

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

На правах рукописи



Рашковец Мария Владимировна

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ,
ПОЛУЧЕННЫХ ПО АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО
ВЫРАЩИВАНИЯ**

2.6.17– материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, доцент
Никулина Аэлита Александровна

Новосибирск - 2022

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1 СПЛАВЫ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ, МЕХАНИЗМЫ ИХ УПРОЧНЕНИЯ И СПОСОБЫ ОБРАБОТКИ (Литературный обзор).....	16
1.1 Механизмы упрочнения и морфология фаз высоколегированных никелевых сплавов.....	18
1.1.1 Морфология частиц γ' -фазы.....	20
1.1.2 Морфология частиц γ'' -фазы.....	25
1.1.3 Морфология фазы Лавеса	26
1.1.4 Морфология δ -фазы.....	27
1.1.5 Морфология карбидных фаз	28
1.2 Технологии получения изделий из никелевых сплавов.....	29
1.2.1 Традиционные способы получения изделий из никелевых сплавов	29
1.2.2 Аддитивные технологические процессы.....	31
1.2.3 Влияние технологических параметров на микроструктуру и фазовый состав никелевых сплавов при реализации классических и аддитивных процессов производства изделий	36
Выводы по главе 1	38
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	40
2.1 Материалы исследования	40
2.2 Экспериментальная установка и принцип формирования материалов аддитивным методом прямого лазерного выращивания	42
2.3 Технологические режимы получения заготовок аддитивным процессом прямого лазерного выращивания	43
2.4 Методы исследования структуры и фазового состава материалов	45

2.4.1 Световая металлография	46
2.4.2 Растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ	46
2.4.3 Просвечивающая электронная микроскопия	47
2.4.4 Рентгенофазовый анализ	48
2.5 Механические испытания материалов	50
2.5.1 ДюрOMETрические испытания.....	50
2.5.2 Оценка механических свойств при статическом нагружении	51
2.5.3 Оценка ударной вязкости.....	51
2.5.4 Циклические испытания.....	52
2.6 Численное моделирование температурных полей.....	53
2.7 Термическая обработка высоколегированных никелевых сплавов	55
ГЛАВА 3 ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ХОДЕ АДДИТИВНОГО ПРОЦЕССА МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ	56
3.1 Дефекты микроструктуры высоколегированных никелевых сплавов, полученных аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания .	56
3.2 Формирование структуры при различных режимах аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания никелевых сплавов.....	60
3.2.1 Микроструктура никелевых сплавов систем <i>Ni-Cr-Mo</i> и <i>Ni-Co-Cr</i>	61
3.2.2 Микроструктура никелевого сплава системы <i>Ni-Fe-Cr</i>	66
Выводы по главе 3.....	70
ГЛАВА 4 ФАЗОВЫЙ СОСТАВ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, СФОРМИРОВАННЫХ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ	72

4.1 Исследования структуры и фазового состава никелевого сплава системы <i>Ni-Cr-Mo</i> , сформированного аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания.....	72
4.2 Исследования структуры и фазового состава никелевого сплава системы <i>Ni-Co-Cr</i> , сформированного аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания.....	82
4.3 Структурно-фазовое состояние никелевого сплава системы <i>Ni-Fe-Cr</i> , сформированного аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания.....	93
4.4 Структурно-фазовое состояние послойно сплавленного никелевого сплава системы <i>Ni-Fe-Cr</i> после термической обработки	100
Выводы по главе 4.....	104
ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, СФОРМИРОВАННЫХ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ	106
5.1 ДюрOMETрические исследования высоколегированных никелевых сплавов систем <i>Ni-Cr-Mo</i> , <i>Ni-Co-Cr</i> , <i>Ni-Fe-Cr</i> , сформированных при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания	107
5.2 Оценка механических свойств никелевых сплавов систем <i>Ni-Cr-Mo</i> , <i>Ni-Co-Cr</i> и <i>Ni-Fe-Cr</i> , сформированных при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания, в условиях статического нагружения	110
5.3 Механические свойства никелевого сплава системы <i>Ni-Fe-Cr</i> , сформированного при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания, в условиях динамического нагружения	114
5.4 Усталостная трещиностойкость термически обработанного никелевого сплава системы <i>Ni-Fe-Cr</i> , сформированного при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания.....	117
Выводы по главе 5.....	125

