

На правах рукописи



БОРИСОВ Евгений Владиславович

**ФОРМИРОВАНИЕ ЗАДАННОЙ СТРУКТУРЫ ТУРБИННОЙ ЛОПАТКИ
ИЗ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ
СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ**

Специальность 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор **Попович Анатолий Анатольевич**,
директор института металлургии, машиностроения и транспорта, профессор кафедры технологии и исследования материалов ФГАОУ ВО «СПбПУ»

Официальные оппоненты:

доктор технических наук **Кузнецов Павел Алексеевич**,
начальник Научно-исследовательского отделения «Наноматериалы и нанотехнологии»
ГНЦ РФ ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина НИЦ «Курчатовский институт»
(г. Санкт-Петербург)

кандидат технических наук **Горунов Андрей Игоревич**,
доцент кафедры «Лазерные технологии» ФГБОУ ВО «Казанский национальный исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева - КАИ» (г. Казань)

Ведущая организация:

ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» (Самарский университет) (г. Самара)

Защита состоится «22» марта 2018г. в 16⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 212.229.03 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, главный корпус, ауд. 118.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ФГАОУ ВО «СПбПУ» и на сайте www.spbstu.ru.

Автореферат разослан " " _____ 2018г.

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 212.229.03
кандидат технических наук



Швецов О.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Одной из основных тенденций развития современных авиационных двигателей является повышение температуры газа в турбине. При этом еще больше возрастают нагрузки на материал лопаток, что повышает требования к его эксплуатационным свойствам. Жаропрочные никелевые сплавы являются основным материалом для изготовления лопаток современных газотурбинных двигателей, работающих в чрезвычайно жестких условиях: высокие температуры, неоднородное распределение нагрузок, их циклический и переменный во времени характер. В рабочем состоянии на лопатке присутствует перепад температур, что определяет жесткие требования к структуре материала лопаток, а также различающиеся требования к характеристикам материала в хвостовике и рабочей части детали.

Развитие аддитивных технологий, в частности технологии селективного лазерного плавления (СЛП), позволяет изготавливать изделия из металла сложной геометрической формы, получение которых традиционными методами, зачастую, не представляется возможным. СЛП является многофакторной технологией: структура и свойства получаемых изделий зависят от большого количества исходных параметров. Варьирование их оказывает влияние на структуру, пористость и, как следствие, свойства сплава за счет задания энергетического вклада, объема расплавленного металла в процессе изготовления и др. Для управления технологическим процессом необходимо понимание закономерностей влияния того или иного параметра на конечный результат. В последнее время в литературе представлены работы, исследующие взаимосвязь между параметрами изготовления изделий методом селективного лазерного плавления, структурой и свойствами получаемого материала. Тем не менее, мало информации опубликовано о возможности использования особенностей процесса селективного лазерного плавления для задания кристаллографической текстуры и размера зерна сплавов, еще меньше информации о связи между предпочтительной анизотропией, микроструктурой и механическими свойствами сплава.

В связи с этим систематическое изучение влияния параметров СЛП на структуру и свойства получаемых изделий является актуальным.

Цель работы: Разработка практических рекомендаций для получения заданной структуры жаропрочного никелевого сплава Inconel 718 при изготовлении турбинной лопатки методом селективного лазерного плавления на основе анализа закономерностей формирования структуры сплава в зависимости от технологических параметров процесса.

Для достижения поставленной цели решали следующие задачи:

1. Экспериментальное исследование процесса структурообразования при использовании технологии селективного лазерного плавления.

2. Исследование влияния технологических параметров процесса СЛП на структуру жаропрочного никелевого сплава Inconel 718.
3. Разработка метода получения и исследование свойств компактных изделий из сплава Inconel 718 с заданным расположением структурных областей.
4. Исследование влияния термической обработки и горячего изостатического прессования на структуру и свойства изделий из сплава Inconel 718, полученных селективным лазерным плавлением.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Установлено влияние технологических параметров процесса селективного лазерного плавления на характеристики структуры и свойства сплава Inconel 718. Определены ключевые параметры, оказывающие наибольшее влияние на характеристики структуры сплава. Определены условия для получения деталей с различным размером и ориентацией зерен в структуре сплава.
2. Показана возможность получения изделий из сплава Inconel 718 с заданной структурой. Получены образцы с различным расположением по объему материала областей с заданной структурой по объему.
3. Установлено влияние термической обработки и горячего изостатического прессования на структуру и свойства изделий из сплава Inconel 718 с переменной структурой, полученных селективным лазерным плавлением. Показано, что после термической обработки и горячего изостатического прессования различие в структуре и механических свойствах отдельных элементов детали сохраняется.
4. Установлена зависимость характеристик структуры и механических свойств сплава Inconel 718 от направления роста детали. Показано, что при использовании различных параметров процесса возможно как создание анизотропной структуры с направленными вытянутыми зернами, так и получение равноосных зерен различной кристаллографической ориентации.

Методы исследования. В рамках работы для достижения поставленной цели использовали порошок жаропрочного никелевого сплава Inconel 718, полученный методом газовой атомизации. Порошок использовали в технологии селективного лазерного плавления для получения компактных образцов. Для исследования применяли современные методы анализа структуры, включающие электронную микроскопию (СЭМ), дифракцию отраженных электронов, рентгеноструктурный анализ, механические испытания на кратковременную прочность при растяжении при комнатной и повышенной температурах и др.

Практическая значимость работы.

1. Показана возможность управления структурообразованием заготовок при селективном лазерном плавлении на примере сплава Inconel 718. Предложен метод получения заготовок с переменной структурой.
2. Установлены закономерности анизотропии свойств изделий в зависимости от направления их выращивания и зависимость свойств изделий от технологических параметров процесса селективного лазерного плавления. Показана возможность управления структурой и свойствами изделия.
3. Получен образец лопатки газотурбинного двигателя с заданной структурой в рабочей области и в хвостовике. Заданная структура обеспечивает получение требуемых механических свойств в различных элементах детали в зависимости от условий работы.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Результаты исследования влияния технологических параметров процесса СЛП на формирование структуры и свойства изделий из жаропрочного никелевого сплава Inconel 718.
2. Результаты исследования анизотропии изделий из сплава Inconel 718, полученных методом селективного лазерного плавления.
3. Результаты исследования влияния термической обработки и горячего изостатического прессования на структуру и свойства деталей из жаропрочного никелевого сплава Inconel 718 с переменной структурой.

Апробация работы.

Основные результаты работы были представлены и обсуждались на следующих конференциях: Third SLM User Meeting (Luebeck, Germany, 2014); Международной научно-технической конференции Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ'2014, Санкт-Петербург, 2014); I Международной научной конференции молодых ученых «Электротехника. Энергетика. Машиностроение» (НГТУ, Новосибирск, 2014г.); международном технологическом форуме «Инновации. Технологии. Производство» (Рыбинск, 2015г.); 14th APRU Doctoral Students Conference (Hangzhou, China, 2015); научно-технической конференции «Климовские чтения – 2016. Перспективные направления развития авиадвигателестроения» (СПб, 2016); конференции 20th International ESAFORM Conference on Material Forming ESAFORM 2017 (Dublin, Ireland, 2017); 10-м Международном симпозиуме «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка» (Минск, Беларусь, 2017); конференции Additive Manufacturing with Powder Metallurgy 2017 (Лас-Вегас, США).

Публикации: По теме диссертации опубликовано 15 печатных работ, из них 8 в журналах, рекомендуемых перечнем ВАК РФ, и 1 свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Личный вклад автора: Все изложенные в диссертационной работе результаты являются оригинальными и получены автором лично или при его непосредственном участии. Автором осуществлялось проведение экспериментов, обработка экспериментальных данных, анализ результатов экспериментов и их интерпретация.

Структура и объем работы: Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы, содержит 152 машинописных листа текста, включая 96 рисунков, 15 таблиц, 125 наименований библиографических ссылок.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ.

Во введении показана актуальность темы исследований; сформулированы цель и задачи диссертационной работы; сформулированы научная новизна и практическая значимость; представлены основные положения работы, выносимые на защиту.

В первой главе на основании обзора отечественной и иностранной научно-технической литературы проведен анализ современных представлений, касающихся процесса селективного лазерного плавления, используемых материалов и особенностей процесса структурообразования. Особое внимание уделяется влиянию отдельных параметров процесса селективного лазерного плавления на структуру и свойства получаемых изделий из различных сплавов.

Исходя из данных, полученных из обзора литературных источников, рассмотрены физико-химические и теплофизические аспекты, определяющие влияние параметров процесса селективного лазерного плавления на характеристики структуры жаропрочного никелевого сплава Inconel 718. Выбраны наиболее эффективные пути управления параметрами структуры. В соответствии с изложенным сформулированы цель и задачи работы.

Во второй главе приводится описание используемых в работе технологических процессов, материалов, оборудования и методик экспериментальных исследований.

Объектом исследований в данной работе является жаропрочный никелевый сплав Inconel 718. В качестве исходного материала для исследований использовали порошок данного сплава, полученный газовой атомизацией.

Компактные образцы из порошка получали методом селективного лазерного плавления. При этом использовали различные режимы изготовления для определения влияния параметров на структуру и свойства образцов и нахождения способов получения заданной структуры в готовых изделиях. Исследование микроструктуры компактных образцов проводили с использованием оптического металлографического микроскопа, исследование характеристик текстуры (при помощи метода дифракции отраженных электронов, EBSD) проводили на сканирующем электронном микроскопе. Механические свойства образцов исследовали на разрывных машинах, копре для испытания образцов на ударный изгиб и твердомере. Для определения степени пластических деформаций у образцов с переменной структурой по длине использовали метод корреляции цифровых изображений.

