

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

На правах рукописи

Неруш Святослав Васильевич

ЖАРОПРОЧНЫЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ ДЛЯ
СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ:
особенности химического состава, структуры, механических и прочностных
характеристик

Научная специальность
2.6.17. Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени кандидата
технических наук

Научный руководитель:
д.т.н., профессор, академик РАН
Каблов Е.Н.

Москва – 2026

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	6
ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	13
1.1 Аддитивные технологии	13
1.2 Жаропрочные сплавы на основе никеля и их промышленное применение	15
1.3 Явление ползучести в жаропрочных никелевых сплавах	18
1.3.1 Уравнение ползучести и влияние температуры и напряжения на процесс ползучести	19
1.3.2 Типичные механизмы ползучести	21
1.3.3 Определение параметров ползучести и поведения при разрушении	26
1.4 Механизмы упрочнения в никелевых жаропрочных сплавах	31
1.5 Получение никелевых жаропрочных сплавов методами АТ	33
1.6 Мировой опыт в области материалов, проектирования и текущих проблем аддитивного производства.....	37
1.7 Отечественный опыт разработки жаропрочных никелевых сплавов для селективного лазерного сплавления	47
1.8 Выводы по литературному обзору и постановка задач диссертационной работы	51
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	53
2.1 Материалы исследования.....	53
2.1.1 Порошковые материалы.....	53
2.1.2 Термодинамическое моделирование	54
2.2 Изготовление образцов методом селективного лазерного сплавления.....	54
2.3 Термическая обработка	54
2.4 Методы структурных исследований	55
2.4.1 Подготовка образцов для металлографических исследований.....	55
2.4.2 Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ)	56
2.4.3 Дифракция обратно рассеянных электронов (EBSD).....	56

2.4.4 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).....	57
2.5 Методы механических испытаний	57
2.5.1 Испытания на кратковременное одноосное растяжение.....	57
2.5.2 Испытания на ползучесть.....	58
2.5.3 Испытания на длительную прочность	59
2.6 Статистическая обработка результатов	59
ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА КРИТЕРИЯ ТРЕЩИНСТОЙКОСТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖС1 ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ	60
3.1 Выбор и обоснование системы легирования экспериментального состава жаропрочного сплава	60
3.1.1 Постановка задачи: необходимость проектирования сплавов для аддитивного производства.....	60
3.1.2 Существующие подходы к оценке трещиностойкости и их ограничения	61
3.1.3 Выбор сплава IN939 как базовой системы легирования	62
3.1.4 Обобщённый критерий трещиностойкости E	63
3.1.4.1 Идея и структура модели	63
3.1.4.2 Определение критерия E	63
3.1.4.3 Функционал пластической релаксации	65
3.1.4.4 Функционал накопления дефектов	66
3.1.5 Валидация модели	68
3.1.5.1 Валидационная выборка.....	69
3.1.5.2 Результаты калибровки и сравнительная эффективность	69
3.1.5.3 Анализ чувствительности	71
3.1.8 Результат оптимизации и экспериментальная верификация	73
3.2 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 методом сканирующей электронной микроскопии	74
3.3 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 методом просвечивающей электронной микроскопии	114

3.3.1 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 в состоянии после синтеза	117
3.3.2 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 после полной термической обработки.....	128
3.4 Влияние режима термической обработки и ориентации построения на температурные зависимости кратковременных механических свойств	137
3.4.1 Температурные зависимости предела прочности и текучести	141
3.4.2 Температурные зависимости относительного удлинения	145
3.5 Кинетика ползучести, модели прочности и длительная прочность жаропрочного никелевого сплава ВЖС1	149
3.5.1 Кинетика ползучести и модели прочности жаропрочного никелевого сплава ВЖС1	151
3.5.2 Модель длительной прочности жаропрочного никелевого сплава ВЖС1	163
3.5.2.1 Условия испытаний и структура экспериментального массива	164
3.5.2.2 Диаграммы напряжение-время до разрушения и оценка разброса результатов	165
3.5.2.3 Связь длительной прочности с параметрами ползучести	167
3.5.2.4 Изотермические кривые длительной прочности и показатель чувствительности к напряжению	168
3.5.2.5 Обобщённая модель длительной прочности.....	170
3.5.2.7 Изохронные кривые длительной прочности	176
3.6 Общие выводы к главе 3	177
ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫСОКОУПРОЧНЁННОГО ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖС3 ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ.....	189
4.1 Обратное проектирование высокоупрочнённого сплава ВЖС3 на основе критерия Ξ	189
4.1.1 Постановка обратной задачи: от целевых свойств к составу.....	189
4.1.2 Физические ограничения при $f_{y'} > 50\%$	190

4.1.3	Стратегия обратного проектирования	191
4.1.4	Процедура многокритериальной оптимизации	192
4.1.5	Расчётные параметры сплава ВЖСЗ и его положение на валидационной диаграмме	193
4.1.6	Экспериментальная верификация	194
4.2	Микроструктура синтезированного материала ВЖСЗ	195
4.3	Кратковременные механические свойства сплава ВЖСЗ	197
4.4	Длительная прочность сплава ВЖСЗ	199
4.5	Общие выводы к главе 4	202
ГЛАВА 5. АПРОБАЦИЯ РАЗРАБОТАННЫХ СПЛАВОВ И ВНЕДРЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ РАБОТЫ		205
5.1	Постановка задачи апробации	205
5.2	Изготовление заготовки детали «Крыльчатка турбины» из сплава ВЖС1 и её натурные испытания	206
5.3	Методики контроля заготовки после натуральных испытаний	207
5.4	Результаты исследования заготовки после натуральных испытаний	208
5.4.1	Визуальный осмотр и капиллярный контроль	208
5.4.2	Цифровая радиография	210
5.4.3	Контроль геометрии методом лазерного 3D-сканирования.....	211
5.5	Внедрение результатов работы.....	212
5.6	Общие выводы к главе 5	213
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....		215
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ		217

ВВЕДЕНИЕ

Повышение эффективности газотурбинных двигателей (ГТД) нового поколения является стратегической задачей отечественной авиационной промышленности, определяющей конкурентоспособность российского авиадвигателестроения на мировом рынке. В контексте создания перспективного двухконтурного турбореактивного двигателя ПД-26, разрабатываемого АО «ОДК-Авиадвигатель», возникла принципиально новая научно-техническая задача - обеспечение работоспособности рабочих лопаток и сопловых аппаратов турбины низкого давления (ТНД) при рабочих температурах 800–1000 °С, изготовленных с применением аддитивных технологий, выбор которых обусловлен комплексом преимуществ, недоступных при литье по выплавляемым моделям.

Технология селективного лазерного сплавления (СЛС) позволяет кардинально сокращать технологический цикл изготовления деталей, исключая, в том числе, сварные соединения - источники потенциальных дефектов, снижать расход материала (buy-to-fly ratio <1,5 для СЛС против 5–10 для литья с механической обработкой), а также сокращать время от проектирования до готового изделия с месяцев до дней. Для программы ПД-26 это означает возможность итеративной оптимизации конструкции лопаток на этапе стендовых испытаний без изготовления дорогостоящей литейной оснастки.

По результатам анализа мирового и отечественного опыта по опробованию применения литейных сплавов (с объемной долей γ' -фазы до 70 %) применительно к аддитивной технологии СЛС был выявлен основной недостаток – образование в структуре синтезированного материала недопустимых дефектов в виде трещин, что приводит к низким значениям механических свойств, в частности по показателю длительной прочности, что свидетельствуют о том, что жаропрочные литейные сплавы принципиально не совместимы с условиями быстрой кристаллизации при СЛС (10^5 - 10^6 К/с).

Описанное выше определяет необходимость создания нового класса жаропрочных никелевых сплавов, спроектированных с учетом особенностей формирования структуры в процессе синтеза. В отечественной практике такая задача является новаторской, важность которой подчеркивается Дорожной картой по разработке и внедрению новых жаропрочных никелевых сплавов применительно к изготовлению заготовок рабочих лопаток и сопловых аппаратов ТНД двигателя ПД-35(26) методом СЛС, утвержденной академиком РАН Иноземцевым А.А.

Таким образом, крайне актуальной задачей является определение направлений создания таких новых никелевых сплавов для аддитивных технологий с целью обеспечения высокого комплекса физико-механических свойств при повышенных температурах.

Актуальность диссертационной работы подтверждается ее выполнением в рамках следующих проектов:

1. Дорожная карта «По разработке и внедрению нового жаропрочного никелевого сплава применительно к изготовлению заготовок рабочих лопаток и сопловых аппаратов ТНД двигателя ПД-35(26) методом селективного лазерного сплавления» с АО «ОДК-Авиадвигатель».

2. НИР «Исследование и разработка экспериментальных составов новых жаропрочных никелевых сплавов применительно к изготовлению рабочих лопаток и сопловых аппаратов ТНД методом селективного лазерного сплавления», шифр ССВ-253 в рамках Программы деятельности предприятия на 2024 – 2025 гг.

Целью диссертационной работы является установление критерия трещиностойкости, особенностей химического состава, структуры, прочностных характеристик и разработка новых жаропрочных никелевых сплавов с объемной долей γ' -фазы от 35 до 70 % для применения в аддитивной технологии селективного лазерного сплавления.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Установление критерия трещиностойкости жаропрочных никелевых сплавов с высокой объемной долей γ' -фазы от 35 до 70 % применительно к технологии селективного лазерного сплавления, позволяющего нивелировать склонность сплава к образованию трещин путем оптимизации химического состава с учетом достижения высокой длительной прочности синтезированного материала после газостатической и термической обработок на уровне близком к литому сплаву-аналогу.

2. Исследование особенностей химического состава и разработка новых жаропрочных никелевых сплавов с рабочей температурой до 900 °С и 1000 °С с помощью установленного критерия трещиностойкости для изготовления статорных и роторных деталей турбин методом селективного лазерного сплавления.

3. Исследование влияния селективного лазерного сплавления, газостатической и термической обработки на структуры и прочностные характеристики в интервале температур от 20 до 1000 °С для новых синтезированных жаропрочных никелевых сплавов марок ВЖС1 и ВЖС3.

4. Исследование деформационного поведения новых синтезированных жаропрочных никелевых сплавов марок ВЖС1 и ВЖС3 в интервале температур от 800 до 1000 °С при испытаниях на высокотемпературную ползучесть с оценкой действующих механизмов упрочнения.

5. Установление зависимостей параметра Ларсона–Миллера для новых синтезированных жаропрочных никелевых сплавов марок ВЖС1 и ВЖС3 в интервале температур от 800 °С до 1000 °С в сравнении с промышленными марками никелевых сплавов, применяемых в технологиях аддитивного производства.

Научная новизна

1. Предложен обобщённый критерий трещиностойкости E для жаропрочных никелевых сплавов, получаемых методом селективного

лазерного сплавления, объединяющий в едином безразмерном функционале три механизма растрескивания с учётом химического состава и кинетики выделения γ' -фазы: кристаллизационные (горячие), холодные и ликвационные трещины. Подтверждена применимость предложенного критерия E для оптимизации химического состава и создания новых жаропрочных никелевых сплавов с объемной долей γ' -фазы от 35 до 70 % не склонных к образованию трещин при селективном лазерном сплавлении.

2. Установлен эффект подавления зародышеобразования избыточной γ' -фазы в пересыщенной метастабильной субструктуре сплава ВЖС1, сформированной в процессе селективного лазерного сплавления, обусловленный влиянием высоких скоростей кристаллизации микрообъемов ванны расплава и широкой однофазной областью существованию γ -твердого раствора, способствующий предотвращению образования трещин.

3. Установлено формирование двойников отжига в структуре рекристаллизованных зерен синтезированного сплава ВЖС1 после полной термической обработки, способствующих повышению уровня сопротивления ползучести, при этом в сплаве доминирует дислокационный механизм ползучести с выраженным вкладом γ' -фазы и карбидов в упрочнение, что определяют полученные значения степенного показателя напряжения $n = 6,24$ и эффективной энергии активации ползучести $Q_c \approx 613$ кДж/моль.

4. Установлено бимодальное распределение γ' -фазы в синтезированных сплавах ВЖС1 и ВЖС3 после полной термической обработки, что определяет высокий уровень механических свойств во всем интервале рабочих температур. При этом для сплава ВЖС1 первичные и вторичные частицы γ' -фазы имеют исключительно округлую форму, тогда как для сплава ВЖС3 – первичная γ' -фазы имеет кубоидную морфологию, что обусловлено различным содержанием объемной доли γ' -фазы и различными значениями мисфита.

Практическая значимость работы:

1. Создан новый жаропрочный никелевый сплав марки ВЖС1 с рабочей температурой до 900 °С (механические свойства при 20 °С $\sigma_B = 1446$ МПа, $\sigma_{0,2} = 959$ МПа, $\delta = 19,3$ %, при 900 °С $\sigma_B = 504$ МПа, $\sigma_{0,2} = 469$ МПа, $\delta = 9,7$ %, $\sigma_{100}^{800} = 420$ МПа), превосходящий по уровню свойств все отечественные жаропрочные сплавы, применяемые в технологии селективного лазерного сплавления, заявка на изобретение № 2026105665 от 03.03.2026 г.

2. Создан высоколегированный жаропрочный никелевый сплав марки ВЖС3 с объемной долей γ' -фазы 63-67 % и рабочей температурой до 1000 °С (механические свойства при 20 °С: $\sigma_B = 1354$ МПа, $\sigma_{0,2} = 876$ МПа, $\delta = 24,5$ %, при 1000 °С: $\sigma_B = 446$ МПа, $\sigma_{0,2} = 340$ МПа, $\delta = 6,2$ %, $\sigma_{100}^{1000} = 130$ МПа), не имеющий прямых аналогов для технологии селективного лазерного сплавления, заявка на изобретение № 2026105667 от 03.03.2026 г.

3. Разработаны технологические параметры селективного лазерного сплавления металлопорошковой композиции жаропрочного никелевого сплава марки ВЖС1, выпущена ТР 1.2.3195-2025. Разработаны режимы газостатической и термической обработки сплава ВЖС1, выпущена ТР 1.2.3196-2025.

4. Разработаны технологические параметры селективного лазерного сплавления металлопорошковой композиции жаропрочного никелевого сплава марки ВЖС3, выпущена ТР 1.2.3236-2026. Разработаны режимы газостатической и термической обработки сплава ВЖС3, выпущена ТР 1.2.3239-2026.

5. Проведены огневые стендовые испытания крыльчатки турбины из жаропрочного никелевого сплава ВЖС1 в составе малоразмерного газотурбинного двигателя тягой 80 кгс разработки ОАО «ЛИИП им. Гризодубовой В.С.» По результатам испытаний составлен Акт об опробовании и внедрении, принято решение о применении разработанного сплава в серийном изготовлении турбин.

6. В АО «ОДК-Авиадвигатель» проведен комплекс механический испытаний на растяжение, длительную прочность и многоцикловую усталость синтезированного жаропрочного никелевого сплава ВЖС1 с расчетом ресурса работы рабочих лопаток и сопловых аппаратов турбины низкого давления двигателя ПД-26. По результатам испытаний составлен Акт о внедрении с заключением главного конструктора о возможности применения разработанного сплава для изготовления рабочих лопаток и сопловых аппаратов турбины низкого давления двигателя ПД-26 по технологии селективного лазерного сплавления.

Теоретическую значимость имеет предложенный обобщенный критерий трещиностойкости E жаропрочных никелевых сплавов при селективном лазерном сплавлении, позволяющий выполнить корректировку химического состава для повышения технологичности и снижения склонности сплава к образованию трещин в неравновесных высокоскоростных условиях кристаллизации микрообъемов ванны расплава.

Положения, выносимые на защиту:

1. Обобщенный критерий трещиностойкости E и подходы к оптимизации химического состава жаропрочных никелевых сплавов с объемной долей γ' -фазы от 35 до 70 % для селективного лазерного сплавления.
2. Закономерности влияния газостатической и термической обработки синтезированных жаропрочных никелевых сплавов марок ВЖС1 и ВЖС3 на эволюцию структуры и механических свойства при испытаниях на растяжение и длительную прочность в интервале температур до 1000 °С.
3. Взаимосвязь микроструктуры, длительной прочности и действующих механизмов ползучести жаропрочного никелевого сплава ВЖС1.

Личный вклад автора состоит в выполнении всех этапов диссертационного исследования, включающих анализ научно-технической литературы, участие в оптимизации химического состава, комплексному исследованию синтезированного материала жаропрочных никелевых сплавов

ВЖС1 и ВЖС3, обработку и анализ полученных экспериментальных данных, в том числе разработку необходимой научно-технической документации, написание научных публикаций и выступление с докладами на научных конференциях.

Достоверность полученных результатов и выводов в диссертационной работе подтверждается использованием аттестованного оборудования, применением установленных методов исследований и испытаний в соответствии с требованиями ГОСТ и международных стандартов, апробацией результатов работы с проведение испытаний в отраслевых институтах и предприятиях разработчиков изделий авиационной техники.

Апробация результатов работы. Основные результаты работы докладывались и обсуждались на следующих научно-технических конференциях: III Международный форум новых материалов, химии и технологий, круглый стол в рамках выставки «Металлообработка-2026» и XVIII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «Тестмат».

Публикации. По теме диссертации опубликовано 7 научных работ, из них 6 – в изданиях, входящих в перечень ВАК при Минобрнауки России, получен 1 патент и поданы 2 заявки на изобретения Российской Федерации.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка литературы, приложения. Содержит 237 страниц машинописного текста, в том числе 69 рисунков и 14 таблиц. Список литературы включает 154 источник.

ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Аддитивные технологии

Аддитивные технологии – это методы послойного формирования деталей из порошковых или проволочных материалов по трёхмерной цифровой модели. В отличие от традиционных подходов, основанных на удалении материала (литьё или деформация с последующей механической обработкой), здесь деталь строится последовательным наплавлением тонких слоёв. Благодаря этому снижается расход материала, уменьшается число технологических операций и становится возможным изготовление деталей сложной геометрии, недоступной традиционным методам.

Первые системы 3D-печати из полимеров появились в 1980-х годах. Аддитивное производство из металлических порошков началось в 1990-х годах [1–3]. С тех пор номенклатура обрабатываемых материалов существенно расширилась – от углеродистых сталей до титановых и никелевых сплавов, – а характеристики оборудования (мощность лазера, скорость сканирования, размер рабочей зоны) позволили перейти от прототипирования к серийному производству деталей [3].

Несмотря на это, применительно к никелевым жаропрочным сплавам – основному классу конструкционных материалов для горячего тракта газотурбинных двигателей – аддитивные технологии изучены недостаточно: закономерности формирования микроструктуры и механического поведения при СЛС существенно отличаются от характерных для литых и деформированных материалов.

Основными аддитивными методами для таких сплавов являются:

- селективное лазерное сплавление (СЛС),
- селективное электронно-лучевое сплавление (СЭЛС),

при этом СЛС является отраслевым стандартом.

При СЛС изделие формируется послойно на подложке: лазерный луч избирательно расплавляет частицы металлического порошка, распределённого тонким слоем (20–100 мкм) по рабочей платформе. После сплавления очередного слоя платформа опускается на толщину слоя, и гребёнка или ролик наносит новый слой порошка.

СЭЛС основан на тех же принципах послойного синтеза, но источником энергии служит высокоэнергетический электронный пучок, процесс проводится в вакууме. Рабочая температура подложки при СЭЛС существенно выше (до 1100 °С против ~200 °С при СЛС), что снижает уровень остаточных напряжений, но укрупняет зёрнистую структуру и ограничивает разрешение по геометрии.

Объём мирового рынка аддитивных технологий в период 2009–2020 гг. вырос с 1 до 12 млрд долларов США и, по прогнозам, превысит 50 млрд долларов к 2030 г., что соответствует среднегодовому приросту более 15 %. Объём производства готовых деталей (в отличие от прототипов) к 2030 г. ожидается в семь раз выше уровня 2020 г. [4–6].

Применительно к газотурбинным двигателям (ГТД) аддитивные технологии дают возможность изготовить деталь с минимальным числом сборочных узлов, оптимизировать внутренние каналы охлаждения и снизить массу конструкции. Siemens, General Electric (GE), Pratt & Whitney, Rolls-Royce и другие ведущие двигателестроительные компании используют СЛС при производстве элементов камеры сгорания, сопловых аппаратов и топливных форсунок.

Siemens в 2018 г. представила горелку газовой турбины SGT-700, изготовленную СЛС с применением топологической оптимизации, за счёт более совершенной системы охлаждения удалось снизить рабочую температуру детали и увеличить её ресурс [7]. К 2021 г. компания GE изготовила более 100 000 топливных форсунок по технологии СЛС для авиационного двигателя LEAP (устанавливается на Airbus A320neo, Boeing 737 MAX, COMAC C919). Аддитивный вариант форсунки выполнен как

единая деталь вместо сборки из 20 элементов, при этом на 25 % легче, в пять раз прочнее по ресурсу и на 30 % дешевле серийного аналога [8].

Двигатель Advanced Turboprop (АТР) для самолёта Beechcraft Denali выполнен GE на основе 12 аддитивных деталей взамен 855 сборочных единиц традиционного производства. В итоге более трети объёма двигателя получено СЛС, расход топлива снижен на 20 %, мощность повышена на 10 % [9].

Перспективные направления применения аддитивных технологий в газотурбостроении - детали для повышенных температур и нагрузок, оптимизация систем охлаждения сопловых аппаратов и рабочих лопаток, узлы камер сгорания водородных турбин, ремонт и восстановление лопаток. Большинство этих компонентов выполняется из никелевых жаропрочных сплавов с высокой объёмной долей γ' -фазы, работа с которыми при СЛС сопряжена с существенными технологическими ограничениями. Снятие этих ограничений требует развития методологии проектирования сплавов, учитывающей специфику послойного синтеза.

1.2 Жаропрочные сплавы на основе никеля и их промышленное применение

Никелевые жаропрочные сплавы - основной класс конструкционных материалов для горячего тракта газотурбинных двигателей авиационного и наземного применения. Эти сплавы сохраняют высокие прочностные характеристики, сопротивление ползучести, окислительную и коррозионную стойкость при длительной эксплуатации в интервале температур 600–1100 °С. Конструктивной основой служит γ -твёрдый раствор с гранцентрированной кубической (ГЦК) решёткой, упрочнённый дисперсными когерентными выделениями интерметаллидной γ' -фазы [10–11].

Состав современных никелевых жаропрочных сплавов включает, помимо никеля, хром, кобальт, алюминий, титан, тантал, молибден, вольфрам, ниобий, рений, а также микролегирующие добавки – углерод, бор, цирконий,

гафний. Каждый из этих элементов выполняет в структуре сплава определённую функциональную роль (таблица 1.1), а их совместное действие формирует многофазную микроструктуру, включающую γ -твёрдый раствор, γ' -фазу, карбиды разных типов и минорные фазы.

Различные элементы и их функциональные роли в никелевых жаропрочных сплавах приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Влияние легирующих элементов на никелевые жаропрочные сплавы [10]

Эффект	Легирующие элементы
Твердорастворное упрочнение	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re
Образование карбидов типа MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
Образование карбидов типа M_7C_3	Cr
Образование карбидов типа $M_{23}C_6$	Cr, Mo, W
Образование карбидов типа M_6C	Mo, W, Nb
Образование карбонитридов M(CN)	C, N
Формирование γ' -фазы $Ni_3(Al, Ti)$	Al, Ti
Повышение температуры сольвуса γ' -фазы	Co
Замедление укрупнения γ' -фазы	Re
Повышение прочности при ползучести	B
Упрочнение границ зёрен	B, C, Zr, Hf
Повышение стойкости к окислению	Al, Cr, Y, La, Ce

Основу жаропрочности обеспечивает интерметаллидная γ' -фаза $Ni_3(Al, Ti)$. Фаза γ' имеет упорядоченную кристаллическую структуру типа $L1_2$ с гранецентрированной кубической решёткой, когерентной с γ -матрицей. В γ' -фазе атомы никеля занимают позиции в центрах граней, а атомы алюминия и титана - позиции в вершинах элементарной ячейки, образуя стехиометрическую формулу $Ni_3(Al, Ti)$. Несоответствие параметров решёток γ' - и γ -фаз (размерный мисфит $|\delta|$) не превышает 0,1–1 % в зависимости от системы легирования [12–13], это обеспечивает когерентное сопряжение фаз и низкую энергию межфазной границы, а значит - устойчивость γ/γ' -структуры при длительной высокотемпературной эксплуатации [11].

Дополнительный вклад в прочностные характеристики вносят твердорастворное упрочнение γ -матрицы тугоплавкими элементами (Mo, W, Ta, Re) и карбидная подсистема. Первичные карбиды типа MC, формирующиеся при кристаллизации, и вторичные карбиды типа $M_{23}C_6$, выделяющиеся при термической обработке и эксплуатации, закрепляют границы зёрен и ограничивают зернограничное скольжение при ползучести [10–11, 14].

Содержание тугоплавких элементов требует строгого контроля: их избыток ведёт к формированию топологически плотноупакованных фаз (ТПУ-фаз) – σ , μ , Laves, P, - которые резко снижают пластичность и сопротивление ползучести [10–11]. Ограничительным параметром служит среднее электронное число вакансий $N_{\bar{v}}$ (подход Морозуми–Юкавы), для подавления ТПУ-фаз требуется $N_{\bar{v}} < 2,45–2,50$.

Традиционными технологиями изготовления полуфабрикатов и деталей из никелевых жаропрочных сплавов являются точное литьё (для поликристаллических, направленно-закристаллизованных и монокристаллических лопаток) и обработка давлением с последующей механической обработкой (для дисков, валов, корпусных деталей). При обработке давлением коэффициент использования материала редко превышает 0,2–0,4, а изготовление сложнопрофильных деталей с внутренними полостями традиционными методами либо невозможно, либо требует многоступенчатой сборки со сварными соединениями.

Применительно к рабочим и направляющим лопаткам газовых турбин основной технологией серийного производства остаётся точное литьё по выплавляемым моделям из никелевых жаропрочных сплавов. Аддитивное производство методом СЛС рассматривается как способ расширить конструкторские возможности – реализовать внутренние каналы охлаждения сложной геометрии, сократить число сборочных операций, сократить номенклатуру заготовок. Массовое внедрение СЛС в производство лопаток,

однако, сдерживается ограниченной номенклатурой сплавов, пригодных для бездефектного синтеза.

1.3 Явление ползучести в жаропрочных никелевых сплавах

Ползучестью называют пластическую деформацию, накапливающуюся во времени при постоянном напряжении и температуре выше $0,4-0,5 T_{пл}$ ($T_{пл}$ – температура плавления). Типичная кривая ползучести промышленного сплава (рисунок 1.1) включает три стадии. Первичная ползучесть: скорость деформации снижается со временем по мере упрочнения материала дислокационными скоплениями. Вторичная (установившаяся) ползучесть: скорость деформации минимальна и постоянна, процессы упрочнения и возврата уравновешены. Третичная ползучесть: скорость деформации нарастает вследствие накопления дефектов - зарождения и роста пор на границах зёрен, коалесценции микротрещин, локализации деформации с формированием шейки - и завершается разрушением.

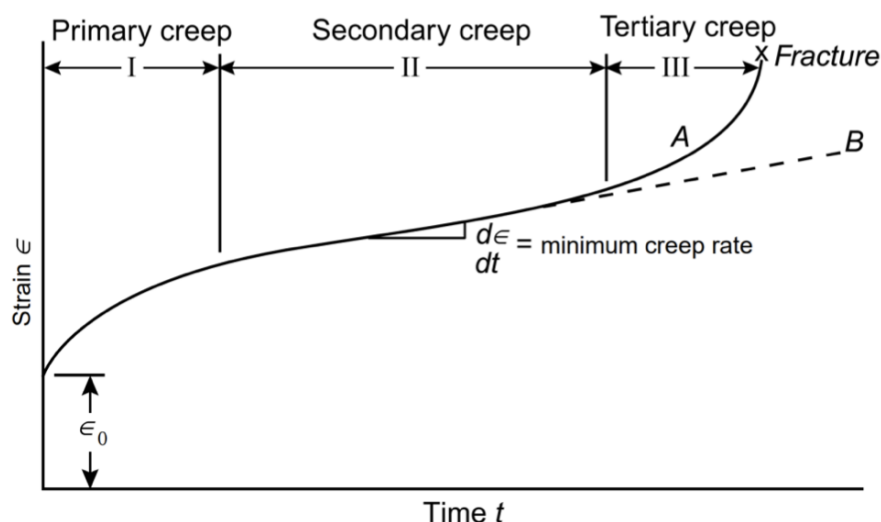


Рисунок 1.1 – Кривая «деформация - время» для типичного поведения промышленных сплавов при ползучести, показывающая три различных стадии ползучести [15]

1.3.1 Уравнение ползучести и влияние температуры и напряжения на процесс ползучести

Основным кинетическим параметром, описывающим поведение материала при ползучести, является минимальная скорость деформации $\dot{\epsilon}_{\min}$ на стадии установившейся ползучести.

В наиболее простой форме уравнение ползучести выражается законом Нортона [16], который записывается следующим образом [15]:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^n$$

где

A_1 – температурно-зависимая константа,

n – показатель степени прилагаемого напряжения, который зависит от материала и может изменяться в зависимости от активного механизма ползучести (например, около 5 для дислокационной ползучести и около 1 для диффузионной ползучести).

Деформация при ползучести определяется как напряжением, так и температурой, что показано на рисунке 1.2.

Влияние температуры на ползучесть при постоянном напряжении подчиняется уравнению Аррениуса, описывающему диффузионные процессы.

В этом случае скорость ползучести выражается как:

$$\dot{\epsilon} = A_2 e^{-\frac{Q_c}{RT}}$$

где A_2 - константа, зависящая от напряжения. влияние температуры и напряжения можно объединить и представить скорость ползучести в виде единого выражения [15]:

$$\dot{\epsilon} = A_3 e^{-\frac{Q_c}{RT}} \sigma^n$$

где

A_3 - константа, зависящая от материала,

Если предположить, что установившаяся скорость ползучести пропорциональна самодиффузии решётки (D_L), то уравнение состояния можно записать в упрощённой форме [15]:

$$\dot{\epsilon} = A_4 D \sigma^n = A_5 D \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n$$

где

A_4 и A_5 - константы, зависящие от свойств материала и микроструктурных характеристик, таких как размер зёрен,

D - коэффициент диффузии,

E - модуль упругости.

Обобщённая форма уравнения ползучести - уравнение Берда - Мукерджи - Дорна (Bird–Mukherjee–Dorn, BMD) - записывается в безразмерных переменных:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{DEb}{kT} \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \left(\frac{b}{d}\right)^p$$

$$\frac{\dot{\epsilon} kT}{D b E} = A \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \left(\frac{b}{d}\right)^p$$

Уравнение BMD объединяет влияние напряжения, температуры и структурных параметров (коэффициент диффузии, модуль сдвига, размер зерна, вектор Бюргера) в едином безразмерном соотношении и обеспечивает описание поведения материалов при ползучести в широком диапазоне условий.

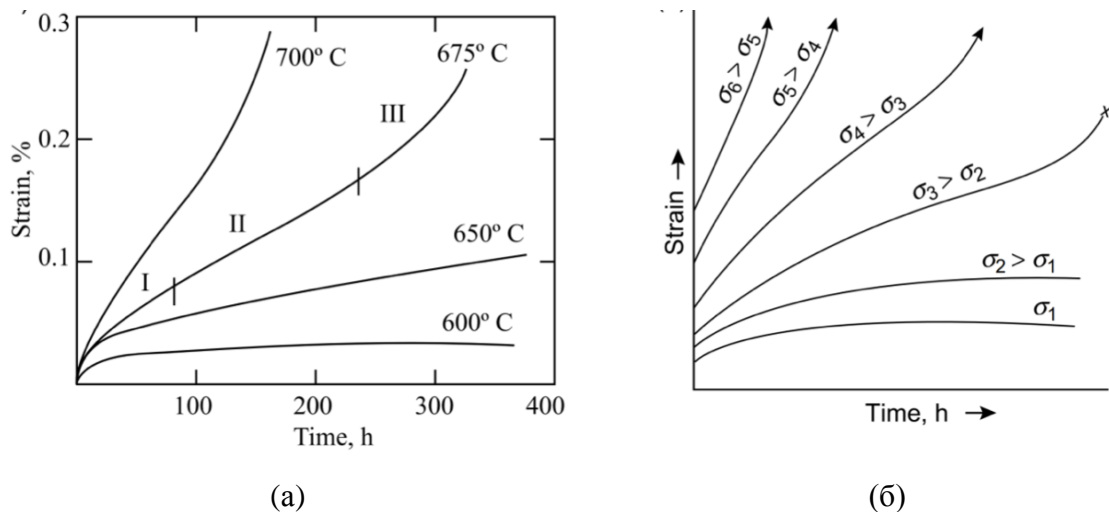


Рисунок 1.2 – (а) Влияние температуры на ползучесть, (б) Влияние напряжения на ползучесть [15]

1.3.2 Типичные механизмы ползучести

Деформация при ползучести в металлических сплавах реализуется через два класса механизмов - дислокационные (движение дефектов кристаллической решётки) и диффузионные (направленный массоперенос вакансий).

Карта механизмов деформации (рисунок 1.3) разграничивает области доминирования различных механизмов в координатах «нормированное напряжение σ/G - гомологическая температура T/T_m » (где G - модуль сдвига, T_m - температура плавления).

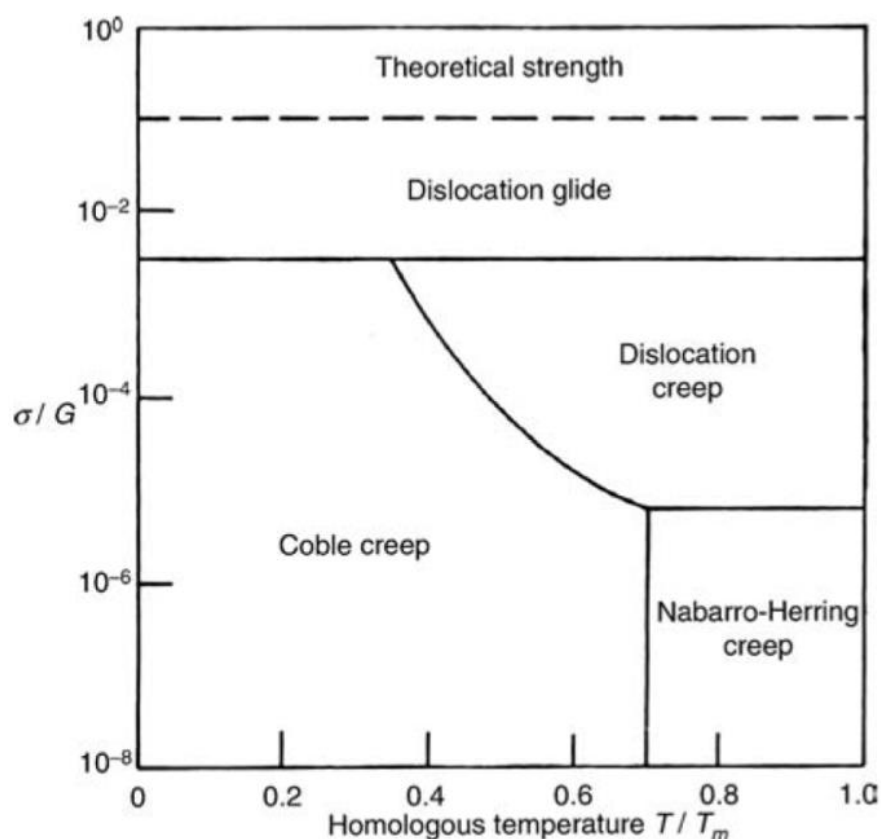


Рисунок 1.3 – Пример карты механизмов деформации при ползучести [15]

Дислокационная ползучесть обусловлена направленным движением дислокаций в кристаллической решётке. Источником новых дислокаций служит механизм Франка–Рида [17]. В модели Виртмана [18] элементарный акт пластической деформации складывается из двух стадий - скольжения дислокации по плоскости скольжения до встречи с препятствием и последующего переползания через препятствие с термически активированным испусканием или поглощением вакансий, лимитирующей стадией является переползание. Основной вклад в накопление пластической деформации вносит скольжение, тогда как переползание определяет скорость процесса в целом. На рисунке 1.4 схематически показан этот механизм: дислокации, зарождающиеся на источнике Франка–Рида, перемещаются по плоскости скольжения до препятствия, после чего происходит перерезание или обход препятствия, освобождающий источник для генерации следующей дислокации [15].

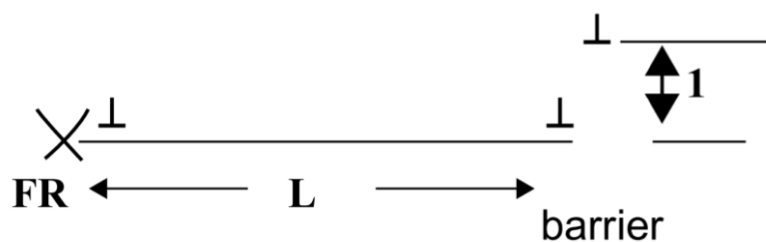


Рисунок 1.4 – Схематическое изображение движения дислокаций по механизму скольжения и перерезания [15]

Для чистых металлов и сплавов класса М (по классификации Шервуда, класс II) установившаяся ползучесть описывается степенным законом с показателем степени по напряжению $n \approx 4,5-5$ (рисунок 1.5 для чистого алюминия [19]). Минимальная скорость ползучести в степенной области имеет вид:

$$\dot{\varepsilon} = AD_L \sigma^{4.5}$$

При напряжениях выше некоторого порогового значения степенной закон нарушается (power-law breakdown): показатель n начинает расти экспоненциально с напряжением. Гарофало [20] предложил единое выражение, охватывающее обе области:

$$\dot{\varepsilon} = AD_L (\sinh(B\sigma))^n$$

В сплавах класса А (класс I по Шервуду) атомы замещения мигрируют к дислокациям при повышенных температурах и закрепляют их в «облаке Коттрелла», тормозя скольжение. Такие сплавы характеризуются показателем $n \approx 3$ [21].

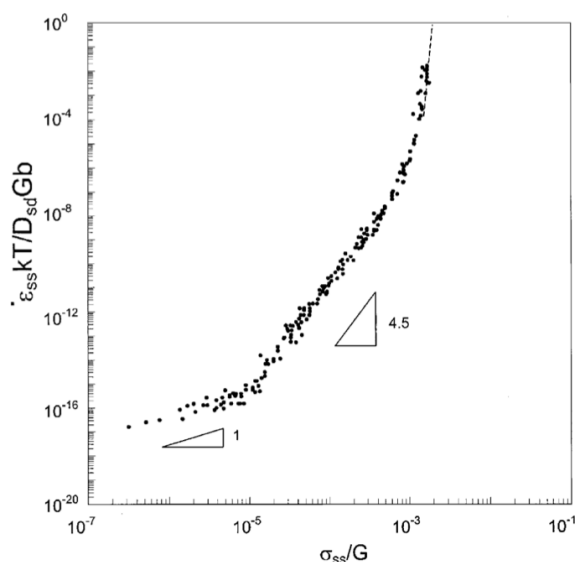


Рисунок 1.5 – Пример установившегося поведения при ползучести для чистого алюминия [19]

Диффузионная ползучесть реализуется за счёт направленного потока вакансий под действием поля напряжений - через объём зерна (механизм Набарро–Херринга) или вдоль межзёрренных границ (механизм Кобла). Теория объёмной диффузионной ползучести предложена Набарро в 1948 г. [22] и количественно развита Херрингом в 1950 г. [23], граничная диффузионная ползучесть описана Коблом в 1963 г. [24]. В обоих случаях границы зёрен рассматриваются как идеальные источники и стоки вакансий, а плотность решёточных дислокаций принимается низкой [15]. Приложенное растягивающее напряжение повышает равновесную концентрацию вакансий на границах, перпендикулярных оси нагружения, и снижает - на параллельных, что создаёт градиент концентрации и направленный диффузионный поток (рисунок 1.6). Скорость диффузионной ползучести пропорциональна σ/d^2 (Набарро–Херринг) или σ/d^3 (Кобл), где d - средний размер зерна.

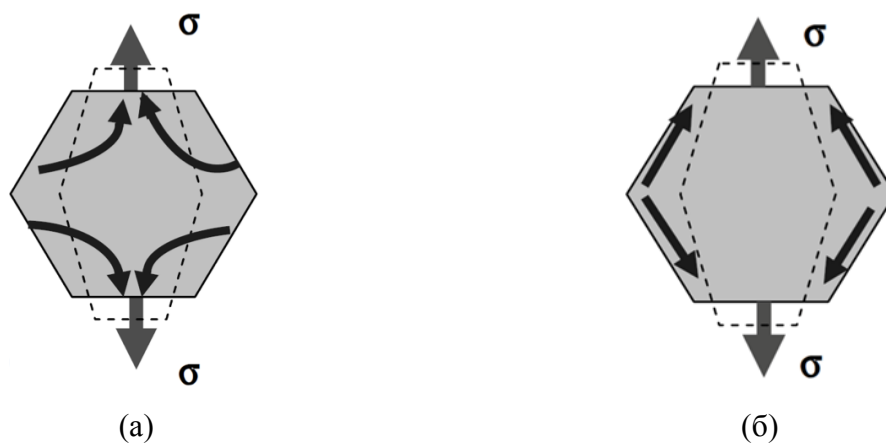


Рисунок 1.6 – Ползучесть за счёт массопереноса через матрицу в модели Набарро–Херринга (а) и вдоль границ зёрен в модели Кобла (б) [15]

Зернограничное скольжение реализуется за счёт относительного проскальзывания соседних зёрен вдоль межзёренных границ и сопровождается изменением формы зёрен. По данным Лэнгдона [25], механизм доминирует при $n \approx 2-3$, а скорость деформации пропорциональна σ/d , где d - размер зерна. Низкотемпературная ползучесть контролируется диффузией вдоль ядра дислокаций и чувствительна к плотности последних [15]. Харпер и Дорн [26] в 1957 г. описали механизм, проявляющийся в крупнозернистых материалах при высоких температурах и низких напряжениях: переползание дислокаций при напряжениях ниже критического уровня при практически постоянной плотности дислокаций, без её увеличения со временем [15, 27]. В таблице 1.2 приведены типичные значения энергии активации, показателя n и показателя по размеру зерна p для каждого механизма.

Таблица 1.2 – Сводная информация о различных механизмах ползучести и характерных значениях энергии активации, показателя степени по напряжению и показателя степени по размеру зерна для каждого из них [15].

Механизм	Q^*	n	P
Переползание краевых дислокаций	Q_L	5	0
Вязкое скольжение	Q_S	3	0
Зернограничное скольжение	Q_{GB}	2	2
Низкотемпературное переползание	Q_C	7	0
Ползучесть Харпера-Дорна	Q_L	1	0
Ползучесть Набарро-Херринга	Q_L	1	2
Ползучесть Кобла	Q_{GB}	1	3

* Q_L – энергия активации диффузии решётки, Q_S – энергия активации диффузии растворённых атомов, Q_{GB} – энергия активации зернограничной диффузии, Q_C – энергия активации диффузии по ядрам дислокаций

1.3.3 Определение параметров ползучести и поведения при разрушении

Идентификация действующего механизма ползучести в конкретном материале требует серии испытаний при различных температурах и напряжениях с последующим определением энергии активации и показателя степени по напряжению, входящих в уравнения состояния.

Методика определения параметров рассмотрена ниже на примере литого сплава IN738 [28–29] – базового материала для направляющих лопаток газотурбинных установок.

Энергия активации Q определяется из серии изотермических испытаний при постоянном напряжении и различных температурах. Построение зависимости $\ln \dot{\epsilon}_{min}$ от $1/T$ даёт прямую с угловым коэффициентом $-Q/R$ (рисунок 1.7 для литого IN738).

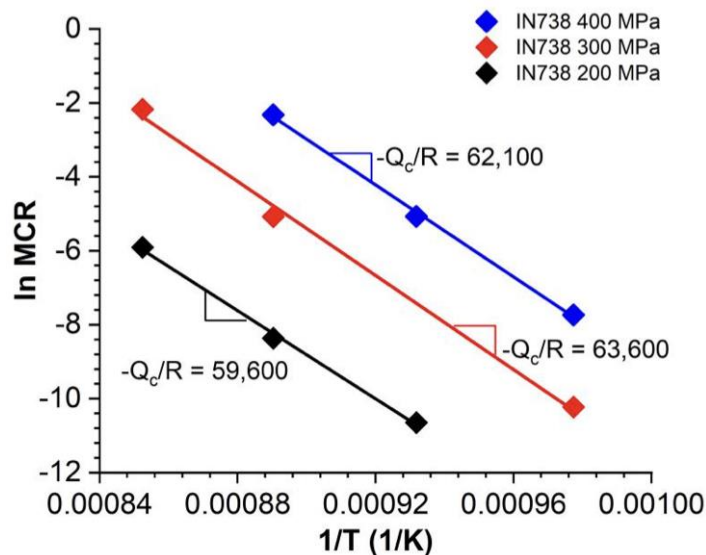


Рисунок 1.7 – Зависимость натурального логарифма установившейся скорости ползучести от обратной температуры ($1/T$) для литого сплава IN738

Показатель n определяется из серии изотермических испытаний при различных напряжениях. Для корректного сравнения данных, полученных при разных температурах, минимальная скорость ползучести нормируется на коэффициент решёточной самодиффузии D , вычисляемый по формуле:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q_c}{RT}\right)$$

где

D_0 - предэкспоненциальная константа для самодиффузии никеля (приблизительно $1.9 \times 10^{-4} \frac{\text{м}^2}{\text{с}}$) [30],

Q_c - энергия активации ползучести,

R - универсальная газовая постоянная,

T - абсолютная температура.

Для литого IN738 энергия активации ползучести составляет $Q \approx 590$ кДж/моль [28]. На рисунке 1.8 приведена зависимость нормированной скорости ползучести от напряжения. В области низких напряжений (80–200 МПа)

показатель $n \approx 4,7$ соответствует дислокационному переползанию в дисперсно-упрочнённых системах, при $\sigma > 200$ МПа n резко возрастает до $\sim 10,1$, что отвечает области нарушения степенного закона.

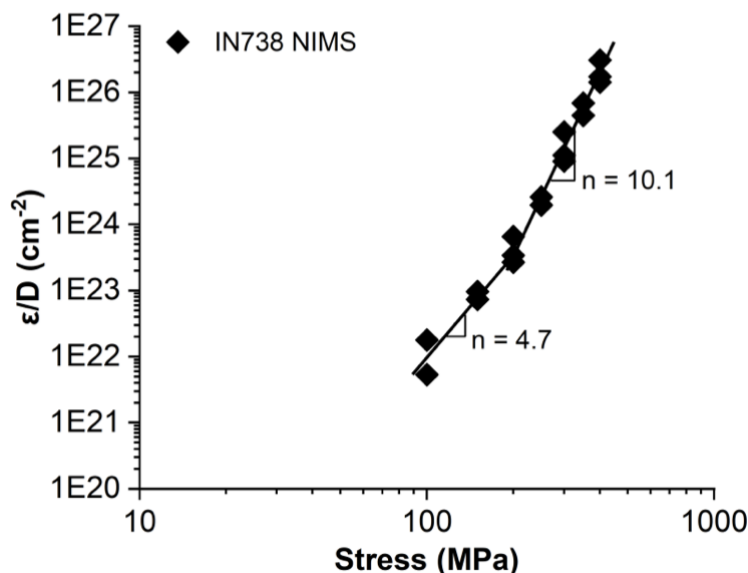


Рисунок 1.8 – Зависимость установившейся скорости ползучести, нормированной по коэффициенту диффузии, от напряжения для литого сплава IN738

Помимо кинетики деформации, для инженерных расчётов требуются данные о ресурсе материала. Испытания на длительную прочность проводят до полного разрушения образца при постоянной нагрузке и температуре.

Результаты испытаний представляют в виде изотермических зависимостей $\sigma(\tau)$ - напряжения от времени до разрушения. По этим данным проводят расчёт на допускаемые напряжения либо по критерию накопления 1 % деформации, либо по критерию разрушения для заданного ресурса эксплуатации.

Для обобщения массива данных во всём исследованном диапазоне температур и напряжений применяются параметрические методы.

Наибольшее распространение в инженерной практике получил параметр Ларсона–Миллера (Larson–Miller Parameter, LMP) [31]:

$$LMP = T \times [\log(t_R) + C]$$

где

T - температура, К,

t_R - время до разрушения, ч,

C - константа, зависящая от материала, обычно принимаемая равной 20 для никелевых жаропрочных сплавов.

На рисунке 1.9 представлены данные испытаний на ползучесть до разрушения для сплава IN738 и соответствующая зависимость по параметру Ларсона–Миллера.

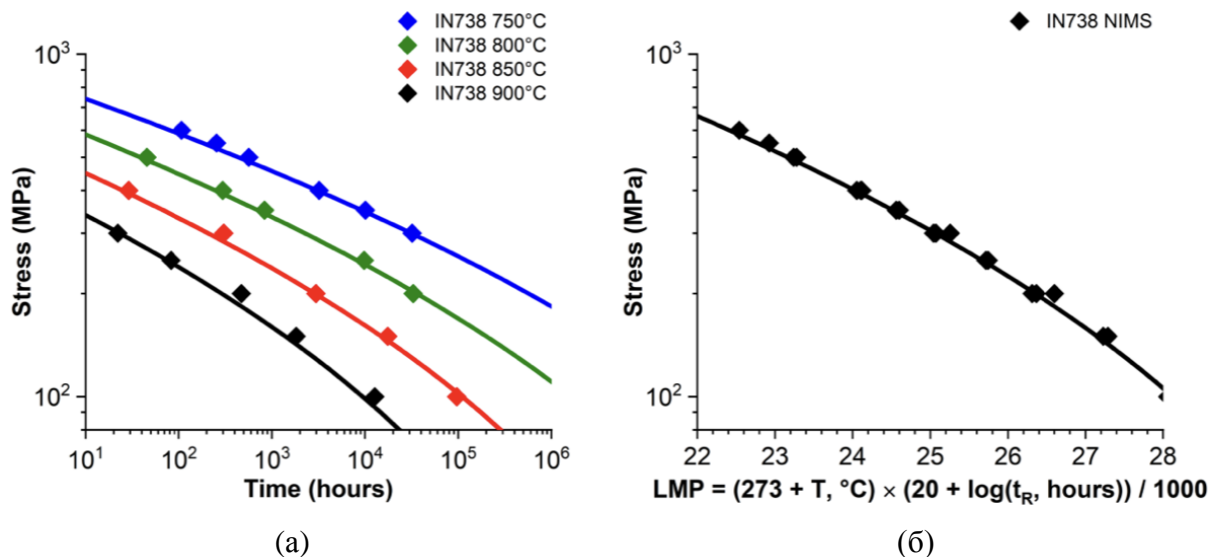


Рисунок 1.9 – Результаты измерения длительной прочности: зависимость напряжения от времени до разрушения при различных температурах (а) и соответствующее сравнение по параметру Ларсона–Миллера (б) для литого сплава IN738

Минимальная скорость ползучести и время до разрушения демонстрируют взаимосвязь, впервые установленную соотношением Монкмана–Гранта [32]:

$$\dot{\epsilon}_{MCR} \times t_R = C$$

где

$\dot{\epsilon}_{MCR}$ - минимальная скорость ползучести,

t_R - время до разрушения,

C - эмпирическая константа, зависящая от материала.

На рисунке 1.10 представлена зависимость Монкмана–Гранта для сплава IN738. Данное соотношение является весьма полезным инструментом для прогнозирования времени до разрушения компонентов, работающих при низких напряжениях и температурах, на основе результатов кратковременных испытаний при более высоких напряжениях и температурах. Главное преимущество этой эмпирической корреляции состоит в том, что время до разрушения в условиях эксплуатации можно предсказать, исходя из известной минимальной скорости ползучести, которая, в свою очередь, может быть определена из уравнений состояния ползучести при рабочих температурах и напряжениях.

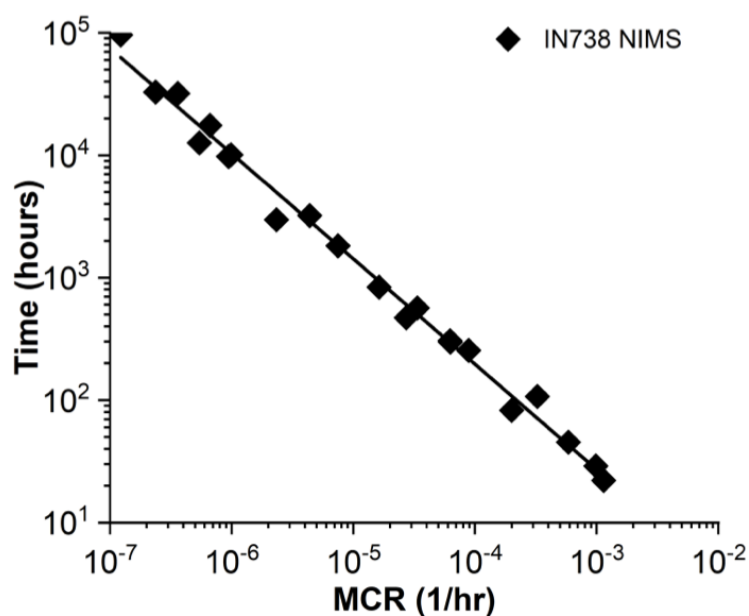


Рисунок 1.10 – Зависимость Монкмана–Гранта, показывающая связь между временем до разрушения и минимальной скоростью ползучести для сплава IN738

1.4 Механизмы упрочнения в никелевых жаропрочных сплавах

Высокий уровень жаропрочности современных никелевых сплавов обеспечивается совокупным действием нескольких механизмов упрочнения, нарастающим вкладом которых определяется сопротивление дислокационному движению и ползучести при высоких температурах.

Твердорастворное упрочнение γ -матрицы реализуется через введение элементов замещения (Co, Cr, Mo, W, Ta, Re), создающих поля упругих искажений кристаллической решётки и препятствующих движению дислокаций. Наибольший вклад в жаропрочность никелевых сплавов, однако, вносит дисперсионное упрочнение когерентными выделениями γ' -фазы.

Как показано выше, γ' -фаза упорядочена по типу $L1_2$, со стехиометрией $Ni_3(Al, Ti)$. Полная дислокация типа $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$ γ -матрицы при перерезании γ' -выделения создаёт антифазную границу (APB, anti-phase boundary) в упорядоченной подрешётке. Перерезание γ' -частиц поэтому реализуется только парами сверхдислокаций: первая создаёт APB, вторая (ведомая) типа $a/2 \langle 110 \rangle \{111\}$ её устраняет [11].

Характер взаимодействия сверхдислокационной пары с γ' -частицей определяется размером выделения, межчастичным расстоянием и энергией APB и реализуется по одному из двух механизмов:

- слабое сопряжение (weak pair coupling): при малых размерах выделений ($d < 20$ нм) пара сверхдислокаций не помещается в одной γ' -частице целиком, ведущая и ведомая дислокации находятся в разных частицах,
- сильное сопряжение (strong pair coupling): при крупных выделениях ведомая дислокация входит в γ' -частицу до выхода из неё ведущей, и обе дислокации перерезают частицу совместно [33].

Зависимость напряжения течения от размера γ' -выделений для обоих механизмов представлена на рисунке 1.11. Напряжение, необходимое для перерезания γ' -частиц сверхдислокациями, монотонно растёт с увеличением

размера частиц в области слабого сопряжения и снижается – в области сильного сопряжения.

Максимум упрочнения достигается в точке перехода от слабого сопряжения к сильному, соответствующий оптимальный размер γ' -частиц подтверждён экспериментально на ряде промышленных сплавов [34–36]. В работе Хайльмайера с соавт. [36] этот эффект исследован для сплава IN100.

Зависимость критического касательного напряжения, нормированного на $f_{V^{1/2}}$, от среднего эквивалентного диаметра d_{eq} частиц γ' для IN100 приведена на рисунке 1.12. Оптимум прочностных характеристик достигается при $d_{eq} \approx 100$ нм.

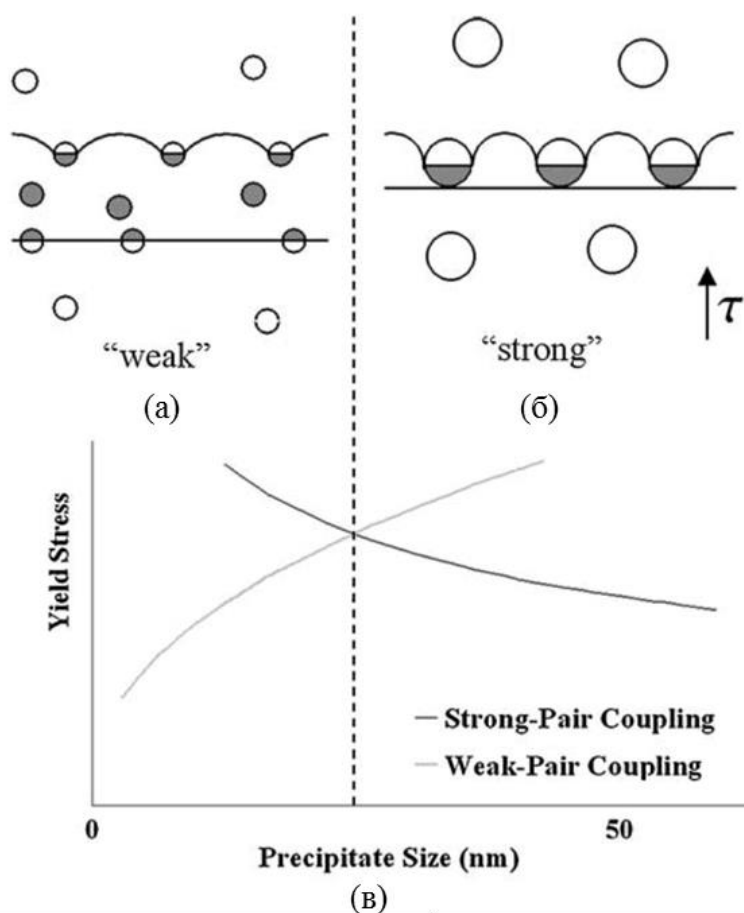


Рисунок 1.11 – (а) Структура дислокаций и выделений при слабом сопряжении пар, (б) структура дислокаций и выделений при сильном сопряжении пар, (в) относительная прочность для каждого механизма в зависимости от размера выделений [33]

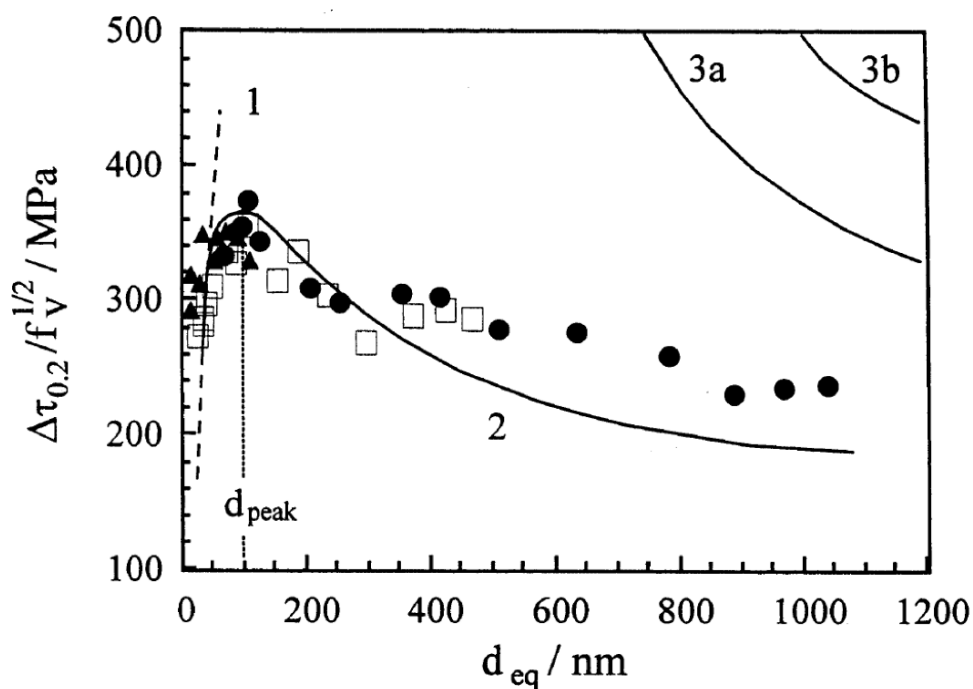


Рисунок 1.12 – Увеличение критического касательного напряжения, нормированного по объёмной доле фазы γ' ($f_V^{1/2}$), в зависимости от среднего эквивалентного диаметра частиц d_{eq} [36].

1.5 Получение никелевых жаропрочных сплавов методами АТ

Исходным материалом для СЛС служат сферические металлические порошки, получаемые газовой атомизацией (GA - Gas Atomization, VIGA - Vacuum Induction Gas Atomization), реже - водной или водовоздушной атомизацией. Метод атомизации заключается в диспергировании струи жидкого металла потоком газа или жидкости с последующим быстрым затвердеванием капель. Схемы наиболее распространённых процессов - газовой, водной и вакуумно-индукционной атомизации - приведены на рисунке 1.13.

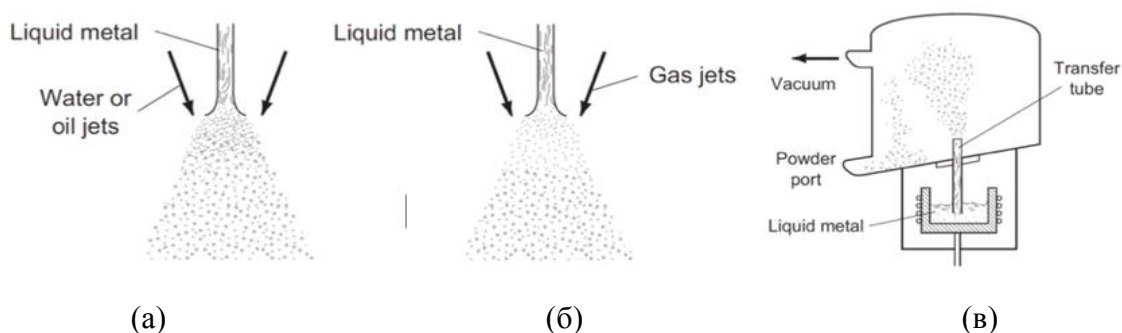


Рисунок 1.13 – (а) атомизация струями воды или масла, (б) атомизация газом, (в) вакуумно-газовая атомизация [10]

Альтернативные методы получения металлических порошков - механическое легирование, химическое и электрохимическое восстановление - для аддитивных технологий применяются редко [37]. Механическое легирование сохраняет значение преимущественно как способ введения дисперсных упрочняющих фаз в порошковую композицию перед синтезом - в частности, при получении методом селективного лазерного сплавления металлматричных композитов на основе жаропрочного никелевого сплава ВЖ159, упрочнённого наночастицами оксида иттрия, где равномерность распределения упрочняющей фазы обеспечивается именно операцией механического легирования [38]. Типичный гранулометрический состав порошка для СЛС никелевых жаропрочных сплавов лежит в интервале 15–63 мкм, для СЭЛС используются более крупные фракции 45–140 мкм [39–41].

Энгели с соавт. [42] показали, что вариации в методике получения, гранулометрическом составе и химическом составе порошка существенно влияют на склонность сплава IN738LC к растрескиванию при СЛС. В работе исследованы восемь партий порошков IN738LC, семь из которых получены газовой атомизацией, одна (порошок *f*) - водной. Основным интегральным критерием качества порошка авторы приняли коэффициент Хауснера (отношение насыпной плотности к утрясочной), характеризующий текучесть и внутреннее трение между частицами [43].

СЭМ-изображения частиц восьми исследованных партий и соответствующие поперечные сечения синтезированных образцов представлены на рисунке 1.14. Наилучшую текучесть (минимальный коэффициент Хауснера) показали партии *G* и *H*. Зависимость плотности трещин от содержания кремния в порошке подтвердила негативное влияние этого элемента на трещиностойкость синтезированного IN738LC [42, 44–45].

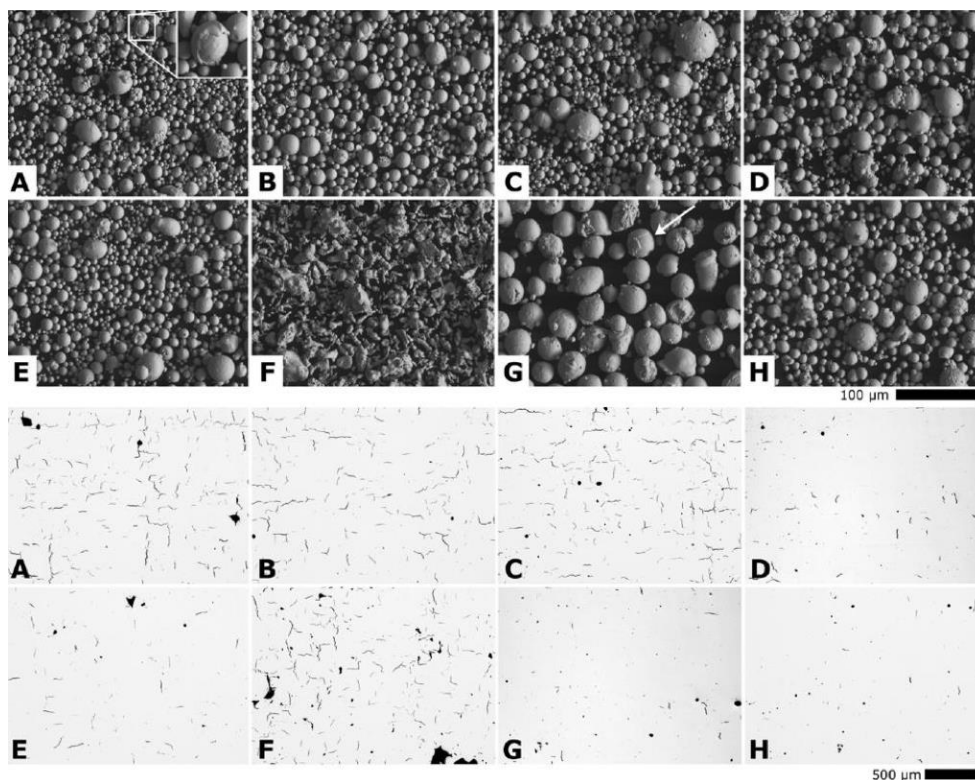


Рисунок 1.14 – Сравнение СЭМ-микрофотографий порошков (вверху) и соответствующих синтезированных образцов (внизу), демонстрирующих плотность трещин и пористость для сплава IN738LC [42]

Основными технологиями аддитивного производства никелевых жаропрочных сплавов являются селективное лазерное сплавление (СЛС) и селективное электронно-лучевое сплавление (СЭЛС). Качество синтезируемого материала определяется совокупностью технологических параметров - гранулометрическим составом порошка, мощностью источника энергии, скоростью сканирования, шагом штриховки, толщиной наносимого слоя, стратегией сканирования. Эта же совокупность параметров определяет качество поверхностного слоя и достижимую точность изготовления синтезируемых деталей. На примере высокохромистого жаропрочного никелевого сплава ЭП648 установлено, что высотные параметры шероховатости профиля Ra и Rz немонотонно зависят от скорости сканирования контура с выраженным минимумом, а ориентация детали относительно платформы построения определяет характер теплоотвода и, как следствие, достижимый квалитет получаемого размера, что в совокупности

задаёт технологические границы режимов для деталей ответственного назначения [46].