ГЛАВА 6 ПРАКТИЧЕСКОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	127
6.1 Преимущества никелевых сплавов.....	127
6.2 Преимущества аддитивной технологии, основанной на реализации метода прямого лазерного выращивания, при формировании деталей из никелевых сплавов.....	128
6.3 Внедрение результатов научной работы в учебный процесс	130
Выводы по главе 6.....	131
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	132
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	136
Приложение А Акт внедрения результатов научно-исследовательской работы в Институте теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН	163
Приложение Б Анализ результатов теоретических и экспериментальных исследований, выполненных отечественными и зарубежными специалистами..	164

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

В последние годы во многих странах активно развиваются подходы к производству металлических изделий с использованием аддитивных технологий. Из совокупности применяемых на практике разработок следует выделить технические решения, основанные на автоматизации процессов, позволяющие методом послойной лазерной наплавки с использованием трехмерных цифровых моделей (*CAD/CAM*) воспроизводить геометрию сложных по конфигурации деталей. Возможности по обеспечению точной геометрии изделий, которыми обладают отмеченные технологии, являются их основным преимуществом перед классическими производственными процессами. В качестве направлений, предпочтительных для внедрения аддитивных технологических процессов, следует выделить авиа- и ракетостроение. Типичные для этих отраслей детали характеризуются сложным профилем, наличием внутренних криволинейных каналов и тонкостенных пересекающихся ребер.

Процессы структурообразования при послойном выращивании изделий сопровождаются высокими скоростями охлаждения, существенно ограничивающими развивающиеся в них диффузионные процессы. В то же время многократно повторяющееся термическое воздействие, связанное с формированием новых слоев материала, создает условия для проявления твердофазной диффузии и образования структуры метастабильного типа. Анализ используемых в производстве аддитивных технологических процессов позволяет сделать вывод о высокой степени их сложности, необходимости решения множества задач, обусловленных чувствительностью послойной наплавки к изменению технологических параметров.

Одну из основных групп материалов, применяемых в авиа- и ракетостроении, представляют сплавы на основе никеля. Сплавы этого типа характеризуются комплексом повышенных механических и физико-химических свойств, в том числе длительной прочностью, сопротивлением ползучести, коррозионной стойкостью. Указанные свойства обеспечиваются присутствием в их структуре стабильных и

метастабильных фаз, формирующихся при взаимодействии никелевой матрицы с легирующими элементами, количество которых может приближаться к двадцати. Следует учитывать, что положительное влияние какого-либо из элементов может нивелироваться негативным влиянием ряда других формируемых в структуре сплава нежелательных фаз. Многообразие структурных состояний, обеспечивающих проявление твердорастворного и дисперсионного механизмов упрочнения, а также присутствие в структуре сплавов нежелательных δ -фазы, фаз Лавеса и ряда карбидов, определяется технологией получения и процессами термической обработки сплавов, режимы которых назначаются в соответствии с их химическим составом.

Несмотря на большой объем исследований никелевых сплавов, полученных с использованием аддитивных технологий, однозначных представлений о структурно-фазовых преобразованиях на разных этапах процессов послойной наплавки не сформировано. Результаты многих работ противоречивы. Многообразие фаз, возникающих на стадии кристаллизации сплавов и при последующем термоциклическом воздействии, существенно усложняет понимание структурных преобразований, происходящих при реализации технологий аддитивного выращивания изделий.