В третьей главе приведены результаты исследования влияния технологических параметров изготовления образцов из сплава Inconel 718 по технологии селективного лазерного плавления, результаты моделирования процесса СЛП и результаты исследования влияния термической обработки на структуру и свойства сплава.

На первом этапе исследовано влияние технологических параметров (мощность лазера, скорость его перемещения, расстояние между отдельными проходами) процесса селективного лазерного плавления на характеристики структуры и пористость тестовых образцов. Исследования проводили для толщины слоя построения 30 мкм. Для каждого режима изготовления рассчитывали объемную плотность энергии, сообщаемой лазерным лучом E (Дж/мм³) по формуле:

$$E = \frac{P}{vhr},$$

где P – мощность лазера (Вт), V – скорость его перемещения (мм/с), h – расстояние между отдельными проходами (мм), r – толщина слоя (мм).

По результатам исследования получена зависимость относительной плотности материала от объемной плотности энергии (рисунок 1). В качестве теоретической плотности использовали значение, приведенное в спецификации на сплав Inconel 718, составляющее 8,21 г/см³.

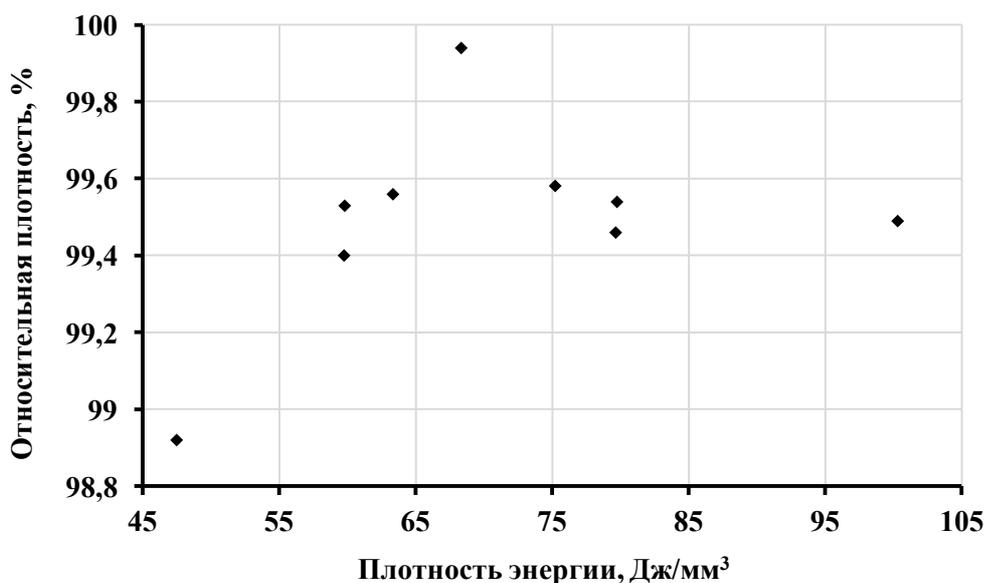


Рисунок 1 – Относительная плотность образцов в зависимости от плотности энергии

При варьировании мощности, скорости перемещения лазерного луча и расстояния между отдельными проходами наблюдается изменение пористости образцов. У образцов, изготовленных с применением низкой плотности энергии в структуре наблюдались поры, вызванные недостаточным сплавлением между слоями. При использовании режимов с высокой плотностью энергии возникают поры, образующиеся вследствие нестабильности ванны расплава из-за снижения вязкости расплава. Однако, значительного изменения параметров микроструктуры (выражаемого в междусных промежутках дендритных ячеек), а также размере зерна обнаружено не было.

Исследование влияния толщины слоя на микроструктуру сплава Inconel 718 проводили, используя три значения – 30, 50 и 100 мкм. При этом остальные параметры были подобраны таким образом, чтобы обеспечить наибольшую плотность образцов. Значения этих параметров приведены в таблице 1. Для обработки слоев толщиной 30 и 50 мкм использовался лазерный луч, имеющий гауссово распределение мощности по фокальному пятну и диаметр около 80 мкм, в то время как для обработки слоя толщиной 100 мкм использовался луч с равномерным распределением мощности и диаметром около 700 мкм.

Таблица 1. Режимы изготовления образцов методом селективного лазерного плавления

Мощность лазера (Вт)	Скорость сканирования (мм/с)	Расстояние между отдельными проходами лазера (мм)	Толщина слоя (мкм)	Диаметр лазерного пятна (мкм)
175	610	140	30	80
250	700	0,12	50	80
950	320	0,5	100	700

Лазерная обработка производилась по типу «шахматной доски», которая используется для уменьшения градиента температур по поверхности обрабатываемого слоя и снижения анизотропии свойств. На микрошлифах образцов после СЛП видны дугообразные линии, отображающие поперечное сечение застывших микрованн расплава. Высота этих областей для всех случаев больше толщины слоя приблизительно в полтора раза, что говорит о значительном повторном переплаве предыдущего слоя при лазерной обработке вне зависимости от применяемой толщины слоя построения. Исследования показали, что из-за быстрого затвердевания в процессе СЛП (10^4 - 10^5 К/с), первичная микроструктура состоит из ячеистых дендритов. Скорость затвердевания и, следовательно, размер ячеек в значительной степени зависят от толщины слоя, используемого при селективном лазерном плавлении (рисунок 2).

Пористость, измеренная оптическим металлографическим методом, больше для образцов 100 мкм (~0,27 %) в сравнении с образцами 50 мкм (~0,11%). Кроме того, в образцах 100 мкм обнаружены случайно распределенные большие сферические поры, достигающие размера ~100 мкм, которые должны оказывать влияние на механические характеристики. Поэтому необходимо проведение горячего изостатического прессования (ГИП) для получения плотных изделий.

Измерения показали, что средний размер ячеек при толщине слоя 30 мкм составляет 0,7–0,9 мкм, при 50 мкм – 0,9–1,1 мкм, а при 100 мкм – 2–3 мкм, что соответствует изменению скорости охлаждения в процессе кристаллизации при использовании данных режимов.

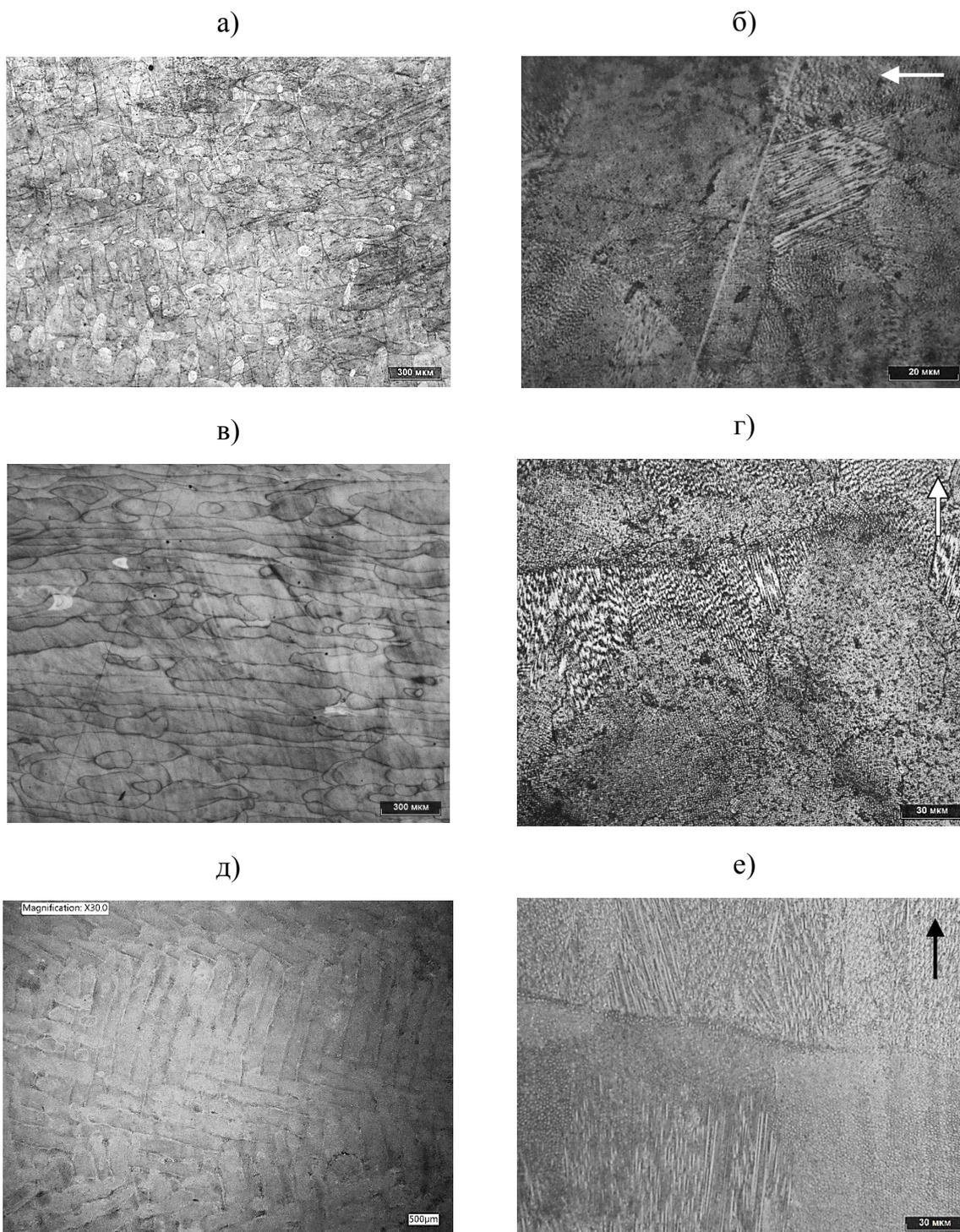


Рисунок 2 – Микроструктура образцов полученных методом СЛП при использовании толщины слоя 30 мкм (а, б), 50 мкм (в, г) и 100 мкм (д, е), при различных увеличениях. Стрелкой показано направление выращивания

Анализ EBSD проводился для более глубокого изучения кристаллографической текстуры изготовленных образцов. Образец 100 мкм со столбчатыми зёрнами имеет удлиненные зёрна с сильной (001) ориентацией относительно направления

выращивания (рисунок 3, показаны красным) и $\{100\}$ текстурой. В то же время, мелкозернистые 50 мкм образцы имеют достаточно хаотичную ориентацию зерен.

