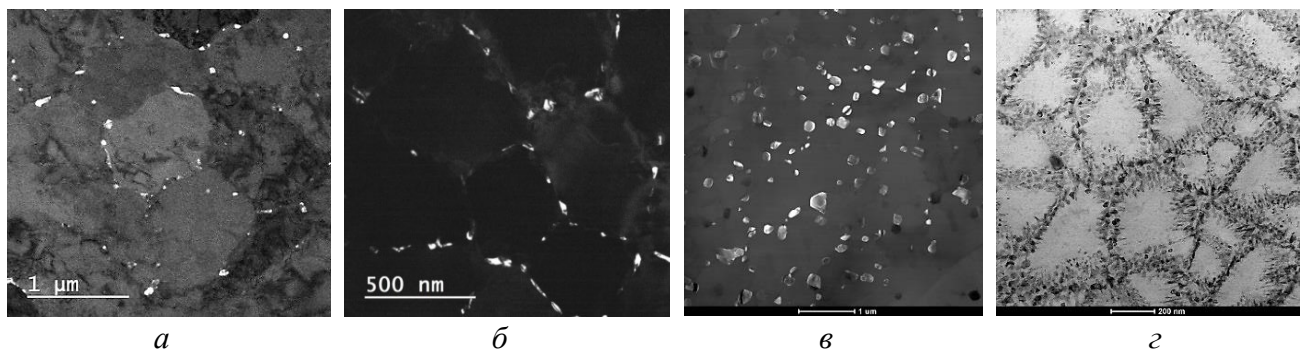
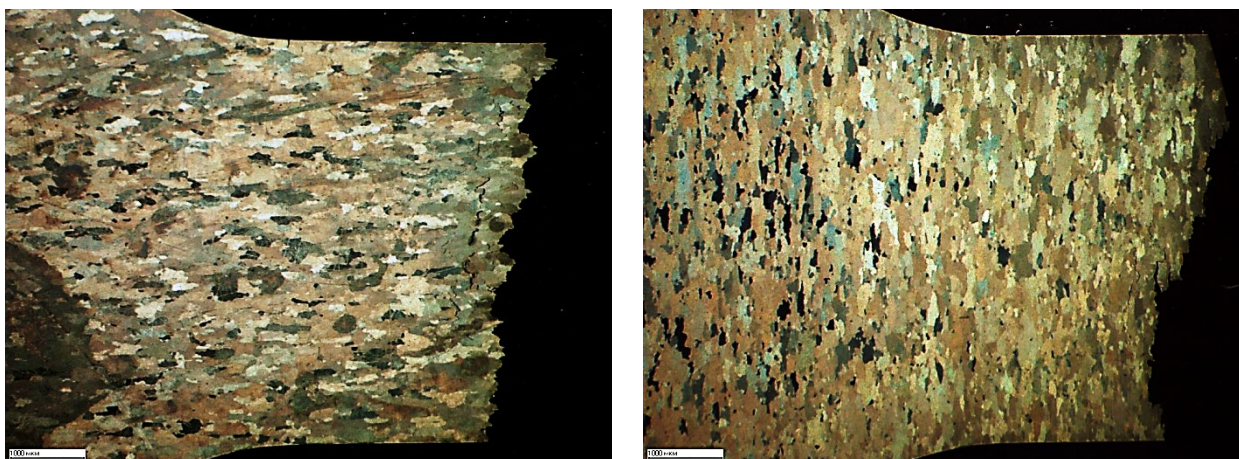


Рисунок 3.26 – Ячеистая структура сплавов с различным содержанием углерода в состоянии после СЛС: а) 0,07, б) 0,14, в) 0,18 и г) 0,42 % масс., ПЭМ

При уменьшении плотности энергии форма ячеек стремится к равноосной, что авторами [214], наравне с уменьшением количества трещин, связывается со снижением уровня микронапряжений в синтезированном металле. Однако увеличение количества трещин с ростом плотности подводимой энергии обусловлено не только физическим увеличением размера ячеек. Из-за большого интервала кристаллизации (около 100 °С) в плане формирования текстуры ЖС6К схож со свариваемыми материалами: при уменьшении плотности энергии разориентация кристаллитов и общее число увеличиваются. При увеличении плотности энергии текстура обостряется [226]. Как показано в главе 2, при увеличении плотности подводимой энергии увеличивается размер, протяженность ячеек и размер ими формируемого кристаллита. С увеличением размера кристаллитов поле максимальных напряжений приходится на их границы, уровень напряжений возрастает, что приводит к дополнительному растрескиванию.

Для решения проблемы растрескивания в настоящей работе применены специальные алгоритмы экспонирования, обеспечивающие усиление фрагментации структуры трека. При этом, получение плотного металла в процессе СЛС для литейных жаропрочных никелевых сплавов – не главная проблема. Главная проблема литейных сплавов, полученных методом СЛС, – это анизотропия механических свойств и, в особенности, длительной прочности. Высокая скорость охлаждения определяет дисперсность структурных составляющих и высокую однородность структуры в целом при выраженной кристаллографической текстуре. Нивелирование кристаллографической текстуры при нагреве выше температуры рекристаллизации не приводит к нивелированию морфологической (зеренной) текстуры [260]. Это хорошо видно при испытаниях образцов сплава ВЖЛ12У после ГИП и термической обработки, изготовленных в направлениях ХУ и Z (рис. 3.27).

Также показательно рассмотрение влияния ориентации построения образцов на кратковременную прочность синтезированных литейных жаропрочных сплавов при комнатной температуре в сравнении с литым металлом (рис. 3.28).



а

б

Рисунок 3.27 – Макроструктура образцов сплава ВЖЛ12У, выращенных в вертикальном (а) и горизонтальном (б) направлениях относительно платформы построения после ГИП и термической обработки; оптическая микроскопия, травление на зерно

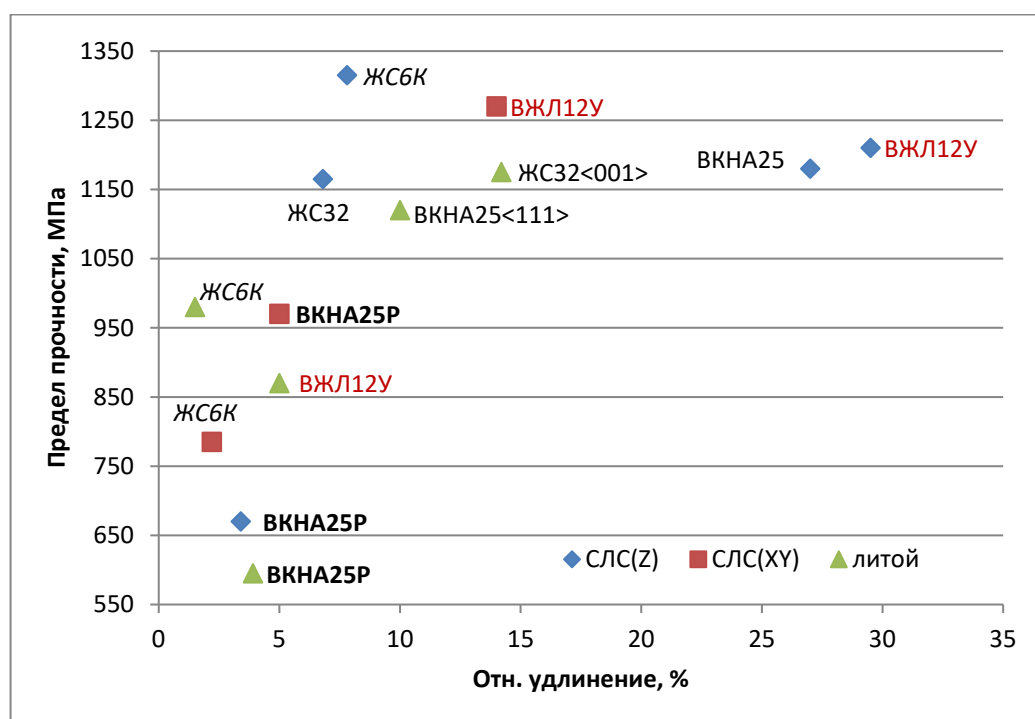


Рисунок 3.28 – Механические характеристики при температуре 20° С синтезированных образцов жаропрочных никелевых сплавов в сравнении с литыми аналогами

Синтезированные сплавы ЖС6К и ВЖЛ12У в сравнении с литыми поликристаллическими аналогами имеют более высокие показатели и прочности, и пластичности, в особенности, для горизонтально выращенных образцов.

Синтезированный сплав ВЖЛ12У превосходит литой аналог по пластичности для горизонтальной и вертикальной ориентации образцов в два и шесть раз соответственно. По пределу прочности для обеих ориентаций прирост составляет более 40%. Горизонтально выращенные образцы, как и для свариваемых сплавов, имеют более высокий предел прочности. Сплав ЖС6К, полученный методом СЛС, также демонстрирует более высокие значения пластичности и прочности по сравнению с литым аналогом. При этом вертикально выращенные образцы показывают рекордные для сплавов этого класса значения предела прочности в 1330 МПа. Горизонтально выращенные образцы при этом несколько уступают по прочности литому сплаву, что можно связать с остаточными трещинами.

Получение методом СЛС сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al дает не столь заметный выигрыш по кратковременной прочности. Для классических литейных жаропрочных никелевых сплавов прочность вертикально синтезированных образцов сопоставима с прочностью литых монокристаллов с ориентацией $\langle 001 \rangle$, что видно на примере сплава ЖС32. Правда, в этом случае, СЛС-материал уступает монокристаллам в пластичности.

Проведенные работы по синтезу поликристаллических жаропрочных никелевых сплавов показали, что присутствие относительно большой объемной доли карбидов настолько эффективно сдерживает процесс рекристаллизации, что структура синтезированного материала даже спустя сотни часов высокотемпературных воздействий не претерпевает существенных изменений в части размера зерен. Сравнение размеров зерен литого и СЛС-металла приведено на рис. 3.29. Мелкозернистая структура в области средних и высоких температур положительно влияет на кратковременную и циклическую прочность СЛС-металла. При максимальных же рабочих температурах в районе 1100–1200 °С протяженные границы зерен уже являются серьезной проблемой: длительная прочность такого материала значительно уступает литому (табл. 3.8). Для таких температур уравнение Петча-Холла перестает быть справедливым. Каждая граница представляет собой потенциальный концентратор напряжений, что вызывает снижение и кратковременной прочности синтезированного материала.

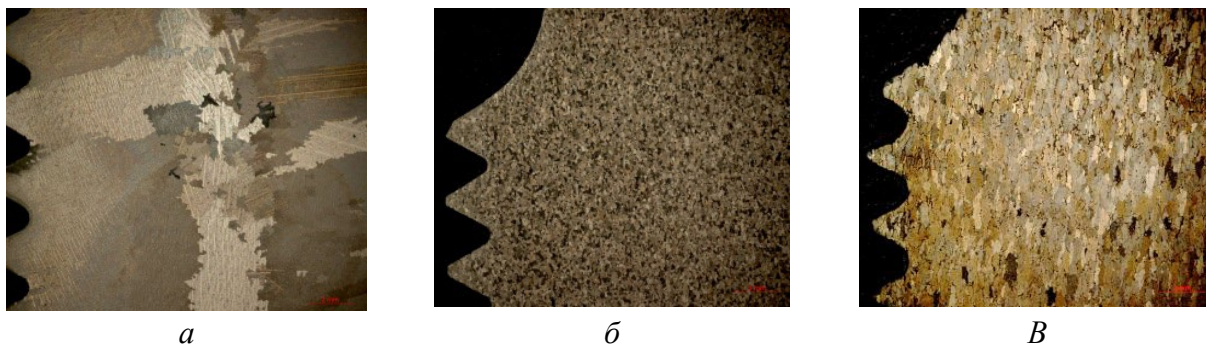


Рисунок 3.29 – Макроструктура поликристаллического жаропрочного сплава в состоянии:

а) после литья; б) после СЛС и термической обработки (ТО); в) после СЛС+ТО и механических испытаний при температуре 1100°С в течение 670ч при нагрузке 25МПа

Как видно из табл. 3.8, время до разрушения вертикально выращенных образцов для сплава ВЖЛ12У в три-четыре раза, а для ЖС6К впятеро ниже минимальных значений для литого металла при одинаковых условиях испытаний. Длительная прочность горизонтально выращенных образцов почти на порядок уступает вертикальным образцам по времени до разрушения, что связано с наличием выраженной морфологической текстуры.

Таблица 3.8 – Время до разрушения синтезированных образцов сплавов ВЖЛ12У, ЖС6К и In939 после ГИП и термической обработки в зависимости от ориентации образцов

Сплав	Ориентация	Температура, °С/ Напряжение, МПа	τ, ч	Норма по НД для литого
ВЖЛ12У	Z	975/196	10-15	40
	XY		1,5-2	
ЖС6К	Z	975/196	8-9	40
	XY		1-4,3	
In939	Z	870 / 280	58-64	50
	XY		5,5-6,0	

3.2.2 Разработка технологических приемов наведения острой кристаллографической текстуры при синтезе литейных жаропрочных никелевых сплавов методом селективного лазерного сплавления

Причиной выраженной анизотропии длительной прочности вертикально и горизонтально выращенных образцов является морфологическая текстура: сохранение выраженной вытянутости зерен вдоль направления выращивания. В данном случае, целесообразно говорить об эквивалентном размере зерна относительно направления приложения нагрузки, который для горизонтального и вертикального расположения образца кратно отличается (схематично показано на рис. 3.30). Большой эквивалентный размер зерна для вертикально выращенных образцов обеспечивает увеличение длительной прочности, меньший для горизонтально выращенных – увеличение кратковременной прочности. В последнем случае меньшие значения кратковременной прочности в сравнении с вертикальной ориентацией являются косвенным индикатором наличия в структуре материала остаточных трещин, которые преимущественно ориентированы вдоль направления построения.

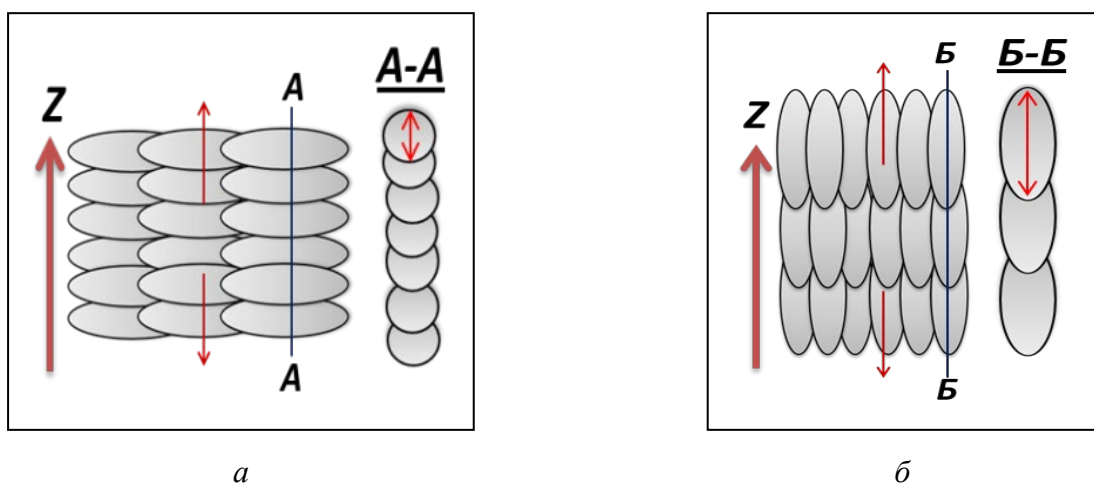


Рисунок 3.30 – Схема изменения эквивалентного размера зерна относительно приложения нагрузки и направления выращивания образца

Анизотропные материалы применяются в серийном производстве деталей ГТД: например, монокристаллические сплавы с заданной КГО, применяемые для литья рабочих лопаток ТВД априори анизотропны. Фактор формирования текстуры можно воспринимать как негативное следствие технологии или использовать его как инструмент при создании материала и непосредственно изделия. С целью управления текстурой синтезированного материала были проведены исследования по двум основным направлениям: наведение кристаллографической текстуры применением малых единичных закладных элементов и массивных вкладок в плиту построения. Такой прием направлен на подавление роста разориентированных кристаллитов на первом слое «прижога» при эпитаксиальном росте от зерен стальной плиты.

Малый закладной элемент технически представляет собой резьбовую вставку, изготовленную из монокристаллической литой заготовки с КГО $\langle 001 \rangle$ (рис. 3.31а). Массивная вкладка изготавливается из литой пластины, отлитой также с КГО $\langle 001 \rangle$. Далее вкладка механически обрабатывается по габаритам, обеспечивающим плотную посадку в плиту построения с фиксацией на винтах. Для вкладки передача КГО осуществляется осями дендритов не первого (как у малого закладного элемента), а второго порядка (рис. 3.31б).

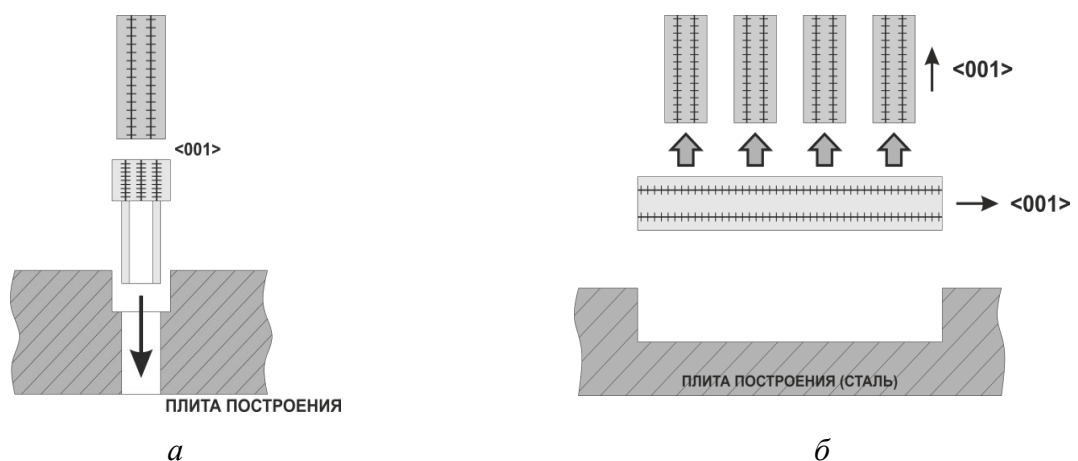


Рисунок 3.31 – Схема синтеза материала с острой текстурой на единичном закладном элементе (а) и массивной литой закладной монокристаллической подложке (б) с заданной КГО [260]

Работоспособность такого приема в части наведения кристаллографической текстуры подтверждается исследованием полюсных фигур. Полюсные фигуры $\{022\}$ от плоскостей поперечных сечений СЛС-образца сплава ЖС32 в сравнении с полюсной фигурой монокристаллической подложки из сплава ЖС32 с аксиальной ориентировкой $\langle 001 \rangle$, а также внешний вид образцов, синтезированных на малых закладных элементах, представлены на рис. 3.32. Для бóльшей наглядности прямая полюсная фигура $\{022\}$ от плоскости поперечного сечения СЛС-образца, синтезированного на $\langle 001 \rangle$ монокристаллической подложке, показана на рис. 3.32в в трёхмерном виде [85].

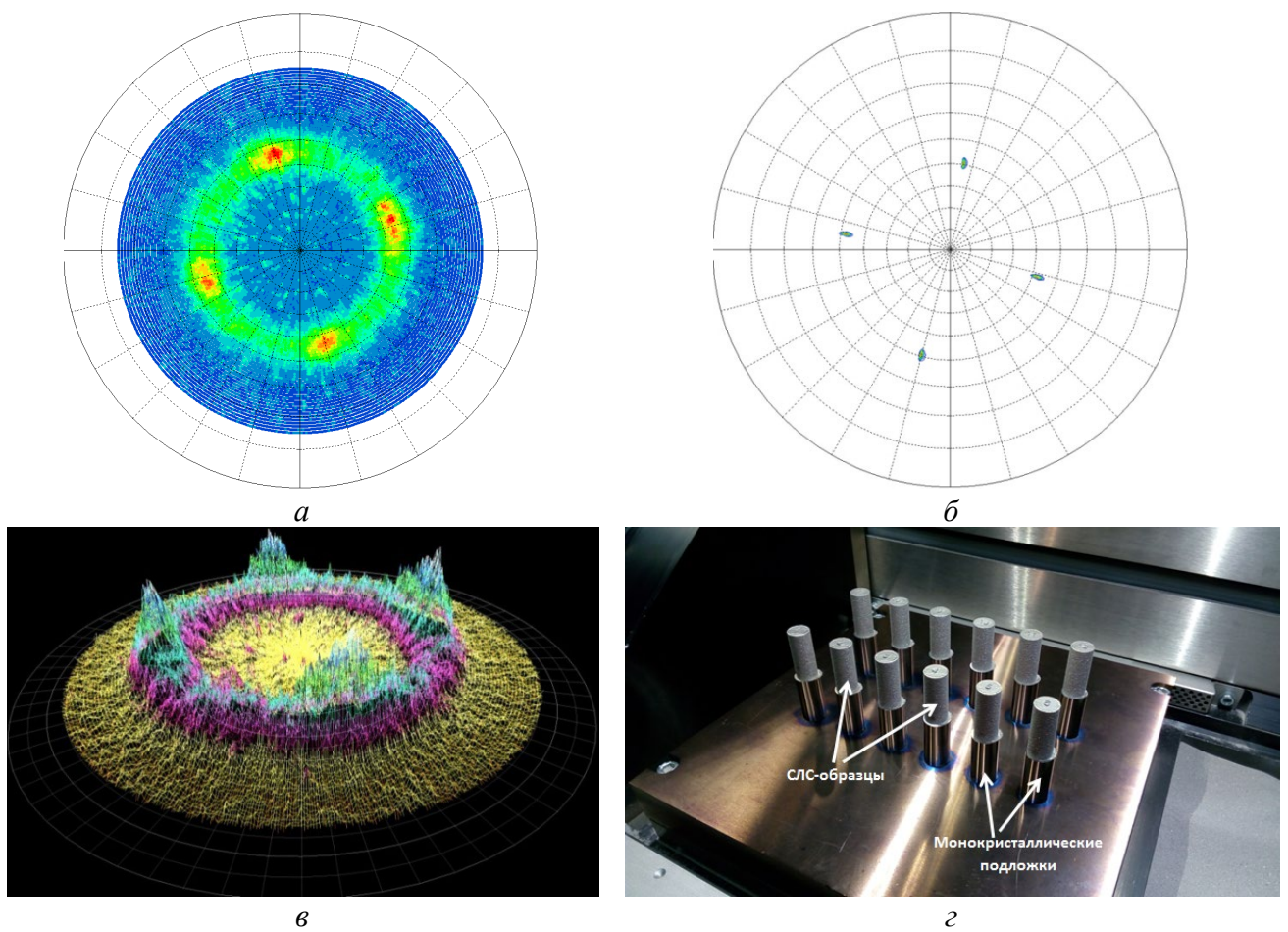


Рисунок 3.32 – Прямые полюсные фигуры $\{022\}$ от СЛС-образца сплава ЖС32 (а) и его монокристаллической подложки с аксиальной ориентировкой $\langle 001 \rangle$ (б); трехмерное изображение полюсной фигуры от СЛС-образца сплава ЖС32 (в) и внешний вид синтезированных образцов на плите построения с закладными элементами

Полюсная фигура от плоскости сечения СЛС-образца (рис. 3.32а) имеет три структурных составляющих. Первая (основная) составляющая представлена

четвёркой наиболее интенсивных рефлексов (красные области на рис. 3.32а). Такое положение рефлексов на полюсной фигуре соответствует острой текстуре $\{001\}$. Сплошной пояс полюсной плотности (зелёная область на рис. 3.32а) – вторая структурная составляющая – соответствует аксиальной текстуре $\langle 001 \rangle$. Третьей составляющей соответствуют хаотично расположенные уколы, светло-голубые области на рис. 3.32в, полученные от хаотично ориентированных крупных фрагментов. Преобладающая структурная составляющая с острой текстурой $\{001\}$ соответствует по положению рефлексов на полюсной фигуре зеркальному отражению расположения рефлексов $\{022\}$ γ/γ' на полюсной фигуре монокристаллической подложки из сплава ЖС32 (см. рис. 3.32б).

Зеркальное расположение рефлексов на полюсных фигурах свидетельствует о полном совпадении кристаллографической ориентировки образца синтезированного сплава ЖС32 с кристаллографической ориентировкой γ/γ' -матрицы сплава ЖС32 монокристаллической подложки.

Наведенная текстура нивелируется при проведении ГИП при температуре, превышающей температуру рекристаллизации сплава, что видно при анализе прямых полюсных фигур. На прямой полюсной фигуре $\{022\}$ образца синтезированного сплава ЖС32 после ГИП и термической обработки присутствует большое количество «уколов» (рис. 3.33а) [85]. Такой вид полюсной фигуры соответствует рекристаллизованной структуре. Следовательно, сформированная в процессе СЛС была полностью устранена, а вот морфологическая текстура материала сохраняется. В частности, хорошо видно сохранение специфической волокнистой морфологической текстуры с большим соотношением длины зерен к ширине, сформированной при использовании дополнительной теплоизоляции малых закладных элементов (рис. 3.33б,в).

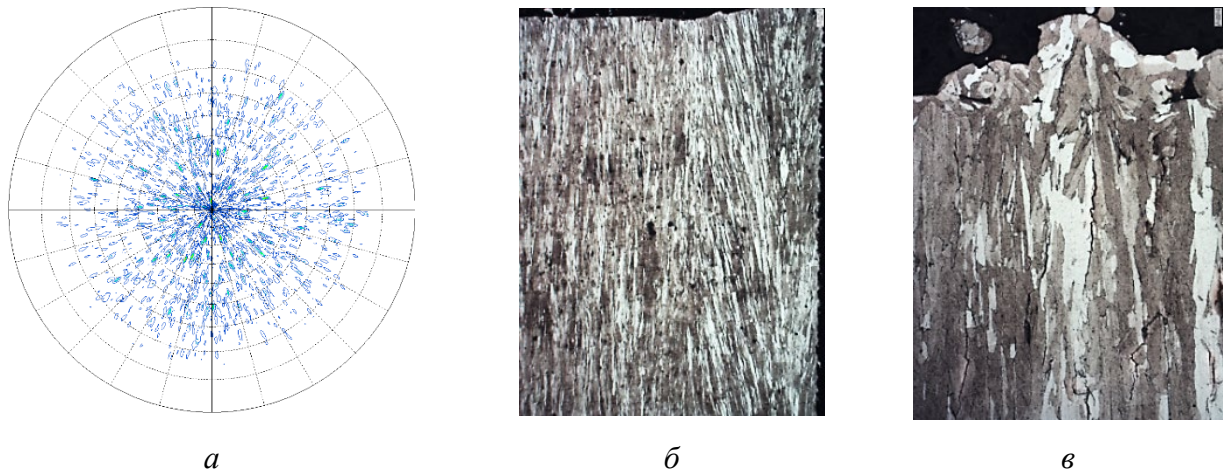


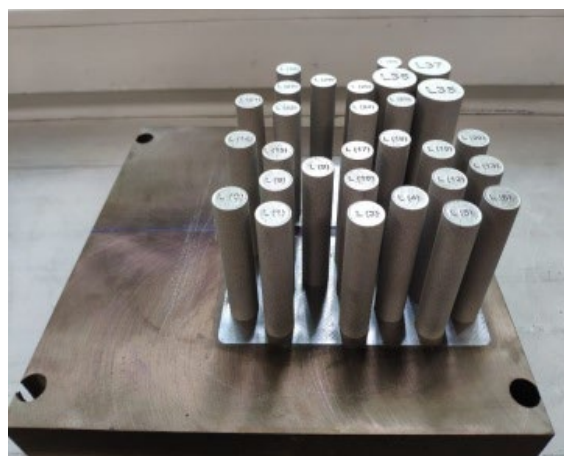
Рисунок 3.33 – Прямая полюсная фигура $\{022\}$ от СЛС-образца сплава ЖС32 (а) и «волокнистая» морфологическая текстура, полученная при синтезе на закладных элементах с применением теплоизоляции (б,в) после ВТО+ГИП

Исследования по применению малых закладных элементов [231, 261] выявили ряд проблем. Недостаточная тепловая инерция такой закладной вкупе с газовыми зазорами и, особенно, при использовании дополнительной теплоизоляции, приводят к интенсивной потере тепла на поверхности элемента при нанесении порошкового слоя. Из-за неполного теплообмена с плитой построения оперативно (на каждом слое) компенсировать тепловые потери невозможно, что неизбежно ведет к появлению трещин в СЛС-металле. Кроме того, позиционирование даже образцов по малым закладным элементам в начале процесса СЛС, не говоря уже о реальных деталях, также является серьезной проблемой.

Переход на использование массивных монокристаллических вкладок решает проблему теплообмена с плитой построения за счет применения термопроводящих составов при монтаже. Кроме того, массивные вкладки сами по себе имеют достаточную тепловую инерцию. Внешний вид массивных монокристаллических вкладок и полученных на них образцов показан на рис. 3.34.



а



б

Рисунок 3.34 – Внешний вид закладных элементов ($\langle 001 \rangle$ монокристаллические подложки) и синтезированных на них заготовок образцов [260]

Доказательством функциональности такого способа управления текстурой, помимо исследования ППФ, являются результаты сравнительного испытания образцов, выращенных в одной садке непосредственно на стальной плите построения и на монокристаллической массивной вкладке (таблица 3.9). Образцы без заданной текстуры, выращенные на стальной плите построения, значительно превосходят текстурированные (выращенные на вкладке) по прочности при комнатной температуре, но уступают им при температуре 1200 °С.

Таблица 3.9 – Кратковременная прочность при температурах 20 и 1200°С синтезированных образцов перспективного жаропрочного сплава в зависимости от способа СЛС

Способ СЛС	T, °C	σ_B	$\sigma_{0,2}$
На закладных с КГО $\langle 001 \rangle$	20	870	820
	1200	260	220
На стальной плите	20	1240	870
	1200	200	170

Разработанная технологическая схема с массивными монокристаллическими вкладками реализуема на любом СЛС-оборудовании со штатной системой подогрева без дополнительного оснащения. На практике разработанные технологические приемы реализованы при синтезе заготовок рабочих лопаток из

перспективного никелевого жаропрочного сплава, а также в качестве технологических подложек для упрощения термической обработки при синтезе сопловых лопаток из интерметаллидного сплава. Их применение позволило кратно снизить массу в сравнении с цельной плитой построения при сохранении термофиксации заготовок поддерживающими структурами и обеспечить возможность проведения термической обработки в малогабаритных высокотемпературных вакуумных печах без необходимости предварительного отделения заготовок.

3.2.3 Жаропрочные сплавы на основе интерметаллида Ni_3Al в технологии селективного лазерного сплавления

Полученный опыт при синтезе классических литейных сплавов был применен и для синтеза более перспективных в плане сохранения жаропрочности интерметаллидных сплавов. Объектами исследования были выбраны известные интерметаллидные сплавы для поликристаллического марок ВКНА1ВР и ВИН5, а также вновь разработанная для технологий послойного синтеза поликристаллическая модификация сплава ВКНА25 (сплав ВКНА25Р). Выбор материалов обусловлен следующими предпосылками: сплав ВКНА1ВР выбран как наиболее жаропрочный поликристаллической интерметаллидный сплав, а сплав ВИН5 (модификация сплава ВКНА4УР) – как наиболее технологичный материал по результатам опробования в технологии СЛС. Создание сплава на основе интерметаллида Ni_3Al под условия послойного синтеза изначально велось исходя из сохранения при рабочих температурах в структуре сплава повышенной доли

термостабильной γ' -фазы и введения зернограницных упрочнителей в виде микролегирующих добавок [262]. При моделировании и расчёте состава интерметаллидной композиции для СЛС-технологии количество и концентрации карбидообразующих и горофильных элементов были оптимизированы для исключения образования ТПУ-фаз.

Для решения типичных проблем при синтезе интерметаллидных сплавов – склонности к растрескиванию основного металла и, в особенности, периферийных областей (контуров) – был проведен большой объем дополнительных исследований в части разработки технологических режимов [263]. После определения основного технологического окна требуемой плотности энергии потребовалась прецизионная доводка и оптимизация параметров синтеза основного материала и экспонирования поверхностных элементов для исключения образования трещин [264]. Результатом работы стал режим синтеза, обеспечивший получение монолитного материала в массивных и в тонких (до 0,8 мм) сечениях без образования открытых или внутренних микротрещин.

В таблице 3.10 приведены системы легирования исследованных материалов с указанием содержания в них углерода [230, 265]. Трековая структура интерметаллидных сплавов после синтеза типична для материалов, полученных методом СЛС (рис. 3.35а,б). Ячейки преимущественно вытянуты в направлении теплоотвода. На отдельных участках наблюдается почти трехкратное уменьшение толщины столбчатых ячеек при эпитаксиальном росте от предыдущего (снизу) трека: «тонкие» ячейки растут поверх «массивных» преимущественно в периферийных областях треков. В участках с более массивными ячейками хорошо видны дискретные выделения карбидов (светлые дисперсные частицы на рис. 3.35б).

Это свидетельствует о различии тепловых условий при кристаллизации, несмотря на идентичные энерго-скоростные параметры экспонирования. Такую разницу в температурных градиентах в объеме гомогенного материала объяснить только алгоритмом экспонирования не представляется возможным.

Таблица 3.10 – Системы легирования и содержание углерода в сплавах на основе интерметаллида Ni_3Al

Марка сплава	Система легирования	Содержание углерода, % (по массе)
ВКНА25	Ni-Al-Cr-Co-Mo-W-Ti-Re	$\leq 0,02$
ВКНА25P	Ni-Al-Cr-Co-Mo-W-Ti-Re-Zr-C	0,18
ВИН5	Ni-Al-Co-Cr-Mo-W-Ti-Zr-C	0,14
ВКНА1BP	Ni-Al-Cr-Mo-W-Ti-Hf-C	0,14

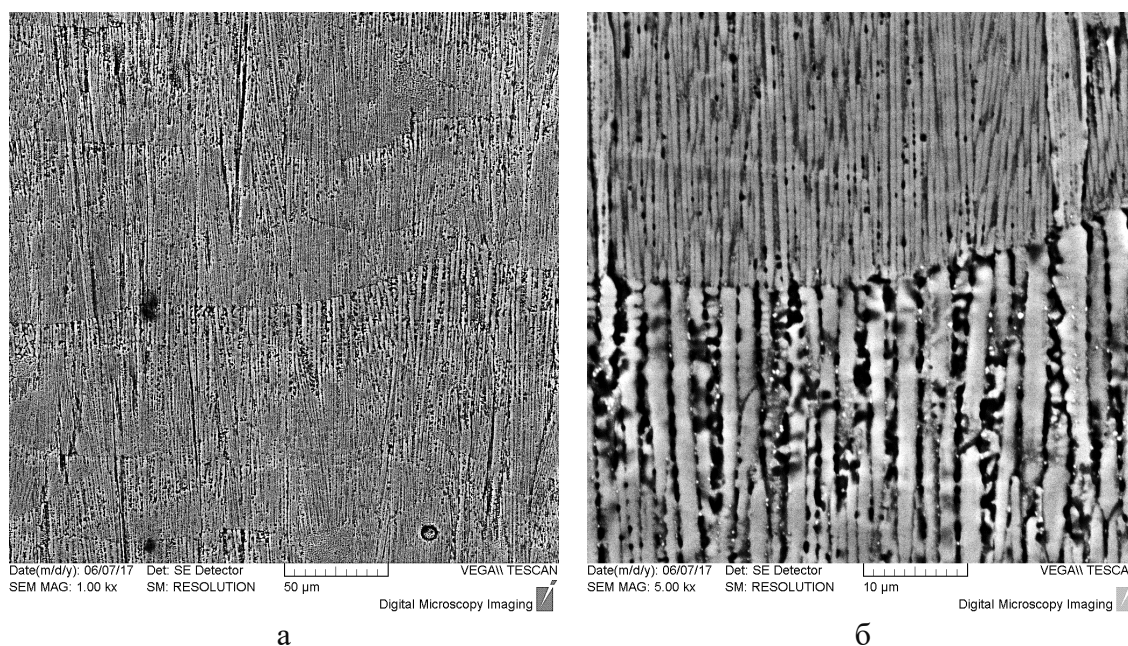


Рисунок 3.35 – Микроструктура синтезированного сплава ВИН5, РЭМ: а) $\times 1000$, б) $\times 5000$

Подобное изменение толщины ячеек от слоя к слою зафиксировано при исследовании сплава In939 в работе [227]. Объяснением данной особенности формирования структуры могут служить на данные работы [70], в которой исследовано взаимное влияние направления обдува зоны построения и направления экспонирования сечения на формирование структуры синтезированного материала. В работе [70] установлено, что сканирование вдоль направления потока газа уменьшает глубину формирующейся ванны расплава на 33%. Иными словами, уменьшение глубины ванны расплава является следствием уменьшения степени перегрева. Соответственно, общее время кристаллизации (охлаждения) ванны расплава уменьшается, что и приводит к уменьшению

толщины столбчатых ячеек. Само изменение геометрии ванны расплава связано с постоянным смещением облака металлического конденсата в соответствии с направлением обдува зоны построения относительно фокального пятна лазера. Хотя бы частичное совпадение направлений движения лазера и обдува (в случае поворота элементов штриховки на каждом последующем слое на 67 град.) приводит к значительной диссипации энергии лазерного луча. Фактически, количество полученного тепла для сплавляемого материала уменьшается, что и определяет уменьшение габаритов трека, а соответственно, температурного градиента и скорости охлаждения.

Для большинства исследованных жаропрочных сплавов (ЖС6К и др.) [52, 214] структура сформировавшиеся при кристаллизации ячейки представляет собой γ -твердый раствор с распределенными в нем дисперсными частицами упрочняющей γ' -фазы. При синтезе интерметаллидных сплавов ВИН5 и ВКНА1ВР формируется подобная микроструктура. При исследовании микроструктуры синтезированного сплава ВКНА1ВР методом ПЭМ (рис. 3.36) видны вытянутые ячейки, имеющие поперечный размер 0,7–0,8 мкм (рис. 3.36а). В рефлексе карбидов наблюдается карбидная окантовка границ ячеек.

Частицы карбидов размером 100–150 нм дискретные, имеют глобулярную или неправильную форму (рис. 3.36б). На снимках, полученных в сверхструктурных рефлексах, наблюдается высокая плотность выделений γ' -фазы (рис. 3.36в). Частицы γ' -фазы неоднородны по размерам и форме, но расположены в объеме ячейки довольно равномерно. На периферии ячеек видна область шириной около 100 нм, в которой плотность выделения и размеры частиц γ' -фазы заметно больше в сравнении с центром ячейки, а сами частицы присутствуют в виде наноразмерных ламелей (рис. 3.36г).

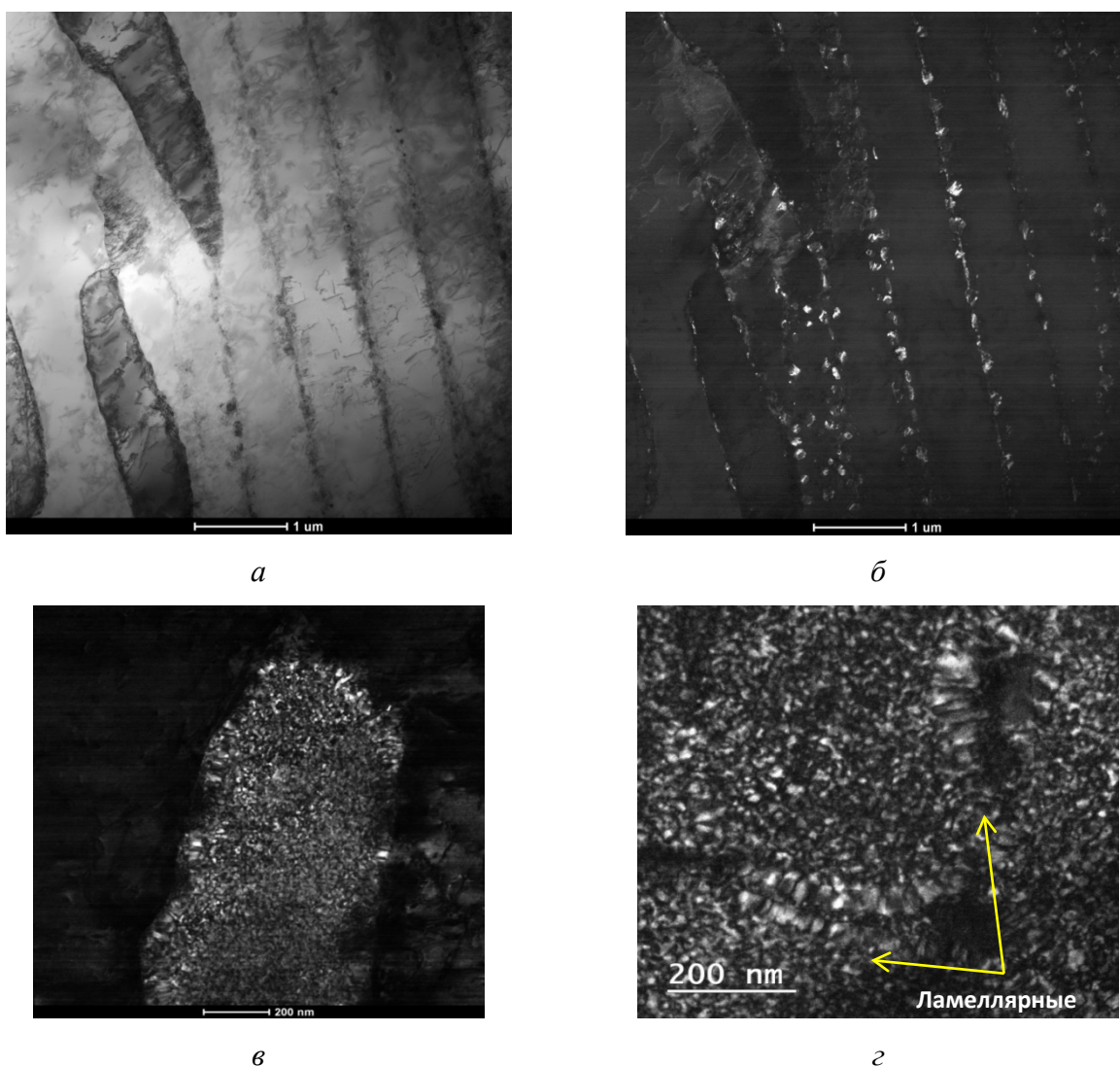
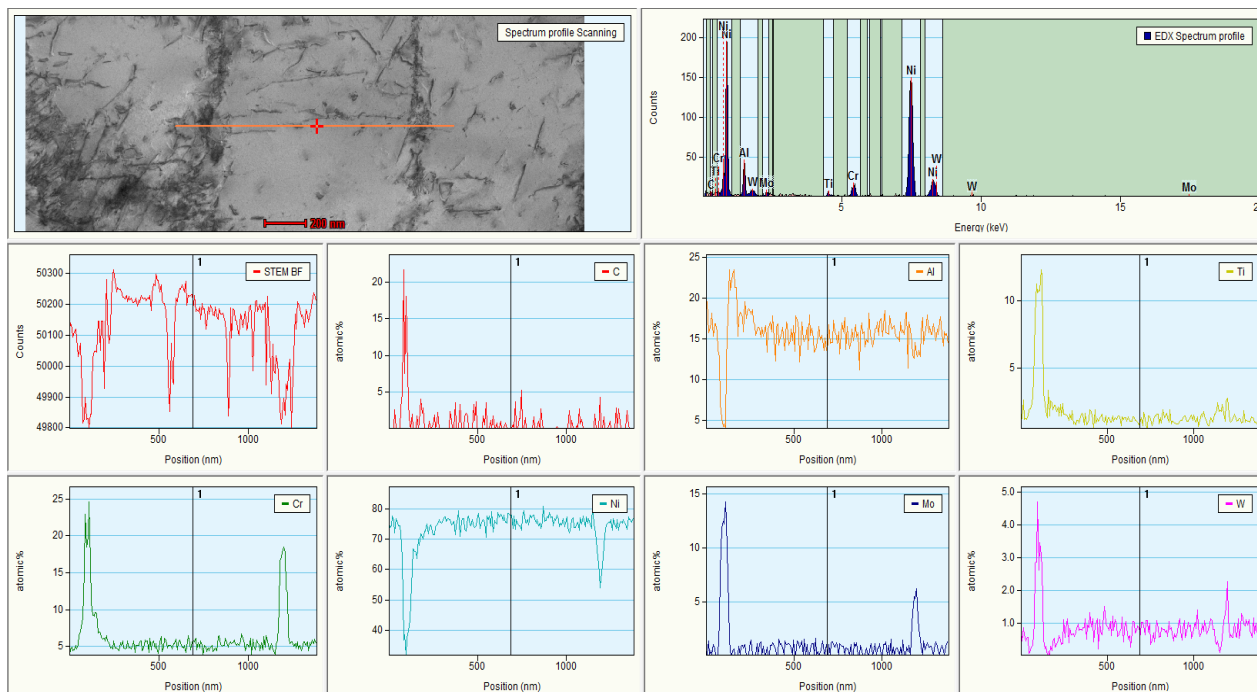


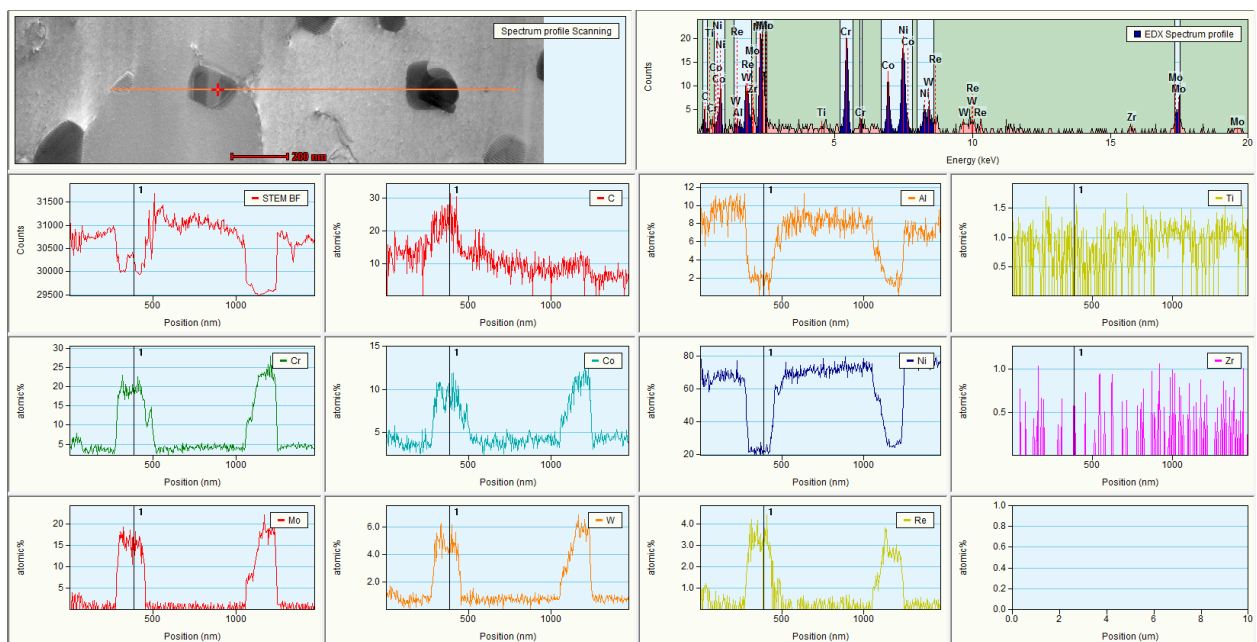
Рисунок 3.36 – Структура синтезированного сплава ВКНА-1ВР: а) светлое поле, б) темнопольное изображение в рефлексе карбидов, в), г) темнопольное изображение в рефлексе γ' -фазы

При исследовании распределения элементов по сечению ячейки в сплаве ВКНА-1ВР установлено, что концентрации никеля и вольфрама от центра к краю ячейки снижаются, содержание γ' -образующих элементов (алюминия и титана), напротив, повышается (рис. 3.37а). Повышенная концентрация алюминия и титана у границ ячейки соответствует ламеллярным частицам γ' -фазы. По границам ячеек присутствуют довольно крупные дискретные частицы карбидов (рис. 3.37б, рис. 3.38а), в состав которых, помимо углерода, входят хром, титан, вольфрам и молибден. Для сплава ВКНА25Р отмечена аномалия распределения легирующих элементов по сечению ячейки: концентрация γ' -образующих элементов алюминия

и титана выше у центра ячейки, а не в периферийной области (рис. 3.37б). Тугоплавкие элементы рений и вольфрам концентрируются не в объеме ячейки (вольфрам – на уровне 1% ат., рений – следы), а во включениях, идентифицируемых как выделения карбидов.



a



б

Рисунок 3.37 – Распределение концентраций легирующих элементов вдоль линии, пересекающей границы ячеек, по данным МРСА в сплавах ВКНА-1ВР (а) и ВКНА25Р

Если для вольфрама, как карбидообразующего элемента, такое распределение вполне объяснимо, то рений не относится к карбидообразующим элементам. Он может лишь частично замещать позиции хрома в карбидах. Причина кардинального изменения распределения γ' -образующих и тугоплавких элементов в сплаве ВКНА25Р не вполне ясна.