Плотность синтезированного материала выше 99 % при корректном подборе параметров процесса достигнута для большинства промышленных никелевых сплавов [47–50]. Ключевым интегральным параметром является объёмная плотность энергии E_V , рассчитываемая по формуле:

$$E = \frac{P}{v \times h \times t}$$

где

P - мощность лазера, Вт,

v - скорость сканирования, мм/с,

h - шаг между треками/интервал сканирования, мм,

t - толщина слоя, мм.

Для сплава IN718 была достигнута высокая плотность (>99%) при энергии лазера выше 4 Дж/мм², при этом значимого изменения пористости не наблюдалось даже при увеличении плотности энергии до 10 Дж/мм² [47]. Перевощикова [49] для IN738LC при мощности 270 Вт, скорости сканирования 1084 мм/с и шаге штриховки 0,09 мм ($E_V \approx 69$ Дж/мм³) получила плотный материал без видимой пористости. Варианты микроструктуры для разных сочетаний параметров процесса приведены на рисунке 1.15 [47, 49–50]. Повышение скорости сканирования при сохранении уровня плотности энергии требует пропорционального повышения мощности лазера и меняет морфологию зёрен: при низких скоростях формируются искривлённые колончатые зёрна, при повышенных - прямые направленные зёрна [51]. СЭЛС проводится при высокой температуре подложки (до 1100 °С), что снижает температурные градиенты и скорости охлаждения в ванне расплава и приводит к формированию более крупной зёрненной структуры по сравнению с СЛС.

СЭЛС-материалы характеризуются крупными столбчатыми зёрнами, вытянутыми вдоль направления построения, и в целом более крупной зёрненной структурой, чем синтезированные СЛС [40, 51–53]. Корректно подобранные параметры процесса для обеих технологий позволяют получить плотный материал без видимых трещин [42, 44–45, 47–50].

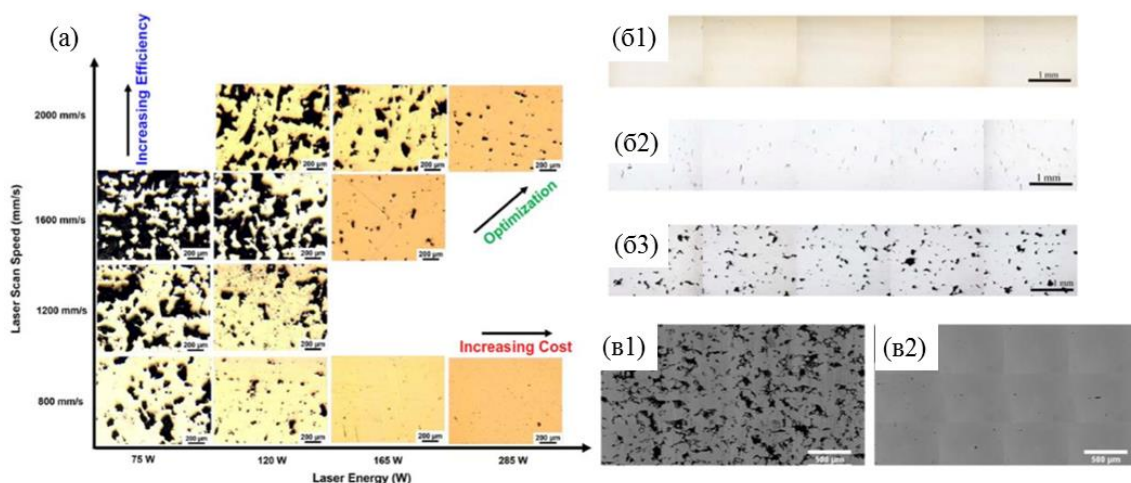


Рисунок 1.15 – (а) микроструктуры сплава IN718 при различных сочетаниях скорости сканирования лазера и плотности энергии [47], (б1) образец IN738LC, изготовленный при 270 Вт, 1084 мм/с и шаге 0,09 мм, (б2) образец IN738LC, изготовленный при 345 Вт, 850 мм/с и шаге 0,11 мм, (в) образец IN738LC, изготовленный при 295 Вт, 2250 мм/с и шаге 0,11 мм [49], (v1) образец IN625, построенный при $E = 0,5 \text{ Дж/мм}^2$, (v2) образец IN625, построенный при $E = 2,2 \text{ Дж/мм}^2$ [50]

1.6 Мировой опыт в области материалов, проектирования и текущих проблем аддитивного производства

До настоящего времени промышленное применение аддитивных технологий в газотурбостроении ограничивалось преимущественно некритичными деталями, работающими при умеренных температурах. Исследовательский интерес последних лет смещается в область критически нагруженных элементов - направляющих и рабочих лопаток, сопловых аппаратов - эксплуатируемых при температурах выше 900 °С и напряжениях, близких к предельным для материала [54–56].

Аддитивные технологии позволяют реализовать в лопатках и сопловых аппаратах внутренние каналы охлаждения со сложной геометрией, в том числе

с переменным сечением, петлевые и решётчатые, недоступные при точном литье и механической обработке.

Магеррамова [54] предложила конструкцию турбинной лопатки с двухстеночным охлаждением: внутренняя стенка сопряжена с системой охлаждающих каналов, через которые циркулирует воздух, отводящий тепло от наружной стенки. Изготовление такой конструкции методом точного литья практически невозможно, реализация методом СЛС проиллюстрирована на рисунке 1.16.

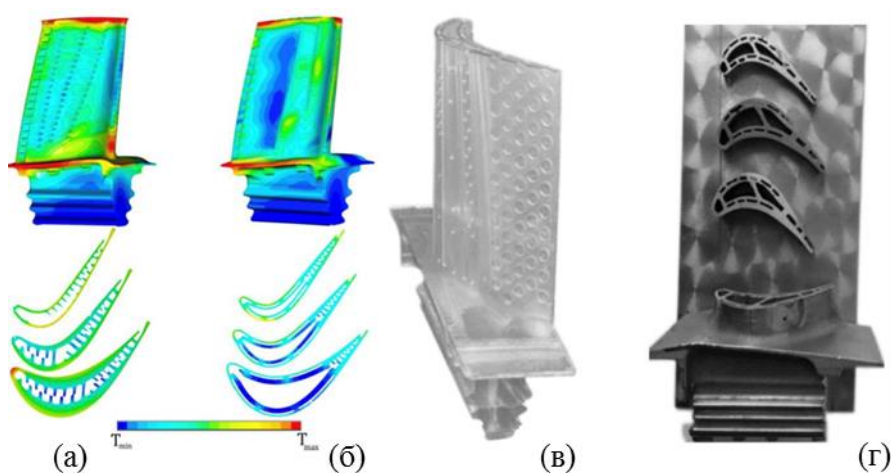


Рисунок 1.16 – (а) температурное поле для исходной конструкции лопатки, (б) температурное поле для лопатки с системой проникающего охлаждения, (в) стереолитографическая модель лопатки, (г) поперечные сечения лопатки, изготовленной методом СЛС из порошка никелевого жаропрочного сплава [54]

Компания Power Systems Manufacturing (PSM) также проводила работы по разработке аддитивно изготовленных направляющих аппаратов газовых турбин с усовершенствованными системами охлаждения для применения в газотурбинной установке 7FA.

Хотя свойства длительной прочности у синтезированного материала оказались примерно на 35% ниже, чем у литого аналога по средним значениям времени до разрушения, усовершенствованная система охлаждения обеспечила снижение температуры на 83 °С в наиболее нагретых участках направляющей лопатки по сравнению с изделиями, полученными традиционным литьём [57–58].

Изготовленные методом АТ лопатки были также установлены в промышленную турбину 7FA, где успешно отработали более 4000 часов без признаков микроструктурных изменений или механической деформации.

Методами селективного лазерного сплавления (СЛС) и селективного электронно-лучевого сплавления (СЭЛС) уже получен широкий ряд никелевых жаропрочных сплавов. Решающую роль здесь играет контроль параметров процесса: без него не избежать пор и трещин.

Сложнее всего со сплавами, где доля упрочняющей γ' -фазы велика, - их относят к ограниченно-свариваемым. Высокое содержание γ' делает материал склонным к горячему растрескиванию и к трещинам деформационного старения, которые возникают уже при послесварочной термообработке [10, 59–62]. Причина - конкуренция двух процессов при нагреве: остаточные напряжения снижаются, но одновременно идёт упрочнение за счёт выделения γ' .

На практике свариваемость нередко оценивают грубо - по суммарному содержанию Ti и Al, масс. % (рисунок 1.17 а). И чем выше [Al + Ti], тем больше длительная прочность при 871 °С за 1000 ч: сказывается рост объёмной доли γ' -фазы (рисунок 1.17 б).

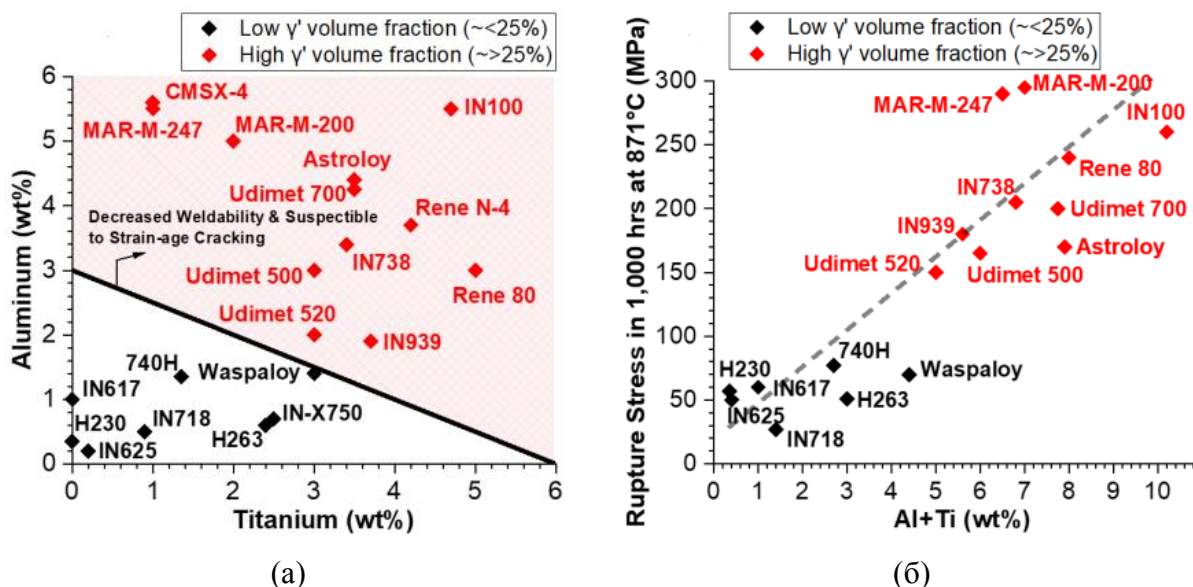


Рисунок 1.17 – (а) диаграмма свариваемости, показывающая содержание Al и Ti (в масс. %) для ряда различных сплавов, адаптировано из [10], (б) напряжение, соответствующее разрушению при ползучести за 1000 часов при 871 °С, в зависимости от суммарного содержания Al + Ti, данные из [10, 63–65]

Сплавы с низким содержанием γ' -фазы (IN718, Haynes 263, IN625) успешно синтезируются методом СЛС без трещин при стандартных параметрах процесса. Освоение сплавов с высокой долей γ' -фазы (IN939, IN738LC, MAR-M-247) требует направленного подбора мощности лазера, скорости сканирования, шага штриховки и фракционного состава порошка, при оптимизации этих параметров бездефектный синтез в ряде работ достигнут [66–74].

Структура после СЛС не похожа ни на литье, ни на деформированный полуфабрикат. Ванна расплава застывает со скоростями 10^5 – 10^6 К/с - отсюда ячеисто-дендритная субструктура с ячейкой 0,5–2 мкм и резкая столбчатая текстура: зёрна тянутся вдоль теплоотвода, по оси построения. Для СЛС это типично, для СЭЛС выражено слабее [71, 75]. Кунце с соавт. [76–77] методом EBSD показали, что в IN738LC после СЛС складывается отчётливая $\langle 001 \rangle$ - текстура вдоль оси построения, и она частично переживает термообработку (рисунок 1.18). Режим ТО у них был такой: ГИП 1180 °С, 4 ч, отжиг 1120 °С, 2 ч, старение 850 °С, 20 ч. С повышением температуры ТО включается рекристаллизация, зерно растёт [67–71].

Мессе с соавт. [78] установили, что предварительное старение синтезированного IN738LC смещает температуру начала рекристаллизации в сторону более низких значений: при отжиге 840 °С в течение 24 ч рекристаллизация начинается при 1170 °С, тогда как в образцах без предварительного старения - только при 1230 °С. Физическая причина эффекта связана с кинетикой карбидных превращений: при низкотемпературном старении метастабильные карбиды MC трансформируются в карбиды $M_{23}C_6$. Снимки в обратно рассеянных электронах подтвердили: в обработанных на снятие напряжений образцах наблюдалась более высокая доля $M_{23}C_6$ и сниженной долей MC-карбидов во всём исследованном диапазоне температур (1120–1230 °С). Наблюдение соответствует общим представлениям о повышенной термодинамической

движущей силе фазовых превращений в неравновесных синтезированных структурах.

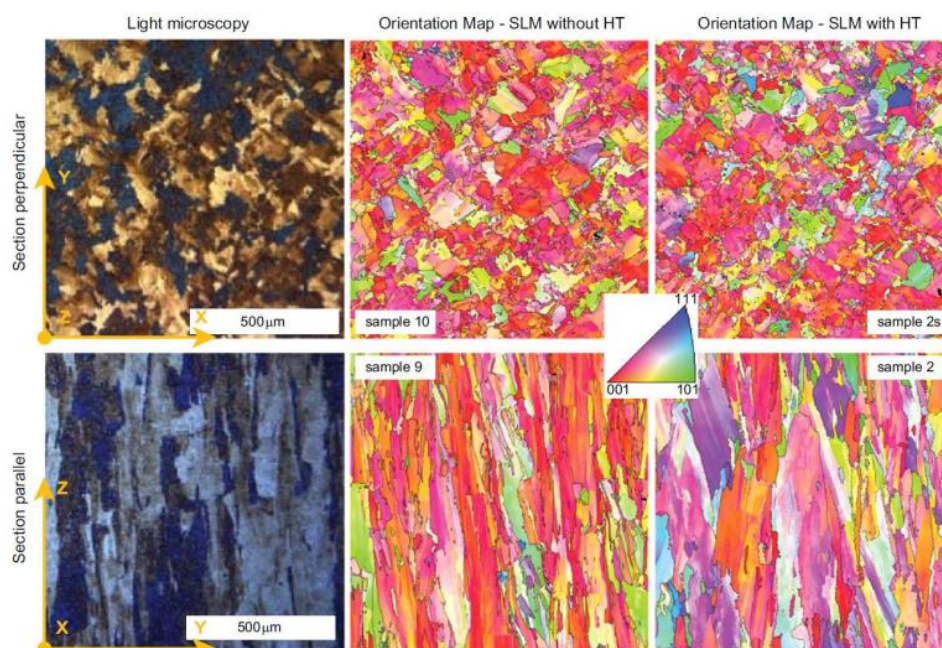


Рисунок 1.18 – Оптические микрофотографии IN738LC в вытравленном состоянии (слева), инверсные полюсные фигуры EBSD для структуры в состоянии после синтеза (в центре) и инверсные полюсные фигуры EBSD после термической обработки (справа) по данным работы [76]

В синтезированном IN718 рекристаллизация начинается при температурах выше температуры сольвуса γ' -фазы (1120–1180 °C). Инверсные полюсные фигуры EBSD и карты локальной разориентации (КАМ) для различных режимов отжига с последующим старением (STA) приведены на рисунке 1.19 [79]. Увеличение температуры отжига повышает движущую силу рекристаллизации за счёт высвобождения запасённой энергии и ускоряет аннигиляцию дислокаций, что создаёт условия для миграции границ зёрен [80]. Наблюдаемая зависимость отражает общую тенденцию перестройки неравновесных структур синтезированных никелевых сплавов при термической обработке.

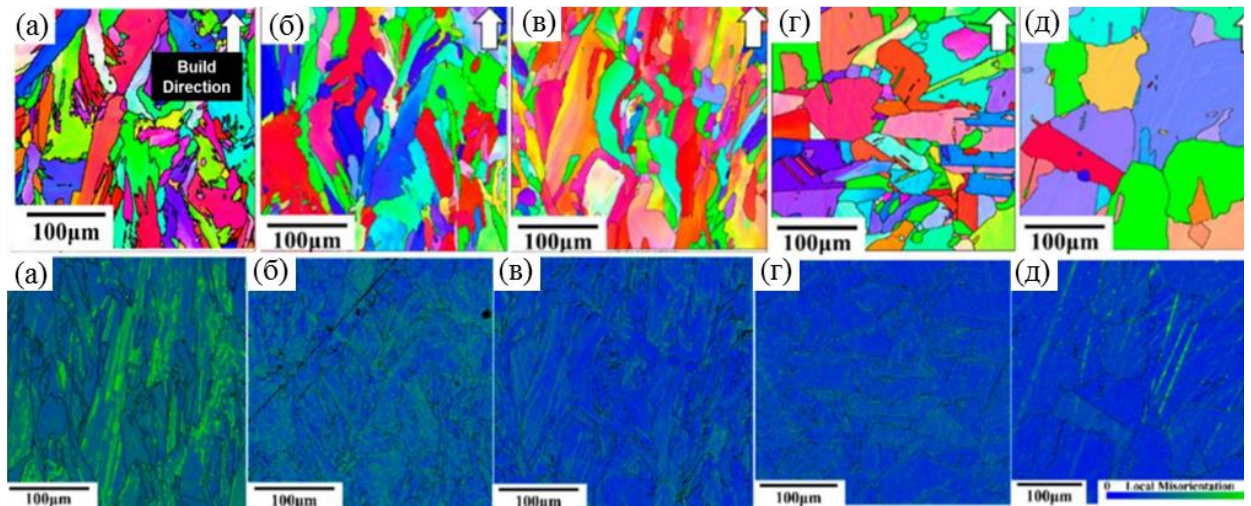


Рисунок 1.19 – Инверсные полюсные фигуры (вверху) и карты средних кернелных разориентаций (внизу). (а) STA-980 °С, (б) STA-1045 °С, (в) STA-1065 °С, (г) STA-1120 °С, (д) STA-1180 °С [79]

И размер, и форма MC-карбидов в синтезированном материале не такие, как в литом [65, 72, 79, 81–82]. Быстрое охлаждение при СЛС не даёт им вырасти диффузионно: частицы MC остаются наноразмерными, а их величина зависит от метода и режима синтеза [67, 71]. В литье скорости кристаллизации на 4–5 порядков ниже - и там MC-карбиды дорастают до 10–100 мкм [83–85]. Расчёт по Шайлю для IN738 даёт начало выделения MC при ~ 1330 °С, а γ' - при ~ 1175 °С [67]. От того и стандартная ТО никелевых жаропрочных сплавов строится одинаково: высокотемпературный отжиг 1150–1200 °С, затем одно- или двухступенчатое старение в интервале 700–1000 °С. Отжиг растворяет первичную γ' , гомогенизирует γ -матрицу, готовит почву для дисперсной γ' . А старение уже формирует целевую γ/γ' -структуру и вторичные карбиды $M_{23}C_6$ и формированию бимодального распределения частиц γ' [10–11]. На рисунке 1.20 приведена диаграмма кристаллизации по Шайлю и равновесные доли фаз для IN738. Термодинамика и кинетика позволяют ожидать, что γ' и $M_{23}C_6$ в синтезированном материале будут аналогичны литым, если применять схожие режимы ТО после печати. Карбиды MC, однако, останутся мелкими из-за высоких температур их растворения - это одно из устойчивых отличий синтезированного материала синтезированного жаропрочного сплава на основе никеля.

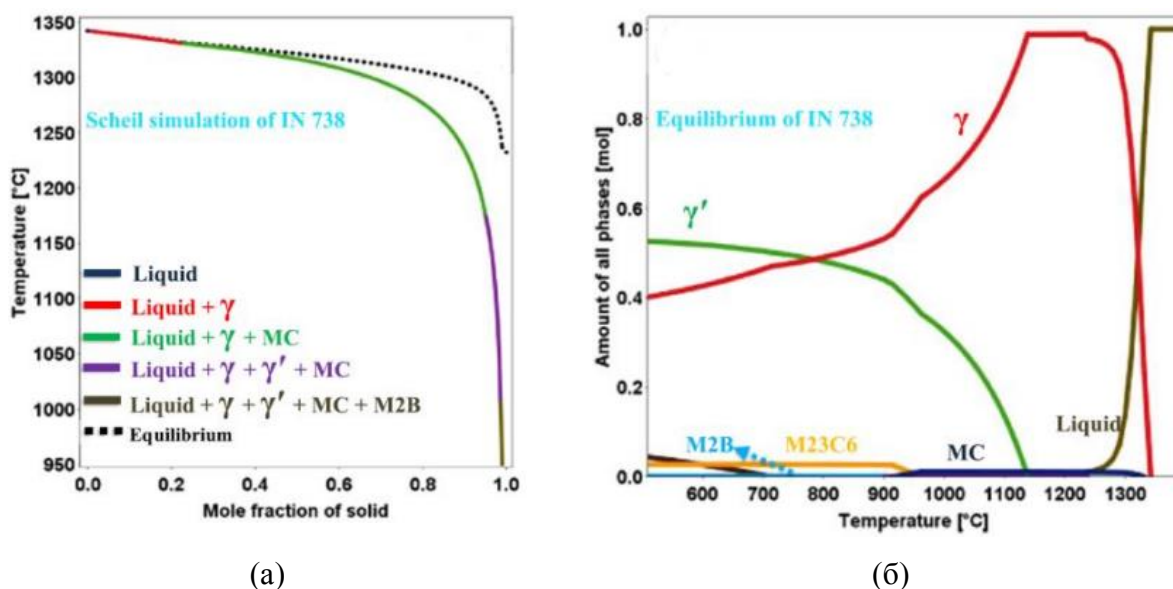


Рисунок 1.20 – (а) Диаграмма кристаллизации по Шайлю для IN738, (б) доля фаз в равновесном состоянии для IN738 [67]

Расположение карбидов, таких как $M_{23}C_6$, так и MC - может существенно влиять на механические свойства, особенно на ползучесть. Существует точка зрения, что карбиды на границах зёрен препятствуют движению дислокаций и тем самым повышают время до разрушения при ползучести [83, 86]. В другой работе показано, что прочность при ползучести зависит от размера и формы карбидов на границах зёрен [87]. Быстрое охлаждение приводило к формированию дискретных, неправильной формы карбидов, образующих «зигзагообразный» рисунок - и такая морфология давала более высокую прочность. Медленное охлаждение формировало пластинчатые (ламеллярные) карбиды, что, наоборот, ухудшало характеристики ползучести. Для синтезированных сплавов эти наблюдения особенно важны: более глубокое понимание роли карбидов на границах зёрен может помочь повысить их вклад в упрочнение. Варьирование режимов печати и термообработки позволяет менять как размер зёрен, так и тип, и морфологию карбидов - оба фактора напрямую влияют на механические свойства. На рисунке 1.21 показаны карбиды MC (светлые включения) в литом материале и в синтезированном. В литом сплаве MC-карбиды оказались более чем в

25–50 раз крупнее, чем в синтезированном материале - наглядная демонстрация различий в кинетике кристаллизации.

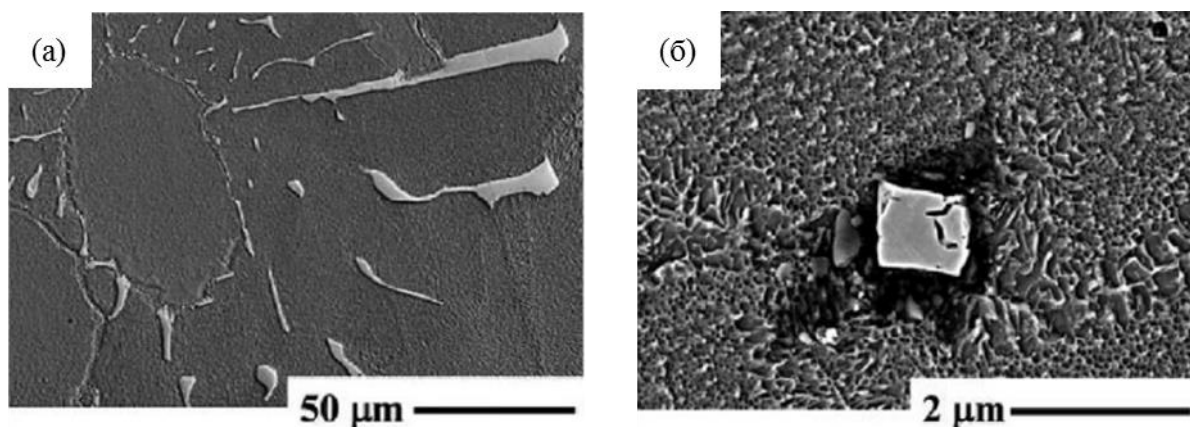


Рисунок 1.21 – (а) Карбиды MC в литом MAR-M247, (б) карбид MC в синтезированном MAR-M247 [71]

Направленная кристаллизация (DS) и выращивание монокристаллов (SX) в традиционном литье обеспечивают рабочим лопаткам ресурс длительной прочности на порядок выше, чем у поликристаллических аналогов, за счёт исключения или ориентации границ зёрен - основных концентраторов напряжений при ползучести. Литейное получение SX-лопаток основано на спиральном зерновом селекторе [88]. Аддитивные технологии открывают альтернативный путь - формирование монокристаллической структуры непосредственно в процессе синтеза, а также ремонт существующих SX-лопаток с наплавлением материала в направлении исходной кристаллографической ориентации. Кёрнер с соавт. [89–90] продемонстрировали возможность получения монокристаллического CMSX-4 методом СЭЛС на установке Arcam A2 с предварительным подогревом подложки IN718 до ~ 1000 °C. Поперечное и продольное сечения полученного материала с картами EBSD, подтверждающими монокристалличность, приведены на рисунке 1.22. Работоспособность метода обеспечивается высокой температурой построения (до 1100 °C при СЭЛС), способствующей росту крупных столбчатых зёрен, СЛС при подогреве подложки до 200 °C такой результат не обеспечивает. На промышленное производство SX-лопаток

методом СЭЛС технология пока не вышла: не решены задачи обеспечения равномерности монокристаллической структуры по сечению лопатки и производительности процесса.

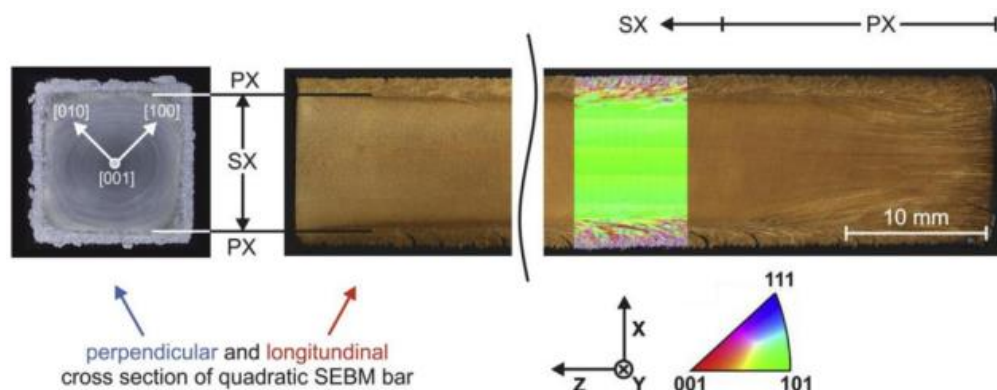


Рисунок 1.22 – Поперечное (слева) и продольное (справа) сечения монокристаллического материала CMSX-4, изготовленного методом СЭЛС [89–90]

Химический состав никелевых жаропрочных сплавов контролируется с высокой точностью: содержание серы, фосфора, кислорода, азота, мышьяка, сурьмы и висмута даже на уровне ppm снижает механические свойства [91–97]. Технология газовой атомизации по сравнению с литьём и деформацией связана с повышенным риском насыщения порошка кислородом и азотом, что ставит вопрос о влиянии этих примесей на служебные свойства синтезированного материала. В последние годы выполнен ряд исследований по переработке и повторному использованию порошков для СЛС, включая оценку химического состава и механических свойств [98–107], для порошков IN718 и Ti-6Al-4V показана устойчивость свойств к многократному рециклированию. Применительно к жаропрочным никелевым сплавам влияние повышенного содержания кислорода и азота на характеристики длительной прочности и ползучести остаётся слабо изученным.

Для применения синтезированных жаропрочных сплавов в конструкционных целях их механические характеристики должны быть сопоставимы с характеристиками сплавов, полученных традиционными технологиями, а по отдельным показателям - превосходить их.

Определяющими являются характеристики кратковременной и длительной прочности, ползучести, малоциклового усталости. Методом СЛС формируется выраженная столбчатая текстура с преимущественным направлением $\langle 001 \rangle$ вдоль оси построения, что при анизотропии упругих констант ГЦК-решётки порождает ориентационную зависимость модуля Юнга. По данным Кунце [76–77], для синтезированного IN738LC модуль Юнга в направлении, перпендикулярном оси построения, на ~50 % выше, чем в параллельном, анизотропия описывается нижней и верхней оценками по Рейсу и Фойгту. Направленное управление текстурой через параметры процесса и режимы термической обработки формирует потенциал для изготовления деталей с целевой анизотропией свойств. Дополнительный вклад в упрочнение вносит мелкое зерно, формирующееся при быстрой кристаллизации в ванне расплава: по соотношению Холла–Петча [108] уменьшение размера зерна повышает сопротивление пластическому течению.

Массив экспериментальных данных по длительной прочности синтезированных никелевых сплавов ограничен: в литературе представлены результаты по IN625 [109], IN718 [110–112], IN738 [113–115] и IN939 [55, 58]. Для синтезированного IN625 длительная прочность при ползучести сопоставима с деформированным материалом, а пластичность ниже [109]. Причинами снижения пластичности указывают повышенное содержание включений Al_2O_3 и межзёренные сегрегации серы. Данные по ползучести синтезированного IN718 противоречивы: одни авторы отмечают снижение характеристик относительно деформированного и литого материала [111], другие - сопоставимый уровень [110] или улучшение по отдельным показателям [112]. Куо с соавт. [111] связывают снижение времени до разрушения СЛС-IN718 с выделением δ -фазы в междендритных областях вследствие ликвации Nb и с повышенной плотностью дислокаций на субзёренных границах. Пробстль [112], напротив, показал, что направленная термическая обработка с растворением δ -фазы при 1000 °C и последующим старением усиливает выделение γ' и γ'' и позволяет превзойти по ползучести

литой и деформированный IN718. Для сплавов с высоким содержанием γ' -фазы (IN738, IN939) длительная прочность синтезированных образцов существенно ниже, чем у литых аналогов. Сопротивление ползучести синтезированных никелевых сплавов определяется закономерностями микроструктурной эволюции в процессе синтеза и последующей термической обработки и требует систематического изучения.

Рикенбахер с соавт. [115] показали, что синтезированный IN738LC характеризуется выраженной анизотропией длительной прочности: образцы, нагруженные вдоль направления построения, имеют существенно большее время до разрушения, чем нагруженные поперёк, при этом характеристики обеих ориентаций уступают уровню литого материала. Авторы связывают снижение характеристик с мелкозернистой столбчатой структурой, выраженной $\langle 001 \rangle$ -текстурой и отличиями в размере и морфологии γ' -фазы. Бриджес и соавт. [58] показали, что и при искусственно укрупнённой зёрненной структуре, достигнутой рекристаллизационной термической обработкой, длительная прочность синтезированного IN939 остаётся на ~35 % ниже уровня литого материала. Дополнительным фактором является отличие карбидной подсистемы: MC-карбиды в синтезированных сплавах на 1–2 порядка мельче, чем в литых (10–100 мкм в литых против 0,1–1 мкм в синтезированных), что ослабляет барьерную функцию границ зёрен и снижает сопротивление зернограничному скольжению при ползучести.

1.7 Отечественный опыт разработки жаропрочных никелевых сплавов для селективного лазерного сплавления

Работы по адаптации и созданию жаропрочных никелевых сплавов для аддитивных технологий в Российской Федерации сосредоточены преимущественно в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, где сформирована научная школа в области аддитивного производства ответственных деталей газотурбинных двигателей [116–117]. Систематизация

накопленного отечественного опыта позволяет выделить два последовательных направления: адаптацию существующих свариваемых сплавов к условиям селективного лазерного сплавления и создание новых составов, изначально проектируемых под особенности послойного синтеза.

На первом этапе в качестве материалов для аддитивного производства рассматривались промышленные свариваемые сплавы с умеренной долей γ' -фазы. Евгенов с соавторами [118] исследовали структуру и механические свойства сплавов ВЖ159 и ЭП648, синтезированных методом селективного лазерного сплавления, и показали, что эти материалы формируют бездефектную структуру и обеспечивают уровень свойств, приемлемый для ряда деталей горячего тракта. Применительно к сплаву ЭП648, синтезированному из порошка отечественного производства, отработанный режим послойного синтеза обеспечил получение плотного материала со средней объёмной долей пористости на уровне 0,07 % и комплексом механических свойств, соответствующим верхней границе паспортных значений для литого материала, а по относительному удлинению в состоянии после синтеза - превосходящим его, причём дополнительный вклад в упрочнение внесло насыщение азотом при синтезе в азотсодержащей среде [119]. Сплав ВЖ159 был выделен как наиболее перспективный для аддитивного изготовления высокотемпературных деталей ГТД [120]. Дальнейшие работы расширили номенклатуру применений ВЖ159, включая получение на его основе металломатричных композитов методом селективного лазерного сплавления [38].

Особенности формирования структурно-фазового состояния при селективном лазерном сплавлении подробно изучены на примере сплава ЭП648. Оспенникова с соавторами [121] установили закономерности образования фаз и распределения легирующих элементов в синтезированном материале, что позволило связать параметры процесса с конечной микроструктурой. Для коррозионностойких жаропрочных никелевых сплавов аналогичные исследования структуры и механических свойств выполнены в работе [122].

Принципиальную сложность представляет аддитивное изготовление высоколегированных литейных сплавов с высокой долей γ' -фазы. На примере сплава ЖС32-ВИ, синтезированного на монокристаллической подложке, показано, что такие материалы при послойном синтезе склонны к образованию трещин, а достижение бездефектной структуры требует строгого контроля режимов [123]. Систематизация причин образования микротрещин в никелевых жаропрочных сплавах при селективном лазерном сплавлении и подходов к снижению плотности их распределения выполнена в обзорной работе [124]. Существенное значение для стабильности технологического процесса имеет также контроль состояния металлопорошковой композиции: разработана методика оценки деградации оборотных порошковых материалов в зависимости от цикличности их использования [125], а оптимизация режимов послойного синтеза проводится с привлечением алгоритмов нелинейной оптимизации [126].

Обобщение результатов первого этапа отражено в работах по материалам нового поколения и цифровым аддитивным технологиям производства ресурсных деталей [116–117], где сформулирован вывод о принципиальной ограниченности подхода, основанного на адаптации существующих составов: свариваемые сплавы с умеренной долей γ' -фазы не обеспечивают требуемого уровня длительной прочности и сопротивления ползучести при температурах 800 °С и выше, а литейные высоколегированные сплавы несовместимы с условиями быстрой кристаллизации при селективном лазерном сплавлении. Теоретические основы легирования жаропрочных никелевых сплавов, необходимые для целенаправленного проектирования новых составов, обобщены в монографии [127]. Цифровой основой перехода от адаптации существующих марок к направленному проектированию новых составов служат интегрированные информационные системы, аккумулирующие экспериментальные данные по свойствам авиационных материалов и достраивающие математические модели типа «состав -

свойство» для расчётного прогнозирования характеристик вновь разрабатываемых материалов [128].

Второй этап, к которому относится и настоящая работа, связан с созданием новых экспериментальных составов, спроектированных непосредственно под селективное лазерное сплавление. В работе [129] рассмотрен новый экспериментальный состав с рабочей температурой 900–950 °С, устойчивый к горячему растрескиванию при синтезе. Показано, что в состоянии после синтеза материал имеет ячеистую структуру с размером ячеек 0,4–2 мкм, а после термической обработки формируется γ -твёрдый раствор с долей γ' -фазы около 37 %, упрочнённый дисперсными частицами γ' -фазы и карбидами. По характеристикам длительной прочности (109 ч при 800 °С и 400 МПа, 191 ч при 900 °С и 150 МПа, 197 ч при 950 °С и 90 МПа) разработанный состав превосходит адаптированные для аддитивных технологий отечественные сплавы на никелевой и кобальтовой основе.

Дальнейшее повышение рабочей температуры потребовало увеличения объёмной доли γ' -фазы до уровня около 50 % и более, что обостряет проблему структурной нестабильности. В работе [130] на двух экспериментальных составах, различающихся содержанием рения и углерода, показано, что оба состава после селективного лазерного сплавления не содержат трещин и обладают выраженной ячеистой микроструктурой. При этом установлено, что повышенное содержание рения, наряду с улучшением термической стабильности γ' -фазы и снижением мисфита, провоцирует сегрегацию и образование топологически плотноупакованных фаз, состав с меньшим содержанием рения демонстрирует более равномерное распределение легирующих элементов и структурную стабильность. Эти результаты определяют необходимость комплексной оптимизации химического состава, учитывающей одновременно трещиностойкость, долю и морфологию γ' -фазы и устойчивость к образованию топологически плотноупакованных фаз, что и составляет предмет настоящего исследования.

1.8 Выводы по литературному обзору и постановка задач диссертационной работы

На основе анализа литературных источников можно сформулировать следующие положения, определяющие направление настоящей работы.

1. Селективное лазерное сплавление как технология серийного изготовления ответственных деталей газотурбинных двигателей в настоящее время освоено для никелевых жаропрочных сплавов с низкой объёмной долей γ' -фазы (IN718, IN625, Hastelloy X, Haynes 263, $f_{\gamma'}$ до 25 %). Для класса высокопрочных никелевых сплавов - с $f_{\gamma'}$ выше 30–35 %, к которому относятся материалы рабочих и направляющих лопаток современных газотурбинных установок (IN738LC, IN939, MAR-M-247, ЖС6У, ЖС32, ВЖЛ12У), - промышленное освоение СЛС сдерживается склонностью к образованию горячих трещин при послойном синтезе.

2. В литературе описаны три основных механизма растрескивания при СЛС высоко- γ' никелевых сплавов: кристаллизационное растрескивание в ванне расплава (solidification cracking), ликвационное растрескивание в зоне термического влияния (liquation cracking) и растрескивание старения (strain-age cracking), реализующееся при повторном нагреве и в процессе термической обработки. Вклад каждого механизма в суммарную плотность дефектов зависит от состава сплава, параметров процесса СЛС и стратегии сканирования.

3. Микроструктура никелевых жаропрочных сплавов, формирующаяся при СЛС, принципиально отличается от характерной для литых и деформированных полуфабрикатов: скорости охлаждения 10^5 – 10^6 К/с и температурные градиенты выше 10^6 К/м приводят к ячеисто-дендритной субструктуре с характерным размером ячейки 0,5–2 мкм, выраженной столбчатой зёрновой структуре с текстурой $\langle 001 \rangle$ вдоль оси построения и карбидной подсистеме, в которой MC-карбиды на 1–2 порядка мельче, чем в литых материалах.

4. Структурная анизотропия синтезированных никелевых сплавов проявляется в существенной анизотропии механических характеристик: модуль

Юнга, пределы прочности и текучести, характеристики МЦУ и длительной прочности различаются в направлениях, параллельном и перпендикулярном оси построения, в 1,2–1,5 раза. Корректное использование синтезированных материалов требует учёта этой анизотропии при проектировании деталей.

5. Длительная прочность синтезированных методом СЛС высоко- γ' никелевых сплавов - IN738LC, IN939 - систематически уступает уровню литых аналогов на 30–40 %, несмотря на сопоставимые или превосходящие характеристики кратковременной прочности. Причины снижения длительной прочности связывают с мелкозернистой структурой, выраженной текстурой, отличиями в морфологии γ' -фазы и сниженной барьерной функцией мелких МС-карбидов. Механизмы ползучести синтезированных высоко- γ' сплавов изучены недостаточно.

6. Отечественные жаропрочные никелевые сплавы, разработанные для изготовления методом СЛС, в настоящее время отсутствуют. Имеющиеся промышленные литейные сплавы оптимизированы для условий литья со скоростями охлаждения 10^1 – 10^2 К/с и непригодны для СЛС по критериям трещиностойкости, эмпирический подбор параметров процесса СЛС для адаптации литейных сплавов к послойному синтезу не обеспечивает требуемого уровня бездефектности.

Перечисленные обстоятельства определяют необходимость разработки методологии проектирования жаропрочных никелевых сплавов для СЛС, основанной на физически обоснованном критерии трещиностойкости, учитывающем специфику послойного синтеза – высокие скорости охлаждения, циклический характер нагрева, кинетику выделения γ' -фазы и поля термических напряжений в ванне расплава и зоне термического влияния. Применение такой методологии должно обеспечить как прямую оценку трещиностойкости заданного состава, так и обратную задачу - проектирование состава по заданным служебным свойствам.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материалы исследования

2.1.1 Порошковые материалы

Объектами исследования являлись экспериментальные жаропрочные никелевые сплавы ВЖС1 и ВЖС3, предназначенные для изготовления методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Составы сплавов разработаны на основе обобщённого критерия трещиностойкости E (раздел 3.1) с применением CALPHAD-оптимизации.

Металлопорошковые композиции для СЛС получены методом газовой атомизации (VIGA - Vacuum Induction Gas Atomization) расплава в среде аргона, описание которого изложено в [131]. Используемая фракция порошка 10–63 мкм. Гранулометрический состав контролировался методом лазерной дифракции, морфология частиц - методом сканирующей электронной микроскопии (частицы преимущественно сферической формы с единичными сателлитами). Текучесть порошка контролировалась по ГОСТ 20899 методом воронки Холла.

Химический состав порошка контролировался методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) и методом спектрального анализа. Содержание газовых примесей (O, N) определялось методом восстановительного плавления в среде инертного газа. Содержание углерода определялось методом высокотемпературного сожжения с инфракрасной детекцией.

В качестве материалов сравнения использовались литературные данные по промышленным сплавам IN738LC, IN939, CM247LC, MAR-M-247, IN718, Waspaloy и другим сплавам валидационной выборки (таблица 3.1).

2.1.2 Термодинамическое моделирование

Расчёт фазовых равновесий, температур фазовых превращений (T_{liq} , T_{sol} , $T_{sol}^{\gamma'}$), равновесных объёмных долей фаз и коэффициентов распределения легирующих элементов выполнен методом CALPHAD. Расчёт неравновесной кристаллизации проводился по модели Шайля (Scheil–Gulliver). Кинетические параметры выделения γ' -фазы (характерное время зарождения τ_n , энергия активации Q_n) оценивались на основании диффузионных данных с последующим расчётом по модели JMAK.

2.2 Изготовление образцов методом селективного лазерного сплавления

Синтеза образцов из металлопорошковых композиций сплавов ВЖС1 и ВЖС3 проводился на промышленной установке селективного лазерного сплавления в защитной атмосфере аргона (содержание кислорода менее 0,1 об. %) по методу, который разработан и описан в [132].

Образцы синтезировались в двух ориентациях: параллельно направлению построения (XZ) и перпендикулярно направлению построения (XY). Геометрия заготовок соответствовала требованиям к образцам для испытаний на одноосное растяжение и ползучесть с учётом припусков на механическую обработку.

2.3 Термическая обработка

Синтезированные образцы подвергались термической обработке по одному из двух режимов.

Режим ТО1 (полная термическая обработка) включал следующие стадии:

(i) Горячее изостатическое прессование (ГИП) при температуре выше $T_{solv}^{\gamma'}$, давлении 100–150 МПа в среде аргона. ГИП направлен на залечивание микропор и снижение остаточных напряжений.

(ii) Рекристаллизационный отжиг при температуре выше $T_{solv}^{\gamma'}$ с последующим охлаждением. Цель - растворение γ' -фазы, сформированной при ГИП, элиминация столбчатой текстуры через первичную рекристаллизацию и формирование равноосной зёрненной структуры.

(iii) Первая ступень старения при температурах ниже $T_{solv}^{\gamma'}$. Цель - формирование основной популяции дисперсных когерентных выделений γ' -фазы с заданным размером и объёмной долей.

(iv) Вторая + третья ступень старения при более низкой температуре. Цель - дополнительное выделение мелкой фракции γ' , формирование бимодального распределения, стабилизация γ/γ' -структуры.

Режим ТО2 (сокращённая термическая обработка) отличался от ТО1 отсутствием рекристаллизационного отжига выше $T_{solv}^{\gamma'}$.

Контроль температуры осуществлялся термопарами с погрешностью ± 5 °С. Охлаждение после каждой ступени проводилось с контролируемой скоростью.

2.4 Методы структурных исследований

2.4.1 Подготовка образцов для металлографических исследований

Образцы для структурных исследований вырезались из синтезированных заготовок в плоскости XZ (параллельно направлению построения) электроэрозионным методом. Подготовка шлифов включала последовательную шлифовку на абразивной бумаге с зернистостью от P320 до P4000, механическое полирование алмазными суспензиями с размером частиц 3 и 1 мкм, финишное полирование коллоидной суспензией SiO₂ (OPS, размер частиц 0,04 мкм). Для выявления γ/γ' -структуры применялось химическое

травление раствором на основе HCl, HNO₃ и CuSO₄ (реактив Марбле) или электролитическое травление в растворе H₃PO₄.

2.4.2 Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ)

Исследование микроструктуры на мезомасштабном уровне проводилось методом сканирующей электронной микроскопии в режимах вторичных электронов (SE) и обратно рассеянных электронов (BSE) при ускоряющем напряжении 15–20 кВ. СЭМ-исследования выполнялись на пяти стадиях термической обработки по режиму ТО1: (i) после синтеза, (ii) после ГИП, (iii) после рекристаллизационного отжига, (iv) после первой ступени старения, (v) после полного цикла старения.

Количественная обработка СЭМ-изображений проводилась с использованием специального программного обеспечения для определения стереологических параметров γ' -фазы: среднего эквивалентного диаметра выделений \bar{d}_{eq} , медианного размера d_{50} , объёмной доли f_V , численной плотности N_A и среднего межчастичного расстояния λ . Статистическая обработка проводилась по не менее чем 500 частицам для каждого состояния.

2.4.3 Дифракция обратно рассеянных электронов (EBSD)

Исследование кристаллографической текстуры, зёрненной структуры и степени рекристаллизации проводилось методом EBSD при ускоряющем напряжении 20 кВ и шаге раstra 0,5–2,0 мкм. Обработка данных EBSD выполнялась с использованием программного обеспечения для построения карт: обратных полюсных фигур (IPF), локальной разориентации (LM), ориентации в углах Эйлера и карт рекристаллизации (Recrystallization Map). Классификация зёрен по степени рекристаллизации проводилась на основании параметра GOS (разброса ориентаций в зерне) с пороговыми значениями $\theta_{cr}^{def} \approx 1-2^\circ$ (рекристаллизованные зёрна) и $\theta_{cr}^{def} \approx 3-5^\circ$ (деформированные зёрна).

2.4.4 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Исследования на наномасштабном уровне проводились методами светлопольной и тёмнопольной просвечивающей электронной микроскопии, электронной дифракции на выделенной области (SAED), просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (HRTEM), а также сканирующей просвечивающей электронной микроскопии (STEM) в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией (EDS) при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Тонкие фольги для ПЭМ-исследований изготавливались методом механического утонения до толщины ~100 мкм с последующей финишной подготовкой методом ионного утонения на установке с двухпучковой схемой при ускоряющем напряжении 4–5 кВ и угле наклона 4–6°, с финишной полировкой при 1–2 кВ для минимизации аморфизации поверхности.

ПЭМ-исследования проводились в двух структурных состояниях: после синтеза (i) и после полной термической обработки (v). Методом SAED осуществлялась фазовая идентификация (наличие/отсутствие сверхструктурных отражений $L1_2$, диагностических для γ' -фазы). Методом HRTEM визуализировалась межфазная граница γ/γ' и оценивался характер сопряжения (когерентное/полукogerентное). Методом STEM/EDS выполнялись линейный и спектральный анализ распределения легирующих элементов между γ -матрицей, γ' -выделениями и вторичными фазами (MC-карбиды).

2.5 Методы механических испытаний

2.5.1 Испытания на кратковременное одноосное растяжение

Испытания на одноосное растяжение проводились в температурном интервале 20–950 °С в соответствии с ГОСТ 1497 (при комнатной температуре) и ГОСТ 9651 (при повышенных температурах) на цилиндрических образцах с рабочим диаметром 5 мм и расчётной длиной 25 мм (тип III по ГОСТ 1497). Скорость деформирования составляла 1 мм/мин

(скорость деформации $\sim 7 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$). Нагрев образцов осуществлялся в трёхзонной электрической печи с контролем температуры термопарами, контактирующими с рабочей частью образца. Перед началом нагружения проводилась выдержка при температуре испытания в течение 30 мин для обеспечения температурной однородности.

Определялись следующие характеристики: предел прочности σ_b , условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, относительное удлинение δ_5 и относительное сужение ψ . Испытания проводились для двух режимов термической обработки (ТО1 и ТО2) и двух ориентаций построения (XZ, XY) при температурах 20, 600, 700, 800, 850, 900 и 950 °С. Для каждой комбинации Т–ТО–ориентация испытывалось не менее двух образцов.

2.5.2 Испытания на ползучесть

Испытания на изотермическую ползучесть проводились в режиме постоянного приложенного напряжения на рычажных установках при температурах 850, 900 и 950 °С и уровнях напряжения в диапазоне 209–497 МПа. Деформация измерялась высокотемпературным экстензометром с базой 25 мм, точность измерения деформации составляла $\pm 0,002 \%$. Температура контролировалась термопарами, закреплёнными на образце, с точностью $\pm 3 \text{ °С}$.

Испытания проводились в режиме прерванной ползучести (стадии I–II, без доведения до разрушения) для определения кинетических параметров стационарной ползучести: минимальной скорости деформации $\dot{\epsilon}_{min}$, показателя степени по напряжению n и кажущейся энергии активации Q . Определение n проводилось из зависимости $\lg \dot{\epsilon}_{min} - \lg \sigma$ при постоянной температуре, определение Q - из зависимости $\ln \dot{\epsilon}_{min} - 1/T$ при постоянном напряжении.

2.5.3 Испытания на длительную прочность

Испытания на длительную прочность проводились при температурах 800 и 900 °С при постоянном приложенном напряжении до разрушения образцов в соответствии с ГОСТ 10145. Определялись: время до разрушения τ , относительное удлинение δ и относительное сужение ψ при разрушении. Для систематизации данных использовался параметр Ларсона–Миллера $P = T \cdot (C + \lg \tau)$ с константой $C = 20$. Линеаризованные зависимости $\lg \sigma - P$ строились методом линейной регрессии. Испытания проводились для базового состояния XZ, TO1, а также для XZ, TO2 и XY, TO1 с целью оценки влияния режима термической обработки и ориентационной анизотропии на ресурс.

2.6 Статистическая обработка результатов

Статистическая обработка экспериментальных данных проводилась с использованием стандартных методов: расчёт средних значений, стандартных отклонений, доверительных интервалов. Оценка качества регрессионных моделей выполнялась по коэффициенту детерминации R^2 и коэффициенту ранговой корреляции Спирмена r_s . Анализ чувствительности модели E к варьированию входных параметров выполнен методом глобального анализа Соболя с оценкой индексов чувствительности первого порядка S_i .

ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА КРИТЕРИЯ ТРЕЩИНСТОЙКОСТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖС1 ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

3.1 Выбор и обоснование системы легирования экспериментального состава жаропрочного сплава

3.1.1 Постановка задачи: необходимость проектирования сплавов для аддитивного производства

Сложившийся подход к аддитивному производству никелевых жаропрочных сплавов основывался на переносе в процесс селективного лазерного сплавления (СЛС) составов, разработанных для литья или деформации, с последующим подбором параметров послойного синтеза [54, 58, 63, 133]. Такой подход обеспечивает бездефектный синтез сплавов с низкой объёмной долей γ' -фазы: IN718 ($f_{\gamma'} \approx 15\text{--}20\%$), IN625 ($f_{\gamma'} < 5\%$), Hastelloy X (однофазный γ -раствор) синтезируются без трещин [52, 58, 134]. Однако при переходе к сплавам с $f_{\gamma'} > 30\%$ - IN738LC, IN939, CM247LC, MAR-M-247 - такой подход неприменим: Гуссуб, Танг и Рид [135] показали, что из двенадцати сплавов, синтезированных СЛС в идентичных условиях, шесть растрескались с плотностью трещин до 12 мм^{-1} .

Ключевое различие условий заключается в скоростях охлаждения: составы традиционных сплавов оптимизировались под литьё ($10^0\text{--}10^2\text{ К/с}$), тогда как для СЛС характерны принципиально более высокие скорости - $10^5\text{--}10^6\text{ К/с}$, температурные градиенты $>10^6\text{ К/м}$ и циклический характер нагрева [78–84]. Проектирование сплавов для СЛС требует самостоятельной методологии, в которой трещиностойкость при синтезе и жаропрочность при эксплуатации оптимизируются совместно. При этом технологическое окно режимов послойного синтеза, обеспечивающее бездефектную структуру, должно одновременно удовлетворять требованиям к качеству поверхностного слоя и точности изготовления деталей ответственного назначения, поскольку высотные параметры шероховатости и достижимый квалитет размера также определяются скоростью сканирования, стратегией штриховки и ориентацией

построения [46]. Это расширяет постановку задачи проектирования сплава для аддитивного производства до совместной оптимизации трещиностойкости, жаропрочности и технологичности синтеза.

3.1.2 Существующие подходы к оценке трещиностойкости и их ограничения

Ранее предложенные способы оценки склонности никелевых жаропрочных сплавов к растрескиванию при СЛС удобно разбить на пять групп. Каждая охватывает лишь часть механизмов образования дефектов, действующих при послойном синтезе.

Эмпирические критерии $[Al + Ti]$ и SAC-индекс $[Al + Ti + Nb + Ta]$ [10, 136] оперируют интегральным содержанием γ' -формирующих элементов, не разграничивают механизмы растрескивания и не учитывают кинетику фазовых превращений и поля термических напряжений. Как следствие, они не позволяют различать сплавы с близким химическим составом, но существенно различающейся экспериментальной плотностью трещин.

Критерий RDG (Rappaz–Drezet–Gremaud) [137] работает только с кристаллизационным растрескиванием. Деформационное старение - а именно оно доминирует у высоко- γ' сплавов при СЛС [69, 78, 138] - он не охватывает. Хаусманн с соавт. [139] прямо проверили четыре модели горячего растрескивания: ни одна не воспроизвела экспериментальную плотность трещин для серии высоко- γ' никелевых сплавов сколько-нибудь удовлетворительно.

Критерий SCI по Kou [140] судит о склонности к кристаллизационному растрескиванию по наклону кривой кристаллизации - и, как и RDG, деформационное старение оставляет за скобками.

Подход Alloys-by-Design, развиваемый группой Рида [141–142], сочетает CALPHAD-расчёты с регрессионными моделями и привёл к созданию серии ABD-сплавов для СЛС. Оценка трещиностойкости в методе

ABD проводится косвенно - через термодинамические параметры-суррогаты (ΔT_{sol} , $T_{sol}^{y'}$), без явного функционала, связывающего состав с механикой разрушения.

Подходы на основе машинного обучения [143–145] позволяют генерировать обширные библиотеки составов, но физически непрозрачны: модель не содержит явных конститутивных уравнений, что ограничивает экстраполяционную способность и не позволяет идентифицировать механизм улучшения трещиностойкости. Концептуально близкий путь реализуют интегрированные информационные системы, аккумулирующие экспериментальные данные по свойствам авиационных материалов и достраивающие математические модели типа «состав - свойство» для прогнозирования характеристик вновь разрабатываемых составов [128]. Подобные системы ориентированы преимущественно на расчёт равновесных и эксплуатационных характеристик по накопленному массиву данных и не содержат функционала, описывающего неравновесную механику разрушения при нестационарных термических циклах послойного синтеза, что и определяет их ограниченную применимость к прямой оценке трещиностойкости при селективном лазерном сплавлении.

Объединить в одном формализме механику полей термических напряжений, кинетику фазовых превращений при нестационарных режимах СЛС и физику разрушения на разных масштабных уровнях не способен ни один из перечисленных подходов. Сформулировать такой интегральный критерий - и есть задача настоящего раздела.

3.1.3 Выбор сплава IN939 как базовой системы легирования

Выбор IN939 как базовой системы легирования продиктован несколькими соображениями.

В практическом отношении IN939 сертифицирован для направляющих лопаток промышленных газотурбинных установок с ресурсом свыше 25 000 ч

при 850 °C [78], располагается вблизи границы свариваемости на диаграмме Al–Ti [7, рисунок 1.17а] и не содержит рения.

С точки зрения термодинамики, по расчётам CALPHAD $T_{liq} \approx 1345$ °C, $T_{sol} \approx 1265$ °C, $T_{sol}^{\gamma'} \approx 1135$ °C. Интервал $T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'} \approx 130$ °C - это температурное окно, в котором материал существует в виде однофазного γ -раствора. Для сравнения: у IN738LC аналогичный интервал составляет ~90 °C, а у CM247LC – около 20 °C.

В кинетическом отношении характерное время зарождения γ' -фазы для IN939 ($\tau_n \approx 0.3-0.5$ с при 900 °C) больше, чем для IN738LC ($\tau_n \approx 0,05-0,1$ с) [78, 81]. Однако повышенное отношение Ti/Al $\approx 1,85$ (ат. %) увеличивает скорость выделения γ' -фазы из-за высокой диффузионной подвижности Ti ($D_{Ti} \approx 4.2 \times 10^{-14}$ м²/с при 900 °C [146]). Данное соотношение и задаёт ключевое направление модификации - частичную замену Ti на Nb.

3.1.4 Обобщённый критерий трещиностойкости \mathcal{E}

3.1.4.1 Идея и структура модели

От рассмотренных выше подходов предлагаемая модель отличается четырьмя чертами. Во-первых, она интегральна: три механизма растрескивания собраны в один функционал. Во-вторых, в ней явно учтена механика полей термических напряжений. В-третьих, кинетика выделения γ' описана уравнением ЖМАК. Наконец, каждое слагаемое функционала имеет ясный физический смысл.

3.1.4.2 Определение критерия \mathcal{E}

При СЛС материал в зоне термического влияния (ЗТВ) последовательно проходит несколько состояний: расплав, двухфазная область (mushy zone), пересыщенный γ -раствор и частично состаренный $\gamma + \gamma'$. В каждом из этих состояний реализуются различные механизмы накопления дефектов и

релаксации. Обобщённый безразмерный критерий трещиностойкости \mathcal{E} вводится как отношение двух интегральных величин - способности материала к пластической релаксации напряжений и кумулятивного накопления дефектов:

$$\mathcal{E} = \frac{\Phi_{rel}}{\Phi_{dam}}$$

Оба функционала - это интегралы по времени и по объёму ЗТВ за один цикл нагрева–охлаждения:

$$\Phi_{rel} = \int_0^{t_{cycle}} \int_{V_{HAZ}} \dot{\epsilon}_{eq}^{pl}(r, t) \Psi(T, f_{\gamma'}, \rho, d) dV dt$$

$$\Phi_{dam} = \int_0^{t_{cycle}} \int_{V_{HAZ}} D(r, t) dV dt$$

где $\dot{\epsilon}_{eq}^{pl}$ - скорость пластической деформации,

Ψ - функция пластической восприимчивости,

D - скорость накопления дефектов.

Условие бездефектного синтеза:

$$\mathcal{E} > \mathcal{E}_{cr}$$

Трёхмерная поверхность критерия \mathcal{E} в координатах $T_{sol}^{\gamma'}$ и $lg \tau_n$ с нанесёнными точками 15 сплавов валидационной выборки и критической плоскостью $\mathcal{E} = \mathcal{E}_{cr}$ представлен на рисунке 3.1. Сплавы с $\rho_{cr} = 0$ группируются выше критической плоскости, а сильно растрескивающиеся сплавы - ниже. ВЖС1 уверенно держится выше этой плоскости, а IN939 сидит

прямо у неё - отсюда и возможность направленной модификацией состава перевести систему легирования в бездефектную область.

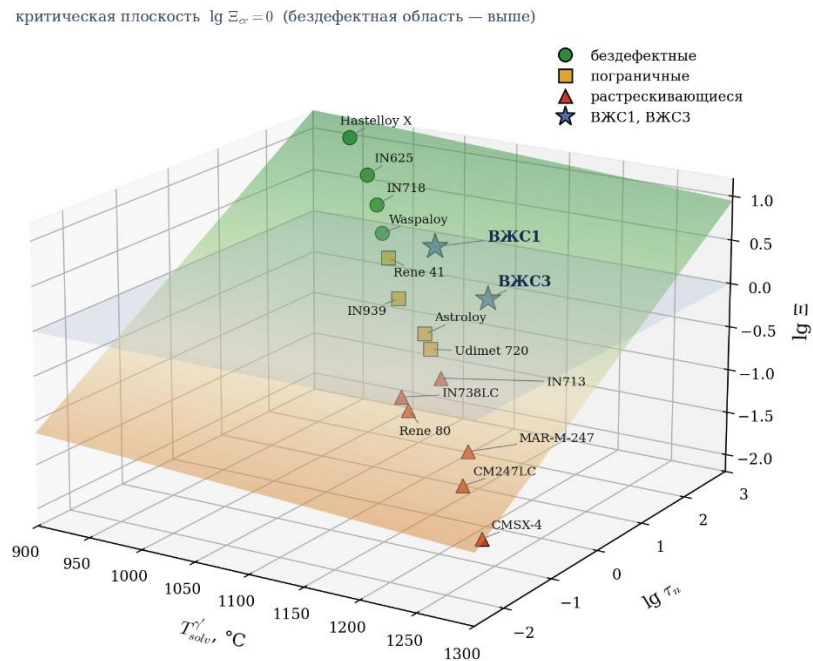


Рисунок 3.1 – Трёхмерная поверхность обобщённого критерия трещиностойкости Ξ в пространстве координат $T_{solv}^{\gamma'}$ – $\lg \tau_n$ с нанесёнными точками 15 сплавов валидационной выборки и критической плоскостью $\Xi = \Xi_{cr}$

3.1.4.3 Функционал пластической релаксации

Функция пластической восприимчивости Ψ отвечает за то, насколько материал способен течь пластически, не растрескиваясь. Записана она произведением четырёх множителей - каждый закрывает своё, независимое физическое ограничение пластичности:

$$\Psi(T, f_{\gamma'}, \rho_d) = [1 - f_{\gamma'}(T, t)]^{m_1} \cdot [1 - f_{L(T)}]^{m_2} \cdot \exp\left(-\frac{\rho_d}{\rho_d^{cr}}\right) \cdot \theta(T - T_{BDT})$$

Первый множитель отвечает за падение пластичности по мере выделения когерентной γ' -фазы (степень $m_1 > 1$ как раз и задаёт нелинейность). Второй обнуляет пластичность при полном расплавлении. Третий исчерпывает её, как только плотность дислокаций переходит

критическую. Четвёртый отсекает всё, что лежит ниже температуры хрупко-вязкого перехода.

Доля γ' -фазы $f_{\gamma}'(t)$, входящая в Ψ , определяется кинетикой фазового превращения по уравнению Джонсона–Мела–Аврами–Колмогорова:

$$f_{\gamma}'(t) = f_{\gamma}'^{eq}(T) \cdot \left\{ 1 - \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau_n(T)} \right)^{nA} \right] \right\}$$

где $f_{\gamma}'^{eq}(T)$ - равновесная доля γ' при температуре T (расчёт CALPHAD),
 $\tau_n(T)$ - характерное время зарождения, подчиняющееся аррениусовской зависимости с энергией активации Q_n (диффузия Al, Ti, Nb) и движущей силой $\Delta G_V(T)$, обращающейся в нуль при $T = T_{solv}^{\gamma'}$.

Параметр τ_n - главный рычаг, которым состав сплава управляет кинетикой трещин деформационного старения: заменяя часть Ti на Nb, увеличиваем τ_n благодаря более низкой диффузионной подвижности Nb ($D_{Nb} \approx 8.7 \times 10^{-15}$ м²/с против $D_{Ti} \approx 4.2 \times 10^{-14}$ м²/с при 900 °С).

3.1.4.4 Функционал накопления дефектов

Скорость накопления дефектов $D(T, t)$ складывается из вкладов трёх механизмов:

$$D = D_{liq} + D_{SA} + D_{hot}$$

Растрескивание в процессе кристаллизации D_{liq} реализуется в интервале $T_{sol} < T < T_{liq}$ и определяется тем, что критическая деформация твёрдой фазы превышает порог когезии остаточных жидких плёнок между

дендритами. Влияние состава сплава на D_{liq} через ширину интервала кристаллизации ΔT_{sol} и степень микросегрегации.

Растрескивание от деформационного старения D_{SA} - главный механизм растрескивания у сплавов с высокой долей γ' -фазы. Он включается при повторном нагреве уже затвердевших слоёв до температур ниже $T_{sol}^{\gamma'}$, когда в материале сходятся два конкурирующих процесса: релаксация остаточных термических напряжений, которой нужна пластическая деформация, и дисперсионное упрочнение выделяющейся γ' -фазой, которое это самое течение подавляет. Интенсивность D_{SA} определяется соотношением скоростей упрочнения (df'_γ/dt) и пластической релаксации ($d\varepsilon_{eq}^{pl}/dt$): когда упрочнение обгоняет пластическую релаксацию, дефекты начинают накапливаться.

Зернограничное охрупчивание D_{hot} связано с тем, что на границах зёрен вырастают сплошные плёнки карбидов и боридов. По абсолютной величине этот вклад меньше, чем D_{SA} , но делается значимым при долгих выдержках нижних слоёв во время многослойного синтеза протяжённых деталей.

Температурное распределение вкладов D_{liq} , D_{SA} и D_{hot} для системы IN939 при типичных условиях СЛС приведено на рисунке 3.2. Для IN939 интегральный вклад механизма деформационного старения составляет 65–70 % от суммарного Φ_{dam} , в процессе кристаллизации - 20–25 %, зернограничного - 5–10 %. Установленное соотношение объясняет ограниченную применимость критериев, ориентированных исключительно на кристаллизационное растрескивание (RDG [137], SCI [140]), для данного класса сплавов.

Для сплава ВЖС1 снижение $T_{sol}^{\gamma'}$ с 1135 до ~ 1095 °С и увеличение τ_n смещают кривую D_{SA} в область более низких температур и пониженных интенсивностей, а интервал $T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'}$ расширяется со 130 до ~ 180 °С, обеспечивая $\bar{\varepsilon} > \bar{\varepsilon}_{cr}$.