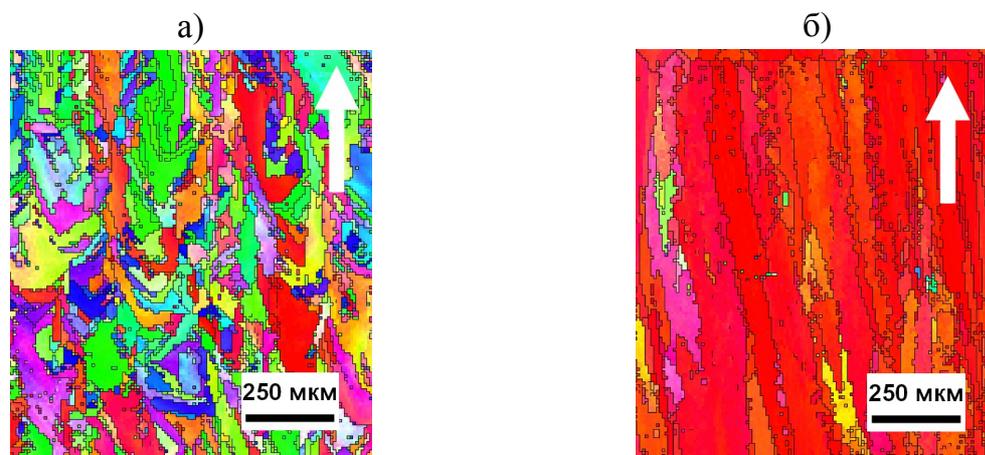


Рисунок 3 – Зеренная структура в образцах 50 мкм (а) и 100 мкм (б) (стрелкой показано направление выращивания)

Большинство зерен в образцах 50 мкм имеют продольный размер от 5 до 125 мкм, в то время как основная часть образцов 100 мкм заполнена более крупными вытянутыми зернами с продольным размером ~ 1000 мкм (рисунок 4).

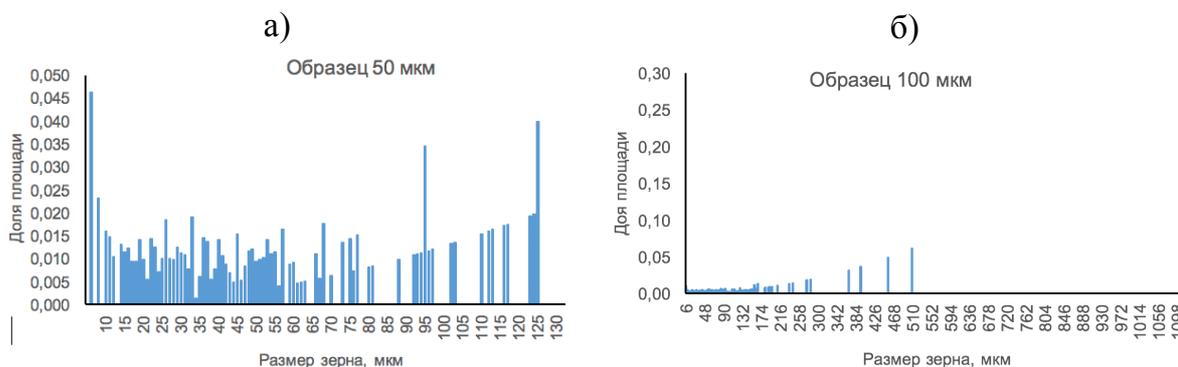


Рисунок 4 – Распределение размера зерен по доли площади для образцов 50 мкм (а) и 100 мкм (б)

Видно, что образцы 50 и 30 мкм имеют намного более мелкозернистую структуру по сравнению с образцами 100 мкм. Кроме того, микроструктура образца 100 мкм показывает образование крупных столбчатых зерен, подобных тем, что образуются при литье с направленным затвердеванием.

Образование больших вытянутых столбчатых зерен вызвано, вероятнее всего, различиями в геометрии ванны расплава, изменяющейся в зависимости от диаметра лазерного пятна. Для образцов 50 мкм глубина проплавления практически равна диаметру лазера, что приводит к тому, что ванна расплава имеет практически равноосную геометрию (рисунок 5, б, з).

Поскольку теплоотвод при затвердевании металла идет преимущественно перпендикулярно границе раздела жидкой и твердой фазы, для случая толщины слоя

50 мкм направление роста кристаллов существенно различается, что и приводит к образованию разнонаправленных равноосных зерен. При использовании режима с толщиной слоя 100 мкм отношение диаметра лазерного пятна к толщине слоя велико, поэтому образующаяся ванна расплава имеет более плоский профиль (рисунок 5, а), что хорошо видно на изображении микроструктуры после травления (рисунок 5, в). Теплоотвод в ванне расплава также идет перпендикулярно границе раздела фаз, но в данном случае преимущественно совпадает с осью выращивания изделия, что и обуславливает образование вытянутых в направлении выращивания зерен за счет эпитаксиального роста. Эту структуру столбчатых зерен с предпочтительной (001) текстурой также видно на EBSD изображении сечения YZ (рисунок 3).

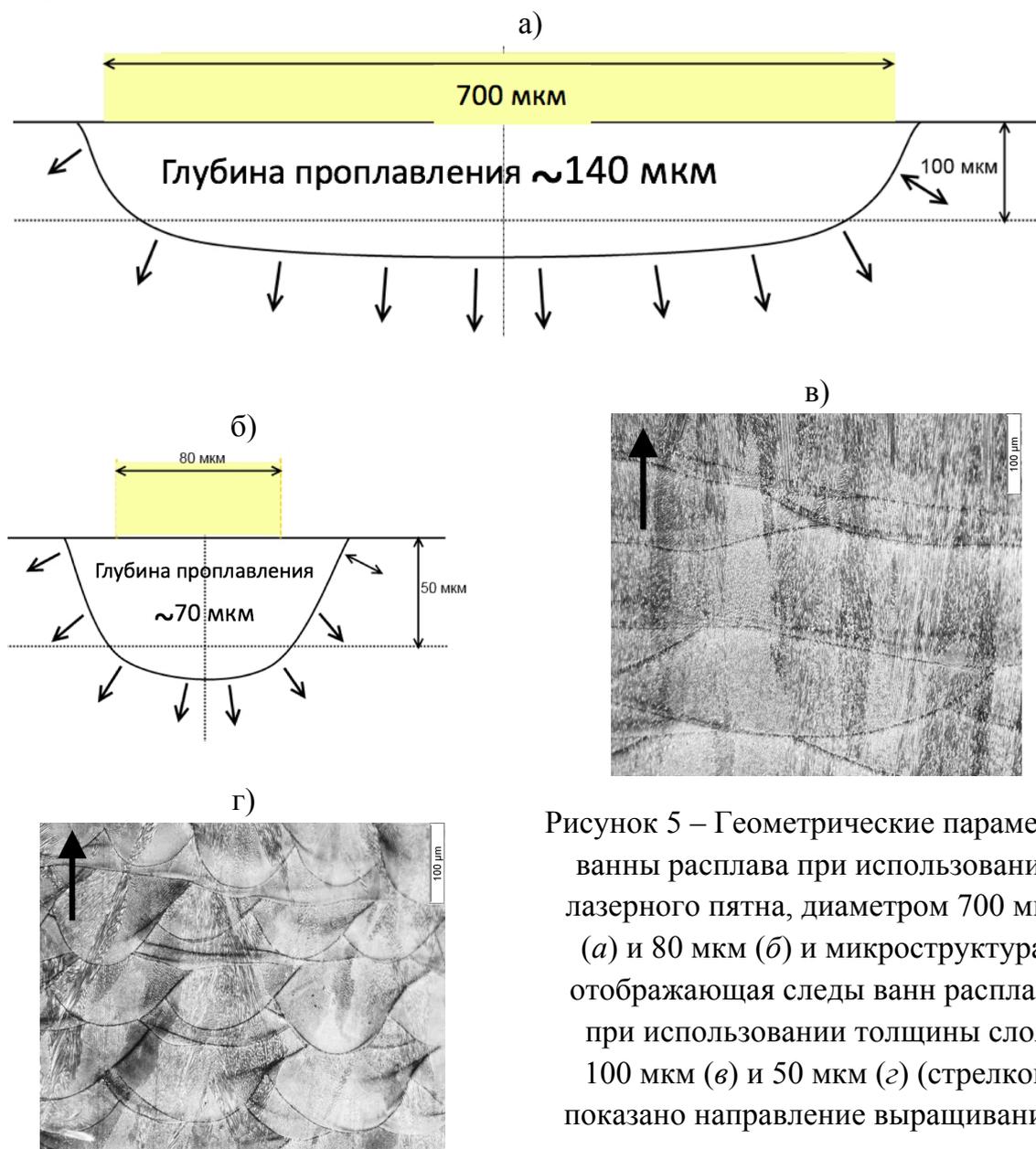


Рисунок 5 – Геометрические параметры ванны расплава при использовании лазерного пятна, диаметром 700 мкм (а) и 80 мкм (б) и микроструктура, отображающая следы ванн расплава при использовании толщины слоя 100 мкм (в) и 50 мкм (г) (стрелкой показано направление выращивания)

Установлено, что такие параметры, как скорость перемещения лазерного луча, его мощность и расстояние между отдельными проходами в большей степени сказываются на пористости образцов, чем на параметрах структуры. Изменение

толщины слоя построения одновременно с изменением диаметра лазерного пятна позволяет существенно изменить характеристики образующейся структуры. При этом возможно получение либо мелкозернистой, либо крупнозернистой направленной структуры.