По результатам расшифровки электронограммы установлено, что матрицей в ячейках синтезированного материала ВКНА25Р является не γ -твердый раствор, а γ' -фаза (рис. 3.38б). Это подтверждается исследованиями микроструктуры ячеек методом ПЭМ в рефлексе γ' -фазы (рис. 3.38в).

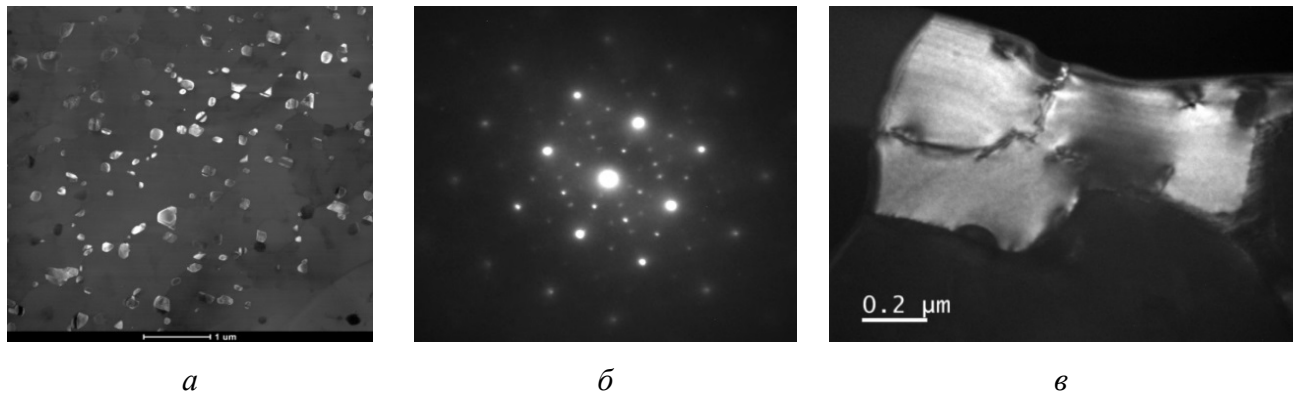


Рисунок 3.38 – Структура сплава ВКНА25Р: а) темнопольное изображение в рефлексе карбидной фазы $2/3(220)_\gamma$; б) картина дифракции $\langle 001 \rangle$; в) темнопольное изображение в рефлекс γ' -фазы $(0\bar{1}0)_\gamma$

Возможной причиной изменения механизма кристаллизации могут быть отличия по химическому составу исследуемых сплавов, связанные с наличием рения и более высоким содержанием углерода.

На рис. 3.39 приведена рентгеновская дифрактограмма суммарного $(\gamma' + \gamma)$ -структурного рефлекса 311 CuK_α для исследуемого интерметаллидного СЛС-сплава ВКНА25Р после вакуумной термической обработки и ГИП. Видно, что для рефлекса 311 характерна асимметрия и значительное уширение, что, вероятно, связано с неоднородностью химического состава γ - и γ' -фаз из-за микросегрегации легирующих элементов.

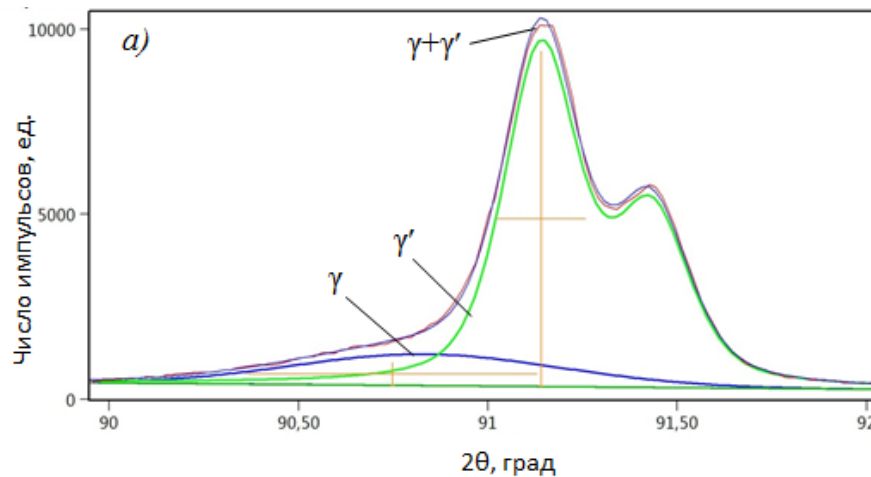


Рисунок 3.39 – Рентгеновская дифрактограмма рефлекса 311 $\text{CuK}\alpha$ синтезированного сплава ВКНА25Р: разделение суммарного ($\gamma'+\gamma$)-структурного рефлекса на фазовые синглеты γ' и γ

Разделение суммарного ($\gamma'+\gamma$)-структурного рефлекса 311 на фазовые синглеты и определение периодов кристаллических решеток проводили по аналогии с обработкой схожих данных, полученных на литейных интерметаллидных сплавах [266, 267]. Полученные значения и значения γ/γ' -мисфита для синтезированного сплава ВКНА25Р в термически обработанном состоянии приведены в табл. 3.11. Из нее видно, что СЛС-сплав ВКНА25Р имеет достаточно большой положительный (при $a_\gamma > a_{\gamma'}$) γ/γ' -мисфит, что характерно и для литейных интерметаллидных сплавов серии ВКНА (ВИН) [267].

Таблица 3.11 – Структурно-фазовые характеристики (20 °С) СЛС-сплава ВКНА25Р после вакуумной термической обработки и ГИП

Период решетки фаз, нм		γ/γ' - мисфит, %	FWHM, град	
γ'	γ		γ'	γ
0,3578	0,3590	0,33	0,234	0,763

3.2.4 Влияние содержания углерода на структуру сплавов после горячего изостатического прессования

После высокотемпературного вакуумного отжига с закалкой в газовой среде и последующего ГИП происходит формирование границ зерен. Трековая структура растворяется. В безуглеродистом сплаве ВКНА25 формируются практически равноосные зерна (рис. 3.40а). В структуре присутствуют двойники, что не типично для литого аналога. Интенсивное формирование двойников может быть связано как с процессами рекристаллизации и формированием новых зерен, так и с микродеформациями при воздействии всестороннего обжатия в процессе ГИП. В углеродистом сплаве ВКНА25Р морфологическая текстура после термической обработки и газостатирования сохраняется, зерна преимущественно вытянуты в направлении построения $[001]$ (рис. 3.40б). В целом, форма зерен по сравнению с исходным состоянием после СЛС остается неизменной. То есть, для безуглеродистого сплава ВКНА25 динамика рекристаллизации схожа со свариваемыми слабостареющими сплавами типа ВЖ159 или In718. Затрудненная рекристаллизация в сплаве ВКНА25Р, легированном углеродом и цирконием, по всей видимости, типична для литейных сплавов и обусловлена присутствием карбидов.

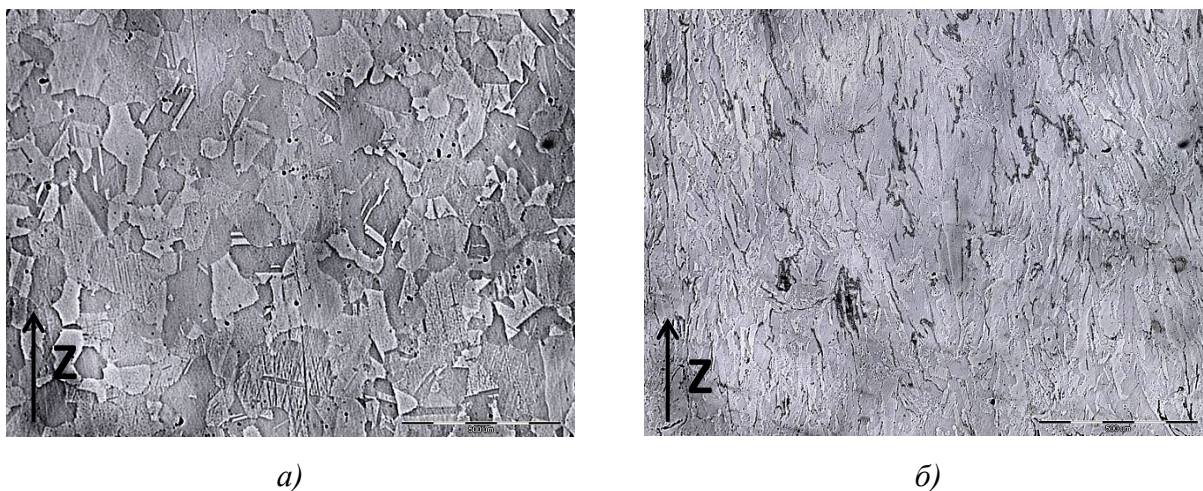
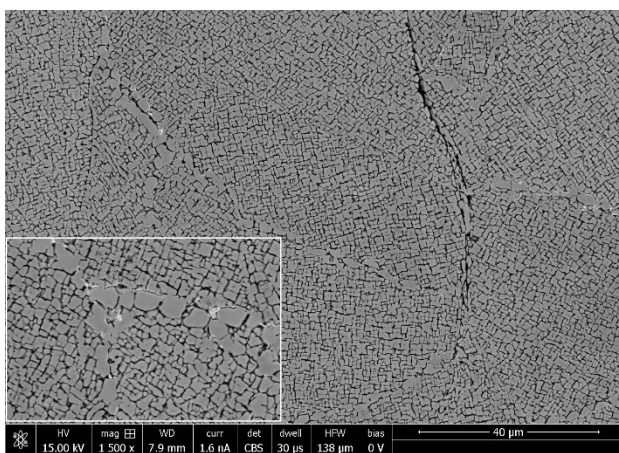


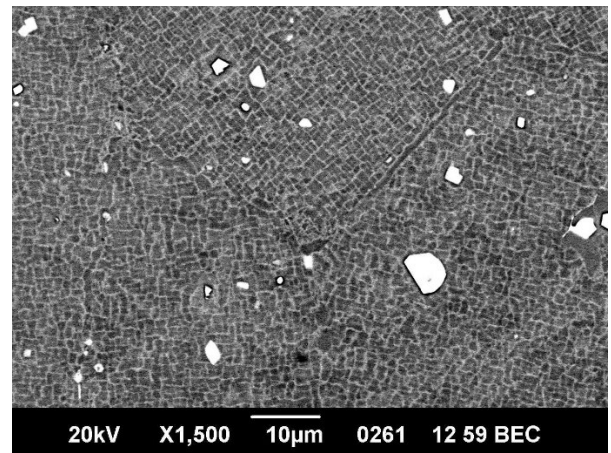
Рисунок 3.40 – Микроструктура сплавов ВКНА25 (а) и ВКНА25Р (б) после ГИП

Для всех исследованных интерметаллидных сплавов, не зависимо от содержания углерода, по границам зерен видны крупные ламелярные частицы γ' -фазы, местами представляющие собой сплошные агломераты.

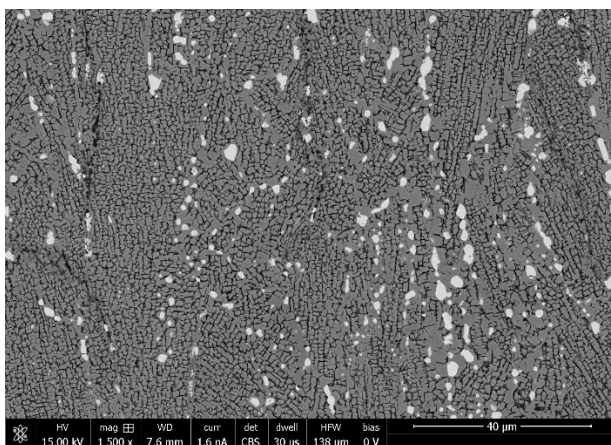
После термической обработки в сплавах ВКНА25 (рис. 3.41а) и ВИН5 (рис.3.41б) в структуре выявляются частицы γ' -фазы кубической формы и в форме октетов, что нетипично для литых сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al . В сплаве ВКНА25Р частицы γ' -фазы имеют более характерную иррегулярную (лабиринтную) форму. В объеме отдельных зерен видны сплошные столбчатые агломераты γ' -фазы, явно наследующие направление и расположение первичных кристаллитов. (рис. 3.41в,г).



а)



б)



в)



г)

Рисунок 3.41 – Структура сплавов после термообработки: а) ВКНА25, x1500; б) ВИН5, x1500; (в,г) ВКНА 25Р, x1500 и x5000 соответственно

В сплаве ВИН5 с содержанием углерода 0,14% карбиды размером от 1 до 10 мкм выделяются преимущественно в объеме зерна, причем в зернах, вытянутых вдоль направления построения, наблюдаются строчки относительно крупных карбидов, расположенные вдоль протяженных ламелей (агломератов) γ' -фазы. Более крупные карбиды располагаются по границам зерен. При этом наследственное распределение карбидов встречается лишь на отдельных участках, что связано с растворением значительной части первичных карбидов и диффузией углерода к границам зерен.

После термической обработки по разработанному режиму в структуре синтезированного материала ВКНА25Р наблюдаются частицы γ' -фазы типичной для интерметаллидных сплавов «лабиритной» формы [268, 269], разделенные тонкими (~ 1 мкм) прослойками γ -твердого раствора (рис. 3.42). Размер частиц составляет 2 - 4 мкм. В объеме и по границам зерен присутствует значительное количество мелкодисперсных (до 1 мкм) частиц карбидов, крупные карбиды (до 10 мкм) встречаются реже.

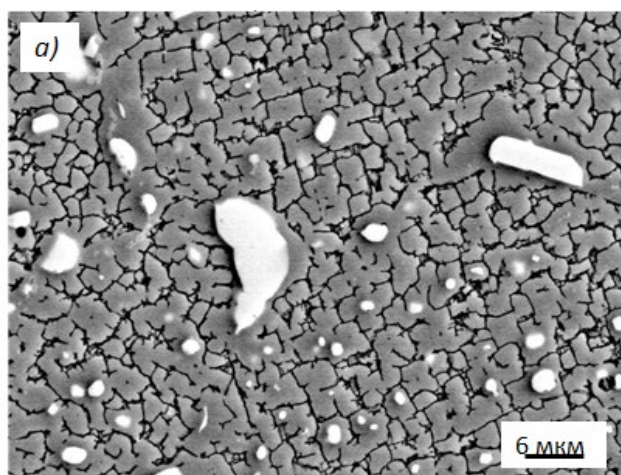


Рисунок 3.42 – Микроструктура интерметаллидного СЛС-сплава ВКНА25Р после вакуумной термической обработки и ГИП: выделения частиц γ' -фазы (частицы серого цвета) в γ -матрице (тонкие темные прослойки) и карбида $\text{Ni}_3(\text{Mo}, \text{W}, \text{Re})_3\text{C}$ (белые частицы)

По результатам построения карт распределения элементов видно (рис. 3.43), установлено, что в сплаве ВКНА25Р тугоплавкие элементы сосредоточены

преимущественно в карбидах. По данным РФА наблюдаемые частицы относятся к карбиду типа $\text{Ni}_3\text{Mo}_3\text{C}$, содержащему помимо молибдена и никеля еще вольфрам и рений, т.е. представляют собой карбид типа M_6C [270]. Присутствие рения в частицах карбидов не оказывает отрицательного влияния на их термическую стабильность. По результатам МРСА показано, что длительные выдержки (свыше 600 часов) при температуре 1100 °С под напряжением приводят к снижению содержания рения в карбидных частицах только на 15–20 % отн.

Из рис. 3.43 видно, что цирконий присутствует в частицах карбидов $\text{Ni}_3(\text{Mo},\text{W},\text{Re})_3\text{C}$ в виде следов. Как горофильный элемент, он связан в мелкодисперсные карбиды (предположительно на основе Zr), расположенные по границам зерен. Более того, сами границы зерен, плохо различимые в режиме композиционного контраста, легко идентифицируются при анализе карты распределения циркония.

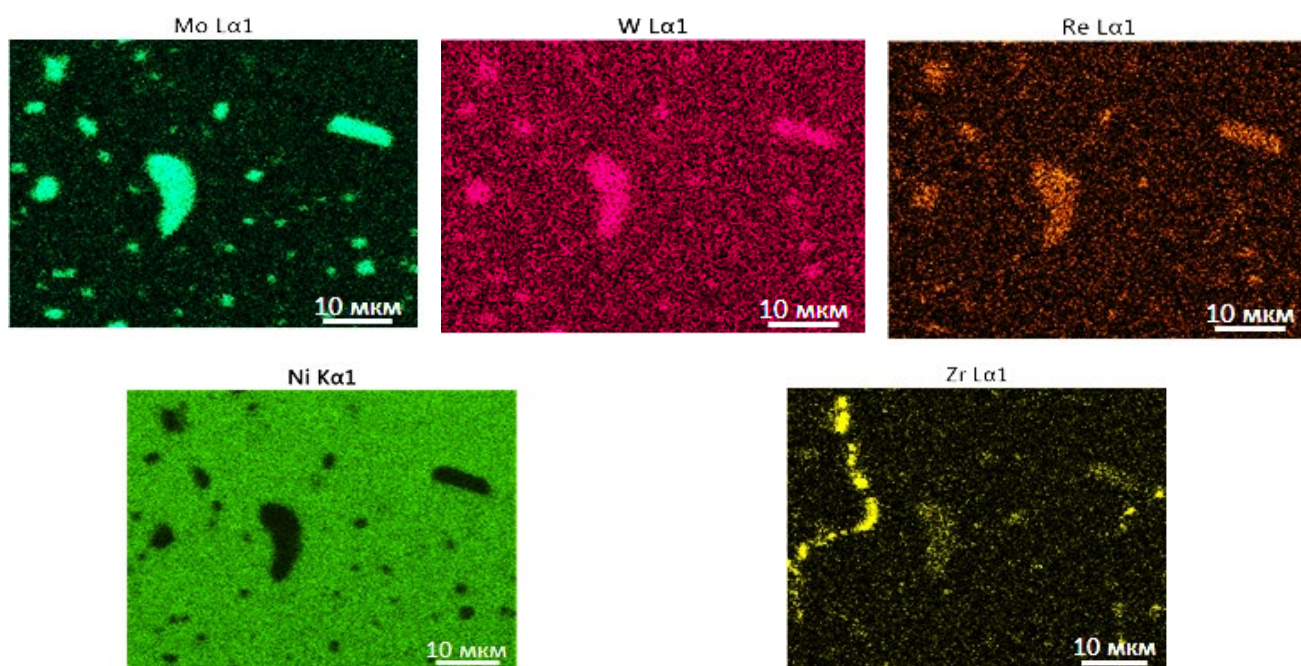


Рисунок 3.43 – Карты распределения элементов Mo, W, Re, Ni в частицах карбида в объеме зерна и Zr по границе зерен интерметаллидного СЛС-сплава ВКНА25Р

При исследовании структуры периферийных областей синтезированных образцов и фрагментов деталей из сплава ВКНА25Р, прошедших вакуумную

высокотемпературную термическую обработку и не подвергавшихся механической обработке, выявлено (рис. 3.44) образование по периметру кромок сплошного измененного слоя [271, 272].

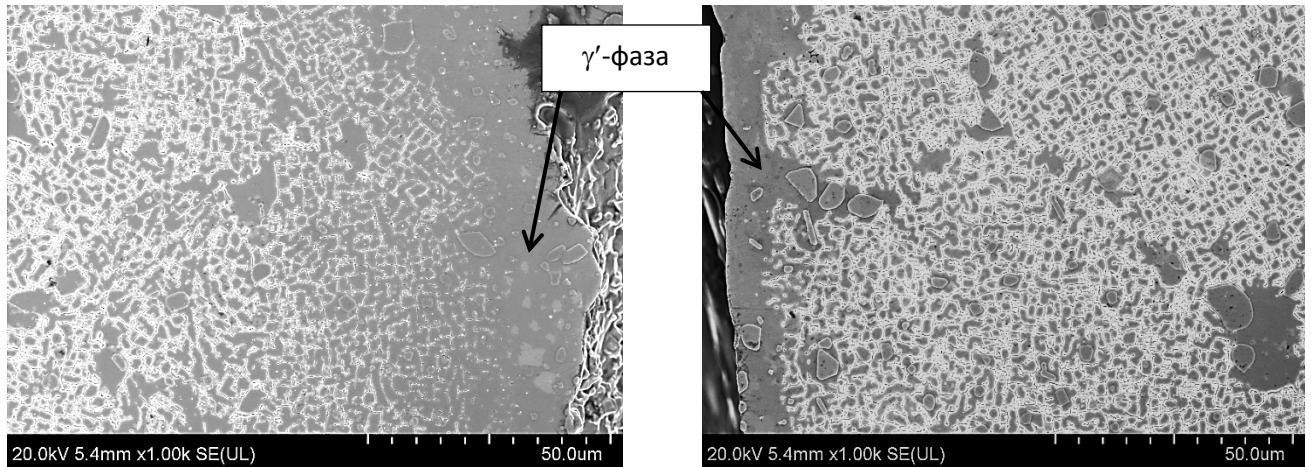


Рисунок 3.44 – Слой из γ' -фазы на поверхности синтезированной детали из сплава ВКНА25Р после термической обработки в вакууме

По данным МРСА химический состав слоя соответствует химическому составу многокомпонентной γ' -фазы. Слой непрерывен даже на участках сложной геометрии, глубина его составляет 15–25 мкм. Наличие на поверхности детали такого слоя может иметь положительный эффект при последующей эксплуатации при высоких температурах, т.к. жаростойкость γ' -фазы значительно превосходит жаростойкость γ -твердого раствора. Это обусловлено значительно более высоким содержанием в ней алюминия. Можно предположить значительное увеличение ресурса таких деталей в части сопротивления газовой коррозии по сравнению с механически обработанными деталями.

Объяснить появление такого измененного слоя может известная для хромосодержащих сплавов склонность к так называемому вакуумному травлению – возгонке хрома при высоких температурах и длительных выдержках. Часто следствием возгонки хрома является металлизация изоляторов нагревателей вакуумных печей.

Из-за малого коэффициента распределения ($K_{Cr} \approx 0,2$) Содержание хрома в γ' -фазе интерметаллидного сплава не превышает 1 % атомн. Основная его часть

находится в γ -твердом растворе. Прослойки твердого раствора, как следует из рис. 3.42, имеют толщину около 1 микрона. Обоеднение хромом твердого раствора в этих прослойках происходит на относительно большую глубину, соответствующую, очевидно, толщине наблюдаемого измененного приповерхностного слоя. Потери хрома компенсируются элементом, имеющим наибольшую диффузионную подвижность: алюминием. В результате тонкие прослойки γ -твердого раствора локально пересыщаются алюминием, что приводит к формированию на их месте γ' -фазы. Постоянный унос хрома при возгонке и интенсивная диффузия алюминия приводит к «закупорке» прослоек γ -твёрдого раствора за счет полной трансформации в γ' -фазу. Таким образом, при вакуумной термической обработке синтезированной детали из интерметаллидного сплава на ее поверхности формируется непрерывный измененный слой, представляющей собой монокристаллит из γ' -фазы с вкраплениями карбидов, на их исходных местах.

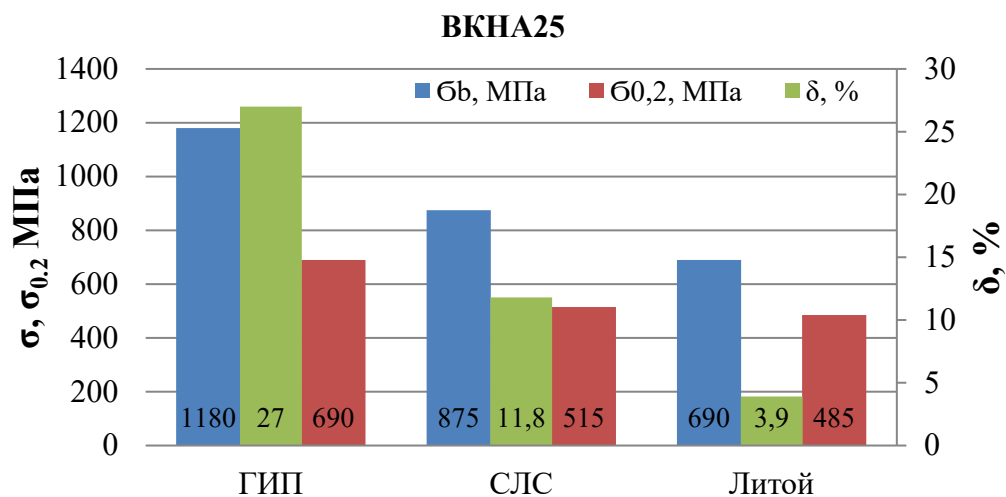
Необходимо отметить, что формирование подобных слоев на поверхности монокристаллических образцов из интерметаллидного сплава ВКНА-1В при длительных высокотемпературных испытаниях в вакууме ранее впервые наблюдал проф. М.Б. Бронфин (результаты не публиковались). Для синтезированного интерметаллидного сплава ВКНА25Р при вакуумной термической обработке и относительно коротких выдержках формирование такого измененного слоя наблюдалось нами впервые.

3.2.5 Механические свойства синтезированных материалов на основе интерметаллида Ni_3Al

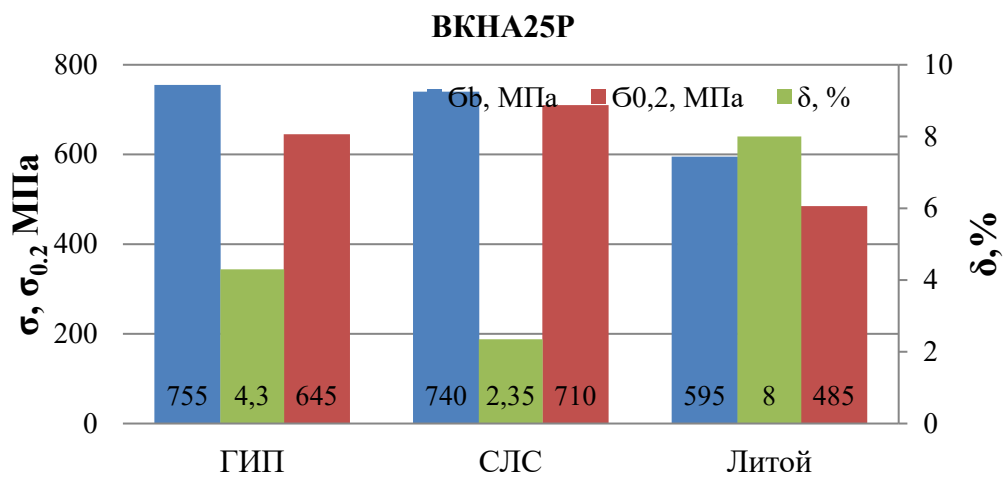
Данные по сравнению механических характеристик синтезированных интерметаллидных сплавов с литыми аналогами приведены на рис. 3.45. В литом виде при поликристаллическом литье безуглеродистый сплав ВКНА25 и углеродистый ВКНА25Р имеют одинаковый средний предел текучести (485 МПа). Относительное удлинение сплава ВКНА25Р при этом кратно выше (8,0 против 3,9%). Сплав ВИН5 в литом состоянии обладает более высоким пределом текучести (560 МПа), при относительном удлинении 3,9%.

После СЛС сплав ВКНА25Р с наибольшим содержанием углерода имеет максимальный предел текучести (710 МПа). Наименьшим пределом текучести в таком состоянии обладает безуглеродистый сплав ВКНА25 (515 МПа). Углеродистые сплавы ВКНА25Р и ВИН5 после СЛС имеют относительно невысокую пластичность (относительное удлинение 2,35 и 3,3% соответственно), а безуглеродистый ВКНА25 показывает относительное удлинение на уровне 17%.

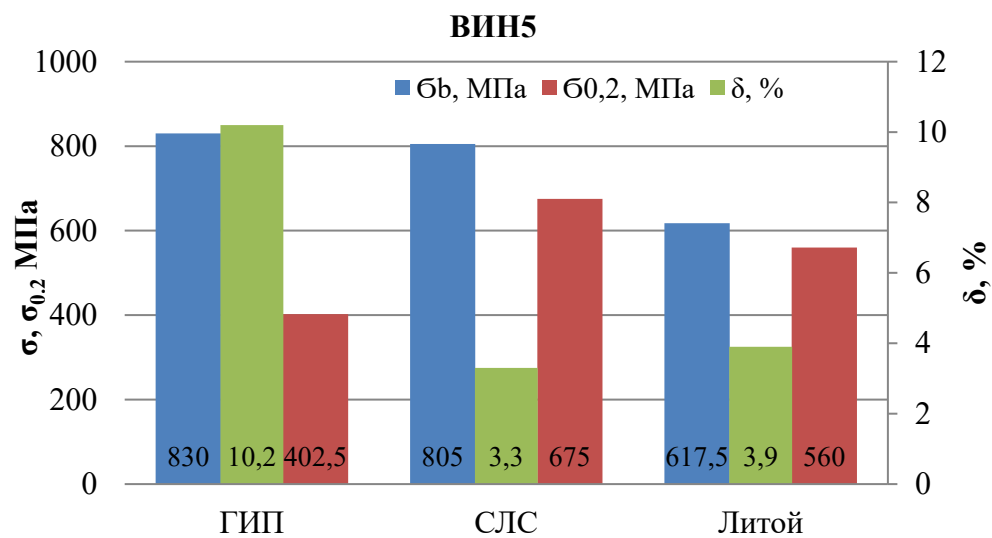
Применение ГИП для сплава ВКНА25 приводит к повышению и прочности ($\sigma_{\text{в}}=1180$, $\sigma_{0,2}= 690$ МПа) и пластичности ($\delta =27\%$), что говорит о полном протекании рекристаллизации с формированием мелкозернистой структуры. Для сплавов ВКНА25Р и ВИН5 ГИП приводит к повышению предела прочности и относительного удлинения, последнего в особенности для сплава ВИН5 (с 3,3 до 10,2%). Предел текучести для обоих сплавов снижается по сравнению с состоянием после СЛС: существенно (более чем в полтора раза) для сплава ВИН5 и незначительно – для сплава ВКНА25Р. Для всех синтезированных материалов после СЛС характерен высокий уровень внутренних растягивающих напряжений, что связано с высокими скоростями кристаллизации в процессе СЛС [226]. Однако для сплава ВИН5 падение предела текучести после ГИП нельзя объяснить только релаксацией кристаллизационных напряжений.



а



б



в

Рисунок 3.45 – Сравнение механических характеристик жаропрочных интерметаллидных сплавов ВКНА-25, ВКНА-25(Р) и ВИН5 в различных состояниях

Вероятно, для данного материала требуется дополнительная термическая обработка для «достаривания» материала, что косвенно подтверждается слишком высокими для интерметаллидных сплавов значениями пластичности в таком состоянии. При испытаниях сплава ВКНА25 показан весьма малый разброс полученных значений как по прочности, так и по пластичности (количество испытаний не менее трех на точку). Для углеродистых сплавов, наоборот, получены достаточно большие разбросы по относительному удлинению и пределу прочности. При этом значения предела текучести имеют практически нулевой разброс. Очевидно, это может быть связано с остаточными дефектами синтезированной структуры.

Результаты сравнения средних значений по кратковременной прочности в интервале рабочих температур сплава ВКНА25Р после СЛС и термической обработки с аналогом по применению – поликристаллическим литейным интерметаллидным сплавом ВКНА-4У приведены в табл. 3.12. Как видно из данных табл. 3.12, при умеренных (20 и 800 °С) температурах горизонтально выращенные (ХУ) образцы сплава ВКНА25Р имеют более высокие прочностные характеристики в сравнении вертикально выращенными образцами (ХЗ), вертикально выращенными (ХЗ).

Таблица 3.12 – Характеристики кратковременной прочности синтезированных образцов сплава ВКНА25Р и литых образцов сплав ВКНА-4УР в интервале температур 20-1100 °С

Материал, состояние	Значения характеристик, МПа, при температурах испытания, °С				
	20	800	900	1000	1100
ВКНА25Р(ХЗ) СЛС+ТО	670/570	710/700	620/610	465/430	245/215
ВКНА25Р(ХУ) СЛС+ТО	970/890	970/820	660/570	430/335	230/155
ВКНА4УР (литое)	620/555	-	600/580	485/470	315/300
Примечание: в числителе указаны средние значения предела прочности σ_b , в знаменателе – предела текучести $\sigma_{0,2}$.					

Такая же зависимость наблюдается и для свариваемых СЛС-материалов. Различия нивелируются при температуре 900 °С. При температурах 1000-1100 °С, напротив, значения для вертикальных образцов (XZ), выше, чем для горизонтальных (XY). Это объясняется меньшей протяженностью границ зерен, ориентированных вдоль оси приложения напряжения.

В целом, не смотря на кратно меньший размер зерна синтезированный интерметаллидный материал по кратковременной прочности вплоть до температуры 1000 °С не уступает литому аналогу по применению, а при комнатной температуре несколько превосходит его. Существенное снижение кратковременной прочности синтезированного материала заметно уже при температуре 1100 °С, особенно для горизонтально выращенных образцов (XY).

По относительному удлинению синтезированный материал ВКНА25Р в среднем вдвое превышает значения литого аналога (3,4–6,4 % против 1,5–3 % соответственно).

Главной проблемой для синтезированных методом СЛС литейных сплавов является длительная прочность. Для разработанного материала ВКНА25Р данные по длительной прочности рассмотрены в сравнении с литым поликристаллическим аналогом по применению ВКНА4УР. Сравнение (рис. 3.46) в координатах «напряжение σ – параметр Ларсона-Миллера $P=T(20+\lg\tau_p)\cdot 10^{-3}$ (где T – температура, К, τ_p – время до разрушения, ч)» приведено по средним значениям пределов длительной прочности для вертикально выращенных СЛС-образцов сплава ВКНА25Р и минимальным значениям пределов длительной прочности для литых поликристаллических образцов сплава ВКНА4УР. Из рис. 3.46 следует, что СЛС-материал ВКНА25Р в вертикальной ориентации имеет сопоставимые характеристики длительной прочности с литым интерметаллидным сплавом-аналогом по применению ВКНА4УР. Снижение длительной прочности по сравнению с поликристаллом не кратное, как в случае с классическими литейными никелевыми жаропрочными сплавами ЖС6К и ВЖЛ12У при переводе их на СЛС-технологию. При столь же малом размере зерна в СЛС-сплаве ВКНА25Р, как и в

случае синтеза ЖС6К или ВЖЛ12У, достаточно высокая длительная прочность интерметаллидного материала ($\sigma_{100}^{900} = 140$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 55$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 23$ МПа), вероятно, обусловлена повышенной объемной долей частиц упрочняющей γ' -фазы с лабиринтной морфологией и присутствием высокодисперсных термически стабильных карбидов $\text{Ni}_3(\text{Mo}, \text{W}, \text{Re})_3\text{C}$ округлой формы. Вероятно, дополнительную положительную роль также играет упрочнение границ частицами карбидов на основе циркония.

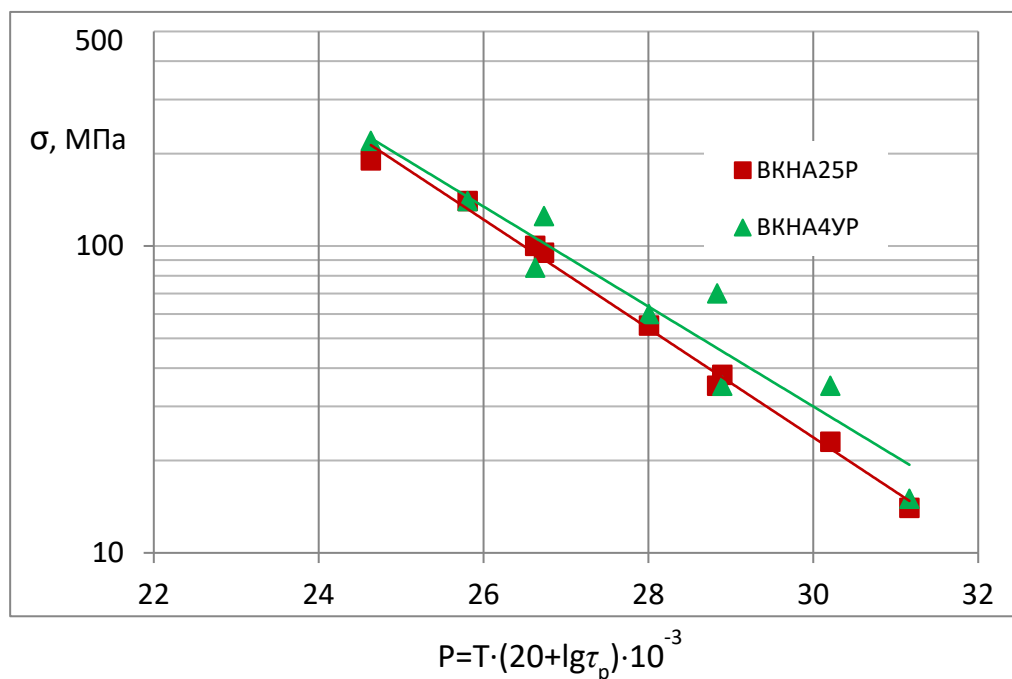
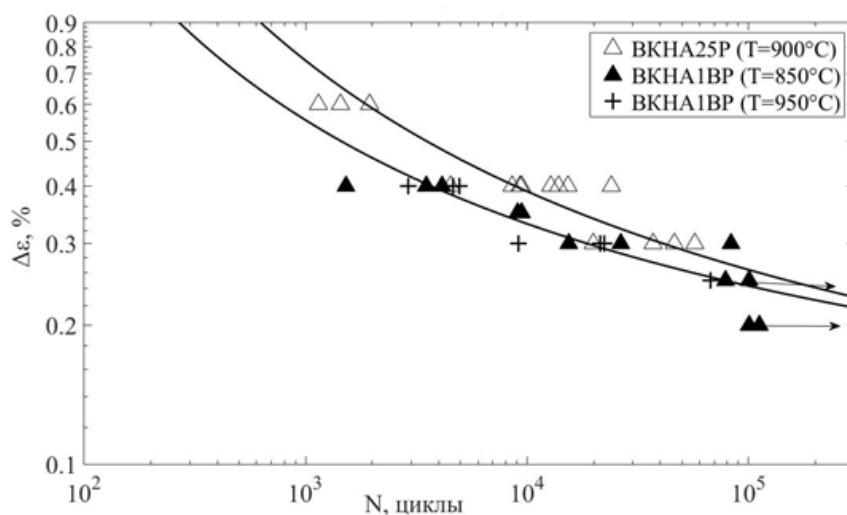


Рисунок 3.46 – Параметрические зависимости Ларсона-Миллера для длительной прочности СЛС-сплава ВКНА25Р (средние значения) и литейного сплава ВКНА4УР (минимальные значения) в интервале температур 900–1100 °С на базах до 500 ч

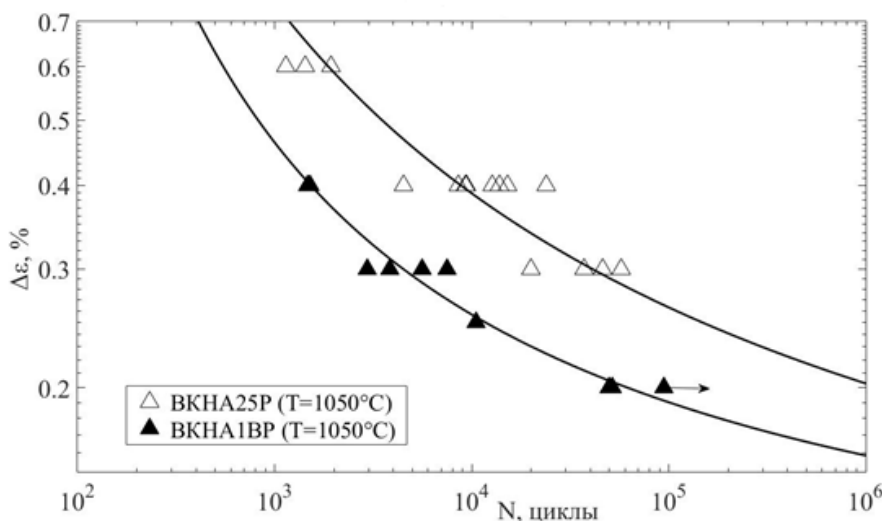
Как показано по результатам испытаний на малоцикловую усталость (МЦУ, жесткий цикл нагружения), синтезированный материал, благодаря мелкозернистой структуре, имеет ощутимое преимущество в части циклической прочности по сравнению с литыми поликристаллическими интерметаллидными сплавами с равноосной структурой. Результаты испытаний на МЦУ образцов СЛС-сплава ВКН25Р приведены на рис. 3.47 в сравнении с данными по испытаниям с

аналогичными условиями нагружения для литого поликристаллического сплава ВКНА1ВР с равноосной структурой при различных температурах.

Как видно из рис. 3.47, в интервале от 10^3 до 10^5 циклов при одинаковых температурно-силовых режимах нагружения медианные кривые МЦУ сплавов ВКНА25Р и ВКНА1ВР показывают схожее увеличение циклической долговечности при уменьшении размаха деформации $\Delta\varepsilon$, что указывает на подобие развития повреждений в области малоциклового усталости.



a)



б)

Рисунок 3.47 – Кривые МЦУ СЛС-сплава ВКНА25Р и литого поликристаллического сплава ВКНА1ВР с равноосной структурой при температурах 850–950 °С (а) и 1050 °С (б)

Основное различие, как и прогнозировалось исходя из меньшего размера зерна, связано со смещением кривой МЦУ СЛС-материала ВКНА25Р в область большей циклической долговечности. При этом, на базе испытаний 10^4 циклов среднее значение размаха общей деформации для сплава ВКНА25Р ($\Delta\epsilon=0,4\%$) на 15 % больше, чем для сплава ВКНА1ВР при температурах 850 и 950 °С, а при температуре 1050 °С – уже на 30 %.

Полученные данные испытаний синтезированного методом СЛС материала ВКНА25Р позволяют рассматривать его для изготовления статорных деталей. Возможность синтеза вновь спроектированной полнофункциональной детали нового конструктивного облика в считанные дни из материала, соответствующего по марке последующему серийному исполнению, является исключительно востребованным применением при создании новых изделий в двигателестроении. Обеспечиваемый на данный момент ресурс таких деталей однозначно позволяет провести полноценные горячие испытания газогенератора или полноразмерного двигателя для верификации конструкторских решений.

Более того, технология СЛС является идеальной для изготовления деталей для проведения диагностики в реальных условиях работы изделия (например, термометрирования газовых потоков) с препарированием сложнейшими внутренними каналами для введения в заданные точки детали датчиков измерительных систем. Синтезированный материал ВКНА25Р применен для изготовления сопловых лопаток 1 ст. ТВД, препарированных термопарными каналами, для проведения термометрии двигателя ПД-35.

В результате выполнения исследований разработаны комплексные технологические процессы селективного лазерного сплавления адаптированных и новых жаропрочных сплавов на никелевой (ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС, ЖС6К, ВЖЛ12У) и интерметаллидной (ВКНА1ВР, ВИН5, ВИН6) основах, включая термическую (газостатическую) обработку и постобработку изделий [273, 274]

Выводы к главе 3:

1. Разработаны новые синтезированные методом СЛС жаростойкие жаропрочные материалы и комплексные технологии получения из них сложнопрофильных деталей: ВЖ159-ПС со средним уровнем механических характеристик свойств после закалки и двухступенчатого старения: $\sigma_{\text{в}}^{20} = 1160$ МПа; $\sigma_{100}^{800} = 180$ МПа, $\sigma_{500}^{800} = 90$ МПа; ЭП648-ПС, после ГИП и термической обработки: $\sigma_{\text{в}}^{20} = 1120$ МПа; $\sigma_{100}^{800} = 145$ МПа, $\sigma_{500}^{800} = 80$ МПа; и наиболее жаропрочный материал в своем классе ВЖ171-ПС, обеспечивающий $\sigma_{\text{в}}^{20} = 1210$ МПа, $\sigma_{100}^{900} = 115$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 65$ МПа. Материалы прошли общую квалификацию (паспортизацию) для авиационного применения.