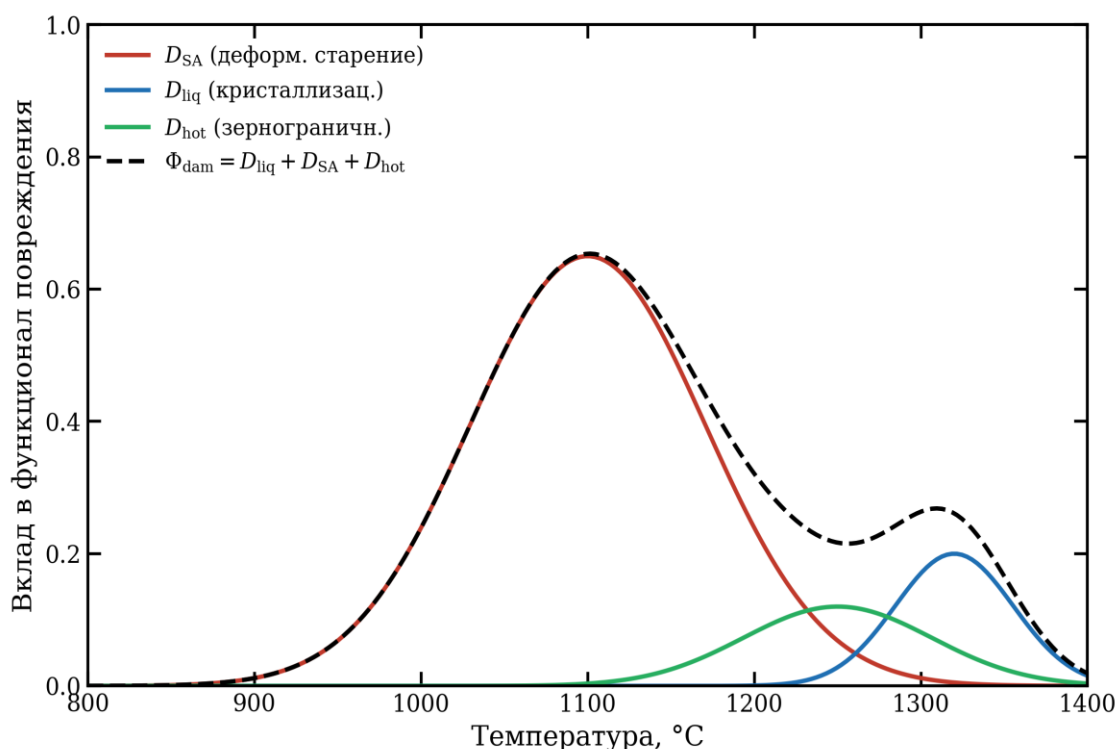


Рисунок 3.2 – Температурное распределение вкладов трёх механизмов накопления дефектов D_{liq} , D_{SA} и D_{hot} в функционал Φ_{dam} для системы легирования IN939 при характерных для СЛС условиях

Таблица 3.1 – Термодинамические и кинетические параметры сплавов валидационной выборки (расчёт CALPHAD)

Сплав	f_{γ}^{leq} , %	T_{liq} , °C	T_{sol} , °C	ΔT_{sol} , °C	$T_{\gamma'}^{solv}$, °C	$T_{sol} - T_{solv}$, °C	[Al+Ti], масс.%	N_v^-	ρ_{cr}^{exp} , M^{-1}	E_{calc}
Hastelloy X	0	1355	1260	95	-	>260	0.5	2.18	0	$\gg E_{cr}$
IN625	<5	1350	1290	60	860	430	0.7	2.22	0	$\gg E_{cr}$
IN718	15–20	1340	1290	50	910	380	2.4	2.30	0	$\gg E_{cr}$
Waspaloy	25	1360	1300	60	1030	270	4.2	2.38	0–0.2	$> E_{cr}$
IN939	35	1345	1265	80	1135	130	5.4	2.42	0.5–1.2	$\sim E_{cr}$
Nimonic 115	38	1360	1275	85	1150	125	6.0	2.44	1.5–3	$< E_{cr}$
IN738LC	40	1340	1265	75	1175	90	6.2	2.46	2–5	$< E_{cr}$
René 80	42	1350	1260	90	1180	80	6.4	2.48	3–6	$\ll E_{cr}$
IN713LC	45	1345	1260	85	1195	65	6.8	2.50	4–8	$\ll E_{cr}$
MAR-M-247	55	1370	1240	130	1230	10	7.0	2.52	6–12	$\ll E_{cr}$
CM247LC	60	1380	1270	110	1250	20	7.4	2.54	8–15	$\ll E_{cr}$
CMSX-4	65	1395	1340	55	1290	50	7.8	2.40*	5–10	$\ll E_{cr}$
René N5	62	1390	1345	45	1280	65	7.5	2.42*	4–9	$\ll E_{cr}$
ВЖС1 (расчёт)	35–40	1355	1275	80	1095	180	5.1	2.37	0 (прогноз)	$> E_{cr}$

Примечание: для монокристаллических сплавов (CMSX-4, René N5) N_v^- рассчитано для γ -матрицы, экспериментальные данные по ρ_{cr} для поликристаллических материалов. Данные ρ_{cr}^{exp} усреднены по литературным источникам [28, 44, 53–58, 63, 135, 139].

3.1.5 Валидация модели

3.1.5.1 Валидационная выборка

Для валидации модели использована выборка из 15 никелевых жаропрочных сплавов, охватывающих весь диапазон $f_{\gamma'}$, от 0 (Hastelloy X) до 65 % (CMSX-4). Термодинамические параметры рассчитаны методом CALPHAD, экспериментальные данные по плотности трещин усреднены по литературным источникам [54, 69, 78–84, 135, 139].

3.1.5.2 Результаты калибровки и сравнительная эффективность

Экспоненты модели $(m_1, m_2, \beta_1 - \beta_4)$ откалиброваны методом наименьших квадратов по тем же 15 сплавам. Сравнение критериев между собой сведено в таблицу 3.2.

Таблица 3.2 – Сравнительная предиктивная способность критериев трещиностойкости

Критерий	Физическая основа	r_s с ρ_{cr}^{exp}	R^2 (лог. регрессия)	Источник
[Al + Ti]	Эмпирический	0,72	0,54	[10, 136]
SAC index [Al+Ti+Nb+Ta]	Эмпирический	0,74	0,56	[10, 136]
ΔT_{sol}	Термодинамический	0,61	0,41	[137, 140]
$T_{sol}^{\gamma'}$	Термодинамический	0,82	0,69	[141–142]
$(T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'})$	Термодинамический	-0,85	0,74	-
SCI (Kou)	Термодинамика + кинетика кристаллизации	0,66	0,48	[140]
\mathcal{E} (наст. работа)	Механика + кинетика + 12 параметров	-0,96	0,94	наст. работа

Критерий \mathcal{E} описывает 94 % дисперсии экспериментальной плотности трещин - заметно больше любого из рассмотренных альтернативных критериев. Рост R^2 при переходе от лучшего однопараметрического показателя $(T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'}, R^2 = 0,74)$ к интегральному функционалу \mathcal{E} ($R^2 = 0,94$) объясняется тем, что учтена кинетика выделения γ' и сразу несколько

механизмов накопления дефектов. Причём высокий R^2 получен без подгонки свободных параметров: каждый показатель степени привязан к конкретному физическому процессу - этим подход и отличается от методов машинного обучения [135].

На рисунке 3.3 представлена валидационная диаграмма: зависимость $lg \mathcal{E}$ от $lg(1/\rho_{cr})$ для 15 сплавов. Вертикаль $lg \mathcal{E}_{cr} = 0$ отделяет бездефектную область (справа: Hastelloy X, IN625, IN718, Waspaloy) от области растрескивания (слева: IN738LC, René 80, CM247LC и др.). IN939 сидит у самой критической вертикали ($lg \mathcal{E} \approx 0.04$), а ВЖС1 - при $lg \mathcal{E} \approx 0.40$, то есть с запасом в бездефектной области при $f_{\gamma'} = 35-40\%$ - что соответствует разрешению противоречия между жаропрочностью и технологичностью синтеза.

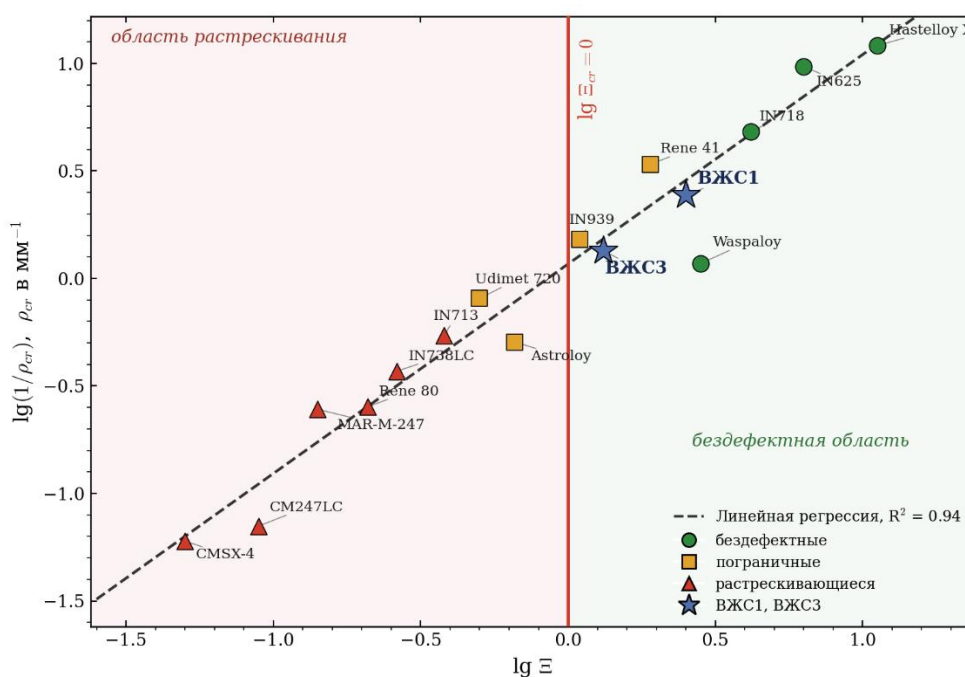


Рисунок 3.3 – Корреляция обобщённого критерия трещиностойкости \mathcal{E} с экспериментальной плотностью трещин: зависимость $lg \mathcal{E}$ от $lg \left(\frac{1}{\rho_{cr}} \right)$ для 15 никелевых жаропрочных сплавов, синтезированных методом СЛС

На рисунке 3.4 сопоставлены R^2 семи критериев. Последовательное возрастание R^2 от 0.41 (ΔT_{sol}) до 0.94 (Ξ) визуализирует выигрыш интегрального подхода.

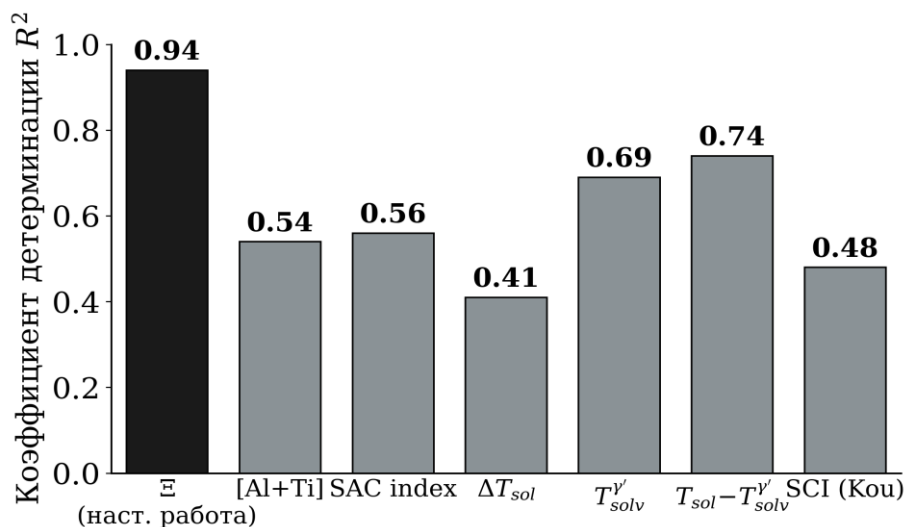


Рисунок 3.4 – Сравнительная предиктивная способность семи критериев трещиностойкости: коэффициент детерминации R^2 логарифмической регрессии с экспериментальной плотностью трещин ρ_{cr}^{exp} о расширенной выборке из 15 сплавов

3.1.5.3 Анализ чувствительности

Индексы Соболя первого порядка для 12 параметров модели показаны на рисунке 3.5 и в таблице ниже:

Параметр	Физический смысл	S_i	Ранг
$P_2: T_{sol}^{\gamma'}$	Температура сольвуса γ'	0,26	1
$P_4: \tau_n(T_{reheat})$	Кинетика зарождения γ'	0,21	2
$P_1: \Delta T_{sol}$	Интервал кристаллизации	0,16	3
$P_9: Nb/Ti$	Диффузионное замедление	0,11	4
$P_7: N_{\bar{\nu}}$	Стабильность к ТПУ	0,07	5
$P_5: \delta $ (misfit)	Когерентность γ/γ'	0,05	6
$P_{11}: \kappa_{eff}$	Теплопроводность	0,04	7
$P_{12}: \alpha(T)$	КТР	0,03	8
$P_6: k_i^{seg}$	Сегрегация	0,03	9
$P_{10}: \gamma_{SFE}$	Энергия дефекта упаковки	0,02	10
$P_8: [Al+Ti+Nb+Ta]$	Суммарн. γ' -образующие	0,01	11
$P_3: f_{\gamma'}^{eq}(T_{serv})$	Доля γ' при T_{serv}	0,01	12

Первые пять параметров суммарно определяют 81 % дисперсии ε . Высокие индексы чувствительности для $T_{solv}^{\gamma'}$ ($S = 0,26$) и τ_n ($S = 0,21$) - суммарно 47 % - задают приоритеты модификации состава и объясняют ограниченную предиктивную способность критериев, не учитывающих кинетику выделения γ' -фазы (RDG, SCI).

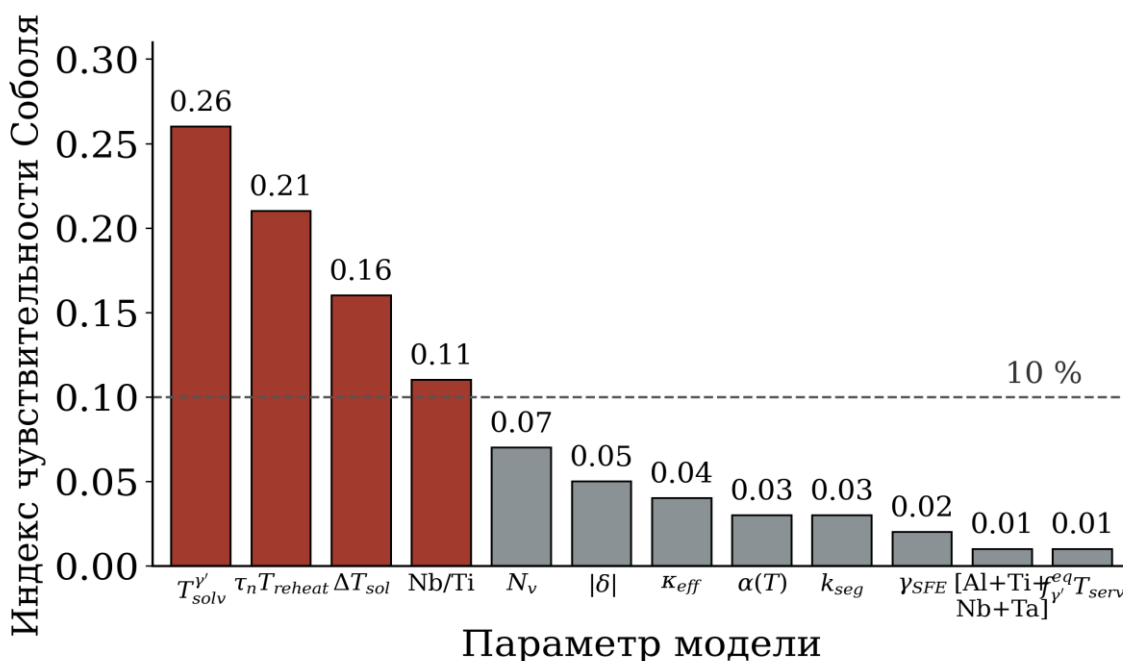


Рисунок 3.5 – Индексы чувствительности Соболя первого порядка S_i для двенадцати валидационных параметров модели трещиностойкости ε

По результатам анализа чувствительности сформулированы пять направлений направленной модификации системы легирования IN939 для получения сплава ВЖС1.

Направление I - снижение $T_{solv}^{\gamma'}$. Цель: $T_{solv}^{\gamma'} \leq 1100$ °C (у IN939 - 1135 °C) и расширение интервала $T_{sol} - T_{solv}^{\gamma'}$ со 130 до ≥ 175 °C. Достигается это частичной заменой Ti на Nb и подбором содержания Co и Al при сохранении $f_{\gamma'}^{eq} \geq 35$ %.

Направление II - замедление кинетики γ' -выделения. Цель: $\tau_n(900$ °C) $\geq 0,8$ с (против 0,3–0,5 с). Достигается это повышением отношения Nb/Ti: коэффициент диффузии Nb в ГЦК-Ni примерно в 5 раз ниже, чем у Ti, так что частичная замена Ti на Nb тормозит диффузионно-контролируемое

зарождение γ' - и при этом не снижает равновесную долю упрочняющей фазы. А также увеличением содержания тугоплавких элементов (W, Mo), замедляя объёмную диффузию.

Направление III - контроль ΔT_{sol} . Цель: $\Delta T_{sol} \leq 80$ °C. Регулируется оптимизацией содержания C и перераспределением карбидообразующих элементов.

Направление IV - подавление ТПУ-фаз. Цель: $N\bar{v} < 2,40$ (2.42 у IN939). Достигается уменьшением Cr при компенсации через повышение W и частичную замену Mo на W.

Направление V - минимизация мисфита $|\delta|$. Цель: $|\delta| < 0,15$ % при 850 °C. Регулируется балансом элементов между γ - и γ' -подрешётками по данным CALPHAD.

Данные таблицы 3.3 подтверждают: адаптировать готовые промышленные сплавы к СЛС не удаётся. Для IN738LC ($T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'} \approx 90$ °C) годы работы над оптимизацией параметров процесса СЛС [54, 81–82, 133, 138, 147] так и не убрали трещины ($\rho_{cr} = 2-5$ мм⁻¹). Для CM247LC и MAR-M-247 интервал $T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'}$ (~20 и ~10 °C) делает растрескивание от деформационного старения при СЛС неизбежным ($\rho_{cr} > 8$ мм⁻¹). IN939 с промежуточным интервалом ~130 °C и умеренной плотностью трещин (0,5–1,2 мм⁻¹) остаётся единственной системой, для которой направленная модификация состава способна перевести параметр \bar{E} через пороговое значение без существенной переработки системы легирования в целом.

3.1.8 Результат оптимизации и экспериментальная верификация

Синтез опытных образцов сплава ВЖС1 методом СЛС подтвердил прогноз модели: на металлографических шлифах макротрещины не обнаружены, а микроструктура после синтеза - пересыщенный γ -раствор с дислокационной субструктурой (раздел 3.2), без γ' -фазы (подтверждено SAED, раздел 3.3). Полученный результат экспериментально подтверждает,

что τ_n для ВЖС1 достаточно велик для подавления γ' -выделения при характерных для СЛС скоростях охлаждения [129].

После полной термической обработки в сплаве ВЖС1 формируется целевая γ/γ' -структура с $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$, бимодальным распределением выделений, когерентной межфазной границей и характерным перераспределением элементов (Ni–Al–Ti в γ' , Cr–Co в γ), что обеспечивает сохранение уровня жаропрочности при достигнутой трещиностойкости.

Обобщённый критерий трещиностойкости Ξ ($R^2 = 0,94$ против $0,41\text{--}0,74$ для существующих критериев) послужил инструментом разработки сплава ВЖС1 - первого отечественного никелевого жаропрочного сплава, предназначенного для изготовления методом СЛС и сочетающего бездефектный синтез с уровнем жаропрочности литого IN738LC до температуры $900\text{ }^\circ\text{C}$. На состав сплава подана заявка на изобретение № 2026105665 от 03.03.2026 г.

3.2 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 методом сканирующей электронной микроскопии

Разработка сплава ВЖС1 основана на расчётных термодинамических и кинетических параметрах, полученных методом CALPHAD в рамках модели обобщённого критерия трещиностойкости Ξ (раздел 3.1). Расчётный прогноз сам по себе ещё не гарантирует успешной разработки сплава. Нужно экспериментально подтвердить, что предсказанные моделью характеристики действительно реализуются в материале, синтезированном методом СЛС при заданных технологических параметрах. Этому подтверждению и посвящён настоящий раздел.

Систематическое микроструктурное исследование необходимо потому, что между расчётной фазовой диаграммой и реальной структурой синтезированного материала вклинивается ряд кинетических и термомеханических эффектов, выходящих за рамки равновесной термодинамики: (i) высокие скорости охлаждения в ванне расплава ($10^5\text{--}10^6\text{K/s}$)

подавляют равновесные фазовые превращения и формируют метастабильные состояния, определяемые конкуренцией диффузионных и бездиффузионных механизмов, (ii) циклический характер нагрева при наплавлении последовательных слоёв создаёт пространственно-неоднородное температурно-деформационное поле, в котором каждый элементарный объём материала проходит свою термическую историю, (iii) высокотемпературная постобработка (ГИП, рекристаллизационный отжиг, ступенчатое старение) формирует последовательность структурных состояний, где эволюция дефектной субструктуры, зёрненного строения и дисперсной упрочняющей фазы идёт кооперативно, а не независимо [130].

Исследование проводится в плоскости XZ (параллельной направлению построения), что позволяет одновременно анализировать мезомасштабную неоднородность, обусловленную послойным формированием (границы ванн расплава, зоны повторного нагрева, локальные области повышенной сегрегации), и наномасштабную эволюцию дисперсной упрочняющей составляющей γ' -фазы. Выбор плоскости XZ обоснован тем, что, в отличие от плоскости XY (перпендикулярной оси построения), сечение XZ содержит информацию о вертикальной иерархии структуры - от единичного трека расплава до макроскопической текстуры, определяющей анизотропию свойств.

Далее эволюция микроструктуры прослеживается по стадиям полной термической обработки TO1: (i) состояние после синтеза, (ii) синтез + горячее изостатическое прессование (ГИП), (iii) синтез + ГИП + рекристаллизационный отжиг, (iv) дополнительно 1-я ступень старения, (v) полный цикл старения (1-я + 2-я ступени) (рисунок 3.6). Такой порядок изложения преследует три цели.

Первая цель - верификация модели Э. Ключевое предсказание модели - формирование в состоянии после синтеза пересыщенного γ -твёрдого раствора с подавлением выделения γ' -фазы в зоне термического влияния. Отсутствие характерной дисперсной γ/γ' -морфологии в состоянии (i) служит

экспериментальным подтверждением кинетической части модели, в которой увеличенный параметр τ_n обеспечивается за счёт повышенного отношения Nb/Ti.

Вторая цель - установление корреляций «структура - свойства». Количественные параметры γ' -фазы - средний размер d_{eq} , объёмная доля f_V , плотность выделений N_A , межчастичное расстояние λ , определяемые на последовательных стадиях термической обработки, - служат входными данными для интерпретации механических свойств через дисперсионное упрочнение (механизм Орована) и для анализа кинетики ползучести (разделы 3.4–3.5).

Третья цель - количественная оценка структурной неоднородности, наследуемой от процесса СЛС. Применительно к жаропрочным сплавам, предназначенным для длительной эксплуатации при высоких температурах, существенны не только средние значения механических характеристик, но и степень их пространственной однородности. Остаточная химическая и структурная неоднородность, наследуемая от послойного синтеза, локально изменяет кинетику выделения γ' -фазы, размер карбидов и характер строения границ зёрен, что создаёт потенциальные концентраторы напряжений и пути облегчённого распространения трещин при ползучести.

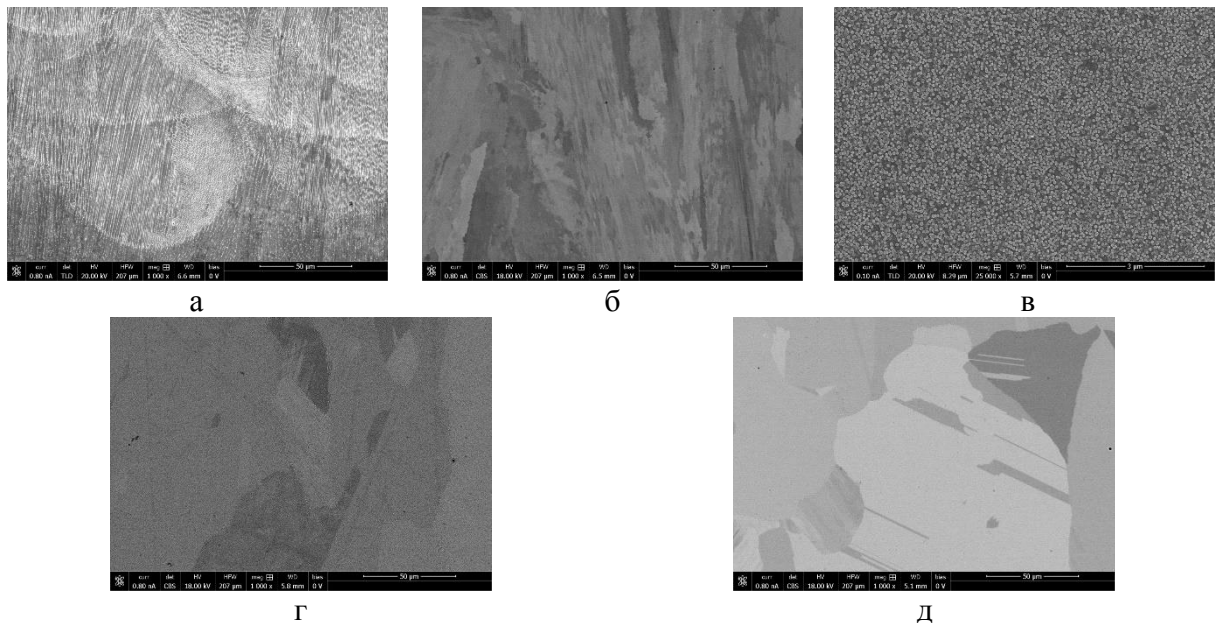


Рисунок 3.6 – СЭМ микроструктура сплава ВЖС1 на стадиях проведения полной ТО в соответствии с нумерацией режима (i-a), (ii-б), (iii-в), (iv-г) и (v-д)

На рисунке 3.7 показана характерная микроструктура сплава марки ВЖС1 в плоскости XZ в состоянии после синтеза (i), переход от обзорного масштаба к детальному позволяет связать наблюдаемую неоднородность с субструктурой при кристаллизации и вторичными фазами.

На подрисунке (а) видна выраженная пространственная неоднородность контраста в виде крупных пятен различной яркости с протяжёнными границами. Для плоскости XZ такая картина соответствует областям с разными температурными градиентами при послойном синтезе (повторный нагрев при наплавлении последующих слоёв, различная скорость теплоотвода вдоль оси построения Z), что приводит к локальным различиям в степени сегрегации легирующих элементов и интенсивности BSE-контраста.

На подрисунке (б) структура имеет зернистый вид: на фоне матрицы наблюдается большое число ярких дискретных объектов субмикронного–микронного масштаба, с тенденцией к сегрегации вдоль слабовыраженных полос и границ. В режиме BSE высокий яркостный контраст соответствует не γ' -фазе, а частицам и участкам, обогащённым тяжёлыми элементами - карбидной или интерметаллидной составляющей, продуктам междендритной сегрегации, а также зонам с повышенной концентрацией тугоплавких легирующих элементов вдоль границ ячеек и субзёрен ячеисто-дендритной субструктуры, сформированной при быстрой кристаллизации в процессе СЛС.

На подрисунке (в) видна регулярность распределения дискретных ярких объектов относительно направления структурных элементов: в поле зрения наблюдаются вытянутые области различной контрастности, ориентированные преимущественно вдоль оси построения, яркие частицы различного размера подчёркивают границы субструктуры. Наблюдаемая морфология характерна для синтезированных методом СЛС материалов с ячеисто-дендритной сегрегационной сеткой: в межъячеечных областях аккумулируются тугоплавкие компоненты, что делает их предпочтительными местами зарождения карбидов и интерметаллидов.

На подрисунке (г) морфология ярких объектов прослеживается при максимальном увеличении: преобладают частицы, близкие к округлой форме, наряду с которыми присутствуют неправильные и оgranённые включения, что указывает на многофазность и различные механизмы образования. При данном увеличении картина когерентных выделений γ' -фазы в матрице не обнаруживается, что подтверждает подавление выделения γ' -фазы в состоянии после синтеза, соответствующие результаты ПЭМ приведены в разделе 3.3.

В совокупности СЭМ-изображения на рисунке 3.7 показывают, что в состоянии после синтеза матрица сплава ВЖС1 - это пересыщенный γ -твёрдый раствор с выраженной субдендритной субструктурой и набором дискретных включений и областей сегрегации (преимущественно карбиды и интерметаллиды). Эти структурные элементы определяют дальнейшую кинетику гомогенизации при ГИП и условия выделения γ' -фазы при старении.

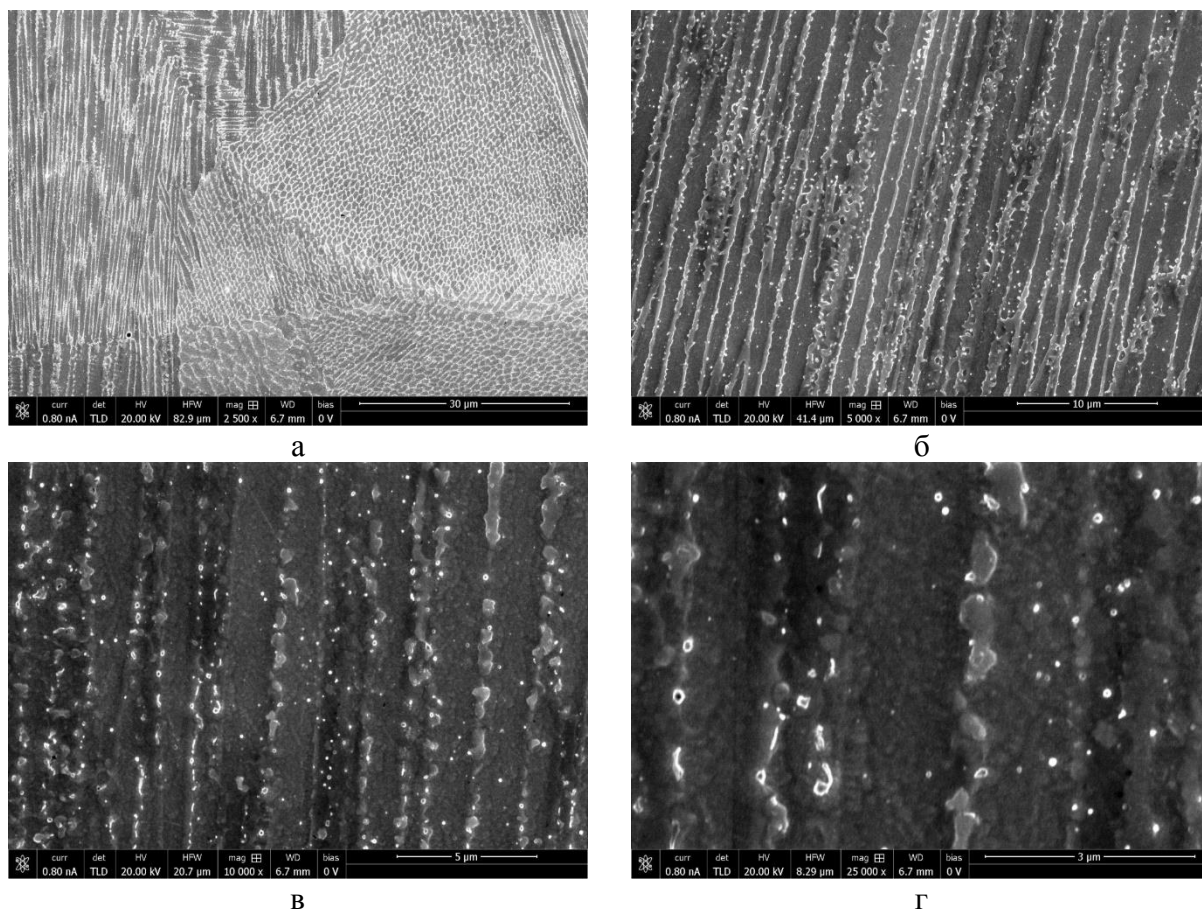


Рисунок 3.7 – СЭМ микроструктура сплава ВЖС1 в состоянии (i) при различных увеличениях: 2 500X (а), 5 000X (б), 10 000X (в) и 25 000X (г)

На рисунке 3.8 приведена микроструктура сплава ВЖС1 в плоскости XZ в состоянии после ГИП (ii). На обзорном изображении (а) структура становится более гомогенной: крупные зоны сохраняются в виде отдельных областей, на их фоне наблюдается дисперсная γ' -фаза, образующая равномерный точечный контраст по всему полю зрения. Такая картина характерна для состояния, сформированного после высокотемпературного воздействия и контролируемого охлаждения, локальные вариации плотности точечного контраста отражают остаточную химическую неоднородность, наследуемую от процесса СЛС, и различия в кинетике распада пересыщенного γ -твёрдого раствора.

На подрисунке (б) γ' -фаза визуализирована более отчётливо: преобладают выделения, близкие к равноосной форме, на масштабе нескольких десятков микрометров наблюдается слабая неоднородность по плотности и размерам выделений, отражающая влияние микросегрегации легирующих элементов на локальную температуру сольвуса и на скорость выделения γ' -фазы.

На подрисунке (в) наблюдается бимодальное распределение γ' -фазы: наряду с основной популяцией выделений присутствуют более мелкие частицы γ' , а также локальные области с повышенной или пониженной плотностью распределения выделений. Структурная неоднородность такого типа определяет локальные различия в эффективной длине свободного пробега дислокаций и, соответственно, в величине дисперсионного упрочнения по объёму материала.

На подрисунке (г) морфология отдельных выделений прослеживается при максимальном разрешении: видны округлённые границы с локальной тенденцией к огранке, что характерно для когерентных и частично когерентных выделений γ' -фазы в γ -матрице.

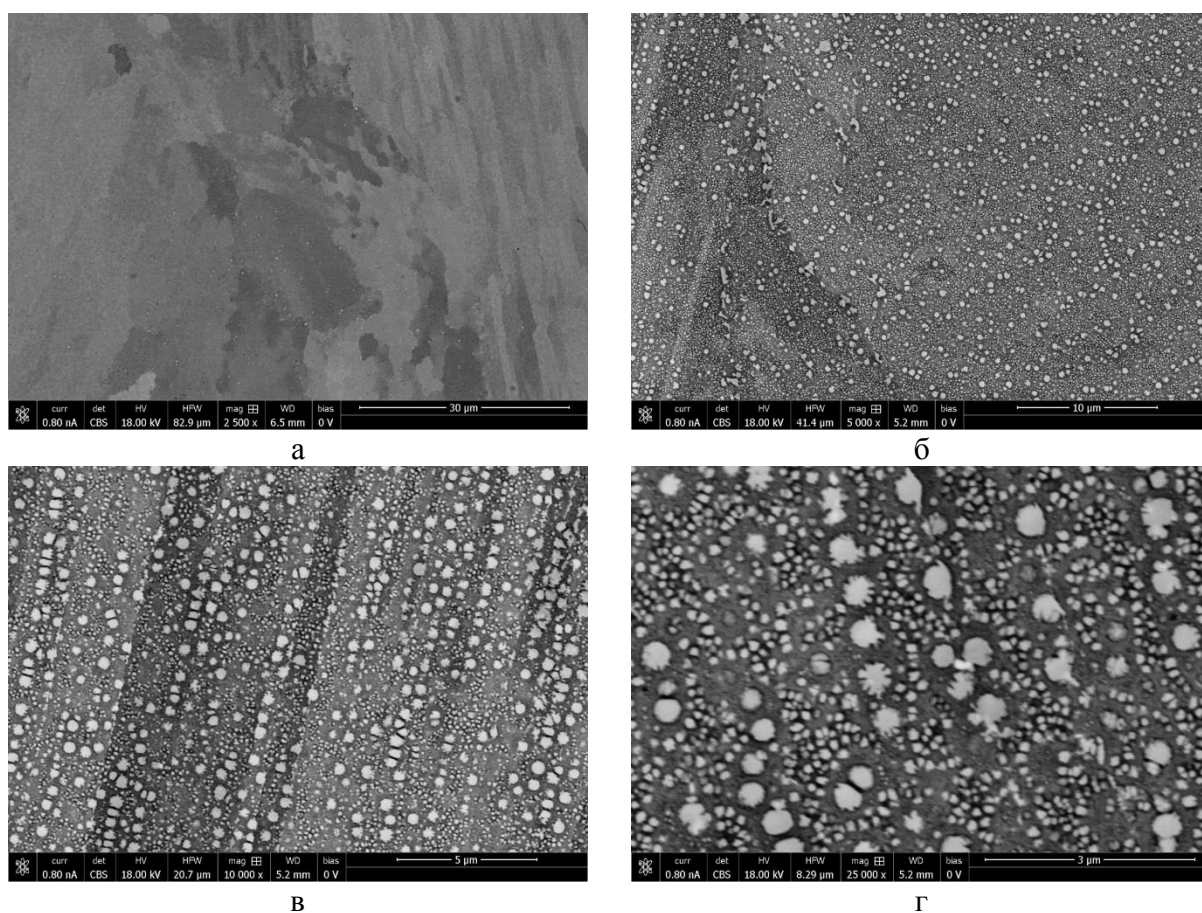


Рисунок 3.8 – СЭМ микроструктура сплава ВЖС1 в состоянии (ii) при различных увеличениях: 2 500X (а), 5 000X (б), 10 000X (в) и 25 000X (г)

На рисунке 3.9 приведены СЭМ-изображения микроструктуры сплава ВЖС1 в плоскости ХZ после рекристаллизационного отжига (iii), когда исходная послойная неравновесная субструктура СЛС должна быть максимально гомогенизирована за счёт высокотемпературной диффузии и рекристаллизационных процессов.

На обзорном изображении (а) поле зрения характеризуется ориентационным контрастом в виде протяжённых областей различной яркости, вытянутых преимущественно вдоль направления построения, что соответствует формированию укрупнённой зёрновой структуры после высокотемпературной обработки. При этом дугообразный рисунок ванн расплава, типичный для состояния после синтеза, не является доминирующим признаком и визуально не выявляется, что указывает на существенную релаксацию технологически обусловленной неоднородности и перераспределение дефектной субструктуры.

На подрисунке (б) отчётливо наблюдается высокая плотность равномерно распределённых дисперсных выделений γ' -фазы на фоне γ -матрицы. Такие выделения формируются закономерно, поскольку при рекристаллизационном отжиге γ' растворяется, а при последующем охлаждении происходит повторное выделение мелкодисперсной γ' -фазы по всему объёму матрицы, создавая базовую упрочняющую структуру, которая далее будет целенаправленно перестраиваться и оптимизироваться на стадиях ступенчатого старения.

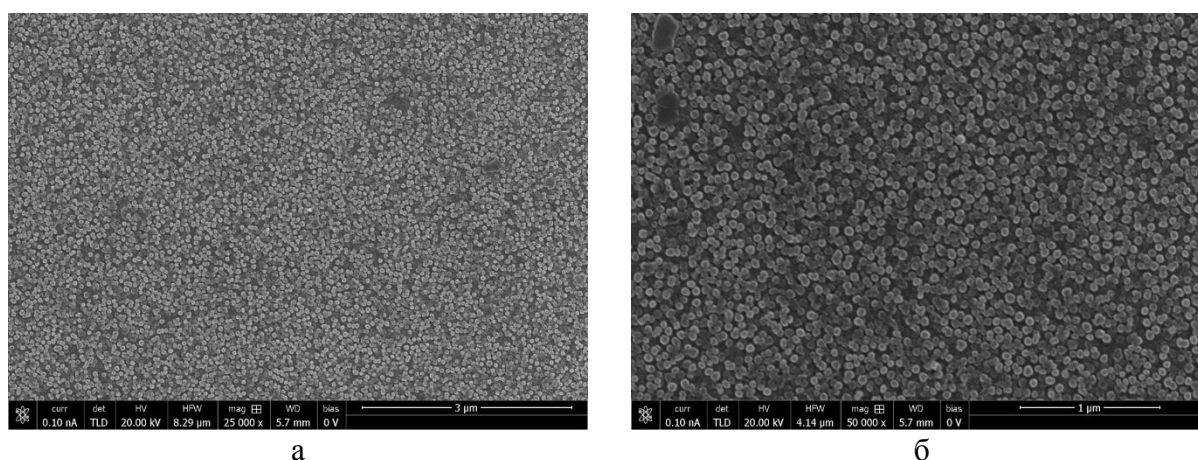


Рисунок 3.9 – СЭМ микроструктура сплава ВЖС1 в состоянии (iii) при различных увеличениях: 25 000X (а) и 50 000X (б)

На рисунке 3.10 показана СЭМ-микроструктура сплава ВЖС1 в состоянии (iv), соответствующем проведению первой ступени старения после рекристаллизационного отжига, при этом уже на подрисунке (а) фиксируется формирование практически сплошной по объёму системы дисперсных выделений γ' -фазы в γ -матрице: частицы распределены равномерно, без выраженной привязки к следам ванн расплава, а наблюдаемые локальные области иного контраста (в пределах отдельных зёрен, двойников или участков иной травимости) сопровождаются лишь умеренным изменением плотности или характерного размера γ' -фазы, что указывает на общую гомогенность структурного состояния после проведённой ТО.

На подрисунке (б) морфология первичной γ' -фазы видна отчётливее: преобладают равноосные, склонные к огранке частицы, между которыми

остаются узкие каналы γ -матрицы. Для жаропрочных никелевых сплавов с высокой долей γ' -фазы (35–40 %) такая картина типична.

На подрисунке (в) видна и неоднородность по размеру упрочняющей фазы: где-то γ' крупнее и реже, где-то - мельче и плотнее. Отсюда вывод: первая ступень старения не просто запускает рост γ' , но и задаёт само распределение размеров и расстояний между частицами. А оно зависит от того, насколько однородна γ -матрица по составу и как именно распадается пересыщенный твёрдый раствор.

Особенно показателен подрисунок (г): здесь видна бимодальная система γ' - на фоне мелких выделений сидят более крупные частицы. Именно такая организация упрочняющей фазы и есть главная черта состояния (iv): высокая объёмная доля и дисперсность сочетаются с крупными частицами, а заодно остаются мелкие выделения - зародыши вторичной γ' -фазы (состояние (v), рисунок 3.11).

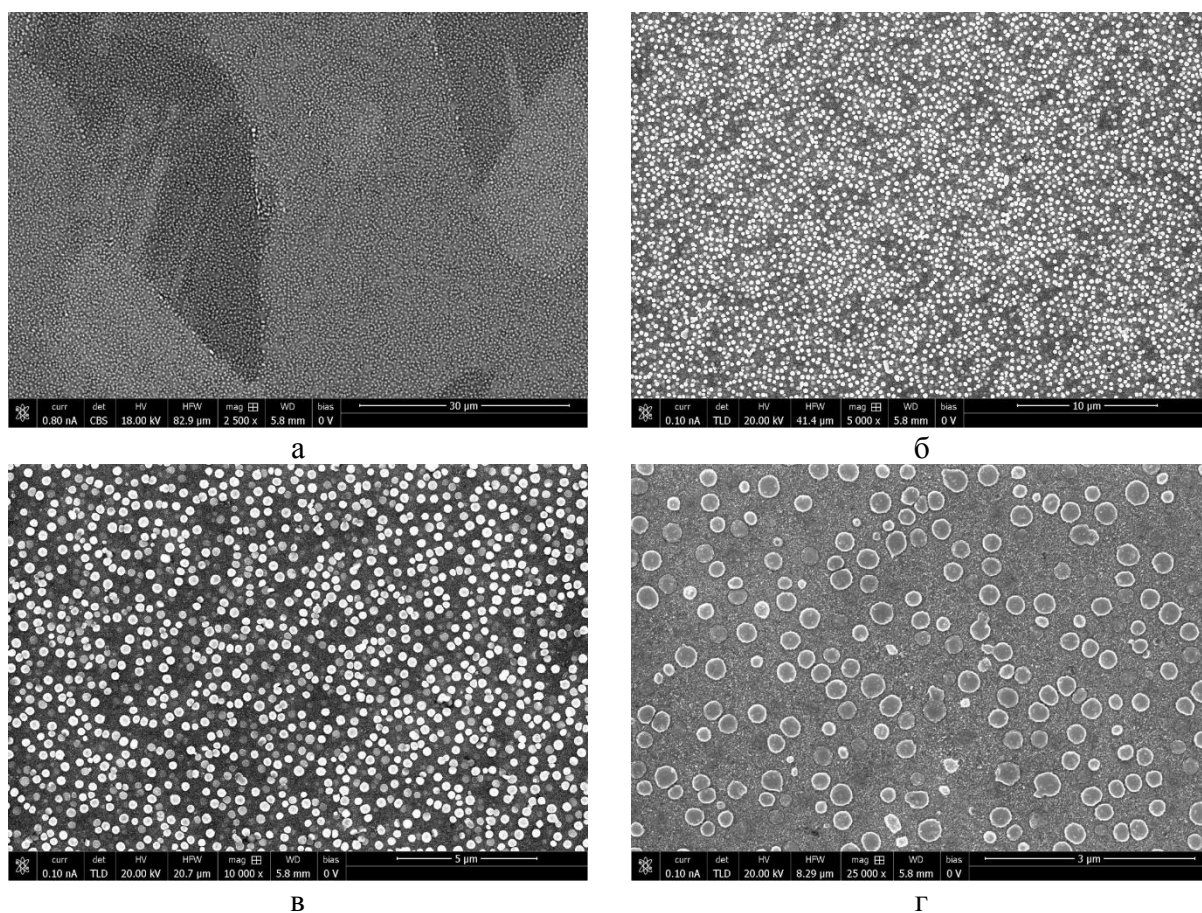


Рисунок 3.10 – СЭМ микроструктура сплава ВЖС1 в состоянии (iv) при различных увеличениях: 2 500X (а), 5 000X (б), 10 000X (в) и 25 000X (г)

На рисунке 3.11 приведены СЭМ-изображения микроструктуры ВЖС1 в плоскости XZ после завершения полного цикла термической обработки с последующей многоступенчатой стабилизацией структуры (состояние (v), после 1-й и 2-й ступеней старения), причём сопоставление подрисунков (а–г) демонстрирует не только сформированную γ/γ' -структуру, но и характер её пространственной неоднородности, наследуемой от СЛС в направлении построения.

На обзорном подрисунке (а) проявляются протяжённые полосы и границы, ориентированные вдоль оси Z: вдоль этих линий контраст заметно выше, что указывает на локализацию вторичных фаз или участков повышенной концентрации легирующих элементов (остаточная сегрегационная сетка).

На подрисунке (в) картина разделяется на два уровня: в матрице формируется плотная мелкодисперсная γ' -фаза, тогда как по границам зёрен выделяются более крупные частицы и агломерированные участки (локальная укрупнённая фракция), что указывает на то, что остаточная микросегрегация в синтезированном материале создаёт условия для ускоренной коагуляции и укрупнения γ' -фазы и сопутствующих фаз на границах зёрен.

На подрисунке (г) показана конечная морфология упрочняющей γ' -фазы после второй ступени старения: на фоне матрицы наблюдается мелкодисперсная равномерная сетка выделений вторичной γ' -фазы с уменьшенным межчастичным расстоянием, а также отдельные более крупные частицы округлой формы. Совокупно это означает, что 2-я ступень старения приводит к уплотнению как первичной, так и вторичной γ' -фазы в объёме, а также к росту числа мелких частиц вторичной γ' -фазы и уменьшению характерного расстояния между ними.

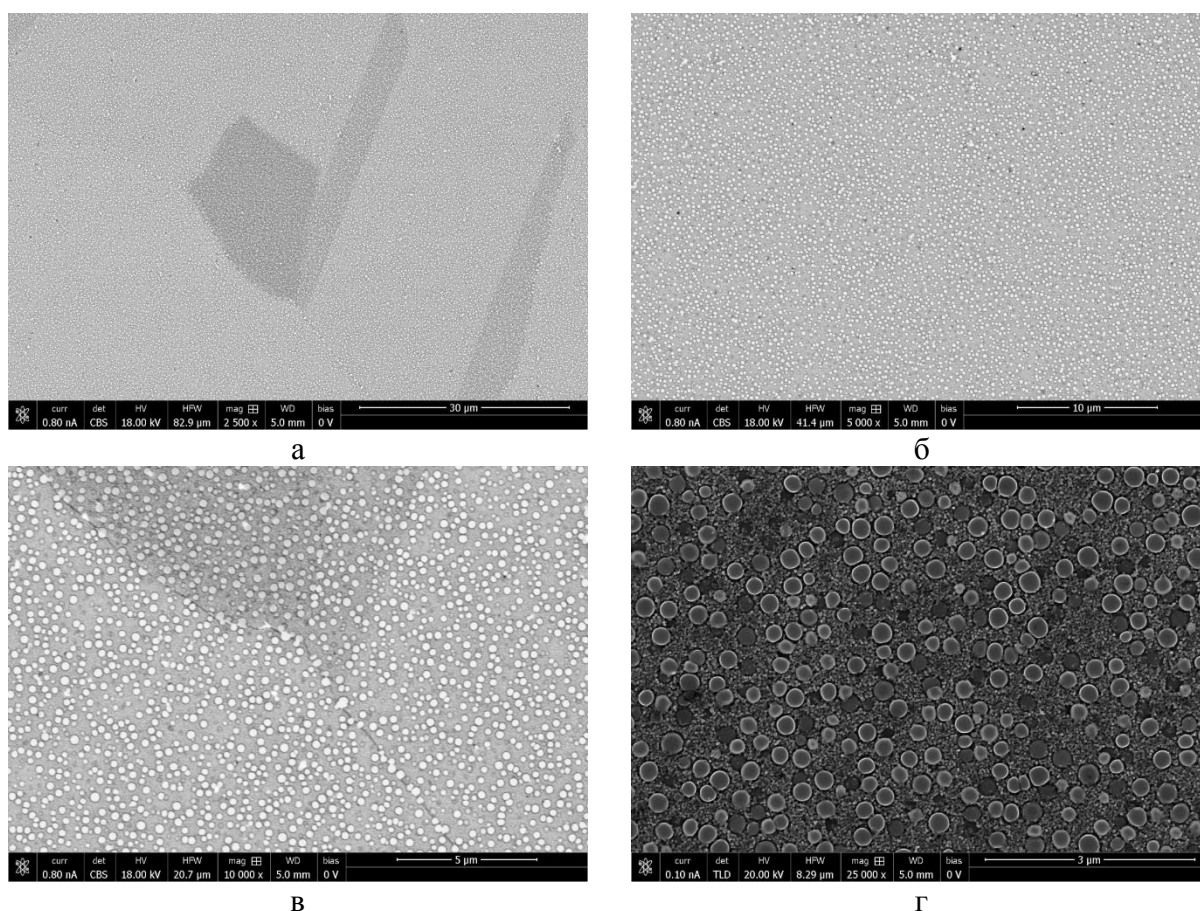


Рисунок 3.11 – СЭМ микроструктура сплава ВЖС1 в состоянии (v) при различных увеличениях: 2 500X (а), 5 000X (б), 10 000X (в) и 25 000X (г)

Для перехода от описательного анализа к сопоставимым характеристикам выполнена количественная обработка СЭМ-изображений (рисунки 3.7–3.11), направленная на оценку размеров, плотности и шага распределения выделений γ' -фазы. Количественный анализ выполняли по принципу стандартной стереологии для двухфазных γ/γ' -структур: на выбранных полях зрения γ' -выделения выделяли по контрасту с последующей бинаризацией и морфологической фильтрацией. Для каждой частицы определяли площадь проекции A_i и эквивалентный диаметр $d_{eq,i}$, вычисляемый из условия равенства площадей круга и проекции частицы:

$$d_{eq,i} = 2 \sqrt{\frac{A_i}{\pi}}$$

Для каждой выборки рассчитывали средний размер $\overline{d_{eq}}$, медиану d_{50} и среднеквадратичное отклонение $s(d)$, что позволяет описывать не только уровень дисперсности, но и степень бимодальности γ' -системы, критичную для устойчивости при длительном нагружении. Долю γ' на шлифе оценивали как:

$$f_A = \frac{\sum A_i}{A_{tot}}$$

где A_{tot} - площадь проанализированного поля зрения.

С учётом стереологического равенства $f_A \approx f_V$ для изотропно распределённых равноосных частиц, величина f_A может быть использована как оценка объёмной доли γ' -фазы, необходимой для интерпретации уровня дисперсионного упрочнения. Численную плотность на плоскости определяли как:

$$N_A = \frac{N}{A_{tot}}$$

где N - число выделений γ' -фазы в поле зрения.

Характерный шаг (порядок межчастичного расстояния) оценивали по приближению для статистически равномерного распределения:

$$\lambda \sim \frac{1}{\sqrt{N_A}}$$

что даёт удобную сравнительную метрику степени уплотнения γ' -решётки в разных состояниях ТО. Для связи с механическими свойствами: уменьшение λ и рост f_V приводят к повышению сопротивления дислокационному скольжению,

в первом приближении вклад дисперсионного упрочнения для режима обхода частиц (механизм Орована) масштабируется как:

$$\Delta\tau \propto \frac{Gb}{\lambda} \ln\left(\frac{r}{b}\right)$$

где G - модуль сдвига,

b - вектор Бюргерса,

r - характерный радиус частицы.

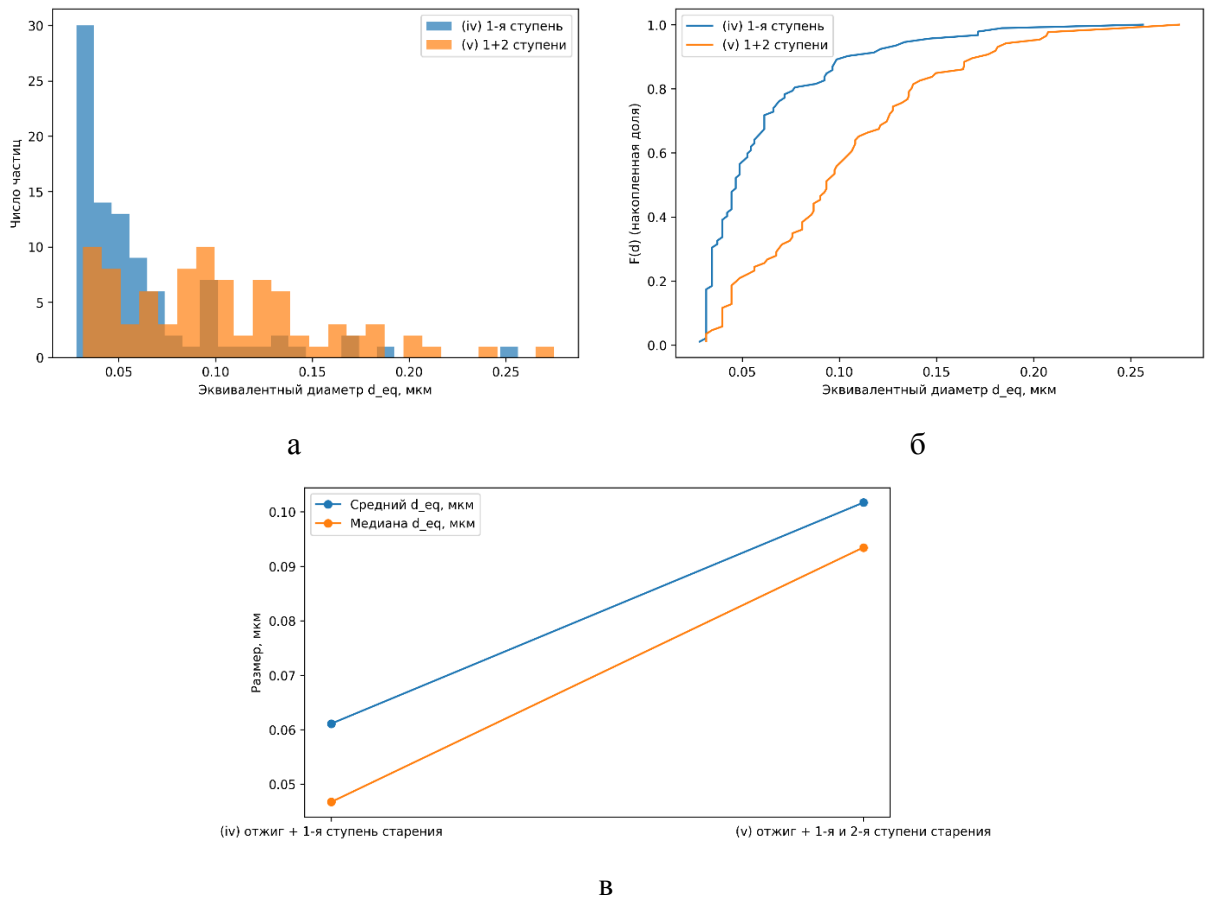


Рисунок 3.12 – Количественная обработка СЭМ изображений для сплава ВЖС1: (а) – распределение d_{eq} , (б) – накопленные кривые d_{eq} и (в) – изменение среднего размера частиц и медианы d_{eq}

Совокупность параметров $\overline{d_{eq}}$, f_V , N_A и λ позволяет количественно развести состояние после 1-й степени старения (рисунок 3.10) и после полного цикла (рисунок 3.11).

Количественная обработка (таблица 3.3 и рисунок 3.12) показала: при переходе от (iv) к (v) γ' -фаза перераспределяется - растёт характерный размер выделений и одновременно растёт доля фракции γ' , тогда как параметр λ , оцениваемый по N_A , увеличивается - значит, при укрупнении частиц высокая плотность выделений сохраняется. Это говорит о том, что после второй ступени старения формирование стабильной γ/γ' -структуры завершается: за счёт диффузионной перестройки и частичного коагулирования упрочняющая фаза приходит к более равновесному при рабочих температурах состоянию.

Таблица 3.3 – Количественные параметры γ' -фазы по данным обработки СЭМ-изображений (плоскость XZ)

Состояние	N , шт.	$\overline{d_{eq}}$, мкм	d_{50} , мкм	$s(d)$, мкм	N_A , 1/мкм ²	λ , мкм
(iv) отжиг + 1-я ступень старения	92	0.061	0.047	0.040	2.33	0.655
(v) отжиг + 1-я и 2-я ступени старения	86	0.102	0.093	0.051	2.18	0.677

На рисунке 3.13 прослеживается, как меняются карты локальной разориентации (LM, метод EBSD) в ВЖС1 на пяти стадиях полной термообработки. Для нас этот рисунок ключевой: он связывает прогнозы модели \mathcal{E} (раздел 3.1) с тем, как структура эволюционирует на деле. Дело в том, что LM - интегральный индикатор сразу нескольких вещей: распределения градиентов упруго-пластической деформации, плотности геометрически необходимых дислокаций (ГНД) и степени субструктурной фрагментации. А это и есть характеристики, от которых зависит способность материала к пластической релаксации термических напряжений (функционал Φ_{rel} модели).

Строго говоря, LM - это среднее угловое несоответствие между ориентацией данной точки растра и ориентациями её ближайших соседей в пределах заданного поля. В формульной записи:

$$\theta_{LM} = \left(\frac{1}{n}\right) \sum_{\{i=1\}_i^{\{n\}} \Delta\theta$$

где $\Delta\theta_i$ - угол разориентации между центральной точкой и i -й соседней точкой,

n - число соседей в ядре.

В континуальном приближении теории дислокаций θ_{LM} выражается через плотность ГНД по соотношению Ная:

$$\rho_{GND} \approx \frac{\theta_{LM}}{(b \cdot \Delta x)}$$

где b - модуль вектора Бюргерса ($b \approx 0,254$ нм для ГЦК-Ni),

Δx - шаг растра EBSD.

По сути, карта LM - это пространственное распределение ρ_{GND} , спроецированное на плоскость шлифа, разрешение задаётся шагом сканирования.

Состояние (i): после синтеза (подрисунков а). Именно на этой карте LM самая неоднородная по площади шлифа и в среднем самая интенсивная из всех состояний. Области повышенной локальной разориентации ($\theta_{LM} > 2-3^\circ$) складываются в протяжённую сетку, вытянутую в основном вдоль оси построения Z. Так отпечатывается термическая история послойного синтеза: проходя, лазерный луч создаёт градиенты $>10^6$ К/м и поля термических деформаций $\varepsilon_{th} \approx \alpha \cdot \Delta T$, где α - коэффициент термического расширения ($\sim 13 \times 10^{-6}$ К⁻¹ для γ -Ni при 800 °С), а ΔT - локальный перепад температур. При $\Delta T \sim 500-1000$ К деформация доходит до $\varepsilon_{th} \sim 0,7-1,3$ % - выше предела упругости пересыщенного γ -раствора. Дальше начинается необратимая пластика, и формируются дислокационные субструктуры.

Участки повышенной LM группируются вдоль границ ванн расплава и в зонах повторного нагрева. Именно на периферии ванны градиенты термических напряжений максимальны - там контраст между только что затвердевшим металлом и уже сформированным субстратом резче всего. Если оценить плотность ГНД по формуле Ная ($\theta_{LM} \approx 2-4^\circ$, $\Delta x = 0,5$ мкм), получаем $\rho_{GND} \sim 10^{14}-10^{15}$ м⁻². Порядок величины тот же, что и в данных ПЭМ для синтезированных никелевых сплавов [66, 76], значит, состояние (i) действительно высокодефектное.

Для модели \mathcal{E} это важный результат. Высокая плотность дислокаций работает в обе стороны: с одной - даёт ресурс для пластической релаксации (вклад в Φ_{rel} через $\dot{\epsilon}_{eq}^{pl}$), с другой - приближает хрупкое разрушение, когда пластичность исчерпана (вклад в Φ_{dam} через экспоненту $\exp(-\rho_d/\rho_d^{cr})$ в функции Ψ). Что из двух перевесит при повторном нагреве - то и определит, будет ли растрескивание. Макротрещин в образцах ВЖС1 нет, и это прямое подтверждение: заложенная в состав модификация дала достаточный запас пластичности, чтобы релаксировать термические напряжения.

На карте LM в состоянии (i) нет того контраста от когерентных полей напряжений вокруг γ' , который обычен для дисперсионно-упрочнённых сплавов. Это независимо (насколько позволяет масштаб EBSD) подтверждает: после синтеза γ' не выделяется, материал остаётся пересыщенным γ -твёрдым раствором. С расчётом всё сходится - кинетический параметр $\tau_n > 0.8$ с как раз и предсказывает подавление γ' -выделения при тех временах, что материал проводит в субсольвусном интервале при СЛС.

Состояние (ii): после ГИП (подрисунок б). По сравнению с состоянием (i) интенсивность карты LM падает, однако морфологическая анизотропия распределения сохраняется - участки повышенной разориентации по-прежнему вытянуты вдоль оси Z. Это промежуточное состояние объясняется так. ГИП при температурах выше $T_{solv}^{\gamma'}$ (а это подтверждает дисперсная γ' на СЭМ-снимках, рисунок 3.8) запускает сразу два конкурирующих процесса: с

одной стороны - частичную аннигиляцию дислокаций и полигонизацию (хаотичные дислокации перестраиваются в более упорядоченные субграницы), с другой - начало выделения γ' . А выделяющаяся γ' создаёт когерентные поля напряжений, и они отчасти компенсируют то снижение θ_{LM} , что даёт аннигиляция дислокаций. В сумме средняя LM падает умеренно – примерно на 15–25 % относительно состояния (i).

Существенно, что ГИП не устраняет наследуемую от СЛС текстурную анизотропию: столбчатые зёрна, выросшие преимущественно вдоль $\langle 001 \rangle$ параллельно оси построения, сохраняют свою морфологию, а связанная с ними анизотропия карт LM не подавляется. Это означает, что функция ГИП в Т01 - прежде всего залечивание пор и снижение уровня локальных напряжений, а не рекристаллизация.

Состояние (iii): после рекристаллизационного отжига (подрисунк в). На этой стадии морфология карт LM меняется наиболее заметно. Вытянутая вдоль оси Z структура сменяется равноосной зёрненной: вместо протяжённых полос повышенной LM, характерных для состояний (i) и (ii), появляются дискретные линии повышенной разориентации, совпадающие с высокоугловыми границами рекристаллизованных зёрен, а внутри зёрен значения θ_{LM} существенно ниже и однороднее ($\theta_{LM} < 0,5-1,0^\circ$).

Физика этого перехода определяется энергетикой рекристаллизации: запасённая энергия деформации, аккумулированная в виде дислокаций при быстрой кристаллизации СЛС и лишь частично релаксированная при ГИП, служит термодинамической движущей силой для зарождения и роста новых зёрен с низкой плотностью дефектов. Отжиг ведётся выше сольвуса γ' ($T_{отж} > T_{solv}^{\gamma'}$) - и это ключевой момент: выделившаяся при ГИП γ' -фаза растворяется, зинеровское закрепление границ зёрен становится мало, рекристаллизация идёт беспрепятственно. При охлаждении γ' выделяется заново, мелкодисперсной сеткой по всему объёму гомогенизированной

γ -матрицы. Так складывается исходная конфигурация упрочняющей фазы перед ступенчатым старением.

Для анизотропии свойств этот переход принципиален. Столбчатая текстура сменяется равноосной зёрненной структурой - и наследуемая от СЛС ориентационная зависимость исчезает, а прочность с пластичностью после полной ТО приходят в баланс. Это видно по результатам раздела 3.4.

Состояние (iv): после 1-й ступени старения (подрисунк г). По сравнению с (iii) карта LM качественно та же: равноосная структура, низкая разориентация внутри зёрен, повышенные значения LM - только у границ. Старение при температуре ниже $T_{sol}^{\gamma'}$ не двигает границы зёрен и не запускает рекристаллизацию, цель старения - сформировать и стабилизировать γ' через контролируемый распад пересыщенного γ -раствора. Выделение когерентной γ' с долей 35–40 % идёт с когерентными деформациями ($\delta_{coh} \approx |\delta| \cdot f_{\gamma'}^{1/3}$), и они искажают решётку локально. На LM-картах при разрешении EBSD этого не видно: когерентные поля вокруг наночастиц γ' ($d_{eq} \approx 60$ нм) куда мельче шага растра.

Состояние (v): после полного цикла старения (подрисунк д). Распределение LM становится наиболее узким и однородным во всей последовательности: подавляющая часть растра характеризуется значениями $\theta_{LM} < 0,5^\circ$, а локальные максимумы ограничены узкими зонами вдоль границ зёрен и единичных крупных частиц (вероятно, карбидов MC-типа). Это завершающее состояние структурной эволюции - наиболее устойчивая термодинамически и кинетически конфигурация, в которой дислокационная субструктура полностью релаксирована и реорганизована, γ' -фаза приобрела устойчивое бимодальное распределение, а зёрненная структура закреплена выделениями на границах. Именно это состояние является рабочим при эксплуатации до 950 °С и обеспечивает механические свойства, которые рассматриваются в разделах 3.4–3.5.