Компьютерное моделирование процесса селективного лазерного плавления по разработанной модели позволило рассчитать скорость охлаждения материала при кристаллизации. По литературным данным получены зависимости междуосных промежутков дендритных ячеек от скорости охлаждения при кристаллизации (теоретические зависимости на рисунке 6). Экспериментально измеренные значения междуосных промежутков дендритных ячеек нанесены на рисунок 6 в виде горизонтальных областей. Расчетные значения скоростей охлаждения при кристаллизации для различных значений толщины слоя и соответствующим им технологическим параметрам показаны вертикальными линиями.

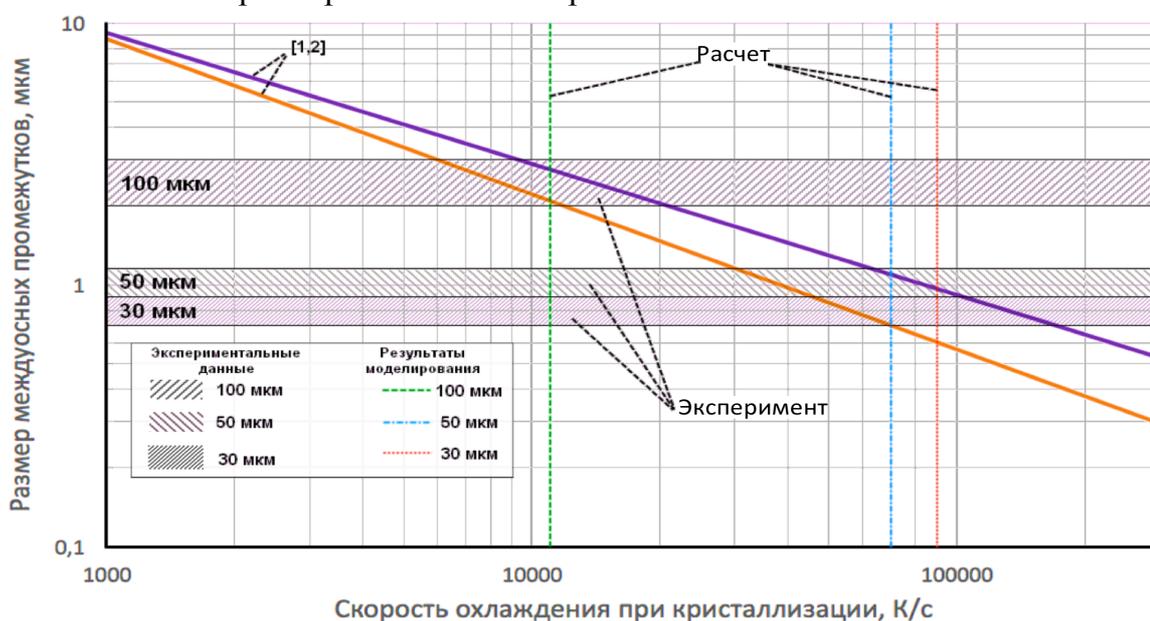


Рисунок 6 – Сопоставление расчетных и экспериментальных данных, отображающих влияние параметров процесса СЛП на междуосные промежутки дендритных ячеек

Расчет показал, что скорости охлаждения при кристаллизации отличаются почти на порядок для толщин слоя 100 и 30 мкм (94100 и 12300 К/с соответственно). Это вызвано существенным различием в скорости, мощности лазерного источника и размерах ванны расплава. Как следствие, это вызывает существенные различия в объеме расплавленного металла и способствует значительному снижению температурных градиентов и скоростей охлаждения при кристаллизации. При этом скорость охлаждения для толщин слоя 30 и 50 мкм (83500 К/с для толщины слоя 50 мкм) отличается меньше вследствие использования лазерного луча одного диаметра. Таким образом, по результатам моделирования возможно производить оценку скоростей охлаждения при кристаллизации в процессе СЛП и прогнозировать характеристики получаемой структуры в зависимости от используемых технологических параметров.

Исследование фазового состава изготовленных образцов показало, что структура их состоит из γ -фазы с ГЦК решеткой на основе хрома, никеля и железа. Изменение толщины слоя практически не оказывает влияния на фазовый состав образцов. В структуре сплава Inconel 718 после селективного лазерного плавления между дендритными ячейками и в областях пересечения между двумя соседними лазерными проходами или слоями наблюдаются фазы Лавеса и карбиды MC-типа. Небольшое количество фаз Лавеса мало влияет на механические свойства, однако они могут снижать пластические свойства материала.

При изготовлении изделий из сплава Inconel 718, в том числе при использовании аддитивных технологий, стандартной практикой является применение комбинации режимов термической обработки: отжиг, направленный на снятие напряжений; горячее изостатическое прессование и старение перед конечным использованием. Поэтому, в данной работе использовали три режима термической постобработки, включая отжиг при 850 °С, ГИП и ГИП+отжиг на твердый раствор+старение (ГИП+ТО).

Микроструктура после отжига в образцах 100 мкм сохраняет столбчатый характер и следы послойного сплавления материала (дугообразные линии). Остаточные частицы фазы Лавеса и большое количество игольчатых включений δ -фазы Ni_3Nb (с температурой сольвуса ~ 1010 °С) наблюдаются на границах зерен и субзерен и вдоль границ раздела слоев (рисунок 7). В процессе СЛП δ -фаза Ni_3Nb не может образовываться из-за высокой скорости охлаждения и малого содержания ниобия, вызванного наличием фаз Лавеса. Замещение фаз Лавеса в междендритных областях сетью малых 500 нанометровых длинных игл δ -фазы, связано с сегрегацией ниобия из-за растворения фаз Лавеса. Дополнительно выделяющимися фазами являются упрочняющие γ'' - и γ''' -фазы, которые образуются в сплаве в интервале между 600 °С и 900 °С и являются причиной его упрочнения.

Процесс ГИП применяли для закрытия пор и дефектов, что приводит к повышению прочности, пластичности и усталостной прочности материалов со значительно меньшим варьированием результатов испытаний. Обработку производили по двум режимам, различающимся температурой. В первом режиме она составляла 1180 °С, во втором – 1150 °С. Остальные параметры: давление – 150 МПа, продолжительность – 3 часа. Определено, что после ГИП плотность образцов увеличивается и приближается к максимальной плотности, заявленной на этот сплав. Для дальнейших исследований выбран режим с температурой 1180 °С, поскольку он

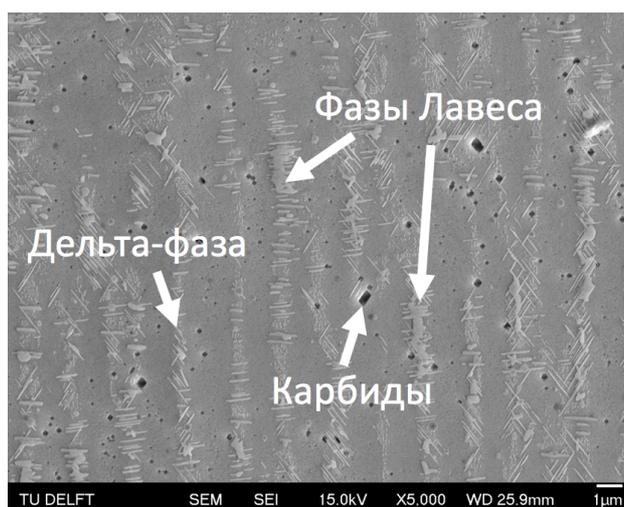


Рисунок 7 – СЭМ изображения микроструктуры после отжига при 850 °С

обеспечивает большую плотность образцов. Во всех исследованных образцах после ГИП наблюдается значительное закрытие пор и рост зерен. Более того, как видно из рисунка 8, процесс ГИП не привел к исчезновению столбчатой зеренной структуры.

СЭМ изображения образцов после ГИП показывают сеть выделений NbC, упорядоченную вдоль границ дендритов параллельно направлению выращивания. Присутствие NbC дополнительно подтверждено рентгенофазовым анализом. Выделения карбидов (~1 мкм) появляются по границам зерен, в отличие от неравномерно распределенных карбидов, наблюдаемых в состоянии после отжига. Это является благоприятным для повышения прочности материала, поскольку карбиды могут предотвращать движение границ зерен. Фазы Лавеса не были обнаружены в образцах после ГИП. Это свидетельствует, что используемая температура была достаточно высокой для их растворения. Следовательно, гомогенизация микроструктуры и растворение метастабильных фаз произошли в результате ГИП.