2. Исследованы процессы образования топологически плотно упакованных фаз для синтезированных высокохромистых материалов ВЖ159 и ЭП648, по результатам которых даны обоснования изменению механических характеристик после длительных имитационных отжигов для последующего прогнозирования ресурса, оптимизированы состав материала ВЖ159-ПС по хрому, что позволило исключить снижение пластических характеристик.

3. Разработаны новые синтезированные методом СЛС жаропрочные материалы ЖС6К и ВЖЛ12У. Установлено, что высокое содержание углерода в литейных сплавах приводит к выраженной анизотропии механических свойств за счет сдерживания процессов рекристаллизации частицами карбидов и малого размера зерна. Показано, что новые материалы обеспечивают высокие характеристики кратковременной прочности в диапазоне рабочих температур, однако значительно уступают литым аналогам по длительной прочности, особенно в горизонтально выращенном направлении.

4. Исследованы условия и разработаны технологические приемы обострения ростовой текстуры при синтезе методом СЛС литейных сплавов с помощью применения литых закладных элементов с монокристаллической структурой заданной ориентации. По результатам исследования прямых полюсных фигур показано полное соответствие кристаллографической текстуры синтезированных

образцов закладным элементам. Разработанные приемы использованы при синтезе заготовок рабочих лопаток из перспективного никелевого жаропрочного сплава.

5. Разработаны новые синтезированные методом СЛС жаропрочные материалы на основе интерметаллида Ni_3Al : ВИН5 и ВКНА25Р. Сплав ВКНА25Р прошел общую квалификацию для авиационного применения. По кратковременной прочности $\sigma_{\text{в}}^{20} = 970/890$ МПа синтезированный материал соответствует литому аналогу по применению ВКНА4УР. По длительной прочности ВКНА25Р сопоставим с литым аналогом, обеспечивая: $\sigma_{100}^{900} = 140$ МПа, $\sigma_{100}^{1000} = 55$ МПа, $\sigma_{100}^{1100} = 23$ МПа. Показано, что относительно высокие значения длительной прочности синтезированного материала ВКНА25Р обусловлены наличием повышенной объемной доли частиц упрочняющей γ' -фазы и высокодисперсных округлых частиц термически стабильных карбидов $\text{Ni}_3(\text{Mo}, \text{W}, \text{Re})_3\text{C}$.

Глава 4. Деградация оборотных порошков и синтезированного материала в зависимости от цикличности их использования в процессе селективного лазерного сплавления

4.1 Исследование причин и факторов деградации оборотных порошков в процессе селективного лазерного сплавления

Анализ особенностей технологии СЛС позволяет выделить два основных процесса, являющихся источником загрязнения оборотного порошка в зоне построения и сплавляемых сечений. Оба они обусловлены кипением ванны расплава с образованием металлического конденсата и формированием многочисленных брызг (выбросов), при их интенсивном окислении за счет неизбежного присутствия примеси кислорода в защитной среде. А именно:

- *перекрестное загрязнение*: загрязнение в текущем экспонируемом слое одних отдельно сплавляемых сечений другими при оседании и переплаве фрагментов расплава и металлического конденсата в рабочей зоне;
- *накопительное загрязнение*: окисленными частицами выбросов и металлическим конденсатом, оседающим на исходных гранулах, не затронутых тепловым воздействием лазера, при циклическом использовании оборотного порошка.

Влияние перекрестного загрязнения на структуру и свойства синтезируемых изделий в зависимости от их положения на платформе построения может быть отмечено при использовании как свежего, так и оборотного порошка.

Накопительное загрязнение непосредственно связано с повторным использованием оборотного порошка и зависит от количества циклов использования, соотношения суммы площадей сплавляемых сечений и площади платформы построения, геометрии изделия(й) и химического состава материала.

Для перекрестного загрязнения интенсивность попадания продуктов кипения расплава в области сплавляемых сечений определяется двумя основными факторами:

- *зональностью*, обусловленной расположением сплавляемых сечений относительно направления газового потока системы обдува зоны построения;
- *плотностью заполнения плиты построения*, включая ее динамическое изменение при сплавлении последующих актуальных слоев для сложнопрофильных изделий.

На первый взгляд, наиболее логичным представляется предположение, что загрязнение экспонируемых сечений и оборотного порошка пропорционально сумме площадей экспонируемых в текущем слое сечений. Фотосъемка процесса синтеза по режимам основного металла, контуров и поддерживающих структур при ультракоротких выдержках (1/4000 и 1/8000с, рис. 4.1) показывает различия в интенсивности формирования и разлета брызг (выбросов) в зависимости от подводимой энергии.

В процессе экспонирования максимальная область «разброса» частиц наблюдается при экспонировании поддерживающих структур, минимальная – при экспонировании контуров. При для всех случаев основное направление «разлета» частиц совпадает с направлением движения лазера (рис. 4.1 α), т.е. перпендикулярно расположению элементов (полос) штриховки. Оседание частиц отмечается не только в зоне построения, но и на горизонтальных поверхностях сопел обдува (рис. 4.1 α).

Однако преимущественное влияние площади экспонируемого сечения на загрязнение оборотного порошка требует количественного подтверждения. Для этой цели проведена оценка влияния взаимосвязи геометрии экспонируемого сечения (площади, периметра контура), соответствующих энергетических параметров экспонирования и степени загрязнения оборотного порошка на предварительно разделенной на сечения модельной детали.

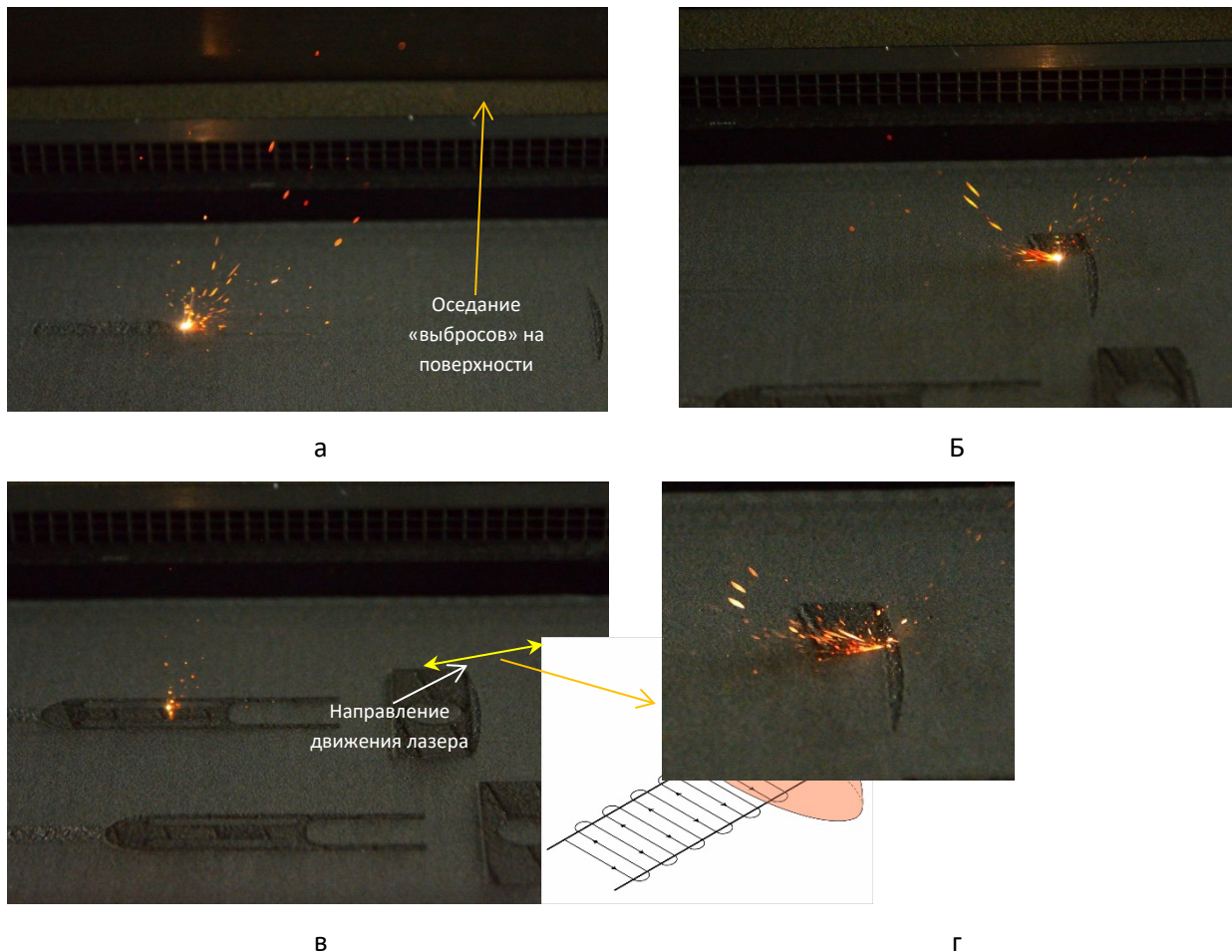


Рисунок 4.1 – Фотографии процесса синтеза поддерживающих структур (а), основного металла (б) и контуров (в) и схема формирования «выбросов» при движении лазера (г)

Для эксперимента выбрана модельная деталь, из которой выделены лопаточный сегмент и полка, имеющие минимальную и максимальную площадь экспонирования, а также минимальное и максимальное соотношение площадей и периметров контуров (рис. 4.2). Дополнительно выращивался фрагмент поддерживающих структур, соответствующий детали по профилю. Все фрагменты выращивались непосредственно на плите построения одинаковой высоты [275].

Критерием оценки загрязнения оборотного порошка выбран уровень газовых примесей по сравнению с исходным порошком. По завершении процесса синтеза каждого из фрагментов для усреднения и анализа газовых примесей собирали весь задействованный в работе порошок: с поверхности платформы построения и из коллектора. Далее порошок просеивали в соответствии со стандартной процедурой и на стандартном оборудовании для определения влияния степени загрязнения порошков на количество отсеиваемых частиц при синтезе различных фрагментов детали. В

качестве эталона проводили синтез детали целиком по стандартным режимам. Во всех случаях расстановка деталей (фрагментов) на платформе построения была идентичной и аналогичной синтезу в серийных условиях.

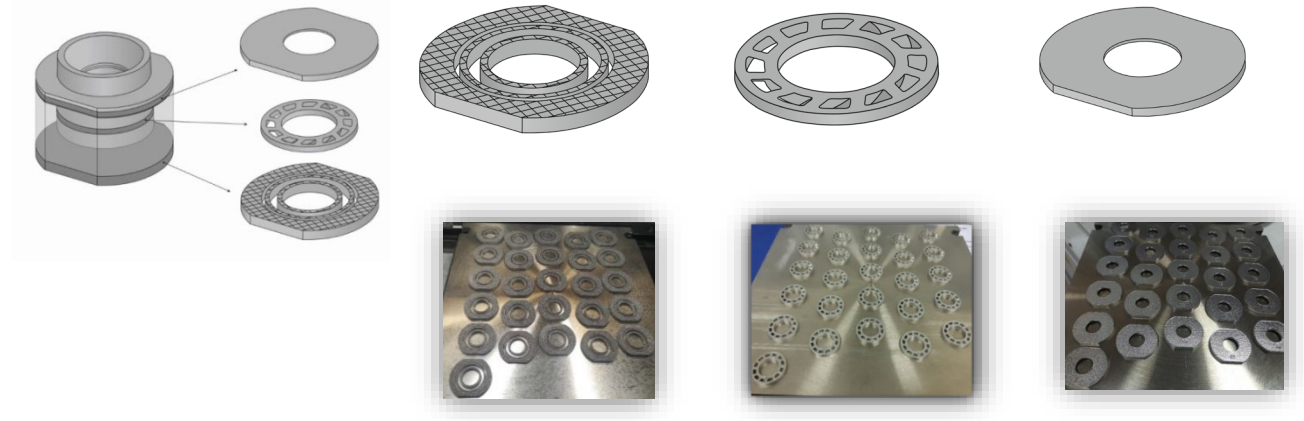


Рисунок 4.2 – Схема генерации фрагментов детали для процесса построения

Одинаковая, относительно небольшая (3 мм), высота выращиваемых фрагментов позволяет с высокой точностью провести исследование всего задействованного в процессе построения порошкового материала. Такой подход обеспечивает наиболее достоверные значения содержания газовых примесей, массы отсевов и оборотного порошка целевой фракции. Просев через ячейку, соответствующую верхней границе исходного диапазона позволяет оценить относительное количество образовавшихся крупных вторичных частиц – выбросов.

Результаты газового анализа оборотных порошков приведены на рис. 4.3. Содержание кислорода в исходном порошке принято за 100 %. Из рис. 4.3 видно, что для фрагмента с максимальной площадью экспонируемого сечения отмечается минимальное увеличение содержания кислорода. Более высокое содержание кислорода установлено для элемента поддерживающих структур, а максимальное – для «лопаточного» фрагмента, имеющего минимальную площадь экспонируемого сечения, но максимальный периметр контуров. В оборотном порошке после синтеза целой детали содержание кислорода ниже содержания для

«лопаточного» фрагмента, но выше остальных фрагментов, что связано с меньшим загрязнением в процессе синтеза массивных сечений и поддерживающих структур.

Оценка масс отсеков относительно исходной массы задействованного порошка (рисунок 4.3б) показывает обратную зависимость от уровня загрязнения порошков и прямую – от площади экспонируемого сечения.

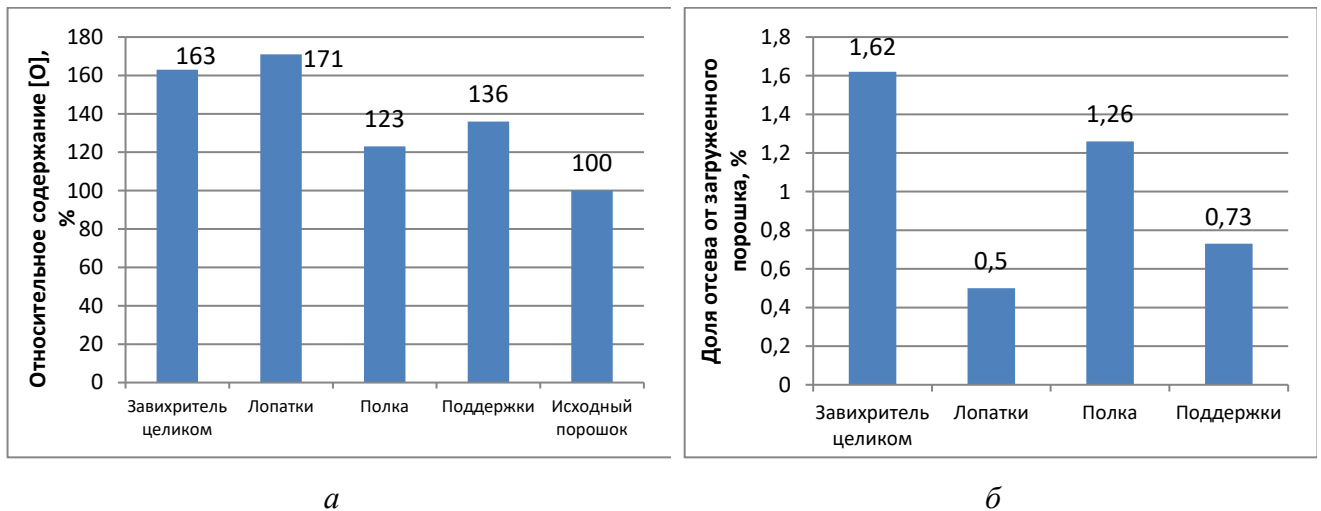


Рисунок 4.3 – Относительное содержание кислорода в порошковом материале (а) и доля отсеков в % от загруженного порошка (б) после проведения процесса СЛС для сплава ВЖ159

Максимальное количество отсеков соответствует фрагментам с максимальной площадью экспонируемого сечения, минимальное количество - фрагментам с минимальной площадью. Это объясняется наибольшей интенсивностью образования крупных выбросов при экспонировании элементов с высокой плотностью энергии. Таким образом, масса отсеков может служить косвенным показателем интенсивности кипения расплава.

В результате проведенного эксперимента установлено, что площадь сплавляемых по режиму основного металла сечений не является основным фактором загрязнения оборотных порошков. Основной фактор загрязнения – это протяженность контуров и поддерживающих структур. Очевидно, что непосредственным источником загрязнения оборотного порошка во всех случаях являются частицы выбросов. Анализ данных по отсевам показывает, что при

низкой плотности энергии экспонирования, а для сплава ВЖ159 это режимы поддержек и наклонных поверхностей, образуется большее количество окисленных частиц, размер которых соответствует рабочему диапазону (10-63 мкм). Увеличение плотности энергии (режимы основного металла, верхней и вертикальной поверхности) приводит к образованию большого количества крупных частиц выбросов, которые удаляются при штатном расходе использованного порошка. Т.е. основной фактор загрязнения оборотного порошка непосредственно связан с плотностью подводимой энергии.

В процессе сплавления некоторое количество выброшенных с поверхности построения частиц оседает на горизонтальных поверхностях рабочей камеры (поверхности входного и выходного сопел турбины обдува). Исследование таких частиц методом РЭМ показывает, что в пробах присутствуют частицы двух типов. Первичные гранулы, отличающиеся наличием типичных для метода газовой атомизации дефектов: сателлитов и аморфного панциря. Вторичные частицы, или выбросы, – частицы правильной сферической формы, на поверхности которых отчетливо видны оксидные плёны (рис. 4.4а-в). Присутствие в исследованных пробах первичных гранул подтверждает взрывной механизм формирования выбросов в процессе экспонирования сплавляемого сечения, описанный в зарубежных публикациях. Исследование локального химического состава поверхности вторичных частиц подтверждает значительное окисление участков их поверхности. Так, в отдельных областях поверхности гранул содержание кислорода достигает 10-20% (рис. 4.4в,г). Исследование первичных гранул, выброшенных микровзрывом из нанесенного порошкового слоя (рис. 4.4б), подобных загрязнений не выявили. При этом, среди частиц размером около 100 мкм и более, визуально отличить первичные гранулы от вторичных выбросов, помимо интенсивности окисления, можно по их морфологии. Получение столь крупных сферичных частиц без сателлитов, с коэффициентом формы, близким к единице, при газовой атомизации представляет серьезную проблему. Кроме того, окисленные вторичные частицы легко идентифицируются в режиме композиционного контраста по характерной, почти белой окраске.

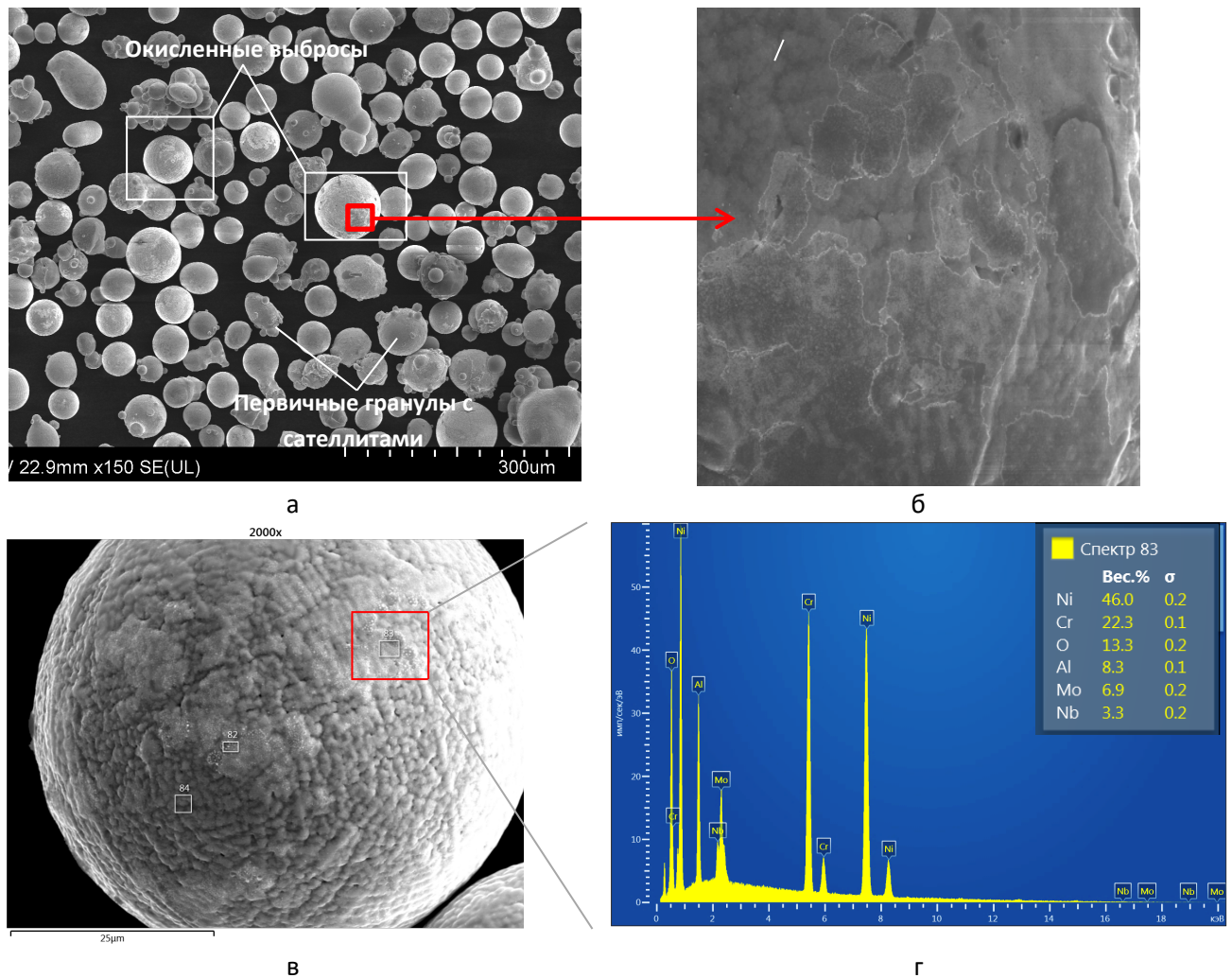


Рисунок 4.4 – Микроструктура частиц порошка сплава ВЖ159, собранных с поверхности входного и выходного сопел системы обдува (а-в), и распределение элементов в анализируемом участке поверхности (г)

Информацию о дисперсности выбросов первичных и вторичных частиц в зависимости от режима экспонирования дает анализ фракционного состава исходного и оборотных порошков после синтеза отдельных элементов модельной детали, отсеков после синтеза целой детали и частиц, взятых из системы обдува установки (рис. 4.5). Слабые тенденции к укрупнению отмечаются только для фракций 5-10 и 10-20 мкм. После синтеза всех фрагментов в оборотных порошках наблюдается увеличение количества фракций на 6-8%. Для остальных фракций менее 60 мкм, скорее, можно говорить о незначительном уменьшении среднего количества частиц. При этом какой-либо закономерности в изменении процентного

содержания частиц в исследованных фракциях в зависимости от сплавляемого фрагмента не выявлено. При синтезе поддерживающих элементов и лопаточного сегмента в оборотном порошке присутствуют значимые количества частиц размером от 125 до 250 мкм. Это, очевидно, вторичные частицы – крупные окисленные гранулы.

Анализ фракционного состава отсева после синтеза детали целиком (на рис. 4.5 обозначено как «Отсев») показывает, что наравне с крупными гранулами, превышающими по размерам рабочий диапазон, в отсев вовлекаются и частицы, соответствующие по размерам рабочей фракции, что связано с масштабным фактором. При этом в диапазоне 20-60 мкм количество таких частиц, попадающих в отсева, распределяется по фракциям весьма равномерно. Также установлено, что в процессе синтеза детали целиком наибольшее количество образующихся выбросов имеет размер в диапазоне 60-90 мкм. Также образуется относительно большое количество крупных частиц размером от 125 до 175 мкм.

В систему обдува (на гистограмме обозначены как «сопло») попадают преимущественно частицы в диапазоне 40-90 мкм, причем это и формирующиеся выбросы (частицы размером более 60-70 мкм), и первичные гранулы, вовлекаемые в систему обдува при микровзрывах ванны расплава. Крупные частицы в диапазоне от 90 до 200 мкм также присутствуют, но в меньших количествах. На примере сплава ВЖ159 можно сделать вывод, что тенденция к укрупнению порошков, выявляемая в зарубежных работах, вероятно, связана с применением для рассева сит с ячейкой размером, большим верхней границы рабочего диапазона, что реализуется в оборудовании некоторых производителей для ускорения процесса рассева. При использовании соответствующих рабочему диапазону сит фиксируется укрупнение на уровне погрешности измерения. Анализ полученных данных подтверждает наличие связи интенсивности кипения расплава с подводимой энергией и позволяет говорить о различиях в дисперсности частиц выбросов в зависимости от энергетики процесса.

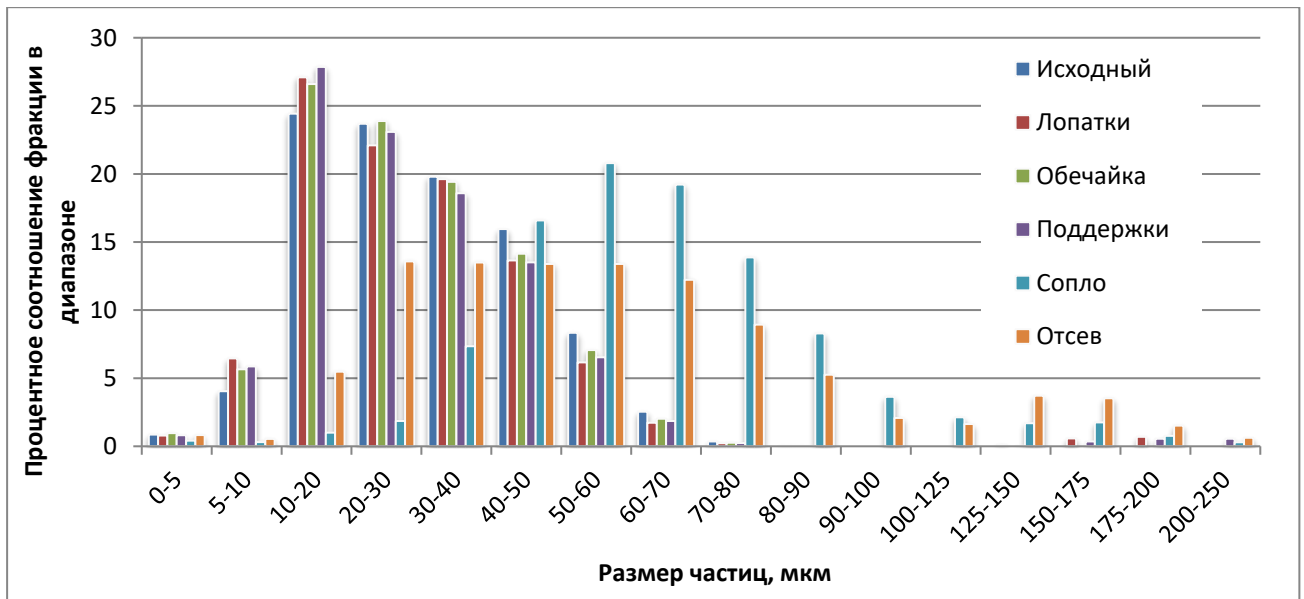


Рисунок 4.5 – Фракционный состав порошков после процесса СЛС

Схематично предполагаемый механизм загрязнения области построения представлен на рис. 4.6. Фрагменты расплава, обладая различной массой и начальным импульсом, взаимодействуют с газовым потоком системы обдува платформы построения: крупные частицы пробивают поток обдува, возвращаясь обратно в зону построения или оседая на горизонтальных поверхностях камеры вне зоны сплавления. Основная масса частиц среднего и малого размера увлекается системой обдува в выходное сопло (и далее, в систему фильтрации).

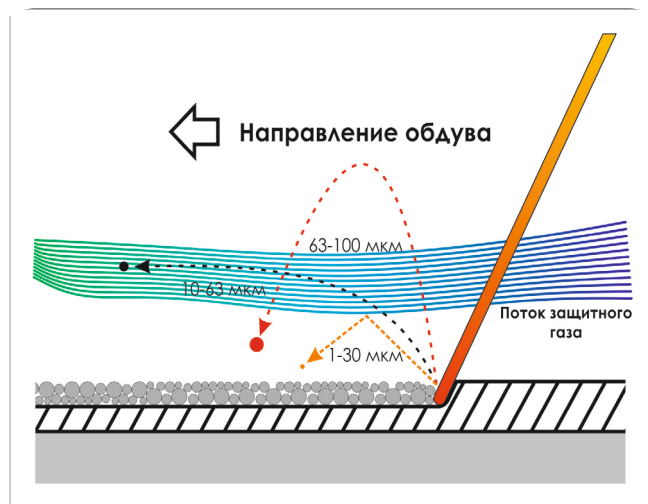


Рисунок 4.6 – Визуализация схема попадания выбросов в оборотный порошок

Часть гранул малого размера отражается от газовой «завесы» и попадает обратно в зону построения, в том числе, и в оборотный порошок. Результаты газового анализа показывают, что именно эти частицы ввиду большой площади поверхности и являются основным источником загрязнения оборотного порошкового материала.

Такой механизм косвенно можно подтвердить исследованием фракционного состава частиц, собранных с горизонтальных поверхностей входного и выходного сопла системы обдува, а также непосредственно изнутри выходного сопла. Все три образца практически не содержат частиц менее 20 мкм, и очень мало (в сравнении с исходным порошком) фракции 20-30 мкм (рис. 4.7а). В систему обдува вовлекаются преимущественно частицы среднего диапазона 40-80 мкм. Общий профиль кривых распределения частиц, собранных с горизонтальных поверхностей входного и выходного сопла обдува платформы построения, практически идентичен, при этом кривая выходного сопла смещена вправо, в область более крупных частиц (рис. 4.7б), что объясняется воздействием газового потока.

Качественная оценка наличия цветов побежалости на поверхности частиц порошка сплава ВЖ159 (рис. 4.8) непосредственно из выходного сопла системы обдува показывает ее весьма высокую эффективность: основную массу частиц составляют окисленные гранулы, причем интенсивность их окисления и число окисленных гранул кратно больше, в сравнении с выбросами, собранными с горизонтальных поверхностей камеры построения.

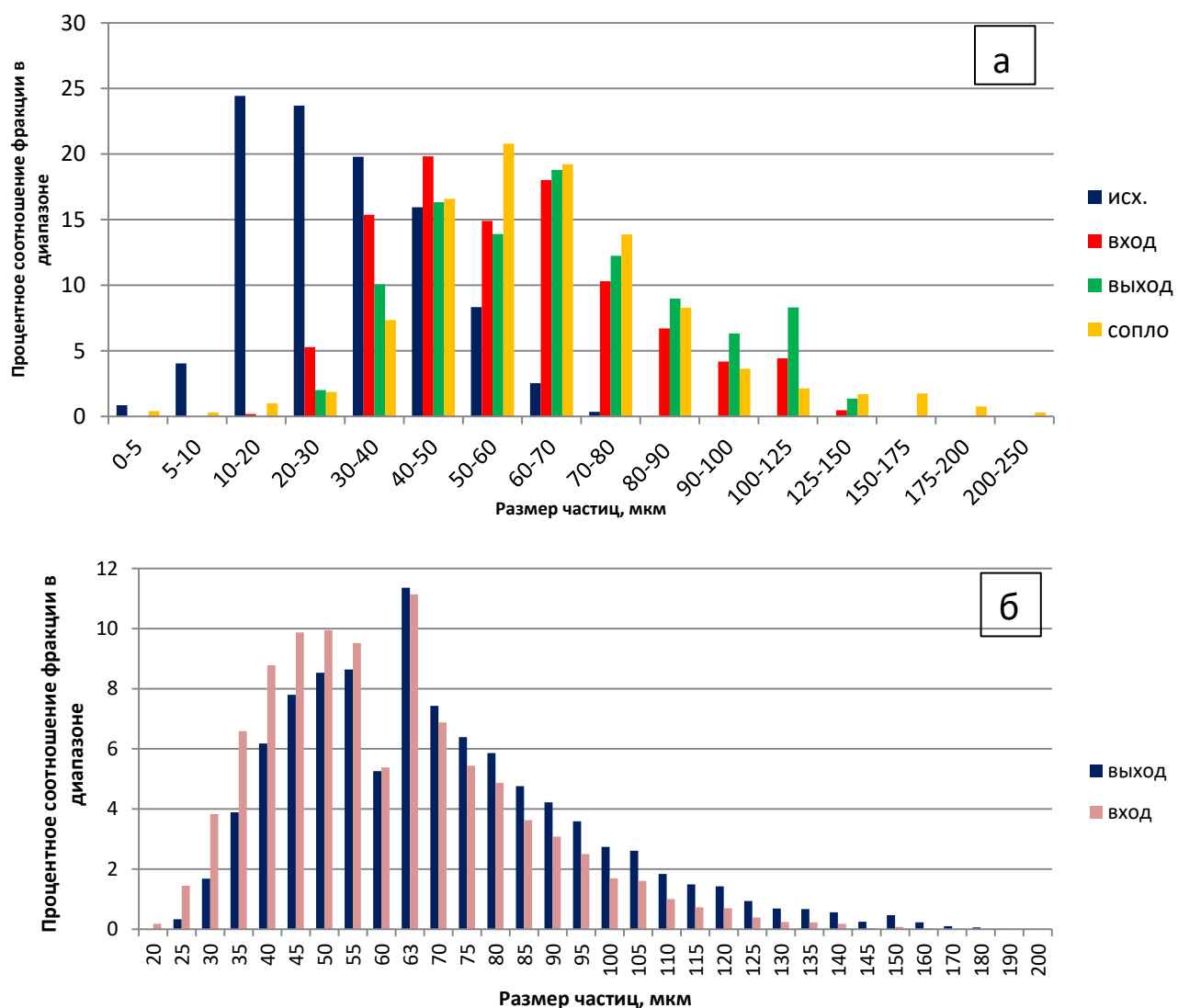
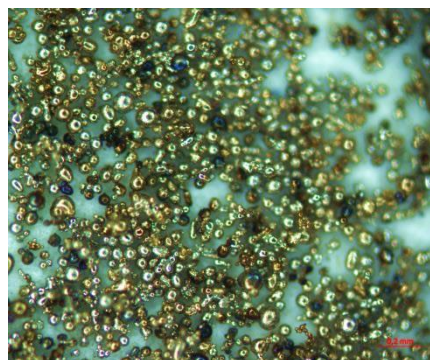
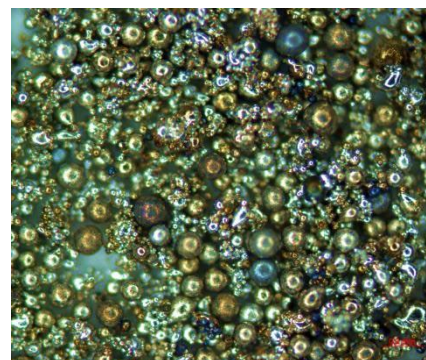


Рисунок 4.7 – Распределение частиц выбросов, собранных на горизонтальных поверхностях входного и выходного сопла, изнутри выходного сопла в сравнении с исходным порошком (а); сравнение распределений частиц с поверхностями входного и выходного сопел (б)



а



б

Рисунок 4.8 – Внешний вид частиц порошка сплава ВЖ159, собранных с горизонтальной поверхности камеры построения (а) и непосредственно из выходного сопла системы обдува (б)

4.2 Универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных порошков в процессе селективного лазерного сплавления

Анализ полученных данных подтверждает наличие связи интенсивности кипения расплава с подводимой в процессе экспонирования энергией и позволяет говорить о различиях в дисперсности частиц выбросов в зависимости от плотности энергии. Однако режим синтеза исследованных выше фрагментов, за исключением поддерживающих структур, включает в себя сразу несколько подрежимов. Визуализация алгоритма экспонирования поверхностных элементов на примере оборудования фирмы EOS, полученные при послойном анализе сечений 3D-моделей образцов, приведены на рис. 4.9. Экспонирование сечения 3D-модели производится по режиму основного металла. Наклонные наружная и внутренняя поверхности (см. рис. 4.9а) штрихуются элементами (треками) верхней и нижней поверхностей соответственно по периферии треков основного металла. При этом экспонирование трека поверхности (короткие отрезки на периферии сечения) происходит строго в продольном (вдоль треков основного металла) или в ортогональном (поперек треков основного металла) направлении. Экспонирование контура (сплошной трек по периметру сечения) завершает формирование поверхности изделия на текущем сечении.

Алгоритм формирования поверхностных элементов тел вращения имеет значительные отличия (см. рис. 4.9б). Штриховка верхних и нижних поверхностей осуществляется не по всему периметру окружности, а фрагментами, протяженность которых определяется диаметром этой окружности. Расположение фрагментов связано с направлением треков основного металла так же, как и для прямолинейных сечений. Со сменой угла штриховки основного металла (67°) изменяется и расположение штрихуемых верхних (нижних) элементов.

Штриховка элементов наклонных наружных поверхностей предназначена для сглаживания окончаний массивных треков основного металла в

перпендикулярном направлении и закрыть бреши (неполный трек, значительные пробелы при касательном расположении трека к контуру 3D-модели) за счет меньших габаритов ванны расплава [276].

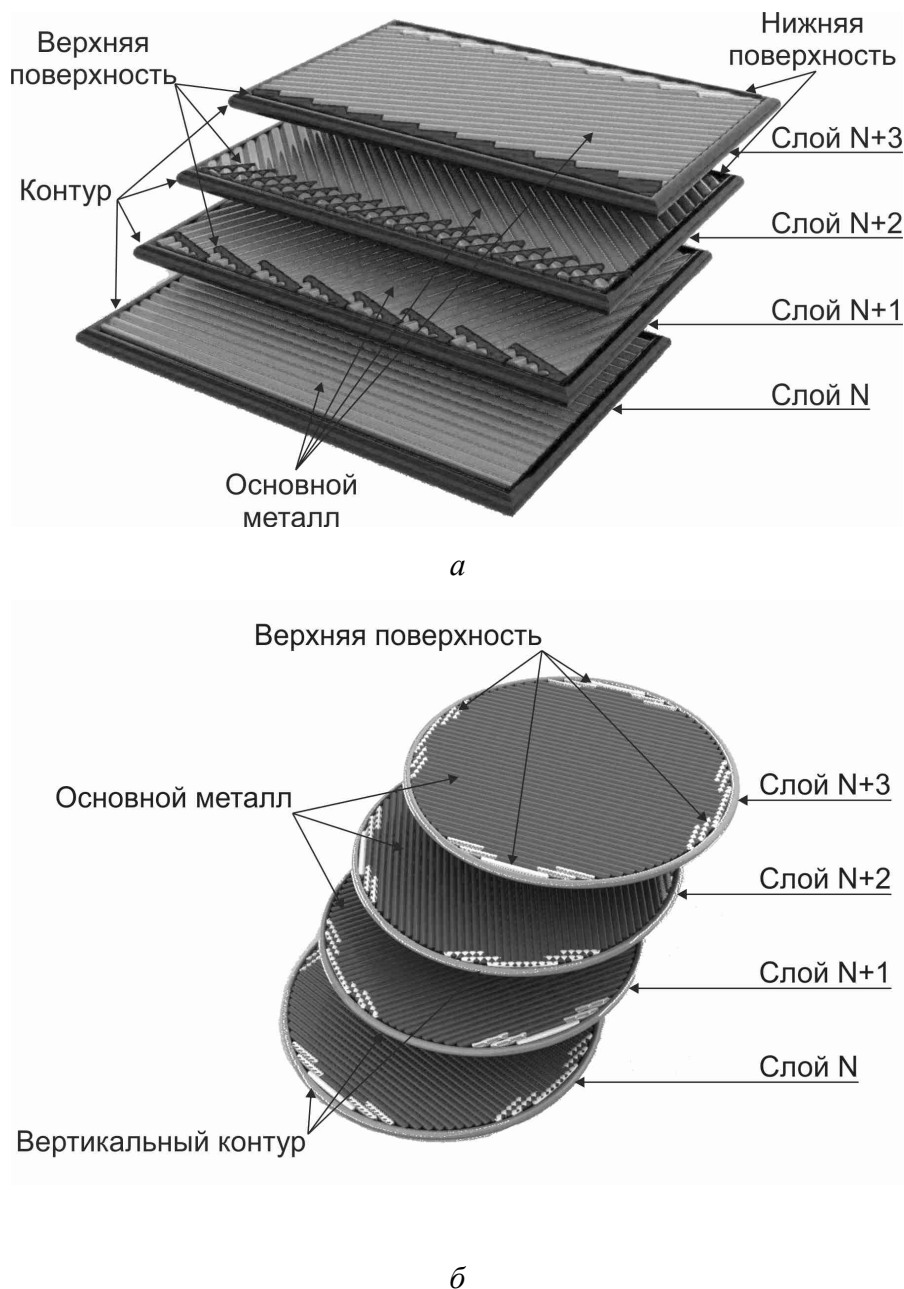


Рисунок 4.9 – Алгоритм сканирования поверхностных элементов плоских сечений (а) и тел вращения (б); слои условно смещены относительно оси образца

Для наклонных поверхностей поворот угла штриховки обеспечивает и поворот по кругу элементов верхней (нижней) поверхностей, замыкая окружность каждый третий или четвертый слой (в зависимости от диаметра окружности).

Соответственно, для более корректного соотнесения интенсивности формирования выбросов и их дисперсности с плотностью энергии экспонирования элементов сечения необходим более точный эксперимент, в результате которого можно было бы прямо или косвенно вычислить коэффициенты загрязнения для каждого из элементов (подрежимов) экспонирования.

Анализ составляющих комплексного режима СЛС позволяет предложить следующую методику определения коэффициентов загрязнения. В методе СЛС каждая деталь формируется путем комбинации различных режимов сплавления, включая режимы поддерживающих структур, основного металла и поверхностных элементов. Последние, в свою очередь, включают верхнюю и нижнюю поверхности, контур вертикальной поверхности, а также контур верхней поверхности и контур нижней поверхности. Разложив комплексный алгоритм экспонирования на простые составляющие, можно проанализировать их вклад в загрязнение оборотных порошков и зоны построения на каждом сечении. На примере режима фирмы EOS в таблице 4.1 показаны составляющие режима экспонирования, отличающиеся по эквивалентной плотности подводимой энергии.

Зная эквивалентные плотности энергии экспонирования для каждой из составляющих режимов экспонирования, а также различия их воздействия на оборотный порошок и сплавленный материал, можно определить абсолютные значения коэффициентов загрязнения для каждого из простых составляющих комплексного режима (подрежимов). Для этого необходимо провести серию процессов синтеза идентичных по геометрии сложнопрофильных образцов по указанным составляющим режима экспонирования, а именно:

- 1) По режиму основного металла (ОМ), контуры и поверхности отключены;
- 2) По режиму верхняя поверхность (ВП), режим основного металла, контуры и нижняя поверхность отключены;
- 3) По режиму нижняя поверхность (НП), режим основного металла, контуры и верхняя поверхность отключены;
- 4) Синтез эквивалентного образца по режиму поддерживающих структур

Таблица 4.1 – Составляющие комплексного режима сплавления на примере оборудования фирмы EOS

№ п/п	Наименование подрежима на русском языке	Относительная плотность энергии подрежима, %
1	основной металл детали (ОМ)	100
2	верхняя поверхность (ВП)	123
3	нижняя поверхность (НП)	18
4	контур стандарт (КС, только для вертикальной поверхности)	770*
5	контур верхней поверхности (КВП)	770*
6	контур нижней поверхности (КНП)	125
7	поддерживающие структуры (ПС, векторные)	критерий не применим
* - рассчитано с учетом значения отступа относительно основного металла		

Для экспонирования поверхностей непосредственно оценить вклад каждого конкретного подрежима экспонирования в загрязнение сложно из-за их совместного применения в зависимости от угла наклона поверхности изделия относительно платформы построения. Иначе говоря, непосредственно провести процесс синтеза на конкретном отдельном подрежиме не всегда возможно. Решением этой проблемы является косвенная, обратная, оценка при последовательном отключении одного из элементов экспонирования. Для ее реализации необходим синтез таких же образцов по режимам:

- 5) Комплексный режим (КР).
- 6) Комплексный режим с отключенным контуром верхней поверхности (откл. КВП).
- 7) Комплексный режим с отключенным контуром вертикальной поверхности (откл. КСТ).
- 8) Комплексный режим с отключенным контуром нижней поверхности (откл. КНП)

Для сплава ВЖ159 контуры верхней и вертикальной поверхности имеют одинаковую плотность энергии, что позволяет объединить оба процесса (№№ 6 и 7).

Вклад плотности энергии экспонирования контуров в загрязнение можно оценить, как:

$$\Delta C_{\text{КСТ+КВП}} = \Delta C_{\text{КР}} - \Delta C_{\text{откл. КНП}} \quad (4.1)$$

Определение коэффициентов загрязнения в зависимости от плотности энергии отдельных составляющих комплексного режима экспонирования выполнено на специальных сложнопрофильных образцах. Геометрия образцов обеспечивает идентичные условия сплавления для каждого последующего слоя на всей высоте за счет постоянной площади и геометрии сплавляемого сечения (рис. 4.10а). Для корректности эксперимента высота образцов для всех составляющих режима экспонирования ограничена 5 мм. Для всех подрежимов принята одинаковая схема расстановки образцов на плите построения (рис. 4.10б). Для режима поддерживающих структур в том же профиле и на ту же высоту сгенерированы блочные поддержки с шагом штриховки 0,5 мм.

Для проведения эксперимента принята следующая методика. По окончании каждого процесса синтеза для исследования используется весь задействованный в процессе порошок из зоны построения и коллектора. Далее после усреднения рассев собранного порошка проводится в соответствии со стандартной процедурой и на стандартном оборудовании для выделения целевой (оборотной) фракции 10-63 мкм. Газовый анализ проводится на целевой фракции и отсевах на представительной пробе после усреднения. Газовый анализ синтезированного материала проводится для всех подрежимов, за исключением режима поддержек (поскольку монолитного материала для данного режима как такового нет). Образцы для газового анализа синтезированного металла изготавливаются из одного и того же синтезированного образца, находящегося в наиболее загрязняемой зоне платформы построения (дальний от обдува и последний по ходу рекоатера).