Сводный график распределений LM (подрисунок е). Все описанные закономерности количественно подтверждает подрисунок (е) - нормированные гистограммы распределения θ_{LM} для пяти состояний. По ним удобно ввести несколько интегральных метрик:

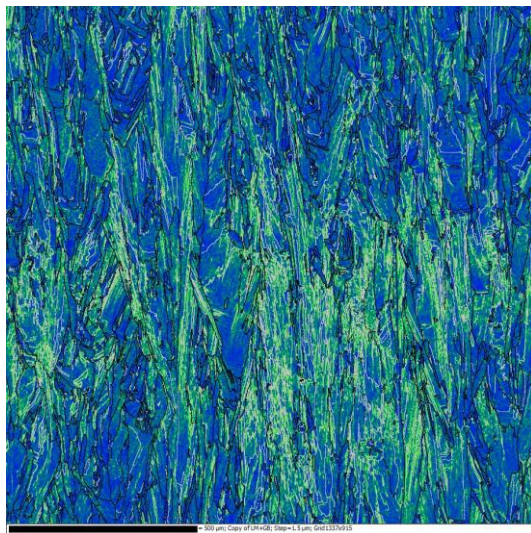
(1) Медиана распределения θ_{LM}^{med} : убывает шаг за шагом - $\sim 2,1^\circ$ (состояние i), $\sim 1,7^\circ$ (ii), $\sim 0,8^\circ$ (iii), $\sim 0,6^\circ$ (iv), $\sim 0,45^\circ$ (v), за полный цикл ТО медианная локальная разориентация падает примерно в 4,7 раза.

(2) Ширина распределения (интерквартильный размах IQR): наибольший у состояния (i) ($IQR \approx 1,8^\circ$), наименьший у (v) ($IQR \approx 0,4^\circ$) - это и есть переход от сильно гетерогенного состояния с широким спектром локальных деформаций к однородному низкодефектному.

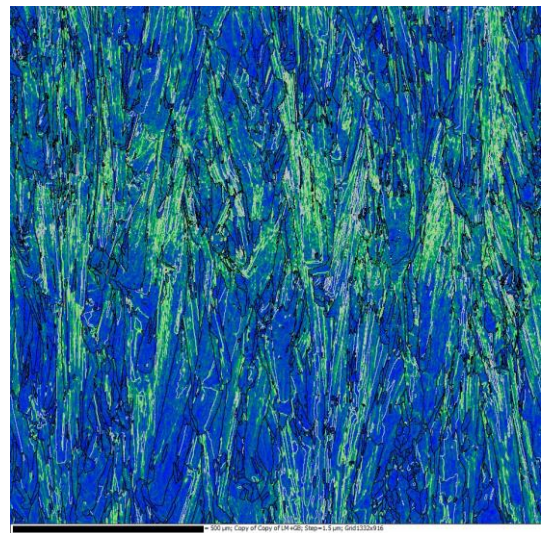
(3) Асимметрия распределения: у состояний (i) и (ii) распределения с выраженным правым хвостом (положительная асимметрия) - это немногочисленные, но сильно деформированные участки, после рекристаллизационного отжига (iii) асимметрия почти исчезает, то есть резкие градиенты деформации сняты.

Распределение резко сужается на переходе (ii)→(iii). Это значит, что дефектную субструктуру уменьшает именно рекристаллизационный отжиг. У старения (iv)–(v) роль другая - удерживающая. Новых сдвигов в распределении LM оно не вносит, зато закрепляет достигнутое низкоэнергетическое состояние и формирует устойчивую γ/γ' -структуру.

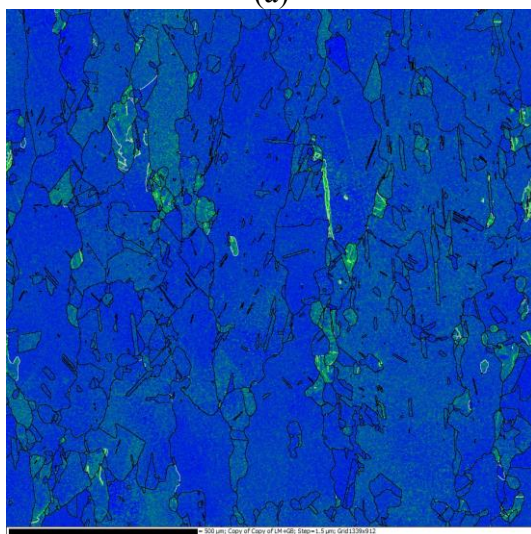
EBSD-картирование (рисунок 3.13) рисует эволюцию ВЖС1 количественно - и независимо от СЭМ-морфологии, и от ПЭМ-дифракции. Подтверждаются три вещи. Первая: состояние после синтеза высокодефектное и метастабильное: $\rho_{GND} \sim 10^{14}-10^{15} \text{ м}^{-2}$, но γ' -фазы в нём нет, как и предсказывает модель \bar{E} . Во-вторых, рекристаллизационный отжиг - критическая стадия: именно он переводит анизотропную столбчатую структуру в равноосную. В-третьих, полный цикл ТО даёт однородное низкодефектное состояние - структурную основу высоких свойств при повышенных температурах.



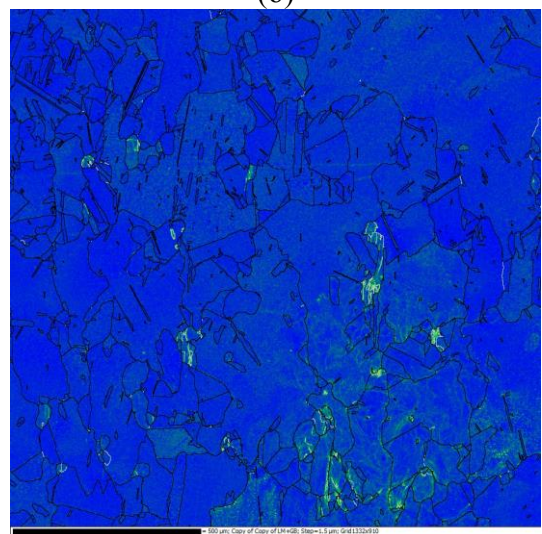
(a)



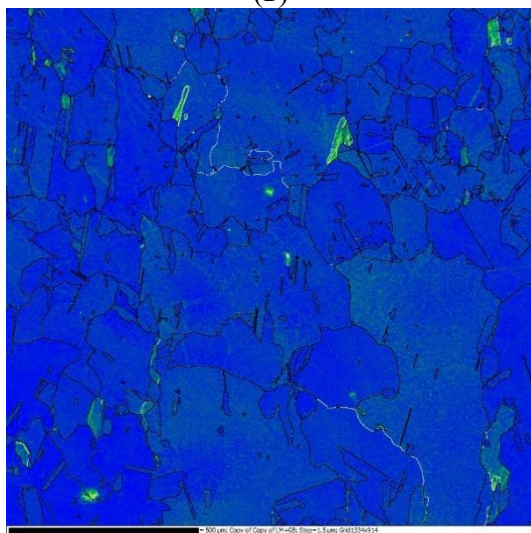
(б)



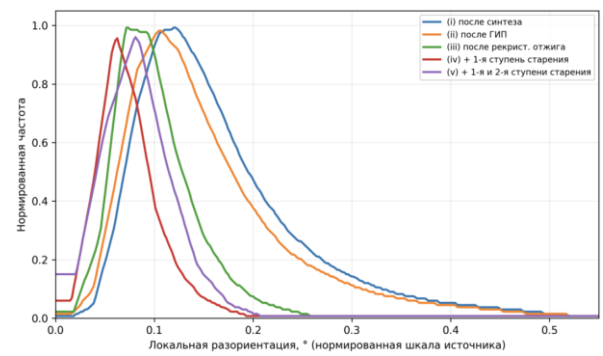
(в)



(г)



(д)



(e)

Рисунок 3.13 – Эволюция локальной разориентации в сплаве ВЖС1 по стадиям полной термической обработки по данным EBSD: карта локальной разориентации (LM) в соответствии с нумерацией режима (i-a), (ii-б), (iii-в), (iv-г), (v-д) и (e) – сводный график распределений локальной разориентации

Рисунок 3.14 показывает классификацию микроструктуры ВЖС1 по степени рекристаллизации на тех же пяти стадиях полной ТО (метод EBSD). Каждая строка - одно состояние ТО: (i) после синтеза, (ii) после ГИП, (iii) после рекристаллизационного отжига, (iv) после 1-й ступени старения, (v) после полного цикла. Слева - карта пространственного распределения трёх структурных фракций, справа - количественные диаграммы к ней. По сути, этот рисунок переводит качественные наблюдения по LM-картам (рисунок 3.13) на язык физики рекристаллизации и подкрепляет их числом.

В основе классификации - внутризёрная разориентация (GOS, разброс ориентаций в зерне): среднее угловое отклонение ориентации каждой точки растра внутри зерна от средней ориентации этого зерна. В формульной записи:

$$GOS = \left(\frac{1}{N_p} \right) \sum_{j=1}^j N_p \Delta\theta$$

где N_p - число точек растра в пределах зерна,

$\Delta\theta_j$ - угол разориентации -й точки относительно средней ориентации.

Параметр GOS - это интегральная мера внутризёрной деформационной неоднородности и в рамках континуальной теории дислокаций связан со средней плотностью статистически запасённых дислокаций (SSD) в объёме зерна. В отличие от параметра LM (рисунок 3.13), характеризующего локальные градиенты, GOS описывает усреднённое состояние зерна в целом, что делает его корректным критерием для классификации зёрен по степени рекристаллизации.

Классификация выполняется по стандартной трёхкатегорийной схеме, принятой в количественной металлографии поликристаллов, подвергнутых термомеханической обработке:

(1) Рекристаллизованные зёрна ($GOS < \theta_{cr}^{rec}$, обычно $\theta_{cr}^{rec} \approx 1-2^\circ$) - зёрна с минимальной внутренней разориентацией, образовавшиеся путём

зарождения и роста новых зёрен с низкой плотностью дислокаций ($\rho < 10^{12} \text{ м}^{-2}$) за счёт миграции высокоугловых границ. Эти зёрна являются продуктом первичной рекристаллизации и характеризуются отсутствием упорядоченной субструктуры.

(2) Субструктурированные зёрна ($\theta_{cr}^{rec} < GOS < \theta_{cr}^{def}$, обычно $\theta_{cr}^{def} \approx 3-5^\circ$) - зёрна с умеренной внутренней разориентацией. Исходная хаотичная дислокационная структура у них частично перестроена в упорядоченные конфигурации - низкоугловые субграницы, ячейки, полигонизованные стенки, - но до полной рекристаллизации дело не дошло. Это промежуточное состояние: запасённая энергия деформации отчасти снята перестройкой дислокаций (возврат), однако новые бездефектные зёрна ещё не зародились.

(3) Деформированные зёрна ($GOS > \theta_{cr}^{def}$) - зёрна с высокой внутренней разориентацией, сохранившие первичную дислокационную субструктуру, сформированную при быстрой кристаллизации в процессе СЛС и усиленную циклическими термическими напряжениями. Плотность дислокаций в таких зёрнах составляет $\rho \sim 10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$, что соответствует оценкам по данным ЛМ-карт (рисунок 3.13) и ПЭМ (раздел 3.3).

Зачем делить зёрна по степени рекристаллизации? Для жаропрочных сплавов смысл прост: каждой из трёх фракций отвечает свой набор механических свойств. Деформированные зёрна с высокой плотностью дислокаций обеспечивают повышенный уровень прочности за счёт субструктурного упрочнения (механизм Тейлора: $\Delta\sigma \propto Gb\sqrt{\rho}$), но при высоких температурах именно они - самое слабое место: дислокационные субграницы работают как пути ускоренной диффузии и охотнее всего зарождают поры при ползучести. Рекристаллизованные зёрна - наоборот: кратковременная прочность ниже, зато выше деформируемость и способность к пластической релаксации. Субструктурированные занимают промежуток, где баланс прочности и пластичности задаётся тем, насколько упорядочены дислокационные конфигурации.

Состояние (i): после синтеза. На карте рекристаллизации преобладают деформированные зёрна - на них приходится почти вся проанализированная площадь. Субструктурированная фракция вытянута полосами вдоль оси построения, топологически эти полосы ложатся на зоны пониженной интенсивности ЛМ-карт (рисунок 3.13а). Значит, частичная полигонизация идёт там, где материал термически стабильнее всего - в центральных зонах ванн расплава с самой долгой высокотемпературной выдержкой. Рекристаллизованных зёрен почти нет, и это понятно: при характерных для СЛС скоростях охлаждения ($10^5 - 10^6$ К/с) время пребывания при температурах, достаточных для зарождения рекристаллизации, исчезающе мало.

Этот результат экспериментально подтверждает одно из центральных положений модели E (раздел 3.1): сразу после синтеза ВЖС1 - это метастабильный высокодефектный γ -твёрдый раствор с высокой плотностью дислокаций. Накопленный запас дефектов работает двояко: с одной стороны, даёт термодинамическую движущую силу для рекристаллизации на стадии отжига, с другой - обеспечивает пластическую релаксацию термических напряжений уже при синтезе (функционал Φ_{rel}), не давая развиваться растрескиванию от деформационного старения.

Состояние (ii): после ГИП. Деформированной фракции становится меньше, субструктурированной - больше. Это число в число подтверждает то, что показали ЛМ-карты: ГИП запускает полигонизацию (возврат), и хаотичные дислокации перестраиваются в более выгодные энергетически конфигурации - низкоугловые стенки и субграницы. А вот полностью рекристаллизованных зёрен по-прежнему мало: значит, термических условий ГИП не хватает, чтобы преодолеть барьер зарождения новых зёрен. Причина простая. Давление ГИП залечивает поры и усадочные дефекты, но температура процесса (вышк $T_{solv}^{\gamma'}$) для зинеровского торможения мала: при охлаждении с температуры ГИП выделяется дисперсная γ' , и она тормозит миграцию границ, не давая им двигаться и зарождать новые зёрна.

Состояние (iii): после рекристаллизационного отжига. Здесь соотношение фракций меняется резко всего. Рекристаллизованные зёрна выходят в преобладание, деформированная фракция резко тает. Субструктурированная держится на умеренном уровне и жмётся в основном к крупным частицам вторичных фаз (карбидам MC) и к тройным стыкам - там границам мигрировать геометрически труднее.

У скачка две причины, и работают они вместе. Первая: отжиг проводится выше сольвуса ($T_{отж} > T_{solv}^{\gamma'}$), γ' -фаза растворяется полностью, и зинеровское закрепление исчезает. Зинеровское давление оценивается как $P_Z = 3f_V \gamma_{GB} / (2r)$, где f_V - объёмная доля тормозящих частиц, γ_{GB} - удельная энергия границы зерна ($\sim 0,8$ Дж/м² для γ -Ni), r - средний радиус частиц. При $f_V \approx 0,35-0,40$ и $r \approx 30-60$ нм зинеровское давление составляет $P_Z \sim 10^7$ Па - это сопоставимо с движущей силой рекристаллизации. Стоит γ' раствориться, как P_Z падает почти до нуля (остаются разве что MC-карбиды с $f_V < 0,01$), и границы могут мигрировать свободно. Вторая причина: запасённая в состояниях (i)–(ii) энергия деформации велика и сама по себе даёт мощную движущую силу рекристаллизации: $\Delta G_{rex} \approx (1/2)\rho G b^2 \approx 10^6-10^7$ Дж/м³ при $\rho \sim 10^{14} - 10^{15}$ м⁻² и $G \approx 80$ ГПа - величина, многократно превышающая пороговую для гомогенного зарождения рекристаллизации.

Этот переход - ключевой: именно он формирует изотропную зёрненную структуру, от которой зависит эксплуатационная надёжность материала. Столбчатые зёрна с преимущественной ориентацией $\langle 001 \rangle$ вдоль оси Z сменяются равноосной рекристаллизованной структурой - и анизотропия свойств заметно падает. Это подтверждают и испытания на кратковременную прочность и пластичность (раздел 3.4).

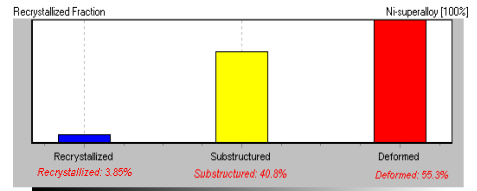
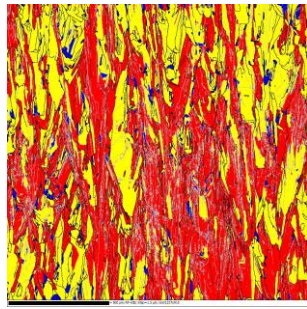
Состояние (iv): после 1-й ступени старения. Соотношение фракций по сравнению с состоянием (iii) почти не меняется: рекристаллизованная по-прежнему преобладает, субструктурированная остаётся стабильной. Иначе и быть не могло. Старение при температуре ниже $T_{solv}^{\gamma'}$ не даёт термодинамических

условий для вторичной рекристаллизации, а повторно выделившаяся γ' -фаза с высокой объёмной долей ($f_{\gamma'} \approx 35-40\%$) снова включает зинеровское закрепление и тем самым закрепляет достигнутую зёрненную структуру. С этого момента зёрненная структура зафиксирована - всё дальнейшее происходит уже на субзёрненном и нанометровом масштабах - в пространстве параметров дисперсной γ' -фазы (d_{eq}, f_V, λ), а не зёрненного строения.

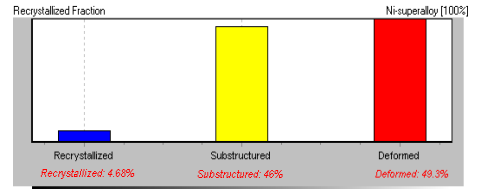
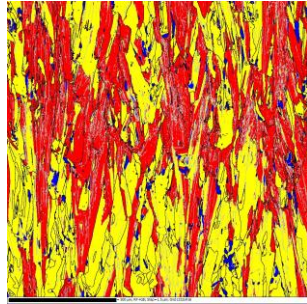
Состояние (v): после полного цикла старения. Соотношение фракций почти такое же, как в состоянии (iv) - рекристаллизованная структура при двухступенчатом старении термически стабильна. Доля субструктурированной фракции чуть подросла, возможно, дело в когерентных полях напряжений при укрупнении γ' (d_{eq} растёт с 0,061 до 0,102 мкм, таблица 3.3), но это уже в пределах погрешности метода.

Интегральная интерпретация. Цепочка состояний (i)→(v) на рисунке 3.14 показывает переход от полностью деформированной структуры к преимущественно рекристаллизованной - по классической двухстадийной схеме. Сначала на ГИП идёт полигонизация (возврат): деформированной фракции становится меньше, субструктурированной - больше. Затем рекристаллизационный отжиг даёт первичную рекристаллизацию и скачком переводит основную фракцию из деформированной в рекристаллизованную. Дальнейшее старение зёрненную структуру уже не меняет - оно её закрепляет, возвращая зинеровское закрепление через повторное выделение γ' .

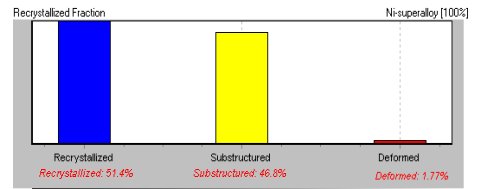
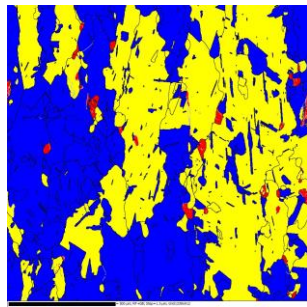
Рекристаллизационный отжиг - необходимое и достаточное условие, чтобы анизотропная столбчатая структура СЛС стала изотропной равноосной. ГИП же играет подготовительную роль: залечивает микропоры и отчасти упорядочивает субструктуру. Убери любую из операций - ГИП без отжига или отжиг без ГИП - и рекристаллизация выйдет неполной, а структура сохранит наследуемую от СЛС анизотропию, что ограничивает высокотемпературную пластичность и длительную прочность материала (раздел 3.5).



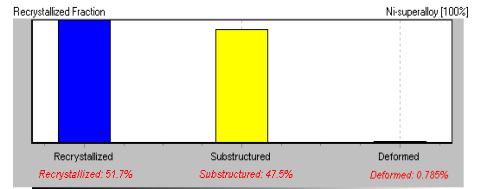
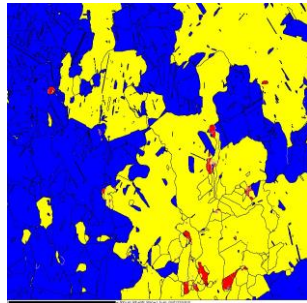
(a)



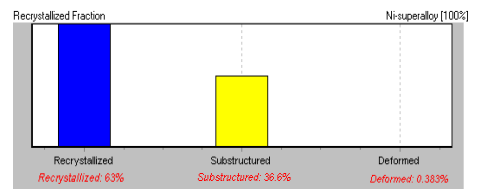
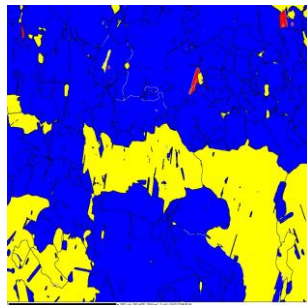
(б)



(B)



(Г)



(д)

Рисунок 3.14 – Рекристаллизационный профиль в направлении Y для сплава ВЖС1 на стадиях полной термической обработки: (i-a) после синтеза, (ii-б) после ГИП, (iii-в) после рекристаллизационного отжига, (iv-г) после 1-й ступени старения, (v-д) после полного цикла старения

На рисунке 3.15 представлена эволюция кристаллографической текстуры сплава ВЖС1 по стадиям полной термической обработки, визуализированная в виде карт обратных полюсных фигур (Inverse Pole Figure, IPF) с цветовым кодированием по направлению Y - то есть по направлению, перпендикулярному как оси построения Z, так и направлению сканирования лазера X. Выбор направления Y для цветового кодирования обусловлен тем, что именно в этом направлении наиболее отчётливо проявляется ориентационный контраст между столбчатыми зёрнами, выросшими вдоль $\langle 001 \rangle \parallel Z$ при послойном синтезе, и рекристаллизованными равноосными зёрнами со случайной ориентацией: при доминирующей текстуре $\langle 001 \rangle \parallel Z$ направление Y оказывается параллельным кристаллографическим направлениям типа $\langle 100 \rangle$ или $\langle 110 \rangle$, формируя характерную цветовую картину, тогда как после рекристаллизации хроматическое разнообразие карты резко возрастает, отражая случайное распределение ориентаций.

В стандартном цветовом треугольнике IPF для кубической системы красный цвет соответствует ориентации $\langle 001 \rangle \parallel Y$, зелёный - $\langle 101 \rangle \parallel Y$, синий - $\langle 111 \rangle \parallel Y$, а промежуточные оттенки - ориентациям в переходных областях стереографического треугольника. Каждый пиксель карты окрашен по кристаллографическому направлению, параллельному выбранной оси образца в данной точке раstra, - так на одной карте читаются и морфология зёрен (форма, размер, расположение), и их ориентация. В правой колонке рисунка - обратные полюсные фигуры, двумерные проекции распределения ориентаций на стереографический треугольник, по ним степень текстуры оценивают индексом J (интеграл от квадрата функции распределения ориентаций ODF: $J = \int f(g)^2 dg$, где $f(g)$ - ориентационная плотность, g - ориентация в пространстве Эйлера, $J = 1$ для совершенно случайной текстуры, $J \rightarrow \infty$ для идеального монокристалла).

Состояние (i): после синтеза. На карте IPF Y цвет почти однородный - преобладает узкий набор оттенков, а это признак сильной преимущественной ориентации. Зёрна столбчатые, с аспектным отношением (длина/ширина)

порядка 5–15, вытянуты вдоль оси Z , ширина - от единиц до нескольких десятков микрометров, а длина доходит до сотен, так что зерно нередко прошивает сразу несколько наплавленных слоёв.

Формирование столбчатой текстуры $\langle 001 \rangle \parallel Z$ - закономерное следствие направленной кристаллизации при СЛС. Причина физическая: при послойном синтезе максимальный температурный градиент направлен по оси Z (нормали к подложке), а для ГЦК-решётки именно $\langle 001 \rangle$ - направление самого быстрого дендритного роста (минимальная кинетическая анизотропия межфазной границы). В условиях направленного теплоотвода зёрна конкурируют, и выживают те, чьё $\langle 001 \rangle$ точнее совпало с градиентом температуры. Этот механизм называют геометрическим отбором, впервые его описали Вальтон и Чалмерс для направленной кристаллизации. Итог - аксиальная текстура $\langle 001 \rangle \parallel Z$, которая количественно проявляется на обратной полюсной фигуре как интенсивный максимум вблизи полюса $\langle 001 \rangle$.

Столбчатая текстура задаёт заметную анизотропию упругих и пластических свойств ГЦК-материала. Модуль Юнга ГЦК-никеля гуляет от $E_{\langle 001 \rangle} \approx 125$ ГПа до $E_{\langle 111 \rangle} \approx 295$ ГПа (фактор анизотропии Зинера $A = 2C_{44}/(C_{11} - C_{12}) \approx 2,5$ для γ -Ni), что при доминировании ориентации $\langle 001 \rangle \parallel Z$ делает материал менее жёстким вдоль оси построения и более жёстким поперёк. Кунце с соавт. [76–77] получили подобный результат: модуль Юнга в синтезированном IN738LC различается между продольным и поперечным направлениями до 50 % - ровно то, что предсказывает механизм.

Состояние (ii): после ГИП. Карта IPF Y сохраняет качественно аналогичную картину: столбчатая морфология зёрен и преимущественная ориентация $\langle 001 \rangle \parallel Z$ не снимаются. Это согласуется с тем, что показал рекристаллизационный профиль (рисунок 3.14): ГИП залечивает поры и отчасти полигонизует субструктуру, но рекристаллизацию не запускает и текстуру не трогает. Обратная полюсная фигура по-прежнему демонстрирует сконцентрированный максимум вблизи $\langle 001 \rangle$, а индекс текстуры J остаётся существенно выше единицы.

Если детально сравнить карты (i) и (ii), видно: границы зёрен стали контрастнее, а у субграниц местами сменились оттенки. Это перестройка дислокаций при полигонизации - низкоугловые границы упорядочиваются, скачок ориентации на субзёрненных границах растёт, и на IPF-картах переходы цвета становятся чётче.

Состояние (iii): после рекристаллизационного отжига. Здесь IPF-карты меняются резче всего. Столбчатая структура целиком уступает место равноосным зёрнам с самыми разными ориентациями - карта буквально «пестреет»: рядом оказываются зёрна и красные ($\langle 001 \rangle \parallel Y$), зелёных ($\langle 101 \rangle \parallel Y$), синих ($\langle 111 \rangle \parallel Y$) и промежуточных оттенков - примерно в равных долях. На обратной полюсной фигуре пропадает чёткий максимум у $\langle 001 \rangle$: интенсивность растекается по стереографическому треугольнику почти равномерно, а индекс текстуры J ползёт к единице ($J \rightarrow 1$, случайная текстура).

Такой переход объясняется тем, что рекристаллизационный отжиг по режиму TO1 обеспечивает зарождение и рост новых зёрен, ориентации которых статистически не связаны с исходной текстурой $\langle 001 \rangle \parallel Z$. Это возможно только при условии, что зарождение рекристаллизации происходит гетерогенно - на дефектах высокой энергии (тройные стыки, границы с высокой разориентацией, области локализованной деформации), ориентации которых не наследуют кристаллографическую память исходной столбчатой структуры. Снятие зинеровского торможения за счёт растворения γ' -фазы (как обсуждалось при анализе рисунка 3.14) является необходимым условием для беспрепятственного роста зародышей рекристаллизации.

Размер рекристаллизованных зёрен, оцениваемый по IPF-картам, составляет порядка 30–80 мкм, что существенно превышает характерную ширину столбчатых зёрен в состоянии (i) (5–20 мкм), но остаётся значительно меньше, чем размер зерна в литых аналогах (100–500 мкм для литого IN939 [55]). Промежуточный размер зерна является важным структурным преимуществом: он достаточно мал для обеспечения вклада зернограничного упрочнения по Холлу–Петчу ($\Delta\sigma_{HP} = k_{HP} / \sqrt{d}$, где $k_{HP} \approx 144 \text{ МПа} \cdot \text{мкм}^{1/2}$

для γ -Ni [108]), но достаточно велик для подавления интенсивного зернограницного скольжения при ползучести - механизма, доминирующего при $d < 10$ мкм и ответственного за снижение длительной прочности мелкозернистых синтезированных сплавов [58, 115].

Состояние (iv): после 1-й степени старения. По сравнению с состоянием (iii) IPF-карта качественно не меняется: та же равноосная морфология, тот же размер зёрен, то же разнообразие окраски. Обратная полюсная фигура по-прежнему близка к изотропной. Это и есть подтверждение вывода рисунка 3.14: при старении γ' -фаза выделяется повторно, возвращает зинеровское закрепление, удерживает зёрненную структуру и не даёт зерну аномально расти (вторичная рекристаллизация). Зёрненная структура, по сути, фиксируется уже на стадии (iii), а дальше её держат частицы γ' , тормозя границы, на стадиях (iv)–(v). Сделано это намеренно: размер зерна получается контролируемым и воспроизводимым, как бы ни менялись детали режима старения.

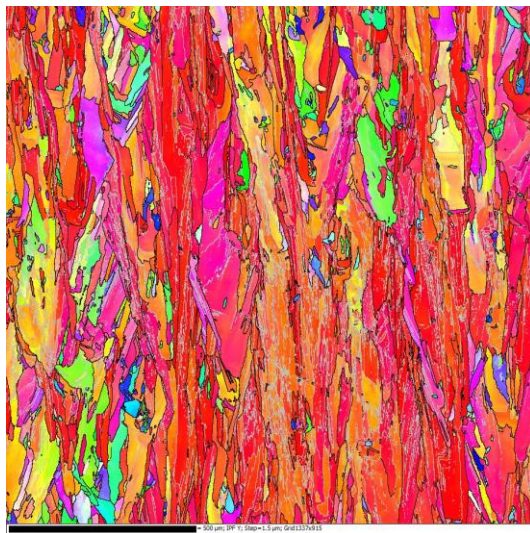
Состояние (v): после полного цикла старения. Карта IPF Y и обратная полюсная фигура почти не отличаются от состояния (iv) - рекристаллизованная зёрненная структура при двухступенчатом старении термически стабильна полностью. Ни аномального роста зерна, ни вторичной рекристаллизации не зафиксировано: закрепление границ частицами γ' работает и не даёт зёрненному строению деградировать.

Физическое значение перехода текстуры для эксплуатационных свойств. Совокупность данных рисунка 3.15 позволяет количественно оценить влияние рекристаллизационного отжига на анизотропию свойств. В состояниях (i)–(ii) доминирование текстуры $\langle 001 \rangle \parallel Z$ приводит к тому, что при нагружении вдоль оси Z (направление XZ) действующие системы скольжения $\{111\} \langle 110 \rangle$ испытывают наиболее благоприятную ориентацию (фактор Шмида $m \approx 0.41$ для $\langle 001 \rangle$ -ориентации), тогда как при нагружении перпендикулярно оси Z (направление XY) фактор Шмида снижается. Это порождает направленно-зависимую деформируемость, которая при ползучести проявляется как различие во времени до разрушения между

направлениями XZ и XY - эффект, экспериментально подтверждённый Рикенбахером для IN738LC [115].

После рекристаллизации (состояния iii–v) текстура становится случайной, и анизотропия фактора Шмида сходит на нет: в поликристалле с хаотичной ориентацией зёрен средний фактор Шмида стремится к тейлоровскому $M_T \approx 3.06$ (ГЦК-решётка, множественное скольжение), а вместе с ним и предел текучести $\sigma_Y = M_T \cdot \tau_{CRSS}$ становится изотропным (τ_{CRSS} - критическое касательное напряжение скольжения). Именно этот переход от текстуры к изотропии и объясняет, почему после ТО1 в ориентации XZ прочность держится ровно во всём диапазоне 20–950 °C (раздел 3.4, рисунки 3.28–3.29), а в ориентации XY при 800–900 °C пластичность резко падает до $\delta_5 \sim 1\text{--}2\%$ (рисунок 3.30) - в последнем случае нагружение пересекает рекристаллизованные границы зёрен в направлении, совпадающем с бывшими межслойными границами, что создаёт дополнительные барьеры для пластического течения.

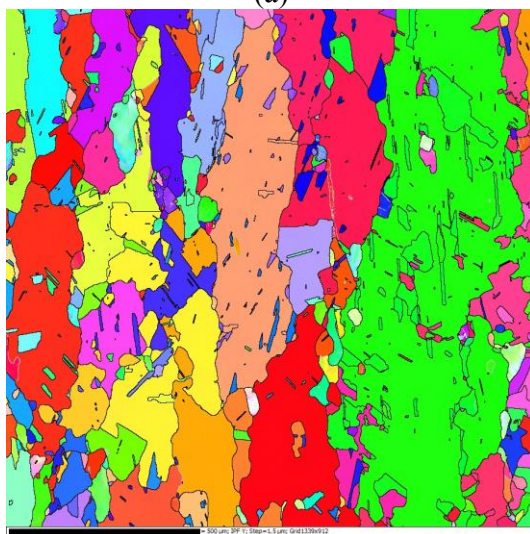
Эволюция IPF-карт (рисунок 3.15) фиксирует самый значимый структурный переход при рекристаллизационном отжиге - уход от анизотропной столбчатой текстуры $\langle 001 \rangle \parallel Z$, заданной направленной кристаллизацией при СЛС, к случайной равноосной зёрненной структуре - а она даёт изотропию упругих и пластических свойств в плоскости, перпендикулярной оси построения. Толкает этот переход рекристаллизационный отжиг вкупе с большой запасённой энергией деформации, накопленной на стадиях (i) и (ii). А держит равноосную структуру на стадиях (iv) и (v) зинеровское закрепление границ когерентными выделениями γ' .



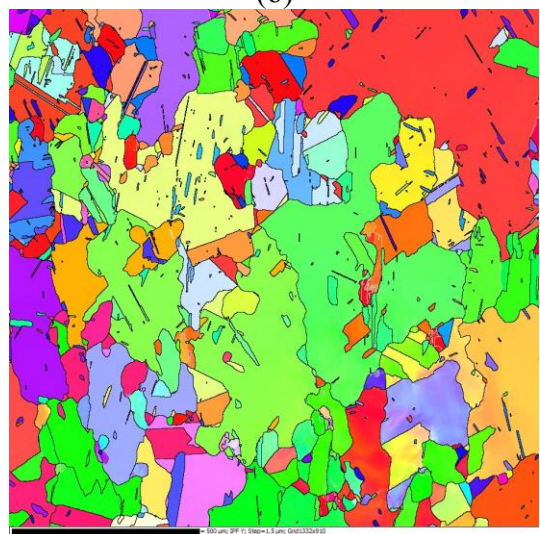
(a)



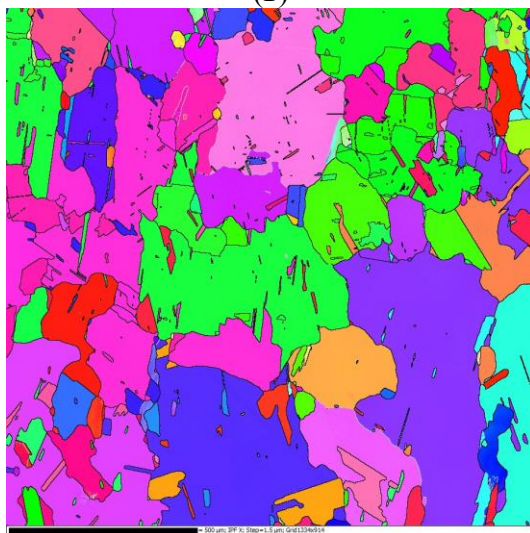
(б)



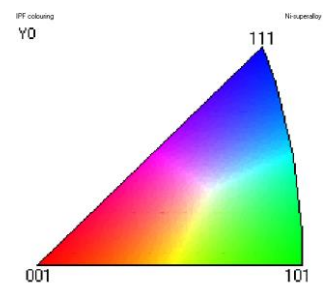
(в)



(г)



(д)



(e)

Рисунок 3.15 – Карты обратных полюсных фигур (IPF) в направлении Y для сплава ВЖС1 на стадиях полной термической обработки: (i-a) после синтеза, (ii-б) после ГИП, (iii-в) после рекристаллизационного отжига, (iv-г) после 1-й степени старения, (v-д) после полного цикла старения, (e) полюсная фигура

На рисунке 3.11 представлена эволюция кристаллографической ориентации зёрен сплава ВЖС1 по стадиям полной термической обработки, визуализированная посредством карт в углах Эйлера. Данное представление является наиболее полным из трёх рассмотренных типов EBSD-карт (LM - рисунок 3.13, рекристаллизационный профиль - рисунок 3.14, IPF - рисунок 3.15), поскольку углы Эйлера ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) однозначно задают ориентацию кристаллической решётки каждого зерна относительно системы координат образца без информационных потерь, неизбежных при проецировании на одноосные IPF-карты.

В формализме Бунге ориентация кристалла описывается последовательностью трёх поворотов, переводящих систему координат образца (X, Y, Z) в систему координат кристалла:

$$g = \{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$$

где φ_1 - поворот вокруг оси Z образца ($0 \leq \varphi_1 < 2\pi$),

Φ - наклон вокруг повернутой оси X ($0 \leq \Phi \leq \pi$),

φ_2 - поворот вокруг оси кристалла ($0 \leq \varphi_2 < 2\pi$).

Совокупность ориентаций всех зёрен формирует функцию распределения ориентаций (ODF) $f(g)$, нормированную условием:

$$\int f(g)dg = 1$$

где интегрирование ведётся по пространству Эйлера с учётом кристаллографической симметрии. Для кубической кристаллографической симметрии (группа $m\bar{3}m$, 24 элемента) и трикинной симметрии образца фундаментальная область пространства Эйлера сводится к:

$$0 \leq \varphi_1 < 2\pi, 0 \leq \Phi \leq \frac{\pi}{2}, 0 \leq \varphi_2 < \frac{\pi}{2}$$

Цветовое кодирование карт рисунка 3.16 ставит в соответствие каждой точке растра уникальный оттенок, определяемый тройкой $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, - в отличие от IPF-карт (рисунок 3.15), где цвет определяется проекцией одного направления образца на единичный стереографический треугольник, теряя информацию о повороте вокруг этого направления. Практическое следствие состоит в том, что на картах Эйлера два зерна с одинаковой ориентацией $\langle 001 \rangle \parallel Z$, но повернутые друг относительно друга на угол φ_1 вокруг оси Z , будут иметь различный цвет, тогда как на IPF Z -карте они были бы неразличимы. Это делает карты Эйлера наиболее информативным инструментом для выявления полной морфологии зёрненного ансамбля, включая двойники, субзёрна и кластеры ориентационно близких зёрен.

Состояние (i): после синтеза. Карта ориентации в углах Эйлера показывает структуру на двух масштабных уровнях. На мезомасштабе (десятки–сотни микрометров) царят протяжённые столбчатые зёрна, вытянутые вдоль оси Z и единообразно окрашенные в пределах каждого зерна - значит, высокоугловых границ внутри столбчатых объёмов нет. На микромасштабе (единицы микрометров) внутри крупных столбчатых зёрен видны градиенты оттенка - плавные переходы цвета, то есть низкоугловые субграницы с разориентацией $\theta < 5-10^\circ$, складывающиеся в субзёрненную мозаику. Такая иерархия - крупные столбчатые зёрна, разбитые низкоугловыми субграницами - характерная микроструктурная сигнатура СЛС, она отражает сочетание двух механизмов: эпитаксиальной направленной кристаллизации (рост столбчатых зёрен с $\langle 001 \rangle \parallel Z$) и последующей термомеханической фрагментацией - субзёрна образуются под действием циклических термических напряжений при наплавлении каждого нового слоя. Субзёрненную фрагментацию хорошо видно по статистике разориентаций между соседними точками растра - распределение получается бимодальным:

узкий пик при $\theta < 2^\circ$ (внутризёрная разориентация плюс шум измерений) и широкое плечо в диапазоне $2^\circ < \theta < 15^\circ$ (субграницы). Высокоугловых границ ($\theta > 15^\circ$) заметно меньше, и сидят они там, где сходятся столбчатые зёрна разной ориентации. Всё это согласуется с ЛМ-картами (рисунок 3.13а): области повышенной локальной разориентации выстраиваются в сетку, повторяющую субзёрненные границы.

Если смотреть с позиций термодинамики рекристаллизации, субзёрненная мозаика - это распределённый запас энергии деформации: суммарная площадь субграниц на удельную энергию субграницы $\gamma_{sub} \approx \gamma_{GB} \cdot \theta/\theta_m \cdot (1 - \ln(\theta/\theta_m))$ (формула Рида–Шокли, где $\gamma_{GB} \approx 0,8$ Дж/м² - энергия высокоугловой границы, $\theta_m \approx 15^\circ$ - угол перехода к высокоугловой границе), и задаёт движущую силу последующей рекристаллизации. При характерных $\theta_{sub} \approx 3 - 8^\circ$ и плотности субграниц, оцениваемой по ЛМ-картам, удельная запасённая энергия выходит на $\Delta G_{stored} \approx 10^6 - 10^7$ Дж/м³, что согласуется с оценками, сделанными при анализе рисунка 3.14.

Состояние (ii): после ГИП. Карта Эйлера морфологически почти та же, что в состоянии (i): столбчатые зёрна сохраняют протяжённость и преимущественную ориентацию, высокоугловые границы между ними почти не меняются. Но при детальном сравнении с (i) видны два отличия. Первое: внутризёрненные градиенты оттенка делаются резче и упорядоченнее - плавные переходы цвета уступают место дискретным полосам, разделённым узкими линиями контраста. Так проявляется переход от хаотичных дислокаций к упорядоченным субграницам, то есть полигонизация: дислокации одного знака собираются в стенки, и суммарная упругая энергия системы падает. Формально полигонизация - это снижение энергии при той же плотности дислокаций: у разупорядоченного ансамбля энергия $E_{dis} \propto \rho G b^2 \cdot \ln(1/\rho b^2)$, тогда как организованная в стенки конфигурация - $E_{wall} \propto \rho G b^2 \cdot (1 - \ln(\theta/\theta_m))$, что при $\theta < \theta_m$ всегда меньше. Во-вторых, у отдельных тройных стыков появляются мелкие зёрна с ориентацией, не такой,

как у окружающих столбчатых, - вероятные зародыши рекристаллизации, которым закрепление границ частицами γ' не дало развиваться.

Состояние (iii): после рекристаллизационного отжига. Карта Эйлера меняется радикально: столбчатую структуру целиком сменяет мозаика равноосных зёрен с широким спектром ориентаций - на карте резко прибавляется цветового разнообразия. Тогда как в состояниях (i)–(ii) палитра была узкой, в нескольких оттенках (это и есть текстура $\langle 001 \rangle \parallel Z$), карта состояния (iii) охватывает почти весь цветовой треугольник Эйлера - наглядный эквивалент случайного распределения текстуры ($J \rightarrow 1$).

Карты Эйлера показывают то, чего не видно на IPF: двойники отжига - пластинчатые образования внутри рекристаллизованных зёрен, связанные с матричным зерном соотношением $\Sigma 3$ (поворот на 60° вокруг $\langle 111 \rangle$). Выглядят они как резкие линейные границы со скачком цвета, а ширина пластин - от долей микрометра до нескольких. Для ГЦК-металлов с низкой и умеренной энергией дефекта упаковки ($\gamma_{SFE} \approx 30 - 80$ мДж/м² для γ -Ni [148]) это норма: когда при рекристаллизации мигрирует высокоугловая граница, ей выгоднее образовать когерентную двойниковую границу $\Sigma 3$ ($\gamma_{\Sigma 3} \approx 0,03$ Дж/м² $\ll \gamma_{GB} \approx 0,8$ Дж/м²) - так суммарная межзёренная энергия падает.

Двойники $\Sigma 3$ прямо влияют на высокотемпературные свойства. Когерентная двойниковая граница на два порядка менее энергична и заметно хуже проводит диффузию, чем обычная высокоугловая, - поэтому она устойчиво тормозит зернограничное скольжение и поток вакансий при ползучести. Нарращивание доли специальных границ $\Sigma 3$ в общей длине межзёренных границ (зернограничная инженерия) давно признано одним из способов поднять длительную прочность никелевых жаропрочных сплавов. Так что развитую сеть двойников отжига, возникающую при рекристаллизации ВЖС1, стоит считать благоприятный структурный фактор, дополнительно повышающий сопротивление ползучести по зернограничному механизму.

Размер рекристаллизованных зёрен по картам Эйлера (двойниковые границы считаем внутризёренными, а не межзёренными) - 40–100 мкм, это

совпадает с оценкой по IPF-картам (рисунок 3.15). Распределение размеров близко к логнормальному - как и положено первичной рекристаллизации без аномального роста.

Состояние (iv): после 1-й ступени старения. Карта Эйлера сохраняет ту же морфологию, что и после рекристаллизационного отжига: равноосные зёрна с двойниками, широкий спектр ориентаций, никакого возврата к столбчатой текстуре. Размер зёрен и доля двойниковых границ статистически не меняются. Старение при температуре ниже $T_{solv}^{\gamma'}$ работает с γ' -фазой внутри зёрен, а зёрненную структуру, закреплённую восстановившимся зинеровским торможением, не изменяет.

При высоком разрешении на картах Эйлера видно эффект от выделения γ' : у некоторых границ зёрен появляются узкие полосы (шириной 1–3 мкм) с чуть иным оттенком. Скорее всего, это локальный разворот ориентации γ -матрицы из-за когерентных деформаций - там, где у границ доля γ' повышена (для промышленных сплавов это известно как зона приграничного выделения γ'). На макроскопическую текстуру это не влияет, но локальные условия для зернограничного скольжения при ползучести может слегка изменить.

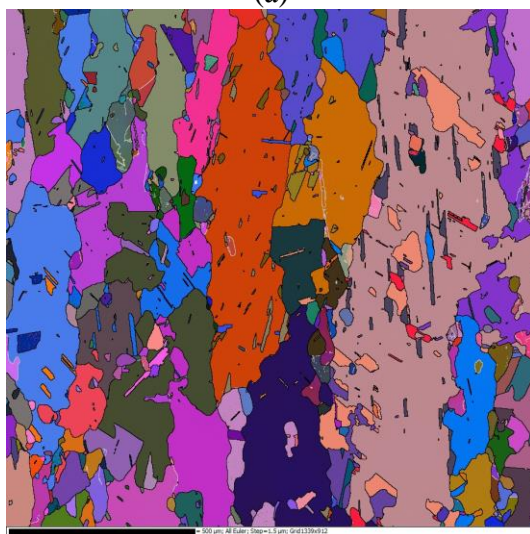
Состояние (v): после полного цикла старения. Карта Эйлера в пределах разрешения метода неотличима от состояния (iv). Зёрненная структура, сеть двойников, размер зёрен, распределение ориентаций - всё стабилизировано. Это и есть конечное структурное состояние, рабочее для эксплуатации при температурах до 950 °С.



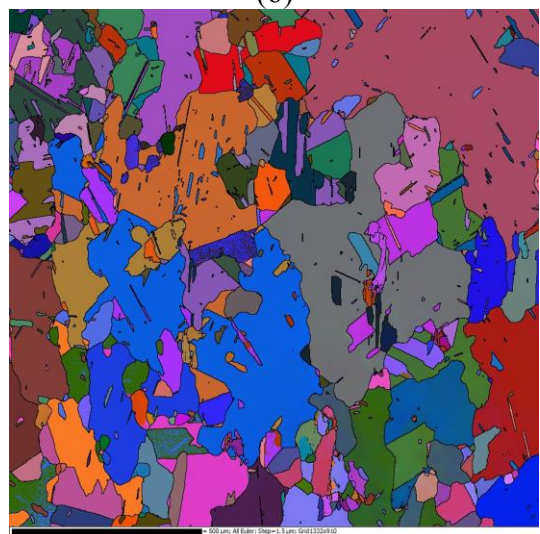
(a)



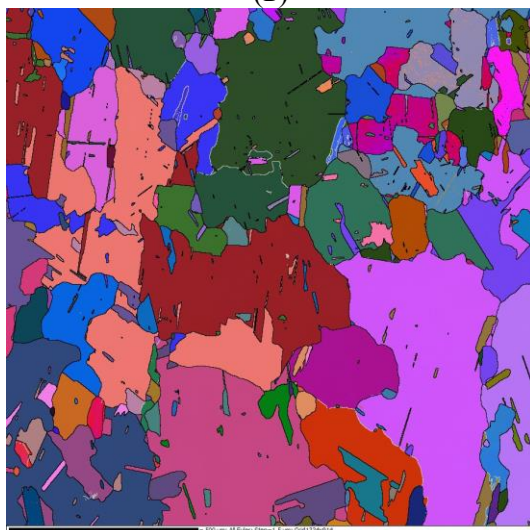
(б)



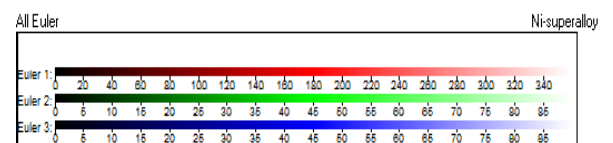
(в)



(г)



(д)



(e)

Рисунок 3.16 – Карты ориентации зёрен в углах Эйлера для сплава ВЖС1 на стадиях полной термической обработки: (i-а) после синтеза, (ii-б) после ГИП, (iii-в) после рекристаллизационного отжига, (iv-г) после 1-й степени старения, (v-д) после полного цикла старения, (e) значения для углов Эйлера

Три рассмотренных типа EBSD-карт - LM (рисунок 3.13), рекристаллизационный профиль (рисунок 3.14) и углы Эйлера (рисунок 3.16) - дополняют друг друга и вместе описывают разные, но физически связанные стороны эволюции микроструктуры:

(1) LM-карты (рисунок 3.13) описывают локальные градиенты ориентации и связанную с ними плотность геометрически необходимых дислокаций ρ_{GND} . А ρ_{GND} задаёт и уровень субструктурного упрочнения (механизм Тейлора), и способность к пластической релаксации (функционал Φ_{rel} модели \bar{E}).

(2) Рекристаллизационный профиль (рисунок 3.14) даёт объёмные доли трёх фракций - деформированной, субструктурированной, рекристаллизованной. Через них читаются кинетика рекристаллизации и термическая стабильность зёрненной структуры - а та держится на балансе движущей силы ΔG_{rex} и P_Z .

(3) Карты Эйлера (рисунок 3.16) несут всю ориентационную информацию: текстуру (индекс J), морфологию зёрен, двойниковую сеть (доля границ $\Sigma 3$), субзёрненную мозаику. Этим и задаётся анизотропия упругих и пластических свойств - через факторы Шмида и Тейлора, - а заодно сопротивление зернограничному скольжению при ползучести.

То, что все три типа карт меняются по стадиям (i)→(v), подтверждает единую физическую картину: переход от метастабильного высокодефектного состояния после синтеза (высокая LM, преобладание деформированной фракции, текстура $\langle 001 \rangle \parallel Z$) к стабильному равноосному рекристаллизованному состоянию после полной ТО (низкая LM, преобладание рекристаллизованной фракции, случайная текстура с двойниками $\Sigma 3$). Критический переход при этом приходится на стадию (iii) - рекристаллизационный отжиг, а стадии (iv)–(v) лишь стабилизируют достигнутое, через закрепление границ частицами γ' и формирование целевой дисперсной упрочняющей структуры.

В результате СЭМ-исследований микроструктуры сплава ВЖС1, полученного методом селективного лазерного сплавления, в плоскости XZ установлена закономерная эволюция структурного состояния в течении проведения полной термической обработки. В состоянии после синтеза (i) структура характеризуется выраженной неоднородностью, обусловленной послойным формированием и быстрой кристаллизацией, проявляющейся в виде областей различной контрастности и сегрегационной субструктуры, при этом наблюдаются дискретные высококонтрастные включения, сегрегированные на межъячеечных областях, интерпретируемые как вторичные фазы карбидно-интерметаллидного типа, тогда как характерная для жаропрочных никелевых сплавов картина дисперсных выделений γ' -фазы в матрице отсутствует.

После горячего изостатического прессования (ii) наблюдается общее повышение структурной однородности по контрасту, что соответствует снижению количества дефектов и частичной гомогенизации химической неоднородности. Также формируется дисперсная γ' -фаза, причём распределение выделений сохраняет признаки пространственной неоднородности, отражающей остаточное влияние микросегрегации и различий в локальной кинетике распада пересыщенного γ -твёрдого раствора. После рекристаллизационного отжига (iii) фиксируется структурная перестройка материала: подавляется выраженность технологически обусловленной текстуры, проявляются признаки переработки субструктуры, а упрочняющая γ' -фаза после растворения в области температур выше сольвуса повторно выделяется при охлаждении в виде плотной мелкодисперсной сетки по всему объёму γ -матрицы.

Первая ступень старения (iv) формирует целевую упрочняющую γ/γ' -структуру: высокая объёмная доля γ' , минимальное межчастичное расстояние, заметная бимодальность. Завершение второй ступени старения (v) запускает диффузионную перестройку γ' -фазы: характерный размер выделений растёт, вклад крупной фракции увеличивается, а плотность выделений и малый

характерный шаг при этом сохраняются λ , что соответствует формированию более термодинамически устойчивой γ/γ' -структуры.

Количественная обработка СЭМ-изображений не только подтверждает качественную картину, но и даёт сравнить состояния (iv) и (v) по параметрам \bar{d}_{eq} , d_{50} , N_A и λ : от (iv) к (v) средний размер выделений γ' -фазы растёт (примерно с 0,061 до 0,102 мкм), а плотность выделений N_A и оценка λ изменяются умеренно, что указывает на частичное укрупнение γ' -фазы.

3.3 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 методом просвечивающей электронной микроскопии

СЭМ- и EBSD-исследования (раздел 3.2) описывают мезомасштабную эволюцию зёрненного строения, дефектной субструктуры и морфологии упрочняющей фазы сплава ВЖС1 на стадиях рекристаллизационного отжига. Однако механизмы упрочнения на недоступных для СЭМ масштабах - кристаллографическая природа выделений, характер упорядочения, тип межфазного сопряжения γ/γ' , элементный состав отдельных наноразмерных объектов - требуют просвечивающей электронной микроскопии. Её результаты и составляют предмет настоящего раздела: атомный и наноструктурный уровни, на которых формируются наблюдаемые структурные состояния.

Переход от СЭМ к ПЭМ продиктован тремя ограничениями СЭМ-исследования.

Первое ограничение - невозможность однозначной фазовой идентификации по морфологическому контрасту. Стереологическая обработка СЭМ-изображений (раздел 3.2) дала количественные параметры дисперсной фазы - средний эквивалентный диаметр \bar{d}_{eq} , объёмную долю f_V , численную плотность N_A и межчастичное расстояние λ , - однако морфологический контраст сам по себе не является доказательством фазовой природы наблюдаемых объектов. Округлые выделения, регистрируемые в

режиме BSE после стадий старения (iv) и (v), могут соответствовать когерентной γ' -фазе типа $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ с решёткой $L1_2$, метастабильным кластерным образованиям, η -фазе или локальным зонам ближнего порядка, не достигшего стадии полного упорядочения. Разрешение данной неопределённости возможно исключительно дифракционными методами - прежде всего электронной микродифракцией (SAED) с идентификацией сверхструктурных отражений $\{100\}$ и $\{110\}$, характерных для решётки $L1_2$ и отсутствующих в неупорядоченном ГЦК-растворе.

Второе ограничение - отсутствие прямой информации о характере межфазного сопряжения. Модель обобщённого критерия трещиностойкости E (раздел 3.1) при разработке состава ВЖС1 предусматривала минимизацию абсолютного значения параметра мисфита $|\delta|$ как необходимое условие когерентности γ/γ' -границы и увеличению вклада упругих когерентных полей в дисперсионное упрочнение. Данные СЭМ косвенно подтверждают этот прогноз: округлая, а не кубоидная морфология γ' -выделений указывает на низкую анизотропию межфазной энергии. Прямое экспериментальное подтверждение когерентности требует визуализации атомных плоскостей по обе стороны межфазной границы методом ПЭМ высокого разрешения (HRTEM) с установлением того, сохраняется ли непрерывность контраста при переходе через границу $\gamma \rightarrow \gamma'$ или же наблюдаются периодические дислокации несоответствия, свидетельствующие о потере когерентности. Результат имеет прямые количественные последствия для интерпретации механических свойств: при когерентном сопряжении напряжения когерентности $\sigma_{coh} \propto E \cdot \delta \cdot f_{\gamma'}^{1/3}$ создают дополнительный барьер для дислокационного движения, тогда как при полукogerентном или некогерентном сопряжении этот вклад нивелируется и доминирующим механизмом взаимодействия дислокаций с выделениями остаётся исключительно механизм Орована.

Третье ограничение - невозможность поэлементной идентификации фаз на наноуровне средствами СЭМ. Энергодисперсионный анализ в режиме СЭМ

при ускоряющем напряжении 15–20 кВ генерирует область возбуждения характеристического рентгеновского излучения объёмом порядка 1–3 мкм³, что на два–три порядка превышает объём индивидуального выделения γ' -фазы ($\bar{d}_{eq} \approx 60$ –100 нм). СЭМ/EDS-анализ поэтому не обеспечивает определения химического состава отдельной наночастицы: регистрируемый спектр - это наложение сигналов от γ -матрицы, γ' -выделений и вторичных объектов (карбидов, карбонитридов), попадающих в область генерации. Разделение этих вкладов и установление химического профиля индивидуальных наноразмерных объектов возможно только методами STEM/EDS с субнанометровым электронным зондом на тонких фольгах, где объём взаимодействия определяется толщиной образца (50–100 нм) и диаметром сходящегося пучка (0,5–2 нм).

С учётом этих ограничений ПЭМ-анализ выполнен для двух контрастных состояний - (i) после синтеза методом СЛС и (ii) после полной термической обработки по режиму ТО1. В отличие от пятистадийной последовательности раздела 3.2, такая двухточечная схема отвечает цели ПЭМ-исследования: установить не промежуточную кинетику эволюции (её достаточно характеризуют мезомасштабные данные СЭМ), а конечные состояния, между которыми происходит переход от метастабильного однофазного γ -раствора к термодинамически стабильной двухфазной γ/γ' -системе. Именно на этих двух полюсах сосредоточены ключевые верификационные критерии модели \mathcal{E} : в состоянии (i) - отсутствие γ' как условие бездефектного синтеза (подавление компоненты деформационного старения D_{SA}), в состоянии (ii) - формирование когерентной γ/γ' -структуры с $f_{\gamma'} \approx 35$ –40 % как основы свойств жаропрочности.

В обоих состояниях применён один и тот же набор из четырёх взаимодополняющих методов с нарастающим пространственным разрешением:

(а) Светлопольная ПЭМ - обзорная морфологическая характеристика дефектной субструктуры (дислокации, субграницы, двойники) и дисперсной фазы (форма, размер, распределение выделений),

(б) Электронная микродифракция (SAED) - кристаллографическая идентификация фаз по типу решётки и наличию/отсутствию сверхструктурных отражений,

(в) ПЭМ высокого разрешения (HRTEM) - прямая визуализация атомных плоскостей и установление характера межфазного сопряжения (когерентное / полуккогерентное / некогерентное),

(г) STEM/EDS-анализ (линейное профилирование и спектральное картирование) - поэлементная идентификация индивидуальных наноразмерных объектов и установление характера перераспределения легирующих элементов между γ -матрицей, γ' -фазой и карбидной составляющей.

Данная четырёхуровневая методологическая схема обеспечивает замыкание второго звена верификационной цепочки настоящей работы «модель $E \rightarrow$ целенаправленная модификация состава \rightarrow экспериментальное подтверждение структуры».

3.3.1 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 в состоянии после синтеза

На рисунке 3.17 (а–е) - серия светлопольных ПЭМ-снимков ВЖС1 после синтеза СЛС, со ступенчатым увеличением масштаба. Серия показывает дефектное состояние материала, доставшееся ему от высоких скоростей лазерного сплавления, и позволяет проследить, как субструктура организована иерархически - от единиц микрометров до десятков нанометров.

На обзорном снимке (подрисунк а) микроструктура мозаичная: поле зрения дроблено на множество ультрамелких кристаллитов и субзёрен, заметно разнящихся по дифракционному контрасту. Границы между

соседними доменами выглядят как протяжённые яркие полосы. Их природа двойная: с одной стороны - сама разориентация смежных кристаллитов (вклад дифракционного контраста, пропорциональный углу разориентации $\Delta\theta$) и локальными полями упругих деформаций от дислокационных скоплений в приграничных областях. Важно другое: в поле зрения нет ни одного дисперсного включения, которое по морфологии и контрасту можно было бы отнести к сформировавшейся γ/γ' -структуре. Уже на обзорном уровне это первое морфологическое свидетельство того, что выделение γ' -фазы в синтезированном состоянии подавлено, - а именно это и предсказывает модель трещиностойкости \mathcal{E} .

На подрисунке (б) - промежуточное увеличение, и субструктура видна детальнее. Внутри отдельных доменов чётко проступают линии дислокационного контраста: протяжённые одиночные дислокации с характерной шириной изображения $\xi_g \approx 5\text{--}10$ нм, их пересечения и участки локального уплотнения - всё это даёт неоднородное поле деформационного контраста. Сама неоднородность плотности дислокаций по полю зрения - отпечаток того, насколько стохастично термомеханическое воздействие при послойном синтезе: каждый элементарный объём проходит свою термическую историю, а она зависит от расстояния до текущего трека расплава, числа повторных нагревов и локальной скорости теплоотвода. Результирующая плотность дислокаций ρ , оценённая по числу пересечений линий контраста с площадкой известной площади, составляет порядка $10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Это сходится с независимой оценкой по EBSD-картам локальной разориентации (раздел 3.2).

На подрисунке (в) - участок с аномально высокой плотностью дислокаций: видно, как они густо переплетаются и зарождают ячеистую субструктуру. Локализация дефектов здесь не случайна - разные кристаллографические ориентировки по-разному отзываются на термические напряжения $\sigma_{th} \approx E\alpha \cdot \Delta T / (1 - \nu)$, где E - модуль Юнга (~ 200 ГПа для γ -Ni при 800 °C), α - коэффициент термического расширения ($\sim 13 \times 10^{-6} \text{ К}^{-1}$),

ΔT - локальный перепад температур, ν - коэффициент Пуассона. При $\Delta T \sim 500-1000$ К, характерном для зоны повторного нагрева, термические напряжения доходят до 1,3–2,6 ГПа - это во много раз больше предела текучести пересыщенного γ -раствора ($\sim 400-600$ МПа). Отсюда пластическая деформация и сложные дислокационные конфигурации.

На подрисунке (г) заметен уже следующий уровень самоорганизации: часть хаотичных дислокаций собирается в протяжённые стенки, а те образуют зародышинизкоугловых границ и очертания субзёрен. Морфология здесь промежуточная - между неравновесной хаотической дислокационной сетью и полигонизацией (регулярные субграницы с определённым углом разориентации). Для кинетики последующих термообработок эти субструктурные элементы двойственны: дислокационные стенки и субграницы служат сразу и (а) путями ускоренной диффузии легирующих элементов ($\frac{D_{gb}}{D_v} \sim 10^4-10^6$ при температурах выше T_{solv}'), от которых зависит кинетика гомогенизации при ГИП, и (б) удобными центрами гетерогенного зарождения вторичных фаз при старении - ведь избыточная свободная энергия дислокационных скоплений $\Delta G_{disl} = \frac{Gb^2\rho}{2}$ снижает барьер зарождения ΔG .

На подрисунках (д) и (е) субструктура снята при максимальном увеличении. На (д) различимы отдельные протяжённые дислокации, их пересечения и локальные узлы повышенной плотности дефектов в γ -матрице. Характерная длина свободного пробега дислокаций между узлами закрепления $\lambda_{disl} \approx 50-200$ нм задаёт масштаб термически активируемого переползания при высокотемпературной обработке и, опосредованно, кинетику восстановления. Подрисунок (е) фиксирует дополнительный структурный элемент - полосы контраста, морфологически соответствующие деформационным двойникам, возникающим в ГЦК-матрице при высоких скоростях нагружения. Присутствие двойников деформации косвенно свидетельствует о том, что в ходе быстрой кристаллизации локальные скорости деформации превышали критический порог $\dot{\epsilon}_{cr}$, при котором двойникование

становится конкурентным механизмом аккомодации деформации наряду с дислокационным скольжением, - обстоятельство, согласующееся с оценками $\dot{\epsilon}_{th} \sim 10^3 - 10^4 \text{ c}^{-1}$ для зоны термического влияния при СЛС.

Светлопольные ПЭМ-изображения (рисунок 3.17) вместе показывают иерархическую дефектную субструктуру синтезированного состояния: на масштабе единиц микрометров - мозаичная фрагментация на ультрамелкие субзёрна, на масштабе сотен нанометров - дислокационные стенки, зародыши полигонизации и ячеистые конфигурации, на масштабе десятков нанометров - отдельные дислокации, их пересечения и деформационные двойники.