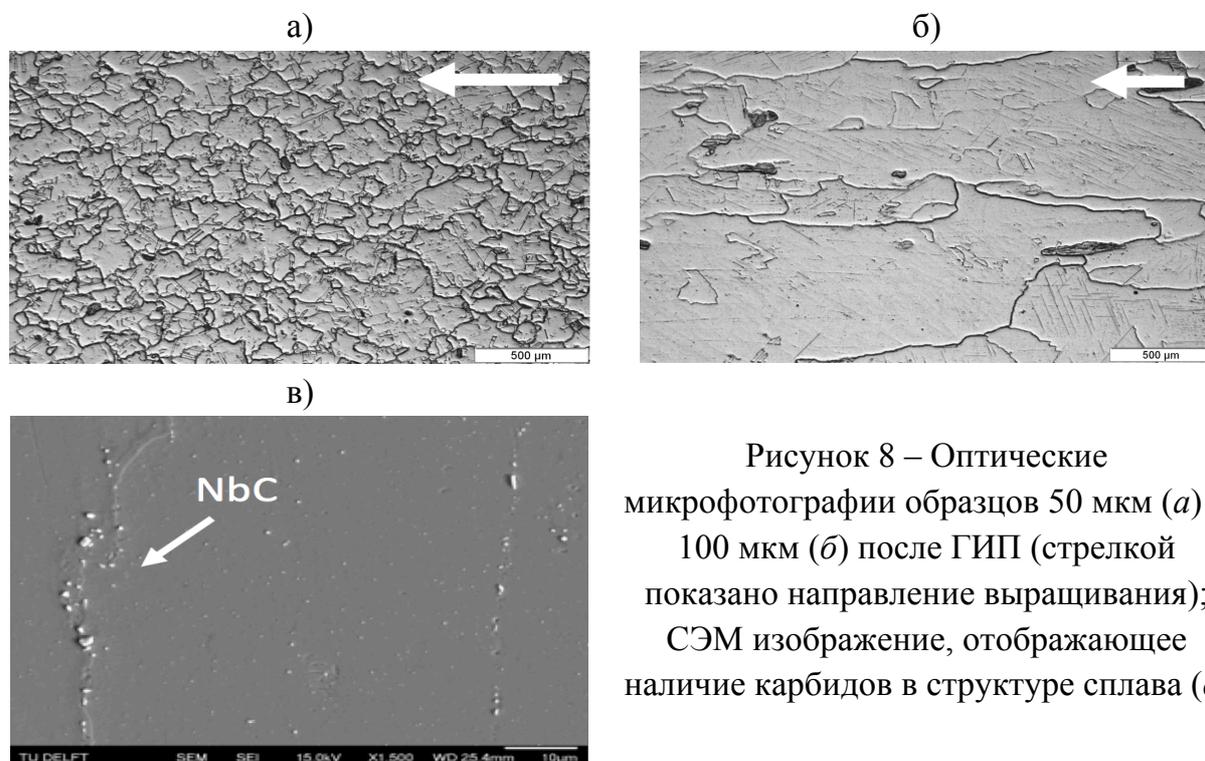


Рисунок 8 – Оптические микрофотографии образцов 50 мкм (а) и 100 мкм (б) после ГИП (стрелкой показано направление выращивания); СЭМ изображение, отображающее наличие карбидов в структуре сплава (в)

В образцах сплава после ГИП с последующим отжигом на твердый раствор и старением сохраняется размер зерна, близкий к размеру, наблюдавшемуся после ГИП. Следовательно, дополнительного роста зерен не происходило. Сохранение размера зерен объясняется присутствием вокруг основных зерен сетки карбидов NbC.

Таким образом, установлены ключевые параметры процесса селективного лазерного плавления, оказывающие наибольшее влияние на структуру сплава Inconel 718, а именно диаметр используемого лазерного пятна и толщина слоя; также определены технологические параметры, позволяющие получать изделия с минимальной пористостью.

Приведенные результаты влияния термической обработки на плотность, микроструктуру и фазовый состав полученных образцов показывают, что после горячего изостатического прессования и последующей термической обработки сохраняются различия в структуре между образцами, изготовленными по режимам, соответствующим толщине слоя 50 мкм и 100 мкм.

В четвертой главе показана возможность создания образцов с переменной структурой для получения функциональных свойств изделий. Приведены результаты исследования влияния термической обработки на образцы с переменной структурой.

Наблюдаемые значительные различия в микроструктуре, выявленные в предыдущей главе, могут быть использованы для создания функциональных материалов путем варьирования технологических параметров процесса. Проведена разработка технологии изготовления образцов с комбинацией областей с заданной структурой. Для изготовления этих областей образцов использовали режимы, соответствующие толщинам слоев 50 и 100 мкм. Для этого сначала провели работу по определению принципиальной возможности изготовления таких образцов, затем изготовили образцы с различной комбинацией областей для исследования возможности свободного варьирования этих областей в изделиях. Использовали образцы с различной комбинацией зон, изготовленные с толщиной слоя 100 мкм (с крупным зерном) и с толщиной слоя 50 мкм (с малым размером зерна), обозначаемые далее, как области 100 мкм и 50 мкм соответственно (рисунок 9, а).

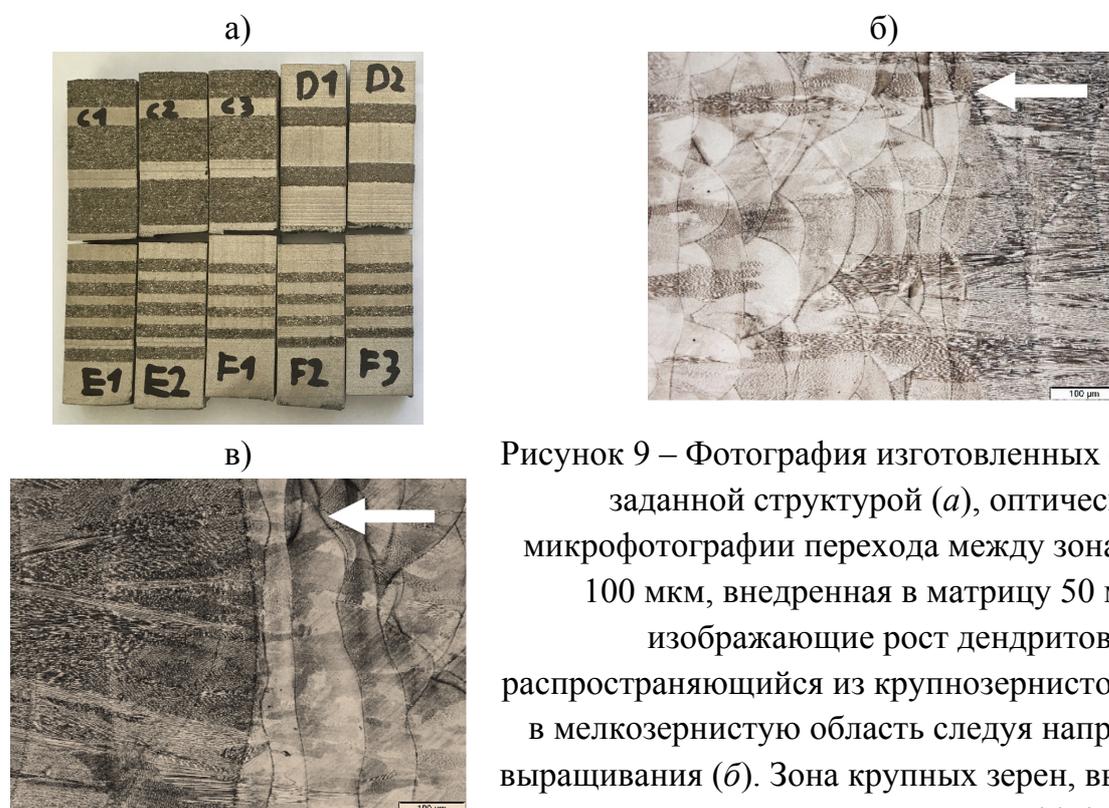


Рисунок 9 – Фотография изготовленных образцов с заданной структурой (а), оптические микрофотографии перехода между зонами (зона 100 мкм, внедренная в матрицу 50 мкм), изображающие рост дендритов, распространяющийся из крупнозернистого участка в мелкозернистую область следуя направлению выращивания (б). Зона крупных зерен, выращенная на поверхности мелкозернистой (в) (стрелкой показано направление выращивания)

Анализ показал, что для всех изготовленных образцов наблюдаются схожие закономерности, а именно: граница между областями нерезкая, со взаимным проникновением зерен. При этом наблюдается проникновение крупных направленных зерен в 50 мкм область в том случае, когда она располагается над областью 100 мкм, на величину до 500 мкм.

Рисунок 9 (б, в) показывает пример 100 мкм области, внедренной в 50 мкм матрицу, с явным переходом от одной микроструктурной зоны к другой. Микроструктура после термической обработки сохраняет столбчатый характер и следы послойного сплавления материала (дугообразные линии). Процесс ГИП не привел к исчезновению четкого перехода между крупнозернистой и мелкозернистой областями (рисунок 10).

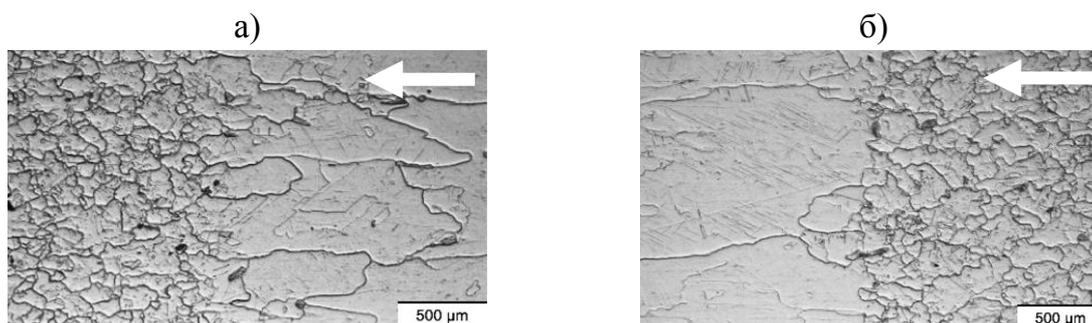


Рисунок 10 – Оптические микрофотографии материала после ГИП, показывающие переход от крупнозернистого к мелкозернистому (а) и от мелкозернистого к крупнозернистому (б) участку (стрелкой показано направление выращивания)

Образцы после ГИП+ТО, показанные на рисунке 11, сохраняют переменную микроструктуру, а также видимый переход между мелкозернистой и крупнозернистой областями.