Информация о различных структурных состояниях материалов близкого химического состава, которую можно встретить в современной литературе, обусловлена особой чувствительностью аддитивных процессов к изменению технологических параметров. Так, например, в ряде работ отмечается возможность подавления распада пересыщенного твердого раствора при высоких скоростях охлаждения материала. При этом в соответствии с экспериментальными данными, представленными в других литературных источниках, результатом твердофазной диффузии, имеющей место при накоплении тепла в сплаве от повторного прохождения источника нагрева, является формирование различных типов упрочняющих фаз. К числу факторов, оказывающих влияние на фазовый состав материалов, относится не только спектр технологических параметров, но и тип аддитивного процесса. При

усложнении составов наплавленных материалов проблема выбора рациональных режимов аддитивной обработки становится еще более существенной.

Учитывая вышеизложенное, понимание фазовых преобразований, происходящих при реализации аддитивных процессов, представляет особый интерес как с точки зрения развития современного материаловедения, так и с позиции практического применения анализируемой технологии. Таким образом, проведение тонких структурных исследований высоколегированных никелевых сплавов, сформированных с использованием аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания, является актуальной задачей.

Исследования по теме диссертационной работы проводились в рамках грантов РФФИ № 19-38-50044 «Экспериментальное исследование жаропрочных никелевых сплавов, полученных аддитивным методом высокоскоростного прямого лазерного выращивания» (2019–2020 гг.) и № 19-38-90131 «Исследование закономерностей усталостного и динамического разрушения жаропрочных сплавов, полученных аддитивными технологиями» (2019–2021 гг.), госзадания *FSUN-2020-0014* «Исследование метастабильных структур, формируемых на поверхностях и границах раздела материалов при экстремальном внешнем воздействии» (2019-0931), а также федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы» (соглашение № 14.610.21.0013, проект «Разработка и создание линейки промышленного роботизированного оборудования на основе мультипучковой электронно-лучевой технологии для высокопроизводительного аддитивного производства крупногабаритных металлических и полиметаллических деталей, узлов и конструкций для ключевых отраслей РФ», 2017–2019 гг.).

Степень разработанности темы исследования

В научной литературе, связанной с изучением аддитивных процессов получения металлических материалов, в том числе высоколегированных никелевых сплавов, доминируют публикации зарубежных авторов. Исследования активно проводятся в научных организациях и университетах США (*University of Texas* и

др.), Франции (*École nationale d'ingénieurs de Saint-Étienne* и др.), Германии (*Federal Institute for Materials Research and Testing* и др.), Азии (*Chinese Institute for Laser Engineering* и др.) и в других центрах.

Доля отечественных работ в анализируемой области заметно возросла лишь в последние десять лет. Первые глубокие исследования, связанные с анализом селективного лазерного спекания/сплавания (*SLS/SLM*) металлических материалов, выполнены специалистами Всероссийского научно-исследовательского института авиационных материалов «ВИАМ», имеющими большой опыт разработки и изучения новых сплавов на основе никеля. Исследования процессов структурообразования, происходящих в металлических материалах при реализации аддитивных технологий, активно проводятся в НИТУ «МИСиС», СПбПУ, МГТУ «СТАНКИН», МГТУ им. Н.Э. Баумана, ИФПМ СО РАН, Самарском университете имени академика С.П. Королева и ряде других российских организаций.

Несмотря на то, что исследования аддитивных технологических процессов проводятся на протяжении последних 20–30 лет, результаты, полученные различными группами специалистов, во многих случаях противоречивы, что свидетельствует о необходимости расширения исследований и формирования более обоснованных представлений о взаимосвязях, соответствующих последовательности «состав материала – режим обработки – структурно-фазовый состав – механические свойства материала».

Цель диссертационной работы заключается в выявлении особенностей структурно-фазовых преобразований заготовок при реализации аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания и изучении влияния технологических режимов на свойства никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*.

Для достижения отмеченной цели решались следующие **задачи**:

1. Оценка структурно-фазового состояния исходного порошкового материала.
2. Анализ влияния технологических параметров на формирование структуры высоколегированных никелевых сплавов при реализации аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания.