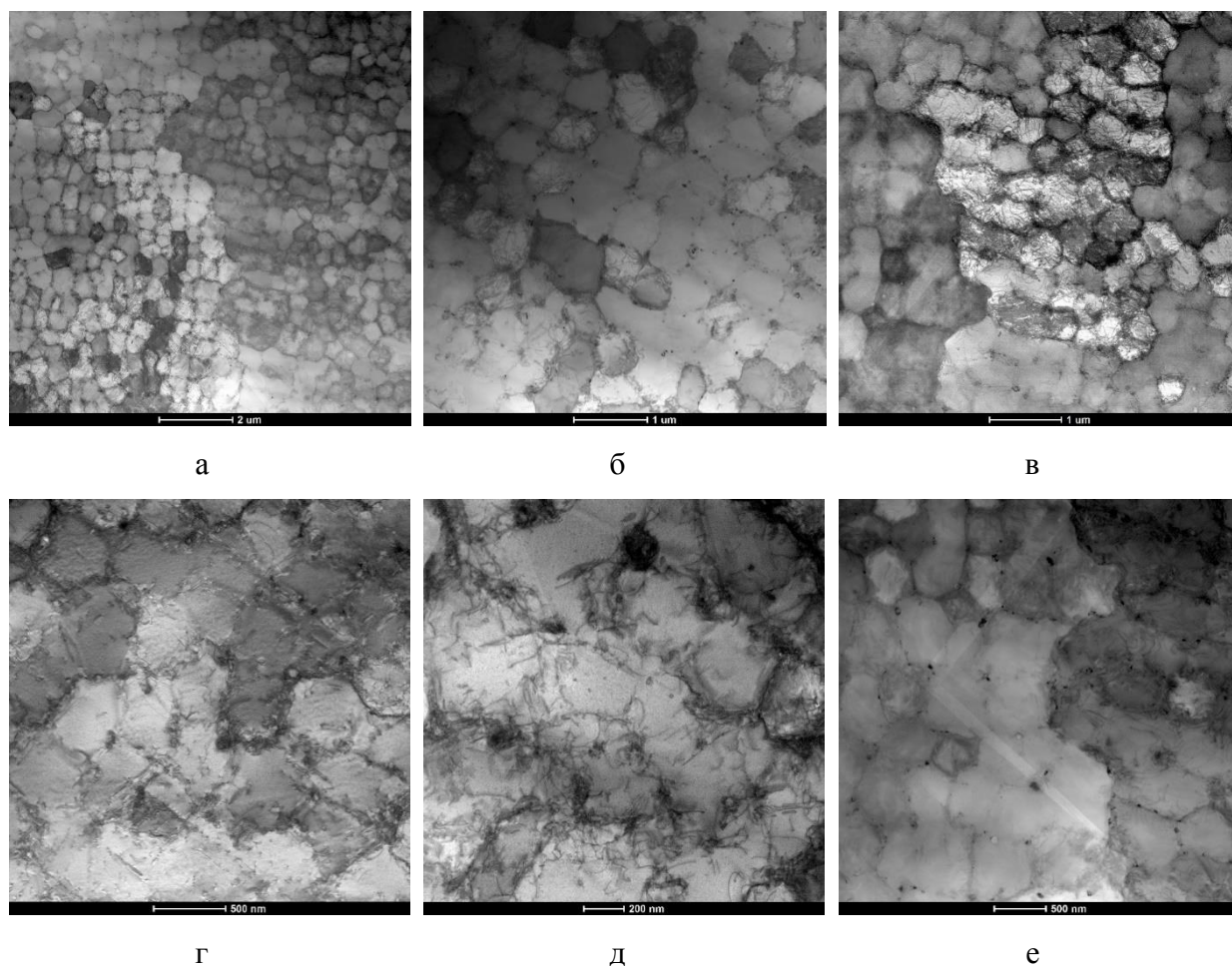


Рисунок 3.17 – Светлопольное ПЭМ-изображение микроструктуры ВЖС1 после синтеза: (а) - субзеренная структура с выраженным ориентационным контрастом и высокой мозаичностью, (б) - неоднородность в пределах субзёрен, дислокационные скопления и локальные зоны повышенной плотности дефектов, (в) - участок с высокой плотностью дислокаций, формированием стенок и ячеистой субструктуры, (г) - дислокационные стенки, низкоугловые границы субзёрен, (д) - дислокационные скопления и отдельные протяжённые дислокации в γ -матрице и (е) – полосы контраста (двойники)

Наблюдаемая субструктура - прямое кинетическое следствие экстремальных условий лазерного сплавления, она показывает, что после синтеза упрочнение определяется в основном дислокационным и субструктурным механизмом Тейлора ($\Delta\sigma_{disl} = \alpha M G b \sqrt{\rho}$), а дисперсионное упрочнение когерентной γ' -фазой не реализовано.

На рисунке 3.18 - комбинированная композиция: светлопольное ПЭМ-изображение характерного участка ВЖС1 после синтеза плюс две электронограммы (SAED) из областей, отмеченных на снимке прямоугольниками (а) и (б). Две пространственно разнесённые области взяты не случайно - так проверяется фазовая однородность. Область (а) - домен с относительно однотонным деформационным контрастом и умеренной плотностью дислокаций, область (б) - зона с более сложным полем искажений, повышенной плотностью дислокационных пересечений и заметной локальной кривизной решётки. Сравнивая дифракцию из этих двух контрастных по дефектности областей, мы исключаем ложную зависимость результата от локального структурного состояния.

Обе электронограммы, полученные вдоль оси зоны $\langle 100 \rangle$, демонстрируют идентичную кристаллографическую основу: на них присутствуют исключительно фундаментальные рефлексы, индицируемые в рамках неупорядоченной ГЦК-решётки γ -фазы - отражения типа $\{200\}$, $\{020\}$, $\{220\}$ и их комбинации. Ключевым результатом является отсутствие на обеих электронограммах сверхструктурных отражений, диагностических для упорядоченной фазы $L1_2$: рефлексы типа $\{100\}$ и $\{110\}$, регистрация которых служит необходимым и достаточным условием идентификации γ' -фазы $Ni_3(Al, Ti)$ методом электронной дифракции, не наблюдаются. Отсутствие сверхструктурных отражений как в относительно совершенном домене (а), так и в высокодефектной зоне (б) исключает интерпретацию, согласно которой γ' -фаза присутствует, но не детектируется вследствие локальных ориентационных эффектов или подавления сверхструктурных рефлексов экстинкцией.

Этот дифракционный результат экспериментально подтверждает кинетический блок модели \mathcal{E} . Модель (раздел 3.1) предсказывала: если поднять отношение Nb/Ti в легировании ВЖС1, характерное время зарождения γ' τ_n вырастет настолько, что превысит время, которое материал проводит в интервале температур ниже $T_{sol}^{\gamma'}$ при характерных для СЛС скоростях охлаждения ($\tau_{cool} \sim 10^{-2} - 10^0$ с). Выполнение условия $\tau_n > \tau_{cool}$ подавляет выделение γ' в зоне термического влияния и, как следствие, устраняет компоненту деформационного старения функционала накопления дефектов D_{SA} . Экспериментальное подтверждение отсутствия γ' методом SAED замыкает логическую цепочку: расчётный прогноз ($\tau_n > \tau_{cool}$) \rightarrow расчётный критерий ($\mathcal{E} > \mathcal{E}_{cr}$) \rightarrow экспериментальная верификация (нет сверхструктурных отражений $L1_2$) \rightarrow практический результат (отсутствие макротрещин на металлографических шлифах, раздел 3.2).

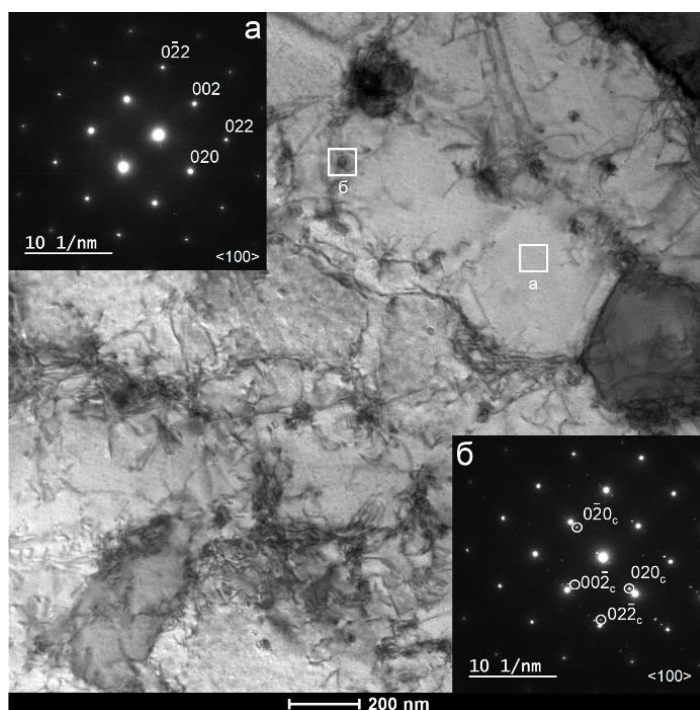


Рисунок 3.18 – ПЭМ-изображение + SAED из областей a и b (ось зоны $\langle 100 \rangle$) для сплава ВЖС1 в состоянии после синтеза: дифракционные картины γ -матрицы (ГЦК)

Морфологический и дифракционный анализ предыдущих подразделов показал: синтезированное состояние - это пересыщенный однофазный γ -

твёрдый раствор с развитой дислокационной субструктурой. Однако однофазность в кристаллографическом смысле (отсутствие сверхструктурных отражений) не исключает химической неоднородности - локальных флуктуаций состава, микросегрегационных зон и дискретных вторичных объектов, объём или степень упорядочения которых недостаточны для собственного дифракционного отклика. Чтобы установить масштаб, топологию и химическую природу таких неоднородностей, выполнен STEM/EDS-анализ - линейное профилирование и спектральное картирование.

На рисунке 3.19 представлены результаты STEM/EDS-профилирования по двум траекториям, пересекающим протяжённые участки γ -матрицы в синтезированном состоянии. На обоих профилях базовые компоненты γ -твёрдого раствора - Ni, Co, Cr - демонстрируют стационарный фон с амплитудой флуктуаций, не превышающей статистической погрешности EDS-квантификации на тонких фольгах ($\pm 2-3$ ат. % для основных компонентов). Содержание Ni удерживается на уровне $\sim 35-55$ ат. % (в зависимости от локальной толщины фольги и нормировки), Cr и Co варьируют в пределах 15–20 ат. %. Отсутствие протяжённых зон обогащения или обеднения по основным компонентам свидетельствует о том, что на масштабе анализируемых траекторий (порядка единиц микрометров) дендритная сегрегация по Ni–Co–Cr не формирует макроскопически выраженного профиля.

Химическая неоднородность проявляется в виде локальных дискретных отклонений от стационарного фона. Для профиля (а) наиболее показательными являются участки резкого повышения содержания углерода до 30–45 ат. % при сопряжённом снижении Ni. Подобная инверсия химического профиля - одновременный рост C и падение Ni - является диагностическим признаком пересечения углеродсодержащей вторичной фазы. С учётом термодинамики никелевых жаропрочных сплавов наиболее обоснованной интерпретацией является присутствие карбидных частиц типа MC, предположительно состава (Ti,Nb)C, сформировавшихся при быстрой кристаллизации и сохранившихся в виде дискретных наноразмерных

включений на межзачечной сегрегационной сетке. Для профиля (б) на фоне стабильного Ni–Co–Cr выделяются локальные пики Ti (до 4–7 ат. %) без сопутствующего роста углерода, что соответствует либо микросегрегации Ti на дефектах и субграницах, либо присутствию Ti-обогащённых кластерных образований, не достигших стадии карбидообразования.

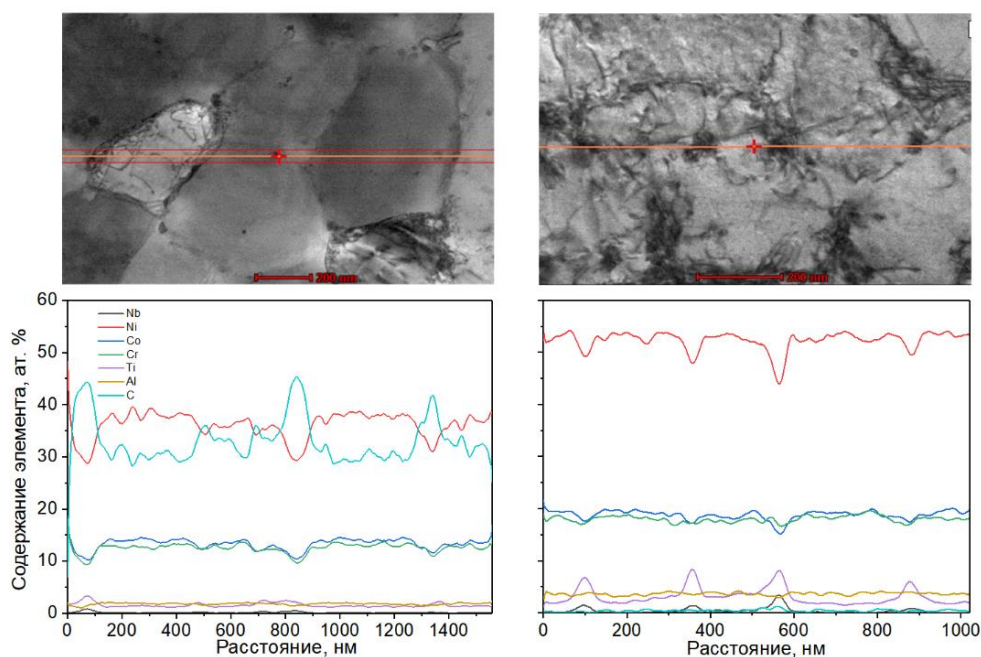


Рисунок 3.19 – STEM/EDS-линейный анализ по двум траекториям для сплава ВЖС1 в состоянии после синтеза

На рисунке 3.20 уточняется химическая природа наноразмерных включений, зарегистрированных на рисунке 3.10 как дискретные отклонения от стационарного фона. Линии анализа проведены через контрастные объекты, опознанные на STEM-изображениях как частицы повышенной электронной плотности.

Для профиля (а) в интервале ~600–650 нм фиксируется одновременный резкий рост содержания Nb, Ti и C при коррелированном снижении Ni. Данная комбинация является однозначным химическим маркером MC-карбида: стехиометрия карбидов типа (Nb,Ti)C предполагает замещение матричных позиций Ni карбидообразующими элементами при встраивании углерода в октаэдрические междоузлия структуры NaCl-типа. Ширина пика (~50 нм)

соответствует размеру индивидуальной карбидной частицы и согласуется с оценками критического размера MC-карбидов, формирующихся при скоростях охлаждения 10^5 – 10^6 К/с. Дополнительный, менее интенсивный пик в интервале ~ 350 – 450 нм может быть интерпретирован как пересечение более мелкого включения той же химической природы либо как диффузионная зона обогащения Nb–Ti вокруг карбидной частицы.

Для профиля (б) аналогичный по физической сути сигнал локализован около ~ 950 – 1050 нм: совместный рост Ti и C при снижении Ni указывает на частицу карбидной или карбонитридной природы. Если наряду с Ti и C в зоне пика присутствует заметный отклик по N, наиболее вероятной фазой становится Ti(C,N) - карбонитрид, термодинамически устойчивый в никелевых жаропрочных сплавах и часто формирующийся при первичной кристаллизации. Стабильность профилей Co и Cr в интервале пересечения обоих объектов исключает трактовку этих неоднородностей как дендритной сегрегации и указывает на их дискретную, частицеподобную природу.

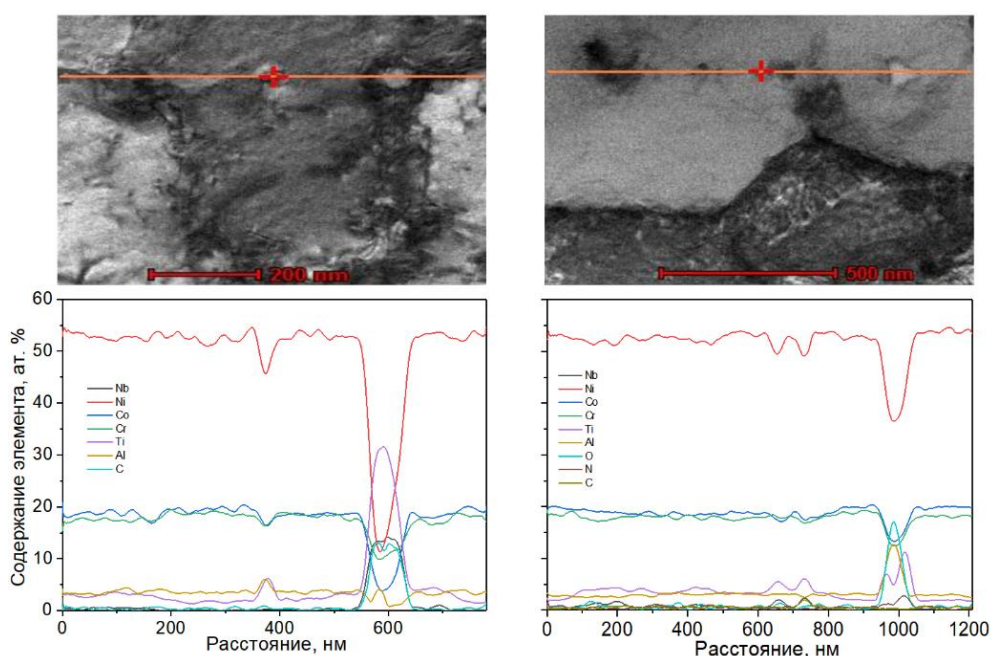


Рисунок 3.20 – STEM/EDS-линейный анализ: профили при пересечении локально обогащённых областей и частиц для сплава ВЖС1 в состоянии после синтеза

Рисунок 3.21 добавляет к линейным профилям двумерную картину распределения элементов. STEM-изображение участка синтезированной микроструктуры вместе с набором EDS-карт по основным легирующим элементам позволяет связать химическую неоднородность с морфологией субструктуры.

Карты базовых компонентов γ -раствора (Ni, Co, Cr) подтверждают заключение, сделанное на основании линейных профилей: распределение этих элементов является макроскопически равномерным, без протяжённых зон обогащения или обеднения. дендритная или межъячеечная сегрегация по основным компонентам матрицы, если и существует, находится ниже порога пространственного разрешения EDS-картирования.

Иначе выглядит карта Ti: на ней видна отчётливая сетчатая топология обогащения, пространственно совпадающая с протяжёнными элементами субструктуры - границами доменов, субзёрненными стенками и межъячеечными областями. Такая корреляция прямо следует из механизма формирования ячеисто-дендритной субструктуры при СЛС: при быстрой кристаллизации Ti, для которого коэффициент распределения $k_{Ti} < 1$ в системе γ -Ni, оттесняется к междендритным и межъячеечным областям и образует обогащённую сетку с шагом, который задаётся первичным расстоянием между осями дендритов ($\lambda_1 \approx 0.5-2$ мкм для условий СЛС). Карта Nb повторяет ту же тенденцию, но с меньшей контрастностью, что согласуется с умеренным k_{Nb} и более высокой диффузионной подвижностью Nb по сравнению с Ti.

Особенно важно отсутствие совместной корреляции карт Al и Ti. Если бы сформировалась развитая дисперсия γ' -фазы ($Ni_3(Al,Ti)$), области повышенного содержания Al и Ti пространственно совпадали бы, отражая стехиометрию упорядоченного интерметаллида. То, что такого совпадения нет, служит дополнительным - независимым от дифракционных данных - подтверждением: в синтезированном состоянии γ' -фаза не сформирована, а Ti локализован преимущественно на дефектах субструктуры в виде

микросегрегационных зон, склонных к карбидообразованию или к зарождению интерметаллидных частиц при последующих термических обработках.

Карты тугоплавких элементов (Mo, Ta, W) характеризуются квазиравномерным распределением без выраженной корреляции с субструктурой, что свидетельствует об их умеренном перераспределении при кристаллизации. Карты лёгких элементов (C, N, O) носят разреженный характер с единичными яркими точками, при их совпадении с пиками Ti и Nb данные точки с высокой степенью вероятности соответствуют карбидным или карбонитридным включениям типа MC/(Ti,Nb)(C,N), идентифицированным на линейных профилях (рисунки 3.19–3.20).

Совокупность данных STEM/EDS-анализа (рисунки 3.19–3.21) выявляет следующую иерархию химической неоднородности сплава ВЖС1 после синтеза: (1) макрооднородность по базовым компонентам γ -раствора (Ni, Co, Cr, Mo, W, Ta), (2) мезомасштабная сетчатая микросегрегация Ti (и частично Nb), привязанная к межъячеечной субструктуре, (3) дискретные наноразмерные включения карбидного/карбонитридного типа MC - (Ti,Nb)C и/или Ti(C,N) - на пересечениях сегрегационной сетки. Эта иерархия задаёт начальные условия для последующих термических обработок: при ГИП и рекристаллизационном отжиге сетчатая микросегрегация Ti диффузионно выравнивается, а MC-карбиды как термодинамически устойчивые фазы сохраняются и укрупняются за счёт коагуляции.

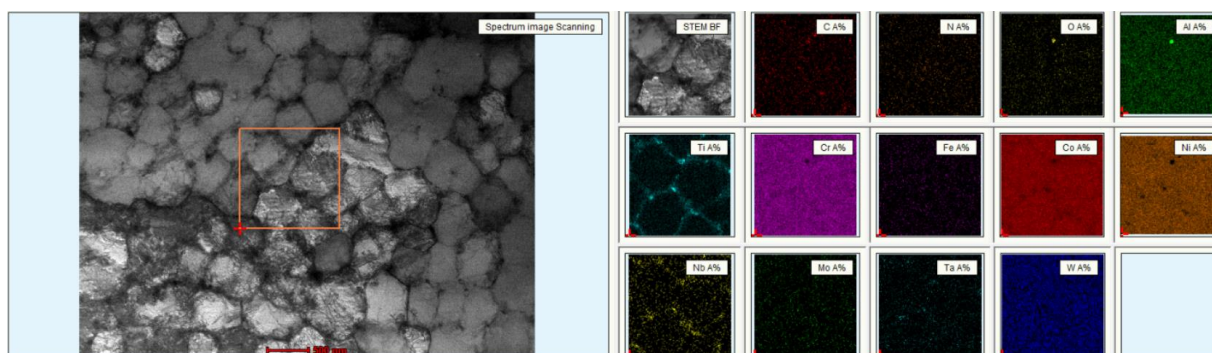


Рисунок 3.21 – STEM + спектральное картирование, с указанием области спектрального сканирования для сплава ВЖС1 в состоянии после синтеза

3.3.2 Исследование микроструктуры сплава ВЖС1 после полной термической обработки

С точки зрения физики фазовых превращений переход от синтезированного состояния к состоянию после полной ТО1 - это смена самого типа структуры. Метастабильный пересыщенный однофазный γ -раствор с дислокационным упрочнением уступает место термодинамически стабильной двухфазной γ/γ' -системе, в которой жаропрочность держится уже на дисперсионном упрочнении когерентными выделениями упорядоченного интерметаллида $Ni_3(Al,Ti)$. Поймать этот переход на атомном и наноструктурном уровне - и есть задача подраздела.

На рисунке 3.13 (а–е) представлена серия светлопольных ПЭМ-изображений микроструктуры сплава ВЖС1 после полной термической обработки, демонстрирующая качественное отличие от синтезированного состояния.

На обзорном изображении (подрисунок а) поле зрения заполнено системой дисперсных выделений преимущественно округлой морфологии, равномерно распределённых в объёме γ -матрицы. Одновременно в поле зрения прослеживаются протяжённые области с модифицированным контрастом, пересекающие изображение по диагонали. Природа данных областей связана с остаточной пространственной неоднородностью, наследуемой от послойного синтеза: несмотря на прохождение полного цикла ТО1 (ГИП + рекристаллизационный отжиг по режиму ТО1 + двуступенчатое старение), локальные различия в концентрации элементов, унаследованные от межъячеечной сегрегационной сетки, не полностью устраняются диффузионным выравниванием и продолжают модулировать кинетику выделения и конечные параметры γ' -фазы. Это согласуется с результатами СЭМ-исследования (раздел 3.2), где аналогичные полосы повышенного контраста фиксировались в плоскости XZ на всех стадиях ТО.

При большем увеличении (подрисунк б) γ/γ' -структура видна детальнее. В γ -матрице соседствуют две размерные фракции: крупная γ' ($d \approx 80\text{--}150$ нм), почти равноосная, и развитая мелкая ($d \approx 15\text{--}40$ нм), заполняющая каналы между частицами. Бимодальность тут не случайна - её даёт двуступенчатое старение: на первой ступени формируется основная популяция γ' , на второй из остаточного пересыщения γ -раствора при более низкой температуре дозарождается мелкая фракция. Для упрочнения это удачно: бимодальное распределение балансирует эффективное межчастичное расстояние λ_{eff} (от него зависит напряжение Орована $\tau_{Or} \propto Gb/\lambda_{eff}$) и термодинамической устойчивостью системы (крупная фракция обеспечивает стабильность при рабочих температурах, мелкая - дополнительное уменьшение λ_{eff}).

На подрисунках (в) и (г) - локальные особенности структуры. На (в) видны отдельные крупные выделения γ' с чёткими межфазными границами и округлой формой, так выглядят когерентные (или почти когерентные) выделения с низкой анизотропией межфазной энергии σ_{int} . На (г) - крупная частица неправильной формы, явно выбивающаяся из ряда округлых γ' . Угловатая огранка и контраст в светлом поле выдают карбид типа МС, переживший полный цикл ТО. Такие частицы важны вдвойне. С одной стороны (а), МС-карбиды на границах зёрен тормозят зернограничное скольжение при ползучести, добавляя к вкладу γ' . С другой (б), они же работают концентраторами напряжений и зародышами микротрещин при долгом высокотемпературном нагружении - отсюда нижняя граница разброса ресурса.

Подрисунки (д) и (е) показывают, как унаследованная от СЛС неоднородность сказывается на локальной структуре γ/γ' . Возле протяжённой границы - вероятно, сложного двойника или высокоугловой границы - дисперсность и плотность γ' заметно иные: часть выделений крупнее и плотнее - образуется зона с повышенной локальной долей γ' . Значит, даже после полной ТО кинетика выделения и коагуляции γ' остаётся чувствительной к

локальным колебаниям состава и дефектной структуры, что достались от послойного синтеза.

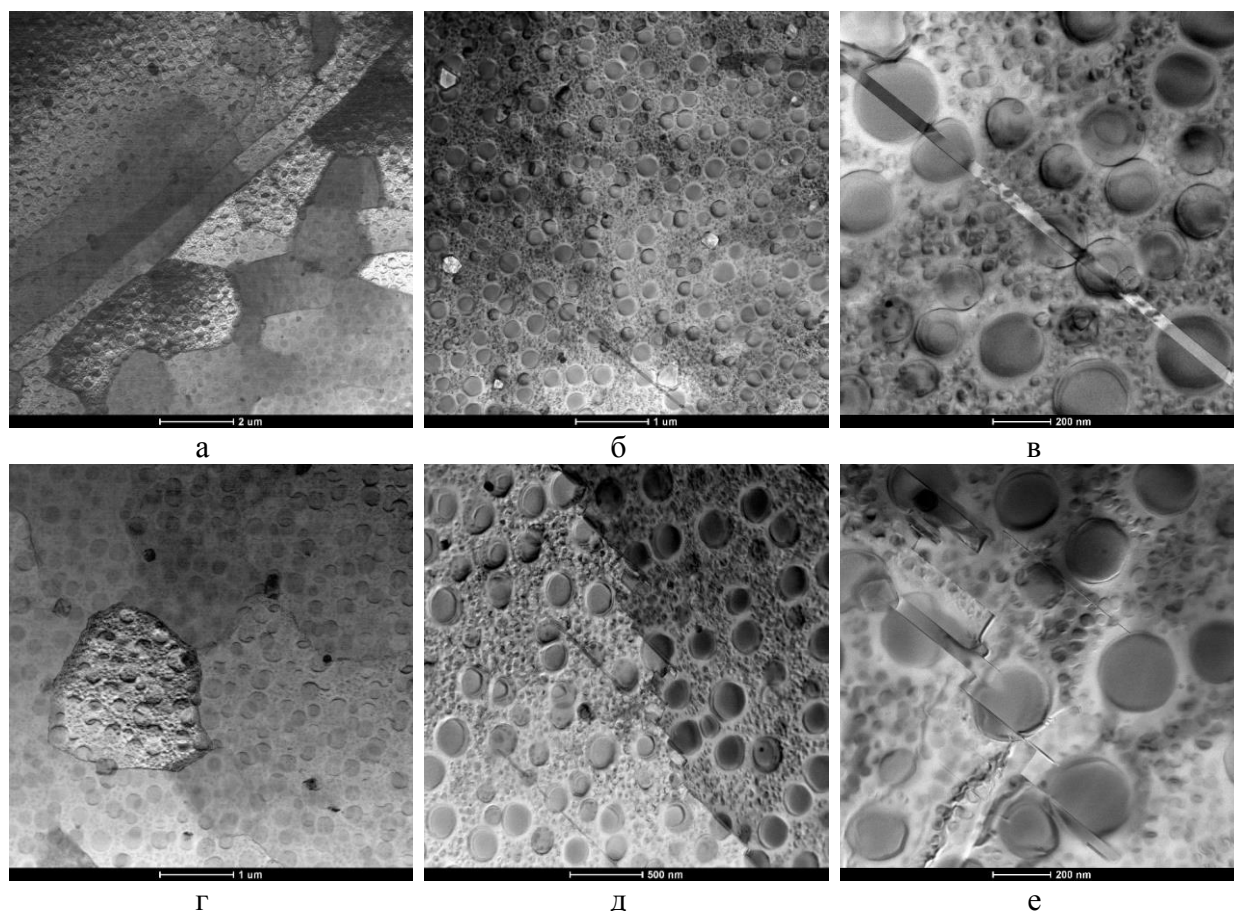


Рисунок 3.22 – Светлопольное ПЭМ-изображение микроструктуры ВЖС1 после полной ТО: (а, б) – обзорные участки γ/γ' -структуры, (в, г) – локальные области с крупными частицами и неоднородностями, (д, е) – детализированные участки γ/γ' -структуры на меньшем масштабе

На рисунке 3.23 – комбинированная композиция: в центре светлопольное ПЭМ-изображение участка γ/γ' -структуры с отмеченными зонами дифракции, рядом - электронограммы (SAED) из этих зон. Каждая электронограмма пространственно привязана к конкретному морфологическому участку, что обеспечивает прямую корреляцию между морфологическим обликом выделений и их кристаллографической природой. Отличие от дифракционной картины синтезированного состояния (рисунок 3.14) состоит в появлении дополнительных точечных рефлексов, которые не могут быть проиндексированы в рамках неупорядоченной ГЦК-решётки. Данные

отражения соответствуют сверхструктурным рефлексам типа $\{100\}$ и $\{110\}$, характерным для упорядоченной структуры $L1_2$ - кристаллографического типа, к которому принадлежит интерметаллид $Ni_3(Al,Ti)$. Появление сверхструктурных отражений является необходимым и достаточным кристаллографическим доказательством того, что наблюдаемые на светлопольных изображениях округлые выделения являются γ' -фазой с дальним порядком, а не метастабильные кластеры, зоны Гинье–Престона или иные структурные объекты без трансляционного упорядочения.

Относительная интенсивность сверхструктурных отражений гуляет от участка к участку. Сходится сразу несколько локальных причин: разная толщина фольги (а значит, разные условия динамической дифракции), ориентация конкретных выделений относительно оси зоны, неодинаковое соотношение γ/γ' в окне апертуры и, наконец, полидисперсность γ' - у крупных и мелких выделений рефлекс отличаются и по ширине, и по интенсивности. Эта самая вариативность лишней раз подтверждает бимодальность распределения γ' , уже замеченную на светлопольных снимках.

Разницу между дифракцией синтезированного состояния и состояния после полной ТО удобно выразить через параметр дальнего порядка η . В синтезированном состоянии $\eta \approx 0$ (полностью разупорядоченный γ -раствор), после полной ТО внутри отдельных выделений γ' $\eta \rightarrow 1$ (достигнуто стехиометрическое упорядочение $L1_2$). А раз есть дальний порядок, то при прохождении дислокаций сквозь γ' возникают антифазные границы (АФГ) - и именно они ставят энергетический барьер перерезанию $\gamma_{APB} \approx 0,15-0,20$ Дж/м² и является физической основой аномальной температурной зависимости предела текучести никелевых жаропрочных сплавов.

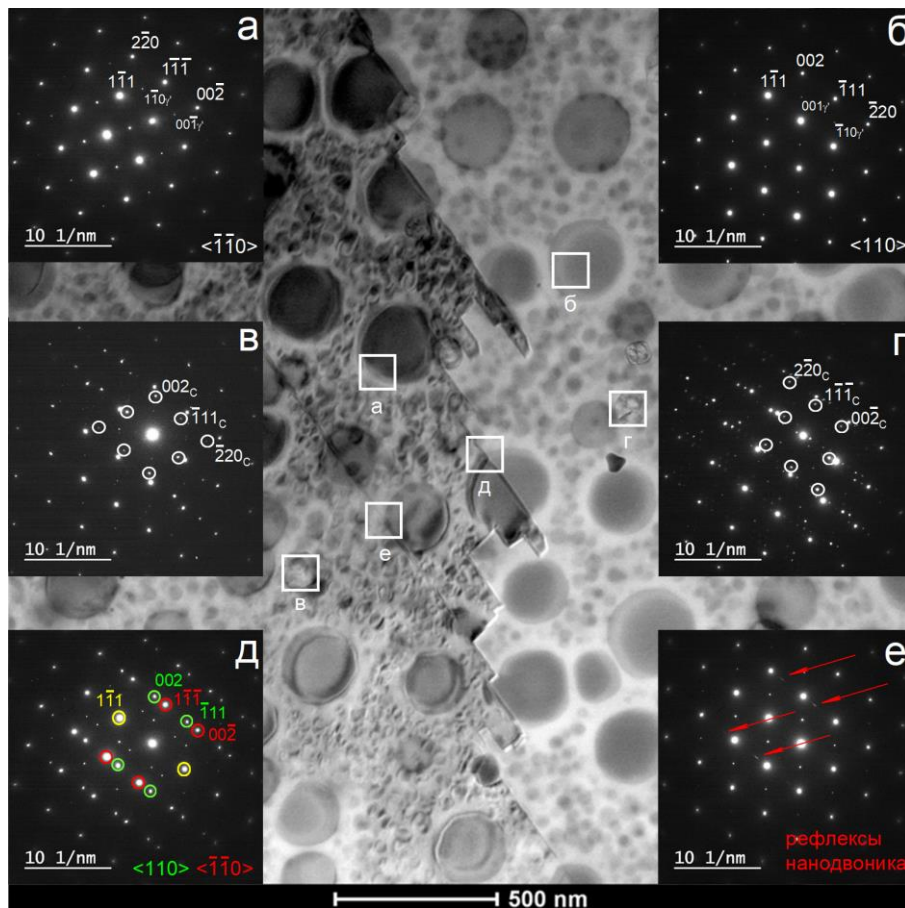


Рисунок 3.23 – ПЭМ-изображение и электронограммы (SAED) из характерных областей сплава ВЖС1 после полной ТО: дифракционные картины, подтверждающие формирование сверхструктурных отражений, характерных для упорядоченной γ' -фазы

На рисунке 3.15 (а, б) - HRTEM-снимки межфазной границы γ/γ' в ВЖС1 после полной ТО. Этот эксперимент критичен: он проверяет одно из центральных предсказаний модели E - что γ/γ' -сопряжение когерентно, а достигается это минимизацией $|\delta|$ при направленной модификации состава (направление V, раздел 3.1.6).

На подрисунке (а) видна криволинейная граница между областями γ и γ' . По обе стороны от неё чётко разрешаются атомные плоскости - решёточный контраст с периодом, отвечающим межплоскостным расстояниям $\{200\}$ ГЦК-структуры ($d_{200} \approx 0,178$ нм для γ и γ' при $|\delta| < 0,3\%$), непрерывно прослеживается при переходе через границу без признаков разрыва периодичности, аморфизации промежуточного слоя или появления периодических экстраплоскостей, которые манифестировали бы краевые дислокации несоответствия. Электронограмма, приведённая во вставке,

фиксирует фундаментальные отражения типа 200 и 020, подтверждая кристаллографическое ориентационное соответствие фаз: куб-на-куб ориентационное соотношение $\{001\}_\gamma \parallel \{001\}_{\gamma'}$, $\langle 100 \rangle_\gamma \parallel \langle 100 \rangle_{\gamma'}$.

Подрисунок (б) даёт ту же картину на другом участке межфазной границы: атомный контраст непрерывен, граница плавная, без резких изломов, периодических дислокаций несоответствия нет. Плавная криволинейная форма границы (а не фасетированная, как у полуккогерентных выделений с большим $|\delta|$) говорит о слабой анизотропии межфазной энергии σ_{int} - а это выполняется при малом $|\delta| \lesssim 0,2-0,3 \%$ и типичное для когерентных γ/γ' -систем в никелевых жаропрочных сплавах оптимизированного состава.

В сумме данные HRTEM (рисунок 3.24) позволяют отнести межфазную границу γ/γ' в ВЖС1 к когерентным или почти когерентным. У этого вывода есть прямые количественные следствия для жаропрочных свойств:

(а) Когерентные напряжения. Когерентные выделения γ' создают вокруг себя протяжённые упругие поля деформации $\varepsilon_{coh} \approx \delta \cdot (r/R)^3$ (r - радиус выделения, R - расстояние от центра). Накладываясь на поле напряжений скользящей дислокации, они добавляют параупругий барьер её движению - в теории упрочнения это называют модульным взаимодействием.

(б) Энергия антифазных границ. При перерезании когерентного γ' -выделения парой сверхдислокаций $a/2\langle 110 \rangle$ в области перерезания формируется АФГ с энергией γ_{APB} . Сила сопротивления перерезанию пропорциональна $\gamma_{APB} \cdot r/b$, где b - вектор Бюргерса. Когерентность обеспечивает идентичность кристаллографических направлений скольжения в γ и γ' , что является необходимым условием для реализации механизма перерезания.

(в) Устойчивость к коагуляции. Низкое значение $|\delta|$ минимизирует упругую составляющую межфазной энергии $\sigma_{int}^{el} \propto \mu\delta^2r$, замедляя кинетику Оствальдовского созревания ($dr/dt \propto \sigma_{int} \cdot D \cdot C_\infty/r^2$) и обеспечивая

стабильность размера γ' -выделений при длительной эксплуатации при 850–950 °С.

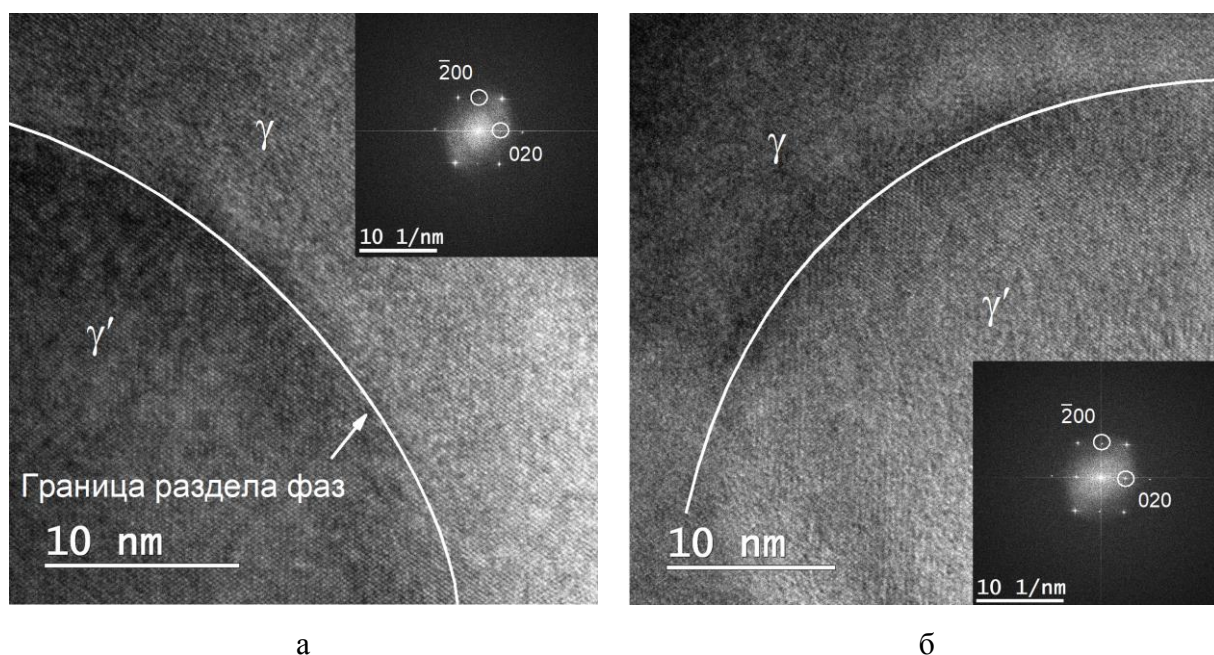


Рисунок 3.24 – ПЭМ-изображения межфазной границы γ/γ' в сплаве ВЖС1 после полной ТО с соответствующими электронограммами: (а, б) – область γ/γ' -границы с выделением границы раздела фаз

Линейный STEM/EDS-анализ вдоль траектории, пересекающей крупное округлое выделение (профиль а), показывает характерную картину фазового разделения: внутри выделения Ni больше, Cr и Co меньше, а Al и Ti держатся на уровне, отвечающем их вхождению в подрешётку γ' -фазы типа $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$. Сочетание «Ni–Al–Ti вверх, Cr–Co вниз» - диагностический признак γ' в никелевых жаропрочных сплавах, и он точно ложится на термодинамические расчёты CALPHAD для этой системы легирования.

У профиля (б) на том же рисунке сигнатура другая. На угловой частице с чёткими гранями появляются резкие пики Ta, Nb и Ti, а Ni при этом проседает и растёт C. Такой набор - тугоплавкие карбидообразующие элементы и углерод вверх, матричные компоненты вниз - указывает на карбид типа MC, скорее всего состава (Ta,Nb,Ti)C. Угловатая огранка с выраженными кристаллографическими гранями окончательно выдаёт карбид и отличает его от округлых γ' .

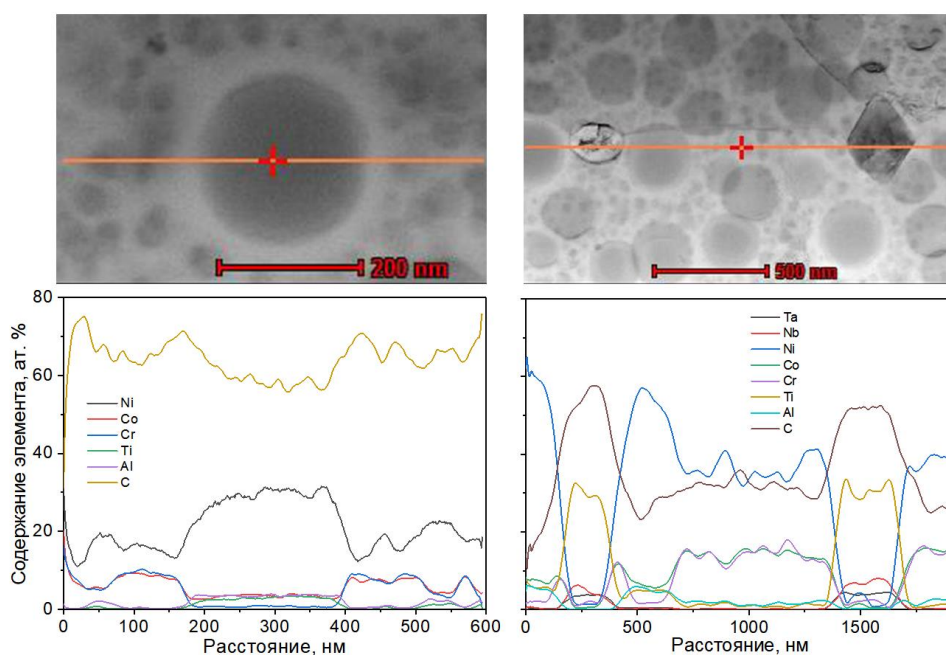


Рисунок 3.25 – STEM/EDS-линейный анализ состава по двум траекториям в сплаве ВЖС1 после полной ТО: распределение основных легирующих элементов при пересечении областей γ -матрицы и γ' -выделений

Рисунок 3.26 продолжает анализ рисунка 3.25, уточняя химические различия между двумя классами вторичных объектов на участках с максимальным контрастом.

У профиля (а) на протяжённом отрезке $\sim 450\text{--}950$ нм держатся повышенные Ni и Al при сниженных Cr и Co - сигнатура, отвечающая проходу через γ' -обогащённую область или через скопление крупных γ' -выделений. А по обе стороны от него ($\sim 100\text{--}170$ нм и $\sim 1220\text{--}1280$ нм) сидят узкие высокоамплитудные пики Ti и C при резком снижении Ni, идентифицируемые как пересечения индивидуальных карбидных частиц типа MC с предпочтительным обогащением Ti (состав, близкий к $(\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Ta})\text{C}$). Пространственная сопряжённость карбидных частиц и γ' -области на одном профиле является структурно закономерной: MC-карбиды, формирующиеся при первичной кристаллизации и сохраняющиеся при полной ТО, выступают диффузионными стоками для Ti, частично конкурируя с γ' -фазой за этот элемент.

Профиль (б) повторяет ту же двойственность, но с иным расположением: до $\sim 250\text{--}280$ нм идёт химическая сигнатура γ' (Ni высокий, Cr-Co низкие), а дальше - два дискретных карбидных пика ($\sim 300\text{--}340$ нм и

~930–980 нм) с той же комбинацией «Ti и C вверх, Ni вниз». То, что картина повторяется на разных траекториях, и подтверждает статистическую достоверность вывода о двухклассовой системе вторичных объектов.

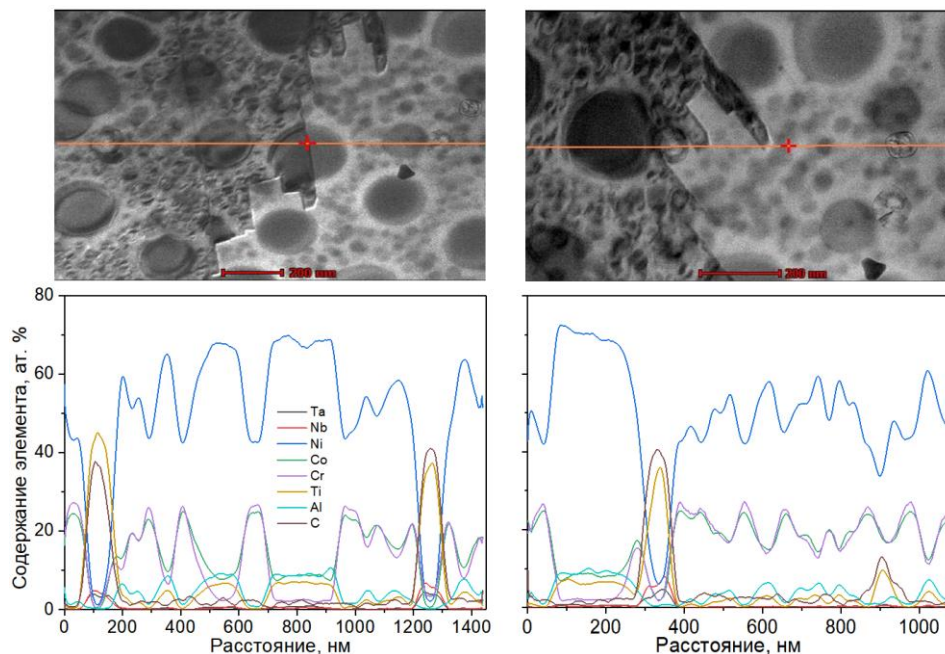


Рисунок 3.26 – STEM/EDS-линейный анализ состава при пересечении локально обогащённых областей и частиц в сплаве ВЖС1 после полной ТО: профили распределения элементов вблизи вторичных фаз и локальных химических неоднородностей

Рисунок 3.27 даёт наиболее представительную картину пространственного распределения элементов после полной ТО. На STEM-изображении области картирования видна развитая двухфазная γ/γ' -структура с высокой плотностью бимодально распределённых округлых выделений.

На картах Al и Ti повышенная интенсивность совпадает по контуру с округлыми выделениями - прямое картографическое подтверждение, что это γ' -фаза $Ni_3(Al,Ti)$. Карта Ni даёт ту же топологию обогащения. Карты Cr и Co - наоборот: ярче межчастичное пространство (γ -матрица), а внутри выделений сигнал слабее. Эта антикорреляция Al–Ti/Ni против Cr–Co и есть двумерный портрет термодинамически предсказанного разделения между γ и γ' .

Карты тугоплавких элементов Mo, Ta и W заметно ровнее и не дают контраста, привязанного к γ/γ' -морфологии. Значит, между подрешётками они

перераспределяются умеренно - что согласуется с CALPHAD: расчёт предсказывает слабое предпочтение Mo и W к γ -подрешётке, Ta - к γ' , при невысоких коэффициентах распределения. На картах Nb и Zr выделяются единичные яркие объекты, не совпадающие с массивом округлых γ' , так выглядят дискретные карбидные или карбонитридные частицы, обогащённые Nb, - это сходится и с линейным профилированием.

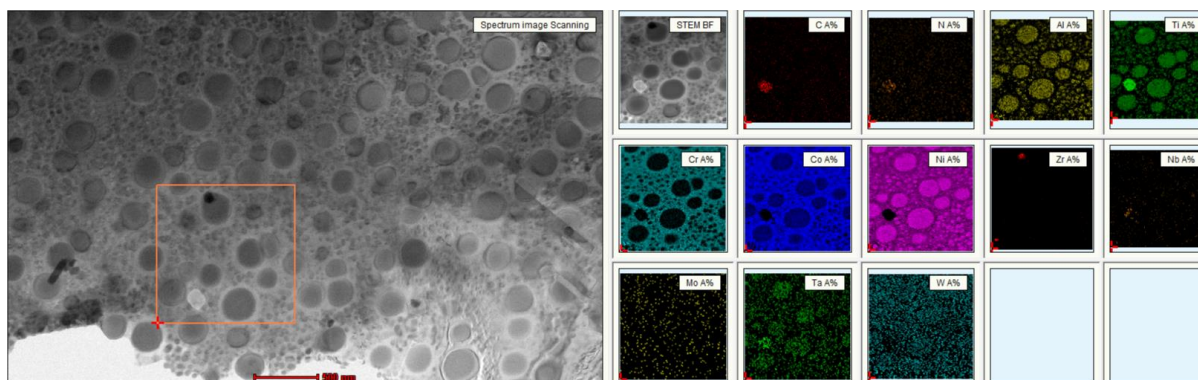


Рисунок 3.27 – STEM-изображение и спектральное картирование распределения элементов в сплаве ВЖС1 после полной ТО с указанием области спектрального сканирования

3.4 Влияние режима термической обработки и ориентации построения на температурные зависимости кратковременных механических свойств

В разделах 3.2 и 3.3 структура ВЖС1 описана на мезо- и наномасштабе: получены количественные параметры зёрненного строения, дефектной субструктуры, дисперсной γ' и карбидов MC-типа. Здесь же речь о кратковременных механических характеристиках при одноосном растяжении в интервале 20–950 °С - и о связи «структура - свойства» для трёх состояний: XZ-TO1, XZ-TO2 и XY-TO1.

Связь структурных параметров с механическими характеристиками никелевого жаропрочного сплава с высокой объёмной долей когерентной γ' -фазы ($f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$) определяется суперпозицией нескольких механизмов упрочнения с различной температурной зависимостью. По данным разделов

3.2 и 3.3 макроскопический предел текучести $\sigma_{0,2}(T)$ является суммой аддитивных вкладов в рамках модели Тейлора:

$$\sigma_{0,2}(T) = \sigma_0(T) + \Delta\sigma_{SS}(T) + \Delta\sigma_{HP}(T) + \Delta\sigma_{\gamma'}(T) + \Delta\sigma_{MC}(T)$$

где $\sigma_0(T)$ - напряжение трения решётки (напряжение Пайерлса–Набарро),

$\Delta\sigma_{SS}(T)$ - вклад твердорастворного упрочнения γ -матрицы элементами Co, Cr, Mo, W, Ta,

$\Delta\sigma_{HP}(T) = k_{HP}/\sqrt{d}$ - зернограничное упрочнение по Холлу–Петчу ($d \approx 40\text{--}100$ мкм после рекристаллизации, раздел 3.2),

$\Delta\sigma_{\gamma'}(T)$ - дисперсионное упрочнение когерентной γ' -фазой, определяемое конкуренцией механизмов перерезания и орвановского обхода,

$\Delta\sigma_{MC}(T)$ - вклад карбидных частиц MC-типа в объёмное и зернограничное упрочнение.

Главный вклад даёт $\Delta\sigma_{\gamma'}(T)$ - его задаёт конкуренция двух механизмов взаимодействия дислокаций с когерентными γ' -выделениями. При низких и умеренных температурах ($T \lesssim 700\text{--}800$ °С) для выделений с размером $d < d_{cr}$ (d_{cr} - критический размер перехода от перерезания к обходу) доминирует механизм перерезания сверхдислокациями $a\langle 110 \rangle$, при котором напряжение сопротивления определяется энергией антифазной границы γ_{APB} :

$$\Delta\tau_{cut} \propto (\gamma_{APB}/2b) \cdot \sqrt{(f_{\gamma'} \cdot d / T_{line})}$$

где b - вектора Бюргерса,

T_{line} - линейное натяжение дислокации.

Для выделений с $d > d_{cr}$ и при повышенных температурах, когда термически активируемое переползание облегчает обход частиц, доминирует механизм Орована:

$$\Delta\tau_{Or} = (Gb/2\pi\lambda) \cdot \ln(d/2r_0)$$

где λ - межчастичное расстояние ($\lambda \approx 0,655-0,677$ мкм по данным стереологии, раздел 3.2),

G - модуль сдвига,

r_0 - радиус ядра дислокации.

Для никелевых жаропрочных сплавов с γ' -фазой L1₂ типична аномальная температурная зависимость предела текучести - её причина в термически активируемом поперечном скольжении сверхчастичных дислокаций $a/2\langle 110 \rangle\{111\}$ на плоскости $\{010\}$ (механизм Кира-Вильсдорфа). В классических литых сплавах с высокой долей γ' это даёт немонотонную зависимость $\sigma_{0,2}(T)$ с максимумом в районе 600–800 °С. В ВЖС1 аномалия особенно интересна: бимодальное распределение γ' по размерам (крупная фракция $d \approx 80-150$ нм, мелкая $d \approx 15-40$ нм, раздел 3.3) смещает её температурный интервал и амплитуду относительно мономодальных систем. Мелкая фракция γ' перерезается при меньших напряжениях и растворяется при меньших температурах - отсюда дополнительный температурно-зависимый вид деградации $\Delta\sigma_{\gamma'}$.

Кроме температурной зависимости механизмов упрочнения, для синтезированного СЛС ВЖС1 важны ещё два технологических фактора - режим термообработки и ориентация построения. Именно они задают структурное состояние материала и баланс вкладов в $\sigma_{0,2}(T)$ и $\delta_5(T)$.

Влияние режима термической обработки. Здесь сравниваются два режима - ТО1 и ТО2, - различающиеся параметрами рекристаллизационного

отжига. По данным СЭМ/EBSD (раздел 3.2), ТО1 полностью рекристаллизует столбчатую текстуру: складывается равноосная зёрненная структура ($d \approx 40\text{--}100$ мкм), ориентация случайно распределится, а γ' распределяется бимодально с параметрами $\{\bar{d}_{eq} \approx 0,061\text{--}0,102$ мкм, $f_V \approx 35\text{--}40$ %, $\lambda \approx 0,655\text{--}0,677$ мкм}. Полная рекристаллизация и даёт изотропизацию свойств - снижается преимущественная ориентировка $\langle 001 \rangle \| Z$, детерминированной эпитаксиальным ростом при СЛС, должно привести к сближению $\sigma_{0,2}$ и δ_5 для направлений XZ и XY. Режим ТО2 сохраняет часть наследуемой субструктуры, что формирует альтернативный баланс вкладов: повышенная доля дислокационного и субструктурного упрочнения, но потенциально менее оптимальным распределением γ' .

Влияние ориентации построения. Анизотропия механических свойств аддитивно синтезированного материала обусловлена направленной кристаллизацией и послойным характером формирования. Для сплава ВЖС1 данные EBSD (раздел 3.2) устанавливают два источника анизотропии: (а) кристаллографическая текстура $\langle 001 \rangle \| Z$, формирующая ориентационную зависимость фактора Шмида и напряжений начала скольжения, (б) морфологическая анизотропия зёрненного строения - столбчатые зёрна, вытянутые вдоль оси Z, создают различную плотность пересекаемых границ при нагружении в направлениях XZ и XY. После рекристаллизационного отжига по режиму ТО1 первый источник анизотропии (текстура) устраняется (IPF-карты, раздел 3.2), однако второй (пространственное распределение границ и остаточных неоднородностей) может сохраняться и проявляться прежде всего в характеристиках пластичности при повышенных температурах, где зернограничное скольжение активируется как самостоятельный механизм деформации ($T > 0.5T_m \approx 650\text{--}700$ °C).

Раздел построен из двух блоков. Первый (3.4.1) - о температурных зависимостях прочности: предела прочности $\sigma_B(T)$ и условного предела текучести $\sigma_{0,2}(T)$ для трёх состояний (XZ, ТО1, XZ, ТО2, XY, ТО1). Второй

(3.4.2) - о пластичности: относительном удлинении $\delta_5(T)$ и сужении $\psi(T)$ для тех же состояний. Разделение не случайно: прочность и пластичность контролируются разными масштабами структуры. Прочность задаётся параметрами дисперсного упрочнения (\bar{d}_{eq} , f_V , λ , γ_{APB}) в объёме зёрен, высокотемпературная пластичность чувствительна к границам зёрен (карбидное закрепление, двойники $\Sigma 3$, остаточная сегрегация), к характеру рекристаллизованной структуры и к способности материала перераспределять локальные напряжения.

В конце раздела обоснован выбор структурного состояния - то есть сочетания режима термообработки и ориентации построения, которое даёт наилучший баланс прочности и пластичности в рабочем интервале 800–950 °С и годится для дальнейших испытаний на ползучесть и длительную прочность (раздел 3.5).

3.4.1 Температурные зависимости предела прочности и текучести

По результатам испытаний на растяжение образцов из синтезированного материала ВЖС1 были получены результаты, представленные в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Температурная зависимость предела прочности σ_B и условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ сплава ВЖС1

Т, °С	σ_B , МПа			$\sigma_{0,2}$, МПа		
	XZ, TO2	XZ, TO1	XY, TO1	XZ, TO2	XZ, TO1	XY, TO1
20	1210 ± 30	1450 ± 30	1520 ± 30	1060 ± 25	960 ± 25	1060 ± 25
800	720 ± 20	830 ± 20	870 ± 20	730 ± 18	770 ± 18	820 ± 18
900	450 ± 15	500 ± 15	540 ± 15	385 ± 12	470 ± 12	535 ± 12
950	300 ± 12	330 ± 12	340 ± 12	240 ± 10	320 ± 10	315 ± 10

Температурные зависимости предела прочности $\sigma_B(T)$ для трёх исследованных структурных состояний приведены на рисунке 3.28. Во всём интервале температур 20–950 °С для всех трёх состояний наблюдается монотонное снижение σ_B с ростом температуры. Наблюдаемая зависимость определяется суперпозицией нескольких температурно-зависимых процессов:

(а) уменьшением модуля сдвига $G(T)$ γ -матрицы ($dG/dT \approx -0,04$ ГПа/К для никелевых сплавов), непосредственно входящего в выражения для всех механизмов упрочнения, (б) термически активируемым переползанием дислокаций через когерентные выделения γ' , снижающим эффективный барьер дисперсионного упрочнения, (в) частичным растворением мелкодисперсной фракции γ' при приближении к температурам ниже $T_{solv}^{\gamma'}$ ($T > 850$ °С), уменьшающим объёмную долю $f_{\gamma'}$, и увеличивающим межчастичное расстояние λ , (г) активацией зернограничного скольжения как дополнительного механизма деформации при $T > 0.5T_m$.

Сопоставление режимов термической обработки для ориентации XZ. Режим ТО1 даёт более высокий σ_B , чем ТО2, практически во всём температурном диапазоне, преимущество особенно заметно при комнатной температуре и сохраняется при 800–900 °С. С учётом структурных данных это объясняется так. Входящий в режим ТО1 рекристаллизационный отжиг полностью растворяет γ' , после чего при охлаждении и двуступенчатом старении фаза выделяется заново, формируя оптимизированное бимодальное распределение γ' с минимальным межчастичным расстоянием λ . Одновременно рекристаллизация снижает остаточные дислокационные субструктуры, заменяя стохастическое дислокационное упрочнение ($\Delta\sigma_{disl} \propto \sqrt{\rho}$) детерминированным дисперсионным упрочнением ($\Delta\tau_{or} \propto 1/\lambda$, где λ задаётся параметрами старения). Режим ТО2 сохраняет часть наследуемой субструктуры и даёт иной баланс вкладов - с большей долей дислокационного упрочнения и менее оптимальным распределением γ' -фазы, при повышенных температурах термическая активация разрушает дислокационные барьеры быстрее, чем барьеры когерентных выделений.

Сопоставление ориентаций после термической обработки по режиму ТО1. Ориентация ХУ после ТО1 показывает несколько более высокие значения σ_B , чем XZ, в интервале 20–900 °С. Для полностью рекристаллизованного состояния с случайно распределённой текстурой

(раздел 3.2) это, на первый взгляд, неожиданно. Однако случайное распределение текстуры, зафиксированная на EBSD-картах, не отменяет остаточной морфологической анизотропии: пространственное распределение карбидов MC-типа, унаследованная от послойного синтеза полосчатость контраста и разная плотность пересекаемых зернограницных сегментов при нагружении вдоль и поперёк оси построения могут вносить ориентационно-зависимый вклад в сопротивление деформации. Важно, что этот прирост прочности по ХУ достигается ценой резкого падения пластичности (раздел 3.4.2), а это исключает ориентацию ХУ из числа оптимальных для эксплуатации при высоких температурах. Достигнутый уровень кратковременной прочности сплава ВЖС1 в оптимальном состоянии ХZ, ТО1 согласуется с общей закономерностью, установленной для синтезированных отечественных жаропрочных никелевых сплавов: материал, полученный методом селективного лазерного сплавления, по прочностным характеристикам выходит на верхнюю границу или превосходит паспортные значения литого аналога за счёт более дисперсной зёрненной структуры и дополнительных механизмов упрочнения, как это ранее показано для сплава ЭП648 [119]. Так, для сплава ЭП648 синтезированный материал в состоянии после селективного лазерного сплавления показал предел прочности $\sigma_b = 840$ МПа при условном пределе текучести $\sigma_{0,2} = 695$ МПа и относительном удлинении $\delta = 10,4$ %, а после полной термической обработки - $\sigma_b = 965$ МПа (прирост около 15 %), тогда как паспортные значения для литого аналога составляют $\sigma_b = 785-880$ МПа и $\sigma_{0,2} = 585-690$ МПа. Относительное удлинение синтезированного металла почти вдвое превышает уровень литого состояния (4–7 %), что обусловлено переходом от литой зёрненной структуры балла 1–2 к более дисперсной структуре балла 3–4 и дополнительным нитридным упрочнением при насыщении азотом до 0,027 % против 0,012 % в исходном порошке, а средняя объёмная доля пористости синтезированного материала не превышает 0,07 %.

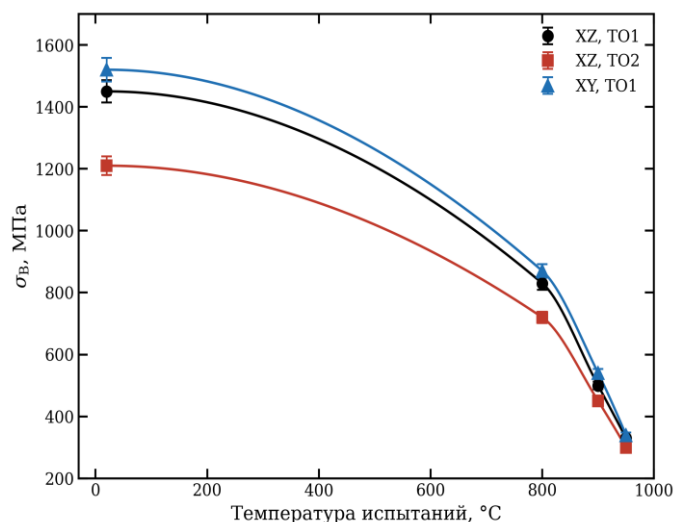


Рисунок 3.28 – Температурная зависимость предела прочности $\sigma_B(T)$ сплава ВЖС1 для различных режимов термической обработки и ориентаций построения.

Температурные зависимости условного предела текучести $\sigma_{0,2}(T)$ (рисунок 3.29) в целом воспроизводят закономерности, установленные для $\sigma_B(T)$: монотонное снижение с ростом температуры для всех состояний. Однако характер снижения $\sigma_{0,2}(T)$ содержит дополнительную информацию, поскольку предел текучести, в отличие от предела прочности, отражает напряжение начала макроскопического пластического течения и, следовательно, непосредственно связан с критическими сдвиговыми напряжениями для доминирующих систем скольжения.

Режим TO2 в ориентации XZ обеспечивает высокие значения $\sigma_{0,2}$ при комнатной температуре, что можно связать с суммарным вкладом дислокационного упрочнения (ρ не полностью релаксирована) и дисперсионного упрочнения γ' . Однако при 900–950 °С наблюдается более выраженное снижение $\sigma_{0,2}$ по сравнению с режимом TO1. Асимметрия температурного поведения интерпретируется следующим образом: при комнатной температуре оба механизма - дислокационный и дисперсионный - вносят аддитивный вклад, обеспечивая суммарно высокое $\sigma_{0,2}$, при повышенных температурах дислокационное упрочнение деградирует существенно быстрее, чем дисперсионное, вследствие термически активируемого переползания и аннигиляции дислокаций ($\rho(T) \propto \exp(-Q_{ann}/kT)$), тогда как когерентная

γ' -фаза держит барьерную функцию вплоть до температур частичного растворения ($T \approx 0,85 - 0,90 \cdot T_{solv}^{\gamma'}$). Поэтому состояние после ТО1, где доминирует дисперсионное упрочнение, а вклад дислокационной компоненты минимален, теряет $\sigma_{0,2}$ с ростом температуры плавнее и устойчивее - а это важно для эксплуатации при 800–950 °С.

Для ориентации ХУ после термической обработки по режиму ТО1 предел текучести остаётся несколько выше, чем в ХZ, во всём диапазоне температур, воспроизводя тенденцию, зафиксированную для σ_B . Данный текстурный вклад, однако, не может рассматриваться изолированно от характеристик пластичности.

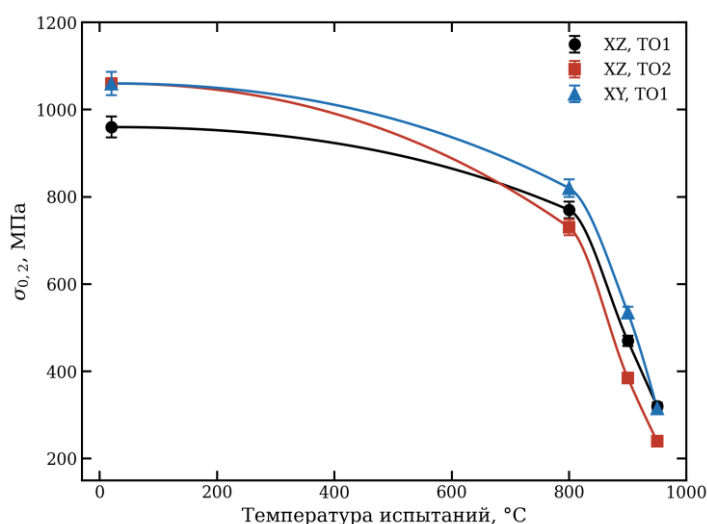


Рисунок 3.29 – Температурная зависимость условного предела текучести $\sigma_{0,2}(T)$ сплава ВЖС1 для различных режимов термической обработки и ориентаций построения

3.4.2 Температурные зависимости относительного удлинения

По результатам испытаний на растяжение образцов из синтезированного материала ВЖС1 были получены результаты, представленные в таблице 3.5.

Температурные зависимости относительного удлинения $\delta_5(T)$ (рисунок 3.30) и относительного сужения $\psi(T)$ (рисунок 3.31) являются наиболее информативными характеристиками с точки зрения эксплуатационной пригодности, поскольку пластичность определяет

способность материала перераспределять локальные концентрации напряжений, возникающие в реальных конструкциях при термомеханическом нагружении, без разрушения.