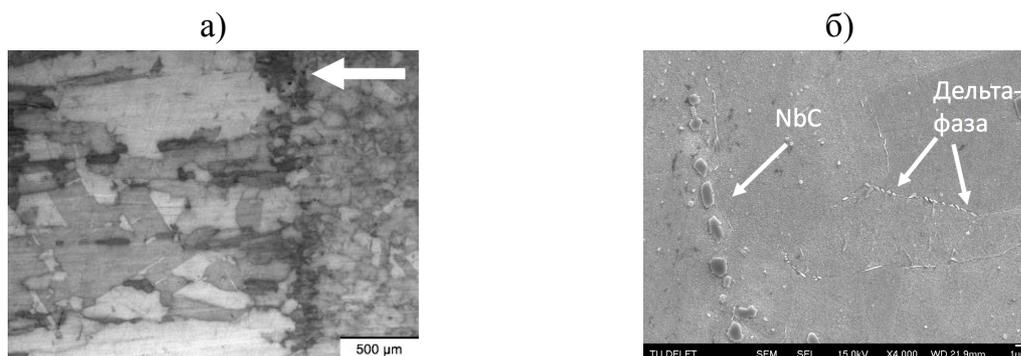


Рисунок 11 – Оптическое изображение образца из Inconel 718 после ГИП + ТО в зоне перехода между 50 мкм и 100 мкм областями (а) (стрелкой показано направление выращивания); СЭМ изображение, отображающее наличие карбидов и дельта фазы (б)

Аналогичный размер зерен наблюдался в образцах после ГИП до и после термической обработки. Их росту препятствует наличие вокруг основных зерен включений карбида NbC. Кроме того, наблюдается равномерное распределение малых

частиц TiC (~200 нм) и, по сравнению с состоянием после ГИП, количество карбидов после термической обработки увеличилось. Наряду с более высокой плотностью карбидов, иглообразные выделения δ -фазы обнаружены вдоль границ зерен. Образование δ -фазы с пластинчатой морфологией происходит в интервале температур между 650 и 980 °С.

Проведенный анализ EBSD одной из крупнозернистых областей, окруженной матрицей с малым размером зерен показал, что между областью крупных и мелких зерен наблюдается плавный переход, но в достаточно узкой области (рисунок 12). Кроме того, область со столбчатыми зернами имеет удлиненные зерна с сильной $\langle 001 \rangle$ ориентацией относительно направления выращивания (показаны красным, рисунок 12) и $\{100\}$ текстурой. Мелкозернистая область имеет достаточно хаотичную ориентацию зерен, за исключением переходной области (зона 100 мкм в зону 50 мкм), которая, по-видимому, сохраняет свою сильную ориентацию на ~500 мкм. Этот результат хорошо согласуется с результатами оптической микроскопии. Полученные результаты EBSD-анализа показывают, что термическая обработка для снятия напряжений не вызывает рекристаллизации (рисунок 12, б). Однако, в процессе ГИП при 118 °С начинается рекристаллизация, которая приводит к значительному изменению микроструктуры (Рисунок 12 в). После ГИП обработки происходит укрупнение зерна и изменение кристаллографической текстуры.

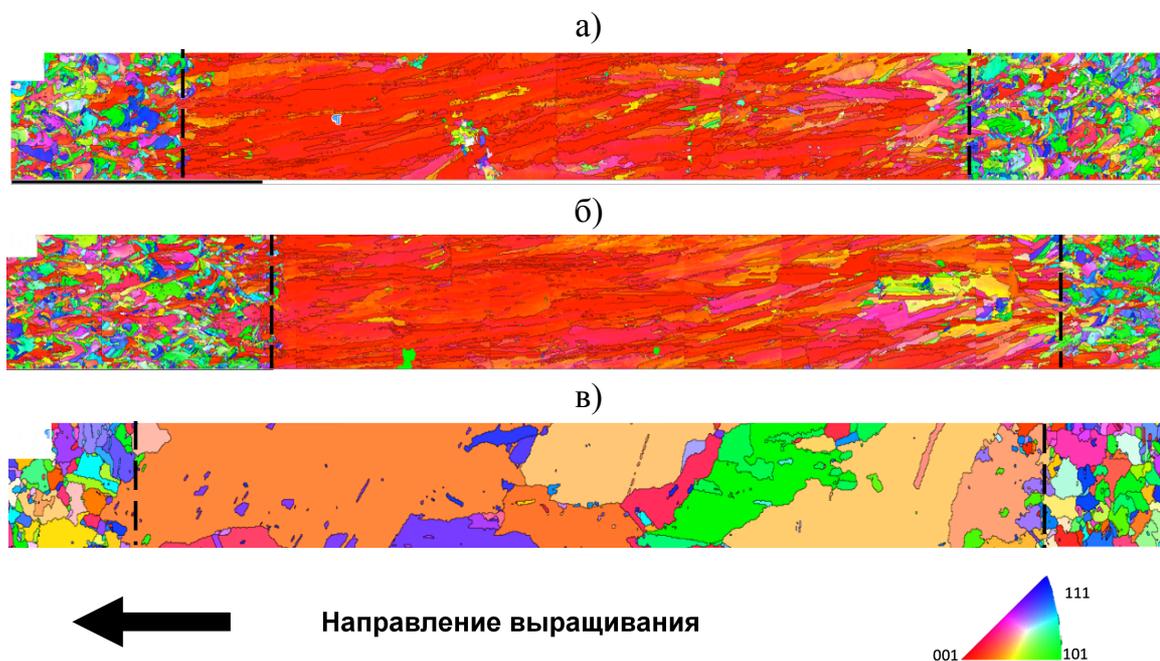


Рисунок 12 – Анализ EBSD градиентного образца из сплава Inconel 718 с одиночной крупнозернистой зоной, внедренной в мелкозернистую матрицу для состояний: после СЛП (а), после снятия напряжений (б), и после ГИП (в)

Тем не менее, большинство крупных зерен в зоне 100 мкм, по-видимому, сохраняют предпочтительную ориентацию (001), и между крупными и мелкозернистыми областями, все еще, наблюдается четкий переход. Следовательно, локальная деформация при ГИП и высокие температуры обеспечивают движущие

силы, достаточно большие для того, чтобы способствовать рекристаллизации, но недостаточные для того, чтобы устранить границу раздела различных областей микроструктуры.

Таким образом, показано, что в образцах с переменной структурой четко видны различия между областями с заданной структурой. После проведения всех видов термической обработки происходит укрупнение структуры, однако различия сохраняются. После ГИП, отжига и старения наблюдается область вытянутых направленных и мелких равноосных зерен.

В пятой главе проведено исследование механических свойств полученных образцов.

Исследование механических свойств на растяжение для образцов, выращенных при различной толщине слоя, показало увеличение прочностных свойств при уменьшении толщины слоя (таблица 2).

Таблица 2. Результаты испытаний на растяжение образцов сплава Inconel 718, полученных методом СЛП

Название образца и толщина слоя	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ (МПа)	Модуль Юнга, E (ГПа)	Относительное удлинение, δ (%)	Предел прочности, σ_b (МПа)	Твердость (HV 1/40)
СЛП					
30 мкм	675 ± 9	174 ± 10	27,7 ± 6	957 ± 13	315
50 мкм	609 ± 13	173 ± 13	31 ± 7	949 ± 27	320
100 мкм	531 ± 9	113 ± 3	21 ± 5	866 ± 33	287
СЛП + Отжиг					
50 мкм	875 ± 11	190 ± 11	17 ± 2	1153 ± 4	360
100 мкм	668 ± 7	138 ± 5	7 ± 2	884 ± 80	338
СЛП + ГИП					
50 мкм	645 ± 6	188 ± 8	38 ± 1	1025 ± 14	310
100 мкм	481 ± 11	183 ± 19	34 ± 3	788 ± 12	262
СЛП + ГИП + ТО					
50 мкм	1145 ± 16	190 ± 6	19 ± 1	1376 ± 14	468
100 мкм	1065 ± 20	188 ± 20	15 ± 4	1272 ± 12	451
Литературные данные					
Литые	488	200	11	786	-
Горячекатаные, зерно ~40 мкм	1245	200	24	1415	-
Горячекатаные, зерно ~100 мкм	1145	200	24	1290	-

Это объясняется различиями в структуре и уменьшением размера зерна (по соотношению Холла-Петча). Пластичность образцов с толщиной слоя 50 мкм больше, чем с толщиной 30 мкм. Наблюдается снижение предела прочности на растяжение и предела текучести на 20% для 100 мкм образцов по сравнению с образцами 50 мкм.

Кроме того, флуктуации значений для относительного удлинения для 100 мкм образцов, вероятно, объясняются локализованной пористостью. Значение относительного удлинения в металлах более чувствительно к наличию пористости, чем предел прочности или пластичности. Общее снижение свойств при растяжении для 100 мкм образцов является результатом наличия крупных зерен, в основном ориентированных в направлении (001). Следовательно, наблюдаемые механические свойства в основном зависят от размера зерен и текстуры. Однако можно предположить, что удлиненные в направлении (001) зерна будут полезны для высокотемпературных свойств, таких как длительная прочность.

Вертикально расположенные образцы на платформе имеют прочностные свойства ниже, чем горизонтально расположенные. Значения относительного удлинения образцов демонстрируют обратную зависимость: удлинение больше у образцов, изготовленных в вертикальном направлении. Данная закономерность может быть объяснена как наличием пор, так и направленностью микроструктуры. В первом случае влияние оказывает форма пор. Они имеют большую площадь в плоскости, перпендикулярной направлению выращивания и выступают в роли дополнительных концентраторов напряжений. Среднее значение ударной вязкости у вертикальных образцов выше, чем у горизонтальных.