3. Исследование на различных масштабных уровнях особенностей строения и фазового состава высоколегированных никелевых сплавов, полученных при варьировании технологических режимов аддитивного процесса прямого лазерного выращивания.

4. Анализ влияния структуры и фазового состава на комплекс механических свойств никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*, полученных с использованием аддитивного процесса.

Научная новизна

1. Установлено, что при реализации аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания заготовок в виде совокупности слоев высотой 0,04 мм структура никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr* с минимально разориентированными столбчатыми дендритами, протяженными через множество слоев, возникает при наплавке порошкового материала с эффективной энергией лазерного излучения на уровне 32 Дж/мм². С ростом эффективной энергии лазерного излучения от 6,7 до 32 Дж/мм² зафиксировано снижение пористости наплавленных слоев в 4,3 раза. Увеличение шага слоя до 0,6 мм при наплавке с энергией лазерного излучения в пределах от 21,2 до 23,6 Дж/мм² сопровождается образованием явно выраженных зон переплава (сплавления) и формированием прерывистых столбчатых дендритов. Возникшие таким образом зоны характеризуются бездефектным строением и не оказывают существенного влияния на комплекс механических свойства «многослойных» материалов.

2. Методом просвечивающей электронной микроскопии выявлены особенности формирования морфологии наноразмерных частиц γ' -фазы *Ni₃Al*, выделяющихся в структуре дисперсионно-твердеющего никелевого сплава системы *Ni-Co-Cr*. Экспериментально установлено влияние эффективной энергии лазерного излучения на форму и размеры выделившихся частиц. Для наплавки с малым уровнем энергии (12–16 Дж/мм²) характерно выделение из матричной фазы округлых по форме частиц размером 20–40 нм. Повышение энергии до 24 Дж/мм² сопровождается формированием в сплаве кубовидных частиц γ' -фазы *Ni₃Al* со средним размером 45 нм. Переход к сферической морфологии выделений при повышении

энерговклада до уровня 32 Дж/мм^2 происходит за счет перераспределения γ' -образующих элементов при выделении в междендритных пространствах бóльшего количества первичных карбидов.

3. Образование пластинчатых частиц δ -фазы в процессе прямого лазерного выращивания заготовок из сплава системы *Ni-Cr-Mo* преимущественно происходит по границам зерен. При наплавке материалов с уровнем эффективной энергии лазерного излучения $6,7 \text{ Дж/мм}^2$ длина возникших частиц не превышает 200 нм . Повышение энергии до $20\text{--}26,7 \text{ Дж/мм}^2$ приводит к росту пластин до $\sim 500 \text{ нм}$. При этом длина пластин δ -фазы, выделившихся совместно с эвтектикой, составляет $1\text{--}2 \text{ мкм}$. Образование игольчатых частиц δ -фазы, снижающих механические свойства материала, не зафиксировано.

4. С использованием методов просвечивающей электронной микроскопии в никелевом сплаве системы *Ni-Fe-Cr*, наплавленном с уровнем эффективной энергии лазерного излучения $21,2\text{--}23,6 \text{ Дж/мм}^2$, зафиксировано выделение частиц γ' -фазы *Ni₃Al*. Дополнительная термическая обработка сплавов сопровождается увеличением упрочняющих частиц γ' -фазы до $\sim 1 \text{ мкм}$. Равномерное распределение упрочняющих γ' -частиц в объеме сплава при сохранении его дендритной структуры способствует двукратному увеличению прочностных характеристик и повышению ударной вязкости материала в $1,5$ раза.