Таблица 3.5 – Температурная зависимость относительного удлинения δ_5 и относительного сужения ψ сплава ВЖС1

T, °C	$\delta_5, \%$			$\psi, \%$		
	XZ, TO2	XZ, TO1	XY, TO1	XZ, TO2	XZ, TO1	XY, TO1
20	3,3 ± 0,3	19,3 ± 1,5	12,7 ± 1,2	8,0 ± 0,8	29,0 ± 2,3	16,1 ± 1,5
800	2,0 ± 0,3	10,1 ± 0,9	2,0 ± 0,4	5,0 ± 0,6	13,3 ± 1,2	6,0 ± 0,7
900	7,5 ± 0,8	9,7 ± 0,9	1,2 ± 0,3	13,5 ± 1,3	11,3 ± 1,0	4,5 ± 0,6
950	15,2 ± 1,3	8,3 ± 0,9	2,9 ± 0,5	26,5 ± 2,0	10,3 ± 1,0	4,0 ± 0,5

Ориентация XZ, TO2. Здесь пластичность невысока в интервале 20–800 °C и затем растёт при 900–950 °C. Немонотонность $\delta_5(T)$ указывает на провал пластичности, который в жаропрочных никелевых сплавах связан с конкуренцией двух процессов. При промежуточных температурах (600–800 °C) зернограничное скольжение уже активно, но диффузионной аккомодации на границах ещё не хватает для релаксации локальных напряжений, и зарождаются межзёрненные микропоры и трещины. При более высоких температурах (900–950 °C) диффузионная подвижность растёт настолько, что аккомодация становится эффективной, и пластичность восстанавливается. В режиме TO2 провал выражен сильнее, что может быть связано с сохранением остаточной субструктуры и неоптимальным состоянием границ зёрен (недостаточное карбидное закрепление, отсутствие развитой сети двойниковых границ $\Sigma 3$).

Ориентация XZ, TO1. Здесь поведение качественно иное: высокая пластичность при комнатной температуре и устойчивый запас δ_5 в интервале рабочих температур 800–950 °C без выраженного провала. Такое сочетание прочности и пластичности обеспечивается структурными факторами, установленными в разделах 3.2–3.3. Во-первых, полная рекристаллизация формирует равноосные зёрна промежуточного размера (40–100 мкм), что балансирует зернограничное упрочнение по Холлу–Петчу и подавляет

интенсивное зернограничное скольжение, характерное для ультрамелкозернистых структур. Во-вторых, развивается сеть когерентных двойниковых границ $\Sigma 3$ ($\gamma_{\Sigma 3} \approx 0,03 \text{ Дж/м}^2 \ll \gamma_{GB} \approx 0,8 \text{ Дж/м}^2$), диффузионная проницаемость которых на два порядка ниже, чем у обычных высокоугловых границ, что затрудняет зернограничное проскальзывание и связанное с ним зарождение пор. В-третьих, границы зёрен закрепляются дискретными карбидами MC-типа, которые мешают миграции границ и образованию крупных зернограничных пустот. И наконец, случайное распределение текстуры снижает кристаллографически обусловленные концентраторы напряжений на тройных стыках.

Этот результат важен для выбора базового состояния: после ТО1 в ориентации XZ структура и прочна, и умеет перераспределять локальные напряжения, не сваливаясь рано в локализацию деформации. Как раз то, что нужно для длительной работы при повышенных температурах.

Ориентация XY, ТО1. Важный результат раздела - резкий провал пластичности в направлении XY при 800–900 °С: δ_5 падает до 1–2 %. Фактически стадии равномерного течения почти нет, материал разрушается в самом начале деформации. То же говорит и $\psi(T)$: в этом интервале она остаётся аномально низкой (рисунок 3.31).

Чтобы объяснить это охрупчивание, надо учесть, что зернограничные механизмы деформации зависят от ориентации нагружения. В направлении XY (перпендикулярно оси построения) ось растяжения пересекает максимум межслойных границ и горизонтальных сегментов зёренных границ, чьи нормали совпадают с направлением наибольшего нормального напряжения. Именно такие границы охотнее всего зарождают зернограничные поры и трещины - по механизму Халла–Римера (диффузионная кавитация) и Рачингера (зернограничное скольжение). В противоположность этому, при нагружении в направлении XZ ось растяжения параллельна преимущественной ориентации вертикальных зернограничных сегментов, что

минимизирует нормальную компоненту напряжения на границах и затрудняет раскрытие межзёренных пор.

Дополнительным фактором, усугубляющим охрупчивание направления ХУ, является остаточная пространственная неоднородность, наследуемая от послойного синтеза и показанная в разделах 3.2–3.3: полосы повышенного контраста вдоль оси Z, зоны укрупнённой γ' и области обогащённой карбидной фракции, проходящие горизонтально в плоскости ХУ, формируют систему ослабленных сечений, перпендикулярных оси нагружения в направлении ХУ. Совокупность ориентационного эффекта зернограничного скольжения и наследуемой полосчатой неоднородности объясняет резкий провал δ_5 при 800–900 °С и исключает направление ХУ из числа допустимых для эксплуатации при высоких температурах без дополнительных мер по оптимизации ориентации построения.

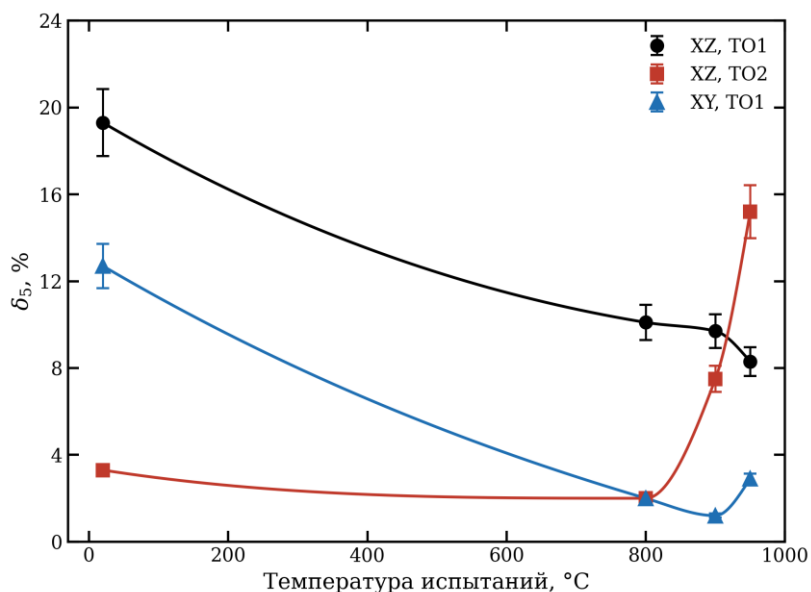


Рисунок 3.30 – Температурная зависимость относительного удлинения $\delta_5(T)$ сплава ВЖС1 для различных режимов термической обработки и ориентаций построения

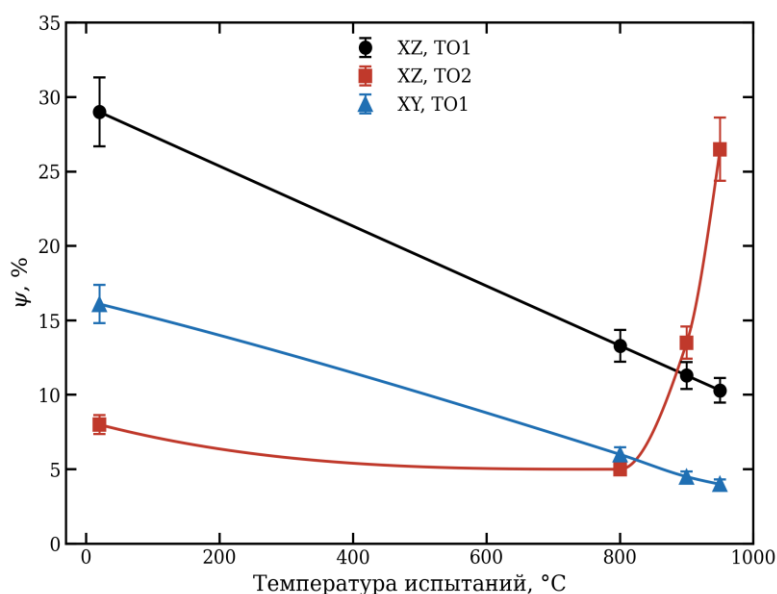


Рисунок 3.31 – Температурная зависимость относительного сужения $\psi(T)$ сплава ВЖС1 для различных режимов термической обработки и ориентаций построения

3.5 Кинетика ползучести, модели прочности и длительная прочность жаропрочного никелевого сплава ВЖС1

Результаты кратковременных механических испытаний (раздел 3.4) установили, что структурное состояние сплава ВЖС1 после полной термической обработки по режиму TO1 в ориентации XZ обеспечивает устойчивый баланс «прочность–пластичность» в интервале рабочих температур 800–950 °C, и обосновали выбор данного состояния в качестве базового для исследования длительных механических свойств. Однако кратковременные испытания, по определению, характеризуют отклик материала на монотонно возрастающую нагрузку при относительно малых временах воздействия (минуты–десятки минут), тогда как условия эксплуатации горячих элементов газотурбинных двигателей предполагают выдержку под постоянным напряжением при повышенных температурах в течение сотен и тысяч часов. В этих условиях определяющую роль приобретают иные деформационные и разрушительные механизмы - термически активируемое переползание дислокаций через когерентные выделения, диффузионно контролируемая кавитация на границах зёрен, коагуляционное укрупнение и направленная коалесценция (рафтинг) γ' -фазы,

- кинетика которых раскрывается исключительно в испытаниях на ползучесть и длительную прочность. Эти испытания составляют содержание настоящего раздела и замыкают финальное звено верификационной цепочки диссертации: «модель $E \rightarrow$ состав \rightarrow структура \rightarrow кратковременные свойства \rightarrow длительные свойства».

При переходе от кратковременного растяжения к ползучести меняется сама лимитирующая стадия деформации. На кратковременном растяжении сопротивление течению держат атермические (или слабо зависящие от температуры) барьеры - напряжение Орована Gb/λ , энергия антифазных границ γ/γ' , зернограничное упрочнение по Холлу–Петчу, - а скорость деформации диктует привод машины. При ползучести всё иначе: напряжение фиксировано и заведомо ниже предела текучести, а деформация идёт термически активируемо - переползанием дислокаций через поля когерентных напряжений γ/γ' -системы, со скоростью, которую задаёт диффузия. И тут количественные параметры γ' из разделов 3.2–3.3 входят в конститутивное уравнение не напрямую (как в $\Delta\tau_{Or}$ или $\Delta\tau_{cut}$), а косвенно - через эффективную энергию активации Q , интегральную меру всего барьерного сопротивления микроструктуры термически активируемому движению дислокаций.

Для двухфазных γ/γ' -систем с высокой долей когерентных выделений ($f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$) показатель степени по напряжению обычно лежит в диапазоне $n \approx 4\text{--}8$. Энергия активации ползучести Q при этом выше энергии объёмной самодиффузии никеля $Q_{Ni} \approx 284$ кДж/моль на величину ΔQ - это и есть дополнительный термический барьер при переползании дислокаций через упругие поля когерентных выделений. Соотношение $\Delta Q = Q - Q_{Ni}$ показывает, насколько эффективна барьерная функция γ/γ' -структуры: чем больше ΔQ , тем резче падает ползучесть при снижении температуры ниже рабочего интервала - а значит, тем больше запас ресурса. У промышленных литых сплавов с $f_{\gamma'} \sim 40\%$ (IN738LC) Q обычно 550–600 кДж/моль, то есть $\Delta Q \approx 270\text{--}320$ кДж/моль. У синтезированных никелевых сплавов литература

раз за разом отмечает дефицит жаропрочности относительно литья [58, 115], вот и проверим, способен ли ВЖС1 выйти на ΔQ литого уровня - это одна из главных задач раздела.

Раздел построен по нарастанию масштаба анализа: от кинетики деформации (3.5.1 - изотермическая ползучесть, определение конститутивных параметров n и Q , поиск доминирующего механизма) к кинетике разрушения (3.5.2 - длительная прочность, параметризация Ларсона–Миллера, сравнение с промышленными аналогами). За этим стоят два взаимодополняющих аспекта высокотемпературной деформации: $\dot{\epsilon}_{min}$ - скорость стационарного накопления деформации при данных T и σ , а τ - момент, когда запас накопления дефектов исчерпан и наступает разрушение. Связывает их корреляция Монкмана–Гранта ($\dot{\epsilon}_{min} \cdot \tau^m = C_{MG}$), которая замыкает кинетическую модель и согласует результаты обоих подразделов [149].

3.5.1 Кинетика ползучести и модели прочности жаропрочного никелевого сплава ВЖС1

Изотермическую ползучесть ВЖС1 в направлении XZ после полной ТО (режим ТО1) испытывали при трёх температурах - 850, 900 и 950 °С - и постоянных напряжениях от 209 до 497 МПа. Температурный интервал перекрывает рабочую область газотурбинных компонентов и даёт достаточный размах обратных температур ($1/T$), чтобы корректно определить энергию активации по Аррениусу. Напряжения подобраны так, чтобы при каждой температуре за определённое время вышел устойчивый стационарный режим (стадия II).

Особенностью проведённой серии экспериментов является режим прерванной ползучести: ни один образец не доводился до разрушения. Задача экспериментов - определение кинетических параметров стационарной ползучести (минимальной скорости деформации $\dot{\epsilon}_{min}$, показателя степени по напряжению n и энергии активации Q), а без определения ресурса τ

(рассматривается в разделе 3.5.2). Исключение стадии III (ускоренной ползучести) и разрушения устраняет влияние процессов накопления дефектов - кавитации, зарождения и роста микротрещин - на определяемые параметры, что позволяет отнести их к стационарному дислокационному механизму деформации.

На рисунке 3.32 (а–в) представлены кривые изотермической ползучести $\varepsilon(t)$ для всех исследованных комбинаций $T - \sigma$. Совокупность кривых демонстрирует классическую кинетику, характерную для поликристаллических жаропрочных никелевых сплавов с высокой объёмной долей γ' -фазы: отчётливо выраженная стадия I (первичная, нестационарная ползучесть) с монотонно убывающей скоростью деформации, переходящая в стадию II (вторичная, квазистационарная ползучесть) с практически постоянной скоростью. Протяжённая линейная область на кривых $\varepsilon(t)$ подтверждает, что в исследованных условиях реализуется стационарный режим, в котором скорость генерации подвижных дислокаций уравновешена скоростью их иммобилизации на когерентных выделениях γ' и аннигиляции посредством переползания.

Стадия II соответствует динамическому равновесию между двумя процессами: (а) генерацией подвижных дислокаций источниками Франка–Рида, активируемыми приложенным напряжением $\sigma > \sigma_{Or}$ (где σ_{Or} - напряжение Орована), и (б) закреплением дислокаций на когерентных выделениях γ' и последующим их высвобождением посредством термически активируемого переползания с характерным временем $\tau_{climb} \propto \exp(Q_{eff}/kT)$, где Q_{eff} - эффективный барьер переползания через упругое поле когерентного выделения. Величина τ_{climb} является ограничивающей стадией и определяет макроскопически наблюдаемую $\dot{\varepsilon}_{min}$.

К моменту прекращения испытаний накопленная деформация составляла от долей до нескольких процентов - величины, достаточной для выхода на стационарный режим и определения $\dot{\varepsilon}_{min}$, но существенно ниже деформации разрушения.

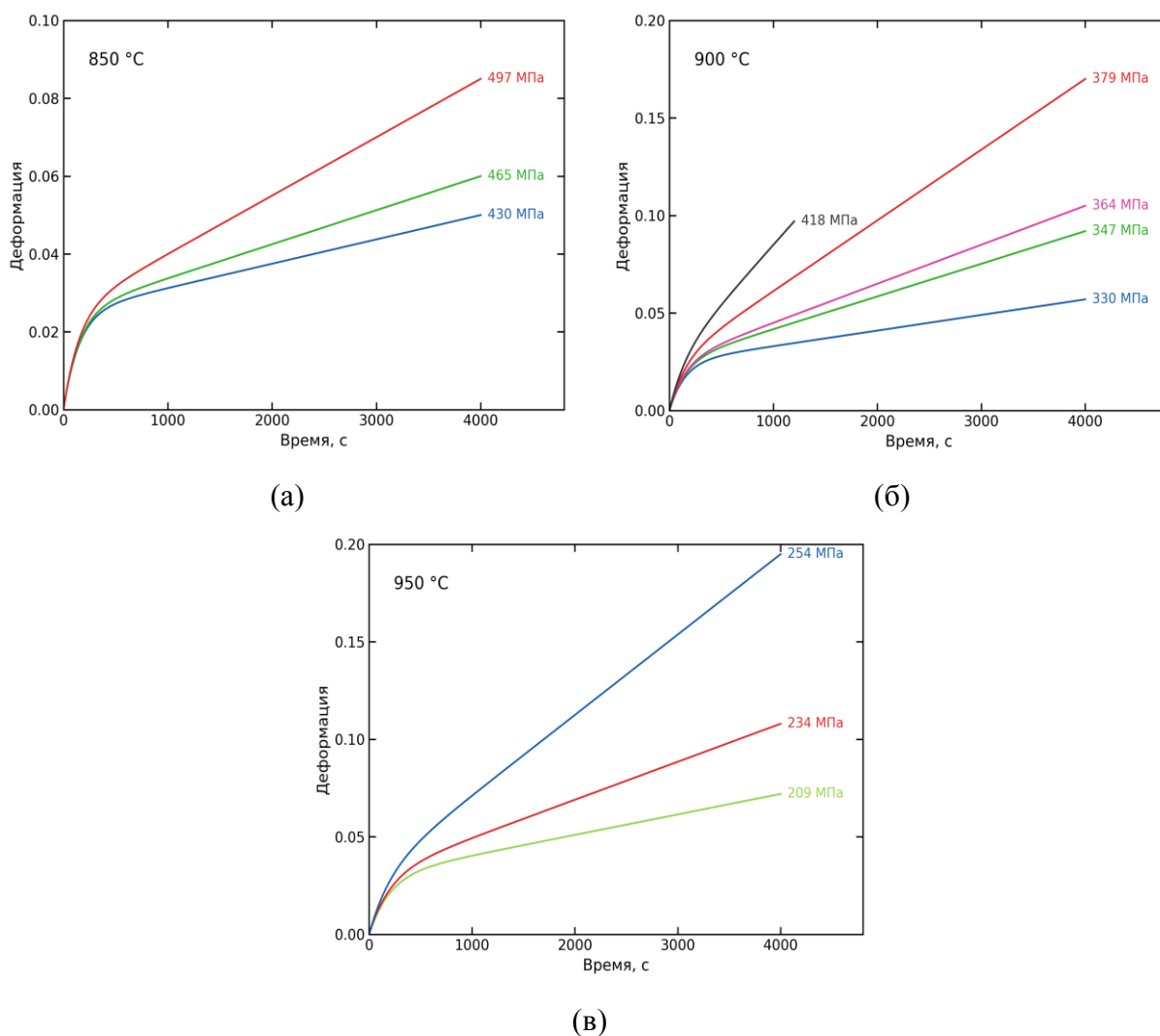


Рисунок 3.32 – Кривые изотермической ползучести при температурах 850 °C (а), 900 °C (б) и 950 °C (в) в координатах деформация-время для сплава ВЖС1

Для каждого испытания определена установившаяся (минимальная) скорость деформации $\dot{\epsilon}_{min}$, соответствующая стационарному участку кривой $\epsilon(t)$, линейной аппроксимацией методом наименьших квадратов области стадии II. Абсолютные значения $\dot{\epsilon}_{min}$ соответствуют уровню жаропрочных материалов с высоким сопротивлением стационарной ползучести: для сопоставимых условий $T - \sigma$ скорости деформации находятся в диапазоне, характерном для промышленных литых жаропрочных сплавов с $f_{\gamma'} \sim 40\%$.

Для идентификации зависимости $\dot{\epsilon}_{min}$ от напряжения экспериментальные данные представлены в логарифмических координатах $\ln \dot{\epsilon}_{min} - \ln \sigma$ при фиксированных температурах (рисунок 3.33 а–в). В рамках классической теории дислокационной ползучести зависимость минимальной

скорости деформации от напряжения при постоянной температуре описывается степенным законом Нортона:

$$\dot{\epsilon}_{min} = A \cdot \sigma^n \cdot \exp(-Q/RT)$$

где A - структурно-чувствительная предэкспоненциальная константа,

n - показатель степени по напряжению,

Q - кажущаяся энергия активации ползучести,

R - универсальная газовая постоянная,

T - абсолютная температура.

При фиксированной температуре данное выражение сводится к $\ln \dot{\epsilon}_{min} = const + n \cdot \ln \sigma$, и показатель n определяется как угловой коэффициент прямой в координатах $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$.

Линейная регрессия экспериментальных данных методом наименьших квадратов продемонстрировала высокую степень корреляции при всех трёх температурах ($R^2 > 0.95$), а угловые коэффициенты изотермических прямых оказались близки по величине, что является свидетельством единства деформационного механизма в исследованном температурном интервале. Среднее значение показателя степени составляет:

$$n \approx 6,24 \pm 0.3$$

Полученный результат интерпретируется в рамках классификации механизмов ползучести по величине n . Для чистых металлов и разбавленных твёрдых растворов, где стационарная ползучесть контролируется объёмной самодиффузией вакансий (ограничивающей скоростью переползания дислокаций), модели Вирртмана и Набарро–Херринга дают $n \approx 4-5$. Значения $n \approx 6-8$ характерны для ползучести в дисперсионно-упрочнённых системах,

где дислокации взаимодействуют с полями когерентных напряжений вокруг выделений и вынуждены преодолевать барьеры, геометрия и энергетика которых зависят от приложенного напряжения нелинейно. В рамках модели порогового напряжения повышенное значение n может быть интерпретировано как следствие существования порогового напряжения σ_0 , ниже которого макроскопическая ползучесть подавлена. В этом случае истинная зависимость скорости ползучести от эффективного напряжения имеет вид:

$$\dot{\epsilon}_{min} = A' \cdot (\sigma - \sigma^0)^{n'} \cdot \exp(-Q/RT)$$

где $n' \approx 4-5$ - «истинный» показатель степени, характерный для диффузионно-контролируемого переползания,

σ_0 - пороговое напряжение, определяемое напряжением Орована:

$$\sigma_0 \approx M \cdot (Gb / 2\pi\lambda) \cdot \ln(d / 2r_0)$$

где M - фактор Тейлора,

G - модуль сдвига,

b - вектор Бюргерса,

λ - межчастичное расстояние ($\sim 0,66$ мкм, раздел 3.2),

d - средний диаметр выделений,

r_0 - радиус ядра дислокации.

Экспериментально наблюдаемое $n \approx 6,24$ является кажущимся показателем, завышенным относительно истинного $n' \approx 4-5$ вследствие вклада порогового напряжения, и отражает барьерную функцию бимодальной когерентной γ/γ' -структуры сплава ВЖС1.

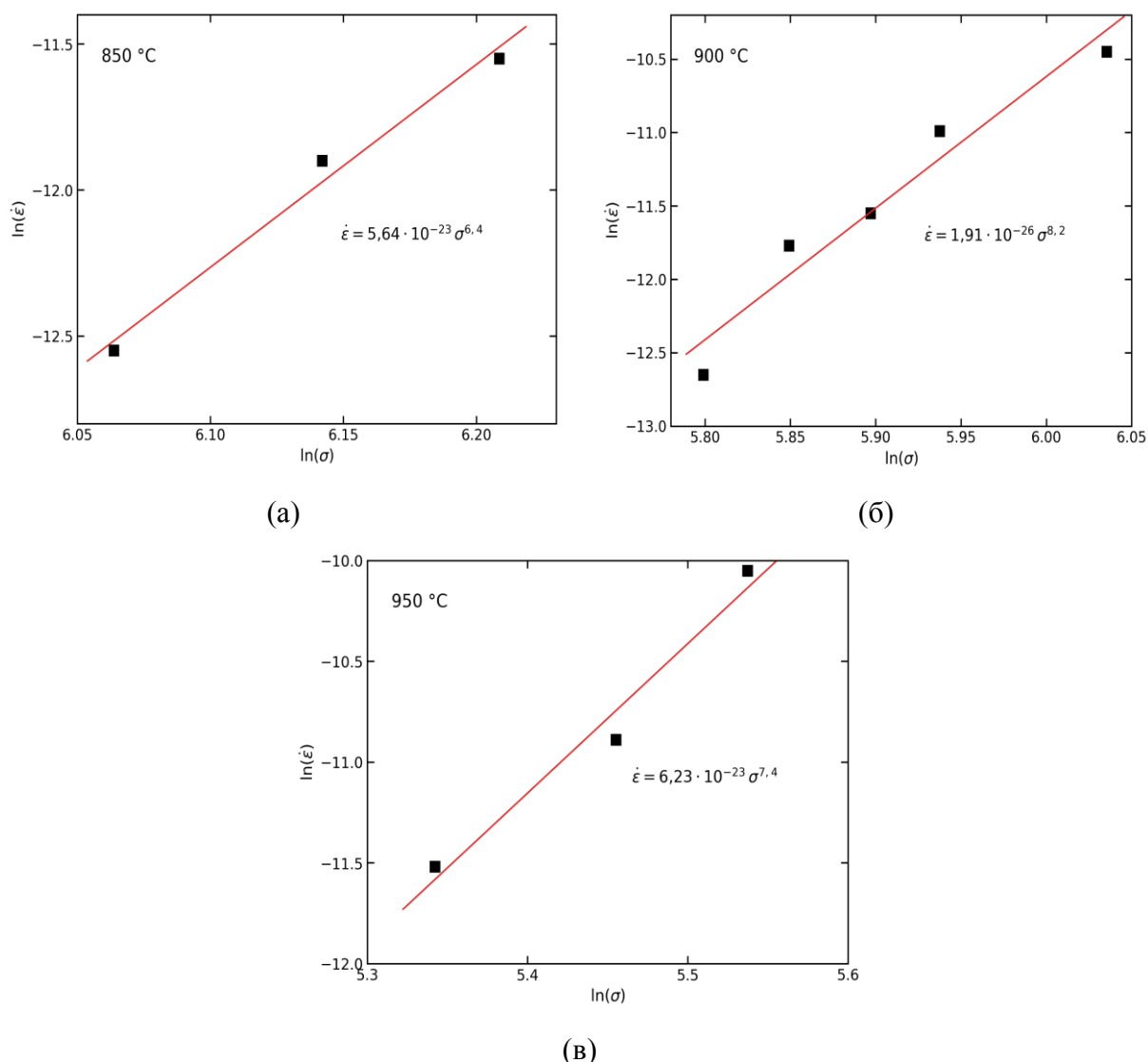


Рисунок 3.33 – Кривые изотермической ползучести при температурах 850 °С (а), 900 °С (б) и 950 °С (в) в логарифмических координатах скорости деформации - напряжение для сплава ВЖС1

Для определения кажущейся энергии активации ползучести Q , характеризующей температурную зависимость $\dot{\epsilon}_{min}$ при фиксированном напряжении, применены два взаимодополняющих подхода, обеспечивающих взаимную верификацию результата.

Первый подход - изонапряжённая интерполяция. Для каждой пары температур (850–900, 900–950, 850–950 °С) по аппроксимационным зависимостям $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ определялись значения $\dot{\epsilon}_{min}$ при фиксированном уровне напряжения (общем для обеих температур). Далее строилась зависимость $\ln \dot{\epsilon}_{min}$ от $1/T$ при $\sigma = const$, наклон которой по уравнению

Аррениуса равен $-Q/R$, откуда непосредственно рассчитывалась Q . Данный подход даёт частные значения Q для каждой пары температур и позволяет оценить их постоянство (или температурную зависимость) в исследованном интервале.

Второй подход - глобальная многопараметрическая аппроксимация. Вся совокупность экспериментальных данных (рисунок 3.34) аппроксимировалась линейризованной формой уравнения Нортона:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \cdot \ln \sigma - Q/(R \cdot T)$$

при одновременной оптимизации параметров A, n и Q методом наименьших квадратов. Данный подход использует полный статистический массив данных и минимизирует влияние случайных отклонений отдельных измерений.

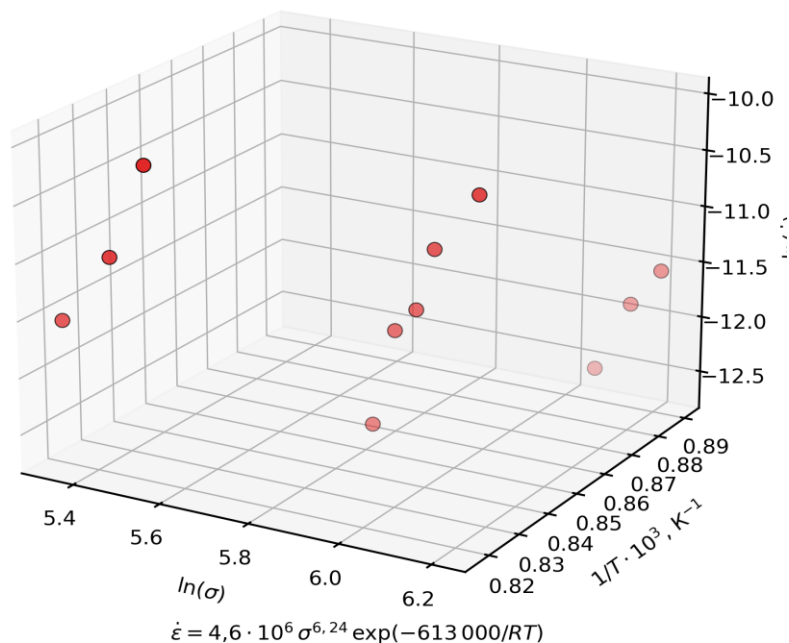


Рисунок 3.34 – Минимальная скорость изотермической ползучести при температурах 850–950 °С: глобальная аппроксимация уравнением Нортона в координатах $\ln(\dot{\epsilon}) - \ln(\sigma) - 1/T$ для сплава ВЖС1

Оба подхода дали согласующиеся результаты. По данным аппроксимации получена кажущаяся энергия активации ползучести:

$$Q \approx 613 \pm 15 \text{ кДж/моль}$$

Частные оценки по изонапряжённой интерполяции находятся в диапазоне 600–620 кДж/моль, подтверждая постоянство Q в интервале 850–950 °С и, тем самым, неизменность доминирующего механизма деформации при изменении температуры в данных пределах.

По результатам совместной оптимизации параметров A , n и Q конститутивное уравнение, описывающее минимальную скорость изотермической ползучести сплава ВЖС1 (XZ, TO1) в исследованном интервале температур 850–950 °С и напряжений 209–497 МПа, имеет следующий вид:

$$\dot{\epsilon}_{min} = 4.6 \times 10^6 \cdot \sigma^{6,24} \cdot \exp(-613\,000 / R \cdot T) [\text{с}^{-1}]$$

Предэкспоненциальный множитель $A = 4,6 \times 10^6$ является структурно-чувствительной константой, интегрирующей влияние параметров γ/γ' -микроструктуры ($f_{\gamma'}, \lambda, d, \gamma_{APB}$), зёрненного строения и карбидной составляющей на макроскопическую кинетику ползучести.

Адекватность конститутивного уравнения верифицирована сопоставлением расчётных и экспериментальных значений $\dot{\epsilon}_{min}$: среднее квадратическое относительное отклонение не превышает 10–15 % для всех исследованных комбинаций $T - \sigma$, что подтверждает корректность степенно-экспоненциальной модели Нортона для описания стационарной ползучести сплава ВЖС1 в данном интервале условий.

Для выделения роли диффузионных процессов и верификации единства механизма ползучести в исследованном температурном интервале

минимальные скорости деформации были нормированы на коэффициент объёмной самодиффузии никеля в ГЦК-решётке:

$$D_{Ni} = D_0 \cdot \exp(-Q_{Ni} / R \cdot T)$$

где $D_0 = 1.9 \times 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$ - предэкспоненциальный множитель,

$Q_{Ni} = 284 \text{ кДж/моль}$ - энергия активации самодиффузии никеля [30].

Если ползучесть правит объёмная самодиффузия - как в чистых металлах, - то $\dot{\epsilon}/D_{Ni}$ зависит только от σ , но не от T . А если верх берёт барьерный механизм с $Q > Q_{Ni}$, у нормированной скорости $\dot{\epsilon}/D_{Ni}$ остаётся температурный «хвост» вида $\exp(-\Delta Q / R \cdot T)$. Здесь $\Delta Q = Q - Q_{Ni} \approx 329 \text{ кДж/моль}$ - та самая избыточная энергия активации, что отвечает за дополнительный барьер от когерентной γ/γ' -структуры. По сути, ΔQ прямо измеряет, насколько эффективно дисперсионное упрочнение работает при ползучести.

На рисунке 3.35 экспериментальные значения $\dot{\epsilon}_{min}/D_{Ni}$, рассчитанные для всех проведённых испытаний, представлены в координатах $\log(\dot{\epsilon}/D_{Ni}) - \log \sigma$. Точки для трёх температур группируются вблизи единой степенной зависимости с наклоном $n \approx 6,2$, однако сохраняют расслоение по температуре - низкотемпературные данные ($850 \text{ }^\circ\text{C}$) расположены ниже высокотемпературных ($950 \text{ }^\circ\text{C}$), - что непосредственно визуализирует вклад избыточного барьера $\Delta Q \approx 329 \text{ кДж/моль}$. Данное расслоение количественно согласуется с расчётным значением $\exp(-\Delta Q/R \cdot T)$ при переходе от 850 к $950 \text{ }^\circ\text{C}$ и является экспериментальным подтверждением того, что ползучесть сплава ВЖС1 контролируется не простым диффузионным переползанием, а барьерным механизмом с участием когерентных выделений γ' -фазы.

После нормирования на D_{Ni} расслоение кривых остаётся умеренным (в пределах порядка по $\dot{\epsilon}/D_{Ni}$ при переходе от 850 к $950 \text{ }^\circ\text{C}$), а наклон степенной зависимости один и тот же на всех температурах. Значит, в интервале

850–950 °С доминирует единый механизм деформации - дислокационное переползание, ограниченное взаимодействием с когерентной γ/γ' -структурой. Отсюда и право применять конститутивное уравнение (раздел 3.5.1.4) для интерполяции внутри этого интервала.

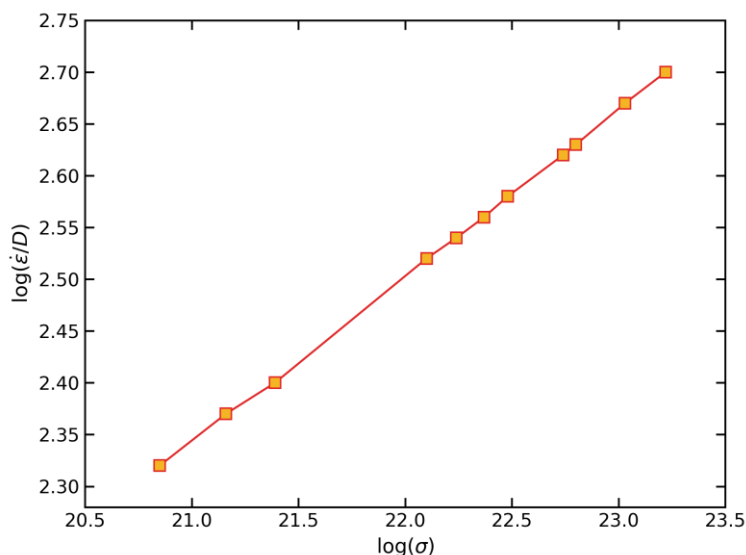


Рисунок 3.35 – Минимальная скорость ползучести, нормированная по коэффициенту диффузии, в зависимости от напряжения

Полученные конститутивные параметры - $n \approx 6,24$, $Q \approx 613$ кДж/моль - стоит теперь разобрать в рамках теории ползучести дисперсионно-упрочнённых систем и сравнить с литературными данными по промышленным никелевым жаропрочным сплавам.

Естественной точкой отсчёта для Q ползучести служит энергия активации объёмной самодиффузии никеля $Q_{Ni} \approx 284$ кДж/моль [30]. В чистых металлах и однофазных растворах, где стационарную ползучесть правит переползание дислокаций через генерацию и миграцию вакансий, экспериментальное Q обычно недалеко от Q_{Ni} . А вот превышение Q над Q_{Ni} - сплава ВЖС1 оно составляет $\Delta Q \approx 329$ кДж/моль, то есть более чем двукратное - количественно характеризует дополнительный энергетический барьер, который скользящая дислокация должна преодолеть при взаимодействии с когерентными выделениями γ' -фазы. Этот барьер

складывается из: (а) необходимости переползания через протяжённые поля когерентных деформаций $\varepsilon_{coh} \propto \delta \cdot (r/R)^3$, генерируемые выделениями, (б) диффузионное растворение и повторное осаждение γ' -фазы в области переползания (эффект Фрида), (в) перестройку конфигурации антифазных границ при прохождении сверхдислокации через упорядоченный интерметаллид.

Для литого сплава IN738LC - наиболее релевантного объекта сравнения, с объёмной долей $\gamma' \sim 40\%$ и сопоставимой системой легирования - энергия активации ползучести составляет $Q \approx 590$ кДж/моль [28], что соответствует $\Delta Q \approx 306$ кДж/моль. Полученное для ВЖС1 значение $Q \approx 613$ кДж/моль превышает литературную величину для IN738LC примерно на 4 %, что указывает на сопоставимую или несколько более эффективную барьерную функцию γ/γ' -структуры ВЖС1. Этот результат неочевиден: в литературе фиксируется снижение сопротивления ползучести синтезированных жаропрочных сплавов по сравнению с литыми аналогами - Рикенбахер и соавт. [115] показали, что длительная прочность СЛС-версии IN738LC значительно уступает литому материалу, а Бриджес и соавт. [58] установили ~35%-ное снижение ресурса для СЛС-версии IN939. На фоне этих данных достижение $Q > Q_{IN738LC}$ для синтезированного сплава ВЖС1 свидетельствует об эффективности целенаправленного проектирования системы легирования под условия аддитивного производства.

У сплава IN718, который упрочняется метастабильными γ' и γ'' (Ni_3Nb , $D0_{22}$), энергия активации ползучести в интервале 800–900 °С равна $Q \approx 446–492$ кДж/моль [110–112]. Это заметно ниже, чем у ВЖС1 ($\Delta Q_{IN718} \approx 160–210$ кДж/моль против $\Delta Q_{ВЖС1} \approx 329$ кДж/моль), и разница отражает разную термодинамическую стабильность упрочняющих фаз: γ'' в IN718 при $T > 650$ °С претерпевает δ -трансформацию и постепенно разупрочняет материал, тогда как γ' в ВЖС1 сохраняет когерентность и барьерную функцию вплоть до 950 °С. Показательно и сравнение с γ -аналогом монокристаллического CMSX-4 - однофазным ГЦК твёрдым раствором без γ' :

у него $Q \approx 442$ кДж/моль [150], что отдельно выделяет вклад диффузии. Разность $Q_{ВЖС1} - Q_{СМСХ-4} \approx 171$ кДж/моль и есть тот дополнительный барьер, который даёт присутствие когерентных выделений γ' .

Значение $n \approx 6,24$ занимает промежуток между «диффузионным» диапазоном ($n \approx 4-5$, чистые металлы) и дисперсно-упрочнённым ($n \approx 8-12$). В модели порогового напряжения (раздел 3.5.1.2) оно сводится к истинному $n' \approx 4-5$ при пороге $\sigma_0 \approx 80-120$ МПа - а это согласуется с расчётным напряжением Орована из раздела 3.2 ($\lambda \approx 0,66$ мкм, $d_{eq} \approx 0,06-0,10$ мкм). Вместе n и Q указывают на один доминирующий механизм: дислокационное переползание, ограниченное термически активируемым преодолением когерентных барьеров γ/γ' -структуры (класс V по Шервуду, типичный для промышленных жаропрочных сплавов). Сводное сопоставление конститутивных параметров ползучести представлено в таблице 3.6.

Таблица 3.6 – Сравнительные параметры ползучести никелевых жаропрочных сплавов

Сплав	Состояние	$f_{\gamma'}$, %	Q , кДж/моль	n	Источник
ВЖС1	СЛС + полная ТО	35–40	613	6,24	наст. работа
IN738LC	литой	~40	590	4,7–10,1	[28]
IN718	деформ./литой	~15–20	446–492	4–8	[110–112]
СМСХ-4	монокристалл, без γ'	0	442	-	[150]
Ni (самодиффузия)	-	-	284	-	[30]

Таблица выстраивает иерархию барьерных вкладов: от чистой самодиффузии ($\Delta Q = 0$) через однофазные растворы ($\Delta Q \approx 158$ кДж/моль) и системы с нестабильными упрочняющими фазами ($\Delta Q \approx 162-208$ кДж/моль) к системам с высокой долей термодинамически стабильной когерентной γ' -фазы ($\Delta Q \approx 306-329$ кДж/моль). ВЖС1 стоит на верхней ступени этой иерархии - прямое следствие направленного проектирования легирования (модель E, раздел 3.1) и оптимизированного режима ТО1, которые и дали

когерентную бимодальную γ/γ' -структуру с минимизированным параметром мисфита $|\delta|$ и высокой объемной долей $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$.

3.5.2 Модель длительной прочности жаропрочного никелевого сплава ВЖС1

В разделе 3.5.1 по прерванным изотермическим испытаниям (образцы не доводили до разрушения) были получены конститутивные параметры стационарной ползучести ВЖС1 - показатель степени $n \approx 6,24$ и кажущаяся энергия активации $Q \approx 613$ кДж/моль. Они описывают скорость накопления деформации при заданных T и σ , но о ресурсе - времени τ , за которое накопление дефектов (кавитация, зарождение и рост микротрещин, коалесценция пор) доводит до макроразрушения, - не говорят ничего. Этот раздел как раз о переходе от кинетики деформации к кинетике разрушения.

Длительная прочность и стационарная ползучесть представляют собой две взаимодополняющие проекции единого деформационно-разрушительного процесса. Их связь формализуется корреляцией Монкмана–Гранта:

$$\dot{\varepsilon}_{min}^m \cdot \tau = C_{MG}$$

где m - показатель, близкий к единице для многих поликристаллических жаропрочных сплавов,

C_{MG} - эмпирическая константа, физический смысл которой при $m = 1$ совпадает с критической деформацией разрушения ε_f .

Если $C_{MG} \approx const$ в исследованном диапазоне $T - \sigma$, это свидетельствует о неизменности механизма разрушения, если C_{MG} систематически зависит от условий нагружения - о смене доминирующего механизма или о влиянии третичной стадии ползучести на момент разрушения.

Параметры модели длительной прочности - показатель степени по напряжению n_τ и эффективная энергия активации разрушения Q_τ - не обязаны совпадать с конститутивными параметрами ползучести n и Q , поскольку в процесс разрушения вовлекаются дополнительные термически активируемые механизмы, не участвующие в стационарной деформации: диффузионная кавитация на границах зёрен (механизм Халла–Римера), зарождение пор на межфазных границах γ' /матрица и на карбидных частицах МС-типа, рост и коалесценция микропор, а также возможная эволюция γ' -фазы при длительных высокотемпературных выдержках (коагуляция, направленная коалесценция). Различие Q_τ и Q служит количественной мерой вклада процессов деформации.

3.5.2.1 Условия испытаний и структура экспериментального массива

Длительную прочность определяли при одноосном растяжении до разрушения, на фиксированных температурах 800 и 900 °С, в диапазоне напряжений, отвечающем рабочим условиям горячих элементов ГТД. Массив данных охватывает три структурных состояния:

- ХZ, ТО1: 800 °С ($\sigma = 500, 450, 410$ МПа) и 900 °С ($\sigma = 250, 200, 180$ МПа) с параллельными испытаниями на каждом уровне нагрузки и определением характеристик пластичности при разрушении (δ, Ψ),

- ХZ, ТО2: те же комбинации $T - \sigma$,

- ХУ, ТО1: те же комбинации $T - \sigma$, без определения δ и Ψ .

Из-за результатов раздела 3.4: это состояние держит оптимальный баланс «прочность–пластичность» в рабочем интервале. А серии параллельных испытаний (2–4 образца на каждом уровне $T - \sigma$) дают оценить стохастический разброс ресурса, идущий от локальной неоднородности γ/γ' -структуры, унаследованной от послойного синтеза (раздел 3.2).

3.5.2.2 Диаграммы напряжение-время до разрушения и оценка разброса результатов

На рисунке 3.36 (а, б) представлены диаграммы длительной прочности в логарифмических координатах $lg \sigma - lg \tau$ для температур 800 и 900 °С. Для каждой температуры экспериментальные точки аппроксимируются линейной зависимостью, что подтверждает применимость степенного закона $\tau = K_{\tau} \cdot \sigma^{-n_{\tau}}$ в исследованном диапазоне напряжений.

Экспериментальные данные для базового состояния XZ, TO1 систематизированы в таблице 3.7.

Таблица 3.7 – Результаты испытаний на длительную прочность сплава ВЖС1 (XZ, TO1)

T, °C	σ , МПа	$\bar{\tau}$, ч	Диапазон τ , ч	$CV(\tau)$, %	δ , %	Ψ , %
800	500	13.5	10–17	~26	3.63	5.25
800	450	39	30–46	~21	4.78	5.50
800	410	148	127–198	~24	3.05	5.00
900	250	10.25	9–11	~10	3.55	4.50
900	200	57	51–68	~15	6.63	8.50
900	180	110.75	104–124	~9	4.95	12.50

Коэффициент вариации $CV(\tau) = s(\tau)/\bar{\tau}$ лежит в пределах 9–26 % - обычный уровень рассеяния для поликристаллических жаропрочных сплавов. Природа разброса стохастическая: время до критического дефекта (межзёренной поры, микротрещины на карбиде) зависит от локальной конфигурации границ зёрен, расположения MC-карбидов и неоднородности γ' рядом с дефектом. К числу критических дефектов, инициирующих преждевременное разрушение синтезированного материала при высоких температурах, относятся и неметаллические включения: для металломатричных композитов на основе сплава ВЖ159, синтезированных методом селективного лазерного сплавления, установлено, что частицы на основе оксидов иттрия и алюминия нарушают сплошность матрицы, формируют концентраторы напряжений и поры и служат очагами ускоренного разрушения при испытаниях на длительную прочность при 1000 °С [38]. В

указанной работе в матрицу сплава ВЖ159 механическим легированием вводили 2,5 % (по массе) наночастиц оксида иттрия Y_2O_3 размером 20–50 нм, которые после синтеза и горячего изостатического прессования коагулировали в частицы размером 1–2 мкм и области размером 40–60 мкм, а также формировали кристаллы неправильной формы длиной 30–200 мкм алюмоиттриевого граната $Y_3Al_5O_{12}$, термически стабильного до 1000 °С. Испытания на длительную прочность при 1000 °С и напряжении 25 МПа дали время до разрушения всего 40 и 46 ч против базовых 100 ч для материала без упрочняющих оксидов при том же режиме испытаний, то есть присутствие неметаллических включений сокращало долговечность более чем вдвое, что прямо подтверждает их роль как концентраторов напряжений и очагов зарождения пор. Унаследованная от послойного синтеза полосчатая неоднородность (раздел 3.2) пространственно модулирует эти параметры - отсюда выраженный, но не аномальный разброс τ .

Разброс растёт вместе с ресурсом ($CV \approx 9-10$ % при $\tau \sim 10-11$ ч, $CV \approx 24-26$ % при $\tau \sim 13-148$ ч). Это укладывается в представление о накопительном влиянии структурной неоднородности: при коротких ресурсах (высокие σ) разрушение определяет в основном макроскопический уровень напряжения, а при длинных (низкие σ) всё больше весят локальные стохастические факторы.

Анизотропия ресурса. Чтобы количественно оценить, как ориентация построения и режим ТО влияют на ресурс, ввели коэффициент анизотропии $K = \tau_1/\tau_2$ - его считали для пар состояний при одинаковых комбинациях $T - \sigma$:

$$\text{- 800 °С, 410 МПа: } K_{XZ\text{-режим}\frac{TO1}{XY}\text{-режим } TO1} \approx 148/61 \approx 2.4 \text{ - выраженное}$$

преимущество направления XZ,

$$\text{- 900 °С, 250 МПа: } K_{XZ\text{-режим}\frac{TO1}{XY}\text{-режим } TO1} \approx 10.25/5 \approx 2.1 \text{ - аналогичное}$$

преимущество XZ,

$$\text{- 900 °С, 200 МПа: } K_{XZ\text{-режим}\frac{TO1}{XY}\text{-режим } TO1} \approx 57/69 \approx 0.83 \text{ - инверсия:}$$

незначительное преимущество XY.

Инверсия анизотропии при 900 °С и 200 МПа представляет самостоятельный физический интерес. При высоких температурах и низких напряжениях ($T/T_m > 0,65$, $\sigma/\sigma_{0,2} < 0.3$) интенсивность зернограничного скольжения возрастает и может стать сопоставимой с внутризёрненной деформацией. В этих условиях преимущество направления XZ, обусловленное пониженной плотностью горизонтальных зернограничных сегментов, ослабевает, поскольку зернограничные процессы активируются на всех типах границ - как горизонтальных, так и вертикальных. Одновременно случайное распределение текстуры после рекристаллизации (раздел 3.2) минимизирует ориентационную компоненту анизотропии, и при длительных выдержках определяющим фактором становится локальная конфигурация структуры в окрестности первого критического дефекта.

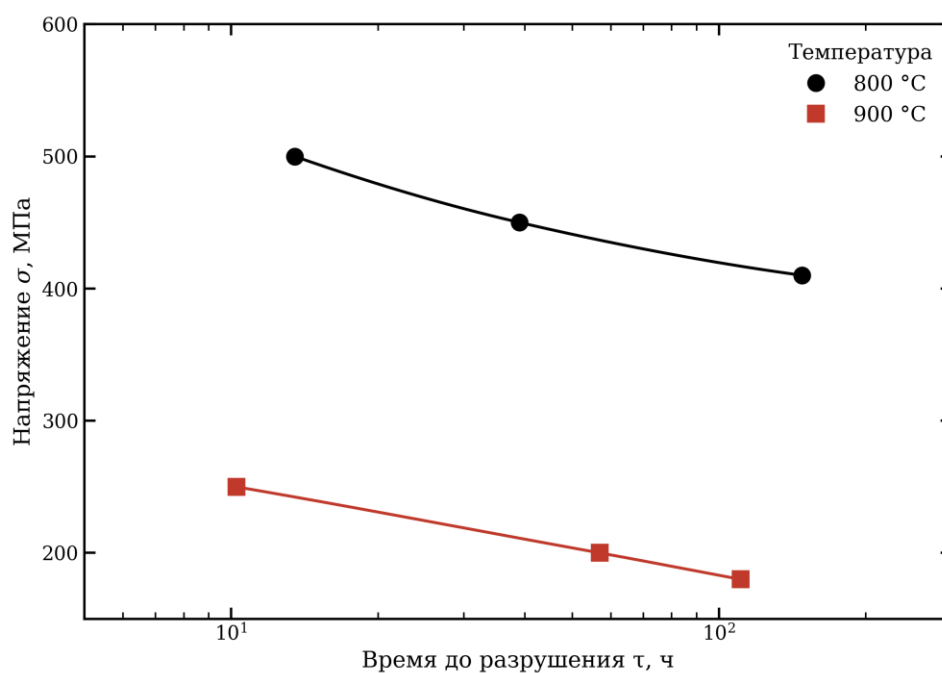


Рисунок 3.36 – Диаграммы длительной прочности сплава ВЖС1 в координатах напряжение–время до разрушения при температурах 800 и 900 °С

3.5.2.3 Связь длительной прочности с параметрами ползучести

Для установления количественной связи между параметрами стационарной ползучести (раздел 3.5.1) и ресурсом экспериментальные

данные проанализированы в рамках корреляции Монкмана–Гранта. Произведение $\dot{\epsilon}_{min} \cdot \tau$ оценено для каждой комбинации $T - \sigma$, для которой доступны как прерванные испытания на ползучесть ($\dot{\epsilon}_{min}$), так и испытания до разрушения (τ). Значения $\dot{\epsilon}_{min}$ при соответствующих $T - \sigma$ определены по конститутивному уравнению (раздел 3.5.1.4).

Расчёт показывает, что произведение $C_{MG} = \dot{\epsilon}_{min} \cdot \tau$ находится в интервале 0,02–0,06, что согласуется с типичными значениями C_{MG} для поликристаллических никелевых жаропрочных сплавов с $f_{\gamma'} \sim 30\text{--}45\%$ (литературный диапазон $C_{MG} \approx 0,01\text{--}0,10$ [83, 86, 151]). Физический смысл $C_{MG} \approx 0,02\text{--}0,06$ состоит в том, что критическая деформация, накапливаемая к моменту разрушения при установившейся скорости $\dot{\epsilon}_{min}$, составляет 2–6 % - величину, хорошо согласующуюся с экспериментально измеренными значениями δ при разрушении (таблица 3.7). Совпадение подтверждает непротиворечивость результатов разделов 3.5.1 и 3.5.2 и свидетельствует о том, что в исследованных условиях длительная прочность контролируется тем же стационарным дислокационным механизмом, который определяет кинетику ползучести, а вклад ускоренной третичной стадии в полную деформацию разрушения остаётся ограниченным.

Умеренный разброс C_{MG} (множитель ~ 3) объясняется тем, что доли деформации на стадиях I и III меняются с $T - \sigma$. При высоких напряжениях ($\sigma = 500$ МПа, 800 °С) основная деформация идёт на стадии I (первичная ползучесть) - и эффективное C_{MG} растёт. При низких напряжениях и высоких температурах ($\sigma = 180$ МПа, 900 °С) преобладает стадия II, и C_{MG} подходит к δ .

3.5.2.4 Изотермические кривые длительной прочности и показатель чувствительности к напряжению

Чтобы количественно оценить, как напряжение влияет на ресурс при фиксированной температуре, данные аппроксимировали степенным законом $\tau = K_{\tau} \cdot \sigma^{-n_{\tau}}$, в логарифмах $lg \tau = a - n_{\tau} \cdot lg \sigma$. Показатель n_{τ} говорит о

чувствительности долговечности к напряжению: чем он выше, тем круче падает ресурс с ростом нагрузки.

Таблица 3.8 – Изотермические показатели степени n_τ для длительной прочности

Состояние	800 °С	900 °С
XZ, TO1	12,04	7,31
XZ, TO2	15,94	8,50
XУ, TO1	8,15	9,68

Полученные n_τ заметно выше показателя ползучести $n \approx 6,24$ - и это ожидаемо. В отличие от минимальной скорости $\dot{\epsilon}_{min}$, время до разрушения τ зависит не только от скорости стационарной деформации, но и от кинетики накопления и роста дефектов. Они-то и добавляют ещё одну степенную зависимость от напряжения, поднимая эффективный n_τ .

Температурный ход n_τ для XZ, TO1 - падение с 12,04 при 800 °С до 7,31 при 900 °С - объясним в модели порогового напряжения. При 800 °С рабочие напряжения (410–500 МПа) ближе к порогу σ_0 (оценка $\sigma_0 \approx 100$ –150 МПа по напряжению Орована), и из-за нелинейности $\tau(\sigma - \sigma_0)$ кажущийся n_τ завышен. При 900 °С напряжения ниже (180–250 МПа), но и σ_0 падает - мелкая фракция γ' частично растворяется, λ растёт, соотношение σ/σ_0 выравнивается, и кажущийся n_τ подбирается к «истинному».

Аномально высокий $n_\tau \approx 15,94$ для XZ, TO2 при 800 °С говорит о том, что это состояние особенно чувствительно к уровню нагрузки. Режим TO2 не доводит рекристаллизацию до конца и не даёт оптимального распределения γ' - барьеры для ползучести получаются менее однородными. На высоких напряжениях пороговый эффект слабеет, $\dot{\epsilon}_{min}$ растёт непропорционально быстро, и τ резко проседает. Всё это лишний раз подтверждает преимущество TO1 - и по абсолютному ресурсу, и по устойчивости к колебаниям нагрузки.

А в направлении XУ зависимость обратная: n_τ растёт с 8,15 при 800 °С до 9,68 при 900 °С. Это укладывается в картину, где при 900 °С добавляется зернограничное скольжение как ещё один механизм деформации.

Горизонтальные сегменты границ, перпендикулярные оси нагружения в ХУ, с ростом температуры всё активнее питают кавитацию - и ресурс становится чувствительнее к напряжению.

3.5.2.5 Обобщённая модель длительной прочности

Для описания совместной зависимости ресурса от температуры и напряжения экспериментальные данные аппроксимированы обобщённой моделью:

$$\tau = A_0 \cdot \sigma^{-n_\tau} \cdot \exp(Q_\tau / R \cdot T)$$

линеаризованная форма которой:

$$\lg \tau = A - n_\tau \cdot \lg \sigma + (Q_\tau / 2.303 \cdot R) \cdot (1/T)$$

позволяет определить параметры A , n_τ и Q_τ линейной регрессией по переменным $\lg \sigma$ и $1/T$. Идентификация выполнена отдельно для каждого структурного состояния на совокупности данных при 800 и 900 °С.

Таблица 3.9 – Параметры обобщённой модели длительной прочности

Состояние	n_τ	Q_τ , кДж/моль	$Q_\tau/Q_{\text{ползуч}}$	$\lg A$
XZ, TO1	8,54	699	1,14	-9,71
XZ, TO2	10,43	824	1,34	-11,17
ХУ, TO1	9,28	727	1,19	-9,32

Эффективные энергии активации разрушения Q_τ систематически выше энергии активации стационарной ползучести $Q \approx 613$ кДж/моль - превышение от 14 % (XZ, TO1) до 34 % (XZ, TO2). Смысл различия такой. Q отвечает за барьер стационарному движению дислокаций - переползанию через когерентные γ' - и процессы деформации в неё не входят.

Q_τ – суперпозиция:

$$Q_\tau = Q + \Delta Q_{damage}$$

где ΔQ_{damage} - эффективная энергия активации процессов накопления дефектов.

Для XZ, TO1 $\Delta Q_{damage} \approx 86$ кДж/моль, что соответствует порядку величины энергии активации зернограничной диффузии в никеле ($Q_{GB} \approx 115$ кДж/моль [30]) - результат, согласующийся с диффузионной кавитацией как ограничивающей стадией разрушения. Аномально высокое значение $Q_\tau \approx 824$ кДж/моль для XZ, TO2 ($\Delta Q_{damage} \approx 211$ кДж/моль) может отражать вклад дополнительных процессов - эволюции карбидной фракции и перераспределения γ' при длительных выдержках в неоптимально обработанном состоянии.

Оценки Q_τ опираются всего на две температурные точки (800 и 900 °C), так что статистическая надёжность у них ограниченная. Это параметры инженерной модели, годной для интерполяции в пределах 800–900 °C, при расширении диапазона их надо проверять заново.

Характеристики пластичности при разрушении (XZ, TO1). Значения δ и Ψ (таблица 3.7) показывают закономерность: при 900 °C по мере снижения напряжения с 250 до 180 МПа относительное сужение Ψ растёт с 4,5 до 12,5 %, а относительное удлинение δ ведёт себя немонотонно (3,55 → 6,63 → 4,95 %). Рост Ψ при меньших σ объясним: доля диффузионно контролируемой пластики, накапливаемой в шейке при долгих выдержках, увеличивается. При низких напряжениях и высоких температурах ресурс выше ($\bar{t} = 110.75$ ч при 180 МПа против 10.25 ч при 250 МПа), стадия локализации длиннее, и сужение сечения больше. Немонотонность δ - это конкуренция двух факторов: с ростом времени растёт равномерная деформация, но при отдельных $T - \sigma$ локализация наступает рано.

3.5.2.6 Параметр Ларсона–Миллера и кривая длительной прочности

Чтобы свести данные с разных температур к единой обобщающей кривой, применён параметр Ларсона–Миллера в классической форме:

$$P = T \cdot (C + \lg \tau)$$

где T - абсолютная температура (К),

τ - время до разрушения (ч),

$C = 20$ - безразмерная константа, принятая для никелевых жаропрочных сплавов [31].

В координатах $\lg \sigma - P$ данные для каждого состояния аппроксимированы линейной регрессией $\lg \sigma = a \cdot P + b$ - это и есть диаграмма Ларсона–Миллера длительной прочности.

Линеаризованные зависимости $\lg \sigma - P$ построены для всех трёх исследованных состояний. То, что $\lg \sigma - P$ выходит линейной, подтверждает корректность параметризации Ларсона–Миллера и оправдывает её применение в инженерных расчётах допускаемых напряжений.

При добавлении данных ХУ наклон регрессионной прямой по порядку остаётся близким, а различаются состояния в основном уровнем напряжений - то есть вертикальным сдвигом в координатах $\log \sigma - P$. Это и есть изменение эффективной сопротивляемости разрушению при ползучести в зависимости от микроструктуры и анизотропии после синтеза.

Рассмотрим пример определения допускаемого напряжения для ХZ после ТО1 при $T = 900$ °С и требуемом ресурсе $\tau = 100$ ч. Переходим к абсолютной температуре $T_K = 900 + 273,15 = 1173,15$ К и вычисляем параметр:

$$P = 1173,15 (20 + \log_{10} 100) = 1173,15 (20 + 2) = 1173,15 \cdot 22 = 25809,3$$

Подставляя P в линейное уравнение диаграммы Ларсона–Миллера $\log_{10} \sigma = aP + b$ (коэффициенты определены регрессией по данным длительной прочности), получаем $\log_{10} \sigma \approx 2,2607$, откуда

$$\sigma \approx 10^{2,2607} \approx 182 \text{ МПа}$$

Физический смысл результата очевиден: требование $\tau \approx 100$ ч при 900 °С реализуется уровнем напряжений порядка 180 МПа, что согласуется с экспериментом для XZ после термической обработки по режиму ТО1 (при 180 МПа среднее время до разрушения $\approx 110,75$ ч, при 200 МПа ≈ 57 ч).

Для сопоставления сплава ВЖС1 с промышленными никелевыми жаропрочными сплавами экспериментальные данные длительной прочности для направления XZ после термической обработки по режиму ТО1 нанесены на обобщённую диаграмму Ларсона–Миллера (рисунок 3.37) совместно с данными для литых сплавов IN939 [152] и IN713LC [153] и синтезированных методом селективного лазерного сплавления сплавов ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС [118, 120–121]. Параметр Ларсона–Миллера рассчитывался по классической формуле $P = T \cdot (20 + \lg \tau)$ с константой $C = 20$, общепринятой для никелевых жаропрочных сплавов [31]. Экспериментальные точки для сплава ВЖС1 XZ после термической обработки по режиму ТО1 аппроксимированы линейной регрессией в координатах $\lg \sigma - P$, что позволяет экстраполировать кривую за пределы исследованного диапазона температур и напряжений.

Сопоставление показывает, что экспериментальные точки сплава ВЖС1 в направлении XZ после термической обработки по режиму ТО1 располагаются на уровне литых сплавов IN939 и IN713LC, представленных на диаграмме. Данный результат является принципиально значимым, поскольку в литературе неоднократно отмечалось, что длительная прочность синтезированных никелевых жаропрочных сплавов, как правило, существенно уступает их литым аналогам. В частности, Рикенбахер показал, что длительная прочность

синтезированного IN738LC остаётся значительно ниже, чем у традиционно литого материала, что связывалось с мелкозернистой структурой, выраженной текстурой и особенностями морфологии γ' -фазы [115]. Бриджес и соавт. установили, что длительная прочность синтезированного IN939 снижена примерно на 35 % по сравнению с литым материалом даже после рекристаллизационной термообработки, улучшающей зёрненную структуру [58]. Авторы связали это снижение, в том числе, с морфологией и размером карбидов MC, которые в синтезированном материале оказываются на один–два порядка мельче, чем в литых аналогах, что лишает материал механизма упрочнения за счёт закрепления границ зёрен крупными карбидными частицами.

На фоне этих данных положение кривой ВЖС1 XZ после термической обработки по режиму TO1 на уровне литых сплавов IN939 и IN713LC свидетельствует о том, что целенаправленное создание системы легирования сплава ВЖС1 под условия селективного лазерного сплавления в сочетании с оптимизированным режимом термической обработки TO1 позволяет преодолеть характерный для синтезированных жаропрочных сплавов низкие значения длительной прочности. Физической основой этого результата является формирование после полной ТО устойчивой двухфазной γ/γ' -структуры с объёмной долей упрочняющей фазы 35–40 %, бимодальным распределением выделений и когерентным характером межфазной границы γ/γ' , что было подтверждено данными ПЭМ (раздел 3.3).

Сопоставление с синтезированными методом селективного лазерного сплавления жаропрочными сплавами ещё рельефнее. Кривые синтезированных сплавов ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС [118, 120–121], представленные на диаграмме, располагаются заметно ниже как литых сплавов IN939 и IN713LC, так и кривой ВЖС1. Кривая ВЖС1 XZ после термической обработки по режиму TO1 лежит существенно выше данных для ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС [118, 120–121], что указывает на превосходство ВЖС1 над отечественными жаропрочными сплавами, осваиваемыми в технологии селективного лазерного сплавления, по критерию длительной прочности. Полученный результат согласуется с

известной из литературы тенденцией снижения длительной прочности синтезированных версий промышленных сплавов IN738LC [113–115] и IN939 [55, 58] относительно их литых аналогов.

Существенно, что сплав ВЖС1 удерживает высокий уровень допускаемых напряжений и при больших P – за счёт термодинамической стабильности γ' -фазы на основе $Ni_3(Al,Ti)$ и высокой энергией активации ползучести $Q \approx 613$ кДж/моль, установленной в разделе 3.5.1.

При этом экстраполяция диаграммы Ларсона–Миллера ВЖС1 за пределы экспериментального диапазона носит оценочный характер и основана на допущении о сохранении линейности зависимости $lg \sigma - P$ в расширенном интервале. Для верификации экстраполированных значений необходимы дополнительные испытания при температурах ниже 800 °С и выше 900 °С, а также при более длительных ресурсах.

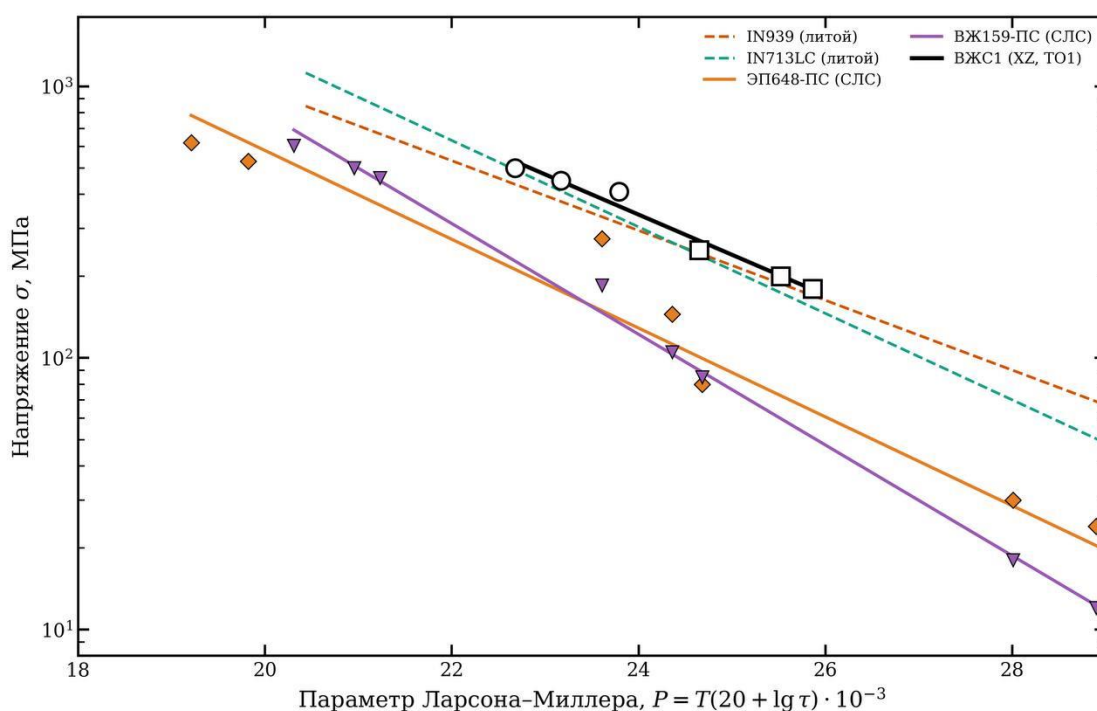


Рисунок 3.37 – Обобщённая диаграмма Ларсона–Миллера длительной прочности синтезированного сплава ВЖС1 (направление построения XZ, режим термической обработки ТО1) в сопоставлении с литыми сплавами IN939 [152] и IN713LC [153] и синтезированными методом СЛС сплавами ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС [118, 120–121], параметр Ларсона–Миллера $P = T \cdot (20 + \lg \tau) \cdot 10^{-3}$

Представленное сопоставление по параметру Ларсона–Миллера подтверждает, что сплав ВЖС1, изготовленный методом СЛС и прошедший полную термическую обработку по режиму ТО1 в направлении построения XZ, обладает длительной прочностью на уровне литых промышленных сплавов IN939 [152] и IN713LC [153] и превосходит синтезированные методом селективного лазерного сплавления сплавы ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС, что обосновывает его перспективность для применения в горячих элементах газотурбинных двигателей.