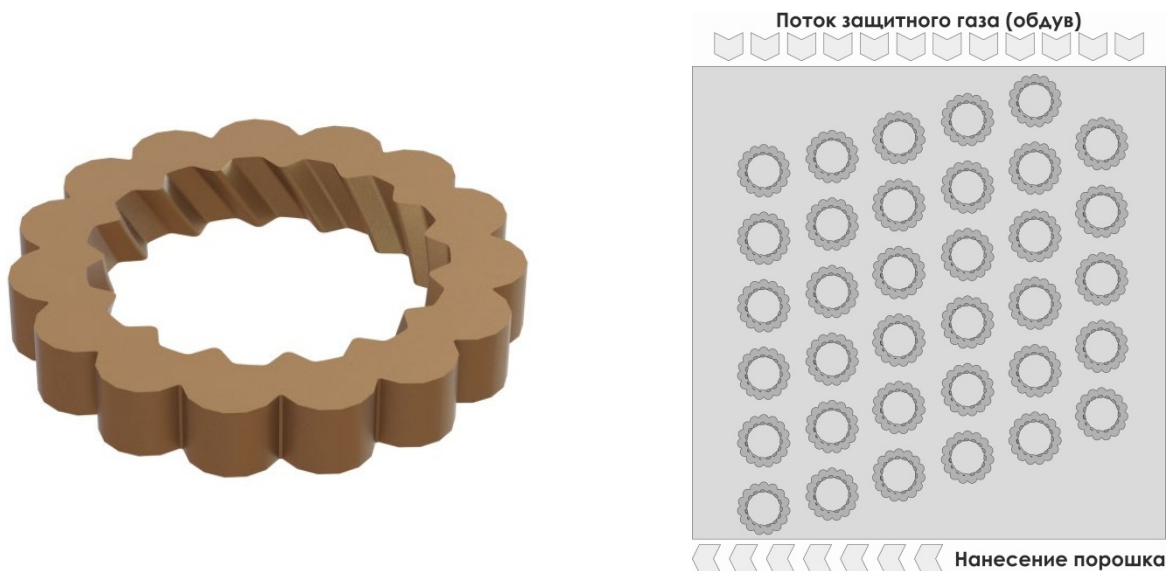


Рисунок 4.10 – Изображение 3D-модели образца (а) и схема размещения образцов на плите построения (б) для определения коэффициентов загрязнения оборотной МПК

По итогам газового анализа отсегов установлено, что для сплава ВЖ159 наблюдается рост содержания примесей кислорода и азота по сравнению с исходным порошком (из диспенсера) для всех составляющих комплексного режима синтеза (рис. 4.11а). Минимальный уровень загрязнения соответствует режиму нижней поверхности (НП). Для целевой фракции (менее 63 мкм, рис. 4.11б) максимальное содержание кислорода соответствует режимам верхней поверхности (ВП), комплексному режиму, режиму поддерживающих структур и комплексному режиму с отключенным контуром верхней поверхности (откл. КВП).

Газовый анализ монолитного синтезированного металла показывает (рис. 4.11в), значительно более высокое содержания кислорода по сравнению с обратными порошками целевой фракции соответствующих стартов. Это говорит о попадании вторичных окисленных гранул в экспонируемое сечение и их переплаве.

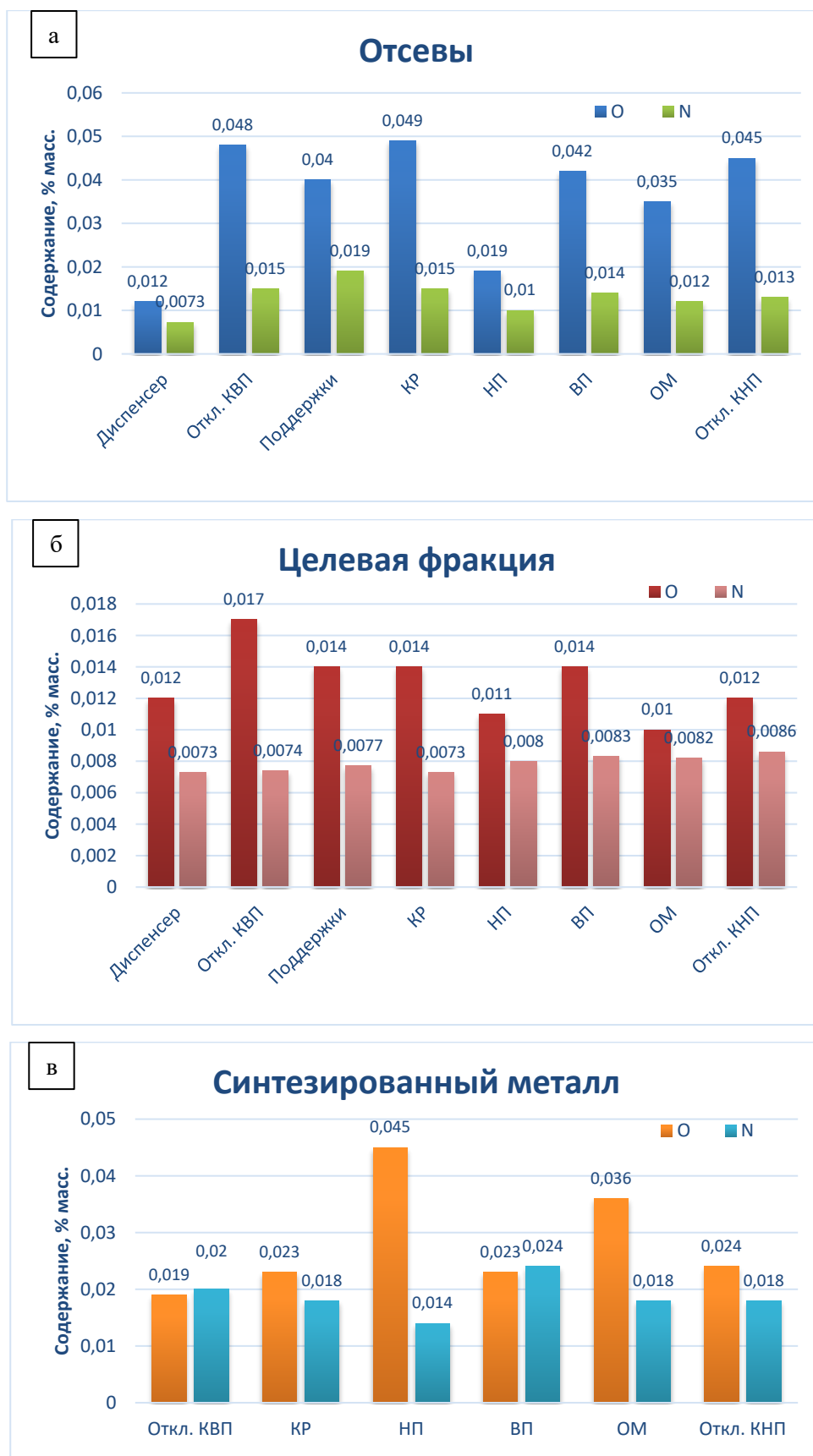


Рисунок 4.11 – Содержание газовых примесей в оборотных порошках (а, б) и синтезированном металле (в) после синтеза по отдельным элементам режима экспонирования

В несплавленном (оборотном) порошке вторичные окисленные частицы удаляются при рассеиве. Т.е. проведенный эксперимент однозначно подтверждает значимое воздействие перекрестного загрязнения. Отдельно нужно отметить повышенное содержание кислорода для режимов экспонирования нижней поверхности (НП) и основного металла (ОМ), для которых влияние перекрестного загрязнения максимально.

Повышение содержания азота, помимо вовлечения его в экспонируемое сечение вместе с вторичными гранулами, обусловлено частичным объемным азотированием при синтезе в защитной среде азота. При этом более высокие содержания азота соответствуют подрежимам с более высокой плотностью энергии (контурам и верхней поверхности, см. табл. 4.1), что можно связать с увеличением степени перегрева и времени охлаждения ванны расплава.

Газовый анализ показательной пробы целевой фракции после отсева соответствует значению содержания кислорода в пробе C_i , %, где i -это составляющие комплексного режима согласно таблице 4.1 (Основной металл, верхняя поверхность, нижняя поверхность и т.п.).

Далее изменение абсолютного содержания кислорода в оборотной целевой фракции в сравнении с исходной МПК $C_{исх.}$, % рассчитываем, как:

$$\Delta m = C_i \cdot m_{ип} - C_{исх.} \cdot m_{исх.} [\%], \quad (4.2)$$

где Δm – абсолютное изменение содержания кислорода; $m_{ип}$ – масса использованного просеянного порошка; $m_{исх.}$ – масса исходного порошка; C_i – значение содержания кислорода в пробе после проведения процесса по i -му подрежиму; $C_{исх.}$ – значение содержания кислорода в пробе исходной МПК.

Ожидается, что это значение положительное (имеется тенденция к увеличению содержания кислорода в порошке от процесса к процессу). Это абсолютное изменение содержания кислорода Δm в оборотном порошке вызвано тепловым воздействием лазера с соответствующей плотностью энергии (по соответствующему подрежиму в течение определенного времени). При этом время

воздействия определяется скоростью экспонирования и площадью (периметром для контуров и векторных элементов) экспонируемого(ых) сечения(ий). Таким образом, эмпирический фактор контаминации, физическим смыслом которого является скорость изменения содержания кислорода, может быть рассчитан по формуле:

$$F_i^c = \frac{\Delta m_i}{\tau_i} \text{ [г/с]} \quad (4.3)$$

где F_i^c – эмпирический фактор контаминации; Δm_i – абсолютное изменение содержания кислорода при экспонировании по i -му подрежиму; τ_i – время экспонирования лазером по i -му подрежиму.

При расчете фактора контаминации F_i^c время τ_i может быть вычислено двумя способами.

Первый способ предполагает использование графической информации. Визуализация траекторий движения пятна лазерного луча (векторы сканирования) в каждом сечении 3D-модели выполняется в программном обеспечении для подготовки проекта работы (рис. 4.12).



Рисунок 4.12 – Визуализация траекторий движения лазера по актуальным составляющим комплексного режима на примере сечения сложнопрофильной детали

Обработка графических данных возможна в полуавтоматическом режиме [9]. Для реальной детали с помощью программы, выполняющей действия по переключению слоя вперед и сохранению снимка экрана на каждом слое, создается массив графических данных (снимки всех сечений с траекториями векторов лазера). Далее анализ изображений выполняется с помощью специализированного программного обеспечения (например, ImageJ, Siams 800, ImageExpert Pro3 и др.) и заключается в подсчете суммарной длины векторов сканирования. Известная скорость сканирования для каждой составляющей режима позволяет рассчитать соответствующее суммарное время экспонирования (работы лазера):

$$\tau_i = \frac{L_i}{V_i} \quad (4.4)$$

где L_i – суммарная протяженность векторов сканирования; V_i – скорость сканирования

Далее необходимо рассчитать общее машинное время для каждой из составляющих (нижней поверхности, верхней поверхности, основной металл, поддержки) режима и время нанесения порошка. Их разность будет составлять τ_i . Только часть подрежимов экспонирования (основной металл (ОМ), нижняя поверхность (НП), верхняя поверхность (ВП) и поддерживающие структуры (ПС)) могут непосредственно применяться для синтеза образцов. Остальные подрежимы (контуры верхней (КВП) и нижней (КНП) поверхностей, контур стандартный (КС)), не имеющие параметра межтрекового расстояния, применяются только в комплексе – например, с подрежимом основного металла (ОМ). Поэтому для них при расчете коэффициентов загрязнения можно применить метод сравнения абсолютного изменения кислорода Δm для двух режимов: комплексного режима (КР) экспонирования и комплексного режима с отключенным искомым контуром.

Например, вклад контура нижней поверхности будет оценен так:

$$F_{\text{КВП}}^c = \frac{\Delta m_{\text{КР}} - (\Delta m_{\text{КС}} + \Delta m_{\text{КВП}})}{\tau_{\text{КВП}}}, [\%/c] \quad (4.5)$$

Объединив выражения 4.2 и 4.5, получим универсальную формулу для оценки абсолютного привеса кислорода в отработанном просеянном порошке:

$$\Delta m_{\text{процесса}}^{[O]} = F_{\text{ОМ}}^c \cdot \tau_{\text{ОМ}} + F_{\text{ВП}}^c \cdot \tau_{\text{ВП}} + F_{\text{НП}}^c \cdot \tau_{\text{НП}} + F_{\text{КВП}}^c \cdot \tau_{\text{КВП}} + F_{\text{КНП}}^c \cdot \tau_{\text{КНП}} + F_{\text{КС}}^c \cdot \tau_{\text{КС}} + F_{\text{ПС}}^c \cdot \tau_{\text{ПС}} \quad (4.6)$$

где $\Delta m_{\text{процесса}}^{[O]}$ - абсолютное изменение содержания кислорода после завершения процесса;
 F_i^c [г/с] - фактор контаминации (коэффициент загрязнения), привес кислорода при экспонировании лазером порошкового слоя по i -му подрежиму за единицу времени;
 τ_i [с] - время экспонирования одной детали по i -му подрежиму;

Для реальной детали значения $\tau_{\text{кр}}$, $\tau_{\text{ВП}}$, $\tau_{\text{НП}}$, $\tau_{\text{КВП}}$, $\tau_{\text{КНП}}$, $\tau_{\text{КС}}$, $\tau_{\text{ПС}}$ находим по одному из описанных выше методов.

Расчет выполняется независимо от количества изделий на платформе построения и их геометрии, поскольку одна деталь, как и несколько деталей могут быть представлены суммой продолжительностей всех составляющих режимов экспонирования на всех слоях их 3D-моделей. Таким образом, прогнозное содержание кислорода в оборотном порошке после синтеза выбранного количества деталей может быть рассчитано по формуле:

$$C_{\text{прогноз}}^{[O]} = \frac{\Delta m_{\text{процесса}}^{[O]}}{m_{\text{ИП процесса}}^{-63}} + C_{\text{исх.}}^{[O]} [\%] \quad (4.7)$$

где:

$C_{\text{прогноз}}^{[O]}$ – расчетное содержание кислорода в оборотном просеянном порошке после процесса синтеза; $C_{\text{исх.}}$ - концентрация кислорода в исходном порошке; $m_{\text{ИП процесса}}^{-63}$ – масса просеянного через сито 63 мкм (-63) оборотного порошка (использованного, просеянного) рабочей фракции;

Предложенная методика [277] позволяет спрогнозировать увеличение содержания газовых примесей в оборотном порошке в зависимости от сложности геометрии изделий и их количества на платформе построения. Однако, влияние последующего применения такого (оборотного) порошка на механические свойства и структуру получаемых из него изделий не может быть спрогнозировано

без проведения специального комплекса исследований. Такие исследования требуют разработки специальных методик оценки воздействия перекрестного загрязнения, накопительного эффекта при циклическом использовании оборотных порошков. А главное, понимания самого механизма деградации свойств и структуры синтезированного металла при перекрестном и накопительном загрязнении.

4.3 Механизм деградации синтезированного материала при перекрестном загрязнении и выбор критерия его оценки

Одним из главных факторов, определяющим интенсивность перекрестного загрязнения применительно к синтезированному металлу представляется плотность заполнения платформы построения. При этом, очевидно, что простое соотношение площадей сплавляемых сечений и платформы построения не является однозначным фактором загрязнения. Именно исследование влияния взаимного расположения сплавляемых сечений на плите построения на условия загрязнения представляется наиболее информативным для понимания механизмов деградации синтезированного материала. На данной стадии получение таких данных невозможно без проведения экспериментов. Для понимания механизма деградации синтезированного материала при перекрестном загрязнении проведен последовательный синтез набора образцов с различной расстановкой на плите построения и изменением общей площади сплавляемых сечений. Целью данной стадии исследования было выявление общих тенденций перекрестного загрязнения, а именно влияния плотности заполнения платформы построения и самой расстановки образцов на механические характеристики и структуру синтезированного металла. Для исключения влияния геометрического фактора и

обеспечения постоянства соотношений площадей сплавляемых сечений и платформы построения выращивали образцы в виде цилиндров $\varnothing 16$ мм перпендикулярно платформе построения (Z). Всего проведено три процесса синтеза при одновременном изготовлении 12, 24 и 100 единиц [278]. В первых двух случаях применяли разреженную схему расстановки образцов, в последнем – расстановку встык (см. рис. 4.13). Цилиндры размещали на платформе построения без поддерживающих структур. Для всех трех стартов применяли свежий порошок сплава ВЖ159 одной партии. Суммарная площадь одновременно сплавляемых сечений составила соответственно: 2411, 4823 и 20096 мм² при площади платформы построения 62500 мм².

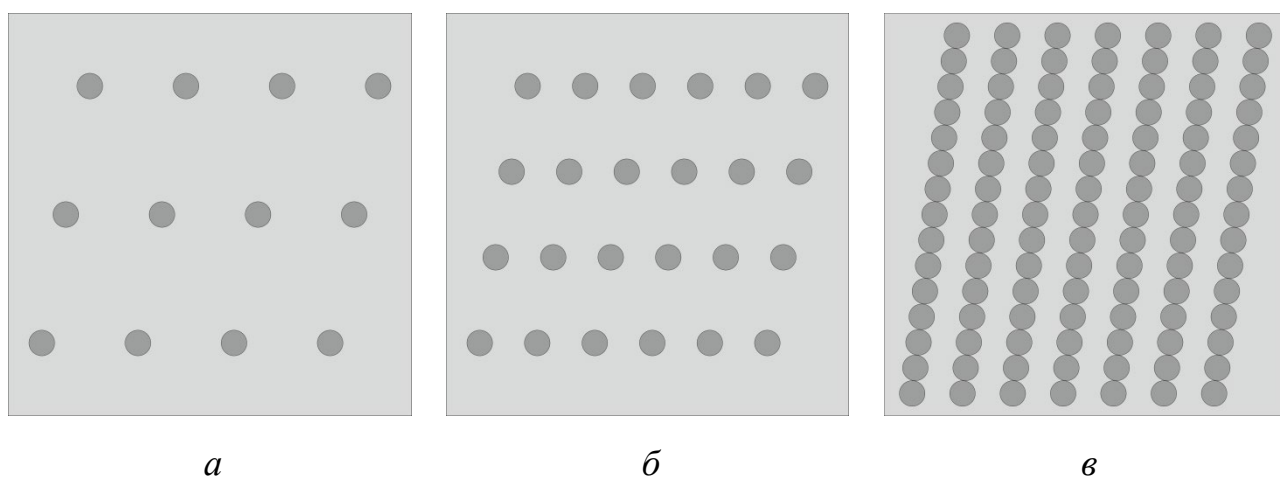
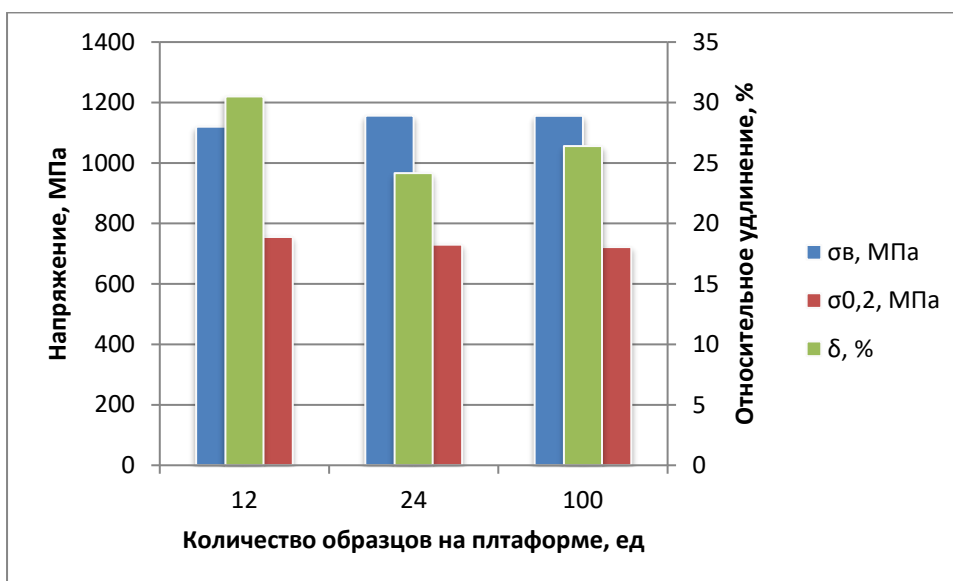


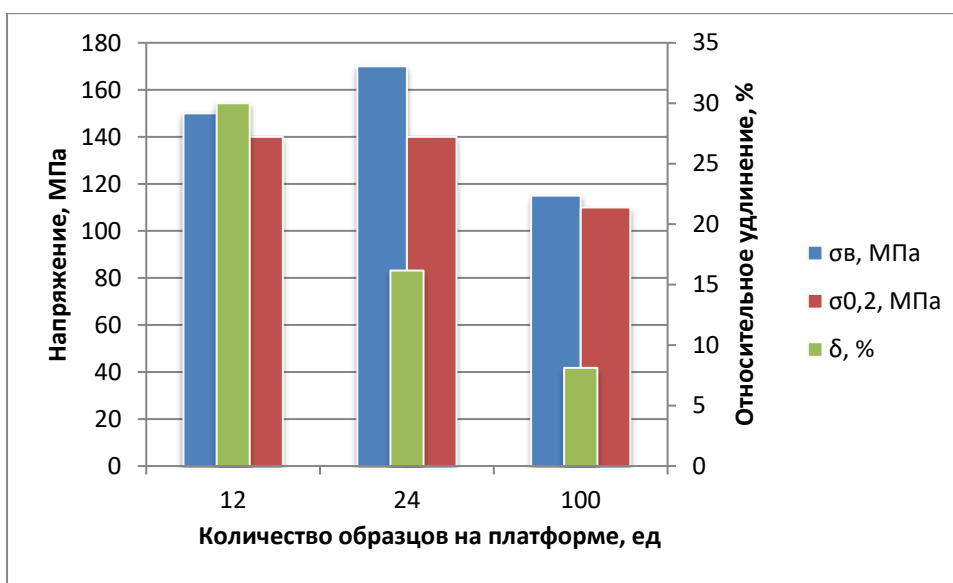
Рисунок 4.13 – Схемы расположения образцов на платформе построения при одновременном синтезе 12 (а), 24 (б) и 100 (в) единиц

Результаты определения кратковременной прочности при растяжении при температурах 20 и 1000°C для примененных схем расстановки показаны на рис. 4.14. Как видно из рис. 4.14, при комнатной температуре плотность заполнения платформы не оказывает заметного влияния на прочностные и пластические характеристики синтезированного материала. При максимальной рабочей температуре сплава (1000 °C), напротив, влияние плотности заполнения платформы весьма выражено. При малом количестве образцов (12 шт.) на платформе относительное удлинение синтезированного материала (30%)

сопоставимо с деформированным аналогом (48%). При одновременном синтезе 24 и 100 образцов пластичность синтезированного материала снижается до 17 и 8% соответственно.



а



б

Рисунок 4.14 – Средние значения кратковременной прочности сплава ВЖ159-ПС при температурах 20 (а), и 1000°C (б) при плотности загрузки платформы построения 12, 24 и 100 образцов

При синтезе 100 образцов на платформе предел текучести снижается более чем на 20% по сравнению с менее плотной расстановкой образцов. При этом, снижение прочностных характеристик в последнем случае может быть связано не

только простым увеличением суммы площадей экспонируемых сечений, но применением плотной схемы расстановки. Можно предполагать, что снижение механических характеристик вызвано деградацией границ зерен синтезированного материала, связанной с интенсификацией перекрестного загрязнения в процессе печати. Подтверждением тому являются результаты определения длительной прочности при температуре 1000°С для тех же вариантов расстановки образцов (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – Длительная прочность образцов сплава ВЖ159 при температуре 1000 °С, изготовленных при плотности заполнения платформы построения 24 и 100 образцов на платформу

Материал	Плотность заполнения платформы, ед	Напряжение, МПа	τ , ч	δ , %
Синтезированный	24	24,5	179	18,66
	100	20	48,25	2,12
Деформированный аналог	- (лист)	20-25	100	-

Как видно из таблицы 4.2, при плотности загрузки платформы построения 24 образца на платформу длительная прочность материала ВЖ159-ПС при температуре 1000°С и напряжении 24,5 МПа полностью соответствует паспортным значениям деформированного сплава ВЖ159. При одновременном синтезе 100 образцов полученный материал даже при сниженном до 20 МПа напряжении не выходит на 100-часовую базу. Также отмечается более высокая чувствительность такого материала к нагружению. Деградацию границ зерен подтверждает и резкое, почти в десять раз, снижение пластичности материала, синтезированного при высокой плотности загрузки платформы построения.

Для оценки циклической прочности при плотности загрузки платформы построения 100 образцов на платформу для определения предела выносливости на базе $1 \cdot 10^4$ циклов испытано не менее 30 образцов для каждой выборки при

температурах 800, 1000. Для сравнения также испытаны образцы с плотностью загрузки 24 образца на платформе при температуре 800 °С (рис. 4.15).

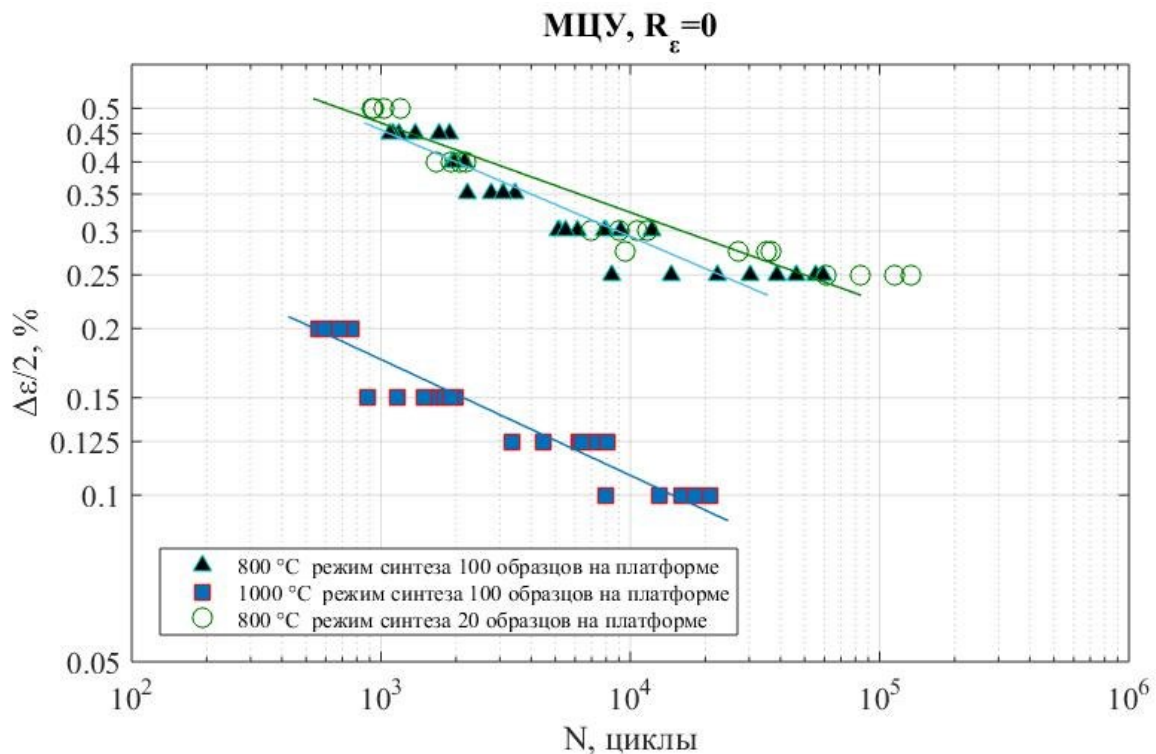


Рисунок 4.15 – Кривая малоциклового усталости никелевого жаропрочного сплава ВЖ159

На рисунке 4.16. представлен характер изменения амплитуды напряжений при температурах 800, 1000 на уровнях общей деформации, соответствующих предельному минимальному значению (1 % вероятности разрушения) на базе 10^4 циклов при двух вариантах синтеза. Материал, синтезированный при одновременном синтезе 100 обр. при температуре испытаний 800 °С по амплитуде напряжений меньше на 50 МПа по отношению к синтезированному материалу с меньшей плотностью заполнения (24 обр.) в условиях базовой долговечности. Также следует отметить, что материал, синтезированный при плотности 100 обр. на плите, характеризуется выраженным циклическим разупрочнением продолжительностью 90-100 % от общего числа циклов до разрушения. В процессе малоциклового нагружения происходит непрерывное изменение сопротивления материалов циклическому деформированию, от степени интенсивности и характера которого зависит скорость достижения предельного состояния и долговечность.

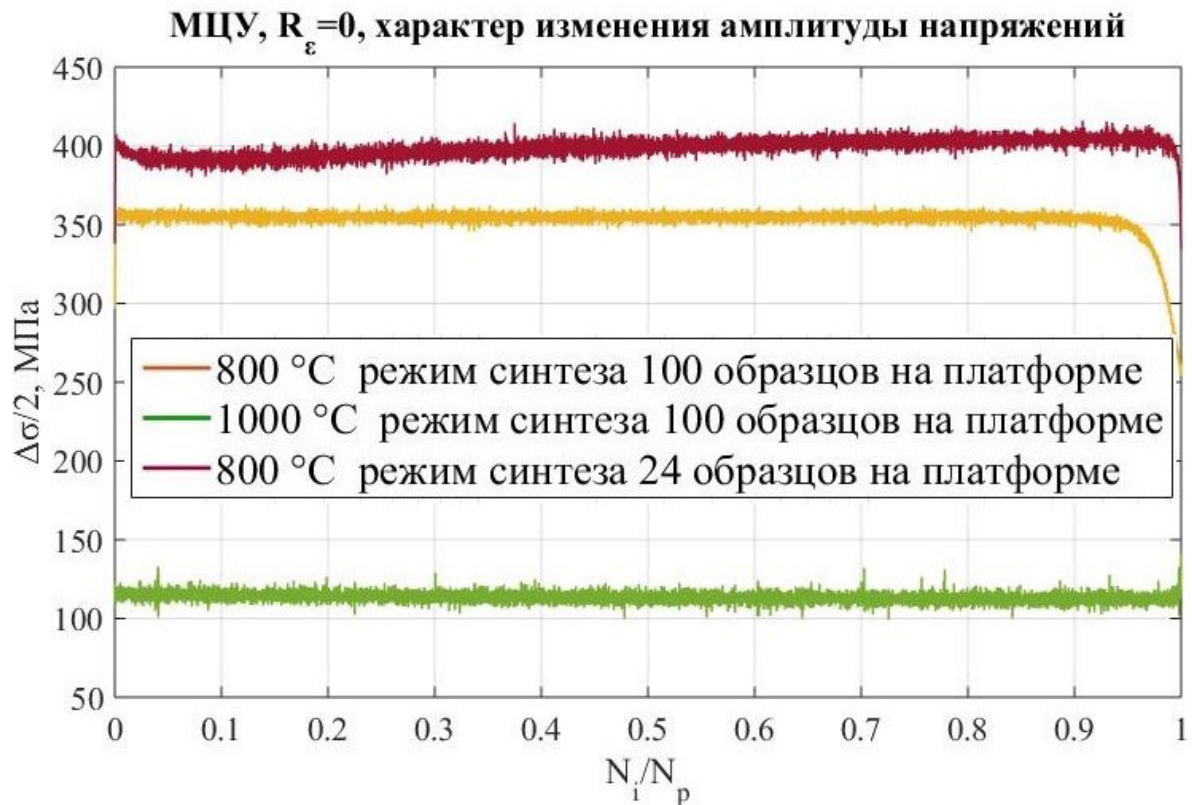


Рисунок 4.16 - Характер изменения амплитуды напряжений сплава ВЖ159 в ходе испытания при температуре 800, 1000°C

Для рассматриваемых схем расстановки особенности упругопластического деформирования исследованы с помощью диаграмм циклического деформирования, позволяющих использовать характеристики ширины петли гистерезиса, степени упрочнения или разупрочнения материала, а также другие показатели, используемые при оценке напряженно-деформированного состояния в различных моделях материалов. В настоящее время к представлению диаграмм циклического деформирования известно наиболее распространенное функциональное соотношение Рэмберга-Осгуда [279, 278], в котором полная деформация представлена упругой и пластической составляющими:

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{2K'} \right)^{1/n'} \quad (4.8)$$

где $\Delta\varepsilon/2$ - амплитуда полной деформации, $\Delta\sigma/2$ - амплитуда напряжений, E - модуль Юнга, K' - коэффициент циклической прочности, n' - коэффициент циклического упрочнения.

В результате анализа данных упругопластического деформирования двух режимов сплавления определены коэффициент и экспонента циклического упрочнения из соотношения (4.8) при помощи метода «наименьших квадратов» (таблица 4.3). В условиях температуры испытаний 800 °С при схеме 24 обр. на плите наблюдается повышенное упрочнение (K' , n') по отношению к материалу, синтезированному по схеме 100 обр.

Таблица 4.3 – Результаты расчета параметров уравнения Рэмберга-Осгуда

Режим сплавления	Температура	K' , МПа	n'	$R^2(\lg \sigma_a - \lg \varepsilon_{пл})$
100 образцов на платформе	800	639	0,059	0,82
	1000	532	0,154	0,92
24 образца на платформе	800	817	0,078	0,97

При циклическом нагружении (рис. 4.17) для температуры 800 °С в области преимущественно упругой деформации амплитуда напряжений (σ_a) меньше аналогичного силового параметра при однократном нагружении – напряжения (σ). Как видно, разность $\sigma_a - \sigma$ зависит от амплитуды приложенной деформации.

Для варианта 100 обр. при температуре 800 °С с уменьшением приложенной деформации, начиная с 0,05 мм/мм, наблюдается тенденция увеличения разности напряжений при циклическом и монотонном нагружении, что можно связать с деградацией границ зерен. По взаимному расположению кривых циклического и монотонного нагружения при температуре 800 °С сплав ВЖ159 является циклически разупрочняющимся, а при температуре 1000 °С - циклически упрочняющимся.

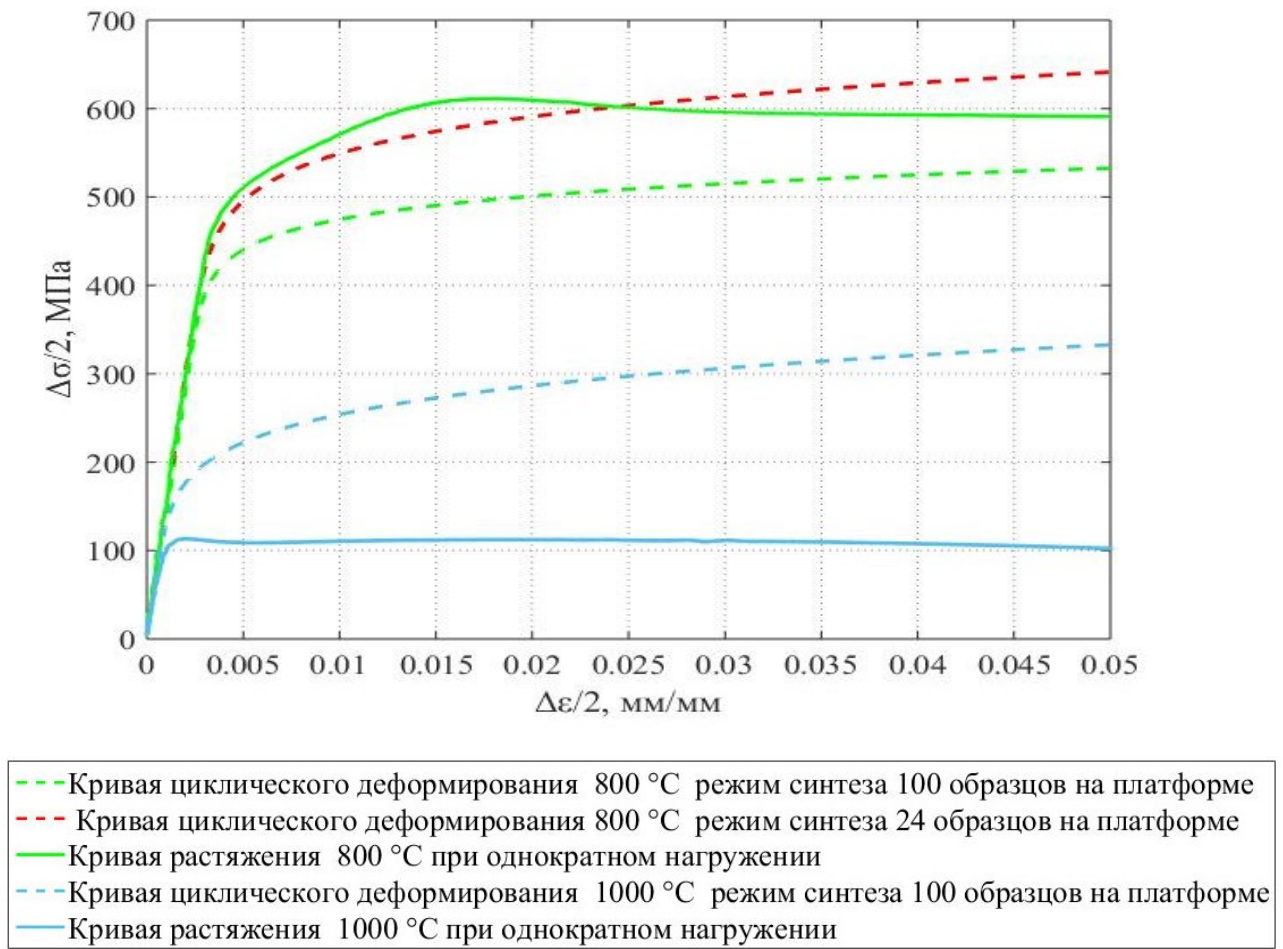


Рисунок 4.17 – Зависимости «напряжение-деформация» для сплава ВЖ159 двух вариантов сплавления при режиме синтеза 100 и 24 образцов на платформе построения при температурах 800 и 1000 °С для циклического деформирования и растяжения с однократным нагружением

При жестком нагружении в связи с особенностями испытаний чаще всего используется деформационный подход, в котором предельное состояние материала может оцениваться амплитудными значениями полной деформации, её упругой и пластической составляющих.

Функциональное соотношение Басквина-Мэнсона-Коффина в двойных логарифмических координатах описывает предельное состояние материала в виде амплитуд упругой и пластической деформации [279, 281]. Аналитическая запись полной деформации представлена следующим выражением:

$$\begin{aligned}
\Delta\sigma / 2 &= \sigma_f' N_f^b; \\
\Delta\varepsilon_p / 2 &= \varepsilon_f' N_f^c; \\
\Delta\varepsilon / 2 &= \frac{\sigma_f'}{E} N_f^b + \varepsilon_f' N_f^c
\end{aligned}
\tag{4.9}$$

где $\Delta\varepsilon/2$ - амплитуда полной деформации, σ_f' - коэффициент усталостной прочности; b - экспонента усталостной прочности; ε_f' - коэффициент усталостной пластичности; c - экспонента усталостной пластичности; N_f - число циклов до разрушения.

Результаты статистической обработки уравнения Басквина-Мэнсона-Коффина приведены в таблице 4.4. В качестве зависимых переменных приняты амплитуда пластической деформации и амплитуда напряжений, а в качестве независимой – количество циклов до разрушения.

Данные по циклической прочности при контроле амплитуды приложенной деформации позволяют оценить несущую способность материала по упругой компоненте и интенсивность процесса пластического течения, состоящего из двух одновременно протекающих процессов. Первый обусловлен зарождением, перемещением и взаимодействием дефектов, что вызывает деформационное упрочнение металла [280]. Второй ведет к разупрочнению металла в результате специфического поведения дислокационной системы.

Таблица 4.4. Результаты расчета параметров уравнения Басквина-Мэнсона-Коффина

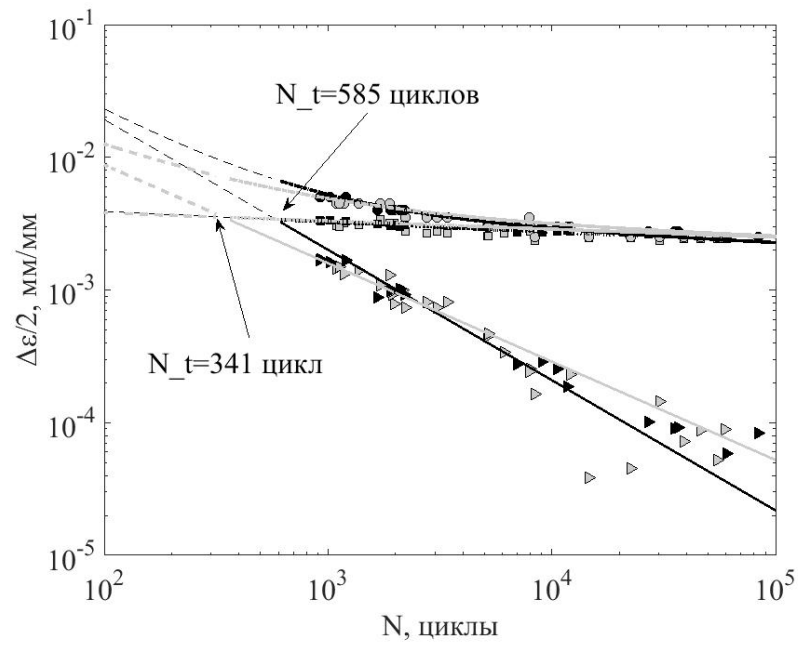
Режим сплавления	Температура, °C	σ_f , МПа	b	$R^2(\sigma_a-N)$	ε_f	c	$R^2(\varepsilon_{a,пл}-N)$
100 образцов на платформе	800	796	-0,079	0,84	1,77	-0,982	0,94
	1000	435	-0,131	0,90	0,11	-0,729	0,97
24 образца на платформе	800	757	-0,061	0,97	0,28	-0,742	0,97

По изображенным деформационным кривым (рис. 4.18) для температуры 800 °C для двух вариантов синтеза наблюдаются схожие значения упругой и

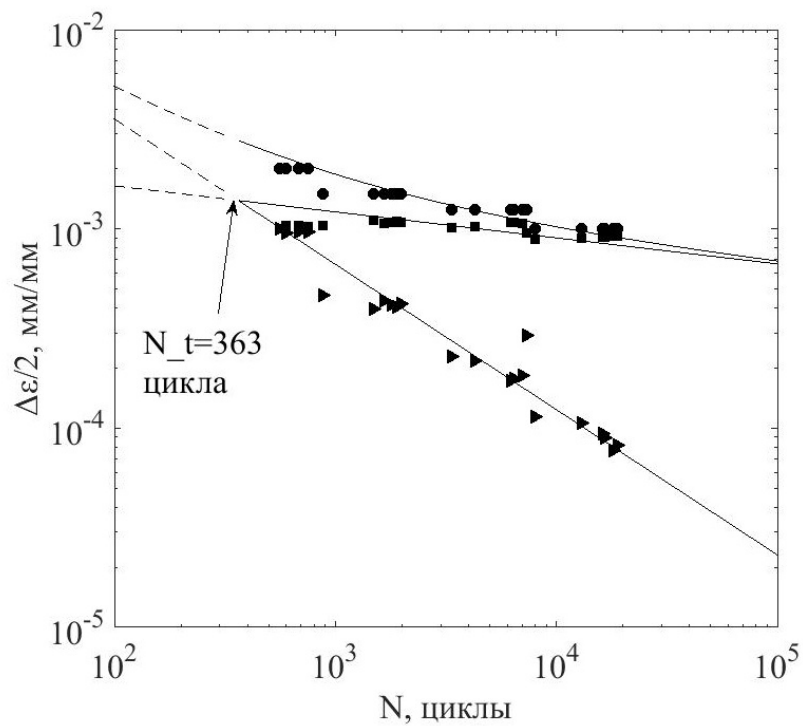
пластической составляющей. Различие состоит в тангенсе угла наклона пластической составляющей (показатель c), характеризующего интенсивность протекания процесса пластического течения. По этой причине для варианта с расстановкой образцов встык значительно увеличивается интенсивность образования дефектов среды (дислокации, фрагментация сплошности отдельных зерен) при неизменной упругой составляющей. Для той же расстановки при температуре 1000 °С интенсивность образования дефектов среды сопоставима с разреженной расстановкой при 800° С при значительном снижении упругой компоненты (коэффициент усталостной прочности - σ'_f), характеризующей несущую способность материала.

Изображенные деформационные кривые образцов при плотности заполнения 24 и 100 образцов на плите (рис. 4.18) имеют точки пересечения для температуры 800°С (N_t) 585 и 341 по оси абсцисс соответственно, которые разделяют характер деформации, влияющую на усталостную долговечность. Точка пересечения деформационных кривых упругой и пластической деформации носит название переходной долговечности. Левее этой точки преобладают пластические деформации, правее – упругие.

По расположению данной точки пересечения на оси долговечности можно оценивать материал по двум неразрывным свойствам – «прочность-пластичность». При стремлении $N_t \rightarrow 1$ материал обладает высокой прочностью, но малой пластичностью, при $N_t \rightarrow \infty$ материал обладает высокой пластичностью, но малой прочностью [278]. Таким образом, взаимное расположение переходной долговечности указывает, что при циклическом нагружении в области МЦУ в варианте синтеза 24 обр. на платформе сплав незначительно более прочен, но менее пластичен по отношению к варианту 100 обр. на платформе.



a



б

Рисунок 4.18 – Деформационные кривые сплава ВЖ159 при двух вариантах селективного лазерного сплавления: $\blacktriangleright$ ($\triangleright$); $\blacksquare$ ($\square$); $\bullet$ ($\circ$) – соответственно амплитуды пластической, упругой и полной деформаций при температуре 800 (а) и 1000 °С (б) для режима синтеза 24 ($\triangleright$, $\square$, $\circ$) и 100 ($\blacktriangleright$; $\blacksquare$; $\bullet$) образцов на платформе построения

Причины снижения механических характеристик объясняют результаты исследования состояния границ зерен и приграничных областей синтезированных

материалов с минимальной и максимальной плотностью заполнения плиты построения методом ПЭМ. При варианте синтеза 24 образца на платформе (рис. 4.19) границы зерен декорированы частицами σ -фазы и карбидов.