Теоретическая и практическая значимость работы

Результаты комплексного исследования, полученные при выполнении диссертационной работы, расширяют представления о природе структурно-фазовых преобразований, развивающихся в высоколегированных никелевых сплавах на основе систем *Ni-Fe-Cr*, *Ni-Co-Cr* и *Ni-Cr-Mo* при реализации аддитивных процессов. Показано, что минимальный уровень эффективной энергии лазерного излучения, необходимый для формирования ориентированных в направлении теплового потока столбчатых дендритов, проходящих через множество слоев, в ходе послойной наплавки, составляет 24 Дж/мм^2 . С использованием методов электронной микроскопии подробно изучена морфология формирующихся стабильных и

метастабильных фаз при различных условиях реализации аддитивного процесса по схеме прямого лазерного выращивания заготовок. Высокие скорости охлаждения и периодически повторяющееся термическое воздействие на материал способствуют началу развития выделения упрочняющих фаз в сплавах на основе систем *Ni-Fe-Cr* и *Ni-Cr-Mo* в интервалах эффективной энергии лазерного излучения 20–26,7 Дж/мм² и 21,2–23,6 Дж/мм², соответственно. Варьирование эффективной энергии лазерного излучения оказывает влияние на морфологию упрочняющей γ' -фазы в дисперсионно-твердеющем никелевом сплаве системы *Ni-Co-Cr*. С повышением мощности вводимой энергии (12–24 Дж/мм²) форма частиц изменяется от округлой до близкой к кубической. Максимально приближенная к кубу форма частиц γ' -фазы наблюдается при эффективной энергии лазерного луча на уровне 24 Дж/мм².

Результаты исследований структуры послойно наплавленных материалов и комплекса их механических свойств способствуют решению прикладных задач, актуальных для аддитивного производства. Повышение уровня эффективной энергии лазерного излучения до 20 Дж/мм² (система *Ni-Cr-Mo*) и до 24 Дж/мм² (система *Ni-Co-Cr*) при фиксированном шаге единичного слоя 0,04 мм является эффективным техническим решением, обеспечивающим формирование качественных «многослойных» материалов. При послойной наплавке никелевого порошка (система *Ni-Cr-Mo*) с шагом слоя 0,6 мм и эффективной энергией лазерного луча более 21,2 Дж/мм² пористость полученных сплавов не превышает 1,1 %.

Результаты проведенных исследований используются в учебном процессе в Новосибирском государственном техническом университете при реализации образовательной программы бакалавриата по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» (в курсах «Технология конструкционных материалов» и «Физические методы исследования материалов»).

Методология и методы исследования

Объектами исследований являлись используемые в промышленном производстве высоколегированные никелевые сплавы систем *Ni-Cr-Mo* (*Inconel 625*), *Ni-Co-Cr* (ЭП741) и *Ni-Fe-Cr* (*Inconel 718*). Образцы получали аддитивным

методом по схеме прямого подвода энергии и материала в Санкт-Петербургском государственном морском техническом университете. Пробоподготовка, структурно-фазовые исследования и механические испытания материалов в условиях статического, динамического и циклического нагружения проводились с использованием оборудования центра коллективного пользования «Структура, механические и физические свойства материалов» НГТУ. Основными методами структурных исследований являлись световая микроскопия (*Carl Zeiss Axio Observer A1m*), растровая (*Carl Zeiss EVO50 XVP*) и просвечивающая (*FEI Tecnai 20 G2 TWIN*) электронная микроскопия. Фазовый состав материалов оценивали методами рентгеновской (дифрактометр *ARL X'TRA*) и электронной (*FEI Tecnai 20 G2 TWIN*) дифракции. Характер распределения химических элементов в анализируемых материалах изучали с применением метода микрорентгеноспектрального анализа (*EDS X-Act Oxford Instruments* и *EDAX*). Для оценки микротвердости исследуемых материалов использовали полуавтоматический микротвердомер *Wolpert Group 402 MVD*. Испытания материалов в условиях одноосного растяжения проводили на установке *Instron 3369*. Испытания на ударный изгиб по Шарпи были реализованы с применением маятникового копра *Instron CEAST 9050 Impact Pendulum*. При проведении циклических испытаний применялась сервогидравлическая универсальная испытательная установка *Instron 8801*.