3.5.2.7 Изохронные кривые длительной прочности

Из диаграммы Ларсона–Миллера Ларсона–Миллера следует семейство изохронных зависимостей - допускаемого напряжения $\sigma_{\text{доп}}$ от температуры при фиксированных ресурсах $\tau = \text{const}$. Изохронные кривые построены для $\tau = 10, 100$ и 1000 ч (рисунок 3.38 а–в).

Изохронные кривые показывают, что состояние XZ-ТО1 держит самый высокий $\sigma_{\text{доп}}$ при всех исследованных ресурсах и температурах. Для базового ресурса $\tau = 100$ ч расчётные допускаемые напряжения таковы:

- при 800 °С: $\sigma_{\text{доп}}(\text{XZ}, \text{ТО1}) \approx 430\text{--}440$ МПа,
- при 900 °С: $\sigma_{\text{доп}}(\text{XZ}, \text{ТО1}) \approx 180\text{--}185$ МПа.

Эти величины сопоставимы с литературными для литого IN738LC ($\sigma_{\text{доп}}^{100} \approx 420\text{--}450$ МПа при 800 °С и $\sim 170\text{--}190$ МПа при 900 °С - данные [28, 115]) и заметно выше, чем у синтезированных версий IN738LC и IN939 (там просадка $\sim 25\text{--}35$ % по [58, 115]).

На ресурсе $\tau = 1000$ ч разрыв между состояниями только растёт: у XZ, ТО1 выше Q_{τ} , чем у XY, ТО1, и $\sigma_{\text{доп}}$ снижается с температурой плавня - а для долговременной эксплуатации это критично.

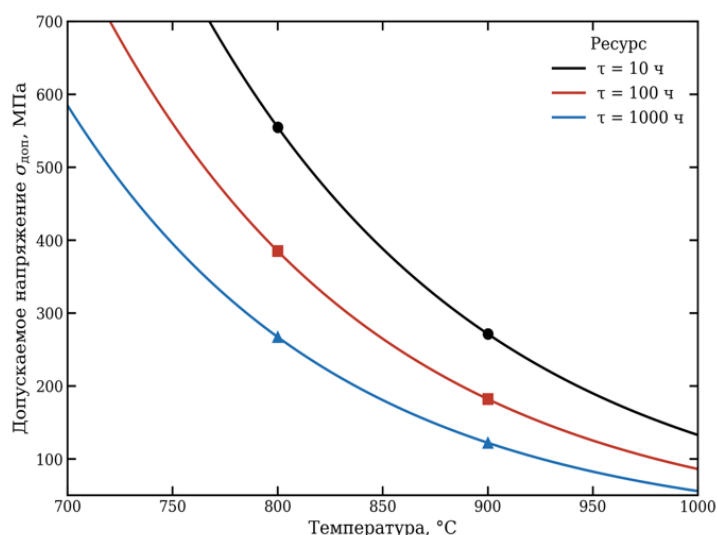


Рисунок 3.38 – Изохронные кривые длительной прочности для сплава ВЖС1 для ресурса 10, 100 и 1000 ч

3.6 Общие выводы к главе 3

1. Экспериментальная верификация модели трещиностойкости \mathcal{E} . Сразу после синтеза (i) ВЖС1 - это пересыщенный γ -твёрдый раствор: ячеисто-дендритная субструктура, высокая плотность дислокаций ($\rho_{GND} \sim 10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$ по ЛМ-картам), дискретные карбидно-интерметаллидные включения на межъячеечной сегрегационной сетке. А дисперсных когерентных выделений γ' -фазы, обычных для жаропрочных сплавов, здесь нет вовсе. Это и подтверждает главное предсказание модели \mathcal{E} (раздел 3.1): повышенное отношение Nb/Ti увеличивает кинетический параметр τ_n и тем самым подавляет выделение γ' -фазы при характерных для СЛС временах пребывания в интервале температур ниже $T_{sol}^{\gamma'}$, исключая растрескивание от деформационного старения и обеспечивая бездефектный синтез. На металлографических шлифах синтезированных образцов макротрещины не обнаружены.

2. Дисперсная упрочняющая фаза эволюционирует закономерно, в пять стадий. Проследивая морфологию γ' по стадиям (i)→(v), получаем такую кинетическую траекторию. (i) γ' нет - пересыщенный γ -раствор. (ii) при охлаждении после ГИП выделяется первичная дисперсная γ' , ещё несущая следы пространственной неоднородности от микросегрегации при СЛС. (iii)

на рекристаллизационном отжиге γ' растворяется, а при охлаждении выделяется снова - уже мелкодисперсной сеткой, дающей однородную базовую конфигурацию упрочняющей фазы. (iv) после первой ступени старения складывается целевая бимодальная γ/γ' -структура: высокая доля γ' (35–40 %), минимальное межчастичное расстояние $\lambda \approx 0,655$ мкм. (v) на второй ступени идёт диффузионная перестройка и укрупнение γ' (\bar{d}_{eq} растёт с 0.061 до 0,102 мкм) при сохранении высокой плотности выделений $N_A \approx 2,18$ мкм⁻² - это и есть переход к термодинамически более устойчивой γ/γ' -структуре.

3. Количественные параметры γ' -фазы - основа для интерпретации жаропрочных свойств. Стереологическая обработка СЭМ-изображений дала набор параметров $\{\bar{d}_{eq}, d_{50}, s(d), f_V, N_A, \lambda\}$ - его достаточно, чтобы количественно описать дисперсионное упрочнение. На переходе (iv)→(v) средний размер выделений вырастает примерно в 1.7 раза (с 0.061 до 0,102 мкм), численная плотность умеренно падает (с 2.33 до 2,18 мкм⁻²), а характерный шаг чуть увеличивается (с 0.655 до 0,677 мкм). Картина отвечает коагуляционному укрупнению (Оствальдовское созревание), которое контролируется объёмной диффузией γ' -формирующих элементов, и обеспечивает баланс между высоким уровнем дисперсионного упрочнения ($\Delta\tau \propto Gb/\lambda \cdot \ln(r/b)$) и термодинамической устойчивостью γ' -системы при рабочих температурах 850–950 °С.

4. Рекристаллизационный отжиг - решающая стадия формирования изотропной зёрненной структуры. Данные EBSD - карты LM, рекристаллизационный профиль, IPF и углы Эйлера - показывают, что рекристаллизационный отжиг при температуре выше $T_{solv}^{\gamma'}$ (стадия iii) - узловая точка TO1: именно она даёт качественный переход от анизотропной столбчатой текстуры $\langle 001 \rangle \parallel Z$, заданной направленной кристаллизацией при СЛС, к случайной равноосной зёрненной структуре с зерном 40–100 мкм. Переход этот держится на двух факторах сразу: (а) зинеровское закерпление снижается за счёт растворения γ' -фазы при $T > T_{solv}^{\gamma'}$ (зинеровское давление

P_Z падает с $\sim 10^7$ Па до пренебрежимо малого) и (б) большим запасом энергии деформации $\Delta G_{rex} \sim 10^6 - 10^7$ Дж/м³, накопленным в состояниях (i)–(ii) в виде дислокационных субструктур. Медиана локальной разориентации θ_{LM}^{med} при этом снижается с $\sim 2,1^\circ$ (состояние i) до $\sim 0,45^\circ$ (состояние v) - это примерно на порядок меньшая ρ_{GND} .

5. Двухстадийный механизм структурной релаксации: полигонизация (возврат) и первичная рекристаллизация. Количественный анализ рекристаллизационного профиля (рисунок 3.14) раскладывает структурную релаксацию на две последовательные стадии. Первая (а) - полигонизация при ГИП (стадия ii): хаотичные дислокации перестраиваются в более выгодные конфигурации (низкоугловые стенки и субграницы), субструктурированной фракции становится больше за счёт деформированной, а столбчатая морфология и текстура сохраняются. Вторая (б) - первичная рекристаллизация при рекристаллизационном отжиге (стадия iii), которая скачком переводит доминирующую фракцию из деформированной в рекристаллизованную. Старение (iv)–(v) затем стабилизирует полученную зёрненную структуру: восстанавливается зинеровское закрепление частицами γ' , и аномальный рост зерна исключён.

6. Сеть двойников отжига $\Sigma 3$ - благоприятный структурный фактор. Карты в углах Эйлера (рисунок 3.16) показали развитую сеть когерентных двойниковых границ $\Sigma 3$ в рекристаллизованных зёрнах (состояния iii–v). Энергия такой границы ($\gamma_{\Sigma 3} \approx 0,03$ Дж/м²) на два порядка ниже, чем у обычной высокоугловой ($\gamma_{GB} \approx 0,8$ Дж/м²), отсюда и куда меньшая диффузионная проницаемость границ $\Sigma 3$, и их устойчивость к зернограничному скольжению при ползучести. Двойники отжига, таким образом, - ещё один механизм повышения длительной прочности, добавляющийся к дисперсионному упрочнению γ' .

7. Наследуемая от СЛС неоднородность: масштаб и эволюция. Остаточная пространственная неоднородность от послойного синтеза видна на всех стадиях ТО, только в разном виде. В состоянии (i) это ячеисто-

дендритная сегрегационная сетка с обогащением тугоплавкими элементами в межзачеечных областях. После ГИП (ii) - локальные различия в плотности и размере γ' . После полной ТО (v) - протяжённые полосы повышенного контраста вдоль оси Z и отдельные зоны укрупнённой γ' у границ зёрен. От (i) к (v) неоднородность спадает, но вытравить наследуемую от СЛС микросегрегацию полностью не выходит даже за полный цикл ТО. Для длительной прочности это важно (раздел 3.5): локальные зоны с повышенной концентрацией карбидов и укрупнённой γ' -фазы могут выступать центрами зарождения дефектов при длительном высокотемпературном нагружении.

8. Промежуточный размер зерна как структурный оптимум. Размер рекристаллизованных зёрен после полной ТО (40–100 мкм) - промежуточный: между мелкозернистыми синтезированными аналогами без отжига (5–20 мкм) и крупнозернистым литьём (100–500 мкм). Такой размер выгоден сразу по трём пунктам. (а) Даёт зернограничное упрочнение по Холлу–Петчу ($\Delta\sigma_{HP} = k_{HP}/\sqrt{d} \approx 14\text{--}23$ МПа при $k_{HP} \approx 144$ МПа $\cdot\sqrt{\text{мкм}}$). (б) Гасит интенсивное зернограничное скольжение, которым грешат ультрамелкозернистые структуры при $T > 0.5T_m$. (в) Оставляет запас пластичности для перераспределения локальных напряжений - что и видно по высоким δ_5 при 800–950 °С в направлении XZ после ТО1 (раздел 3.4).

Вместе СЭМ- и EBSD-данные показывают один переход: от метастабильного высокодефектного состояния, зарождаемого быстрой кристаллизацией при СЛС, к структурно стабильному - с рекристаллизованной равноосной зёрненной структурой и целевой бимодальной γ/γ' . Именно оно и есть основа жаропрочных свойств ВЖС1 при эксплуатации до 950 °С. Ключевой результат эксперимента - в синтезированном состоянии γ' не выделяется, а синтез идёт без трещин - подтверждает прогноз модели \bar{E} и замыкает цепочку «расчётный критерий → направленная модификация состава → эксперимент».

9. Структурное состояние после синтеза: метастабильный высокодефектный γ -твёрдый раствор. Светлопольные ПЭМ-изображения

(рисунок 3.17 а–е) фиксируют ультрамелкую мозаичную структуру γ -матрицы с размером субзерен порядка 0,3–1,5 мкм, высокой плотностью дислокаций ($\rho \sim 10^{14} - 10^{15} \text{ м}^{-2}$), наличием дислокационных стенок, низкоугловых границ и элементов полигонизации. Субструктурная организация характеризуется иерархией масштабов: на уровне единиц микрометров - субзеренная мозаика с выраженным ориентационным контрастом, на уровне десятков–сотен нанометров - индивидуальные дислокации, их пересечения, скопления и ячеистые конфигурации. Данная картина является прямым структурным следствием высоких скоростей охлаждения (10^5 – 10^6 К/с) и циклических термических напряжений, характерных для процесса СЛС, и подтверждает, что в состоянии после синтеза доминирующим механизмом упрочнения является дислокационное и субструктурное упрочнение (механизм Тейлора: $\Delta\sigma \propto \alpha M G b \sqrt{\rho}$), а не дисперсионное упрочнение γ' -фазой.

10. Дифракционное подтверждение отсутствия γ' -фазы в синтезированном состоянии. На электронограммах (SAED) из характерных областей синтезированной микроструктуры (рисунок 3.18) присутствуют только фундаментальные отражения ГЦК γ -матрицы - без сверхструктурных рефлексов упорядоченной фазы $L1_2$ типа $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Отсутствие отражений $\{100\}$ и $\{110\}$ в соответствующих осях зон - прямое кристаллографическое доказательство: после синтеза регулярной дисперсной γ' -фазы нет. И это важное подтверждение кинетического блока модели E (раздел 3.1): увеличенное время зарождения γ' ($\tau_n > 0.8$ с), которого добились повышением отношения Nb/Ti в легировании ВЖС1, подавляет выделение γ' за те времена, что материал проводит при СЛС в интервале температур ниже $T_{solv}^{\gamma'}$ (порядка $10^{-2} - 10^0$ с). Подавление устраняет компоненту деформационного старения D_{SA} и обеспечивает бездефектный синтез.

11. Химическая неоднородность после синтеза: локальный характер. Линейный STEM/EDS-анализ (рисунки 3.19–3.20) и спектральное картирование (рисунок 3.21) показали: химическая неоднородность в

синтезированном состоянии в основном локальная и дискретная. На фоне сравнительно однородной по основным компонентам (Ni, Co, Cr) γ -матрицы выделяются отдельные точечные объекты, обогащённые Ti–Nb–C и Ti–C, с просадкой по Ni. Химический профиль таких объектов диагностичен для карбидных или карбонитридных частиц типа MC - вероятнее всего (Ti,Nb)C или Ti(C,N), - сидящих на межъячеечной сегрегационной сетке. Протяжённой дендритной сегрегации по основным компонентам γ -раствора не нашлось: пересыщенная γ -матрица однородна, и это согласуется с прогнозами CALPHAD для данной системы легирования.

12. Качественный переход к двухфазной γ/γ' -структуре после полной ТО. Светлопольные ПЭМ-снимки ВЖС1 после полной ТО (рисунок 3.22 а–е) рисуют совсем иную структуру: в γ -матрице выросла высокодисперсная система округлых γ' с бимодальным распределением по размерам и высокой долей ($f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$). Основной вклад в упрочнение даёт крупная фракция γ' ($d \approx 80\text{--}150$ нм), мелкая ($d \approx 15\text{--}40$ нм) заполняет каналы γ -матрицы между крупными частицами, дополнительно сокращает эффективное межчастичное расстояние и затрудняет скольжение дислокаций. Но не всё идеально: остаются локальные унаследованные неоднородности и отдельные крупные карбиды - потенциальные точки накопления дефектов при долгом высокотемпературном нагружении.

13. Дифракционное подтверждение упорядочения γ' -фазы: сверхструктурные отражения $L1_2$. Электронограммы из характерных областей сплава после полной ТО (рисунок 3.23) показывают, помимо фундаментальных отражений ГЦК γ -матрицы, ещё и сверхструктурные рефлексы - признак упорядоченной фазы с решёткой $L1_2$. Их появление прямо, на кристаллографическом уровне, доказывает, что образовался упорядоченный интерметаллид $Ni_3(Al,Ti)$, а материал перешёл от однофазного пересыщенного γ -раствора к двухфазной γ/γ' -системе. То, что интенсивность сверхструктурных отражений гуляет от участка к участку, отражает

локальную полидисперсность γ' и разное объёмное соотношение γ/γ' в окне дифракции - что и ожидаемо при бимодальном распределении выделений.

14. Когерентный характер межфазной границы γ/γ' . HRTEM-снимки межфазной границы γ/γ' (рисунок 3.24 а, б) показывают: атомный и решёточный контраст идёт по обе стороны границы непрерывно - ни разуупорядоченной прослойки, ни аморфизации, ни цепочки краевых дислокаций несоответствия. Граница плавная, без резких изломов. На исследованных участках её можно считать когерентной или почти когерентной, что отвечает минимизированному параметру несоответствия решёток $|\delta|$, заложенному в состав ВЖС1 (направление V модификации, раздел 3.1.6). Эта когерентность γ/γ' и есть физическая основа высокого дисперсионного упрочнения: когерентные γ' создают протяжённые упругие поля, мешают движению дислокаций и держат сопротивление пластической деформации, ползучести и длительной прочности при рабочих температурах.

15. Химическое подтверждение фазового разделения γ/γ' методом STEM/EDS. Линейный анализ состава поперёк крупных выделений γ' (рисунок 3.25, профиль слева) даёт характерное перераспределение элементов: внутри выделения растут Ni, Al и Ti, а Cr и Co падают - ровно то фазовое разделение в системе γ/γ' , что предсказывает термодинамика для никелевых жаропрочных сплавов. Спектральное картирование (рисунок 3.27) подтверждает это на статистически представительном поле зрения: карты Al и Ti совпадают с округлыми выделениями γ' , карта Ni тоже ярче в этих же областях, а Cr и Co обогащают межчастичное пространство (γ -матрицу). Mo, Ta и W распределены куда ровнее и фазового контраста не дают - между γ - и γ' -подрешётками они перераспределяются умеренно.

16. Идентификация двух классов вторичных объектов после полной ТО. STEM/EDS-анализ (рисунки 3.25–3.26) показывает: после полной ТО в структуре сосуществуют два класса объектов, разных и по химии, и по форме. Первый (а) - выделения γ' : округлые, обогащённые Ni–Al–Ti, на них держится основное дисперсионное упрочнение. Второй (б) - вторичные карбиды типа

МС состава (Ta,Nb,Ti)C: угловатые, с чёткими гранями, богатые тугоплавкими карбидообразующими элементами и углеродом при обеднении Ni. Оба класса для никелевых жаропрочных сплавов закономерны и дают комбинированное упрочнение: γ' ставит основной барьер дислокациям в объёме зёрен, а МС-карбиды на границах сдерживают зернограничное скольжение при ползучести.

17. Смена доминирующего механизма упрочнения: от дислокационного к дисперсионному. Данные ПЭМ в совокупности фиксируют, как при полной ТО меняется сама природа упрочнения ВЖС1: в синтезированном состоянии преобладает дислокационное ($\Delta\sigma_{disl} \propto \alpha M G b \sqrt{\rho}$) и субструктурное упрочнение при полном отсутствии γ' -фазы, после полной ТО основой жаропрочности становится дисперсионное упрочнение когерентной γ' -фазой ($\Delta\tau_{Or} \propto G b / \lambda \cdot \ln(r/b)$ для механизма Орована и $\Delta\tau_{cut} \propto (\gamma_{APB} / 2b) \cdot \sqrt{(f_{\gamma'} \cdot d / T_{line})}$ для механизма перерезания), дополненное вкладом карбидной составляющей МС-типа. Высокая энергия активации ползучести $Q \approx 613$ кДж/моль (раздел 3.5.1), существенно превышающая энергию самодиффузии никеля ($Q_{Ni} \approx 284$ кДж/моль), является прямым следствием барьерной функции когерентной γ/γ' -структуры, визуализированной методом HRTEM.

18. Замыкание цепочки верификации «модель \rightarrow состав \rightarrow структура». Данные ПЭМ подтверждают второй блок предсказаний модели \mathcal{E} (раздел 3.1). (а) После синтеза γ' нет - по SAED не видно сверхструктурных отражений $L1_2$ (рисунок 3.18). (б) После полной ТО формируется γ/γ' -структура с $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$ - и это подтверждено сразу с трёх сторон: морфологически (рисунок 3.22), дифракционно (рисунок 3.23) и химически (рисунки 3.25–3.27). (в) Сопряжение γ/γ' когерентно при минимизированном $|\delta|$ - по HRTEM (рисунок 3.24). СЭМ (раздел 3.2) дал количественные параметры γ' ($\bar{d}_{eq}, f_V, N_A, \lambda$) и зафиксировал рекристаллизацию столбчатой текстуры. ПЭМ добавил атомно-масштабное подтверждение когерентности, кристаллографическое доказательство упорядочения и химическую идентификацию фазового разделения. Третье звено - связь структуры со

свойствами - разбирается в разделах 3.4 (кратковременная прочность) и 3.5 (ползучесть и длительная прочность).

Итог по ПЭМ: после синтеза - неравновесная высокодефектная γ -матрица, а после полной ТО - упорядоченная двухфазная γ/γ' -структура с когерентной границей, бимодальным распределением выделений и характерным разделением элементов по фазам. Именно это состояние и есть физическая основа жаропрочности ВЖС1 при эксплуатации до 950 °С.

19. Устойчивость прочностных характеристик после термической обработки по режиму ТО1. Температурные зависимости $\sigma_B(T)$ и $\sigma_{0,2}(T)$ (рисунки 3.28–3.29) показывают: режим ТО1 - с рекристаллизационным отжигом, полным растворением и контролируемым повторным выделением γ' - даёт в ориентации XZ кратковременную прочность не ниже, а местами и выше, чем ТО2. Это экспериментально подтверждает: замена стохастического дислокационного упрочнения детерминированным дисперсионным (бимодальная когерентная γ') прочность не теряет, а делает деградацию $\sigma_{0,2}$ при повышенных температурах более устойчивой - следствие термической стабильности когерентных γ/γ' -барьеров по сравнению с дислокационными субструктурами.

20. Оптимальный баланс «прочность–пластичность» для состояния XZ, ТО1. Если сопоставить прочностные (рисунки 3.28–3.29) и деформационные (рисунки 3.30–3.31) характеристики, структурным оптимумом оказывается XZ после ТО1: при сравнимом или более высоком σ_B и $\sigma_{0,2}$ оно держит устойчивый запас δ_5 и ψ во всём рабочем интервале 800–950 °С, без заметного провала. За этим балансом стоит набор структурных факторов из разделов 3.2–3.3: рекристаллизованная равноосная структура промежуточного размера (40–100 мкм), развитая сеть двойниковых границ $\Sigma 3$, карбидная стабилизация границ и случайного распределения текстуры.

21. Определяющее влияние ориентации построения на высокотемпературную пластичность. В направлении XY при 800–900 °С δ_5 резко падает до 1–2 %, тогда как σ_B и $\sigma_{0,2}$ остаются сопоставимо высокими

(рисунки 3.28–3.31). Охрупчивание складывается из двух причин: (а) ориентация включает зернограничное скольжение и диффузионную кавитацию на горизонтальных сегментах границ, чьи нормали совпали с осью нагружения, (б) унаследованная от СЛС полосчатая неоднородность создаёт в плоскости ХУ систему ослабленных сечений. Вместе это выводит ХУ из числа пригодных для длительной эксплуатации при повышенных температурах - во всяком случае, без специальной оптимизации ориентации построения.

22. Обоснование выбора базового состояния для испытаний на ползучесть и длительную прочность. На основании совокупности результатов настоящего раздела состояние ХZ после термической обработки по режиму ТО1 определено как базовое для исследований ползучести и длительной прочности (раздел 3.5), поскольку оно реализует структурный архетип, наиболее приближённый к классическим литым жаропрочным сплавам: равноосная зёрненная структура с дисперсионным упрочнением когерентной γ' -фазой, стабилизированная карбидами и двойниковыми границами, при устойчивом сочетании прочности и пластичности в рабочем температурном интервале.

23. Замыкание третьего звена верификационной цепочки. Механические испытания показывают: структурное состояние, которое предсказала модель E (нет γ' после синтеза \rightarrow синтез без трещин) и которое реализовала направленная термообработка (бимодальная когерентная γ/γ' с $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$), выливается в кратковременную прочность на уровне литых аналогов - и при этом сохраняется достаточный запас пластичности.

24. Конститутивные параметры стационарной ползучести - на уровне литых жаропрочных сплавов. Прерванные изотермические испытания (стадии I–II, без разрушения) при 850–950 °С и 209–497 МПа показали: минимальная скорость деформации подчиняется степенному закону Нортона с $n \approx 6,24$ и $Q \approx 613$ кДж/моль. Над энергией самодиффузии никеля $Q_{Ni} \approx 284$ кДж/моль это даёт превышение $\Delta Q \approx 329$ кДж/моль – мера барьерного вклада когерентной бимодальной γ/γ' -структуры, и она даже выше, чем у литого

IN738LC ($\Delta Q \approx 306$ кДж/моль). То есть характерный для аддитивных жаропрочных сплавов дефицит свойств здесь снят.

25. Единый механизм ползучести в интервале 850–950 °С. Нормирование $\dot{\epsilon}_{min}$ на коэффициент самодиффузии никеля D_{Ni} и постоянство n при трёх температурах подтверждают, что в исследованном интервале реализуется единый механизм - дислокационное переползание, ограниченное термически активируемым преодолением когерентных барьеров γ/γ' -структуры (класс V по Шервуду). Остаточное расслоение $\dot{\epsilon}/D_{Ni}$ по температуре соответствует избыточному барьеру $\Delta Q \approx 329$ кДж/моль.

26. Длительная прочность XZ, TO1 на уровне литого IN713LC и IN939. Испытания до разрушения при 800 и 900 °С показали, что состояние XZ-TO1 обеспечивает допускаемые напряжения $\sigma_{доп}$, сопоставимые с литым промышленным IN713LC, и существенно превосходит отечественные синтезированные сплавы марки ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС.

27. Превышение Q разрушения над Q ползучести: вклад процессов деформации. Эффективные энергии активации разрушения $Q_{\tau} = 699–824$ кДж/моль превышают Q ползучести (613 кДж/моль) на 14–34 %. Разность $\Delta Q_{damage} = Q_{\tau} - Q \approx 86$ кДж/моль (для XZ, TO1) согласуется по порядку величины с энергией активации зернограничной диффузии, что соответствует диффузионной кавитации как лимитирующей стадии разрушения, развивающейся поверх стационарного деформационного процесса.

28. Корреляция Монкмана–Гранта связывает кинетику ползучести и разрушения. Произведение $\dot{\epsilon}_{min} \cdot \tau \approx 0,02–0,06$ согласуется с измеренными деформациями при разрушении $\delta \approx 3–7$ % - значит, длительной прочностью управляет тот же стационарный дислокационный механизм, что и ползучестью. Разброс C_{MG} в пределах множителя ~ 3 отражает разные доли деформации на стадиях I и III.

29. Ориентационная анизотропия ресурса зависит от температуры и напряжения. Коэффициент анизотропии $K = \tau_{XZ}/\tau_{XY}$ меняется от $\sim 2,4$

(800 °С, 410 МПа) до ~0,83 (900 °С, 200 МПа) – при высоких температурах и низких напряжениях он инвертируется, и виной тому зернограничное скольжение, включающееся на всех типах границ. Но даже при $K < 1$ выбор остаётся за ХЗ, ТО1, и решает здесь запас пластичности: резкий провал δ_5 для ХУ при 800–900 °С (раздел 3.4) вычёркивает ХУ из пригодных для эксплуатации.

30. Замыкание верификационной цепочки. Результаты раздела 3.5 замыкают цепочку проверки «модель $E \rightarrow$ состав \rightarrow структура \rightarrow свойства»: модель предсказала бездефектный синтез и высокую объёмную долю γ' (раздел 3.1), СЭМ- и ПЭМ-исследования подтвердили отсутствие γ' после синтеза и формирование когерентной бимодальной γ/γ' -структуры после полной термической обработки (разделы 3.2 и 3.3), кратковременные испытания установили устойчивый баланс «прочность–пластичность» (раздел 3.4), испытания на ползучесть и длительную прочность показали уровень жаропрочности, сопоставимый с литым IN713LC и IN939 (раздел 3.5). Полученные данные экспериментально подтверждают состоятельность подхода к направленному проектированию жаропрочных сплавов для аддитивного производства - в отличие от подхода адаптации существующих литейных сплавов к условиям СЛС.

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫСОКОУПРОЧНЁННОГО ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖСЗ ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

4.1 Обратное проектирование высокопрочнённого сплава ВЖСЗ на основе критерия \mathcal{E}

4.1.1 Постановка обратной задачи: от целевых свойств к составу

Разработка сплава ВЖС1 (глава 3) продемонстрировала работоспособность модели \mathcal{E} при проектировании жаропрочного сплава с $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40\%$ для СЛС. Однако ВЖС1 разрешает противоречие «жаропрочность - технологичность» лишь на первом масштабном уровне - на уровне класса направляющих лопаток (IN738LC, IN939). За пределами этого уровня существует второй, значительно более глубокий: область сплавов с $f_{\gamma'} = 50\text{--}65\%$, к которой принадлежат CM247LC, MAR-M-247, CMSX-4, René N5, а также отечественные литейные ВЖЛ12У, ЖС6У и ЖС32, обеспечивающие максимальный уровень жаропрочных свойств среди поликристаллических материалов. Все эти сплавы располагаются глубоко ниже критической плоскости $\mathcal{E} = \mathcal{E}_{cr}$ ($\mathcal{E}_{norm} \approx 0.02\text{--}0.04$), и ни одна исследовательская группа в мире не продемонстрировала бездефектного синтеза поликристаллического никелевого сплава с $f_{\gamma'} > 60\%$ методом СЛС без подогрева подложки до температур выше $200\text{ }^\circ\text{C}$.

Вопрос о масштабируемости методологии формулируется следующим образом: способен ли критерий \mathcal{E} обеспечить проектирование сплава с $f_{\gamma'} \approx 60\%$, пригодного для бездефектного синтеза и обладающего длительной прочностью на уровне литых сплавов класса ВЖЛ12У–ЖС6У–ЖС32?

Отличие данной задачи от разработки ВЖС1 состоит в том, что она является обратной задачей проектирования в полном смысле. При разработке ВЖС1 существовал базовый сплав IN939, расположенный вблизи критической плоскости, и задача сводилась к направленной модификации состава - перемещению точки в пространстве параметров через пороговое значение. При проектировании ВЖСЗ базового сплава не существует: все

промышленные составы с $f_{\gamma'} > 50 \%$ расположены на полтора–два порядка ниже E_{cr} , и никакая модификация не способна компенсировать такой дефицит. Следовательно, состав должен быть сконструирован ab initio - из заданных целевых свойств, через критерий E , к системе легирования, не имеющей прямого прототипа среди существующих промышленных сплавов.

4.1.2 Физические ограничения при $f_{\gamma'} > 50 \%$

Переход от $f_{\gamma'} \approx 35\text{--}40 \%$ к $f_{\gamma'} \approx 60 \%$ - это не простая количественная экстраполяция, а качественно иной режим. При $f_{\gamma'} > 50 \%$ суммарное содержание элементов, формирующих γ' -фазу [Al + Ti + Ta + Nb], превышает 7 масс. %, что влечёт за собой целый ряд взаимосвязанных ограничений.

$T_{solv}^{\gamma'}$ поднимается до 1220–1290 °С, и интервал $T_{sol} - T_{solv}^{\gamma'}$ сужается до 10–65 °С. По модели E это резко повышает D_{SA} , который доминирует в функционале накопления дефектов Φ_{dam} . У CM247LC этот интервал ~ 20 °С, у CMSX-4 - ~ 50 °С, и растрескивание от деформационного старения становится неизбежным при любых параметрах процесса.

Широкие интервалы кристаллизации $\Delta T_{sol} \approx 100\text{--}130$ °С, типичные для высоколегированных составов, усиливают вклад D_{liq} . Наложение обоих механизмов даёт плотность трещин $\rho_{cr} > 5 \text{ мм}^{-1}$ - а это уже за гранью конструкционной пригодности.

При высоком суммарном содержании тугоплавких элементов растёт риск ТПУ-фаз (σ , μ , Laves), которые снижают пластичность и длительную прочность. Пространство составов, где одновременно выполняются $E > E_{cr}$, $\bar{N}_v < \bar{N}_v^{cr}$, $f_{\gamma'}^{eq} \geq 55 \%$ и $\Delta T_{sol} \leq 80$ °С, сжимается экспоненциально, а связь параметров $P_1 - P_{12}$ становится нелинейной.

4.1.3 Стратегия обратного проектирования

Анализ чувствительности (раздел 3.1.5.3) подсказывает физически обоснованный путь. Два самых весомых параметра - $T_{solv}^{\gamma'}$ ($S_2 = 0.26$) и τ_n ($S_4 = 0.21$) - дают 47 % дисперсии \mathcal{E} . Если у нового состава удастся разом снизить $T_{solv}^{\gamma'}$ и поднять τ_n , не потеряв $f_{\gamma'}^{eq}$, то \mathcal{E} можно перевести через порог даже при $f_{\gamma'} \approx 60$ %.

Опыт ВЖС1 показал: τ_n удобнее всего регулировать отношением медленно- и быстродиффундирующих γ' -формирующих элементов - частичная замена Ti на Nb увеличила τ_n в 12,7 раза. На пути к $f_{\gamma'} \approx 60$ % этот принцип распространили на более широкий набор элементов, и стратегия легирования ВЖС3 опирается на три принципиально новых направления, которых не было у ВЖС1.

Направление I - привлечение тантала и рения для кинетического контроля γ' -выделения. Ta и Re - среди самых медленно диффундирующих элементов в ГЦК-никеле: при 900 °C $D_{Ta} \approx 3.2 \times 10^{-15}$ м²/с и $D_{Re} \approx 1.8 \times 10^{-15}$ м²/с, то есть в ~10–25 раз ниже $D_{Ti} \approx 4.2 \times 10^{-14}$ м²/с. Если сделать Ta основным γ' -формирующим элементом вместо значительной части Ti, τ_n резко вырастает, а $f_{\gamma'}^{eq}$ не падает - ведь Ta, как и Ti, садится в подрешётку упорядоченной фазы L1₂ и так же стабилизирует γ' . Re же уходит преимущественно в γ -матрицу, тормозит объёмную диффузию всех элементов, а заодно даёт твердорастворное упрочнение и поднимает энергию активации ползучести. Вместе Ta и Re поднимают τ_n на порядок против ВЖС1 - этим и компенсируется неизбежное сужение интервала $T_{sol} - T_{solv}^{\gamma'}$ при росте $f_{\gamma'}$.

Направление II - увеличение отношения Al/Ti. Алюминий является основным γ' -формирующим элементом и обеспечивает высокую термодинамическую стабильность фазы Ni₃Al. Одновременно Al характеризуется более медленной кинетикой формирования упорядоченной сверхструктуры L1₂ по сравнению с Ti. При разработке ВЖС1 стратегия

максимизации Al/Ti использовалась в умеренной степени, при проектировании ВЖСЗ она доведена до предельных значений, что создаёт дополнительный кинетический ресурс для расширения окна бездефектного синтеза и одновременно способствует снижению $T_{solv}^{\gamma'}$ за счёт уменьшения содержания Ti - элемента, наиболее эффективно повышающего температуру сольвуса.

Направление III - целенаправленное проектирование карбидной подсистемы. При $f_{\gamma'} \approx 60\%$ роль MC-карбидов в закреплении границ зёрен приобретает критическое значение, поскольку высокая доля γ' подавляет зернограничное скольжение в объёме зерна, но не на границах. Стратегия ВЖСЗ предусматривает формирование карбидов типа (Ta,Nb)C с контролируемой стехиометрией и морфологией за счёт перераспределения карбидообразующих элементов при минимизации содержания углерода, что одновременно сужает ΔT_{solv} .

4.1.4 Процедура многокритериальной оптимизации

Задача обратного проектирования формализована как задача условной оптимизации в 12-мерном пространстве состава:

$$\max E(P_1, P_2, \dots, P_{12})$$

при ограничениях:

$$f_{\gamma'}^{eq}(T_{serv}) \geq 55\%, T_{solv}^{\gamma'} \leq 1180\text{ °C}, \Delta T_{solv} \leq 80\text{ °C}, \bar{N}_v < 2,45,$$

$$|\delta| < 0,2\%, \tau_n(900\text{ °C}) \geq 2,0\text{ с}$$

Оптимизация выполнена методом пошагового расчёта CALPHAD с параллельным вычислением E на каждом шаге. Пространство составов исследовано систематическим варьированием содержания Al, Ti, Ta, Nb, Re,

Cr, Co, Mo и W при фиксированных ограничениях на C, V и Zr. Из $\sim 10^4$ вычисленных комбинаций отобраны составы, удовлетворяющие всем ограничениям одновременно, после чего среди них выбран состав с максимальным значением E_{norm} .

Главное в результате оптимизации то, что итоговый состав ВЖСЗ не имеет прямого прототипа среди существующих промышленных или экспериментальных сплавов. От всех известных составов он отличается совокупностью признаков: высокое отношение Al/Ti (>3.5 ат.), повышенное содержание Ta при минимальном Ti, присутствие Re, сниженное содержание Cr (что допустимо при наличии Al для окислительной стойкости) и специально подобранный баланс Co и W для подавления ТПУ-фаз при максимальном твердорастворном упрочнении. По отдельности ни один из этих признаков не уникален, но их сочетание, полученное обратным решением задачи $E > E_{cr}$ при $f_{\gamma'} \approx 60\%$, ранее не встречалось.

4.1.5 Расчётные параметры сплава ВЖСЗ и его положение на валидационной диаграмме

Расчёт CALPHAD для оптимизированного состава ВЖСЗ даёт следующие термодинамические параметры:

Параметр	ВЖСЗ	CM247LC	MAR-M-247	ВЖС1
$f_{\gamma'}^{eq}$ (850 °C), %	~60	~60	~55	~37
T_{liq} , °C	~1370	1380	1370	1355
T_{sol} , °C	~1290	1270	1240	1275
$T_{sol}^{\gamma'}$, °C	~1170	1250	1230	1095
$T_{sol} - T_{sol}^{\gamma'}$, °C	~120	~20	~10	180
T_{sol} , °C	~80	~110	~130	80
$\tau_n(900\text{ °C})$, с	$>3,0$	~0,02	~0,01	0,85
\bar{N}_v	$<2,45$	2,54	2,52	2,37
E_{norm}	$> E_{cr}$	$\ll E_{cr}$	$\ll E_{cr}$	$> E_{cr}$

Сравнение параметров ВЖСЗ с CM247LC и MAR-M-247 - сплавами-аналогами по уровню $f_{\gamma'}$ - выявляет важное различие. При практически

одинаковой равновесной доле γ' -фазы ($\sim 60\%$) интервал $T_{sol} - T_{sol\gamma'}$ у ВЖСЗ составляет $\approx 120\text{ }^\circ\text{C}$ - в шесть раз шире, чем у CM247LC ($\sim 20\text{ }^\circ\text{C}$), и на порядок шире, чем у MAR-M-247 ($\sim 10\text{ }^\circ\text{C}$). Характерное время зарождения γ' τ_n превышает значения для промышленных аналогов более чем в 100 раз. Расширенное температурное окно вместе с замедленной кинетикой γ' -выделения дают расчётное $E_{norm} > E_{cr}$, то есть прогноз бездефектного синтеза, который прежде считался недостижимым для поликристаллических сплавов этого класса.

На валидационной диаграмме (рисунок 3.3) расчётная точка ВЖСЗ лежит в бездефектной области ($E > E_{cr}$) при $f_{\gamma'} \approx 60\%$, тогда как все существующие сплавы с такой же долей γ' (CM247LC, MAR-M-247, CMSX-4, René N5) находятся заметно ниже критической плоскости. Это показывает, что обратное проектирование на основе критерия E открывает области пространства составов, недоступные при простой адаптации существующих сплавов. На состав сплава подана заявка на изобретение № 2026105666 от 03.03.2026 г

4.1.6 Экспериментальная верификация

Синтез сплава ВЖСЗ методом СЛС подтвердил ключевое предсказание модели: на металлографических шлифах синтезированных образцов макротрещины не обнаружены. Данный результат является беспрецедентным для поликристаллического никелевого сплава с $f_{\gamma'} \approx 60\%$, полученного СЛС без подогрева подложки.

Испытания на длительную прочность после термической обработки, включающей рекристаллизационный отжиг, продемонстрировали $\sigma = 130\text{ МПа}$ при $T = 1000\text{ }^\circ\text{C}$ с ресурсом более 100 ч в направлении построения XZ. Данный результат воспроизведён на серии образцов и непосредственно сопоставим с литыми сплавами класса ВЖЛ12У–ЖС6У–ЖС32, что подтверждает достижение целевого уровня жаропрочности.

Совокупность результатов - бездефектный синтез при $f_{\gamma'} \approx 60 \%$ и длительная прочность на уровне литых промышленных сплавов - подтверждает масштабируемость методологии обратного проектирования на основе критерия E и показывает, что задачу, прежде считавшуюся крайне трудной, можно решить: создать поликристаллический жаропрочный сплав для рабочих лопаток газотурбинных двигателей, пригодный для бездефектного аддитивного производства методом СЛС.

4.2 Микроструктура синтезированного материала ВЖСЗ

Сплав ВЖСЗ, синтезированный методом селективного лазерного сплавления с применением металлопорошковой композиции, разработанной по результатам обратного проектирования (раздел 4.1), исследован после полного цикла термической обработки, включающей горячее изостатическое прессование и двуступенчатое старение.

Исследование структуры выполнено методами оптической металлографии (увеличения $\times 100$, $\times 500$) и сканирующей электронной микроскопии ($\times 1000$, $\times 5000$) на образцах, ориентированных перпендикулярно оси построения Z. Результаты структурного анализа представлены на рисунке 4.1.

На оптических изображениях (рисунок 4.1, а, б) фиксируется зёрненная структура, формирующаяся в процессе СЛС и эволюционирующая при термической обработке. Зёрненная структура неоднородна по размерам - сочетание крупных рекристаллизованных участков и более мелкозернистых областей, что характерно для высоколегированных никелевых сплавов с $f_{\gamma'} \approx 60 \%$, испытывающих ограниченную подвижность границ зёрен в присутствии большой объёмной доли когерентной γ' -фазы.

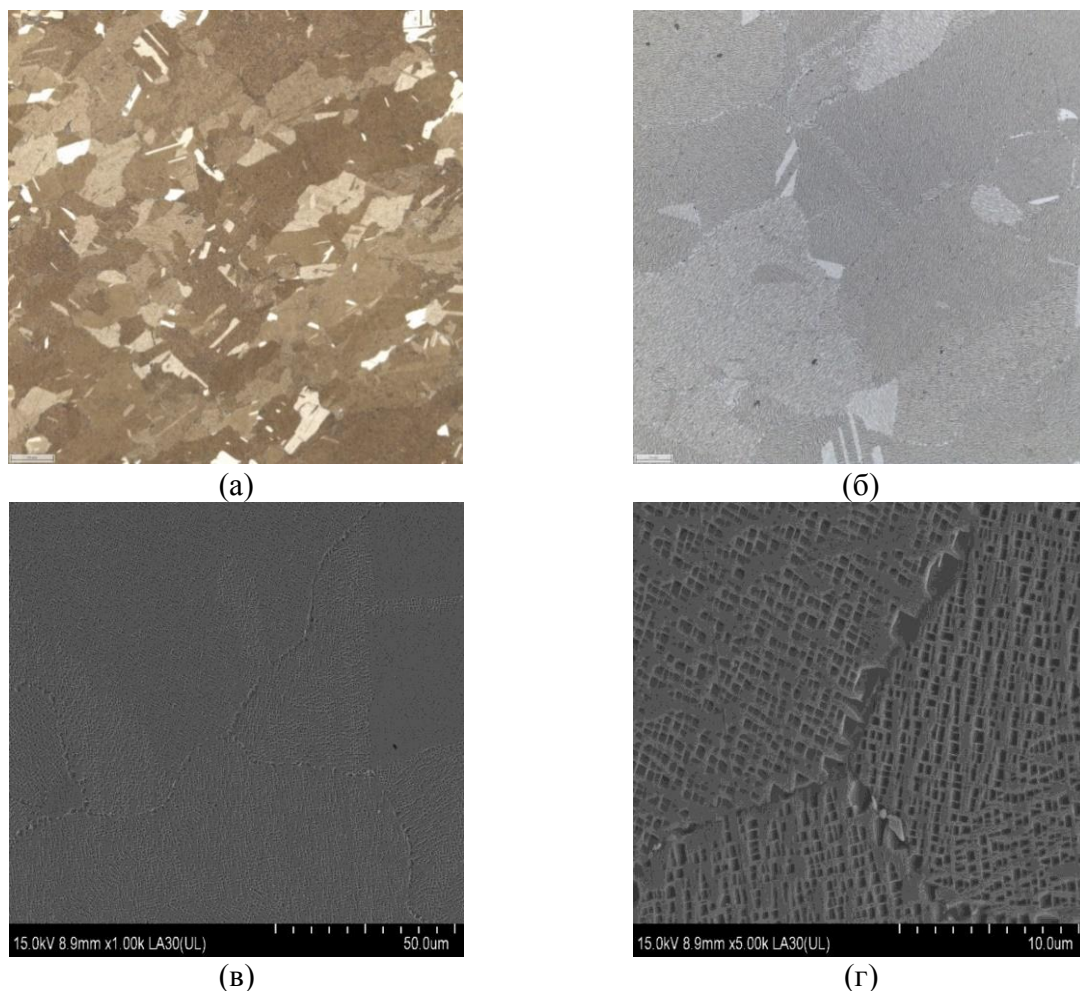


Рисунок 4.1 – Микроструктура синтезированного материала ВЖСЗ после ГИП и двуступенчатого старения вдоль оси Z: (а) оптическая металлография, $\times 100$, (б) оптическая металлография, $\times 500$, (в) СЭМ, $\times 1000$, (г) СЭМ, $\times 5000$

СЭМ-изображения (рисунок 4.1, панели в, г) выявляют сформированную после термической обработки бимодальную γ/γ' -микроструктуру. Граничные сегменты декорированы дискретными выделениями вторичной фазы, идентифицируемой как карбидная составляющая МС-типа, локализованная преимущественно по линиям границ зёрен. На увеличении $\times 5000$ (панель г) различима регулярная сетка дисперсной γ' -фазы кубоидной морфологии с характерным размером $d \approx 0,4\text{--}0,8$ мкм, расположенной в γ -матрице. Однородность распределения γ' -фазы по объёму, отсутствие крупных дендритных скоплений и регулярность кубоидной морфологии свидетельствуют о завершённости процессов

растворения межъячеечной микросегрегации и упорядочения $L1_2$ в ходе рекристаллизационного отжига.

Важно, что на металлографических шлифах отсутствуют макроскопические трещины любой природы - кристаллизационные, деформационного старения или зернограницные. Это подтверждает прогноз модели E , по которому проектная композиция ВЖСЗ лежит выше критической плоскости $E > E_{cr}$ и обеспечивает бездефектный синтез методом СЛС без подогрева подложки даже при $f_{\gamma'} \approx 60\%$.

4.3 Кратковременные механические свойства сплава ВЖСЗ

Испытания на одноосное растяжение сплава ВЖСЗ после полной термической обработки выполнены в направлении построения ХЗ при температурах 20, 800, 900 и 1000 °С. Определены модуль упругости E , предел прочности σ_B , условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, относительное удлинение δ_5 и относительное сужение ψ . Полученные значения сведены в таблицу 4.1.

Таблица 4.1 – Результаты испытаний сплава ВЖСЗ на одноосное растяжение

T, °C	E, ГПа	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	ψ , %
20	186	1354	876	24,5	24,0
800	154	962	830	25,0	31,0
900	142	734	616	13,0	22,0
1000	125	436	340	6,2	10,0

Температурные зависимости предела прочности $\sigma_B(T)$ и условного предела текучести $\sigma_{0,2}(T)$ приведены на рисунке 4.2. Для обоих параметров наблюдается характер, типичный для никелевых жаропрочных сплавов с высокой объемной долей γ' -фазы: умеренное снижение в интервале 20–800 °С, обусловленное температурной деградацией модуля сдвига γ -матрицы при сохранении барьерной функции когерентных γ' -выделений, резкое снижение в интервале 800–1000 °С, связанное с термически активируемым обходом γ' -выделений по механизму Орована и началом частичного растворения

мелкодисперсной фракции γ' при приближении к температуре сольвуса $T_{solv}^{\gamma'} \approx 1170$ °С.

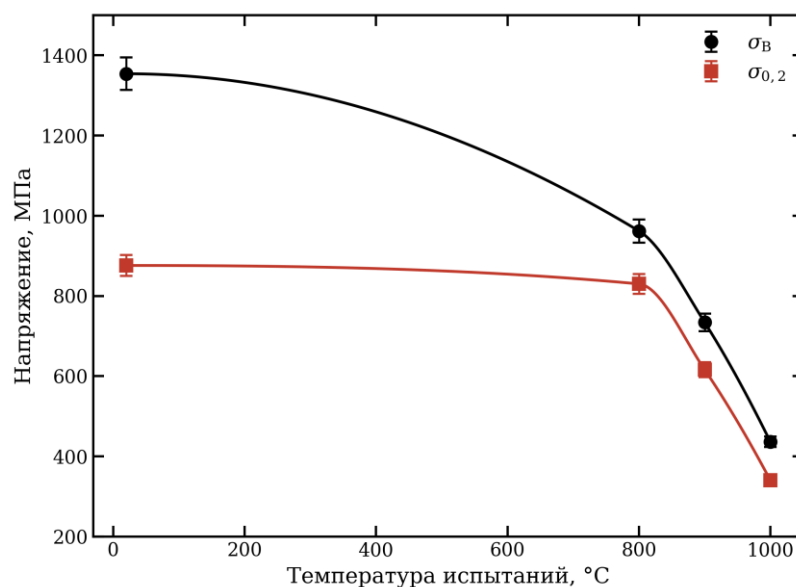


Рисунок 4.2 – Температурные зависимости предела прочности σ_B и условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ сплава ВЖСЗ после ГИП и двуступенчатого старения

Существенно, что $\sigma_{0,2}$ в интервале 20–800 °С практически не меняется (876 → 830 МПа, снижение менее 6 %), что свидетельствует о слабой температурной чувствительности дисперсионного упрочнения когерентной γ' -фазой в этом интервале - и о термической стабильности γ/γ' -структуры. От 800 до 1000 °С $\sigma_{0,2}$ падает примерно на 60 % (с 830 до 340 МПа): это и есть переход от барьерного режима деформации к диффузионно-контролируемому.

Температурные зависимости относительного удлинения $\delta_5(T)$ и сужения $\psi(T)$ (рисунок 4.3) показывают, что пластичность остаётся высокой во всём исследованном диапазоне. При комнатной температуре $\delta_5 = 24,5$ %, $\psi = 24,0$ %, при 800 °С пластичность выходит на локальный максимум ($\delta_5 = 25,0$ %, $\psi = 31,0$ %), что свидетельствует об активации термически активируемых механизмов аккомодации без значительного зернограницного разрушения. При 900 и 1000 °С пластичность снижается до $\delta_5 = 13,0$ и 6,2 %, соответственно.

$\psi = 22,0$ и $10,0$ % соответственно, что согласуется с усилением вклада зернограницной кавитации при повышении температуры.

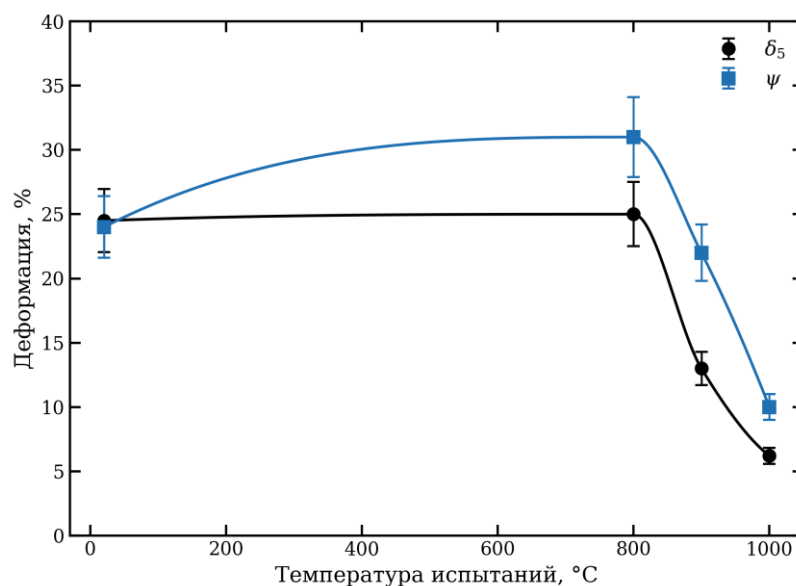


Рисунок 4.3 – Температурные зависимости относительного удлинения δ_5 и относительного сужения ψ сплава ВЖСЗ после ГИП и двуступенчатого старения

4.4 Длительная прочность сплава ВЖСЗ

Испытания на длительную прочность сплава ВЖСЗ проведены при одноосном растяжении до разрушения по ГОСТ 10145-81 при температурах 800, 900 и 1000 °C в диапазоне напряжений, соответствующем эксплуатационным условиям рабочих лопаток газотурбинных двигателей. На каждом уровне нагружения испытано не менее двух параллельных образцов для оценки разброса ресурса, обусловленного локальной структурной неоднородностью, наследуемой от послойного характера синтеза. Результаты испытаний приведены в таблице 4.2.

Диаграммы длительной прочности в координатах напряжение–время до разрушения (рисунок 4.4) демонстрируют типичную для никелевых жаропрочных сплавов закономерность: монотонное снижение допускаемого напряжения с увеличением требуемого ресурса при фиксированной температуре.

Таблица 4.2 – Результаты испытаний сплава ВЖС3 на длительную прочность

№ п/п	T, °C	σ , МПа	τ , ч	δ , %	ψ , %
1	800	520	243	7,1	9,75
2	800	520	191	3,92	5,1
3	800	570	113	5,2	7,8
4	800	570	89	6,1	9,0
5	900	285	116	6,0	4,7
6	900	285	128	6,0	4,0
7	1000	120	126	9,6	12,0
8	1000	120	123	5,2	7,8
9	1000	130	113	5,2	5,1
10	1000	130	105	8,1	4,7

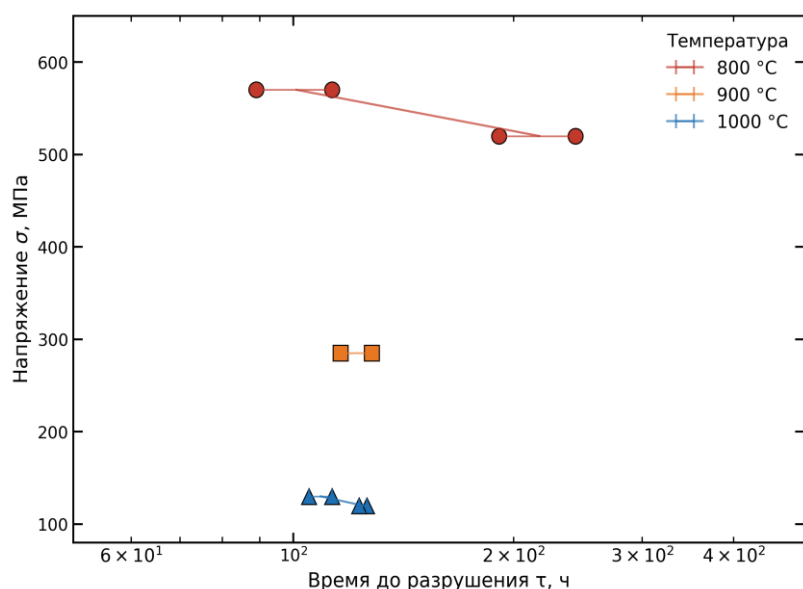


Рисунок 4.4 – Диаграммы длительной прочности сплава ВЖС3 при температурах 800, 900 и 1000 °C (точки - индивидуальные результаты испытаний, линии - средние по уровням напряжения с указанием диапазона разброса по времени до разрушения)

При 800 °C достигнуты ресурсы 243 и 191 ч при $\sigma = 520$ МПа и 113 и 89 ч при $\sigma = 570$ МПа, что соответствует уровню допускаемых напряжений $\sigma_{100ч}^{800} \approx 575$ МПа. При 900 °C на уровне $\sigma = 285$ МПа получены значения 116 и 128 ч ($\sigma_{100ч}^{900} \approx 290$ МПа). При 1000 °C на уровне $\sigma = 130$ МПа испытания дали 113 и 105 ч, на уровне $\sigma = 120$ МПа - 126 и 123 ч, что отвечает $\sigma_{100ч}^{1000} \approx 130$ МПа. Полученные значения $\sigma_{100ч}$ соответствуют требованиям, предъявляемым к материалам рабочих лопаток газотурбинных двигателей.

Коэффициент вариации времени до разрушения $CV(\tau) = s(\tau)/\bar{\tau}$ варьируется от 7 % (900 °C, $\sigma = 285$ МПа) до 17 % (800 °C, $\sigma = 520$ МПа),

что характеризует разброс ресурса как умеренный для поликристаллических жаропрочных сплавов и согласуется с литературными данными для синтезированных СЛС материалов аналогичного класса.

Характеристики пластичности при разрушении ($\delta = 3,9\text{--}9,6\%$, $\psi = 4,0\text{--}12,0\%$) говорят о заметном запасе пластичности на всех режимах испытания. Хрупкое разрушение исключено, а значит, ВЖСЗ пригоден для длительной эксплуатации в условиях горячих элементов газотурбинных двигателей.

Вместе результаты разделов 4.2–4.4 - бездефектная микроструктура с равномерным бимодальным распределением γ' , высокая кратковременная прочность ($\sigma_B = 962$ МПа, $\sigma_{0,2} = 830$ МПа при $800\text{ }^\circ\text{C}$) и пластичность ($\delta_5 = 25\%$, $\psi = 31\%$ при $800\text{ }^\circ\text{C}$), длительная прочность $\sigma_{100\text{ч}}^{1000} \approx 130$ МПа - экспериментально подтверждают, что целевой уровень свойств, заложенный при обратном проектировании, достигнут. А заодно показывают, что методология направленного проектирования жаропрочных никелевых сплавов с $f_{\gamma'} \approx 60\%$ для аддитивного производства работает на практике.

Длительную прочность ВЖСЗ удобно сравнивать с литыми промышленными сплавами разных классов (IN738LC, CM247LC, ВЖЛ12У) на обобщённой диаграмме Ларсона–Миллера - зависимости напряжения σ от параметра $P = T(20 + \lg \tau) \cdot 10^{-3}$.

Зависимость напряжения от параметра Ларсона–Миллера для сплава ВЖСЗ в сопоставлении с литературными данными для сплавов CM247LC [154], IN738LC [28], ВЖЛ12У [127], ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС [118, 120–121] представлена на рисунке 4.5. Положение диаграммы Ларсона–Миллера для ВЖСЗ расположено выше уровня литого IN738LC во всём диапазоне исследованных параметров и приближается к уровню CM247LC при значениях $P \leq 26$. При $P \approx 28$, соответствующем испытаниям при $1000\text{ }^\circ\text{C}$, зависимость σ от параметра Ларсона–Миллера для ВЖСЗ вплотную приближается к кривой CM247LC, оставаясь выше уровня литого IN738LC,

что подтверждает достижение целевого уровня жаропрочности, заложенного при обратном проектировании сплава.

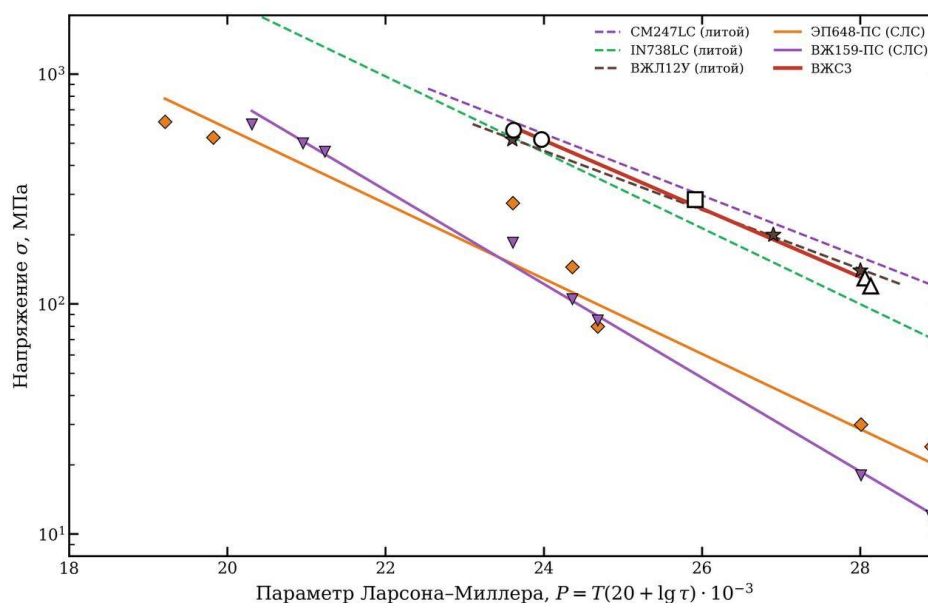


Рисунок 4.5 – Зависимость напряжения от параметра Ларсона–Миллера для сплава ВЖСЗ на обобщённой диаграмме Ларсона–Миллера в сопоставлении со SM247LC [154], IN738LC [28], ВЖЛ12У [127], ЭП648-ПС и ВЖ159-ПС [118, 120–121] (точки - индивидуальные испытания ВЖСЗ при 800, 900 и 1000 °С)

Положение диаграммы Ларсона–Миллера для ВЖСЗ экспериментально подтверждает результат обратного проектирования: уровень допустимых напряжений $\sigma_{100ч}^{1000} \approx 130$ МПа соответствует требованиям, предъявляемым к материалам рабочих лопаток газотурбинных двигателей. Существенно, что данный уровень достигнут при возможности изготовления методом аддитивного производства, что недоступно для литейных аналогов.

4.5 Общие выводы к главе 4

1. Установлено, что пространство составов, одновременно удовлетворяющих условиям $E > E_{cr}, \bar{N}_v < \bar{N}_v^{cr}, f_{\gamma'}^{eq} \geq 55\%$ и $\Delta T_{sol} \leq 80$ °С, не содержит ни одного существующего промышленного сплава. Оптимизация в 12-мерном пространстве составов ($\sim 10^4$ вычислений CALPHAD) показала, что достижение $E > E_{cr}$ при $f_{\gamma'} \approx 60\%$ требует одновременного снижения $T_{sol}^{\gamma'}$

до 1170 °C и увеличения $\tau_n(900\text{ °C})$ не менее чем до 2 с, что недостижимо в рамках модификации известных литейных сплавов и требует проектирования состава *ab initio*.

2. Сформулирована и реализована стратегия обратного легирования, включающая три независимых направления: (а) привлечение Ta и Re как медленнодиффундирующих γ' -формирующих и γ -матричных элементов для увеличения τ_n на порядок, (б) увеличения отношения Al/Ti > 3,5 при минимизации абсолютного содержания Ti для снижения $T_{sol}^{\gamma'}$, (в) балансировка содержания Co, W и Cr по расчётной функции \bar{N}_v для подавления ТПУ-фаз и поддержания окислительной стойкости. Полученная композиция не имеет прямого прототипа среди промышленных или экспериментальных никелевых сплавов.

3. Расчётные термодинамические параметры сплава ВЖСЗ по CALPHAD: $f_{\gamma'}^{eq}(850\text{ °C}) \approx 60\%$, $T_{sol}^{\gamma'} \approx 1170\text{ °C}$, $\Delta T_{sol} \approx 80\text{ °C}$, $\tau_n(900\text{ °C}) > 3,0\text{ с}$, $\bar{N}_v < 2,45$, $|\delta| < 0,2\%$. E_{norm} сплава ВЖСЗ превышает пороговое значение E_{cr} на фоне сопоставления с CM247LC, MAR-M-247 и CMSX-4, расположенных глубоко ниже критической плоскости.

4. Экспериментально подтверждён бездефектный синтез сплава ВЖСЗ методом СЛС без подогрева подложки: на металлографических шлифах макротрещины не обнаружены. Указанный результат является первым для поликристаллического никелевого жаропрочного сплава с $f_{\gamma'} \approx 60\%$, полученного аддитивным способом.

5. Испытания на длительную прочность после рекристаллизационной термической обработки в направлении построения XZ установили $\sigma = 130\text{ МПа}$ при $T = 1000\text{ °C}$ и ресурсе более 100 ч, что соответствует уровню литых промышленных сплавов. Совокупность результатов (бездефектный синтез при $f_{\gamma'} \approx 60\%$ и длительная прочность на уровне литых промышленных сплавов) подтверждает масштабируемость методологии направленного проектирования на основе критерия E и демонстрирует возможность создания поликристаллического

никелевого жаропрочного сплава для рабочих лопаток газотурбинных двигателей, пригодного для бездефектного аддитивного производства методом СЛС.

6. По данным оптической металлографии и СЭМ, ВЖСЗ после полного цикла термообработки имеет зёрнистую структуру, где соседствуют крупные рекристаллизованные и мелкозернистые области, и сформированную бимодальную γ/γ' -микроструктуру с регулярной сеткой кубоидной γ' ($d \approx 0,4-0,8$ мкм). Карбиды МС-типа сидят преимущественно по границам зёрен.

7. Кратковременные механические свойства ВЖСЗ при одноосном растяжении держатся на устойчивом уровне во всём интервале температур: при 20 °С $\sigma_B = 1354$ МПа, $\sigma_{0,2} = 876$ МПа, $\delta_5 = 24,5$ %, при 800 °С $\sigma_B = 962$ МПа, $\sigma_{0,2} = 830$ МПа, $\delta_5 = 25,0$ %. При 1000 °С - $\sigma_B = 436$ МПа, $\sigma_{0,2} = 340$ МПа, $\delta_5 = 6,2$ %. То, что $\delta_5 \geq 24$ % при 20 и 800 °С, заметно выше литых аналогов класса ЖС6У и подтверждает: к охрупчиванию при кратковременном нагружении сплав не склонен.