В результатах испытаний на разрыв при комнатной температуре обнаружено наличие различия в прочностных характеристиках образцов изготовленных в горизонтальном и вертикальном направлениях. Горизонтальные образцы демонстрируют более высокий предел текучести и прочности, разброс значений прочности и пластичности у горизонтальных образцов меньше, чем у образцов, изготовленных в вертикальном направлении. Отличие прочностных свойств образцов может быть связано с присутствием направленных дефектов и особенностями формирующейся микроструктуры материала в процессе селективного лазерного плавления. В частности, при селективном лазерном плавлении образуются дефекты в виде пор, вызванные недостаточным свариванием нового слоя с предыдущим (рисунок 13). Это, а также наличие направленности кристаллографической структуры, вызывает появление анизотропии свойств.

Отжиг привел к повышению прочностных свойств и некоторому снижению пластичности образцов, что связано с выделением иглообразных включений дельта-фазы. Горячее изостатическое прессование способствовало значительному повышению пластичности образцов за счет закрытия пор и растворения фаз Лавеса.

Последующая термическая обработка способствовала выделению упрочняющих фаз, которые увеличивают прочность образцов, но в некоторой степени снижают пластические свойства материала.

При исследовании высокотемпературных свойств при испытаниях на растяжение образцов, изготовленных с использованием различных значений толщины слоя, наблюдаются зависимости, аналогичные полученным при испытании образцов на растяжение при комнатной температуре (таблица 3).

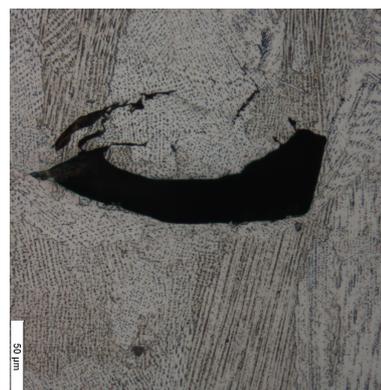


Рисунок 13 – Поры, вызванные недостаточным свариванием в процессе селективного лазерного плавления

Таблица 3. Зависимость механических свойств от толщины слоя после СЛП и термической обработки образцов из сплава Inconel 718 при температуре 650°C

Образец	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ (МПа)	Предел прочности, σ_b (МПа)	Относительное удлинение, δ (%)
СЛП			
30 мкм	716 ± 11	828 ± 9	27 ± 4
50 мкм	650 ± 11	845 ± 9	28 ± 4
100 мкм	543 ± 2	782 ± 6	31 ± 6
СЛП + ГИП			
50 мкм	626 ± 8	857 ± 14	29 ± 1
100 мкм	479 ± 5	665 ± 7	28 ± 2
СЛП + ГИП + ТО			
50 мкм	942 ± 11	1078 ± 8	20 ± 2
100 мкм	872 ± 13	1005 ± 12	17 ± 4

Для исследования механических свойств образцов с переменной структурой были изготовлены образцы, геометрические параметры которых показаны на рисунке 14. Образцы состоят из комбинации областей (области 1 и 2), изготавливаемых с использованием режимов для толщин слоя 50 и 100 мкм.

Исследование твердости образцов с переменной структурой показало, что между зонами наблюдается градиент твердости с ~20 % снижением в области с крупными зернами (рисунок 15). Основываясь на результатах измерения твердости очевидно, что последовательность чередования областей с крупными и мелкими зернами оказывает влияние на локальные механические свойства изделия. Следует также отметить, что результаты измерения модуля Юнга, представленные в таблице 4, находятся в хорошем соответствии с правилом смесей, которое предсказывает модуль Юнга ~150 ГПа для образца с заданной структурой, имеющего две области с крупными зернами (на основании того, что $E_{50\text{мкм}}=173$ ГПа и $E_{100\text{мкм}}=113$ ГПа).

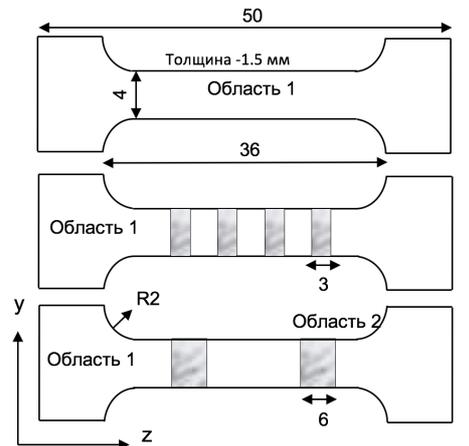


Рисунок 14 – Схема расположения структурных областей в образцах для испытаний на растяжение

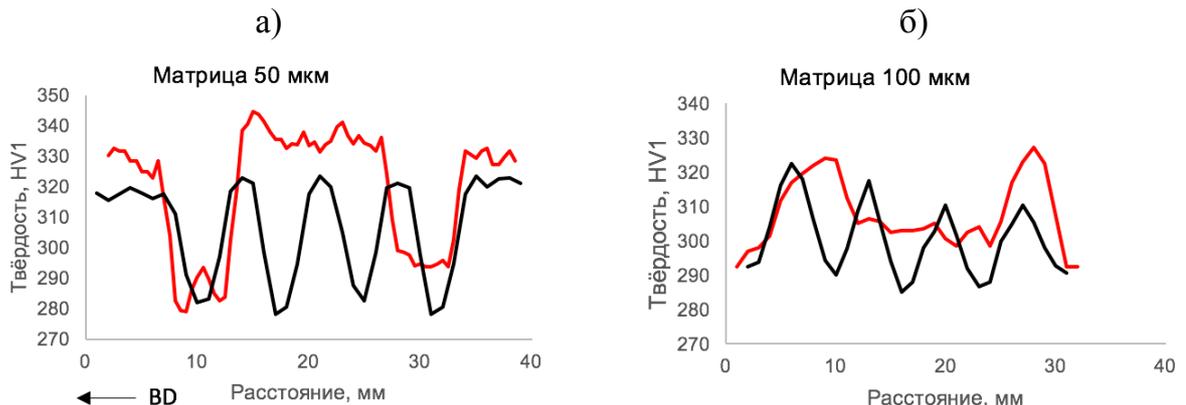


Рисунок 15 – Изменение твердости по длине образцов с переменной структурой. Красная линия – твердость для образца с двумя вставками, черная – с четырьмя

Сильная текстура $\langle 001 \rangle$ матрицы, созданная с использованием лазера большего диаметра, наиболее вероятно, ответственна за значительное уменьшение модуля Юнга (на ~50%) сплава.

Схема, отображающая деформацию образца при испытании на растяжение с переменной структурой, обладающего двумя областями с крупными зернами, показана на рисунке 16. Эволюция пластических деформаций схожа для всех исследованных образцов с переменной структурой, где крупнозернистые области обладают наибольшими деформациями и, в итоге, разрушение происходит именно по ним.

Таблица 4. Механические свойства образцов с переменной структурой

Предел пластичности (МПа)	Модуль Юнга, Е (ГПа)	Относительное удлинение, δ (%)	Предел прочности, σ_B (МПа)	Твердость HV 1/40, 50 мкм / 100 мкм область	
Матрица 50 мкм, 2 области 100 мкм					
574 ± 6	136 ± 13	13 ± 2	873 ± 14	330	285
Матрица 100 мкм, 2 области 50 мкм					
591 ± 14	131 ± 3	15 ± 3	920 ± 23	322	300
Матрица 50 мкм, 4 области 100 мкм					
585 ± 7	155 ± 11	14 ± 1	880 ± 17	318	285
Матрица 100 мкм, 4 области 50 мкм					
586 ± 16	137 ± 12	18 ± 2	920 ± 7	311	289

Как видно на рисунке 16, (а), области со столбчатыми зёрнами имеют наибольшие деформации при растягивающей нагрузке, что начинает проявляться, начиная с относительно низкой деформации 3%. Это связано с более низким пределом текучести и модулем Юнга крупнозернистой области (таблица 2). Профиль деформации находится в хорошем согласии с профилем твердости, представленным на рисунке 15. Даже с учетом того, что весь образец разрушился при значении пластической деформации в 11%, локальные пики деформации в крупнозернистой области достигают 22,3%, приводя к разрыву образца в нижней 100 мкм области. ГИП обработка не устраняет заданные микроструктурные различия, и материал сохраняет локально созданные механические свойства (рисунок 16, б).

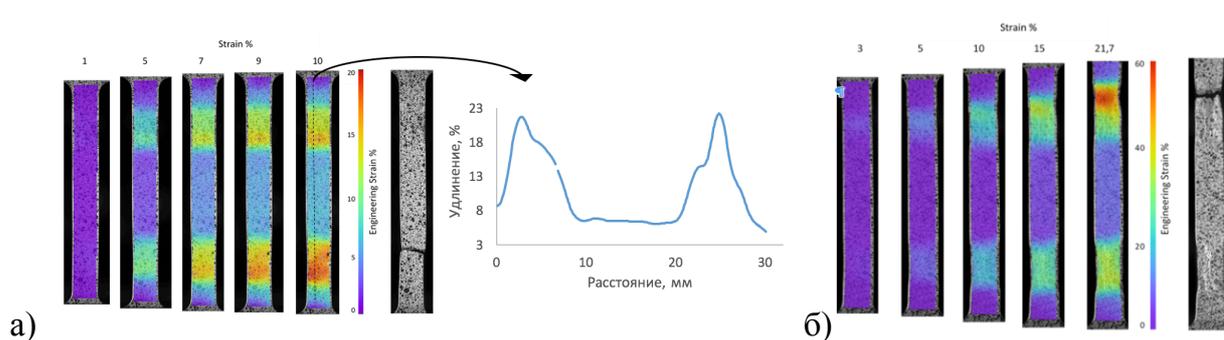


Рисунок 16 – Развитие локальных деформаций в образце сплава в процессе испытания на растяжение после СЛП (а) и после ГИП (б)

Термическая обработка сказывается на изменении твердости образцов, однако перепад ее значений по длине образцов сохранился для всех видов термической обработки. Увеличение твердости на 10% для образца после отжига, вероятно, связано с упрочнением посредством δ -фазы (см. Рисунок 17), которая действует как барьер для движения дислокаций, что повышает твердость сплава. В отличие от термически

обработанного состояния, снижение твердости на 10% после ГИП объясняется гомогенизацией микроструктуры и растворением метастабильных фаз. Проведение термической обработки после ГИП приводит к некоторому уменьшению различия твердости и значительному повышению ее значения до 480 HV, что связано с увеличением размеров и плотности включений карбидов, а также с выделением δ -фазы (рисунок 17).