Положения, выносимые на защиту

1. Повышение уровня эффективной энергии лазерного излучения в диапазоне от 6,7 до 32 Дж/мм² является одним из основных технологических факторов, обеспечивающих снижение пористости «многослойных» никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*, сформированных при использовании аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания заготовок с шагом слоя 0,04 мм.

2. Контроль шага формируемого слоя и уровня эффективной энергии лазерного излучения в ходе реализации аддитивного процесса позволяет формировать дендритную структуру требуемого типа. Прямое лазерное выращивание заготовок с уровнем эффективной энергии лазерного излучения в диапазоне 24–32 Дж/мм²

при шаге единичного слоя 0,04 мм обеспечивает формирование ориентированных в направлении теплового потока столбчатых дендритов, проходящих через множество слоев.

3. Уровень эффективной энергии лазерного излучения 6,7–26,7 Дж/мм² при шаге слоя 0,04 мм исключает образование δ -фазы игольчатой морфологии, оказывающей негативное влияние на комплекс механических свойств никелевых сплавов системы *Ni-Cr-Mo*.

4. Формирование карбонитридов типа $(Nb, Ti)NC$ в никелевом сплаве системы *Ni-Fe-Cr* сопровождается перераспределением химических элементов в объеме сплава при его последующей термической обработке с выделением частиц упрочняющей γ' -фазы Ni_3Al , что благоприятно отражается на комплексе механических свойств материала. Образование γ' -частиц в объеме материала не приводит к формированию высоких локальных напряжений вблизи частиц фазы Лавеса и смежных с ними выделений δ -фазы. При встрече с указанными построениями магистральная трещина либо тормозится, либо продвигается в материале по механизму огибания препятствий.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением комплекса современных методов исследований, использованием аналитического и испытательного оборудования мирового уровня.

Результаты работы были представлены и обсуждены на международной конференции «Пленки и покрытия-2021» (г. Санкт-Петербург, 2021 г.); международном молодежном форуме «Ломоносов-2020» (г. Москва, 2020 г.); международной конференции «Фундаментальные основы механохимических технологий» (г. Новосибирск, 2018 г.); международной научно-практической конференции «Актуальные проблемы в машиностроении» (г. Новосибирск, 2017–2018 г.); научном семинаре с международным участием «Междисциплинарные проблемы аддитивных технологий» (г. Томск, 2017–2019 гг).

Публикации

По результатам диссертационного исследования опубликовано 12 печатных работ, 2 из которых входят в журналы, рекомендованные ВАК, 8 публикаций представлены в изданиях, индексируемых в базах *Web of Science* и *Scopus*, 2 – в сборниках трудов докладов международных научно-технических конференций.

Личный вклад автора работы состоял в формулировании задач диссертационного исследования, подготовке образцов для всех видов исследований, проведении структурного анализа с использованием световой микроскопии, оценке фазового состава методами РФА и дифракции электронов, проведении механических испытаний, а также анализе полученных экспериментальных данных, их обобщении и сопоставлении с литературными данными, формулировании выводов.

Соответствие паспорту заявленной специальности

Тема и содержание диссертационной работы соответствует научной специальности 2.6.17 – Материаловедение (в соответствии с предыдущей редакцией номенклатуры паспорту специальности 05.16.09 – Материаловедение (в машиностроении)) в части пунктов:

- теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры материалов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности материалов и изделий (п.1);

- установление закономерностей физико-химических и физико-механических процессов, происходящих на границах раздела в гетерогенных структурах (п. 2);

- установление закономерностей и критериев оценки разрушения материалов от действия механических нагрузок и внешней среды (п. 5).

Объем и структура работы

Диссертация состоит из введения, 6 глав, заключения и 2 приложений. Полный объем диссертации составляет 164 страницы, включая 77 рисунков и 8 таблиц. Список литературы содержит 247 наименований.