8. Длительная прочность ВЖСЗ по серии параллельных испытаний составила $\sigma_{100ч}^{800} \approx 575$ МПа, $\sigma_{100ч}^{900} \approx 290$ МПа и $\sigma_{100ч}^{1000} \approx 130$ МПа - это уровень литых промышленных сплавов. Коэффициент вариации времени до разрушения $CV(\tau) = 7-17$ % говорит об умеренном разбросе ресурса. А сохранение пластичности при разрушении ($\delta = 3,9-9,6$ %, $\psi = 4,0-12,0$ %) исключает хрупкое разрушение и подтверждает пригодность сплава к длительной эксплуатации в условиях горячих элементов газотурбинных двигателе

ГЛАВА 5. АПРОБАЦИЯ РАЗРАБОТАННЫХ СПЛАВОВ И ВНЕДРЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ РАБОТЫ

5.1 Постановка задачи апробации

Установленные в главах 3 и 4 закономерности формирования структуры и комплекса физико-механических свойств синтезированных сплавов ВЖС1 и ВЖС3 получены на образцах-свидетелях стандартной геометрии, изготовленных в контролируемых лабораторных условиях. Вместе с тем окончательным критерием технологической пригодности разработанного материала к применению в горячем тракте газотурбинного двигателя служит не лабораторный образец, а реальная деталь сложной геометрии, изготовленная методом селективного лазерного сплавления и подвергнутая натурному нагружению в составе двигателя. Именно перенос результата с уровня образца на уровень детали, сохраняющей бездефектность и геометрическую стабильность после эксплуатационного воздействия, замыкает прикладную часть верификационной цепочки «модель E → состав → структура → свойства → деталь».

Объектом апробации выбрана заготовка детали «Крыльчатка турбины» (колесо турбины) малоразмерного газотурбинного двигателя (МГТД) - моноблочное рабочее колесо, объединяющее диск и радиальные лопатки в единой синтезированной заготовке. С точки зрения условий нагружения крыльчатка относится к наиболее ответственному классу роторных деталей: при работе она одновременно воспринимает центробежные нагрузки от собственного вращения, газодинамическое давление потока и термические напряжения, обусловленные неравномерным нагревом тонкостенных лопаток и массивного диска. Тонкостенная пространственная геометрия лопаточного венца в сочетании с массивной ступицей формирует существенную неоднородность теплоотвода при послойном синтезе и тем самым создаёт условия, максимально провоцирующие образование горячих трещин, - то есть

именно тот сценарий, предотвращение которого заложено в основу критерия трещиностойкости E (раздел 3.1).

Для апробации применён сплав ВЖС1 с рабочей температурой до 900 °С (глава 3), для которого в разделах 3.2-3.5 установлен полный комплекс структурных и прочностных характеристик. Задача апробации формулируется в двух взаимосвязанных аспектах: во-первых, подтвердить, что прогнозируемая критерием E и продемонстрированная на образцах бездефектность синтеза сохраняется при переходе к геометрически сложной тонкостенной моноблочной детали; во-вторых, установить, что синтезированная крыльчатка сохраняет структурную целостность и геометрию после натуральных испытаний в составе работающего двигателя. Изготовление заготовки и её натурные испытания выполнены в рамках программы инициативных работ совместно с ОАО «ЛИИП им. Гризодубовой В.С.».

5.2 Изготовление заготовки детали «Крыльчатка турбины» из сплава ВЖС1 и её натурные испытания

Заготовка детали «Крыльчатка турбины» изготовлена методом селективного лазерного сплавления из металлопорошковой композиции жаропрочного никелевого сплава ВЖС1 (глава 3) в виде моноблочного рабочего колеса с радиальным лопаточным венцом. После синтеза заготовка прошла полный цикл термической обработки, обеспечивающий формирование целевой бимодальной γ/γ' -структуры (разделы 3.2-3.3), и была передана в ОАО «ЛИИП им. Гризодубовой В.С.» для проведения натуральных испытаний в составе малоразмерного газотурбинного двигателя.

В ходе натуральных (стендовых) испытаний в составе МГТД крыльчатка подвергалась комбинированному воздействию центробежных, газодинамических (реактивных) и термических нагрузок, соответствующих эксплуатационным условиям роторных деталей горячего тракта. По завершении испытаний заготовка возвращена в НИЦ «Курчатовский

институт» - ВИАМ для проведения комплекса исследований, направленных на оценку состояния детали после эксплуатационного нагружения. Программа исследований включала четыре последовательных этапа: визуальный осмотр с макросъёмкой и выбором зон для последующего капиллярного контроля; контроль отсутствия поверхностных дефектов методом люминесцентной дефектоскопии ЛЮМ7-ОВ; контроль отсутствия внутренних дефектов методом цифровой радиографии; контроль геометрических размеров методом бесконтактного лазерного 3D-сканирования с построением карт отклонений относительно исходной CAD-модели.

5.3 Методики контроля заготовки после натуральных испытаний

Контроль отсутствия поверхностных дефектов выполнен с использованием люминесцентного набора дефектоскопических материалов ЛЮМ. Зоны капиллярного контроля выбраны по результатам предварительного визуального осмотра, в первую очередь на участках, где при макросъёмке выявлены индикации, визуально напоминающие трещины.

Контроль отсутствия внутренних дефектов проведён методом цифровой радиографии на рентгеновском компьютерном томографе с применением макрофокусной рентгеновской трубки и цифрового плоскочувствительного детектора. Режимы съёмки и параметры геометрии контроля приведены в таблице 5.1. Выбранное сочетание коэффициента геометрического увеличения ($\times 1,5$), размера пикселя детектора (200×200 мкм) и размера фокусного пятна (400 мкм) обеспечивает чувствительность контроля по минимальному выявляемому размеру внутренней несплошности на уровне 130 мкм.

Контроль геометрических размеров выполнен ручным лазерным 3D-сканером модели ScanForm-L5 методом бесконтактного сканирования поверхностей с построением графической (цветовой) карты отклонений относительно исходной CAD-модели при допуске $\pm 0,2$ мм. Заготовку размещали в центре вращающегося предметного столика; шаг угла поворота

столика составлял 15°. Карты отклонений строили для двух состояний - до натуральных испытаний и после них, - что позволило выполнить прямое сопоставление геометрии детали и выявить деформации, обусловленные эксплуатационным нагружением.

Таблица 5.1 – Параметры контроля заготовки методом цифровой радиографии

Параметры рентгеновского излучения	
Анодное напряжение, кВ	390
Ток трубки, мкА	1250
Размер фокусного пятна, мкм	400
Параметры плоскопанельного детектора	
Частота кадров, фпс	2
Аппаратное усиление, пФ	0,5
Размер пикселя, мкм	200 × 200
Настройка геометрии при цифровой радиографии	
Расстояние «источник – детектор», мм	1200
Расстояние «источник – объект», мм	800
Коэффициент геометрического увеличения	× 1,5

5.4 Результаты исследования заготовки после натуральных испытаний

5.4.1 Визуальный осмотр и капиллярный контроль

Визуальный осмотр заготовки после натуральных испытаний (рисунок 5.1) показал, что по всей поверхности крыльчатки отсутствуют видимые деформации, разрушения и иные дефекты лопаток рабочего колеса. Лопаточный венец сохранил исходную форму, признаков пластического изгиба, вырывов или сколов кромок лопаток не обнаружено. На обратной торцевой поверхности колеса турбины (рисунок 5.1, б, в) выявлены радиальные следы, визуально напоминающие трещины, что потребовало целенаправленного капиллярного контроля этих зон.

Капиллярный контроль методом ЛЮМ (рисунок 5.2) выявил на контролируемой поверхности лопаточного венца многочисленные прямолинейные индикаторные следы (рисунок 5.2, а). По характеру расположения и морфологии эти индикации относятся к макрорельефу поверхности, закономерно образующемуся при послойном лазерном синтезе, и не являются признаками трещин. На обратной (нижней) торцевой

поверхности заготовки, где при визуальном осмотре были обнаружены радиальные следы, индикаций капиллярного контроля не выявлено (рисунок 5.2, б), что прямо подтверждает отсутствие поверхностных трещин в этой зоне. Таким образом, радиальные следы на обратном торце колеса не имеют трещинной природы.

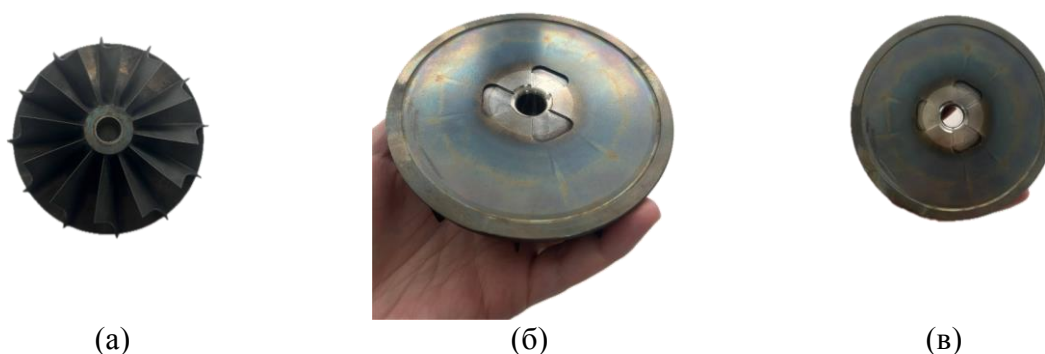


Рисунок 5.1 – Макрофотографии заготовки «Крыльчатка турбины» после натуральных испытаний: (а) вид со стороны лопаточного венца, (б, в) обратная торцевая поверхность колеса турбины с радиальными следами, визуально напоминающими трещины



Рисунок 5.2 – Результаты капиллярного контроля поверхности крыльчатки турбины методом ЛЮМ7-ОВ после натуральных испытаний: (а) сторона лопаточного венца - прямолинейные индикации макрорельефа послойного синтеза, (б) обратная торцевая поверхность - индикации отсутствия трещин

5.4.2 Цифровая радиография

Цифровые рентгенограммы заготовки, полученные в различных проекциях (рисунок 5.3), позволили оценить состояние внутренней структуры рабочего колеса турбины по всему объёму детали, включая массивную ступицу и тонкостенный лопаточный венец. По результатам анализа цифровых рентгенограмм установлено отсутствие внутренних дефектов - трещин, пор и расслоений - размером более 130 мкм. Структурная целостность материала сохраняется по всему объёму детали, как в области диска, так и в лопатках. Отсутствие внутренних несплошностей в моноблочной заготовке с резко неоднородным теплоотводом подтверждает на уровне реальной детали прогноз модели E о бездефектном синтезе сплава ВЖС1 (раздел 3.1) и согласуется с результатами металлографического анализа образцов-свидетелей, на шлифах которых макротрещины не обнаружены (раздел 3.2).

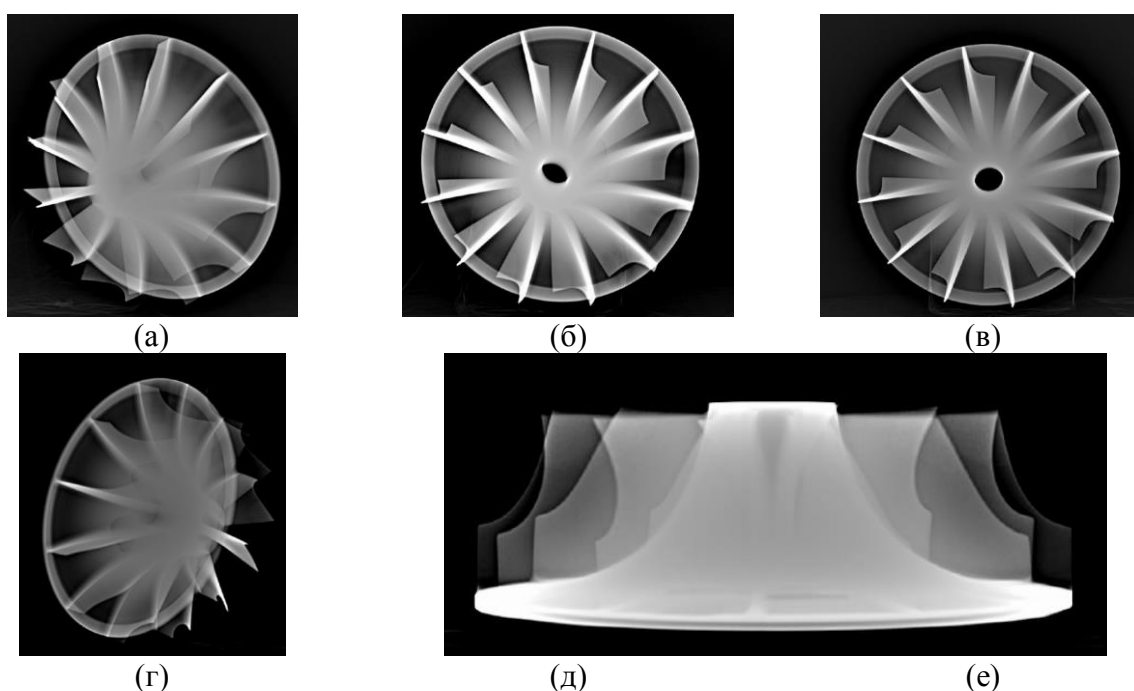


Рисунок 5.3 – Цифровые рентгенограммы заготовки детали «Крыльчатка турбины» в различных проекциях (а-г) и осевом сечении (д), внутренних дефектов размером более 130 мкм не выявлено

5.4.3 Контроль геометрии методом лазерного 3D-сканирования

Графические карты отклонений поверхности крыльчатки турбины относительно исходной CAD-модели, построенные до и после натуральных испытаний, приведены на рисунке 5.4. Сравнительный анализ карт показал, что распределение отклонений по поверхности лопаток и периферийной части основания колеса турбины в целом сохраняет одинаковый характер как до, так и после испытаний. Локальные участки повышенных отклонений, наблюдаемые в зонах кромок лопаток и на периферии диска, имеют схожее расположение на картах до и после испытаний, что указывает на отсутствие деформаций, вызванных воздействием центробежных, реактивных и тепловых нагрузок в условиях стендовых испытаний в составе МГТД.

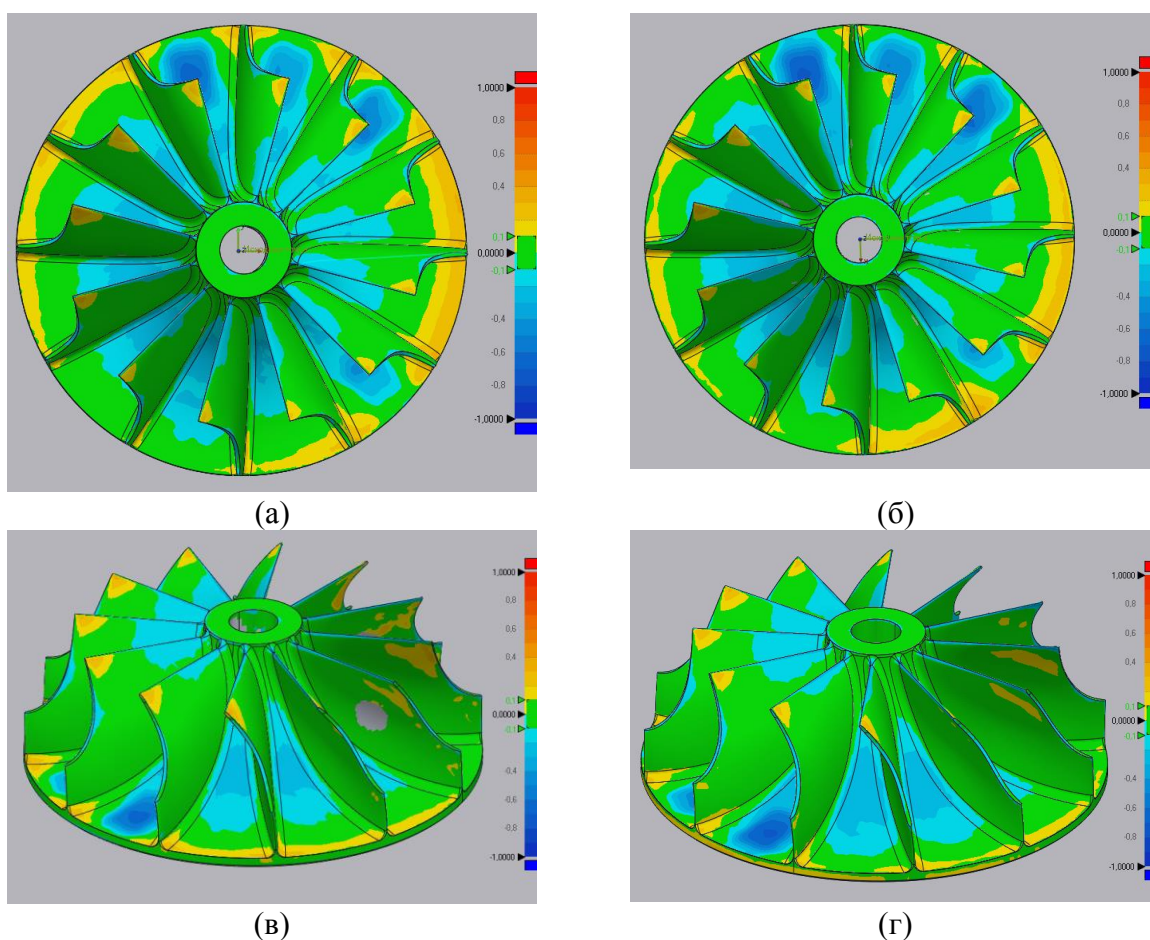


Рисунок 5.4 – Карты отклонений поверхности заготовки «Крыльчатка турбины» по результатам лазерного 3D-сканирования: (а, в) до натуральных испытаний; (б, г) после натуральных испытаний

Совокупность результатов трёх независимых методов контроля позволяет однозначно интерпретировать природу радиальных следов, выявленных при визуальном осмотре на обратном торце колеса. Отсутствие индикаций капиллярного контроля в этой зоне (раздел 5.4.1), отсутствие внутренних несплошностей по данным цифровой радиографии (раздел 5.4.2) и совпадение карт геометрических отклонений до и после испытаний (настоящий раздел) в совокупности показывают, что указанные следы не являются дефектами, образованными в процессе натуральных испытаний; их появление связано с механической обработкой или сборкой двигателя. Тем самым подтверждено, что синтезированная из сплава ВЖС1 крыльчатка турбины сохранила как структурную целостность, так и геометрическую стабильность после натурального нагружения в составе работающего МГТД.

5.5 Внедрение результатов работы

Результаты диссертационной работы по разработке жаропрочных никелевых сплавов ВЖС1 и ВЖС3 для технологии селективного лазерного сплавления внедряются в рамках комплекса научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ, направленных на создание роторных и статорных деталей горячего тракта перспективных газотурбинных двигателей. Работа выполнялась в рамках Дорожной карты «По разработке и внедрению нового жаропрочного никелевого сплава применительно к изготовлению заготовок рабочих лопаток и сопловых аппаратов турбины низкого давления двигателя ПД-35(26) методом селективного лазерного сплавления» (АО «ОДК-Авиадвигатель») и научно-исследовательской работы по разработке экспериментальных составов жаропрочных никелевых сплавов применительно к изготовлению рабочих лопаток и сопловых аппаратов ГНД методом селективного лазерного сплавления (шифр ССВ-253).

Сплав ВЖС1 доведён до стадии изготовления реальной детали газотурбинного двигателя - крыльчатки турбины - и её натуральных испытаний в

составе МГТД, по результатам которых подтверждены бездефектность синтезированной моноблочной заготовки и сохранение её структурной и геометрической целостности после эксплуатационного нагружения (разделы 5.2-5.4). Высоколегированный сплав ВЖС3 с объёмной долей γ' -фазы около 60 % и рабочей температурой до 1000 °С внедряется на уровне указанных программ применительно к наиболее теплонагруженным роторным деталям горячего тракта, для которых уровень жаропрочности литейных аналогов в сочетании с возможностью бездефектного аддитивного изготовления прежде был недостижим. Совокупность результатов лабораторных исследований (главы 3 и 4) и апробации на реальной детали (настоящая глава) подтверждает практическую применимость разработанной методологии направленного проектирования жаропрочных никелевых сплавов на основе критерия трещиностойкости E для серийного аддитивного производства ответственных деталей газотурбинных двигателей.

5.6 Общие выводы к главе 5

1. Выполнена апробация разработанного сплава ВЖС1 на реальной детали газотурбинного двигателя: методом селективного лазерного сплавления изготовлена моноблочная заготовка детали «Крыльчатка турбины» с тонкостенным лопаточным венцом, прошедшая натурные испытания в составе малоразмерного газотурбинного двигателя совместно с ОАО «ЛИИП им. Гризодубовой В.С.». Бездефектное изготовление геометрически сложной тонкостенной моноблочной детали при резко неоднородном теплоотводе подтверждает работоспособность критерия трещиностойкости E на уровне реальной детали, а не только образца-свидетеля.

2. Капиллярный контроль методом ЛЮМ показал, что выявленные на стороне лопаточного венца многочисленные прямолинейные индикации относятся к макрорельефу поверхности, образуемому при послойном

синтезе, и не являются трещинами; на обратной торцевой поверхности колеса индикации отсутствуют. Радиальные следы, визуально напоминающие трещины и обнаруженные при осмотре обратного торца, трещинной природы не имеют.

3. Контроль методом цифровой радиографии установил отсутствие внутренних дефектов (трещин, пор, расслоений) размером более 130 мкм при сохранении структурной целостности материала по всему объёму детали, включая диск и лопатки. Это подтверждает на уровне реальной детали прогноз модели E о бездефектном синтезе сплава ВЖС1 и согласуется с результатами металлографии образцов-свидетелей (раздел 3.2).

4. Сравнительный анализ карт отклонений геометрии, построенных лазерным 3D-сканированием до и после натуральных испытаний, показал совпадение характера распределения отклонений и расположения локальных экстремумов в зонах кромок лопаток и периферии диска, что свидетельствует об отсутствии деформаций, вызванных центробежными, реактивными и тепловыми нагрузками в условиях испытаний в составе МГТД. Совокупность данных трёх методов контроля показывает, что радиальные следы на обратном торце колеса связаны с механической обработкой или сборкой двигателя, а не с натурными испытаниями.

5. Апробация замыкает прикладную часть верификационной цепочки «модель E → состав → структура → свойства → деталь»: синтезированная из сплава ВЖС1 крыльчатка турбины сохранила структурную целостность и геометрическую стабильность после натурального нагружения в составе работающего двигателя.

6. Результаты работы внедряются в рамках Дорожной карты по двигателю ПД-35(26) (АО «ОДК-Авиадвигатель»): сплав ВЖС1 доведён до изготовления и натуральных испытаний реальной детали ГТД, сплав ВЖС3 внедряется на уровне указанных программ применительно к наиболее теплонагруженным роторным деталям горячего тракта.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан обобщённый критерий трещиностойкости E для никелевых жаропрочных сплавов, получаемых методом селективного лазерного сплавления, объединяющий три механизма растрескивания – в процессе кристаллизации, холодные и ликвационные трещины – с учётом кинетики выделения γ' -фазы; граничное условие критерия является $E > E_{кр}$, где $E_{кр}$ равняется 1.

2. Проведена оптимизация химического состава в соответствии с обобщённым критерием трещиностойкости E и разработаны:

- жаропрочный никелевый сплав марки ВЖС1 с рабочей температурой до 900 °С, превосходящий по уровню свойств все отечественные жаропрочные сплавы, применяемые в технологии селективного лазерного сплавления, обладающий следующими прочностными характеристиками (средние значения): при 20°С: $\sigma_b=1446$ МПа, $\sigma_{0,2}=959$ МПа, $\delta=19,3$ %; при 900°С: $\sigma_b=504$ МПа, $\sigma_{0,2}=469$ МПа, $\delta=9,7$ %, $\sigma_{100}^{800}=420$ МПа;

- высоколегированный жаропрочный никелевый сплав марки ВЖС3 с объемной долей γ' -фазы 63-67 % и рабочей температурой до 1000°С, не имеющий прямых аналогов для технологии селективного лазерного сплавления путем применения комплексного подхода, заключающегося в оптимизации соотношений твёрдорастворных, γ' - и карбидообразующих легирующих элементов, обладающий следующими прочностными характеристиками (средние значения): при 20°С: $\sigma_b=1354$ МПа, $\sigma_{0,2}=876$ МПа, $\delta=24,5$ %; при 1000°С: $\sigma_b=446$ МПа, $\sigma_{0,2}=340$ МПа, $\delta=6,2$ %, $\sigma_{100}^{1000}=130$ МПа.

3. Исследование влияния селективного лазерного сплавления, газостатической и термической обработки на эволюцию структуры разработанных сплавов с применением методов ПЭМ, дифракции электронов и РЭМ с дифракцией обратно рассеянных электронов позволили установить следующие особенности:

- бимодальное распределение γ' -фазы в синтезированных сплавах ВЖС1 и ВЖС3 после полной термической обработки, определяющее высокий уровень механических свойств во всем интервале рабочих температур по сравнению с

литейными сплавами, при этом для сплава ВЖС1 частицы γ' -фазы имеют округлую формы, а для сплава ВЖС3 – кубическую, что обусловлено более высоким содержанием γ' -образующих элементов и, как следствие, различными значениями мисфита;

- эффект подавления зародышеобразования избыточной γ' -фазы в пересыщенной метастабильной субструктуре сплава ВЖС1, при селективном лазерном сплавлении, обусловленный влиянием высоких скоростей кристаллизации микрообъемов ванны расплава и широкой однофазной областью существованию γ -твердого раствора, который вносит вклад в снижение остаточных напряжений и предотвращение образования трещин в синтезированном материале;

- формирование двойников отжига в структуре рекристаллизованных зерен синтезированного сплава ВЖС1 после полной термической обработки, способствующих повышению уровня механических свойств.

4. По результатам испытаний на высокотемпературную ползучесть сплава ВЖС1 установлен доминирующий механизм ползучести – дислокационный (скольжение и переползание дислокаций) с выраженным вкладом γ' -фазы и карбидов в упрочнение, что определяют полученные значения степенного показателя напряжения $n = 6,24$ и эффективной энергии активации ползучести $Q_c \approx 613$ кДж/моль.

5. По результатам испытаний на длительную прочность в интервале температур от 800 °С до 1000 °С установлены зависимости параметра Ларсона–Миллера для разработанных жаропрочных никелевых сплавов марок ВЖС1 и ВЖС3, которые показали значительное преимущество новых сплавов в сравнении с применяемыми в технологиях аддитивного производства ЭП648, ВЖ159 и IN939. При этом новый сплав марки ВЖС3 с рабочей температурой до 1000 °С показал преимущество в ресурсе по сравнению с литыми IN738LC и IN713lc, немного уступая литым ВЖЛ12У и CM247LC, что ранее считалось недостижимым для синтезированных материалов ввиду структурных особенностей.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Computer Automated Manufacturing Process and System: pat. US4665492A. 1987 [Электронный ресурс]. URL: <https://patents.google.com/patent/US4665492>.
2. Celebrating Chuck Hull & the SLA-1 Original 3D Printer – Now a Historic Mechanical Engineering Landmark [Электронный ресурс] // 3DPrint.com. 2016. URL: <https://3dprint.com/134861/chuck-hull-asme-landmark/>.
3. DebRoy T., Wei H.L., Zuback J.S., Mukherjee T., Elmer J.W., Milewski J.O., Beese A.M., Wilson-Heid A., De A., Zhang W. Additive Manufacturing of Metallic Components – Process, Structure and Properties // Progress in Materials Science. 2018. Vol. 92. P. 112–224. DOI 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
4. Benedyk J.C. Additive Manufacturing of Aluminum Alloys [Электронный ресурс] // Light Metal Age. 2018. February. URL: <https://www.lightmetalage.com/news/industry-news/3d-printing/article-additive-manufacturing-of-aluminum-alloys/>.
5. Additive Manufacturing Market Forecast to Reach \$51 Billion by 2030 [Электронный ресурс] // Metal Additive Manufacturing. 2021. 8 April. URL: <https://www.metal-am.com/am-market-forecast-to-reach-51-billion-by-2030/>.
6. Will 3D Printing Replace Conventional Manufacturing? [Электронный ресурс]. Boston, MA: Lux Research, Inc., 2021. URL: <https://luxresearchinc.com/resources/chemicals/will-3d-printing-replace-conventional-manufacturing/>.
7. Siemens and E.ON Reach Milestone with 3D-Printed Burner for SGT-700 Gas Turbine [Электронный ресурс] // Siemens. 2018. URL: <https://press.siemens.com/global/en/pressrelease/siemens-and-eon-reach-milestone-3d-printed-burner-sgt-700-gas-turbine>.

8. Kellner T. An Epiphany of Disruption: GE Additive Chief Explains How 3D Printing Will Upend Manufacturing [Электронный ресурс] // GE News. 2017. URL: <https://www.ge.com/news/reports/epiphany-disruption-ge-additive-chief-explains-3d-printing-will-upend-manufacturing>.
9. Beechcraft Denali [Электронный ресурс] // Textron Aviation. URL: <https://beechcraft.txtav.com/en/denali>.
10. Davis J.R. (ed.). ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys. Materials Park, OH: ASM International, 2000. 442 p. ISBN 0-87170-685-7.
11. Reed R.C. The Superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 372 p. ISBN 978-0-521-85904-2.
12. Goodfellow A.J. Strengthening Mechanisms in Polycrystalline Nickel-Based Superalloys // Materials Science and Technology. 2018. Vol. 34, no. 15. P. 1793–1808. DOI 10.1080/02670836.2018.1461594.
13. Nowotnik A. Nickel-Based Superalloys // Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. Amsterdam: Elsevier, 2016. DOI 10.1016/B978-0-12-803581-8.02574-1.
14. Sabol G.P., Stickler R. Microstructure of Nickel-Based Superalloys // Physica Status Solidi (b). 1969. Vol. 35. P. 11–52. DOI 10.1002/pssb.19690350102.
15. Murty K.L., Charit I. An Introduction to Nuclear Materials: Fundamentals and Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2013. 371 p. ISBN 978-3-527-40767-5.
16. Norton F.H. The Creep of Steel at High Temperatures. 1st ed. New York; London: McGraw-Hill, 1929. vii, 90 p.
17. Frank F.C., Read W.T. Multiplication Processes for Slow Moving Dislocations // Physical Review. 1950. Vol. 79, no. 4. P. 722–723. DOI 10.1103/PhysRev.79.722.
18. Weertman J. Theory of Steady-State Creep Based on Dislocation Climb // Journal of Applied Physics. 1955. Vol. 26, no. 10. P. 1213–1217. DOI 10.1063/1.1721875.

19. Kassner M.E. Taylor Hardening in Five-Power-Law Creep of Metals and Class M Alloys // *Acta Materialia*. 2004. Vol. 52, no. 1. P. 1–9. DOI 10.1016/j.actamat.2003.08.032.
20. Garofalo F. *Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals*. New York: Macmillan, 1965. 258 p.
21. Murty K.L., Dentel G., Britt J. Effect of Temperature on Transitions in Creep Mechanisms in Class-A Alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 410–411. P. 28–31. DOI 10.1016/j.msea.2005.08.108.
22. Nabarro F.R.N. *Deformation of Crystals by the Motion of Single Ions* // Report of a Conference on the Strength of Solids. London: Physical Society, 1948. P. 75–90.
23. Herring C. Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid // *Journal of Applied Physics*. 1950. Vol. 21, no. 5. P. 437–445. DOI 10.1063/1.1699681.
24. Coble R.L. A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials // *Journal of Applied Physics*. 1963. Vol. 34, no. 6. P. 1679–1682. DOI 10.1063/1.1702656.
25. Langdon T.G. Grain Boundary Sliding as a Deformation Mechanism during Creep // *Philosophical Magazine*. 1970. Vol. 22, no. 178. P. 689–700. DOI 10.1080/14786437008220939.
26. Harper J., Dorn J.E. Viscous Creep of Aluminium near Its Melting Temperature // *Acta Metallurgica*. 1957. Vol. 5. P. 654–666.
27. Kassner M.E., Kumar P., Blum W. Harper–Dorn Creep // *International Journal of Plasticity*. 2007. Vol. 23, no. 6. P. 980–1000. DOI 10.1016/j.ijplas.2006.10.005.
28. Sawada K., Kimura K., Abe F. et al. Data Sheets on the Elevated-Temperature Properties of Nickel Based 16Cr–8.5Co–3.5Al–3.5Ti–2.6W–1.8Mo–0.9Nb Superalloy Casting for Gas Turbine Components. NIMS Creep Data Sheet No. 49A. Tsukuba: National Institute for Materials Science, 2012. DOI 10.11503/nims.1053.

29. Sawada K., Kimura K., Abe F. et al. Catalog of NIMS Creep Data Sheets // Science and Technology of Advanced Materials. 2019. Vol. 20, no. 1. DOI 10.1080/14686996.2019.1697616.
30. Brown A.M., Ashby M.F. Correlations for Diffusion Constants // Acta Metallurgica. 1980. Vol. 28, no. 8. P. 1085–1101.
31. Larson F.R., Miller J. A Time-Temperature Relationship for Rupture and Creep Stresses // Transactions of the ASME. 1952. Vol. 74. P. 765–771.
32. Monkman F.C., Grant N.J. An Empirical Relationship Between Rupture Life and Minimum Creep Rate in Creep-Rupture Tests // Proceedings of the ASM. 1956. Vol. 56. P. 593–620.
33. Xu J., Gruber H., Boyd R., Jiang S., Peng R.L., Moverare J.J. On the Strengthening and Embrittlement Mechanisms of an Additively Manufactured Nickel-Base Superalloy // Materialia. 2020. Vol. 10. Art. 100657. DOI 10.1016/j.mtla.2020.100657.
34. Reppich B. Some New Aspects Concerning Particle Hardening Mechanisms in γ' Precipitating Ni-Base Alloys – I. Theoretical Concept // Acta Metallurgica. 1982. Vol. 30, no. 1. P. 87–94. DOI 10.1016/0001-6160(82)90048-7.
35. Reppich B., Schepp P., Wehner G. Some New Aspects Concerning Particle Hardening Mechanisms in γ' Precipitating Nickel-Base Alloys – II. Experiments // Acta Metallurgica. 1982. Vol. 30, no. 1. P. 95–104. DOI 10.1016/0001-6160(82)90049-9.
36. Heilmaier M., Leetz U., Reppich B. Order Strengthening in the Cast Nickel-Based Superalloy IN 100 at Room Temperature // Materials Science and Engineering: A. 2001. Vol. 319–321. P. 375–378. DOI 10.1016/S0921-5093(01)00989-3.
37. Suryanarayana C. Mechanical Alloying: A Novel Technique to Synthesize Advanced Materials // Research. 2019. Vol. 2019. Art. 4219812. DOI 10.34133/2019/4219812.
38. Сухов Д.И., Неруш С.В., Ефимочкин И.Ю., Карачевцев Ф.Н., Богачев И.А. Получение металломатричных композитов на основе сплава ВЖ159

методом селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 2 (63). Ст. 07. DOI 10.18577/2713-0193-2021-0-2-62-72.

39. Lin C.Y., Bor H.Y., Wei C.N., Liao C.H. Compositional Optimization of IN718 Superalloy Powder for Additive Manufacturing // *Materials Science Forum*. 2018. Vol. 941. P. 2167–2172. DOI 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.2167.
40. Helmer H.E., Körner C., Singer R.F. Additive Manufacturing of Nickel-Based Superalloy Inconel 718 by Selective Electron Beam Melting: Processing Window and Microstructure // *Journal of Materials Research*. 2014. Vol. 29, no. 17. P. 1987–1996. DOI 10.1557/jmr.2014.192.
41. Ruan G., Liu C., Qu H., Guo C., Li G., Li X., Zhu Q. A Comparative Study on Laser Powder Bed Fusion of IN718 Powders Produced by Gas Atomization and Plasma Rotating Electrode Process // *Materials Science and Engineering: A*. 2022. Vol. 850. Art. 143589. DOI 10.1016/j.msea.2022.143589.
42. Engeli R., Etter T., Hövel S., Wegener K. Processability of Different IN738LC Powder Batches by Selective Laser Melting // *Journal of Materials Processing Technology*. 2016. Vol. 229. P. 484–491. DOI 10.1016/j.jmatprotec.2015.09.046.
43. Grey R.O., Beddow J.K. On the Hausner Ratio and Its Relationship to Some Properties of Metal Powders // *Powder Technology*. 1969. Vol. 2, no. 6. P. 323–326. DOI 10.1016/0032-5910(69)80024-0.
44. Engeli R., Etter T., Geiger F., Stankowski A., Wegener K. Effect of Si on the SLM Processability of IN738LC // *Proceedings of the 26th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium (SFF 2015)*, Austin, TX. Austin: University of Texas at Austin, 2015. P. 823–831.
45. Engeli R., Etter T., Meidani H. Gamma Prime Precipitation Strengthened Nickel-Based Superalloy for Use in Powder Based Additive Manufacturing Process: pat. EP2886225 B1. 2015.

46. Сухов Д.И., Неруш С.В., Беляков С.В., Мазалов П.Б. Исследование параметров шероховатости поверхностного слоя и точности изготовления изделий аддитивного производства // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2017. № 9 (690). С. 73–84. DOI 10.18698/0536-1044-2017-9-73-84.
47. Kumar P., Farah J., Akram J., Teng C., Ginn J., Misra M. Influence of Laser Processing Parameters on Porosity in Inconel 718 during Additive Manufacturing // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2019. Vol. 103, no. 1. P. 1497–1507. DOI 10.1007/s00170-019-03655-9.
48. Arısoy Y.M., Criales L.E., Özel T., Lane B., Moylan S., Donmez A. Influence of Scan Strategy and Process Parameters on Microstructure and Its Optimization in Additively Manufactured Nickel Alloy 625 via Laser Powder Bed Fusion // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2017. Vol. 90, no. 5–8. P. 1393–1417. DOI 10.1007/s00170-016-9429-z.
49. 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-738 LC Using Doehlert's Design // Rapid Prototyping Journal. 2017. Vol. 23, no. 5. P. 881–892. DOI 10.1108/RPJ-04-2016-0063.
50. 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 // Materials Science and Technology. 2016. Vol. 32, no. 7. P. 657–661. DOI 10.1179/1743284715Y.0000000108.
51. Akram J., Chalavadi P., Pal D., Stucker B. Understanding Grain Evolution in Additive Manufacturing through Modeling // Additive Manufacturing. 2018. Vol. 21. P. 255–268. DOI 10.1016/j.addma.2018.03.021.
52. Ramsperger M., Roncery L.M., Lopez-Galilea I., Singer R.F., Theisen W., Körner C. Solution Heat Treatment of the Single Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Fabricated by Selective Electron Beam Melting //

- Advanced Engineering Materials. 2015. Vol. 17, no. 10. P. 1486–1493. DOI 10.1002/adem.201500037.
53. Fortuna S.V., Gurianov D.A., Kalashnikov K.N. Directional Solidification Features of Nickel-Based Superalloy in the Electron Beam Additive Manufacturing Process // Proceedings of the International Conference on Advanced Materials with Hierarchical Structure for New Technologies and Reliable Structures 2019. AIP Publishing, 2019. Vol. 2167, no. 1. Art. 020107. DOI 10.1063/1.5131974.
 54. Magerramova L., Vasilyev B., Kinzburskiy V. Novel Designs of Turbine Blades for Additive Manufacturing // Proceedings of the ASME Turbo Expo 2016: Turbomachinery Technical Conference and Exposition. Vol. 5C: Heat Transfer. Seoul, South Korea, June 13–17, 2016. New York: ASME, 2016. Paper V05CT18A001. DOI 10.1115/GT2016-56084.
 55. Day D., Kawecki E., McNally J.R., Rosenbarger T.J. Development and Material Characterization of an Additively Manufactured Nickel Alloy for Turbine Applications // Proceedings of the ASME Turbo Expo 2018: Turbomachinery Technical Conference and Exposition. Vol. 6: Ceramics; Controls, Diagnostics, and Instrumentation; Education; Manufacturing Materials and Metallurgy. Oslo, Norway, June 11–15, 2018. New York: ASME, 2018. Paper GT2018-76614, V006T24A019. DOI 10.1115/GT2018-76614.
 56. Vogel G., Torkaman A., McNally J., Lonnie H., Rosenbarger T.J. Advanced Cooling Design and Validation of an Additive Manufactured Turbine Component for F-Class Industrial Gas Turbine // ASME Advanced Manufacturing and Repair for Gas Turbines Symposium. Berlin, 2019.
 57. Vogel G., Torkaman A. Innovative Manufacturing Methods for Gas Turbine Flow Path Components: An Approach, Experience and Practical Applications with Additive Manufacturing // ASME Advanced Manufacturing and Repair for Gas Turbines Symposium. Charlotte, NC, 2020.

58. Bridges A., Shingledecker J., Torkaman A., Houck L. Metallurgical Evaluation of an Additively Manufactured Nickel-Base Superalloy for Gas Turbine Guide Vanes // Volume 8: Industrial and Cogeneration; Manufacturing Materials and Metallurgy; Marine; Microturbines, Turbochargers, and Small Turbomachines. ASME Turbo Expo 2020. New York: ASME, 2020. Art. GT2020-15363. DOI 10.1115/GT2020-15363.
59. Heydari D., Fard A.S., Bakhshi A., Drezet J.-M. Hot Tearing in Polycrystalline Ni-Based IN738LC Superalloy: Influence of Zr Content // Journal of Materials Processing Technology. 2014. Vol. 214, no. 3. P. 681–687. DOI 10.1016/j.jmatprotec.2013.10.001.
60. Zhang X. et al. Cracking Mechanism and Susceptibility of Laser Melting Deposited Inconel 738 Superalloy // Materials & Design. 2019. Vol. 183. Art. 108105. DOI 10.1016/j.matdes.2019.108105.
61. Sidhu R.K., Ojo O.A., Chaturvedi M.C. Microstructural Analysis of Laser-Beam-Welded Directionally Solidified INCONEL 738 // Metallurgical and Materials Transactions A. 2007. Vol. 38, no. 4. P. 858–870. DOI 10.1007/s11661-006-9063-8.
62. Chiang M.F., Chen C. Induction-Assisted Laser Welding of IN-738 Nickel-Based Superalloy // Materials Chemistry and Physics. 2009. Vol. 114, no. 1. P. 415–419. DOI 10.1016/j.matchemphys.2008.09.051.
63. Sawada K., Kimura K., Abe F. et al. Data Sheets on the Elevated-Temperature Properties of Nickel Based 19Cr–18Fe–3Mo–5Nb–Ti–Al Corrosion-Resisting and Heat-Resisting Superalloy Bars (JIS NCF 718-B): NIMS Creep Data Sheet No. 59. Tsukuba: National Institute for Materials Science, 2011.
64. Special Metals Corporation. INCONEL alloy 740H – A Superalloy Specifically Designed for Advanced Ultra Supercritical Power Generation [Электронный ресурс]. Huntington, WV: Special Metals Corporation. URL: <https://www.specialmetals.com/documents/technical-bulletins/inconel/inconel-alloy-740h.pdf>.

65. Haynes Waspaloy Alloy Datasheet [Электронный ресурс] // Haynes International. 2017. URL: <https://www.specialtymetals.com.au/wp-content/uploads/2020/02/Specialty-Metals-Haynes-Waspaloy-Data-Sheet.pdf>.
66. Kanagarajah P., Brenne F., Niendorf T., Maier H.J. Inconel 939 Processed by Selective Laser Melting: Effect of Microstructure and Temperature on the Mechanical Properties under Static and Cyclic Loading // *Materials Science and Engineering: A*. 2013. Vol. 588. P. 188–195. DOI 10.1016/j.msea.2013.09.025.
67. Ramakrishnan A., Dinda G.P. Direct Laser Metal Deposition of Inconel 738 // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 740–741. P. 1–13. DOI 10.1016/j.msea.2018.10.020.
68. Sotov A.V., Agapovichev A.V., Smelov V.G., Kokareva V.V., Dmitrieva M.O., Melnikov A.A., Golanov S.P., Anurov Yu.M. Investigation of the IN-738 Superalloy Microstructure and Mechanical Properties for the Manufacturing of Gas Turbine Engine Nozzle Guide Vane by Selective Laser Melting // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2020. Vol. 107, no. 5–6. P. 2525–2535. DOI 10.1007/s00170-020-05197-x.
69. Lee Y.S., Kirka M.M., Kim S., Sridharan N., Okello A., Dehoff R.R., Babu S.S. Asymmetric Cracking in Mar-M247 Alloy Builds During Electron Beam Powder Bed Fusion Additive Manufacturing // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2018. Vol. 49, no. 10. P. 5065–5079. DOI 10.1007/s11661-018-4788-8.
70. 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. Vol. 174. Art. 107793. DOI 10.1016/j.matdes.2019.107793.
71. Basak A., Das S. Microstructure of Nickel-Base Superalloy MAR-M247 Additively Manufactured through Scanning Laser Epitaxy (SLE) // *Journal of*

- Alloys and Compounds. 2017. Vol. 705. P. 806–816. DOI 10.1016/j.jallcom.2017.02.013.
72. Seidel A., Finaske T., Straubel A., Wendrock H., Maiwald T., Riede M., Lopez E., Brueckner F., Leyens C. Additive Manufacturing of Powdery Ni-Based Superalloys Mar-M-247 and CM 247 LC in Hybrid Laser Metal Deposition // Metallurgical and Materials Transactions A. 2018. Vol. 49, no. 9. P. 3812–3830. DOI 10.1007/s11661-018-4777-y.
73. Wang X., Carter L.N., Pang B., Attallah M.M., Loretto M.H. Microstructure and Yield Strength of SLM-Fabricated CM247LC Ni-Superalloy // Acta Materialia. 2017. Vol. 128. P. 87–95. DOI 10.1016/j.actamat.2017.02.007.
74. Ramakrishnan A., Dinda G.P. Microstructure and Mechanical Properties of Direct Laser Metal Deposited Haynes 282 Superalloy // Materials Science and Engineering: A. 2019. Vol. 748. P. 347–356.
75. Basak A., Das S. Epitaxy and Microstructure Evolution in Metal Additive Manufacturing // Annual Review of Materials Research. 2016. Vol. 46. P. 125–149. DOI 10.1146/annurev-matsci-070115-031728.
76. 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. 2014. Vol. 620. P. 213–222.
77. 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. Vol. 661. P. 240–246. DOI 10.1016/j.msea.2016.03.036.
78. Messé O.M.D.M., Muñoz-Moreno R., Illston T., Baker S., Stone H.J. Metastable Carbides and Their Impact on Recrystallisation in IN738LC Processed by Selective Laser Melting // Additive Manufacturing. 2018. Vol. 22. P. 394–404. DOI 10.1016/j.addma.2018.05.030.
79. Kuo Y.-L., Nagahari T., Kakehi K. The Effect of Post-Processes on the Microstructure and Creep Properties of Alloy 718 Built Up by Selective Laser

- Melting // *Materials*. 2018. Vol. 11, no. 6. Art. 996. DOI 10.3390/ma11060996.
80. Liu F., Lin X., Yang G., Huang C., Chen J., Huang W. Microstructures and Mechanical Properties of Laser Solid Formed Nickel Base Superalloy Inconel 718 Prepared in Different Atmospheres // *Acta Metallurgica Sinica*. 2010. Vol. 46, no. 9. P. 1047–1054. DOI 10.3724/SP.J.1037.2010.00046.
81. Ariasetta A., Kobayashi S., Takeyama M., Wang Y., Imano S. Characterization of Recrystallization and Second-Phase Particles in Solution-Treated Additively Manufactured Alloy 718 // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2020. Vol. 51. P. 973–981. DOI 10.1007/s11661-019-05560-y.
82. Hu Y.L., Li Y.L., Zhang S.Y., Lin X., Wang Z.H., Huang W.D. Effect of Solution Temperature on Static Recrystallization and Ductility of Inconel 625 Superalloy Fabricated by Directed Energy Deposition // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. Vol. 772. Art. 138711. DOI 10.1016/j.msea.2019.138711.
83. Li Q., Tian S., Yu H., Tian N., Su Y., Li Y. Effects of Carbides and Its Evolution on Creep Properties of a Directionally Solidified Nickel-Based Superalloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. Vol. 633. P. 20–27. DOI 10.1016/j.msea.2015.02.056.
84. Dubiel B., Sieniawski J. Precipitates in Additively Manufactured Inconel 625 Superalloy // *Materials*. 2019. Vol. 12, no. 7. Art. 1144. DOI 10.3390/ma12071144.
85. Lvov G., Levit V.I., Kaufman M.J. Mechanism of Primary MC Carbide Decomposition in Ni-Base Superalloys // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2004. Vol. 35, no. 6. P. 1669–1679. DOI 10.1007/s11661-004-0076-x.
86. Furillo F.T., Davidson J.M., Tien J.K., Jackman L.A. The Effects of Grain Boundary Carbides on the Creep and Back Stress of a Nickel-Base Superalloy

- // Materials Science and Engineering. 1979. Vol. 39. P. 267–273. DOI 10.1016/0025-5416(79)90065-X.
87. Tawancy H.M. On the Relationship Between Dislocation Creep Strength and Microstructure of a Solid-Solution-Strengthened Ni-Base Superalloy // Journal of Materials Engineering and Performance. 2019. Vol. 28. DOI 10.1007/s11665-019-03996-2.
88. Dai H.J., Gebelin J.-C., D'Souza N., Brown P.D., Dong H.B. Effect of Spiral Shape on Grain Selection during Casting of Single Crystal Turbine Blades // International Journal of Cast Metals Research. 2009. Vol. 22, no. 1–4. P. 54–57. DOI 10.1179/136404609X367317.
89. Körner C., Ramsperger M., Meid C., Bürger D., Wollgramm P., Bartsch M., Eggeler G. Microstructure and Mechanical Properties of CMSX-4 Single Crystals Prepared by Additive Manufacturing // Metallurgical and Materials Transactions A. 2018. Vol. 49, no. 9. P. 3781–3792. DOI 10.1007/s11661-018-4762-5.
90. Bürger D., Parsa A.B., Ramsperger M., Körner C., Eggeler G. Creep Properties of Single Crystal Ni-Base Superalloys (SX): A Comparison between Conventionally Cast and Additive Manufactured CMSX-4 Materials // Materials Science and Engineering: A. 2019. Vol. 762. Art. 138098. DOI 10.1016/j.msea.2019.138098.
91. Sinha O.P., Chatterjee M., Sarma V.V.R.S., Jha S.N. Effect of Residual Elements on High Performance Nickel Base Superalloys for Gas Turbines and Strategies for Manufacture // Bulletin of Materials Science. 2005. Vol. 28, no. 4. P. 379–382.
92. Razumovskiy V.I., Lozovoi A.Y., Razumovskii I.M. First-Principles-Aided Design of a New Ni-Base Superalloy: Influence of Transition Metal Alloying Elements on Grain Boundary and Bulk Cohesion // Acta Materialia. 2015. Vol. 82. P. 369–377. DOI 10.1016/j.actamat.2014.08.047.

93. Richards N.L., Chaturvedi M.C. Effect of Minor Elements on Weldability of Nickel Base Superalloys // *International Materials Reviews*. 2000. Vol. 45, no. 3. P. 109–129. DOI 10.1179/095066000101528331.
94. Holt R.T., Wallace W. Impurities and Trace Elements in Nickel-Base Superalloys // *International Metals Reviews*. 1976. Vol. 21, no. 1. P. 1–24. DOI 10.1179/imtr.1976.21.1.1.
95. Ford D.A. Importance of Trace Element Control on Mechanical and Foundry Properties of Cast Superalloys // *Metals Technology*. 1984. Vol. 11. P. 438. DOI 10.1179/030716984803274314.
96. Meetham G.W. Trace Elements in Superalloys – an Overview // *Metals Technology*. 1984. Vol. 11. P. 414–419. DOI 10.1179/030716984803275188.
97. McLean M., Strang A. Effects of Trace Elements on Mechanical Properties of Superalloys // *Metals Technology*. 1984. Vol. 11, no. 1. P. 454–464. DOI 10.1179/030716984803274800.
98. Nandwana P., Peter W.H., Dehoff R.R., Lowe L.E., Kirka M.M., Medina F., Babu S.S. Recyclability Study on Inconel 718 and Ti-6Al-4V Powders for Use in Electron Beam Melting // *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2015. Vol. 47, no. 1. P. 754–762. DOI 10.1007/s11663-015-0477-9.
99. Cordova L., Campos M., Tinga T. Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization // *JOM*. 2019. Vol. 71, no. 3. P. 1062–1072. DOI 10.1007/s11837-018-3305-2.
100. Montelione A., Ghods S., Schur R., Wisdom C., Arola D., Ramulu M. Powder Reuse in Electron Beam Melting Additive Manufacturing of Ti6Al4V: Particle Microstructure, Oxygen Content and Mechanical Properties // *Additive Manufacturing*. 2020. Vol. 35. Art. 101216. DOI 10.1016/j.addma.2020.101216.
101. Quintana O.A., Alvarez J., Mcmillan R., Tong W., Tomonto C. Effects of Reusing Ti-6Al-4V Powder in a Selective Laser Melting Additive System Operated in an Industrial Setting // *JOM*. 2018. Vol. 70, no. 9. P. 1863–1869. DOI 10.1007/s11837-018-3011-0.

102. Strondl A., Lyckfeldt O., Brodin H., Ackelid U. Characterization and Control of Powder Properties for Additive Manufacturing // JOM. 2015. Vol. 67, no. 3. P. 549–554. DOI 10.1007/s11837-015-1304-0.
103. Hann B.A. Powder Reuse and Its Effects on Laser Based Powder Fusion Additive Manufactured Alloy 718 // SAE International Journal of Aerospace. 2016. Vol. 9, no. 2. P. 209–213. DOI 10.4271/2016-01-2071.
104. Ghods S., Schultz E., Wisdom C., Schur R., Pahuja R., Montelione A., Arola D., Ramulu M. Electron Beam Additive Manufacturing of Ti6Al4V: Evolution of Powder Morphology and Part Microstructure with Powder Reuse // Materialia. 2020. Vol. 9. Art. 100631. DOI 10.1016/j.mtla.2020.100631.
105. Schur R., Ghods S., Wisdom C., Pahuja R., Montelione A., Arola D., Ramulu M. Mechanical Anisotropy and Its Evolution with Powder Reuse in Electron Beam Melting AM of Ti6Al4V // Materials & Design. 2021. Vol. 200. Art. 109450. DOI 10.1016/j.matdes.2021.109450.
106. Sun Y., Aindow M., Hebert R.J. The Effect of Recycling on the Oxygen Distribution in Ti-6Al-4V Powder for Additive Manufacturing // Materials at High Temperatures. 2018. Vol. 35, no. 1–3. P. 217–224. DOI 10.1080/09603409.2017.1389133.
107. Popov V.V., Katz-Demyanetz A., Garkun A., Bamberger M. The Effect of Powder Recycling on the Mechanical Properties and Microstructure of Electron Beam Melted Ti-6Al-4V Specimens // Additive Manufacturing. 2018. Vol. 22. P. 834–843. DOI 10.1016/j.addma.2018.06.003.
108. Callister W.D., Rethwisch D.G. Materials Science and Engineering: An Introduction. 8th ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2010. 992 p. ISBN 978-0-470-41997-7.
109. Son K.-T., Kassner M.E., Lee K.A. The Creep Behavior of Additively Manufactured Inconel 625 // Advanced Engineering Materials. 2019. Vol. 21, no. 10. Art. 1900543. DOI 10.1002/adem.201900543.
110. Popovich V.A., Borisov E.V., Heurtebise V., Riemslog T., Popovich A.A., Sufiiarov V.Sh. Creep and Thermomechanical Fatigue of Functionally

- Graded Inconel 718 Produced by Additive Manufacturing // TMS 2018 147th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings (The Minerals, Metals & Materials Series). Cham: Springer, 2018. DOI 10.1007/978-3-319-72526-0_9.
111. Kuo Y.-L., Horikawa S., Kakehi K. Effects of Build Direction and Heat Treatment on Creep Properties of Ni-Base Superalloy Built up by Additive Manufacturing // Scripta Materialia. 2017. Vol. 129. P. 74–78. DOI 10.1016/j.scriptamat.2016.10.035.
 112. Pröbstle M., Neumeier S., Hopfenmüller J., Freund L.P., Niendorf T., Schwarze D., Göken M. Superior Creep Strength of a Nickel-Based Superalloy Produced by Selective Laser Melting // Materials Science and Engineering: A. 2016. Vol. 674. P. 299–307. DOI 10.1016/j.msea.2016.07.061.
 113. Xu J., Gruber H., Deng D., Peng R.L., Moverare J.J. Short-Term Creep Behavior of an Additive Manufactured Non-Weldable Nickel-Base Superalloy Evaluated by Slow Strain Rate Testing // Acta Materialia. 2019. Vol. 179. P. 142–157. DOI 10.1016/j.actamat.2019.08.018.
 114. Wilkes J., Hoopes K., Helfand J. Creep and Tensile Properties of Direct Metal Laser Sintered (DMLS) Inconel 738LC Coupons and Comparison to Cast Properties [Электронный ресурс] // The 6th International Supercritical CO2 Power Cycles Symposium, Pittsburgh, PA, March 27–29, 2018. Paper 168. URL: https://sco2symposium.com/papers2018/materials/168_Paper.pdf.
 115. 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. Vol. 19, no. 4. P. 282–290. DOI 10.1108/13552541311323281.
 116. 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.

117. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Петрушин Н.В., Бакрадзе М.М., Неруш С.В., Шуртаков С.В., Мазалов И.С. Селективное лазерное сплавление: материалы и технологии для синтеза ресурсных деталей: учебное пособие. Москва: ВИАМ, 2024.
118. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 8–15. DOI 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
119. Евгенов А.Г., Рогалёв А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // Труды ВИАМ. 2015. № 2. Ст. 02. DOI 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
120. Мазалов И.С., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Перспективы применения жаропрочного структурно-стабильного сплава ВЖ159 для аддитивного производства высокотемпературных деталей ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 3–7. DOI 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
121. Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Медведев П.Н., Зайцев Д.В., Рогалев А.М. Особенности формирования структурно-фазового состояния сплава ЭП648 при селективном лазерном сплавлении // Труды ВИАМ. 2021. № 8 (102). Ст. 01. DOI 10.18577/2307-6046-2021-0-8-3-11.
122. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Сухов Д.И., Раевских А.Н. Структура и механические свойства коррозионностойкого жаропрочного никелевого сплава, полученного селективным лазерным сплавлением // Материаловедение. 2021. № 12. С. 3–10. DOI 10.31044/1684-579X-2021-0-12-3-10.

123. 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.
124. Мовенко Д.А., Шуртаков С.В. Причины образования микротрещин и снижение плотности их распределения в изделиях из никелевых жаропрочных сплавов, изготовленных методом СЛС (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). Ст. 04. DOI 10.18577/2713-0193-2022-0-2-43-51.
125. 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. DOI 10.18577/2071-9140-2020-0-4-3-11.
126. Асланян Г.Г., Сухов Д.И., Мин П.Г., Пескова А.В. Применение алгоритмов нелинейной оптимизации при отработке режимов селективного лазерного сплавления // *Технология металлов*. 2021. № 11. С. 36–50.
127. Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. М.: Московские учебники, 2018. 592 с.
128. Вершков А.В., Оспенникова О.Г., Неруш С.В. Разработка концепции интегрированной информационной системы по свойствам авиационных материалов с возможностью расчёта характеристик разрабатываемых новых материалов // *Труды ВИАМ*. 2015. № 5. Ст. 01. DOI 10.18577/2307-6046-2015-0-5-1-1.
129. Неруш С.В., Чубов Д.Г., Капланский Ю.Ю., Сухов Д.И. Исследование экспериментального жаропрочного сплава на основе никеля, полученного методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ*. 2025. № 7 (149). Ст. 01. DOI 10.18577/2307-6046-2025-0-7-3-12.

130. Каблов Е.Н., Неруш С.В., Чубов Д.Г., Сухов Д.И., Филонова Е.В., Пахомкин С.И. Структурная нестабильность жаропрочных сплавов на основе никеля с высоким содержанием гамма-штрих фазы, полученных методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2025. № 8 (150). Ст. 01. DOI 10.18577/2307-6046-2025-0-8-3-13.
131. Пат. 2492028 Российская Федерация. Способ получения металлического порошка / Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Неруш С.В., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Щербаков А.И., Рогалев А.М. № 2012127429/02; заявл. 02.07.2012; опубл. 10.09.2013.
132. Пат. 2623537 Российская Федерация. Способ изготовления деталей послойным лазерным сплавлением металлических порошков жаропрочных сплавов на основе никеля / Каблов Е.Н., Неруш С.В., Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Василенко С.А., Ходырев Н.А., Сухов Д.И. № 2015148793; заявл. 13.11.2015; опубл. 27.06.2017.
133. Siefert J.A., Shingledecker J.P., DuPont J.N., David S.A. Weldability and Weld Performance of Candidate Nickel Based Superalloys for Advanced Ultrasupercritical Fossil Power Plants. Part II: Weldability and Cross-Weld Creep Performance // Science and Technology of Welding and Joining. 2016. Vol. 21, no. 5. P. 397–427. DOI 10.1080/13621718.2016.1143708.
134. Ammar H.R., Samuel A.M., Samuel F.H. Effect of Casting Imperfections on the Fatigue Life of 319-F and A356-T6 Al–Si Casting Alloys // Materials Science and Engineering: A. 2008. Vol. 473, no. 1–2. P. 65–75. DOI 10.1016/j.msea.2007.03.112.
135. Ghousoub J.N., Tang Y.T., Panwisawas C., Németh A.A.N., Reed R.C. On the Influence of Alloy Chemistry and Processing Conditions on Additive Manufacturability of Ni-based Superalloys // Superalloys 2020 / eds. S. Tin et al. Cham: Springer, 2020. P. 153–162. DOI 10.1007/978-3-030-51834-9_15.

136. Prager M., Shira C.S. Welding of Precipitation-Hardening Nickel-Base Alloys // Welding Research Council Bulletin. New York: Welding Research Council, 1968. No. 128. 55 p.
137. Rappaz M., Drezet J.-M., Gremaud M. A New Hot-Tearing Criterion // Metallurgical and Materials Transactions A. 1999. Vol. 30, no. 2. P. 449–455. DOI 10.1007/s11661-999-0334-z.
138. Pollock T.M., Clarke A.J., Babu S.S. Design and Tailoring of Alloys for Additive Manufacturing // Metallurgical and Materials Transactions A. 2020. Vol. 51, no. 12. P. 6000–6019. DOI 10.1007/s11661-020-06009-3.
139. Haußmann L., Burbaum B., Stöhr B., Förner A., Freund L., Göken M., Neumeier S. Crack-Free Welding of a Co-Base Superalloy with High γ' Precipitate Fraction // Advanced Engineering Materials. 2022. Vol. 24. Art. 2200609. DOI 10.1002/adem.202200609.
140. Kou S. A Criterion for Cracking during Solidification // Acta Materialia. 2015. Vol. 88. P. 366–374. DOI 10.1016/j.actamat.2015.01.034.
141. Tang Y.T., Panwisawas C., Ghousoub J.N., Gong Y., Clark J.W.G., Németh A.A.N., McCartney D.G., Reed R.C. Alloys-by-design: Application to New Superalloys for Additive Manufacturing // Acta Materialia. 2021. Vol. 202. P. 417–436. DOI 10.1016/j.actamat.2020.09.023.
142. Crudden D.J., Mottura A., Warnken N., Raghavan B., Reed R.C. Modelling of the Influence of Alloy Composition on Flow Stress in High-Strength Nickel-Based Superalloys // Acta Materialia. 2014. Vol. 75. P. 356–370. DOI 10.1016/j.actamat.2014.04.075.
143. Conduit B.D., Jones N.G., Stone H.J., Conduit G.J. Design of a Nickel-Base Superalloy Using a Neural Network // Materials & Design. 2017. Vol. 131. P. 358–365. DOI 10.1016/j.matdes.2017.06.007.
144. Conduit B.D., Illston T., Baker S., Vadegadde Duggappa D., Harding S., Stone H.J., Conduit G.J. Probabilistic Neural Network Identification of an Alloy for Direct Laser Deposition // Materials & Design. 2019. Vol. 168. Art. 107644. DOI 10.1016/j.matdes.2019.107644.

145. Gao Z., Hu W., Liu Y., Zhang Y., Lian L., Xiong Q. Intelligent Design of Crack-Resistant Nickel-Based Superalloys for Additive Manufacturing by Machine Learning and Multilayer Filtering Strategy // *Materials Today Communications*. 2025. Art. 112360. DOI 10.1016/j.mtcomm.2025.112360.
146. Karunaratne M.S.A., Carter P., Reed R.C. On the Diffusion of Aluminium and Titanium in the Ni-Rich Ni–Al–Ti System Between 900 and 1200 °C // *Acta Materialia*. 2001. Vol. 49, no. 5. P. 861–875. DOI 10.1016/S1359-6454(00)00390-6.
147. Cloots M., Uggowitzer P.J., Wegener K. Investigations on the Microstructure and Crack Formation of IN738LC Samples Processed by Selective Laser Melting Using Gaussian and Doughnut Profiles // *Materials & Design*. 2016. Vol. 89. P. 770–784. DOI 10.1016/j.matdes.2015.10.027.
148. Shang S.L., Zacherl C.L., Fang H.Z., Wang Y., Du Y., Liu Z.K. Effects of Alloying Element and Temperature on the Stacking Fault Energies of Dilute Ni-Base Superalloys // *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2012. Vol. 24, no. 50. Art. 505403. DOI 10.1088/0953-8984/24/50/505403.
149. Неруш С.В., Сухов Д.И., Капланский Ю.Ю., Чубов Д.Г. Закономерности кинетики ползучести и длительной прочности жаропрочного никелевого сплава ВЖС1 // Сборник докладов XVIII Всероссийской конференции по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТЕСТМАТ» по тематике «Современные подходы и тенденции развития структурно-фазовых, химико-аналитических методов анализа». Москва: ВИАМ НИЦ «Курчатовский институт», 2026. С. 334–345.
150. Epishin A.I., Fedelich B., Viguier B., Schrieffer S., Svetlov I.L., Petrushin N.V., Saillard R., Proietti A. Creep of Single-Crystals of Nickel-Base γ -Alloy at Temperatures between 1150 °C and 1288 °C // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 825. Art. 141880. DOI 10.1016/j.msea.2021.141880.
151. He L.Z., Zheng Q., Sun X.F., Guan H.R., Hu Z.Q., Tieu A.K., Lu C., Zhu H.T. Effect of Carbides on the Creep Properties of a Ni-Base Superalloy M963

// Materials Science and Engineering: A. 2005. Vol. 397, no. 1–2. P. 297–304.
DOI 10.1016/j.msea.2005.02.038.

152. Shaw S.W.K. Response of IN-939 to Process Variations // Superalloys 1980. Warrendale, PA: The Metallurgical Society of AIME, 1980. P. 275–284.
153. Engineering Properties of Alloy 713C [Электронный ресурс]. Toronto: Nickel Institute, Publication No. 337. URL: https://nickelinstitute.org/media/2487/alloys-713c_337.pdf.
154. Harris K., Erickson G.L., Schwer R.E. MAR-M247 Derivations – CM247 LC DS Alloy, CMSX Single Crystal Alloys: Properties and Performance // Superalloys 1984 / eds. M. Gell, C.S. Kortovich, R.H. Bricknell, W.B. Kent, J.F. Radavich. Warrendale, PA: The Metallurgical Society of AIME, 1984. P. 221–230.