В приграничной области наблюдаются дисперсные глобулярные частицы оксидов размером 20-30, реже 100 нм. Методом МРСА установлено, что их химический состав соответствует оксиду алюминия. Количество оксидных частиц пренебрежимо мало. Их количество и глобулярная морфология не способны оказать ощутимого воздействия на механические свойства синтезированного материала.

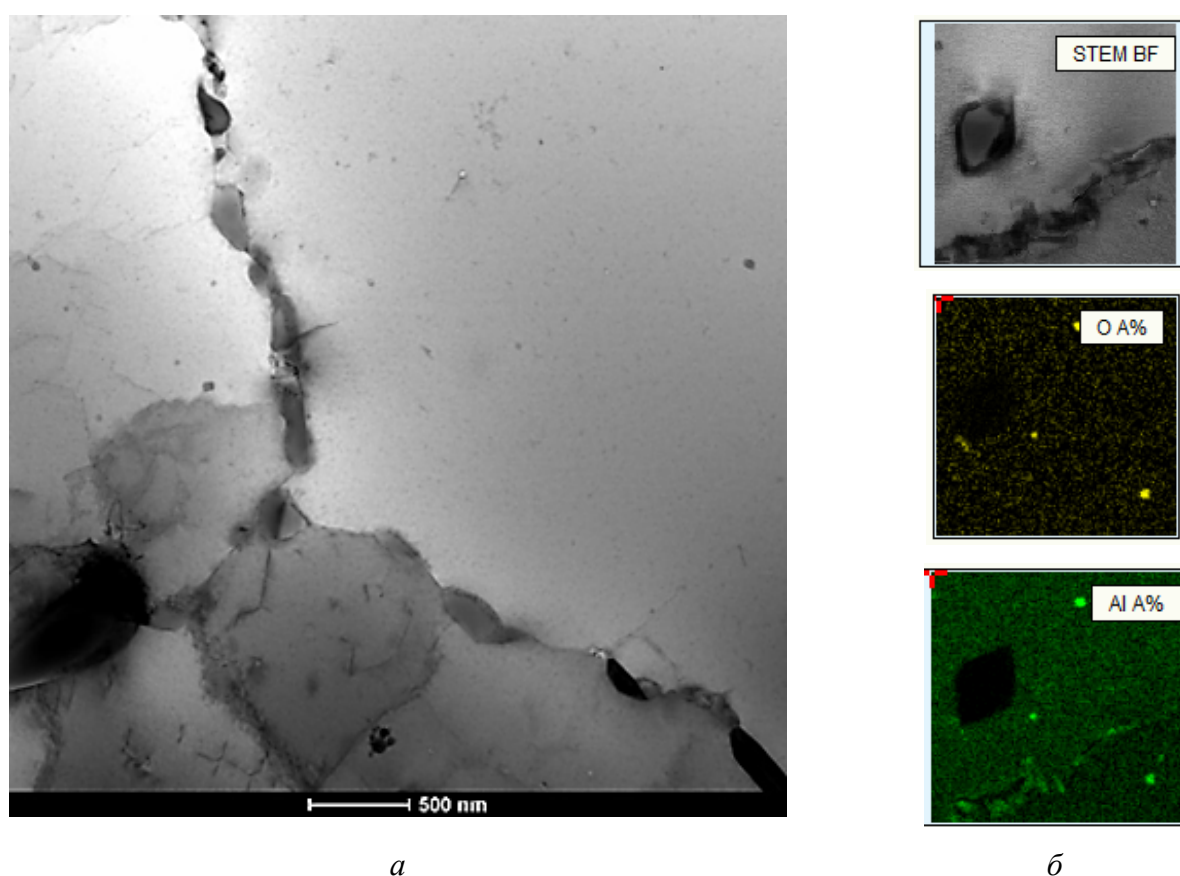


Рисунок 4.19 – Микроструктура (а) и карты распределения элементов (б) образца сплава ВЖ159 при плотности загрузки 12 образцов на платформу

В структуре металла, полученного при варианте синтеза 100 обр. на платформе (рис. 4.20) обнаружено значительное количество наноразмерных оксидов хрома, преимущественно по границам зерен и в периферийной области. Оксиды имеют крайне неблагоприятную пластинчатую форму. Такие частицы

могут быть концентраторами напряжений и источниками зарождения трещин. Отдельные участки границ сильно загрязнены частицами оксидов различной морфологии, в том числе и относительно крупными – размером до 1 мкм.

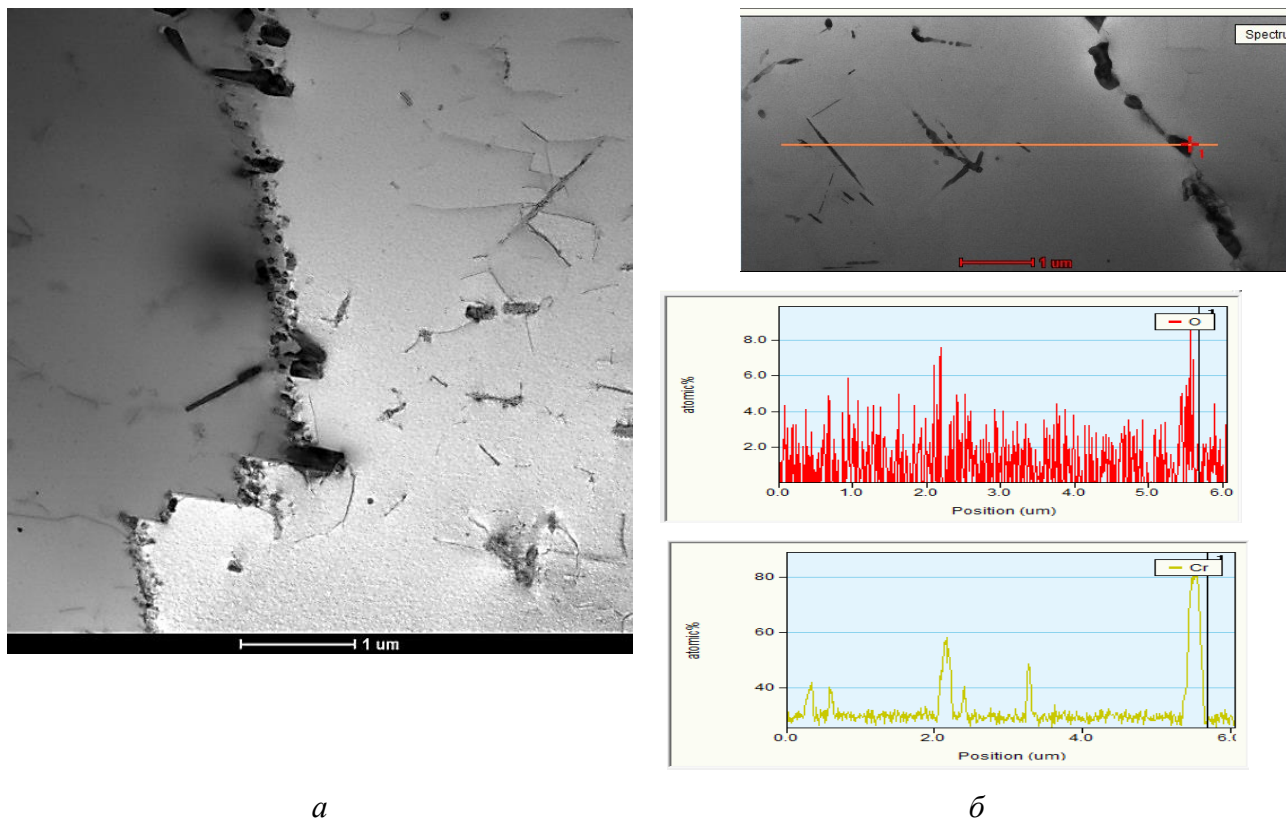


Рисунок 4.20 – Микроструктура (а) и профили распределения элементов по прямой (б) образца сплава ВЖ159 при плотности загрузки 100 образцов на платформу

Различия химического состава оксидов говорят об их разной природе, а, следовательно, и о разных механизмах загрязнения материала. Образование оксидов обоих составов вполне объяснимо. Глобулы оксида алюминия представляют собой первичные оксиды, образующиеся в процессе синтеза при разрушении тончайших пассивирующих плен на поверхности частиц порошка при тепловом воздействии лазера. Появление оксида хрома связано с его высоким содержанием в сплаве (до 27%) и преимущественным испарением при кипении ванны расплава. Образование оксидов хрома связано с попаданием в площадь экспонирования металлического конденсата. Система обдува весьма эффективно удаляет металлический конденсат из зоны построения, что подтверждают

исследования металла, полученного по разреженной схеме расстановки образцов. Оксиды хрома обнаружены только при расположении образцов по схеме встык, причем по ходу потока обдува зоны построения. Соответственно, наиболее вероятной причиной попадания окислов хрома в сечение сплавляемых изделий являются тяжелые агломераты, или хлопья конденсата, осаждающиеся в непосредственной близости от экспонируемого сечения, а также загрязненные конденсатом выбросы. Вероятно, область осаждения конденсата или частиц, им загрязненного, ограничивается зоной в 5-10 мм по направлению газового потока обдува зоны построения. Таким образом, можно выделить два основных вида перекрестного загрязнения, отличающиеся по локализации зон их проявления. Загрязнение дисперсными оксидами алюминия глобулярной морфологии, связанное с разрушением и переплавом оксидных плен первичных и вторичных гранул. Реализация такого механизма возможна для всей площади платформы построения ввиду стохастического характера разлета частиц выбросов в зависимости от смены направления штриховки. Второй механизм – загрязнение агломератами окисленного металлического конденсата, локализация которого ограничена зоной, непосредственно прилегающей к сплавляемому сечению по направлению потока обдува.

Проведенные исследования показывают, что оценка деградации структуры синтезированных жаропрочных сплавов в зависимости от цикличности использования оборотного порошкового материала или от плотности загрузки платформы построения посредством испытаний на кратковременную прочность при нормальных условиях неэффективна. Этот вывод подтверждается и данными зарубежных исследователей [164, 175, 203]. Исследования при циклическом нагружении эффективны при рассмотрении пластической составляющей в уравнении Мэнсона-Коффина, поскольку на упругие свойства, используемые при расчетах конструкционной прочности, указанные варианты сплавления влияния не оказывают. Однако испытания на малоцикловую усталость при использовании деформационного подхода представляют собой весьма трудоемкий процесс, который требует большого количества образцов для полноценной статистической

обработки, специального программного обеспечения, и, главное – специального испытательного оборудования, которое имеется далеко не на всех предприятиях.

Данные по длительной и кратковременной прочности при максимальных рабочих температурах (для сплава ВЖ159 – это 1000°C) наиболее точно позволяют оценить деградацию структуры синтезированного материала в части перекрестного загрязнения и могут рассматриваться в качестве критерия оценки снижения свойств синтезированного материала. При этом, испытания на кратковременную прочность при максимальных рабочих температурах представляются наименее трудо- и ресурсоемкими и могут быть проведены на любом крупном промышленном предприятии.

Приведенные результаты исследований относятся к перекрестному загрязнению материала, синтезированного только по одному режиму – основного металла. Для полноценной методики оценки влияния плотности заполнения плиты построения и зональности распределения продуктов кипения ванны расплава необходима реализация всех основных составляющих режима сплавления, аналогично синтезу реальных изделий в серийном производстве.

4.4 Методика оценки зональности распределения продуктов кипения расплава и деградации структуры и механических свойств синтезированного металла

Противоречивые данные зарубежных исследований в части влияния цикличности использования оборотных порошков на механические характеристики и структуру синтезированного материала говорят о несовершенстве методики исследований. Для большинства работ можно отметить неоптимальный выбор количества, геометрии и расположения образцов на платформе построения. Геометрия выбранных для исследования образцов также оставляет массу вопросов в части репрезентативности всех компонент режима синтеза и учета их влияния на загрязнение оборотных порошков. Для полноценной оценки загрязнения, его зональности в зависимости от расположения объекта на платформе построения недостаточно только выращивания заготовок простой формы. Необходима разработка полноценной методики проведения эксперимента, а также конструкции специального образца, имитирующего загрязнение зоны построения при экспонировании развитых поверхностей, экспонируемых по различным составляющим комплексного режима сплавления.

Требования к подобной методике можно сформулировать следующие:

- высокая точность и локальность отбора порошковых проб из соответствующих зон сплавления (расположения образцов на платформе построения);
- реализация основных элементов (подрежимов) комплексного режима сплавления;
- обеспечение постоянства условий загрязнения оборотного порошка и синтезированного металла за счет постоянного соотношения элементов режима экспонирования, т.е. постоянства площадей и периметров сплавляемых сечений на всей высоте сплавляемых образцов;

- наличие монолитных образцов простой формы в тех же зонах контроля загрязнения порошков для проведения количественного металлографического анализа, газового анализа и механических свойств синтезированного металла;
- обеспечение полного расходования порошкового материала в процессе синтеза без добавления свежего на следующем старте;

Таким образом, суть задачи можно свести к разработке универсальной методики, имитирующей перекрестное и накопительное (циклическое) загрязнение оборотных порошков и синтезированного материала в реальных условиях при плотном заполнении платформы построения, аналогично условиям серийного производства. Конструкция специальных образцов должна обеспечить ускорение процесса загрязнения за счет наличия развитых поверхностей, экспонируемых с относительно малыми энергиями.

Понятно, что проблема оценки степени загрязнения оборотного порошка и ее влияния на микроструктуру и механические свойства синтезированного материала может быть решена применительно к конкретным изделиям простым набором статистики при проведении процессов синтеза. Однако такой путь требует значительных затрат времени, материала, ресурса дорогостоящего оборудования. Получаемые по нему данные не репрезентативны, требуют уточнения при повторном проведении исследований даже при относительно небольших изменениях геометрии детали. Интерес представляет разработка методики, обеспечивающей результаты, которые можно распространить хотя бы на группу или класс материалов, близких по системам легирования.

Для ее реализации разработана конструкция комбинированного образца, включающего цилиндрическую заготовку под образцы для определения механических свойств, оценки пористости и проведения газового анализа и контурного образца специальной формы (рис. 4.21*а,б*). Контурный образец с развитой поверхностью стенок разработан из расчета сохранения постоянной площади и геометрии сечения на всю высоту для обеспечения идентичных условий сплавления каждого последующего слоя. Геометрия образца выбрана следующая. Внешние стенки контурного образца экспонируются только по режиму

вертикального контура. Внутренние наклонные стенки обеспечивают для каждого слоя имитацию экспонирования поверхностных элементов по режимам верхней и нижней поверхности с соответствующими контурами. Постоянный угол наклона элементов сложного профиля внутренней поверхности контурного образца обеспечивает идентичность применяемых алгоритмов экспонирования для каждого последующего слоя, а, следовательно, и уровня загрязнения по всей высоте. Периметр внутренней цилиндрической заготовки экспонируется только по режиму вертикального контура. Высота контурного образца и заготовки под механические испытания изначально выбирается «бесконечной», т.е. заведомо большей максимально возможной высоты работы на расчетной массе исходного порошка. Это гарантирует полное расходование порошка на всех стадиях исследования.

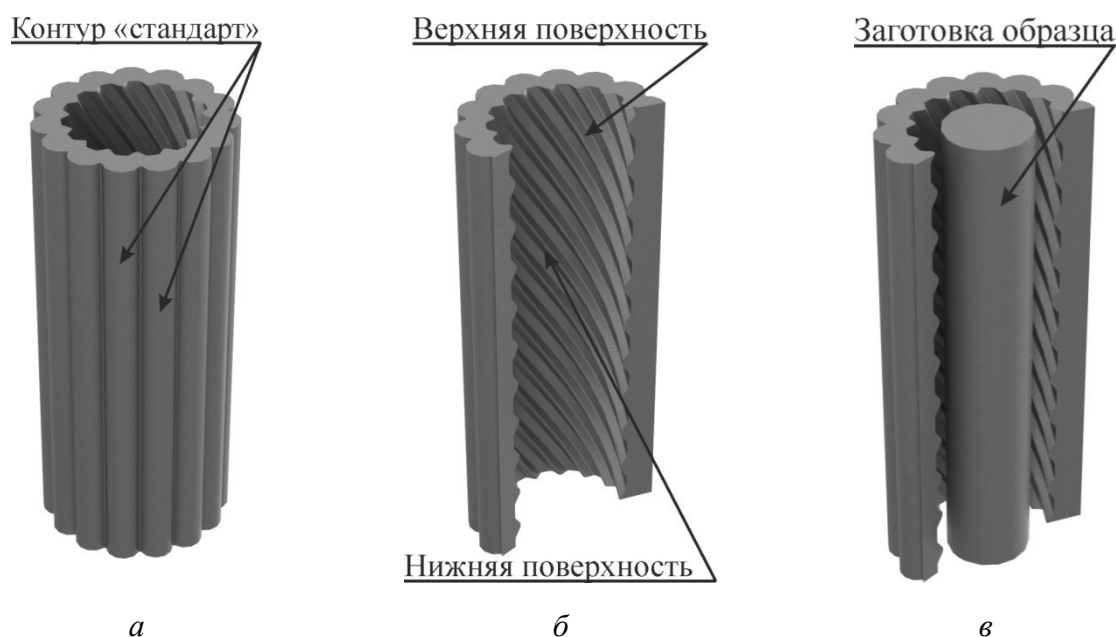


Рисунок 4.21 – Визуализация 3D-модели контурного образца (а, б) и внутренней заготовки для испытания механических свойств (в)

Полый контурный образец представляет собой открытый сверху контейнер, позволяющий отдельно извлекать массу несплавленного в текущей работе порошка из конкретной области плиты построения. Это позволяет с высокой точностью оценить локальность загрязнения оборотного порошка в зависимости от цикличности его использования [282, 283].

Исходный расчет потребной массы порошка производится, исходя из прогноза потерь на отсев в штатной системе рассева на каждом последующем старте, отбор проб для газового анализа из внутренней полости образцов, а также общей массы всех синтезированных образцов. Масса рассчитывается, исходя из необходимости проведения не менее трех последовательных стартов без добавления свежего порошка и при полном расходе исходно загруженного в первом и втором стартах. Масса порошка для третьего старта должна быть достаточной для формирования полноценной заготовки образца для определения механических характеристик, соответствующей требованиям ГОСТ (рис. 4.22а).

Оценка влияния зональности распределения загрязнений достигается расстановкой образцов при разделении платформы построения в виде матрицы, например, 6х6 ячеек. Матрица располагается с небольшим поворотом относительно края платформы в соответствии с действием системы обдува зоны построения и нанесения порошка (сноса выбросов и конденсата по направлению потока обдува).

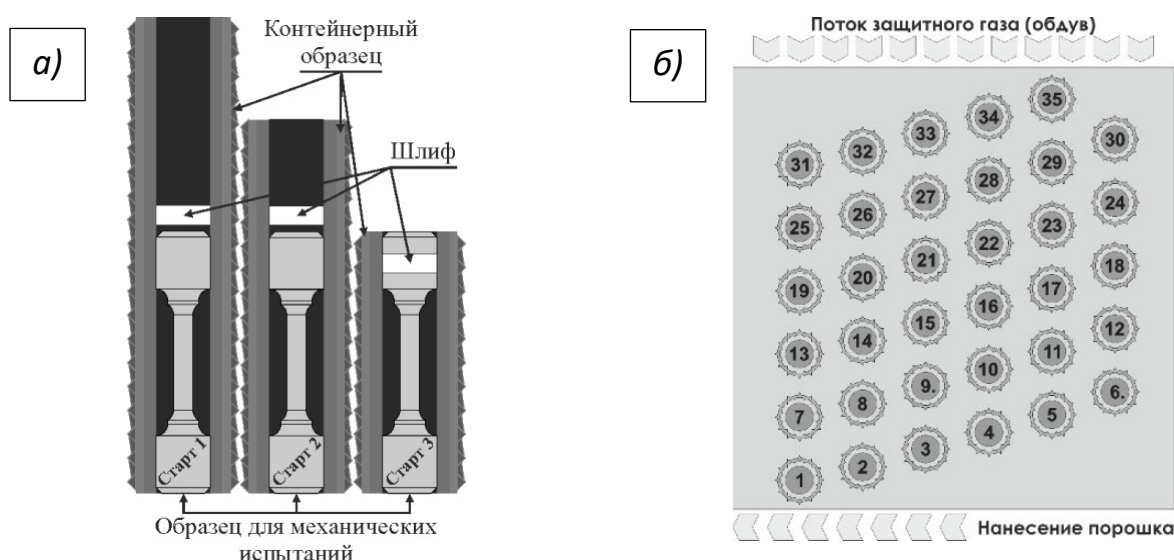


Рисунок 4.22 – Схема вырезки шлифов (а) и схема расстановки образцов на плите построения (б) для трех последовательных стартов

Порядок сплавления образцов устанавливается в соответствии с принятым в серийном производстве и обеспечивающим минимизацию загрязнения сечений (рис. 4.22б).

Реализация предложенной методики и конструктива образцов обеспечивают проведение комплексного исследования процессов перекрестного и накопительного загрязнения синтезированного материала и оборотных порошков. Первый старт, выполняемый по предложенной методике, позволяет оценить влияние именно перекрестного загрязнения. Два последующих – оценить совокупное воздействие накопительного и перекрестного механизмов загрязнения. Такое исследование выполнено на примере высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159 при трех последовательных стартах. Внешний вид камеры построения после завершения старта №3 показан на рис. 4.23.

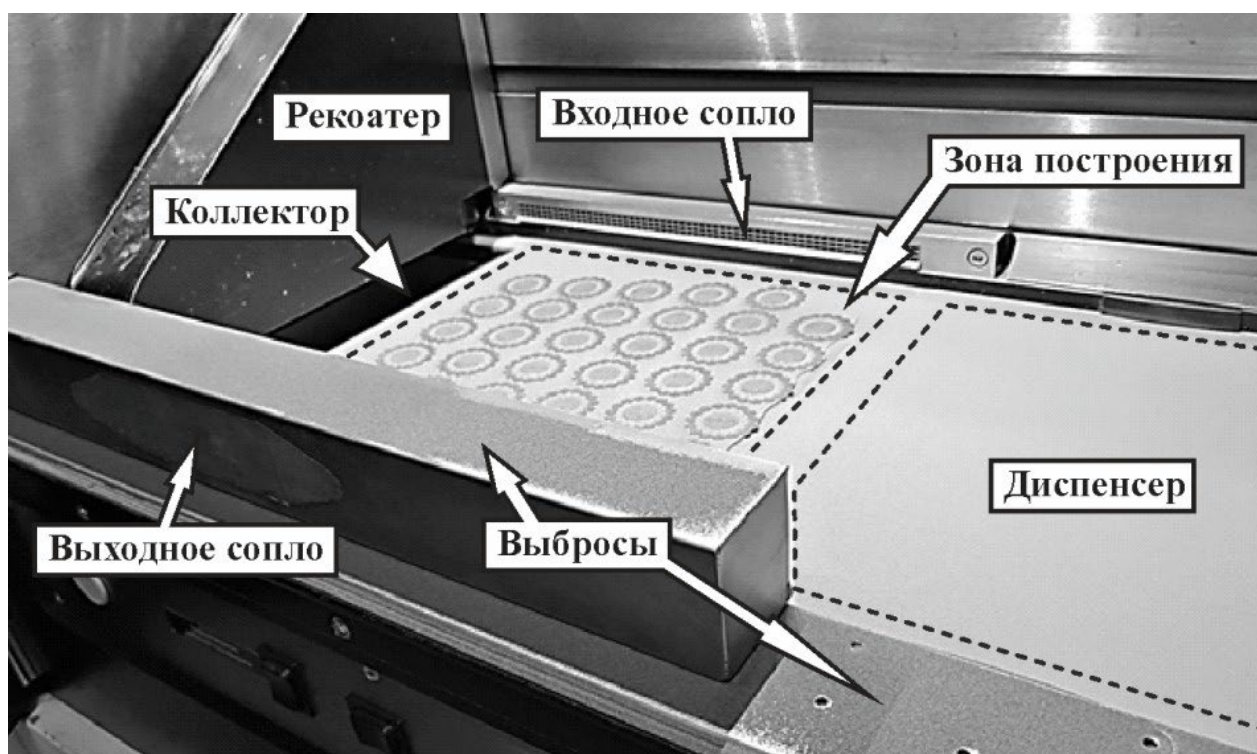


Рисунок 4.23 – Внешний вид камеры построения после завершения третьего последовательного старта на сплаве ВЖ159

Исследование фракционного состава оборотных порошков трех стартов, извлеченных из полости контейнерного образца №7 (рис. 4.24) обнаруживает

слабую тенденцию к укрупнению. количество частиц в диапазоне 10-35 мкм несколько снижается, а количество частиц более 45 мкм пропорционально увеличивается для стартов 2 и 3 по сравнению со стартом 1. Количество частиц более 63 мкм, с учетом предварительного отсева перед каждым стартом, близко и также имеет тенденцию к незначительному увеличению для стартов 2 и 3. Это преимущественно выбросы – вторичные окисленные частицы, образующиеся при кипении ванны расплава. В целом результаты исследования фракционного состава оборотных порошков показывают хорошую воспроизводимость условий синтеза для отдельной области платформы, принятой для анализа. Это подтверждает правильность выбора конструкции образцов для проведения эксперимента, а именно постоянство площади и периметров контуров сечений образцов при наличии сложного профиля.

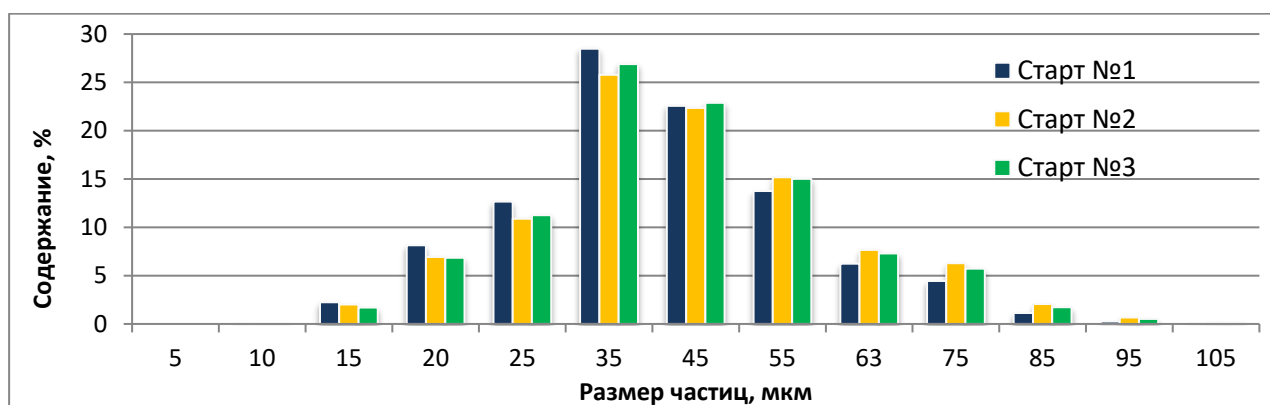


Рисунок 4.24 – Фракционный состав оборотного порошка, отобранного из полости контейнерного образца № 1 для стартов 1, 2, 3

Результаты газового анализа оборотных порошков после трех последовательных стартов приведены на рис. 4.25 в виде процентного прироста. Содержание газов в исходном порошке первого старта указано как 100%. Максимальный прирост по примеси кислорода для первого старта зафиксирован на уровне 80%. Наименьшее изменение содержания кислорода отмечается для правого ряда образцов (6, 12, 18, 24, 30) – зоны начала движения рекоатера при нанесении порошка. Для большинства образцов содержание кислорода увеличивается на 20-30% относительно исходного уровня. Можно выделить

Поток защитного газа (обдув)

Нанесение порошка

а

Поток защитного газа (обдув)

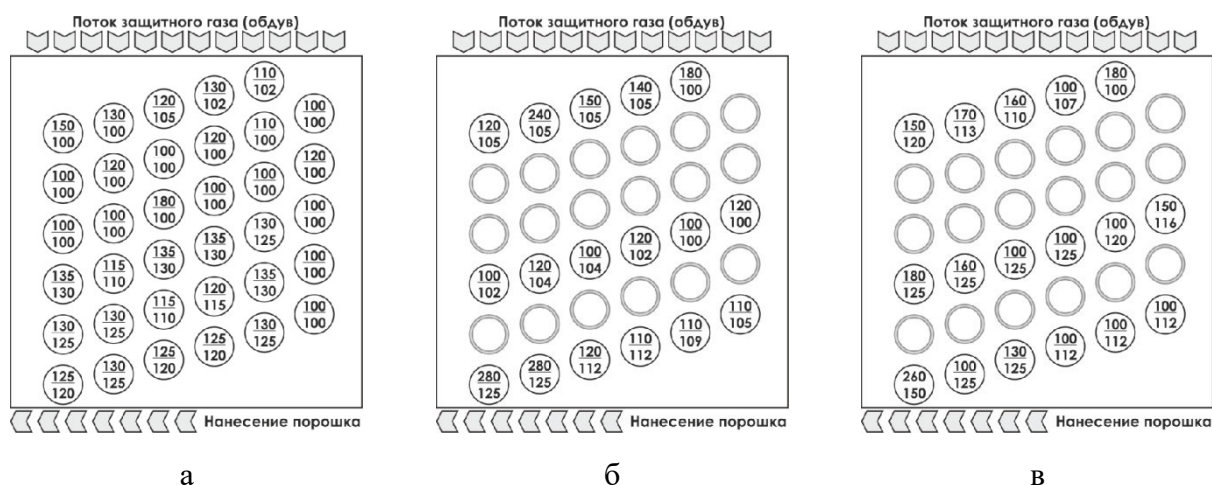
Нанесение порошка

б

Поток защитного газа (обдув)

Нанесение порошка

в



Выборочный газовый анализ для трех рядов второго и третьего стартов (образцы №№ 1–6; 13–18; 30–35, рис. 4.25б,в) показывает почти трехкратное повышение содержания кислорода в отдельных участках. При этом для образцов, расположенных в центральной части плиты, содержание кислорода практически не изменяется.

показывает линейный рост содержания кислорода и азота. Для второго старта содержание кислорода увеличивается на 33%, для третьего – на 66% отн. По азоту отмечается менее значительный, но стабильный рост содержания (на 0,001% масс.) для каждого следующего старта.

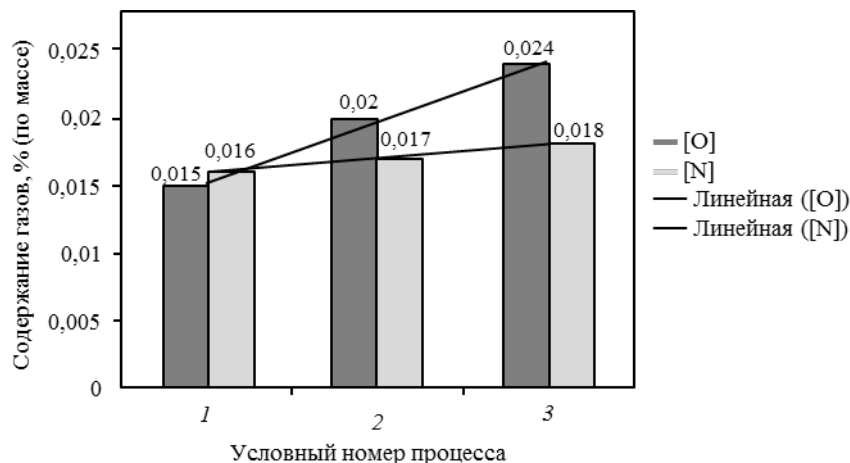


Рисунок 4.26 - Содержание газовых примесей в синтезированном металле образца №1 для стартов 1, 2 и 3

Для первого старта влияние перекрестного загрязнения для сплава ВЖ159 на микропористость пренебрежимо мало. При исследовании всех тридцати пяти образцов объемная доля пор находится в диапазоне 0,020-0,075% (рис. 4.27). Полученные данные подтверждают хорошую воспроизводимость режима синтеза даже в сложных условиях, приближенных к серийному производству, не зависимо от положения на плите построения. Максимальный фактический размер обнаруженных пор ограничивается в основном 70-75 мкм. Только на одном образце (№ 34) выявлены поры до 163 мкм. Каких-либо тенденций, связанных с локализацией образцов с максимальным размером пор не выявлено.

После второго старта пористость образцов резко увеличивается. Для основной массы образцов объемная доля пор увеличивается почти на порядок. Только восемь из тридцати пяти исследованных образцов имеют пористость менее 0,01%. На образцах № 30 и 35 (правый верхний угол платформы) пористость составляет около 1%. Для отдельных образцов отмечается резкое увеличение максимального размера пор: до 130-170 и даже до 307 мкм на образце №19. Вероятно, повышенная пористость образцов в правом верхнем углу – теоретически

самом «чистом» месте на платформе построения – связана с осыпанием вторичных окисленных гранул с поверхности входного сопла при их накоплении. Этот фактор зональности распределения загрязнений обычно не рассматривается как значимый при исследованиях оборотных порошков. Однако он может оказать существенное влияние при высокой плотности заполнения платформы построения и большой высоте получаемых изделий (т.е. времени накопления частиц выбросов на горизонтальных поверхностях).

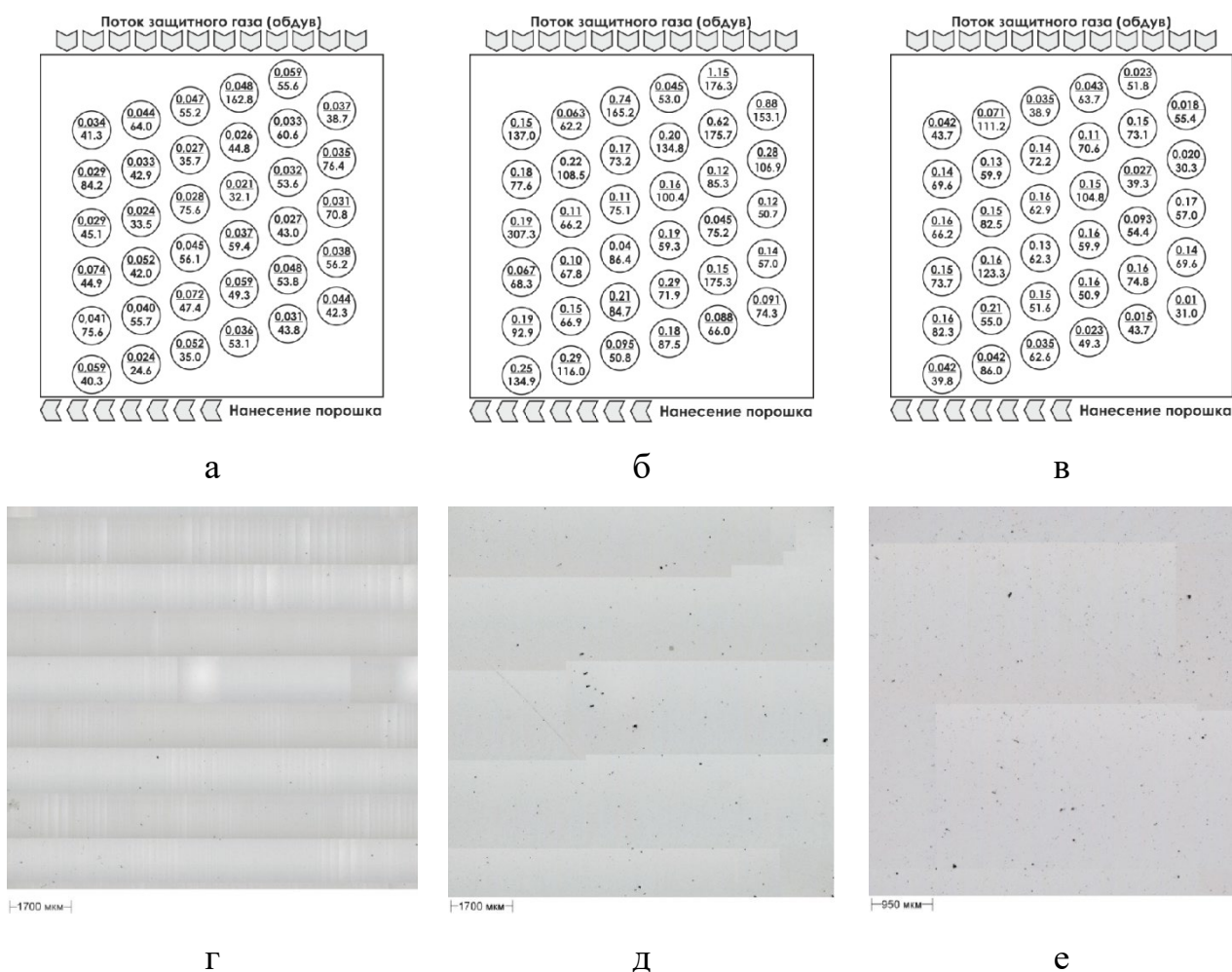


Рисунок 4.27 – Результаты количественного металлографического анализа для стартов 1 (а), 2 (б) и 3 (в), в числителе указана объемная доля пор (в %), в знаменателе – максимальный размер пор в мкм; и панорамные изображения типичных микроструктур образцов стартов 1 (г), 2 (д), 3 (е)

Для остальных образцов выраженной зональности не прослеживается. Это подтверждает предположения о первичности импульса «разброса» фрагментов

расплава [172,183], а не действия системы обдува или сдвигового нанесения порошка лезвием рекоатера.

Усреднение значений пористости для всех образцов на плите построения однозначно подтверждает значительную деградацию синтезированного материала в части несплошностей. Объемная доля пор после второго старта (рис. 4.27б) увеличивается в шесть раз (с 0,043 до 0,260%), а максимальный размер пор в исследованных сечениях – почти вдвое (с 53,64 до 95,89 мкм). Объемная доля пор для третьего старта (рис. 4.27в) в среднем вдвое превышает значения первого старта, при соответствии среднего максимального размера. При этом значения по объемной доле пор и их максимальному размеру более однородны. Верхний (образцы №№ 31-35) и нижний (образцы №№ 1-6) ряды при этом имеют умеренную пористость до 0,071%. В центральной части платформы построения образцы (почти все остальные) имеют повышенную пористость в диапазоне 0,15 - 0,21%. Поры с максимальным размером более 100 мкм обнаружены только для трех образцов (№№ 32, 22, 14). Снижение пористости относительного второго старта для образцов, расположенных в зонах входного и выходного сопел системы обдува, можно объяснить уменьшением общего времени процесса, а следовательно времени осаждения частиц (и, соответственно, их осыпания) выбросов на поверхностях сопел. Снижение средних значений пористости для третьего старта и более однородное распределение значений объемной доли пор в пределах зоны построения, требуют дополнительных исследований.

В целом же проведенные исследования по предложенной методике однозначно подтверждают негативное влияние повторного применения возвратного порошка без разбавления на пористость синтезированного металла в условиях, приближенных к реальному серийному производству.

Испытания на кратковременную прочность при комнатной температуре (рис. 4.28) проводили выборочно для «правого» ряда (образцы № 6, 12, 18, 24, 30), как потенциально самого «чистого» в части перекрестного загрязнения.

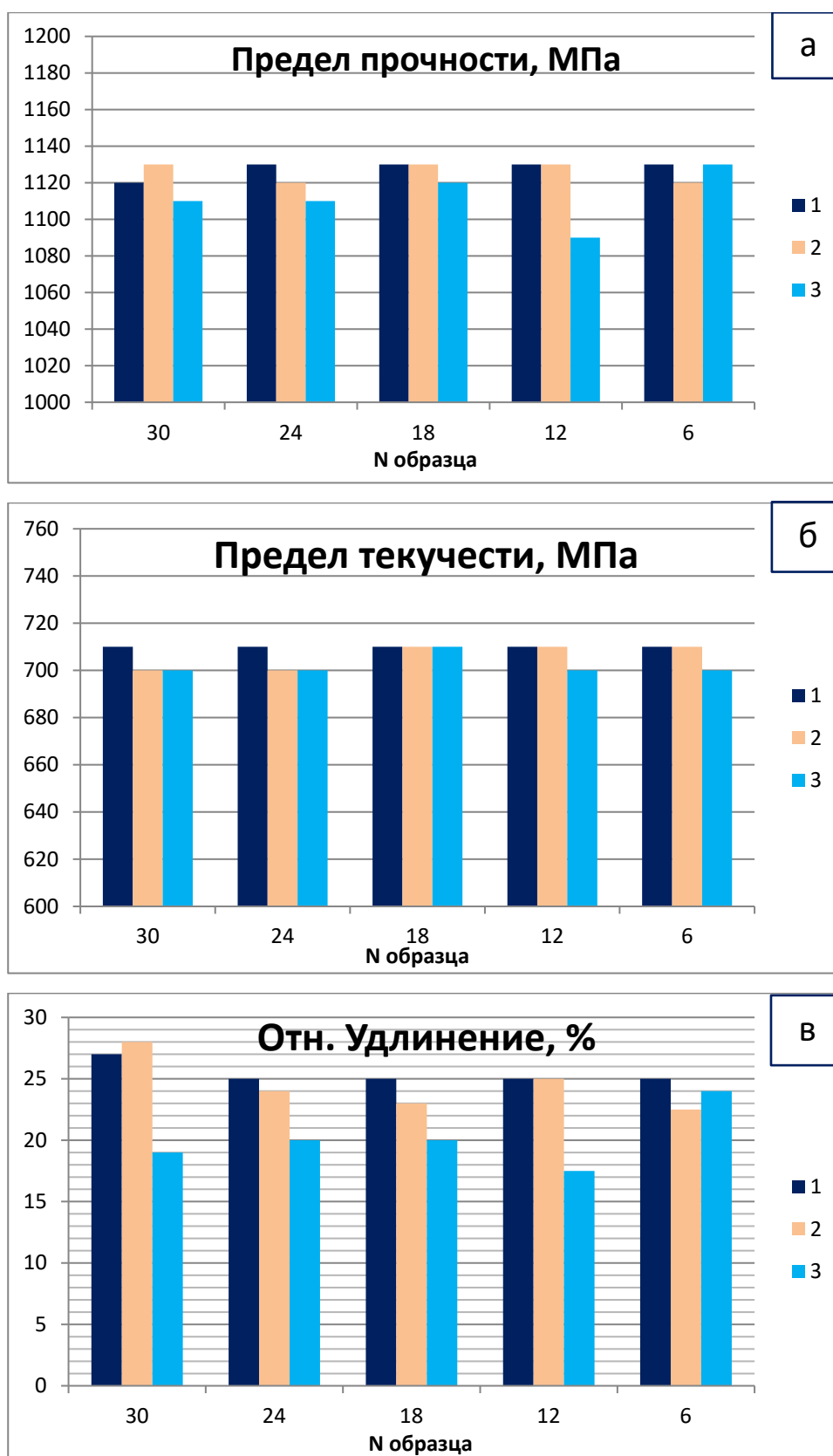


Рисунок 4.28 – Механические характеристики образцов правого ряда (№№ 6, 12, 18, 24, 30) после трех последовательных стартов: предел прочности (а), предел текучести (б) и относительное удлинение (в)

Испытания этих образцов позволяют с достаточной точностью оценить влияние именно направления потока обдува зоны построения на механические свойства при циклическом использовании порошков.

Предел текучести (рис. 4.28б) для всех образцов составляет 700-710 МПа и практически не зависит от расположения относительно направления обдува и от повторного применения порошка. По пределу прочности (рис. 4.28а) для первых двух стартов отмечаются весьма близкие значения с минимальным разбросом: 1120-1130 МПа. Для третьего старта разброс значений увеличивается и составляет 40 МПа (1090-1130 МПа). Пластичность образцов после первого старта практически одинакова, более 25% (рис. 4.28в). С каждым последующим стартом разбросы значений пластичности увеличиваются при снижении средних значений по испытанным образцам. Выявить тенденции, связанные с влиянием направления обдува по результатам испытаний не представляется возможным.

Анализ данных испытаний образцов четвертого и пятого рядов (образцы № 19 – 24 и 25 – 30) для второго и третьего стартов показывают, что предел текучести материала также остается на одном уровне в пределах 700-710 МПа для всех стартов. Предел прочности также меняется мало для основной части образцов, составляя 1110-1130 МПа.

Средние значения относительного удлинения при этом уменьшаются с 23,7 для второго старта до 19,4 % для третьего старта. Тенденция к снижению относительного удлинения прослеживается, однако критических изменений в материале по данному параметру нет.

В целом, можно подтвердить, что кратковременная прочность при комнатной температуре не может считаться однозначным критерием деградации структуры синтезированного металла. Выявляемые тенденции снижения пластичности значений даже при столь масштабном загрязнении рабочей области построения не критичны. Кроме того, требуется весьма большая выборка по образцам для их установления, что в условиях реального производства нецелесообразно.

Для выявления механизмов деградации синтезированного материала целесообразно сравнить усредненные значения кратковременной прочности

образцов после трех последовательных стартов с данными испытаний образцов, синтезированных при плотной расстановке «встык» (100 образцов) и «разреженной» расстановке (24 образца) (рис. 4.29) с учетом сумм площадей экспонируемых поверхностей в каждом из вариантов (таблица 4.5). Суммарная площадь сплавляемых сечений для трех последовательных стартов и расстановки «встык» практически одинакова, а сумма периметров вдвое больше.

Таблица 4.5 – Геометрические показатели образцов для рассматриваемых вариантов расстановки на платформе построения

Схема расстановки образцов	Суммарная площадь сечений, $S_{обр.}, \text{мм}^2$	Отношение к площади платформы построения $S_{обр.}/S_{плтф}, \text{мм}^2$	Сумма периметров контуров, $P, \text{мм}$	Отношение к площади сечений, $P/S_{обр.}, \text{мм}$
Старты 1-3	15316	0,241	9527	0,622
Разреженная	3382	0,053	1625	0,48
Встык	14958	0,0235	4333	0,289

Из рассмотренных вариантов образцы при «разреженной» расстановке (24 образца) имеют наибольшие пластичность и предел текучести при комнатной температуре. Предел текучести всех остальных исследованных вариантов практически одинаков. При расстановке «встык» средние значения пластичности несколько выше, чем для металла, синтезированного с «контейнерными» загрязнителями.

Из приведенных данных можно заключить, что повторное использование оборотного порошка в большей степени оказывает влияние на пластические характеристики металла, а увеличение плотности загрузки платформы построения приводит к значимому снижению и прочности, и пластичности. Также можно отметить, что перекрестное загрязнение для старта № 1 с «контейнерными» образцами приводит к более интенсивному снижению средних значений механических характеристик по сравнению с расстановкой «встык». Это можно

объяснить образованием большего количества вторичных частиц (выбросов) при экспонировании развитых поверхностных элементов контейнерных образцов.