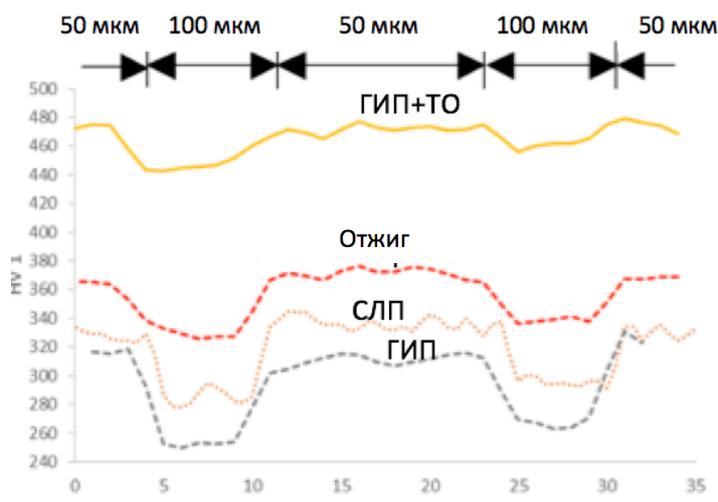


Рисунок 17 – Влияние термической обработки на профиль твердости образцов с переменной структурой

Для подтверждения возможности получения сложнопрофильных изделий с переменной структурой изготовлена модель турбинной лопатки (рисунок 18). Разработана конфигурация зон заданной структуры прототипа рабочей лопатки с последующим формированием переменной микроструктуры методом селективного лазерного плавления.



Рисунок 18 – Фотография лопатки с заданной структурой, изготовленной из сплава Inconel 718 методом селективного лазерного плавления

При изготовлении хвостовика лопатки применяли режим, обеспечивающий формирование равноосной мелкодисперсной зеренной структуры (режим для толщины слоя 50 мкм). Для изготовления пера лопатки использовали режим, позволяющий формировать вытянутые столбчатые зерна с преобладающим направлением $\langle 001 \rangle$ (режим для толщины слоя 100 мкм с использованием лазерного пятна диаметром 700 мкм). Анализ структуры лопатки подтвердил возможность получения заданной структуры в различных ее участках при использовании технологии селективного лазерного плавления.

Общие выводы:

1. Показана возможность изготовления сложнопрофильных деталей с заданной структурой из жаропрочного никелевого сплава Inconel 718 методом селективного лазерного плавления путем варьирования технологических параметров процесса. При этом формируются элементы детали с различным размером и ориентацией зерен в структуре сплава.

2. На основе результатов исследования влияния технологических параметров процесса селективного лазерного плавления на структуру и свойства жаропрочного никелевого сплава Inconel 718 определены ключевые технологические параметры, оказывающие наибольшее влияние. Определены значения параметров, при которых возможно получение мелкозернистой разнонаправленной структуры и крупнозернистой структуры с сильной текстурой.

3. Предложен метод, позволяющий комбинировать области с различной структурой в пределах одной детали при ее изготовлении методом селективного лазерного плавления. Показано, что локальные механические характеристики изменяются при переходе от одной области к другой, а управление относительным расположением областей позволяет задавать поведение материала детали при механическом воздействии.

4. Установлено, что проведение термической обработки для снятия напряжений не приводит к рекристаллизации и значительному изменению микроструктуры в сравнении с состоянием после селективного лазерного плавления. Горячее изостатическое прессование и последующая термическая обработка, включающая отжиг на твердый раствор и старение, приводит к рекристаллизации и укрупнению зерен, однако в сплаве сохраняются области крупных вытянутых и мелких равноосных зерен.

5. Установлена зависимость структуры и свойств жаропрочного никелевого сплава Inconel 718 от направления, в котором происходило выращивание детали в процессе селективного лазерного плавления. У вертикально расположенных образцов прочностные свойства при испытании на растяжение ниже, чем у размещенных горизонтально. Варьирование значений технологических параметров позволяет

заданным образом изменять получаемый размер зерна и его направленность и формировать как вытянутые направленные зерна, так и малые равноосные.

6. На примере рабочей лопатки газотурбинного двигателя показана возможность изготовления сложнопрофильных деталей с управляемой микроструктурой и свойствами. При изготовлении хвостовика использовали технологические режимы, обеспечивающие формирование равноосной мелкодисперсной зеренной структуры, а изготовление пера проводили при режимах, позволяющих формировать вытянутые столбчатые зерна с преобладающим направлением $\langle 001 \rangle$.

Основное содержание диссертации изложено в следующих работах:

1. Popovich V.A., Borisov E.V., Popovich A.A., Sufiiarov V.Sh., Masaylo D.V., Alzina L. Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties // *Materials & Design*. 2017. Vol. 114. P. 441-449.

2. Суфияров В.Ш., Попович А.А., Борисов Е.В., Полозов И.А. Эволюция структуры и свойств жаропрочного никелевого сплава после селективного лазерного плавления, горячего изостатического прессования и термической обработки // *Цветные металлы*. 2017. № 1. С. 77-82.

3. Sufiiarov V.Sh., Popovich A.A., Borisov E.V., Polozov I.A., Masaylo D.V., Orlov A.V. The Effect of Layer Thickness at Selective Laser Melting // *Procedia Engineering*. 2017. Vol. 174. P. 126-134.

4. Суфияров В.Ш., Попович А.А., Борисов Е.В., Полозов И.А. Влияние толщины слоя построения при селективном лазерном плавлении сплава Inconel 718 на микроструктуру и свойства // *Цветные металлы*. 2016. № 1. С. 81-86.

5. Popovich A.A., Sufiiarov V.Sh., Borisov E.V., Polozov I.A. Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by SLM and subsequent heat treatment // *Key Engineering Materials*. 2015. Vol. 651-653. P. 665-670.

6. Sufiiarov V.Sh., Popovich A.A., Borisov E.V., Polozov I.A. Selective laser melting of heat-resistant Ni-based alloy // *Non-ferrous Metals*. 2015. N 1, P. 32-35.

7. Popovich A.A., Masaylo D.V., Sufiiarov V.Sh., Borisov E.V., Polozov I.A., Bychenok V.A., Kinzhagulov I.Y., Berkutov I.V., Ashikhin D.S., Il'inskii A.V. A laser ultrasonic technique for studying the properties of products manufactured by additive technologies // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2016. V. 52. N 6. P. 303-309.

8. Popovich V.A., Borisov E.V., Popovich A.A., Sufiiarov V.Sh., Masaylo D.V., Alzina L. Impact of heat treatment on mechanical behaviour of Inconel 718 processed with tailored microstructure by selective laser melting // *Materials & Design*. 2017. V. 131. P. 12-22.

9. Sufiiarov V.S., Borisov E.V., Polozov I.A. Selective Laser Melting of the Inconel 718 Nickel Superalloy // *Applied Mechanics & Materials*. 2014. V. 698. P. 333-338.

10. Попович А.А., Суфияров В.Ш., Борисов Е.В., Полозов И.А. Исследование процесса селективного лазерного плавления жаропрочного никелевого сплава // Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ'14): Труды Междунар. научно-технич. конференции. - СПб.: Изд-во Политехн. ун-та. 2014. – С. 322-324.

11. Борисов Е.В., Бабков Д.С., Бройтман О.А., Компьютерный анализ процессов прототипирования при изготовлении металлической литейной оснастки // Литейное производство сегодня и завтра: труды 9-й Междунар. научно-практич. конференции. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2012. – С. 471- 478.

12. Борисов Е.В., Голод В.М. Моделирование и компьютерный анализ процесса образования остаточной пористости при селективном лазерном плавлении // XLI Неделя науки СПбГПУ: материалы международной научно-практической конференции. Ч. VI. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2012. – С. 21-23.

13. Попович А.А., Борисов Е.В., Полозов И.А., Масайло Д.В., Григорьев А.В. Анизотропия механических свойств изделий, изготовленных методом селективного лазерного плавления порошковых материалов // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2016. № 3. С. 4-11.

14. Борисов Е.В., Попович А.А, Суфияров В.Ш., Полозов И.А, Масайло Д.В., Орлов А.В Применение жаропрочного никелевого сплава в аддитивных технологиях // Сборник докладов научно-технической конференции «Климовские чтения – 2016. Перспективные направления развития авиадвигателестроения», СПб, 2016. – С. 316-322.

15. Борисов Е.В., Попович А.А, Суфияров В.Ш., Полозов И.А, Масайло Д.В., Орлов А.В Применение аддитивных технологий в авиадвигателестроении // Сборник докладов научно-технической конференции «Климовские чтения – 2016. Перспективные направления развития авиадвигателестроения», СПб, 2016. – С. 322-330.

16. Свид. 2015619434 Российская Федерация. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. Программный комплекс «SLM Modeling» / Борисов Е.В., Голод В.М.; заявитель и правообладатель ООО МИП «Центр моделирования литейных процессов и технологий» (RU). – №2015616114; заявл. 06.07.15; опубл. 03.09.15, Реестр программ для ЭВМ. – 1с.