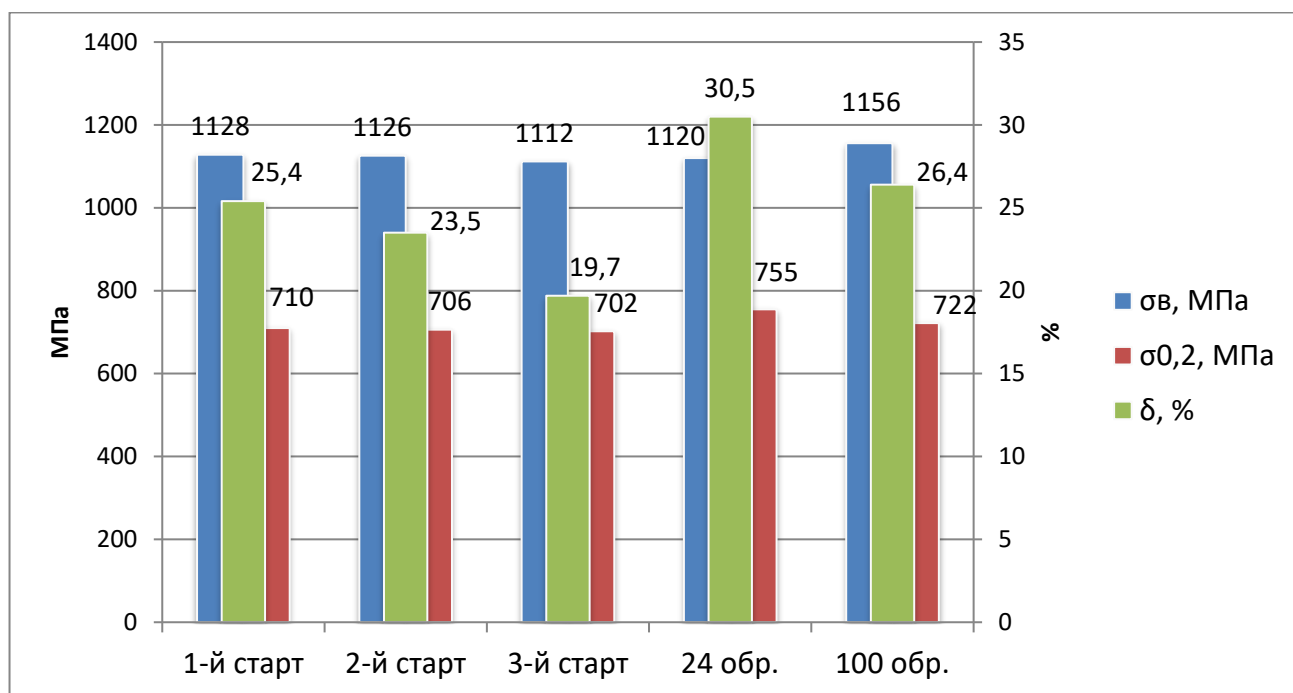


Рисунок 4.29 – Сравнение усредненных значений механических характеристик при комнатной температуре образцов трех последовательных стартов с данными испытаний образцов, синтезированных по схемам «встык» (100 обр.) и «разреженная» (24 обр.)

Контроль механических характеристик образцов при максимальной рабочей температуре с учетом их местоположения на платформе построения позволяет более полно оценить влияние условий процесса на перекрестное загрязнение с учетом направления обдува зоны построения и направления нанесения порошка (рис. 4.30а,г). Учитывая высокую гомогенность структуры синтезированного материала, по крайней мере, в части размера зерна, можно говорить о значимых различиях по прочностным характеристикам образцов первого старта. Более половины образцов имеют предел прочности 130-135 МПа, при пределе текучести 125-130 МПа, что значительно превышает паспортные характеристики листового сплава ВЖ159 при той же температуре испытания (100/80 МПа). Образцы с максимальной прочностью расположены в центральной части платформы построения и на периферии вдоль направления обдува. Условные «выпады» по прочности при значениях менее 120 по пределу прочности и 115 МПа по пределу

текучести, преимущественно отмечаются, вопреки ожиданиям, в зоне входного сопла обдува, где нанос окисленных частиц должен быть минимален.

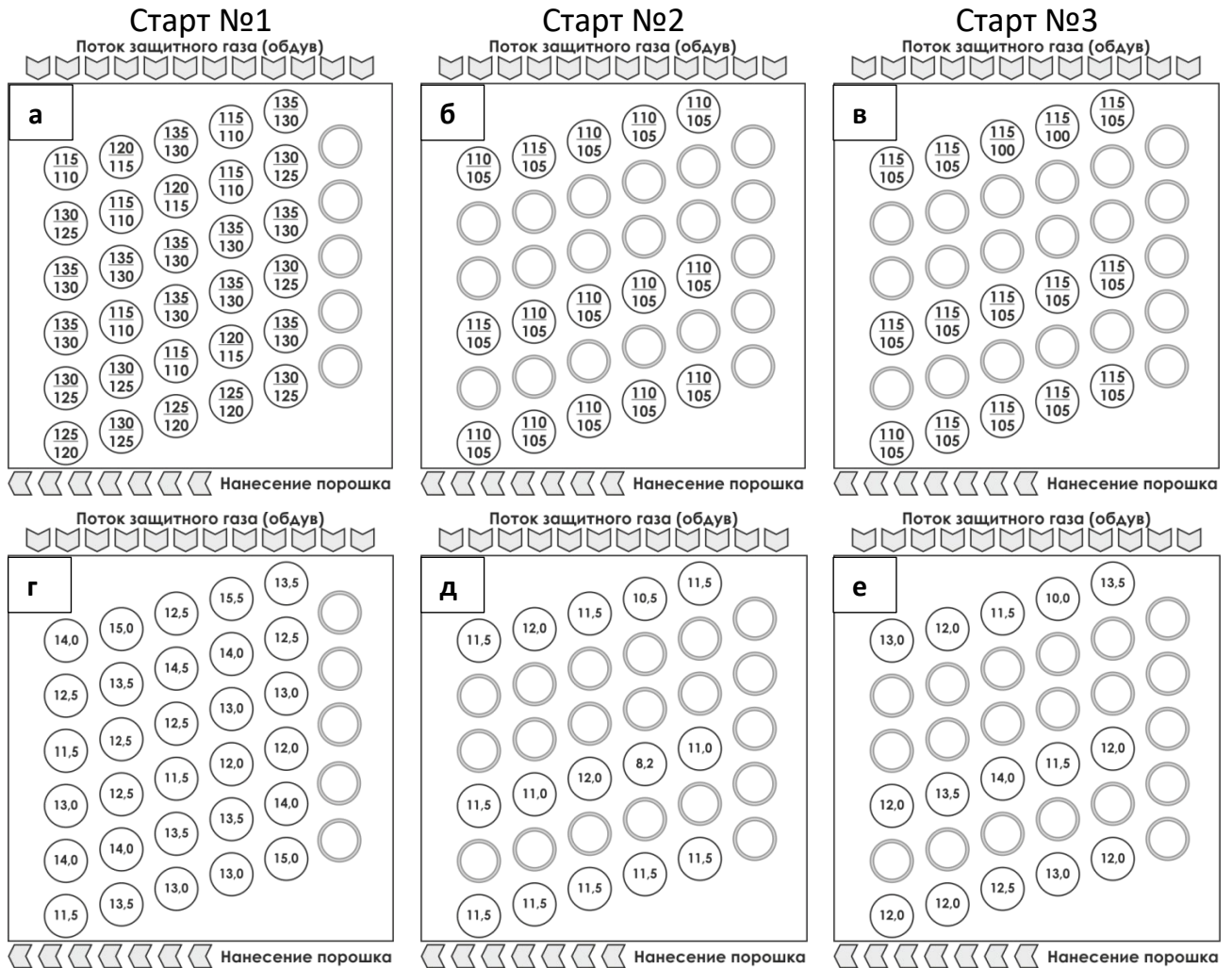


Рисунок 4.30 – Схемы расстановки образцов с указанием значений пределов прочности (числитель) и пределов текучести (знаменатель) в МПа (а-в) и относительного удлинения (г-д) для стартов №1 (а, г), № 2 (б, д), №3 (в, е)

Прямой зависимости относительного удлинения от прочностных характеристик, т.е. совпадения «высоких» значений и «выпадов» с данными по прочности не наблюдается, что может быть также связано и с погрешностью определения при контактном способе измерения. Второй старт на оборотном порошке (рис. 4.30б,д) приводит к значимому снижению прочностных и пластических характеристик: прочность всех образцов практически идентична и составляет 110-115 МПа по пределу прочности и 105 МПа по пределу текучести. Относительное удлинение всех образцов составляет менее 12% с отдельными

выпадами до 10,5 и даже 8,2%. После третьего последовательного старта (рис. 4.30в,е) по уровень предела текучести и предела прочности материала не снижается. Относительное удлинение отдельных образцов несколько возрастает, что не вполне согласуется с представлением о загрязнении оборотного порошка.

Причина кажущегося повышения пластичности материала после третьего старта установлена при исследовании рабочих частей образцов всех трех стартов возле зоны разрушения после испытаний при температуре 1000 °С. Для образцов первых двух стартов вторичные трещины локализованы в непосредственной близости от зоны разрушения, в то время как для третьего старта вторичные трещины выявлены практически по всей рабочей части образца [283]. Собственно, повышения пластичности материала с увеличением количества циклов использования порошка не происходит. Появление многочисленных вторичных трещин приводит к дополнительному «удлинению» образца, но без сохранения его постоянного объема за счет образующихся несплошностей и надрывов. Т.е. сам термин «относительное удлинение» для такого материала становится некорректным. Реальная же пластичность материала при накоплении загрязнений, очевидно, снижается. Соответственно, использовать относительное удлинение как надежный показатель деградации материала при многократном использовании оборотного порошкового материала некорректно.

Можно констатировать, что влияние расположения образцов на платформе построения на механические характеристики при высокой плотности загрузки платформы построения отчетливо проявляется только для первого использования порошкового материала. Далее, при использовании оборотного порошка синтезированный материал достигает некоего минимума характеристик, и фактор зональности для него становится уже несущественным. Однако, данный вывод справедлив для рассмотренного сплава. Вероятно, материалы на другой основе или с другим легированием могут дать отличные результаты.

Сравнение результатов испытаний на кратковременную прочность при максимальной рабочей температуре материала 1000 °С образцов трех последовательных стартов с двумя ранее примененными схемами расстановки

«встык» и «разреженная» показывает следующее (рис. 4.31). Наилучшие результаты по усредненным значениям показывает материал, полученный при «разреженной» схеме расстановки. Его пластичность вдвое выше наилучших значений остальных вариантов, предел прочности и текучести – на 5-6%.

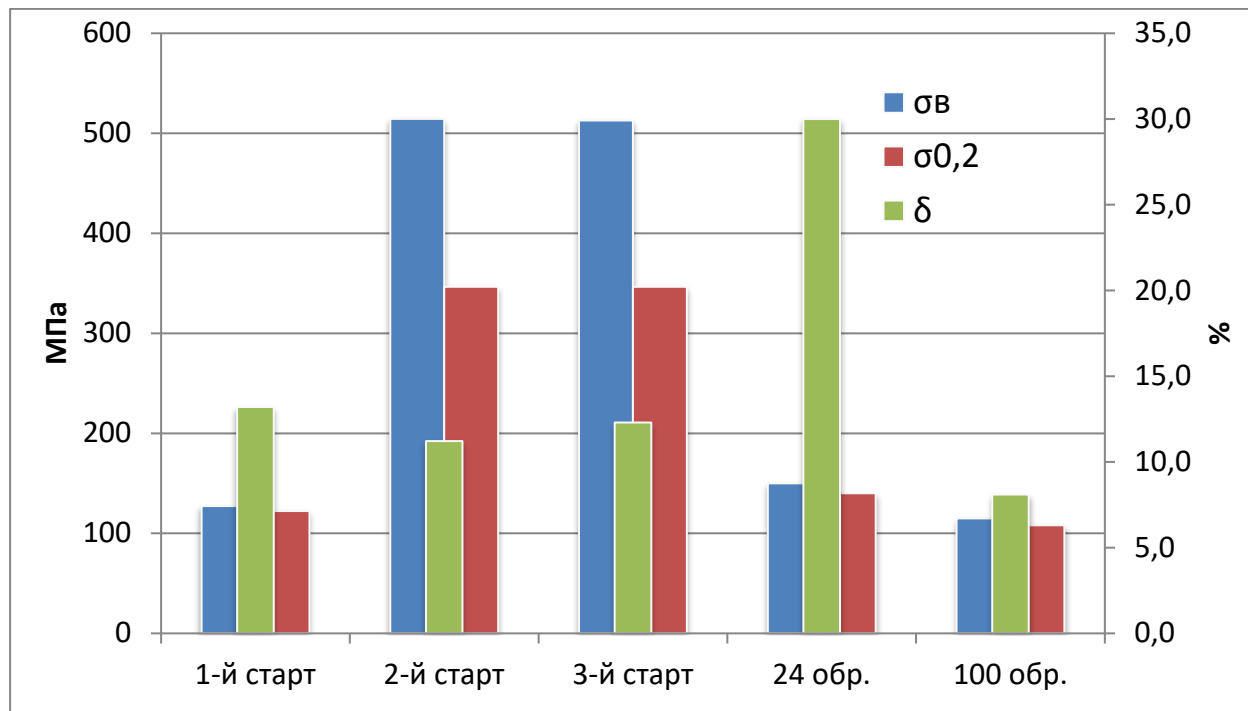


Рисунок 4.31 – Сравнение усредненных значений механических характеристик образцов трех последовательных стартов при температуре 1000 °С с данными испытаний образцов, синтезированных по схемам «встык» (100 обр.) и «разреженная» (24 обр.)

Прочность и пластичность материала с «контейнерными» ускорителями загрязнения снижается при втором и третьем использовании оборотного порошка, но при этом все равно несколько превосходит материал, полученный при расстановке «встык». Соответственно, наибольший вклад в части деградации механических характеристик исследованного материала наносит именно загрязнение металлическим конденсатом на основе хрома. Этот фактор «ближнего загрязнения» в реальных условиях производства будет оказывать максимальное влияние при синтезе массивных сечений. Кроме того, ясно, что выявленные особенности накладывают определенные ограничения на плотность расстановки изделий (образцов) на плите построения. Можно с уверенностью заключить, что зазор между массивными сечениями для исключения чрезмерной деградации

синтезированного материала должен составлять не менее 15-20 мм для рассмотренного материала.

Фрактографическими исследованиями установлено, что изломы образцов трех стартов с «контейнерными» загрязнителями после испытаний на кратковременную прочность при температуре 1000°C (рис 4.32а-в) являются преимущественно межзеренным с редкими транскристаллитными разрушениями. Поверхность изломов равномерно окислена.

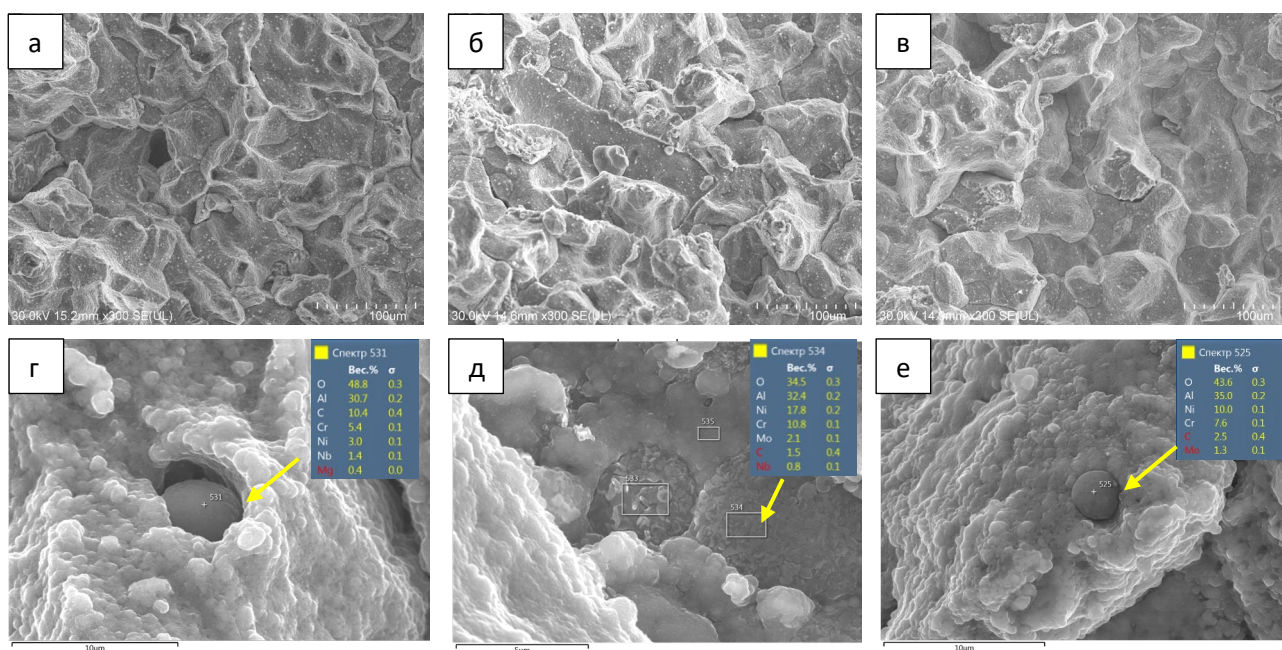


Рисунок 4.32 – Структуры изломов образцов, синтезированных в первом (а), втором (б) и третьем (в) старте, после испытаний на кратковременную прочность при максимальной рабочей температуре 1000°C

Равномерная оксидная пленка, образовавшаяся в испытательной камере при 1000 °C, состоит из оксидов хрома с включениями карбоборидов ниобия. В изломе также присутствуют шаровидные и глобулярные оксиды алюминия, образовавшиеся в процессе СЛС (рис 4.32г,д,е). Вторичных трещин на изломе не наблюдается.

Изломы образцов первого, второго и третьего стартов после испытаний на кратковременную прочность при комнатной температуре не имеют значимых различий в строении (рис. 4.33). Излом для всех трех стартов смешанный, с

преобладанием мелкоямочного межзеренного, почти камневидного, рельефа. Присутствует также и крупноямочный внутризеренный рельеф.

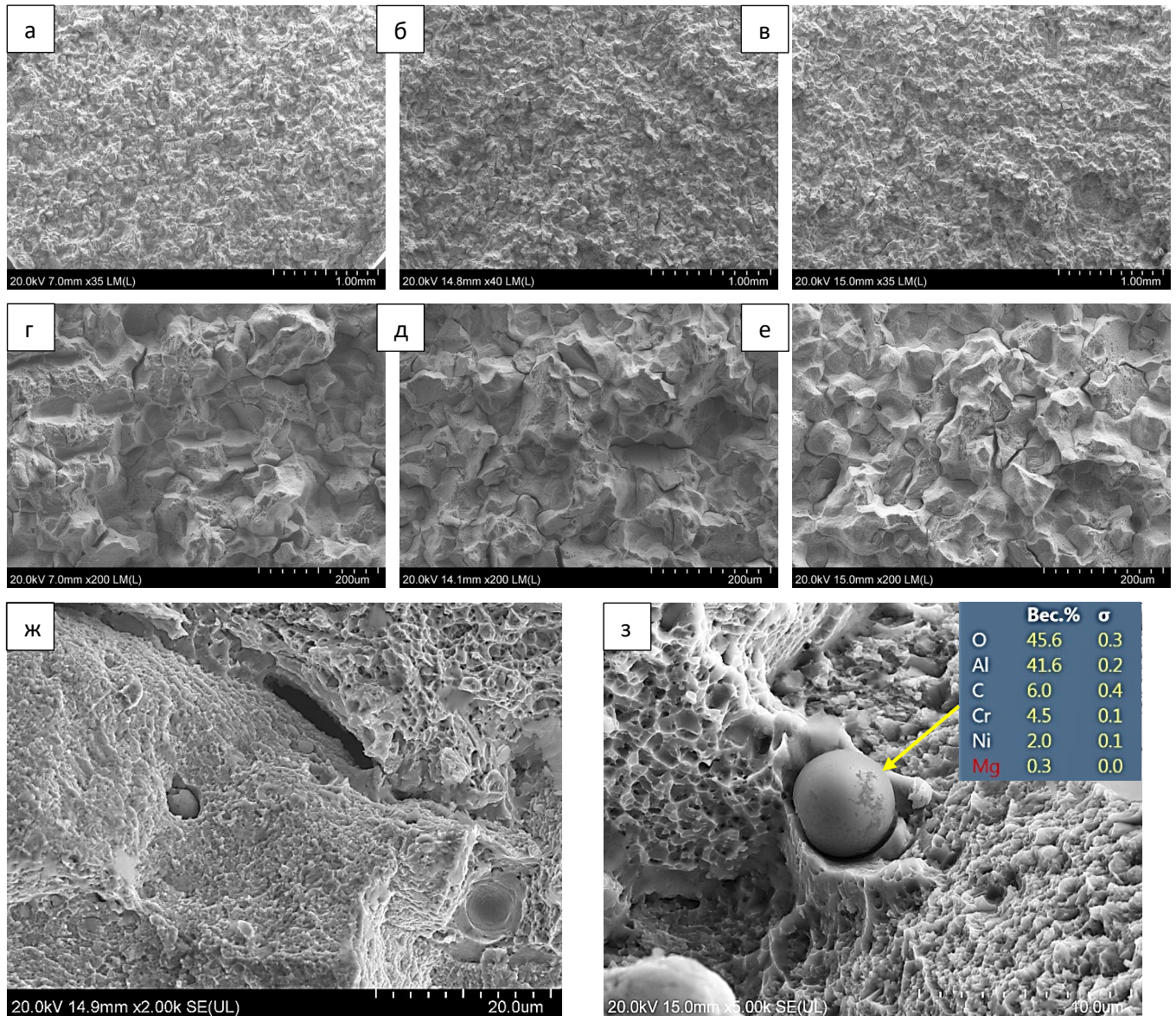


Рисунок 4.33 – Структуры изломов образцов сплава ВЖ159, синтезированных в первом (а, г), втором (б, д) и третьем (в, е) старте, после испытаний на кратковременную прочность при нормальных условиях. Шаровидные оксиды алюминия (ж, з) непосредственно в изломе образца из третьего старта

Принимая во внимание высокие значения пластичности и наличие ямок, можно с уверенностью предполагать вязкий характер разрушения образцов. В изломах присутствуют вторичные межзеренные трещины, количество которых от старта к старту визуально не изменяется. Во всех исследованных изломах обнаружены частицы оксидов глобулярной (рис. 4.33ж,з) и неправильной формы.

Химический состав частиц по данным МРСА соответствует стехиометрическому оксиду Al_2O_3 [283].

После третьего старта размер глобулярных частиц оксидов составляет 5-6 мкм. При синтезе на свежем порошковом материале с малой плотностью заполнения плиты построения частицы оксидов обнаруживаются только при исследовании фольг методом ПЭМ, а размер частиц составляет 20-30 нм. По данным металлографического анализа образца с наиболее плотной структурой после третьего старта установлено довольно однородное распределение оксидов в объеме. Частицы оксидов имеют преимущественно неправильную форму или представляют собой агломераты. При этом в структуре присутствуют также и глобулярные частицы. Наличие сферических или глобулярных частиц оксидов подтверждает нагрев ванны расплава до весьма высоких температур (свыше 2000-2500 °С) в процессе экспонирования и говорит о, по крайней мере, частичном их оплавлении.

Материал, синтезированный с «контейнерными» загрязнителями, значительно отличается по микроструктуре от материала, полученного по разреженной схеме расстановки после одинаковой, стандартной термической обработки, состоящей из закалки и двойного старения. При исследовании методом РЭМ образцов, стартов №№ 1-3 (рис. 4.34а-в) в структуре хорошо видны тонкие, равномерно распределенные в объеме зерен, частицы σ -фазы размером до 2-2,5 мкм. В металле, синтезированном при «разреженной» схеме (рис. 4.34г), такие частицы практически отсутствуют. Границы зерен декорированы более массивными частицами σ -фазы и боридов ниобия (титана), что является типичным для данного сплава.

Именно с образованием в объеме зерен частиц σ -фазы неблагоприятной морфологии можно объяснить снижение пластических характеристик материала стартов №№1-3 по сравнению с «разреженной» схемой расстановки. При исследовании материала старта №3 видны частицы σ -фазы двух морфологических типов: точечные выделения неправильной формы и относительно протяженные

тонкие пластинки (иглы). Дальнейшее снижение пластических характеристик для старта №3 можно объяснить некоторым увеличением протяженности пластинчатых (игольчатых) частиц.

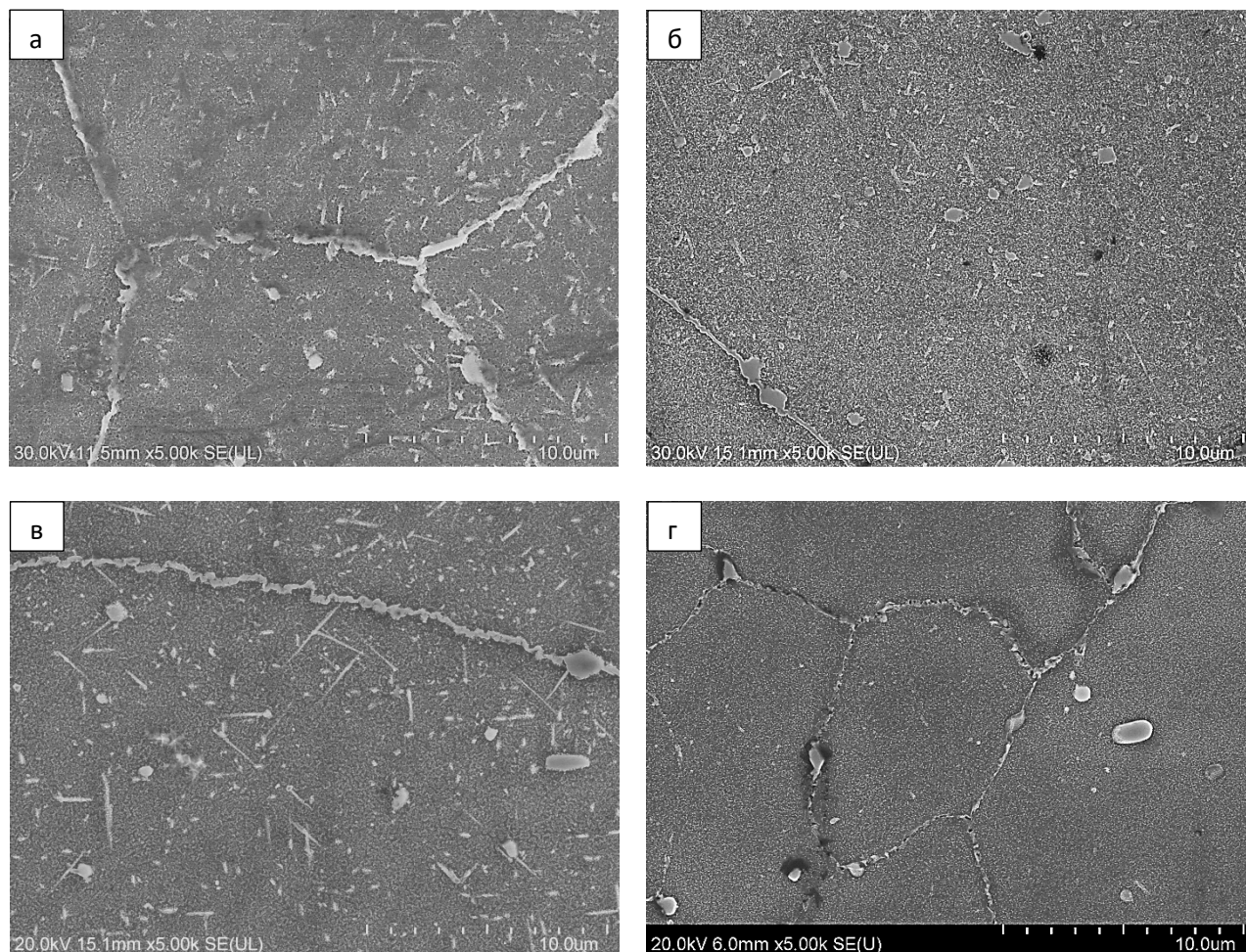


Рисунок 4.34 – Микроструктура образцов сплава ВЖ159, синтезированных в первом (а), втором (б), третьем (в) стартах и при «разрезанной» схеме расстановки (г), РЭМ

Исследование структуры тех же образцов методом ПЭМ показывает большое количество выделений σ -фазы протяженностью преимущественно до 1 мкм. Частицы имеют форму игл или пластинок с заостренными гранями (рис. 4.35). В основании большинства частиц видны субмикронные глобулы, которые, по данным МРСА, представляют собой частицы оксида алюминия. Адекватно оценить изменение количества микронных и субмикронных частиц σ -фазы с учетом высокой локальности метода не представляется возможным. Однако при «разрезанной» схеме для данного материала таких частиц в структуре нет (по

крайней мере, в столь значительных количествах), а количество субмикронных частиц оксидов (оценочно) в несколько раз меньше.

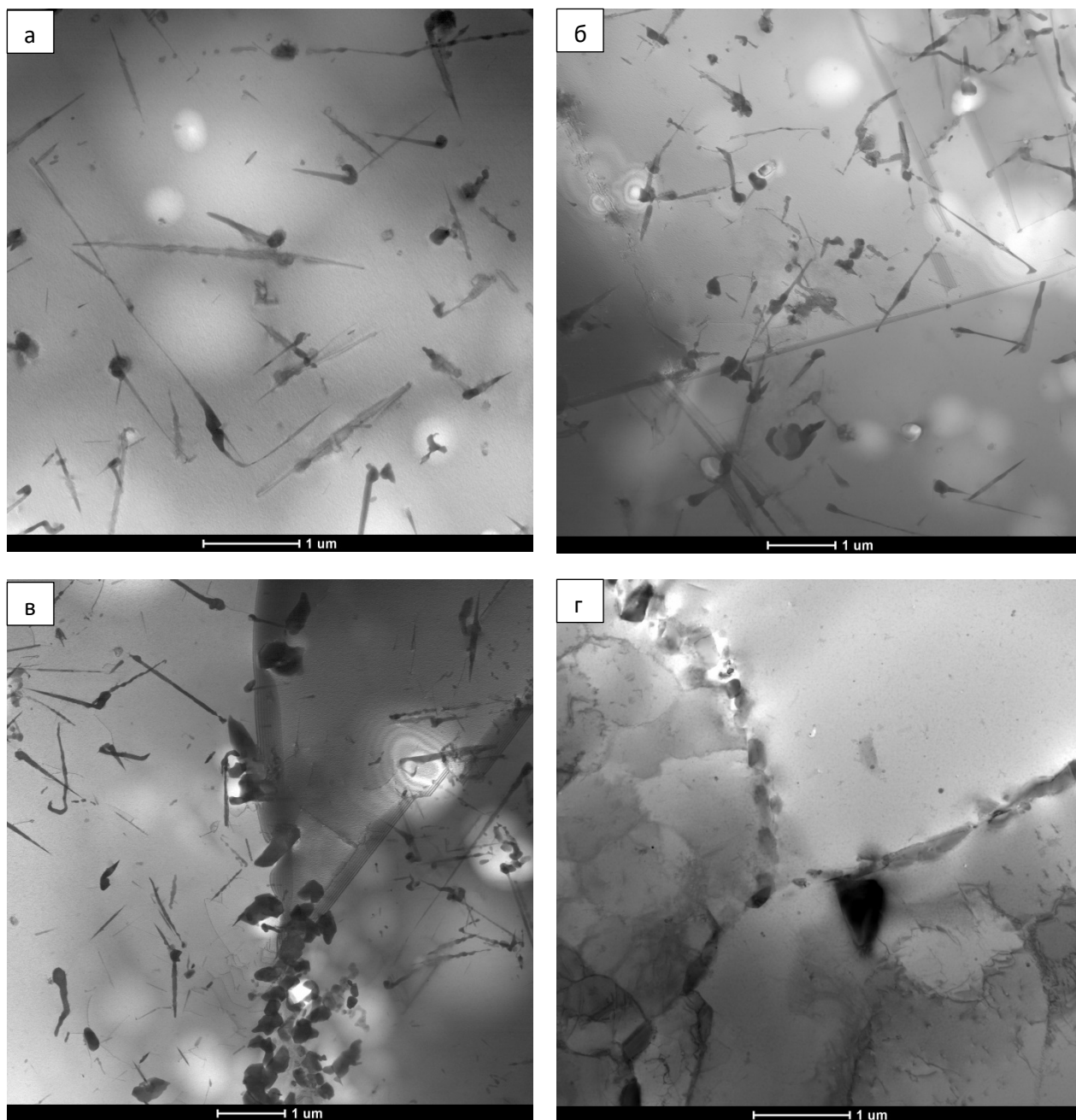


Рисунок 4.35 – Электронномикроскопические изображения структур образцов ВЖ159, синтезированных в первом (а), втором (б), третьем (в) стартах и при «разреженной» схеме расстановки (г), ПЭМ

Для синтезированного при разреженной схеме материала характерно наличие только глобулярных частиц σ -фазы, расположенных преимущественно по границам зерен. Вероятно, частицы оксидов служат подложкой для выделения

ТПУ-фаз, а интенсификация их выделения при синтезе на оборотном порошке связано с увеличением количества газовых примесей в синтезированном металле. Последнее, вероятно, приводит к снижению растворимости хрома в никелевой матрице при высоких температурах. Этим можно объяснить и увеличение протяженности более крупных частиц σ -фазы для старта № 3 (рис. 4.34). Само же увеличение количества субмикронных частиц оксидов можно связать с дополнительным загрязняющим действием «контейнерных» образцов, имеющих большую протяженность периметра поверхностных элементов.

С увеличением количества циклов использования оборотного порошка значимого снижения длительной прочности не наблюдается (рис. 4.36). Наоборот, можно говорить о слабой тенденции к увеличению жаропрочности. Это можно связать с дополнительным оксидным упрочнением матрицы, поскольку других механизмов при температуре 1000 °С (превышает температуру полного растворения γ' -фазы) для сплава ВЖ159 нет. Однако, из рис. 4.36 видно, что длительная прочность материала, синтезированного при схеме расстановки «встык» значительно уступает материалу стартов №№ 1-3. При практически идентичных площадях сплавляемых сечений последнее свидетельствует о более интенсивной деградации границ зерен за счет загрязнения окислами хрома.

В то же время, по сравнению «разреженной» схемой расстановки образцов и с учетом более высокой нагрузки при испытаниях на 1000 °С, можно говорить о *кратном* снижении жаропрочности материала с увеличением плотности заполнения платформы построения вообще. Особенно падение характеристик заметно в сравнении с размещением образцов «встык». Полученные данные являются крайне важными для определения в дальнейшем оптимальной плотности заполнения платформы построения при синтезе ресурсных деталей из жаропрочных сплавов.

Анализ результатов микроструктурных исследований в купе с данными по кратковременной и длительной прочности позволяет предположить следующее.

Различия в механизмах загрязнения синтезированного металла связаны не только с заполнением плиты построения, а с непосредственной расстановкой образцов.

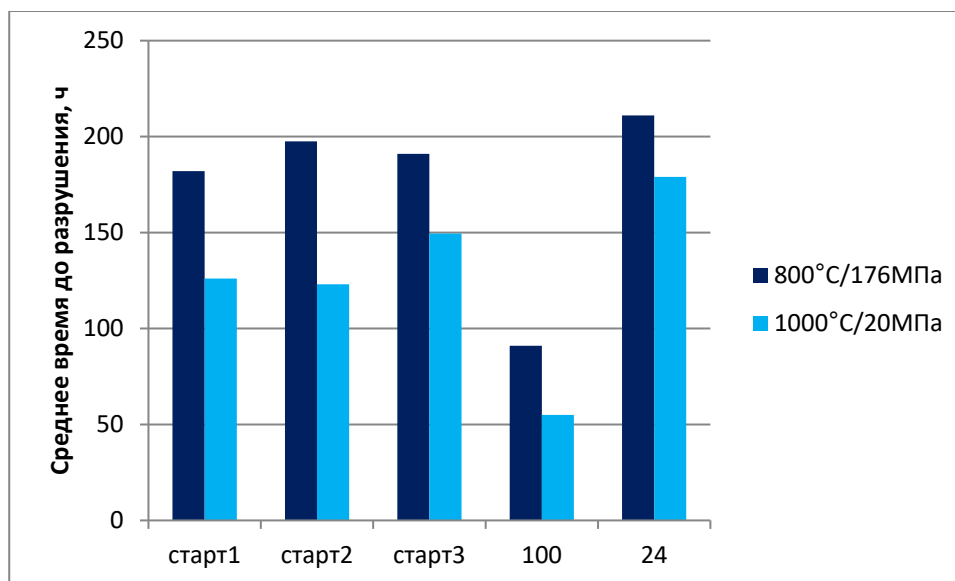


Рисунок 4.36 – Сравнение усредненных значений времени до разрушения при температурах 800 °С, напряжении 176 МПа и 1000 °С, напряжении 20 МПа для образцов из сплава ВЖ159 трех последовательных процессов и образцов, синтезированных по схемам «встык» (100 образцов) и «разреженная» (24 образца, для схемы «разреженная» при температуре 1000 °С напряжение 25 МПа)

Сумма площадей по основному металлу для сплавляемых образцов при расстановке образцов «встык» и при трех последовательных стартах практически идентичны. Отношения сумм периметров экспонируемых поверхностных элементов и площади их сечений при этом отличаются вдвое: 0,29 мм/мм² для расстановки «встык» и 0,62 мм/мм² для образцов с «контейнерными» ускорителями загрязнения. При достаточной эффективности системы обдува зоны построения область осаждения металлического конденсата, вероятно, находится непосредственной близости (в нескольких миллиметрах) от зоны экспонирования. Данное предположение не противоречит описанным в литературе механизмам образования факела выбросов [174, 182, 187]. Само же загрязнение металлическим конденсатом связано по большей части с экспонированием основного металла ввиду наибольшей плотности энергии. Соответственно, при расположении образцов «встык», т.е. вплотную друг к другу, по направлению газового потока

системы обдува зоны построения, загрязнение конденсатом экспонируемых сечений усугубляется. Для высокохромистого сплава ВЖ159 металлический конденсат состоит преимущественно из окислов хрома, что хорошо согласуется с данными работы [189].

Даже с учетом применения дополнительных «загрязняющих» контейнерных образцов расположение образцов для трех последовательных стартов является «разреженным». Экспонирование развитых поверхностей контейнерных образцов является источником загрязнения металла частицами оксидов Al_2O_3 . При этом оксидов хрома в структуре металла не наблюдается, по крайней мере, в значимых количествах. Наибольшее загрязнение оборотных порошков зафиксировано при экспонировании с относительно малой плотностью энергии, т.е. поверхностных элементов и поддержек, что связано с образованием многочисленных мелких окисленных частиц выбросов. При этом логично предположить, что общее количество образующихся окисленных частиц на единицу площади зоны построения примерно одинаково и для экспонируемых сечений, и для оставшегося свободного пространства (оборотного порошка). Соответственно загрязнение оксидами оборотного порошка и синтезированного металла должно быть соизмеримым. Соответственно, при разреженной расстановке наличие развитых поверхностей в сплавляемых элементах приводит к более интенсивному загрязнению синтезированного металла частицами оксидов Al_2O_3 , а при расстановке «встык» - преимущественным загрязнением металлическим конденсатом (оксидами хрома). В последнем случае синтезированный материал деградирует интенсивнее ввиду неблагоприятной морфологии частиц оксидов хрома и их преимущественного расположения по границам зерен.

Бимодальное распределение частиц оксидов Al_2O_3 при синтезе на оборотном порошке можно объяснить природой частиц. Многочисленные субмикронные глобулярные частицы образуются при переплаве мелких (единицы мкм), возможно лишь частично окисленных выбросов. Более редкие крупные точечные оксиды, преимущественно неправильной формы, являются продуктами переплава крупных выбросов, образующихся главным образом при экспонировании основного

металла. Скопления крупных частиц оксидов могут быть причиной выпадов по пластичности синтезированного металла, что усугубляется с увеличением циклов оборота порошкового материала. Косвенно различия в механизмах загрязнения подтверждаются и более высоким уровнем механических характеристик образцов после трех последовательных стартов по сравнению с расстановкой «встык».

Влияние применения оборотных порошков может проявляться и на специфических характеристиках материалов, обусловленных их назначением. Для жаростойких сплавов такой характеристикой является сопротивление высокотемпературной газовой коррозии. Усредненные данные по привесу образцов сплава ВЖ159 при температуре 1000 °С после трех последовательных стартов в сравнении с «разреженной» расстановкой и расстановкой «встык» приведены в виде графика (рис. 4.37).

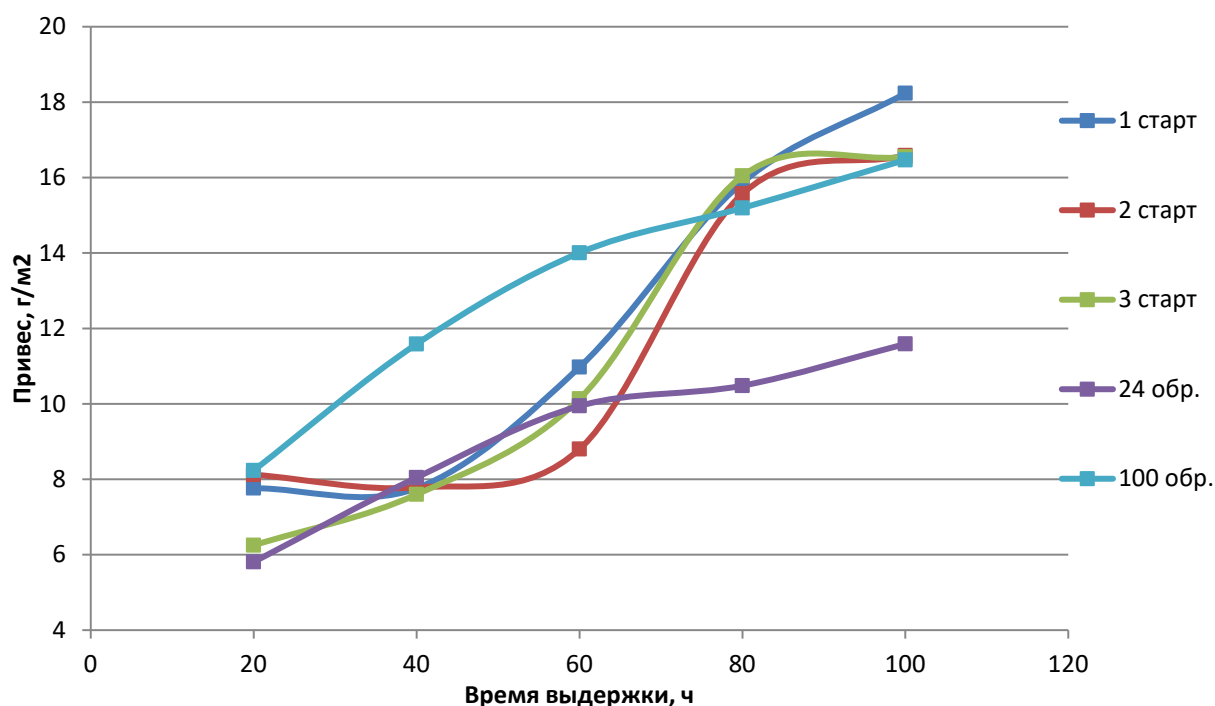


Рисунок 4.37 – Результаты испытаний на сопротивление газовой коррозии образцов сплава ВЖ159 трех последовательных стартов при температуре 1000 °С с данными испытаний образцов, синтезированных по схемам «встык» (100 обр.) и «разреженная» (24 обр.)

Как видно из графика, за 100 ч лучшие показатели жаростойкости имеет материал, синтезированный при разреженной схеме (0,116 г/м²·ч). До 60 часов

выдержки материал трех последовательных стартов имеет сходные значения по привесу. Далее окисление для стартов 1, 2 и 3 идет более интенсивно, при этом, значимой разницы по жаростойкости между стартами нет: за сто часов жаростойкость составляет 0,182, 0,166 и 0,165 г/м²·ч соответственно для стартов №№ 1, 2 и 3. Материал, синтезированный при расстановке «встык», при более интенсивном привесе в начальной стадии испытаний (20-60 ч выдержки) далее показывает сходные значения жаростойкости (0,165 г/м²·ч).

При исследовании структуры поверхности образцов после 100-часовых испытаний (рис. 4.38) видно, что в целом механизм окисления всех исследованных образцов одинаков. Под тонкими фрагментами окислов видна зона первичного окисления, проходящего по границам зерен, декорированным частицами карбидов (карбоборидов) и σ -фазы с высоким содержанием хрома. По сравнению с разреженной схемой для трех последовательных стартов зона первичного окисления имеет бóльшую толщину. При этом, для старта №1 толщина и зоны первичного окисления и самих оксидных пленок почти вдвое больше по сравнению с «разреженной» схемой расстановки, что объясняет более интенсивный привес на финальной стадии испытания (80-100 ч).

По результатам исследований можно сделать вывод, что само по себе увеличение количества точечных оксидов микронного и субмикронного размера, не зависимо от их состава, не оказывает существенного влияния на жаростойкость материала. В то же время, при более интенсивном зарождении по границам зерен частиц богатой хромом σ -фазы на субмикронных частицах оксидов алюминия, окисление синтезированного материала может протекать более интенсивно. Однако последнее в большей степени относится к *плотности заполнения платформы* построения, т.е. к интенсификации перекрестного загрязнения. Цикличность использования порошка значимого влияния на жаростойкость синтезированного материала в исследованном временном диапазоне выдержек не оказывает.

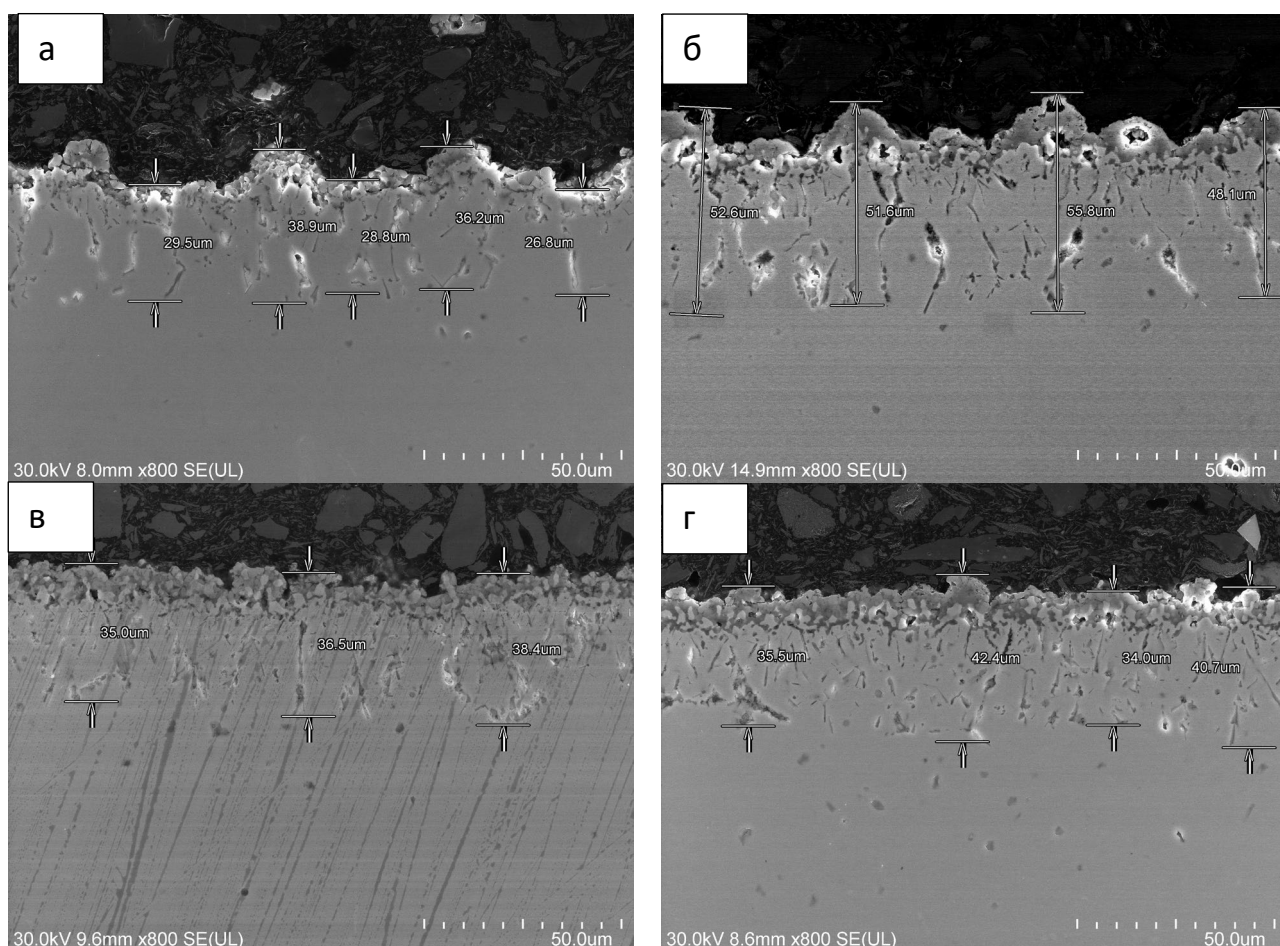


Рисунок 4.38 – Микроструктура поверхностного слоя синтезированных образцов сплава ВЖ159 после испытаний на сопротивление газовой коррозии после испытаний при температуре 1000 °С: а) «разреженная» схема (24 обр.), б) старт №1, в) старт №2, г) старт №3

По результатам проведенных исследований можно заключить следующее. Увеличение площади сплавляемых сечений (увеличение плотности заполнения плиты построения) однозначно приводит к снижению качества и возвратного порошка и синтезированного материала за счет интенсификации перекрестного загрязнения.

Образование окисленных вторичных частиц имеет выраженный накопительный эффект: количество загрязненных вторичных гранул, соответствующих по размерам рабочему диапазону применяемого порошка, увеличивается с каждым следующим циклом его использования. Для возвратного порошка это выражается в постепенном увеличении содержания кислорода и азота, а для перекрестного загрязнения синтезированного металла – в увеличении количества точечных оксидов алюминия и оксидов хрома. Первые образуются при

переплаве окисленных фрагментов расплава. Их разброс по площади платформы построения носит преимущественно стохастический характер и в большей степени определяется начальным импульсом частицы, а не направлением обдува зоны построения. Загрязнение оборотных порошков частицами оксида алюминия наиболее интенсивно при увеличении доли элементов, экспонируемых с относительно низкой энергетикой (поверхности и поддерживающие структуры) вследствие образования многочисленных выбросов, соответствующих по размеру основному диапазону фракционного состава порошка. Образование частиц оксидов хрома связано с осаждением металлического конденсата в непосредственной близости от фокального пятна лазера и по большей части связано с экспонированием основного металла, что может оказывать негативное влияние при экспонировании массивных сечений. Вероятно, участок наноса конденсата или частиц, им загрязненного, ограничивается зоной в 5-10 мм вдоль направления газового потока обдува зоны построения, что обусловлено достаточно высокой эффективностью самой системы обдува. В ходе исследований выявлен не учитываемый ранее фактор загрязнения: осыпание частиц выбросов с горизонтальных поверхностей входного и выходного сопла обратно в зону построения при большой высоте (продолжительности) работы с плотной загрузкой платформы построения сложнопрофильными деталями. Данный фактор может приводить к дополнительной деградации структуры и свойств образцов и деталей, расположенных в зонах входного и выходного сопел системы обдува.

Ввиду многофакторности процесса «разлета» вторичных загрязненных частиц достоверно выявить зависимость, связанную с зональностью распределения экспонируемых сечений на платформе построения, их расположения относительно направления обдува и нанесения порошка, для исследованного материала выявить не удастся. Можно также с уверенностью утверждать, что при достаточной подаче порошкового материала влиянием сдвигового нанесения порошка на уровень пористости, механических характеристик в зависимости от положения на платформе построения также можно пренебречь.

Воздействие двух указанных факторов загрязнения на механические характеристики различно. Перекрестное загрязнение частицами окислов при полном или частичном их переплаве мало сказывается на прочностных характеристиках при комнатной температуре при единичном старте. С накоплением окислов при увеличении цикличности использования оборотного порошка наблюдается значимое снижение уровня прочности и появление выпадов по пластическим характеристикам синтезированного металла, что может быть связано с образованием скоплений частиц окислов, во множестве обнаруженных в изломах испытанных образцов. При максимальной рабочей температуре значимое снижение прочности и пластичности отмечается уже на втором старте, после третьего характеристики изменяются мало. Длительная прочность образцов второго и третьего старта, вопреки ожиданиям, несколько увеличивается, что можно связать с дополнительным торможением дислокаций микронными и субмикронными частицами оксидов, количество которых увеличивается с каждым следующим стартом. Напротив, расположение образцов «встык» на платформе построения резко снижает длительную прочность материала, что связано с загрязнением границ зерен оксидами хрома – основного продукта металлического конденсата, образование которого является непрямым следствием перегрева ванны расплава в процессе экспонирования. Таким образом, деградация границ зерен при их большой протяженности является преобладающим фактором по сравнению с частичным оксидным упрочнением, что необходимо учитывать при синтезе деталей с массивными сечениями.

Проведенными исследованиями подтверждено, что при циклическом использовании оборотного порошка отмечается рост пористости синтезированного металла, однако недостаточный для значимого влияния на кратковременную и длительную прочность. Влияние выявленных различий в части увеличения объемной доли пор может быть установлено только при испытании на циклическую прочность.

Проведенные исследования показывают, что оценка деградации структуры синтезированных жаропрочных сплавов в зависимости от цикличности

использования оборотного порошкового материала или от плотности загрузки платформы построения посредством испытаний на кратковременную прочность при нормальных условиях неэффективна, что подтверждается также приведенными данными зарубежных авторов. Проведенные исследования при циклическом нагружении показывают, что данная оценка приемлема при рассмотрении пластической составляющей в уравнении Мэнсона-Коффина, т.к. на упругие свойства, используемые при проектировании конструкционной прочности, указанные варианты сплавления влияния не оказывают. Однако испытания на малоцикловую усталость при использовании деформационного подхода представляют собой весьма трудоемкий процесс, который требует большого количества образцов для полноценной статистической обработки, специального программного обеспечения, и, главное – специального испытательного оборудования, которое имеется далеко не на всех предприятиях.

Данные по длительной и кратковременной прочности при максимальных рабочих температурах (для сплава ВЖ159 – это 1000°C) наиболее точно позволяют оценить деградацию структуры синтезированного материала и могут рассматриваться как однозначный критерий для разработки универсальной расчетной методики оценки деградации оборотных металлических порошковых материалов и структуры синтезированного материала в зависимости от цикличности использования в процессе селективного лазерного сплавления. При этом, испытания на кратковременную прочность при максимальных рабочих температурах являются наименее трудо- и ресурсоемкими и могут быть проведены на любом крупном промышленном предприятии для верификации расчетной методики при ее освоении.

В целом предложенная методика и разработанный конструктив специальных образцов позволяет с достаточной точностью имитировать условия серийного производства и интенсивность перекрестного загрязнения и загрязнения оборотных порошков. Предложенный подход позволяет эмпирически определить коэффициенты загрязнения оборотных порошков в зависимости от плотности энергии экспонирования и геометрии сечений изделий любой сложности, а также

провести полный комплекс исследований, включая также специфические ключевые характеристики для выбранного материала.

По результатам исследований Разработан, выпущен в формате Технологической инструкции (ТИ 1.595-16-1541-2021) и верифицирован в производственных условиях Метод оценки изменения механических свойств и пористости синтезированного материала в зависимости от цикличности использования металлопорошковых композиций.

Выводы к главе 4:

1. Впервые установлена взаимосвязь плотности энергии экспонирования отдельных составляющих комплексного режима экспонирования с изменением интенсивности загрязнения газовыми примесями оборотных порошков. Показано, что источником загрязнения оборотных порошков являются продукты кипения ванны расплава: металлический конденсат и окисляющиеся в защитной среде частицы выбросов (брызги расплава), соответствующие по размерам рабочему диапазону частиц менее 63 мкм.

2. Установлены два основных механизма перекрестного загрязнения синтезированного металла: загрязнение экспонируемых сечений металлическим конденсатом, приводящее к интенсивной деградации границ зерен; и загрязнение микронными и субмикронными частицами оксидов глобулярной и неправильной формы, вызывающих снижение циклической прочности и высокотемпературной пластичности металла.

3. Сформулирована универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных металлических порошков газовыми примесями, позволяющая рассчитать увеличение содержания газовых примесей в оборотном порошке после завершения процесса синтеза в зависимости от сложности геометрии изделий и их количества на платформе построения. Методика основана на послойном автоматическом анализе протяженности (суммы протяженностей) всех составляющих комплексного режима экспонирования и влияния плотности

энергии каждой из них в отдельности на загрязнение оборотного порошка образующимися в процессе кипения ванны расплава окисленными выбросами.

4. Разработана методика оценки зональности загрязнения оборотных порошков и синтезированного металла. Для имитации плотной загрузки платформы построения при серийном производстве разработана конструкция специального контурного образца, обеспечивающего воспроизведение по высоте режимы экспонирования поверхностных элементов с постоянной площадью и периметрами для воспроизводства условий перекрестного загрязнения синтезированного металла и оборотного порошка. Выбранная методика эксперимента с высокой достоверностью позволяет оценить зональность распределения загрязнения оборотного порошка и синтезированного материала на платформе построения при полном использовании оборотных порошков в каждом последующем цикле синтеза.

5. Показано, что для жаропрочных сплавов наиболее оправданным является применение в качестве критерия оценки деградации структуры синтезированного материала испытаний на кратковременную прочность при максимальной рабочей температуре, при этом критерий может быть использован для оценки влияния перекрестного загрязнения (плотности загрузки платформы построения), а также и для оценки деградации структуры материала в зависимости от цикличности использования оборотного порошка.

6. По результатам исследований Разработан, выпущен в формате Технологической инструкции (ТИ 1.595-16-1541-2021) и верифицирован в производственных условиях Метод оценки изменения механических свойств и пористости синтезированного материала в зависимости от цикличности использования металлопорошковых композиций.

ВЫВОДЫ

Разработаны научные основы структурообразования в процессе селективного лазерного сплавления порошковых композиций жаропрочных никелевых и

интерметаллидных сплавов для деталей газотурбинных двигателей и установок. В результате решена научная проблема формирования синтезированного методом СЛС материалов на микро- и мезоуровнях, освещены вопросы деградации материала при повторном применении оборотных порошков, изложены новые научно обоснованные технологические и материаловедческие решения, обеспечивающие возможность внедрения и освоения аддитивных технологий на моторостроительных предприятиях, а именно:

1. Впервые разработана физическая модель формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления. Предложен механизм стохастической бинаризации кристаллографической ориентации ячеек при кристаллизации трека, объясняющий формирование специфических текстур, увеличение фрагментированности составляющих трек кристаллитов при изменении стратегии штриховки и межтрекового расстояния, увеличении или снижении плотности подводимой энергии

2. Для жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта установлена корреляционная связь необходимой плотности энергии экспонирования с температурами солидус и ликвидус порошковой композиции. Полученное линейное регрессионное уравнение позволяет рассчитать необходимую плотность энергии экспонирования основного металла для никелевых и кобальтовых сплавов с погрешностью не более 10 %, минуя трудоемкую стадию определения «технологического окна процесса».

3. Благодаря установленным физическим закономерностям структурообразования в процессе СЛС на базе деформируемых и литейных сплавов разработана гамма отечественных синтезированных жаропрочных материалов на никелевой (ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС, ВЖЛ12У, ЖС6К) и интерметаллидной (ВКНА25Р, ВИН5) основах для изготовления деталей горячего тракта ГТД и ГТУ;

4. Разработаны комплексные технологические процессы селективного лазерного сплавления адаптированных и новых жаропрочных сплавов на никелевой (ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС, ЖС6К, ВЖЛ12У) и

интерметаллидной (ВКНА1ВР, ВИН5, ВИН6) основах, включая термическую (газостатическую) обработку и постобработку изделий. По результатам работ разработано и выпущено 12 технологических рекомендаций, 5 технологических инструкций на процессы СЛС, ГИП и термической обработки; 1 паспорт и 3 дополнения к паспортам на синтезированные материалы; 2 технических условий (ТУ)

5. Синтезированные материалы ВЖ159-ПС, ЭП648-ПС, ВЖ171-ПС и ВИН6 прошли общую квалификацию (в том числе, сплав ЭП648-ПС – стал первым паспортизованным отечественным материалом, полученным по технологии СЛС). Сплав ЭП648-ПС применен для изготовления первой серийной детали в РФ по технологии СЛС – завихрителя СЛ100-03-293 фронтового устройства камеры сгорания двигателя ПД-14; сопловых аппаратов, корпуса подшипников и др. для вертолетного двигателя ВК-650В, деталей и узлов испытательных стендов для термометрии ГТД в эксплуатационных условиях; ВЖ159-ПС – для изготовления деталей «Корпус форсунки», «Завихритель тангенциальный» перспективного ГТД большой тяги ПД-35; деталей «Стабилизатор» малоэмиссионной камеры сгорания (МЭКС) двигателя ПС-90ГП-2М; ВЖ171-ПС для деталей «Панель теплозащитная» 15-ти типоразмеров для двигателя ПД-35, жаровой трубы перспективной универсальной вспомогательной силовой установки (ВСУ); ВИН6-ПС – для сопловых лопаток 1 ст., препарированных термопарными каналами для проведения термометрии двигателя ПД-35. По результатам проведенных исследований, поставок экспериментальных и опытных партий деталей, опыту серийного производства совместно с АО «ОДК-Авиадвигатель» разработаны единые технические условия ТУ08.289 «Заготовки фасонные, полученные методом селективного лазерного сплавления. Технические условия».

6. Синтезированные материалы ВЖ159-ПС и ЭП648-ПС превосходят зарубежные аналоги по применению (In718 и In625) по рабочей температуре на 300-350 °С (1000 °С длительно против 650 °С). Синтезированный материал ВЖ171-ПС после ГИП и ХТО является единственным в мире свариваемым материалом, полученным по технологии СЛС с рабочей температурой 1200 °С. По результатам

проведения общей квалификации указанных материалов разработан и выпущен ГОСТ Р «Аддитивные технологии. Изделия из жаростойких сплавов на основе никеля, изготовленные методом селективного лазерного сплавления. Общие технические условия»

7. По результатам разработки технологических процессов СЛС, термической и газостатической обработки, постобработки и комплексных исследований синтезированных материалов впервые в отечественной практике разработан, утвержден и применяется в серийном производстве в условиях АО «ОДК-Авиадвигатель» и АО «ОДК-ПМ» Руководящий технический материал (РТМ08.184) «Классификатор дефектов заготовок деталей, изготовленных методом селективного лазерного сплавления», устанавливающий единую систему классификации и кодирования дефектов по их характерным признакам и причинам их появления для деталей, изготовленных методом СЛС.

8. Впервые установлена взаимосвязь плотности энергии экспонирования отдельных составляющих комплексного режима синтеза с уровнем загрязнения газовыми примесями оборотных порошков. Показано, что источником загрязнения оборотных порошков являются продукты кипения ванны расплава: металлический конденсат и окисляющиеся в защитной среде частицы выбросов (брызги расплава). Установлены два основных механизма перекрестного загрязнения синтезированного металла: загрязнение экспонируемых сечений металлическим конденсатом, приводящее к интенсивной деградации границ зерен, и загрязнение микронными и субмикронными частицами оксидов глобулярной и неправильной формы, вызывающих снижение циклической прочности и мало влияющих на длительную прочность. Обоснованы критерии оценки деградации синтезированного металла при перекрестном загрязнении и использовании оборотных порошков.

9. Сформулирована универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных металлических порошков газовыми примесями, позволяющая рассчитать увеличение содержания газовых примесей в оборотном порошке по окончании процесса синтеза в зависимости от сложности геометрии изделий и их

количества на платформе построения. Методика основана на послойном автоматическом анализе протяженности (суммы протяженностей) всех составляющих комплексного режима экспонирования и влияния плотности энергии каждой из них в отдельности на загрязнение оборотного порошка образующимися в процессе кипения ванны расплава окисленными выбросами.

10. Разработан, выпущен в формате Технологической инструкции (ТИ 1.595-16-1541-2021) и верифицирован в производственных условиях Метод оценки изменения механических свойств и пористости синтезированного материала в зависимости от цикличности использования металлопорошковых композиций, включая методику и специальные конструкции образцов для имитации реального загрязнения в процессе СЛС для эмпирического определения коэффициентов загрязнения оборотных порошков при разложении комплексного режима экспонирования на отдельные составляющие, имеющие различия по плотности подводимой энергии, при синтезе набора идентичных образцов по соответствующим режимам.

Список использованных источников

1. *Yadroitsev I.* (Ed.) *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals* // Elsevier. 2021. 654 P.
2. *Strano G., Hao L., Everson R.M., Evans K.E.* Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting // *Journal Materials Processing Technology*. 2013. V. 213. P. 589-597.
3. *Han X., Zhu H., Nie X., Wang G., Zeng X.* Investigation on selective laser melting AlSi10Mg cellular lattice strut: molten pool morphology, surface roughness and dimensional accuracy // *Materials*. 2018. V. 11. Is. 3. Art. N 392.
4. *Pyka G., Kerckhofs G., Papantoniou I., Speirs M., Schrooten J., Wevers M.* Surface roughness and morphology customization of additive manufactured open porous Ti6Al4V structures // *Materials*. 2013. V. 6. Is. 10. P. 4737-4757.
5. *Chen Z., Cao S., Wu X., Davies H.J.* Surface roughness and fatigue properties of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy // *Additive Manufacturing for the Aerospace Industry*. Elsevier. 2019. Art. 13. P. 283–299.
6. *Gebhardt A., Hötter J.-S. Zieburg D.* Impact of SLM build parameters on the surface quality // *RTEjournal – Forum für Rapid Technologie*. 2014. V. 11. P. 1-15.
7. *Leary M.* *Design for Additive Manufacturing* // Elsevier. 2019. 358 P.
8. *Koutiri I., Pessard E., Peyre P., Amlou O., De Terris T.* Influence of SLM process parameters on the surface finish, porosity rate and fatigue behavior of as-built Inconel 625 parts // *Journal of Materials Processing Technology*. 2018. V. 255. P. 536-546.
9. *Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю.* К вопросу о разработке универсальной расчетной методики оценки деградации оборотных металлических порошковых материалов в зависимости от цикличности использования в процессе селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4. С. 3-11.
10. *Król M., Tański T.* Surface quality research for selective laser melting of TI-6AL-4V alloy // *Archives of Metallurgy and Materials*. 2016. V. 61. Is. 2. P. 945–950.
11. *Khairallah S.A., Anderson A.T., Rubenchik A., King W.I.* Laser powder-bed fusion additive manufacturing: physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones // *Acta Materialia*. 2016. V. 108. P. 36-45.
12. *Afkhami S., Dabiri M., Alavi S.H., Bjork T., Salminen A.* Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting // *International Journal of Fatigue*. 2019. V. 122. P. 72–83.

13. Fox J.C., Moylan S.P., Lane B.M. Effect of process parameters on the surface roughness of overhanging structures in laser powder bed fusion additive manufacturing // *Procedia CIRP*. 2016. V. 45. P. 131–134.
14. Spierings A.B., Herres N., Levy G. Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in additive manufactured steel parts // *Rapid Prototyping Journal*. 2011. V. 17. Is. 3. P. 195–202.
15. Wang D., Liu Y., Yang Y. Theoretical and experimental study on surface roughness of 316L stainless steel metal parts obtained through selective laser melting // *Rapid Prototyping Journal*. 2016. V. 22. Is. 4. P. 706–716.
16. Yadollahi A., Shamsaei N. Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities // *International Journal of Fatigue*. 2017. V. 98. P. 14–31.
17. Bagehorn S., Wehr J., Maier H.J. Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts // *International Journal of Fatigue*. 2017. V. 102. P. 135–42.
18. Kamarudin K., Wahab M.S., Shayfull Z., Ahmed A., Raus A.A. Dimensional accuracy and surface roughness analysis for AlSi10Mg produced by selective laser melting (SLM) // *MATEC Web of Conferences*. 2016. V. 78. Art. N 01077.
19. Yu C-H., Leicht A., Peng R.L., Moverare J. Low cycle fatigue of additively manufactured thin-walled stainless steel 316L // *Materials Science & Engineering A*. 2021. V. 821. Art. 141598.
20. Zhang Y., Majeed A., Muzamil M., Lv J., Peng T., Patel V. Investigation for macro mechanical behavior explicitly for thin-walled parts of AlSi10Mg alloy using selective laser melting technique // *Journal of Manufacturing Processes*. 2021. V. 66. P. 269–280.
21. Marchese G., Bassini E., Aversa A. et al. Microstructural Evolution of Post-Processed Hastelloy X Alloy Fabricated by Laser Powder Bed Fusion // *Materials*. 2019. No.12. P. 486.
22. Marchese G., Basile G., Bassini E. et al. Study of the Microstructure and Cracking Mechanisms of Hastelloy X Produced by Laser Powder Bed Fusion // *Materials*. 2018. V.11. Is. 1. Art. N 106.
23. Zhang F., Levine L.E., Allen A.J. et al. Homogenization kinetics of a nickel-based superalloy produced by powder bed fusion laser sintering // *Scripta Materialia*. 2017. V.131. P. 98–102.
24. Marchese G., Colera X. G., Calignano F. et al. Characterization and Comparison of Inconel 625 Processed by Selective Laser Melting and Laser Metal Deposition // *Advanced Engineering Materials*. 2016. V. 11., Is. 3. Art. 160635. doi.org/10.1002/adem.201600635.
25. Marchese G., Lorusso, Parizi S. et al. Influence of heat treatments on microstructure evolution and mechanical properties of Inconel 625 processed by laser powder bed fusion // *Materials Science & Engineering*. 2018. № A 729. P. 64–75.

26. Kreitchberg A., Brailovski V., Turenne S. Elevated temperature mechanical behavior of IN625 alloy processed by laser powder-bed fusion // *Materials Science & Engineering*. 2017. № A 700. P. 540–553.
27. Idell Y., Levine L.E., Allen A.J. et al. Unexpected δ -Phase Formation in Additive-Manufactured Ni-Based Superalloy // *The Minerals, Metals & Materials Society JOM*. 2016. V. 68. No. 3. P. 950-959. DOI: 10.1007/s11837-015-1772-2.
28. Harrison N. J., Todd I., Mumtaz K. Reduction of micro-cracking in nickel superalloys processed by Selective Laser Melting: A fundamental alloy design approach // *Acta Materialia*. 2015. No. 94. P. 59–68.
29. Moussaoui K., Rubio W., Mousseigne M., Sultan T., Rezai F. Effects of Selective Laser Melting additive manufacturing parameters of Inconel 718 on porosity, microstructure and mechanical properties // *Materials Science & Engineering*. 2018. № A 735. P. 182-190.
30. Dezfoli A. R. A., Hwang W.-S., Huang W.-Ch., Tsai T.-W. Determination and controlling of grain structure of metals after laser incidence: Theoretical approach // *Scientific Reports*. 2017. № 7. Art. 41527. DOI: 10.1038/srep41527
31. Wang Ya., Yu Ch., Xing L., Li K., Chen J., Liu W., Ma J., Shen Zh. Grain structure and texture of the SLM single track // *Journal of Materials Processing Technology*. 2020. №281. Art. 116591. doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116591
32. Gan Zh. Lian Y., Lin S.E., Jones K.K. Liu W.K., Wagner G.J. Benchmark Study of Thermal Behavior, Surface Topography, and Dendritic Microstructure in Selective Laser Melting of Inconel 625 // *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*. 2019. V. 8. P. 178-193. DOI: 10.1007/s40192-019-00130-x
33. Dezfoli A.R.A., Lo Yu-L., Raza M.M. Prediction of Epitaxial Grain Growth in Single-Track Laser Melting of IN718 Using Integrated Finite Element and Cellular Automaton Approach // 2021. *Materials*. №14. Art. 5202. <https://doi.org/10.3390/ma14185202>
34. Popovich V.A., Borisov E.V., Popovich A.A., Sufiurov V.Sh., Masaylo D.V., Alzina L. Impact of heat treatment on mechanical behaviour of Inconel 718 processed with tailored microstructure by selective laser melting // *Materials & Design* 2017. Vol. 131. P. 12–22. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.065>
35. Popovich V.A., Borisov E.V., Popovich A.A., Sufiurov V.Sh., Masaylo D.V., Alzina L. Functionally graded Inconel 718 processed by additivemanufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties // *Materials & Design*. 2017. Vol. 114. P. 441-449. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.075>

36. *Houichi K., Masakazu Ts., Masahiro K., Atsushi Y., Makoto W.* Effect of Plastic Strain on the Solidification Cracking of Hastelloy-X in the Selective Laser Melting Process // Additive Manufacturing. 2021. Vol. 37. Art. 101742. <http://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101742>
37. *Аристов С.Н., Просвиряков Е.Ю., Сневак Л.Ф.* Нестационарная конвекция Бенара–Марангони слоистых течений вязкой несжимаемой жидкости // Теоретические основы химической технологии. 2016. том 50. № 2. С.137–146
38. *Аристов С.Н., Шварц К.Г.* Вихревые течения адвективной природы во вращающемся слое жидкости: монография. Пермь: «Пермский университет». 2006. 155 с.
39. *Аристов С.Н., Шварц К.Г.* Вихревые течения в тонких слоях жидкости: монография. Киров: ВятГУ. 2011. 207 с.
40. *Шварц К.Г.* Плоскопараллельное адвективное течение в горизонтальном слое несжимаемой жидкости с твердыми границами // Известия РАН. Механика жидкости и газа. 2014. № 4. С. 26.
41. *West C., Wang X.* Modeling of selective laser sintering/selective laser melting // Laser 3D Manufacturing IV. Gu B., Helvajian H., Piqué Alberto, Dunskey C.M. (Ed.). Proceedings of The international society for optics and photonics (SPIE). 2017. V. 10095. Art. 1009506.
42. *Xiao B., Zhang Y.* Marangoni and Buoyancy effects on direct metal laser sintering with a moving laser beam // An International Journal of Computation and Methodology. 2007. V. 51. Is. 8. P. 715–733. DOI: 10.1080/10407780600968593
43. *Willy H.J.* Modelling Thermal Capillary Effects and Flow in the Molten Pool during Selective Laser Melting // Proceedings of the COMSOL. Conference in Singapore. 2017. P 18.
44. *Pinomaa T., Yashchuk I., Lindroos M., Andersson T., Provatas N., Laukkanen A.* Process-Structure-Properties-Performance Modeling for Selective Laser Melting // Metals. 2019. V. 9. Is. 11. Art. 1138.
45. *Xiang Zh., Yin M., Dong G., Mei X., Yin G.* Modeling of the thermal physical process and study on the reliability of linear energy density for selective laser melting // Results in Physics. 2018. №9. P. 939–946.
46. *Panwisawas C., Sovani Y., Anderson M.J., Turner R., Palumbo N.M., Saunders B.C., Choquet I., Brooks J.W., Basoalto H.C.* A multi-scale multi-physics approach to modelling of additive manufacturing in nickel-based superalloy // Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys. 2016. P. 1021-1030
47. *Antony K., Arivazhagan N.* Studies On Energy Penetration And Marangoni Effect During Laser Melting Process // Journal of Engineering Science and Technology. 2015. Vol. 10. №4. P. 509-525.

48. *Wischeropp T.M., Salazar R., Herzog D., Emmelmann C.* Simulation of the effect of different laser beam intensity profiles on heat distribution in selective laser melting // *Proceedings of Lasers in Manufacturing Conference*. 2015.
49. *Letenneur M., Kreitchberg A., Brailovski V.* Optimization of Laser Powder Bed Fusion Processing Using a Combination of Melt Pool Modeling and Design of Experiment Approaches: Density Control // *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2019. V. 3. Is. 21. P. 1-13. doi:10.3390/jmmp3010021
50. *Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitseva I., Smurov I.* Single track formation in selective laser melting of metal powders // *Journal of Materials Processing Technology*. 2010. V. 210 Is. 12. P.1624-1631. doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.05.010.
51. *Yuan W., Chen H., Cheng T., Wei Q.* Effects of laser scanning speeds on different states of the molten pool during selective laser melting: simulation and experiment // *Materials&Design*. 2020. V. 189. Art. 108542. [https:// doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108542](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108542). Elsevier Ltd
52. *Zhou X., Zhong Y., ShenZh., Liu W.* The surface-tansion-driven Benard conventions and unique sub-grain cellular microstructures in 316L steel selective laser melting // *Applied Physics. Materials Science*. 2018. [Электронный ресурс]: arXiv:1801.01408v1 [physics.app-ph] (Дата обращения: 12.12.2023).
53. *Rozas R.E., Korzhenevskii A.L., Bausch R., Schmitz R.* Periodic layer formation in the growth of dilute binary alloys // *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*. 2014. V. 413. P. 394-399.
54. *Azhazha V.M., Ladygin A.N., Sverdlov V.J., Zhemanyuk P.D., Klochikhin V.V.* Morphological transition in the cellular structure of single crystals of nickel-tungsten alloys near the congruent melting point // *Crystallography Reports*. 2005. V. 50. P. 130-135.
55. *Saeidi K., Gao X., Zhong Y., Shen Z.J.* Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting // *Material Science and Engineering: A*. 2015. V. 625. P. 221-229.
56. *Yadroitsev I., Krakhmalev P., Yadroitsava I., Johansson S., Smurov I.* Energy input effect on morphology and microstructure of selective laser melting single track from metallic powder // *Journal of Materials Processing Technology*. 2013. V. 213. P. 606-613.
57. *Hemmati I., Ocelik V., De Hosson J.T.M.* Microstructural characterization of AISI 431 martensitic stainless steel laser-deposited coatings // *Journal of Materials Science*. 2011. V. 46. P. 3405-3414.
58. *Cheikh H.El., Courant B., Branchu S., Huang X., Hascoet J., Guillen R.* Direct Laser Fabrication process with coaxial powder projection of 316L steel. Geometrical characteristics and microstructure characterization of wall structures // *Optical Laser Engineering*. 2012. V. 50 P. 1779-1784.

59. *McKeown J.T., Kulovits A.K., Liu C., Zweigacker K., Reed B.W., LaGrange T., Wiezorek J.M.K., Campbell G.H.* In situ transmission electron microscopy of crystal growth-mode transitions during rapid solidification of a hypoeutectic Al-Cu alloy // *Acta Materialia*. 2014. V. 65 P. 56-68.
60. *Guan Y., Zhou W., Zheng H., Hong M., Zhu Y., Qi B.* Effect of pulse duration on heat transfer and solidification development in laser-melt magnesium alloy // *Applied Physics A:Materials Science&Processing*. 2015. V. 119. P. 437-442.
61. *Queva A.; Mayi Y.; Bellet M.; Guillemot G.; Peyre P.; Dal M.; Moriconi C.; Metton C.* Thermo-mechanical simulation of track development in the Laser Beam Melting process-Effect of laser-metal interaction // In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. IOP Publishing. Bristol. UK. 2019. V. 529 Art. 012005
62. *Queva A.; Guillemot G.; Moriconi C.; Metton C.; Bellet M.* Numerical study of the impact of vaporisation on melt pool dynamics in Laser Powder Bed Fusion-Application to IN718 and Ti-6Al-4V // *Additive Manufacturing*. 2020. V. 35. Art. 101249.
63. *Zebib A., Homsy G., Meiburg E.* High Marangoni number convection in a square cavity // *Physics of Fluids*. 1985. V. 28. P. 3467–3476.
64. *Бессонов О.А., Полежаев В.И.* Конвективные взаимодействия и устойчивость течений в гидродинамической модели метода Чохральского // *Известия РАН. Механика жидкости и газа*. 2015. №3. С.45-55
65. *Эдельман Е.Д.* Конвективные ячейки: три приближения опытов Бенара // *Соросовский образовательный журнал*. 2000. Т.6. №5. С. 94-100.
66. *Bauer T., Dawson K., Spierings A.B., Wegener K.* Microstructure and mechanical characterisation of SLM processed Haynes® 230® // *Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin. Texas. 2015. P. 813-822.
67. *Тренингов И.А., Филонова Е.В., Медведев П.Н., Лукина Е.А.* Закономерности формирования текстуры и микроструктуры в жаропрочном никелевом сплаве в процессе селективного лазерного сплавления // *Новости материаловедения. Наука и техника*. 2018. №1-2. С.10-18.
68. *Kohnen P., Letang M., Voshage M., Schleifenbaum J.H., Haase Ch.* Understanding the process-microstructure correlations for tailoring the mechanical properties of L-PBF produced austenitic advanced high strength steel // *Additive Manufacturing*. 2019. V. 30. Art. 100914. doi.org/10.1016/j.addma.2019.100914
69. *Sun Sh.-H., Hagihara K., Nakano T.* Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.%Mo alloys fabricated by selective laser melting // *Materials and Design*. 2018. V.140. P. 307–316. doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.060

70. *Andreau O., Koutiri I., Peyre P., Penot J.-D., Saintier N., Pessard E., De Terris Th., Dupuy C., Baudin Th.* Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting // *Journal of Materials Processing Technology*. 2019. V. 264. P. 21-31. Doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049
71. *Лукина Е.А., Зайцев Д.В., Заводов А.В.* Состав и строение фазовых образований в жаропрочном никелевом сплаве в зависимости от параметров синтеза при селективном лазерном сплавлении и режимов термообработки // *Вопросы материаловедения*. 2019. №3 (99). С. 14-22.
72. *Sun Sh.-H., Ishimoto T., Hagihara K., Tsutsumi Y., Hanawa T., Nakano T.* Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellarmicrostructure via selective laser melting // *Scripta Materialia*. 2019. V.159. P. 89–93. doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.09.017
73. *Akram J., Chalavadi P., Pal D., Stucker B.* Understanding grain evolution in additive manufacturing through modeling // *Additive Manufacturing*. 2018. V. 21. P. 255-268. Doi.org/10.1016/j.addma.2018.03.021
74. *Carter L.N., Martin Ch., Withers Ph.J., Attallah M.M.* The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 615. P. 338–347. dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.06.172
75. *Salman O.O., Brenne F., Niendor T., Eckert J., Prashanth K.G., He T., Scudino S.* Impact of the scanning strategy on the mechanical behavior of 316L steel synthesized by selective laser melting // *Journal of Manufacturing Processes*. 2019. V. 45. P. 255–261
76. *Yin Y., Zhang J., Yang Sh., Liu T., Han Q., Zhang Zh., Yang H.* Effect of microstructure on the electrochemical dissolution behaviour of Hastelloy_ X superalloy processed by selective laser melting and heat treatments // *Materials & Design*. 2021. V. 206. Art. 109828. doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109828
77. *Раевских А.Н., Чабина Е.Б., Филонова Е.В., Белова Н.А.* Возможности метода дифракции обратно-отраженных электронов (ДОЭ/EBSD) для исследования особенностей структуры никелевых жаропрочных сплавов, полученных селективным лазерным сплавлением // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.*, 2017. № 12. Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 23.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-12-12-12.
78. *Letenneur M., Kreitchberg A., Brailovski V.* The Average Grain Size and Grain Aspect Ratio in Metal Laser Powder Bed Fusion: Modeling and Experiment // *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2020. V.4. Is. 25. doi:10.3390/jmmp4010025

79. Poulin J.-R., Kreitchberg A., Terriault P., Brailovski V. Long fatigue crack propagation behavior of laser powder bed-fused Inconel 625 with intentionally-seeded porosity // *International Journal of Fatigue*. 2019. V.127. P. 144–156. doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.06.008
80. Lopez-Botello O., Martinez-Hernandez U., Ramirez J., Pinna C., Mumtaz K. Two-dimensional simulation of grain structure growth within selective laser melted AA-2024 // *Materials and Design*. 2017. V. 113. P. 369–376. dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.031
81. Sanchez S., Gaspard G., Hyde C.J., Ashcroft I.A., Ravi G.A., Clare A.T. The creep behaviour of nickel alloy 718 manufactured by laser powder bed fusion // *Materials and Design*. 2021. V. 204. Art. 109647. doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109647
82. Liu F., Lin X., Yang G., Song M., Chen J., Huang W. Recrystallization and its influence on microstructures and mechanical properties of laser solid formed nickel base superalloy Inconel 718 // *Rare Metals*. 2011. V. 30. Spec. Issue. P. 433-438.
83. Yan F., Xiong W., Faierson E.J. Grain Structure Control of Additively Manufactured Metallic Materials // *Materials*. 2017. V.10. Art. 1260.
84. Wu S., Song H.Y., Peng H.Z., Hodgson P.D. et al. A microstructure-based creep model for additively manufactured nickel-based superalloys // *Acta Materialia*. 2022. V. 224 Art. 117528. doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117528.
85. Тренингов И.А., Заводов А.В., Петрушин Н.В. Исследование кристаллической структуры и микроструктуры жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, синтезированного методом селективного лазерного сплавления, после высокотемпературных механических испытаний // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. №1. С. 57-65. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-57-65
86. Wei H.L., Elmer J.W., DebRoy T. Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy // *Acta Materialia*. 2016. V. 115. P. 123-131. dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2016.05.057
87. Strauß J., Häfner T., Dobler M., Heberle J., Schmidt M. Evaluation and calibration of LCoS SLM for direct laser structuring with tailored intensity distributions // *Physics Procedia*. 2016. V. 83. P. 1160 – 1169. doi: 10.1016/j.phpro.2016.08.122
88. Yasa E., Deckers Y., Craeghs T., Badrossamay M. Investigation on occurrence of elevated edges in selective laser melting // In: *Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin. 2009. https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004.
89. Kruth J.-P., Deckers J., Yasa E., Wauthle R. Assessing and comparing influencing factors of residual stresses in selective laser melting using a novel analysis method // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers. Part B. Journal of Engineering Manufacture*. 2012. V.226. Is. 6. P. 980-991. https://doi.org/10.1177/0954405412437085.

90. *Kruth J-P., Badrossamay M., Yasa E., et al.* Part and material properties in selective laser melting of metals // In: 16th International Symposium on Electromachining. 2010. P. 1-12.
91. *Chen, C., Yin J., Zhu H. et al.* Effect of overlap rate and pattern on residual stress in selective laser melting // International Journal of Machine Tools and Manufacture. 2019. V. 145. Art. 103433. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2019.103433>. Elsevier Ltd.
92. *Meier. H., Haberland. C.* Experimental studies on selective laser melting of metallic parts // Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 2008. № 39. P. 665-670.
93. *Jouiad M., Marin E., Devarapalli R.S., Cormier J., Ravaux F., Le Gal C., Franchet J.-M.* Microstructure and mechanical properties evolutions of alloy 718 during isothermal and thermal cycling over-aging // Materials and Design. 2016. № 102. P. 284–296
94. *Zhang Yun, Huang Xuebing, Wang Yong, Yu Weicheng, Hu Zhuangqi.* Delta phase and deformation fracture behaviour of Inconel 718 alloy // Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives. Loria E.A. (Ed.). The Minerals, Metals & Materials Society. 1997. P 229-236.
95. *Desvallees Y., Bouzidi M., Bois F. and Beaude N.* Delta phase in Inconel 718: mechanical properties and forging process requirements // Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives. Loria E.A. (Ed.). The Minerals, Metals & Materials Society. 1994. P 281-291.
96. *Jambor M., Bokůvka O., Nový F., Trško L., Belan J.* Phase Transformations in Nickel base Superalloy Inconel 718 during Cyclic Loading at High Temperature // Production engineering archives. 2017. V. 15. P.15-18.
97. *Nunes R. M., Pereira D., Clarke T., Hirsch T. K.* Delta Phase Characterization in Inconel 718 Alloys Through X-ray Diffraction // ISIJ International. 2015. V. 55. Is. 11. P 2450-2454.
98. *Lalvani H. M., Brooks J. W.* Hot Forging of IN718 with Solution-Treated and Delta-Containing Initial Microstructures // Metallogrjphy, Microstructure, and Analylsis. 2016. №5. P. 392-401.
99. *Radavich J. F., Fort A.* Effects of Long-Time Exposure in Alloy 625 at 1200°F, 1400°F and 1600°F // Superalloys 718, 625, 706 and Varmus Derivatives. Loria E.A. (Ed.). The Minerals, Metals & Materials Society. 1994. P 635-647.
100. *Floreen S., Fuchs G.E., Yang W.J.* The Metallurgy of Alloy 625 // Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives. Loria E.A. (Ed.). The Minerals, Metals & Materials Society. 1994. P 13-37.
101. *Azadian S., Wei L.-Y., Warren R.* Delta phase precipitation in Inconel 718 // Materials Characterization. 2004. V. 53. P. 7–16.
102. *Mostafa A., Rubio I. P., Brailovski V., Jahazi M., Medraj M.* Structure, Texture and Phases in 3D Printed IN718 Alloy Subjected to Homogenization and HIP Treatments // Metals. 2017. №7. P. 2-23.

103. *Kreitchberg A., Brailovski V., Turenne S.* Effect of heat treatment and hot isostatic pressing on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 alloy processed by laser powder bed fusion // *Materials Science & Engineering*. 2017. V. A 689. P. 1–10.
104. *Paul C.P., Ganesh P., Mishra S.K., Bhargava P., Negi J., Nath A.K.* Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components // *Optics & Laser Technology*. 2007. №39. P. 800–805.
105. *Mumtaz K., Hopkinson N.* Selective laser melting of Inconel 625 using pulse shaping // *Rapid Prototyping Journal*. 2010. №16/4. P. 248-257.
106. *Ozel T., Arisoy Y.M., Criales L.E.* Computation simulation of thermal and spattering phenomena and microstructure in selective laser melting of Inconel 625 // *Physics Procedia*. 2016. №83. P. 1435-1443.
107. *Ganesh P., Kaul R., Paul C.P., Tiwari P., Rai S.K., Prasad R.C., Kukreja L.M.* Fatigue and fracture toughness characteristics of laser rapid manufactured Inconel 625 structures // *Materials Science and Engineering*. 2010. V. A 527. P. 7490–7497.
108. *Mancisidor A.M., Garcandia F., San Sebastian M., Alvarez P. Diaz J., Unanue I.* Reduction of the residual porosity in parts manufactured by selective laser melting using skywriting and high focus offset strategies // *Physics Procedia*. 2016. №83. P. 864-873.
109. *Hu X.-A., Zhao G.-L., Liu F.-C. et al.* Microstructure and mechanical behavior of Inconel 625 alloy processed by selective laser melting at high temperature up to 1000 °C // *Rare Metals*. 2020. V. 39. P. 1181-1189.
110. *Condruz M.R., Matache G., Paraschiv A., Badea T., Badilita V.* High temperature oxidation behavior of laser melting manufactured IN 625 // *Metals*. 2020. V. 10. Is. 5. Art. 668. <https://doi.org/10.3390/met10050668>.
111. *Морозова Г.И.* Сбалансированное легирование жаропрочных никелевых сплавов // *Металлы*. №1. 1993. С38-41.
112. *Овсеян С.В., Лукина Е.А., Филонова Е.В., Мазалов И.С.* Формирование упрочняющей фазы в процессе высокотемпературного азотирования свариваемого жаропрочного деформируемого сплава на основе системы Ni-Co-Cr // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №1. С. 3.
113. *Овсеян С.В., Бокиштейн Б.С., Ахмедзянов М.В. Родин А.О., Мазалов И.С.* Кинетика роста частиц нитридов в процессе высокотемпературного объемного азотирования деформируемого сплава системы Ni-Co-Cr-W-Ti // *Материаловедение*. 2014. № 6. С. 21-25.
114. *Kindlimann L.E., Ansell G.S.* Kinetics of the internal nitridation of austenitic Fe-CrNi-Ti alloys // *Metallurgical Transactions*. 1970. V. 1. P. 163-170.

115. *Krupp U., Christ H.-J.* Internal Nitridation of Nickel-Base Alloys. Part I. Behavior of Binary and Ternary Alloys of the Ni-Cr-Al-Ti System // *Oxidation of Metals*. 1999. V. 52. P. 277-298.
116. *Петрова Л.Г.* Регулирование фазового состава азотированных слоев в многокомпонентных сплавах // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2002. №4. С. 13-19.
117. *Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Летников М.Н., Мазалов И.С.* Применение новых деформируемых никелевых сплавов для перспективных газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 116-129.
118. *Лахтин Ю.М., Коган Я.Д.* Внутреннее азотирование металлов и сплавов // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 1974. №3. С. 20-28.
119. *Кипарисов С.С., Левинский Ю.В.* Азотирование тугоплавких металлов // *М.: Металлургия*. 1972. 160 С.
120. *Алымов М.И., Левинский Ю.В., Вершинина Е.В.* Внутреннее окисление и внутреннее азотирование сплавов // *Инфра-М*. 2022. 384 С.
121. *Латышев В.Б., Иванов В.В.* Новые жаропрочные свариваемые сплавы для жаровых труб авиационных ГТД // *Технология легких сплавов*. 1993. С. 10-13.
122. *Fahrman M., Srivastava S.K.* Nitridation of HAYNES® NS-163® Alloy: Thermodynamics and Kinetics // *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*. 2012. Vol. 64. Is. 2. P. 280-287.
123. *Петрова Л.Г.* Высокотемпературное азотирование жаропрочных сплавов // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2004. №1. С. 18-24.
124. *Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л.* Высокоэффективное охлаждение лопаток горячего тракта ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №2. С. 3-14.
125. *Marchese G., Parizia S., Saboori A., Manfredi D. et al.* The influence of the process parameters on the densification and microstructure development of laser powder bed fused Inconel 939 // *Metals*. 2020. V. 10. Is. 7. Art. 882. <https://doi.org/10.3390/met10070882>.
126. *Bidron G., Doghri A., Malot T., Fournier-dit-Chabert F., Thomas M., Peyre P.* Reduction of the hot cracking sensitivity of CM-247LC superalloy processed by laser cladding using induction preheating // *Journal of Materials Processing Technology*. 2019. V. 277. Art. 116461.
127. *Divya V., Muñoz-Moreno R., Messé O., Barnard J., Baker S., Illston T., Stone H.J.* Microstructure of selective laser melted CM247LC nickel-based superalloy and its evolution through heat treatment // *Materials Characterization*. 2016. V. 114 P. 62-74.
128. *Muñoz-Moreno R., Divya V., Driver S., Messé O., Illston T., Baker S., Carpenter M., Stone H.* Effect of heat treatment on the microstructure, texture and elastic anisotropy of the nickelbased

superalloy CM247LC processed by selective laser melting // *Materials Science and Engineering A*. 2016. V. 674 P. 529-539.

129. *Carter L.N., Wang X., Read N., Khan R., Aristizabal M., Essa K., Attallah M.M.* Process optimisation of selective laser melting using energy density model for nickel based superalloys // *Journal of Materials Science & Technology*. 2016. V. 32. Is. 7. P. 657-661.

130. *Boswell J.H., Clark D., Li W., Attallah M.M.* Cracking during thermal post-processing of laser powder bed fabricated CM247LC Ni-superalloy // *Materials & Design*. 2019. №174. Art. 107793.

131. *Catchpole-Smith S., Aboulkhair N., Parry L., Tuck C., Ashcroft I., Clare A.* Fractal scan strategies for selective laser melting of ‘unweldable’ nickel superalloys // *Additive Manufacturing*. 2017. V. 15. P. 113-122.

132. *Gerstgrasser M., Cloots M., Jacob R., Stirnimann J., Wegener K.* High power selective laser melting of grak sensitive nickel-base alloy CM247LC, including dimensional analysis and modelling // *ETH Zurich: Eidgenossische Technische Hochschule Zurich. Research Article*. 2022. 32 P. <https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-1108701/v2>.

133. *Basak A., Acharya R., Das S.* Additive Manufacturing of Single-Crystal Superalloy CMSX-4 Through Scanning Laser Epitaxy: Computational Modeling, Experimental Process Development, and Process Parameter Optimization // *Metallurgical and Materials Transactions: A*. 2016. V. 47. Is. 8. P. 3845-3859.

134. *Basak A., H R S., Das S.* Microstructures and Microhardness Properties of CMSX-4® Additively Fabricated through Scanning Laser Epitaxy (SLE) // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2017. V. 26. P. 5877–5884.

135. *Acharya R., Bansal R., Gambone J.J., Das S.* A coupled thermal, fluid flow, and solidification model for the processing of single-crystal alloy CMSX-4 through scanning laser epitaxy for turbine engine hot-section component repair (part I) // *Metallurgical and Materials Transactions: B*. 2014. V. 45. Is. 6. P. 2247-2261.

136. *Acharya R., Bansal R., Gambone J.J., Das S.* A microstructure evolution model for the processing of single-crystal alloy CMSX-4 through scanning laser epitaxy for turbine engine hotsection component repair (Part II) // *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2014. V. 45. Is. 6. P. 2279-2290.

137. *Basak A., Das S.* Effect of Heat Treatment on the Microstructures of CMSX-4® Processed through Scanning Laser Epitaxy (SLE) // *The 28th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference*. Austin. Texas. 2017. Conference Paper. P. 193-203.

138. *Basak A., Das S.* Microstructure of nickel-base superalloy MAR-M247 additively manufactured through scanning laser epitaxy (SLE) // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. V. 705. P. 806-816.
139. *Basak A., Das S.* Characterization of MAR-M247 Deposits Fabricated through Scanning Laser Epitaxy (SLE) // *The 28th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin. Texas. 2017. Conference Paper. P. 167-177.
140. *Hagedorn Y., Risse J., Meiners W., Pirch N., Wissenbach K., Poprawe R.* Processing of nickel based superalloy MAR M-247 by means of High Temperature-Selective Laser Melting (HT-SLM) // *High Value Manufacturing: Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping - Proceedings of the 6th International Conference on Advanced Research and Rapid Prototyping*. 2013. P. 291-295.
141. *Acharya R., Das S.* Additive manufacturing of IN100 superalloy through scanning laser epitaxy for turbine engine hot-section component repair: process development, modeling, microstructural characterization, and process control // *Metallurgical and Materials Transactions: A*. 2015. V. 46. Is. 9. P. 3864-3875.
142. *Basak A., Das S.* Additive Manufacturing of Nickel-Base Superalloy IN100 Through Scanning Laser Epitaxy // *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*. 2018. V.70. Is. 1. P. 53-59.
143. *Rickenbacher L., Etter T., Hövel S., Wegener K.* High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology // *Rapid Prototyping Journal*. 2013. V. 19. Is. 4. P. 282-290.
144. *Messé O., Muñoz-Moreno R., Illston T., Baker S., Stone H.* Metastable carbides and their impact on recrystallisation in IN738LC processed by selective laser melting // *Additive Manufacturing*. 2018. V. 22. P. 394-404.
145. *Cloots M., Uggowitzer P.J., Wegener K.* Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles // *Materials & Design*. 2016. V. 89. P. 770-784.
146. *Qiu C., Chen H., Liu Q., Yue S., Wang H.* On the solidification behaviour and cracking origin of a nickel-based superalloy during selective laser melting // *Materials Characterization*. 2019. V. 148. P. 330-344.
147. *Perevoshchikova N., Rigaud J., Sha Y., Heilmaier M., Finnin B., Labelle E., Wu X.* Optimisation of selective laser melting parameters for the Ni-based superalloy IN-738LC using Doehlert's design // *Rapid Prototyping Journal*. 2017. V. 23. Is.5. P. 881-892.
148. *Engeli R., Etter T., Hoevel S., Wegener K.* Processability of different IN738LC powder batches by selective laser melting // *Journal of Materials Processing Technology*. 2016. V. 229. P. 484-491.

149. *Geiger F., Kunze K., Etter T.* Tailoring the texture of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) by specific scanning strategies // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. V. 661. P. 240-246.
150. *Kunze K., Etter T., Grässlin J., Shklover V.* Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM) // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. V. 620. P. 213-222.
151. *Chen Z., Chen S., Wei Z., Zhang L., Wei P., Lu B., Zhang S., Xiang Y.* Anisotropy of nickel-based superalloy K418 fabricated by selective laser melting // *Progress in Natural Science: Materials International*. 2018. V. 28. Is. 4. P. 496-504.
152. *Basak A., Das S.* A study on the microstructural characterization of René 142 deposited atop René 125 processed through scanning laser epitaxy // *Materials Science Forum. Trans Tech Publications*. 2017. P. 187-192.
153. *Basak A., Acharya R., Das S.* Epitaxial deposition of nickel-based superalloy René 142 through scanning laser epitaxy (SLE) // *Additive Manufacturing*. 2018. V. 22. P. 665-671.
154. *Basak A., Yang Y., Das S.* On the Spatial Variation of the Microstructure and Microhardness Properties of Nickel-Based Superalloy René 142 Fabricated via Scanning Laser Epitaxy (SLE) // *Materials Performance and Characterization*. 2019. V. 8. Is. 6. P. 1237-1248.
155. *Acharya R., Bansal R., Gambone J.J., Kaplan M.A., Fuchs G.E., Rudawski N., Das S.* Additive Manufacturing and Characterization of René 80 Superalloy Processed Through Scanning Laser Epitaxy for Turbine Engine Hot-Section Component Repair // *Advanced Engineering Materials*. 2015. V.17. Is. 7. P. 942-950.
156. *Basak A., Das S.* Additive Manufacturing of Nickel-Base Superalloy René N5 through Scanning Laser Epitaxy (SLE) – Material Processing, Microstructures, and Microhardness Properties // *Advanced Engineering Materials*. 2017. V.19. Is.3. Art. 1600690.
157. *Basak A., Das S.* A study on the effects of substrate crystallographic orientation on microstructural characteristics of René N5 processed through scanning laser epitaxy // *SUPERALLOYS 2016. 13th International Symposium on Superalloys*. Minerals, Metals and Materials Society. 2016. P. 1041-1049.
158. *Basak A., Das S.* An Investigation of Dendritic Segregation in Single-Crystal René N5 Fabricated through Scanning Laser Epitaxy // *Proceedings of 28th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. 2016. P. 487-498.
159. *Wang R., Wang J., Cao T., Zhao R.* Microstructure characteristics of a René N5 Ni-based single-crystal superalloy prepared by laser-directed energy deposition // *Additive Manufacturing*. 2022. V. 61. Art. 103363. doi:10.1016/j.addma.2022.103363.

160. *Basak A.* Additive Manufacturing of High-Gamma Prime Nickel-Based Superalloys through Selective Laser Melting (SLM) // Solid Freeform Fabrication 2019: Proceedings of the 28th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference Reviewed Paper. 2019. P. 554-575.
161. *Kok Y., Tan X.P., Wang P., Nai M., Loh N.H., Liu E., Tor S.B.* Anisotropy and heterogeneity of microstructure and mechanical properties in metal additive manufacturing: A critical review // Materials & Design. 2018. №139. P. 565-586.
162. *Jia H., Wang H., Wu Y., Wang H.* Scanning strategy in selective laser melting (SLM): a review // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2021. V. 131. Art. 5637. Doi:10/1007/s00170-021-06810-3.
163. *Barclift M., Joshi S., Simpson T., Dickman C.* Cost modeling and depreciation for reused powder feedstock in powder bed fusion additive manufacturing // Proceedings of the 28th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference Reviewed Paper. 2017. P. 2007–2028.
164. *Hann B.A.* Powder Reuse and Its Effects on Laser Based Powder Fusion Additive Manufactured Alloy 718 // SAE 2016 Aerospace Systems and Technology Conference. Warrendale, PA: SAE International. 2016. V. 9. Is. 2. P. 209-213.
165. Specification for Control and Qualification of Laser Powder Bed Fusion Metallurgical Processes // MSFC Technical Standart EM20. National Aeronautics and Space Administration. 2017. [Электронный ресурс]: <https://standards.nasa.gov/standart/MSFC/MSFC-SPEC-3717> (Дата обращения: 16.01.2024).
166. *Cheng B., Chou K.* Melt Pool Evolution Study in Selective Laser Melting // Conference Paper 26th International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference. Austin. USA. 2015. P. 1182-1194.
167. *Низьев В.Г., Мирадзе Ф.Х.* Численное моделирование лазерного спекания металлических порошков // Вестник РФФИ. 2014. №3(83). С. 58-68.
168. *Гордеев Г.А., Кривилев М.Д., Анкудинов В.Е.* Компьютерное моделирование селективного лазерного сплавления высокодисперсных металлических порошков // Вычислительная механика сплошных сред. 2017. Т. 10. №3. С. 293-312.
169. *Чивель Ю.А., Затягин Д.А., Смуров И.Ю.* Система мониторинга процесса селективного лазерного спекания // Известия ВУЗов. Приборостроение. 2008. Т. 51. №4. С. 70-74.
170. *Anwar A.B., Ibrahim I.H., Pham Q.-C.* Spatter transport by inert gas flow in selective laser melting: a simulation study // Powder Technology. 2019. № 352. P.103–116.

171. *Ly S., Rubenchik A.M., Khairallah S.A., Guss G., Matthews M.J.* Metal vapor micro-jet controls material redistribution in laser powder bed fusion additive manufacturing // *Scientific Reports*. 2017. № 7. Is. 1. P. 1–12.
172. *Pal S., Lojen G., Hudak R., Rajtukova V. et al.* As-fabricated surface morphologies of Ti-6Al-4V samples fabricated by different laser processing parameters in selective laser melting // *Additive Manufacturing*. 2020. V. 33. Art. 101147. <https://doi.org/10.1016/j.addmma.2020.101147>.
173. *Ladewig A., Schlick G., Fisser M. et al.* Influence of the shielding gas flow on the removal of process by-products in the selective laser melting process // *Additive Manufacturing*. 2016. Vol. 10. P. 1—9.
174. *Fedina T., Sundqvist J., Kaplan A. F.H.* Spattering and oxidation phenomena during recycling of low alloy steel powder in Laser Powder Bed Fusion // *Materials Today Communications*. 2021. V. 27. Art. 102241.
175. *Wang D., Wu S., Fu F., Mai S., Yang Y., Liu Y., Song C.* Mechanisms and characteristics of spatter generation in SLM processing and its effect on the properties // *Materials and Design*. 2017. V. 117. P. 121–130.
176. *Liu Y., Yang Y., Mai S., Wang D. at al.* Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder // *Materials and Design*. 2015. V. 87. P. 797–806.
177. *Lutter-Gunter M., Broker M., Mayer T., Lizak S., Siedel C., Reinhart G.* Spatter formation during laser beam melting of AlSi10Mg and effects on powder quality // *Procedia CIRP*. 2018. V. 74. P. 33–38.
178. *DePond P.J., Guss G., Ly S., Calta N.P. at al.* In situ measurements of layer roughness during laser powder bed fusion additive manufacturing using low coherence scanning interferometry // *Materials and Design*. 2018. Vol. 154. P. 347-359. doi.org/10.1016/j.matdes.2018.05.050.
179. *Hooper P.A.* Melt pool temperature and cooling rates in laser powder bed fusion // *Additive Manufacturing*. 2018. V. 2. P. 548–559. doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.032
180. *Schweier M., Heins J.F., Haubold M.W., Zaeh M.F.* Spatter Formation in Laser Welding with Beam Oscillation // *Physics Procedia* 2013. №41. P. 20-30.
181. *Bidare P., Maier R.R.J., Beck R.J., Shephard J.D., Moore A.J.* An open-architecture metal powder bed fusion system for in-situ process measurements // *Additive Manufacturing* 2017. №16. P. 177–185.
182. *Liu J., Wen P.* Metal vaporization and its influence during laser powder bed fusion process // *Materials & Design*. 2022. V. 215. Art. 110505. doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110505.
183. *Taheri Andani M., Dehghani R., Karamooz-Ravari M.R., Mirzaeifar R., Ni J.* A study on the effect of energy input on spatter particles creation during selective laser melting process // *Additive Manufacturing*. 2018. V. 20 P. 33–43.

184. *Barrett C., Carredo C., Harris E., McKnight J. et al.* Low Cost, High Speed Stereovision in situ Monitoring of Spatter During Laser Powder Bed Fusion // Reviewed Paper 29th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference. Austin. USA. 2018. P. 2122-2134.
185. *Zhiqiang W., Wang X., Xin Zh., Guangzhao Y., Xing Ch., Peiyu Zh.* Investigation into Spatter Particles and Their Effect on the Formation Quality During Selective Laser Melting Processes // Computer Modeling in Engineering & Sciences. 2020. V. 124. Is. 1. P. 243-263. DOI:10.32604/cmescs.2020.09934.
186. *Gunenthiram V., Peyre P., Schneider M., Dal M., Coste F., Koutiri I., Fabbro R.* Experimental analysis of spatter generation and melt-pool behavior during the powder bed laser beam melting process // Journal of Materials Processing Technology. 2018. № 251. P. 376–386.
187. *Bidare P., Bitharas I., Ward R.M., Attallah M.M., Moore A.J.* Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion // Acta Materialia. 2018. V. 142. P. 107–120.
188. *Qiu Ch., Panwisawas Ch., Ward M., Basoalto H.C., Brooks J.W., Attallah M.M.* On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting // Acta Materialia. 2015. V. 96. P. 72–79.
189. *Gaspar A., Szost B., Wang X., Johns D. et al.* Spatter and oxide formation in laser powder bed fusion of Inconel 718 // Additive Manufacturing. 2018. V. 24. P. 446–456.
190. *Read N., Wang W., Essa K., Attallah M.M.* Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: process optimization and mechanical properties development // Materials & Design. 2015. V. 65. P. 417-424.
191. *Zhao B., Wang H., Qiao N., Wang C., Hu M.* Corrosion resistance characteristics of a Ti-6Al-4V alloy scaffold that is fabricated by electron beam melting and selective laser melting for implantation in vivo // Materials Science and Engineering: C. 2017. V. 70 P. 832–841. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.07.045>.
192. *Sutton A.T., Kriewall C.S., Leu M.C., Newkirk J.W.* Characterization of Heat-Affected Powder Generated during the Selective Laser Melting of 304L Stainless Steel Powder // Proceedings of the 28th Annual International. Solid Freeform Fabrication Symposium — An Additive Manufacturing Conference Reviewed Paper. Austin. Texas. 2017. P. 261—276.
193. *Esmailizadeh R., Ali U., Keshavarzkermani A., Mahmoodkhani Y., Marzbanrad E., Toyserkani E.* On the effect of spatter particles distribution on the quality of Hastelloy X parts made by laser powder-bed fusion additive manufacturing // Journal of Manufacturing Processes. 2019. V. 37. P. 11–20.

194. *Slodczyk M., Ilin A., Kiedrowski T., Bareth T., Ploshikhin V.* Spatter reduction by multi-beam illumination in laser powder-bed fusion // *Materials & Design*. 2021. V. 212. Art. 110206 <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110206/>
195. *Zhang Y.N., Cao X., Wanjara P., Medraj M.* Oxide films in laser additive manufactured Inconel 718 // *Acta Materialia*. 2013. V. 61. P. 6562–6576. doi.org/10.1016/j.actamat.2013.07.039
196. *Reed R.C.* The Superalloys Fundamentals and Applications // Cambridge University Press. 2006. 372 P. [doi:https://doi.org/10.1017/CBO978051154128](https://doi.org/10.1017/CBO978051154128)
197. *Obeidi M.A., Mussatto A., Groarke R., Vijayaraghavan R. K., Conway A., Kaschel F. R., McCarthy E., Clarkin O., O'Connor R., Brabazon D.* Comprehensive assessment of spatter material generated during selective laser melting of stainless steel // *Materials Today Communications*. 2020. V. 25. Art. 101294. doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.101294
198. *Asgari H., Baxter C., Hosseinkhani K., Mohammadi M.* On microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg_200C using recycled powder // *Materials Science and Engineering: A*. 2017. V. 707. P. 148–158.
199. *Slotwinski A., Garboczi E. J., Stutzman P. E., Ferraris C. F., Watson S. S., Peltz M. A.* Characterization of metal powders used for additive manufacturing // *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*. 2014. V. 119. P. 460–493.
200. Powder Degradation in Serial Production // [Электронный ресурс]: www.carpenteradditive.com/casestudy [https://cdn2.hubspot.net/hubfs/6205315/carpenter_additive/image/Resources/CaseStudies/2019/Powder%20Degradation%20in%20Serial%20Production.pdf] (Дата обращения: 09.01.2024).
201. *Cordova L., Campos M., Tinga T.* Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization // *Journal of Minerals, Metals and Materials Society*. 2019. Vol. 71. P. 1062 – 1072.
202. *Sukal J., Palousek D., Koutny D.* The effect of recycling powder steel on porosity and surface roughness of SLM parts // *Modern Machinery Science Journal*. 2018. V. 5. P. 2643-2647. DOI :10.17973/MMSJ.2018_12_2018110
203. *Ardila L.C., Garciandia F., González-Díaz J. B., Álvarez P. et al.* Effect of IN718 Recycled Powder Reuse on Properties of Parts Manufactured by Means of Selective Laser Melting // *Physics Procedia*. 2014. V. 56. P. 99–107.
204. *Sukhov I.D., Bogachev I.A., Hodyrev N.A., Filonova E.V.* Multiple recycling of nickel alloy powder for selective laser melting process: influence on properties of the powder and printed material // *Rapid Prototyping Journal*. 2022. V. 28. Is. 10. P. 1933–1942.
205. *Kriewall C., Sutton A.T., Karnati S., Newkirk J.W., Leu M.C.* Effects of Area Fraction and Part Spacing on Degradation of 304L Stainless Steel Powder in Selective Laser Melting // *Solid*

Freeform Fabrication 2017: Proceedings of the 28th Annual International. Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference Reviewed Paper. Austin. Texas. 2017. P. 277-288.

206. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Крупнина О.А. Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 1. Материалы и технологии синтеза // Электрометаллургия. 2022. № 1. С. 2-12.

207. Евгенов А.Г., Рыжков П.В., Шуртаков С.В., Малинин Р.Ю. Влияние алгоритма экспонирования поверхностных элементов при селективном лазерном сплавлении на механические свойства синтезируемого материала. Часть 1. Кратковременная и длительная прочность // Деформация и разрушение материалов. 2023. № 10. С. 10-18.

208. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В. К вопросу о механизме формирования тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 2 (812). С. 44-55

209. Marchese G., Bassini E., Calandri M., Ambrosio E.P., Caligniano F., Lorusso M., Manfredi D., Pavese M., Biamino S., Fino P. Microstructural investigation of as-fabricated and heattreated Inconel 625 and Inconel 718 fabricated by direct metal laser sintering: contribution of Politecnico di Torino and Istituto Italiano di Tecnologia (IIT) di Torino // Metal Powder Report. 2016. V 00. №0. P. 1-6.

210. Fedorov P. P., Baranchikov A. Ye., Osiko V.V. Oriented attachments of particles: 100 years of investigations of non-classical crystal growth // Russian Chemical Reviews. 2014. V. 83. Art. 1204.

211. Fedorov P.P., Osiko V. V., Kuznetsov S.V., Uvarov O.V., Mayakova M.N., Yasirkin D. S., Ovsyannikova A.A., Voronov V. V., Ivanov V.K. Nucleation and growth of fluoride crystals by agglomeration of the nanoparticles // Journal of Crystal Growth. 2014. V. 401. P. 63-66.

212. Яруллин Д.Т., Галимзянов Б.Н., Мошкин А. В. Зарождение и рост кристаллических структур в переохлажденном металлическом расплаве // Ученые записки физического факультета Московского Университета. 2018. №4. Ст. 1840604.

213. Лукина Е.А., Зайцев Д.В., Сбитнева С.В., Заводов А.В. Селективный лазерный синтез жаропрочного никелевого сплава: структурные аспекты // Фотоника. 2017. №4 (64). С. 36-46.

214. Лукина Е.А., Зайцев Д.В., Сбитнева С.В., Заводов А.В. Строение и идентификация фаз в жаропрочных никелевых сплавах, синтезированных методом СЛС // Аддитивные технологии: настоящее и будущее. Сборник докладов III Международной конференции. 2017. Ст. 5.

215. *Аргинбаева Э.Г., Базылева О.А., Евгенов А.Г., Прагер С.М.* Исследование интерметаллидного никелевого сплава для изготовления деталей методами равноосного литья и аддитивных технологий // Вопросы материаловедения. 2021. № 2 (106). С. 38-46.
216. *Медведев П.Н., Гуляев А.И.* Анализ пространственного распределения трещин в жаропрочном никелевом сплаве, изготовленном по технологии СЛС // Авиационные материалы и технологии. 2020. №1. С. 12-18. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-12-18
217. *Тренингов И.А., Заводов А.В., Петрушин Н.В.* Исследование кристаллографической текстуры и микроструктуры жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, синтезированного методом селективного лазерного сплавления, после высокотемпературных механических испытаний // Авиационные материалы и технологии. 2019. №1. С. 57-65. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-57-65.
218. *Раевких А.Н., Чабина Е.Б., Петрушин Н.В., Филонова Е.В.* Исследование структурно-фазовых изменений на границе между монокристаллической подложкой и сплавом ЖС32-ВИ, полученным селективным лазерным сплавлением, после воздействия высоких температур и напряжений // Труды ВИАМ: электронн. науч.-технич. журн. 2019. №1. С. 3-12. DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-1-3-12.
219. *Лукина Е.А., Филонова Е.В., Тренингов И.А.* Микроструктура и преимущественные кристаллографические ориентировки жаропрочного никелевого сплава, синтезированного методом СЛС, в зависимости от энергетического воздействия и термообработки // Авиационные материалы и технологии. 2017. №1. С. 39-44. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-38-44.
220. *Cao L., Yuan X.* Study on the Numerical Simulation of the SLM Molten Pool Dynamic Behavior of a Nickel-Based Superalloy on the Workpiece Scale // Materials. 2019. V. 12. Art. 2272. doi:10.3390/ma12142272.
221. *Смирнова Е.М.* Численное моделирование взаимодействия излучения с металлами при лазерной резке и легировании // Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Новосибирск. 2014. 140 С.
222. *Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Медведев П.Н., Галушка И.А., Шуртаков С.В.* Влияние характеристических температур порошковой композиции и плотности подводимой энергии на структуру и внутренние напряжения жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления. Часть 2 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 11 (821). С. 50-57.
223. *Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н.* Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия // М.: Металлургия. 1982. 632 С.
224. *Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Евгенов А.Г., Григорьев М.В., Щипаков Н.А., Василенко С.А., Краснов И.С.* Классификация дефектов металлических материалов, синтезированных

методом селективного лазерного сплавления, и возможности методов неразрушающего контроля для их обнаружения // Дефектоскопия. 2016. № 1. С. 48-55.

225. Sanchez S., Gaspard G., Hyde C.J., Ashcroft I.A., Ravi G.A., Clare A.T. The creep behaviour of nickel alloy 718 manufactured by laser powder bed fusion // Materials & Design Volume 204. Art. 1096472021. doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109647

226. Лукина Е.А., Орлов М.Р., Филонова Е.В., Тренингов И.А., Зайцев Д.В. Исследование структурно-фазового состояния жаропрочных никелевых сплавов в процессе селективного лазерного сплавления // Сб. трудов III Всероссийская научно-техническая конференция "Роль фундаментальных исследований при реализации ""Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года". М.: ВИАМ. 2016. Ст. 22.

227. Banoth S., Li Ch.-W., Hiratsuka Yo, Kakehi K. The Effect of Recrystallization on Creep Properties of Alloy IN939 Fabricated by Selective Laser Melting Process // Metals. 2020. V. 10. Art. 1016. doi:10.3390/met10081016.

228. Keshavarzkermani A., Sadowski M., Ladani L. Direct metal laser melting of Inconel 718: Process impact on grain formation and orientation // Journal of Alloys and Compounds. 2018. V. 736. P. 297-305. doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.130

229. Jia Q., Gu D. Selective laser melting additive manufacturing of Inconel 718 superalloy parts: Densification, microstructure and properties // Journal of Alloys and Compounds. 2014. V. 585. P. 713–721. dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.09.171.

230. Евгенов А.Г., Базылева О.А., Головлев Н.А., Зайцев Д.В. Особенности структуры и свойства сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al , полученных методом СЛС // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. № 12. Ст. 3. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 23.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-12-25-36.

231. Тренингов И.А., Петрушин Н.В., Евгенов А.Г. Кристаллографическая структура сплава ЖС32-ВИ, полученного селективным лазерным сплавлением порошковой композиции на монокристаллической подложке // Металловедение и термическая обработка металлов. 2018. №12. С. 35-40.

232. Muñoz-Moreno R., Divya V. D., Messé O. M. D. M., Illston T., Baker S., Stone H. J. Effect of heat treatments on the microstructure and texture of CM247LC processed by selective laser melting // Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium on Superalloys. TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 2016. P. 375-382

233. Adegoke O., Andersson J., Brodin H., Pederson R. Review of Laser Bed Fusion of Gamma-Prime-Strengthened Nickel-Based Superalloys //Metals. 2020. V. 10. Art. 996. Doi:10/3390/met10080996.

234. *Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Медведев П.Н., Галушка И.А., Шуртаков С.В.* Влияние характеристических температур порошковой композиции и плотности подводимой энергии на структуру и внутренние напряжения жаропрочных сплавов на основе никеля и кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления. Часть 1 // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2023. № 11 (821). С. 41-59
235. *Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Базылева О.А., Мазалов И.С., Дынин Н.В.* Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 3. Адаптация и создание материалов // *Электрометаллургия*. 2022. № 4. С. 15-25.
236. *Евгенов А.Г., Сухов Д.И., Неруш С.В., Рогалев А.М.* Механические свойства и структура сплава системы Ni-Cr-W-Mo-Al-Ti-Nb, получаемого методом селективного лазерного сплавления // *Технология машиностроения*. 2016. № 3. С. 5-9.
237. *Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М.* Эволюция структуры и свойств высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159, полученного методом селективного лазерного сплавления. Ч. I // *Материаловедение*. 2019. № 3. С. 9-17.
238. *Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М.* Эволюция структуры и свойств высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159, полученного методом селективного лазерного сплавления. Ч. II // *Материаловедение*. 2019. № 4. С. 9-15.
239. *Добаткин В.И.* Роль кинетических и термодинамических факторов при кристаллизации гранул // *Металлургия гранул. ВИЛС*. 1983. Сб. статей. Вып. № 1. С. 23-33.
240. *Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М.* Структура и свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления сплавов ЭП648 и ВЖ159 после имитационных отжигов // *Материаловедение*. 2020. № 6. С. 3-10
241. *Babakr A.M., Al-Ahmari A., Al-Jumayyah K., Habiby F.* Sigma Phase Formation and Emdrittellement of Cast Iron-Cromium-Nikel (Fe-Cr-Ni) Alloys // *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*. 2008. V. 7. №2. P. 127-145.
242. *Qin X.Z., Guo J.T., Yuan C., Yang G.X., Zhou L.Z., Ye H.Q.* μ -Phase behavior in a cast Ni-base superalloy // *Journal of Materials Science*. 2009. №44. P. 4840-4847.
243. *Попов А.А., Банникова А.С., Беликов С.В.* Выделение Сигма-фазы в высоколегированных аустенитных хромоникельмолибденовых сплавах // *Физика металлов и материаловедение*. 2009. Т. 108. №6. С. 619-625.
244. *Darolia R., Lahrman D.F., Field R.D.* Formation of topologicaly closed packed phases in nickel base single crystal superalloys // *Superalloys*. 1988. P. 255-264.

245. *Calliari I., Zanesco M., Ramous E.* Influence of isothermal aging on secondary phases precipitation and toughness of a duplex stainless steel SAF 2205 // *Journal of Materials Science*. 2006. №41. P. 7643-7449.
246. *Морозова Г.И.* Закономерность формирования химического состава γ/γ' -матрицы многокомпонентных никелевых сплавов // *Доклады АН СССР*. 1991. Т. 320. №6. С. 1413.
247. *Морозова Г.И.* Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов // *Материаловедение и термическая обработка материалов*. 2012. №12 (690). С. 52-56.
248. *Левин И.Б., Баранова О.А.* Повышение жаропрочности сплава ЭП648 за счет внутреннего азотирования // *Сб. Авиационные материалы*. М. ВИАМ. 1990. №1. С. 15-22.
249. *Байкова Т.П., Лашко Н.Ф., Сорокина К.П.* Влияние железа на фазовый состав, структуру и свойства жаростойкого никельхромвольфрамового сплава // *Сб. Фазовый состав, структура и свойства легированных сталей и сплавов*. М.: Машиностроение. 1965. С. 55-62.
250. *Сорокин Л.И., Сидлин З.А.* Оценка влияния легирующих элементов на образование пор при сварке никель-хромовых сплавов // *Сварочное производство*. 1997. №9. С. 22-28.
251. www.eos.info/en/industrial-3d-printer/metal/eos-m-290. [Электронный ресурс]. Дата обращения 08.01.2024.
252. *Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Крупнина О.А.* Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 2. Компенсация и контроль отклонений, ГИП и термическая обработка // *Электрометаллургия*. 2022. № 2. С. 2-12.
253. *Авиационные материалы: справочник: Справочник в 13-ти томах. 7-е изд., перераб. и доп. Т. 2 / Под общ. ред. Е.Н. Каблова*. М.: ВИАМ. 2018. 248 с.
254. https://www.haynesintl.com/alloys/alloy-portfolio/_High-nemperature-Alloys/HASTELLOY-X-alloy. Электронный ресурс. Дата обращения 08.01.2024.
255. *Лукина Е.А., Базалеева К.О., Цветкова Е.В., Петрушин Н.В.* Особенности формирования структуры жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ при селективном лазерном сплавлении // *Цветные металлы*. 2016. №3. С. 57-63.
256. *Лукина Е.А., Базалеева К.О., Тренингов И.А., Петрушин Н.В., Цветкова Е.В.* Влияние параметров селективного лазерного сплавления на структурно-фазовое состояние жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ // *Металлы*. 2017. №4. С. 63-70.
257. *Lukina E.A., Bazaleeva K.O., Petrushin N.V., Zaitsev D.V.* Regularity of grain structure formation in alloy Ni-Al-W-Co-Nb-Cr-Ti-Mo, syntherized by SLM method during melting, heat treatment and heat isostatic pressure // *Proceedings of the VIII International conference Beam technologies and laser application (BTLA-2015)*. G.A. Turichin (Ed.). St.-Petersberg. 2015. P. 307-315.

258. *Тренингов И.А., Филонова Е.В., Медведев П.Н., Лукина Е.А.* Исследование кристаллографической текстуры в жаропрочном никелевом сплаве после селективного лазерного сплавления и термической обработки // *Металловедение и термическая обработка металлов.* 2019. №2 (764). С. 65-68.
259. *Тренингов И.А., Филонова Е.В., Медведев П.Н., Лукина Е.А.* Закономерности формирования текстуры и микроструктуры в жаропрочном сплаве в процессе селективного лазерного сплавления // *Новости материаловедения. Наука и техника.* 2018. № 1-2 (29). С. 10-18.
260. *Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Базылева О.А., Мазалов И.С.* Материалы нового поколения и цифровые аддитивные технологии производства ресурсных деталей ФГУП "ВИАМ". Часть 4. Разработка жаропрочных материалов // *Электрометаллургия.* 2022. № 5. С. 8-19.
261. *Петрушин Н.В., Евгенов А.Г., Заводов А.В., Тренингов И.А.* Структура и прочность жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, полученного методом селективного лазерного сплавления на монокристаллической подложке // *Материаловедение.* 2017. № 11. С. 19-26.
262. Интерметаллидный сплав на основе никеля и изделие, выполненное из него: патент № 2685926 С1 РФ / *Каблов Е.Н., Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Шестаков А.В., Евгенов А.Г., Прагер С.М.* Заявл. 14.11.2018. Оpubл. 23.04.2018.
263. *Базылева О.А., Унчикова М.В., Головлев Н.А., Евгенов А.Г.* Исследование влияния технологических параметров селективного лазерного сплавления на дефекты строения никелевого сплава типа ВКНА-4УР // *Вестник Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. Серия Машиностроение.* 2018. № 6 (123). С. 90-102.
264. *Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Григорьев М.В., Евгенов А.Г., Карачевцев Ф.Н., Василенко С.А.* Дефекты жаропрочных сплавов, синтезированных методом селективного лазерного сплавления // *Материаловедение.* 2016. №4. С.34-38..
265. *Евгенов А.Г., Базылева О.А., Головлев Н.А., Шуртаков С.В.* Особенности структуры и свойств материалов на основе интерметаллида Ni₃Al, полученных методом СЛС // В сборнике: *Фундаментальные и прикладные исследования в области деформируемых и литейных интерметаллидных сплавов на основе титана и никеля. Материалы Всероссийской научно-технической конференции.* 2018. С. 64-78.
266. *Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Рощина И.Н.* Размерное несоответствие кристаллических решеток γ - и γ' -фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах // *Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина.* М.: Наука. 2006. С. 131–141.

267. *Оспенникова О.Г., Петрушин Н.В., Тренингов И.А., Тимофеева О.Б.* Фазовые и структурные превращения в жаропрочном интерметаллидном сплаве на основе никеля // Вопросы материаловедения. 2015. № 3 (83). С. 69–79.
268. *Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Базылева О.А.* Конструкционные жаропрочные материалы на основе соединения Ni₃Al для деталей горячего тракта ГТД // Технология легких сплавов. 2007. № 2. С. 75–80.
269. *Базылева О.А., Карашев М.М., Шестаков А.В., Аргинбаева Э.Г.* Влияние температуры отжига на гомогенность интерметаллидного сплава на основе соединения Ni₃Al // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2020. №8. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 19.01.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-3-10.
270. *Лашко Н.Ф., Заславская Л.В., Козлова М.Н., Морозова Г.И., Сорокина К.П., Яковлева Е.Ф.* Физико-химический фазовый анализ сталей и сплавов. Изд. 2-е. М.: Металлургия. 1978. 336 С.
271. *Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Шуртаков С.В., Рыжков П.В.* Структура, фазовый состав и прочность интерметаллидного сплава на основе соединения Ni₃Al, полученного методом СЛС. Ч. I // Заготовительные производства в машиностроении. 2023. Т. 21. № 10. С. 472-478.
272. *Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Шуртаков С.В., Рыжков П.В.* Структура, фазовый состав и прочность интерметаллидного сплава на основе соединения Ni₃Al, полученного методом СЛС. Ч. II // Заготовительные производства в машиностроении. 2023. Т. 21. № 11. С. 521-528
273. Способ повышения плотности сложнопрофильных изделий из интерметаллидных сплавов на основе никеля, полученных аддитивными технологиями: патент № 2640117 С1 РФ / Е.Н. Каблов, А.Г. Евгенов, А.М. Рогалев, Н.В. Петрушин, О.А. Базылева, С.А. Суркова, В.А. Игнатов. Заявл. 26.12.2016. Оpubл. 26.12.2017.
274. Способ изготовления деталей послойным лазерным сплавлением металлических порошков жаропрочных сплавов на основе никеля: патент № 2623537 / Е.Н. Каблов, А.Г. Евгенов, А.М. Рогалев, С.А. Василенко, Н.А. Ходырев, Д.И. Сухов, С.В. Неруш. Заявл. 27.04.2022. Оpubл. 21.02.2023.
275. *Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Малинин Р.Ю.* Особенности загрязнения оборотного порошкового материала в процессе селективного лазерного синтеза // Технология металлов. 2018. № 11. С. 21-29.
276. *Евгенов А.Г., Рыжков П.В., Шуртаков С.В., Малинин Р.Ю.* Влияние алгоритма экспонирования поверхностных элементов при селективном лазерном сплавлении на механические свойства синтезируемого материала. Часть 2. Усталость // Деформация и разрушение материалов. 2023. № 11. С. 02-12.

277. *Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Галушка И.А.* Универсальная концепция прогнозирования загрязнения оборотных порошков в процессе селективного лазерного сплавления // Заготовительные производства в машиностроении. 2024. Т. 22. № 5. С. 229-238
278. *Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Рыжков П.В., Зайцев Д.В.* Определение критерия оценки деградации структуры синтезированного материала в процессе селективного лазерного сплавления жаропрочных сплавов // Заготовительные производства в машиностроении. 2021. Т. 19. № 3. С. 134-144.
279. ASTM E606-04. Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing. ASTM International. [Электронный ресурс]: https://www.astm.org/e0606_e0606m-21.html (Дата обращения: 17.01.2024).
280. *Bannantine J.A., Comer J.J., Handrock J.L.* Fundamentals of metal fatigue analysis // Prentice Hall. 1990. P. 273.
281. Lee Y. -L., Barkey M. E., Kang H.-T. Metal fatigue analysis handbook: practical problem-solving techniques for computer-aided engineering // Elsevier Inc. 2012. 580 P.
282. *Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Сборщиков А.А.* Деградация синтезированного материала при циклическом использовании оборотных порошков в процессе СЛС. Часть 1: Пористость и кратковременная прочность при нормальной температуре // Материаловедение. 2024. № 5. С. 35-47.
283. *Евгенов А.Г., Шуртаков С.В., Прагер С.М., Сборщиков А.А.* Деградация синтезированного материала при циклическом использовании оборотных порошков в процессе СЛС. Часть 2: Кратковременная прочность и длительная прочность при рабочих температурах, жаростойкость // Материаловедение. 2023. № 6. С. 33-46.

ПРИЛОЖЕНИЕ

**ОДК****АВИАДВИГАТЕЛЬ**

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «ОДК-АВИАДВИГАТЕЛЬ»

КОМСОМОЛЬСКИЙ ПР., Д. 93, КОРП. 61
Г. ПЕРМЬ, РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ,
614010КПП 786050001
ОГРН 1025900890531
ИНН 5904000620Т.: +7 342 240-97-86
Ф.: +7 342 281-54-77WWW.AVID.RU
OFFICE@AVID.RU

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель управляющего
директора - директор
опытного завода

Черкашнев Н. Н.

08 2025 г

АКТ

о внедрении результатов докторской диссертационной работы
Евгенова Александра Геннадьевича
**«Научные основы структурообразования в процессе селективного
лазерного сплавления порошковых композиций жаропрочных
никелевых и интерметаллидных сплавов для деталей газотурбинных
двигателей и установок»**

Комиссия в составе

Аксенов А.Г. – Заместитель главного инженера по аддитивным технологиям;

Бояршинов М.В. – Заместитель главного металлурга по композиционным материалам – начальник отдела;

Ханипов Э.Ф. – Начальник отдела аддитивных технологий ОАТ;

Зиганьшин И.Р. – Начальник бюро материалов для аддитивных технологий ОКМ ОГМ

составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Евгенова А.Г. «Научные основы структурообразования в процессе селективного лазерного сплавления порошковых композиций жаропрочных никелевых и интерметаллидных сплавов для деталей газотурбинных двигателей и установок», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук, использованы в деятельности АО «ОДК-Авиадвигатель» и АО «ОДК-ПМ» при изготовлении опытных и ресурсных деталей ГТД и ГТУ и в рамках организации серийного и опытного аддитивного производства, а именно:

– синтезированный материал ВЖ159-ПС и разработанные технологические процессы СЛС и термической обработки применены для изготовления заготовок деталей: патрубок подвода воздуха СЛ133-04-007-01; патрубок СЛ133-04-320-01; смеситель периферийный СЛЭ-133-03-0340-02;

секция жаровой трубы передняя СЛЭ-133-03-0393-02; секция жаровой трубы задняя СЛЭ-133-03-0394-02; обечайка СЛЭ-133-03-0344-02; смеситель центральный СЛЭ-133-03-0341-02; корпус фронтовой стенки СЛЭ-133-03-0392-01; корпус СЛЭ-133-03-0345-01; СЛЭ-383-03-0097 «Стабилизатор».

– синтезированный материал ЭП648-ПС и разработанные технологические процессы СЛС и термической обработки применены для изготовления заготовок деталей «Завихритель» СЛ100-03-293, сектор обтекателя СЛЭ-133-03-0322/0323.

– синтезированный материал ВЖ171-ПС и разработанные технологические процессы СЛС и термической обработки применены для изготовления заготовок деталей СЛЭ-133-03-0115-04-Панель теплозащитная второго ряда, СЛЭ-133-03-0115-05-Панель теплозащитная второго ряда, СЛЭ-133-03-0116-04-Панель теплозащитная третьего ряда, СЛЭ-133-03-0116-05-Панель теплозащитная третьего ряда, СЛЭ-133-03-0116-06-Панель теплозащитная третьего ряда, СЛЭ-133-03-0116-07-Панель теплозащитная третьего ряда, СЛЭ-133-03-0115-03-Панель теплозащитная второго ряда, СЛЭ-133-03-0144-01-Панель теплозащитная первого ряда, СЛЭ-133-03-0145-01-Панель теплозащитная второго ряда, СЛЭ-133-03-0147-01-Панель теплозащитная четвертого ряда, СЛЭ-133-03-0148-01-Панель теплозащитная пятого ряда, СЛЭ-133-03-0114-01-Панель теплозащитная первого ряда, СЛЭ-133-03-0117-01-Панель теплозащитная четвертого ряда, СЛЭ-133-03-0118-01-Панель теплозащитная пятого ряда.

– синтезированный материал ВИН6-ПС и разработанные технологические процессы СЛС и термической обработки применены для изготовления заготовок деталей СЛЭ-133-04-3374 «Лопатка сопловая 1 ст. ТВД» (моторокомплект, препарируемые термпарными каналами).

Указанные заготовки деталей применены в конструкции опытных и серийных изделий разработки АО «ОДК-Авиадвигатель» авиационной (ПД-14, ПД-35) и наземной (малоэмиссионная камера сгорания (МЭКС) двигателя ПС-90ГП-2М) тематики. Детали прошли стендовые и огневые испытания в составе газогенераторов и полноценных изделий.

Деталь «Завихритель» СЛ100-03-293 для двигателя ПД-14 из синтезированного методом СЛС ЭП648-ПС поставляется серийно.

На основании комплекса исследований и статистических данных, описанных в диссертационной работе Евгенова А.Г., совместно с АО «ОДК-Авиадвигатель» разработаны и выпущены нормативные документы, используемые в рамках серийного и опытного производства АО «ОДК-Авиадвигатель» и АО «ОДК-ПМ», включая:

- технические условия ТУ08.289 «Заготовки фасонные, полученные методом селективного лазерного сплавления. Технические условия»;
- руководящий технический материал РТМ08.104 «Классификатор дефектов заготовок деталей, изготовленных методом селективного лазерного сплавления»;

– ТИ 1.595-16-1541-2021 «Метод оценки изменения механических свойств и пористости синтезированного материала в зависимости от цикличности использования металлопорошковых композиций».

– ТУ08.289 и РТМ08.104 применяются в условиях серийного и опытного аддитивного производства АО «ОДК-Авиадвигатель» и АО «ОДК-ПМ».

– ТИ 1.595-16-1541-2021 прошла верификацию в условиях АО «ОДК-Авиадвигатель».

Заместитель главного инженера по
аддитивным технологиям



Аксенов А.Г.

Заместитель главного металлурга по
композиционным материалам –
начальник отдела



Бояршинов М.В.

Начальник отдела аддитивных
технологий ОАТ



Ханипов Э.Ф.

Начальник бюро материалов для
аддитивных технологий ОКМ ОГМ



Зиганшин И.Р.