ГЛАВА 1 СПЛАВЫ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ, МЕХАНИЗМЫ ИХ УПРОЧНЕНИЯ И СПОСОБЫ ОБРАБОТКИ

(Литературный обзор)

Никелевые сплавы применяются при производстве деталей, эксплуатирующихся в течение длительного времени как при комнатных, так и при повышенных температурах [1]. Материалы этого типа востребованы в авиастроении, атомной и химической промышленности [2, 3]. Высокие прочностные свойства никелевых сплавов обусловлены присутствием широкого ряда легирующих элементов, определяющих их фазовый состав и механизмы упрочнения.

Система Ni-Cr-Mo

Никель-хром-молибденовые сплавы широко применяются при производстве изделий, эксплуатирующихся как при высоких, так и низких температурах. Во многих случаях к этим материалам предъявляются повышенные требования по уровню прочности, коррозионной стойкости и показателям свариваемости [3, 4]. Характерным примером материалов, соответствующих этой системе, является никелевый сплав марки *Inconel 625*. Присутствующие в нем легирующие элементы *Cr* и *Mo* в значительной степени упрочняют никелевую матрицу, что делает вклад твердорастворного механизма упрочнения доминирующим [5, 6]. Дополнительное легирование сплава ниобием может приводить к выделению в нем метастабильной γ'' -фазы, а незначительное содержание *Al* и *Ti* – к возможности формирования γ' -фазы [3, 7–9].

Уровень пластичности сплавов системы *Ni-Cr-Mo* в значительной степени зависит от содержания углерода и молибдена. Сегрегация данных элементов способствует активному формированию карбидов типа *MC* и фаз Лавеса [10, 11]. Присутствие данных соединений в значительных количествах является причиной ликвационного растрескивания зон термического влияния при сварке никелевых сплавов [12]. Влияние хрома проявляется в выделении по границам зерен карбидных частиц типа $M_{23}C_6$. Результатом обеднения матрицы хромом является снижение прочности

твердого раствора. В работе *G.D. Smith* и *S.J. Patel* [13] показано, что введение в сплав ниобия замедляет образование вторичных карбидов $M_{23}C_6$. Результатом равномерного распределения карбидных частиц $M_{23}C_6$ в матрице сплава является усиление эффекта зернограничного упрочнения [14].

Система Ni-Co-Cr

Основной механизм упрочнения никелевых сплавов системы *Ni-Co-Cr* связан с дисперсионным упрочнением интерметаллидной γ' -фазой, упорядоченно распределенной в матрице твердого раствора [3, 15]. Формирование интерметаллидных частиц обусловлено повышенным содержанием в сплавах алюминия и титана. Высокотемпературные γ' -выделения резко снижают пластичность материала [16], что делает его труднообрабатываемым при использовании ряда классических технологий. В связи с этим одной из основных технологий формирования сплавов системы *Ni-Co-Cr* является порошковая металлургия.

Характерным представителем отмеченной системы является порошковый никелевый сплав марки ЭП741. Рабочий интервал температур эксплуатации сплава находится в пределах 650–750 °C [17, 18]. Высокая термическая стабильность материала обусловлена минимальным несоответствием параметров кристаллических решеток матрицы и γ' -фазы [19]. Значительное содержание γ' -образующих элементов в данных сплавах влияет не только на увеличение объемной доли упрочняющей фазы, но также повышает температуру ее сольвуса [20]. Это приводит к образованию крупных γ/γ' -эвтектик и растрескиванию материала в зоне термического влияния при реализации сварочных процессах. Введение кобальта как одного из основных легирующих элементов данной системы обусловлено не только упрочнением твердого раствора, но также понижением температуры сольвуса γ' -фазы и, как следствие, уменьшением объемной доли хрупких γ/γ' -эвтектик по границам зерен [21]. В работах [22, 23], связанных с изучением никелевых сплавов, полученных литейными технологиями, также отмечается, что на снижение объемной доли γ/γ' -эвтектики влияют добавки *Cr* и *Mo*.

Система Ni-Fe-Cr

Присутствие в никелевых сплавах системы *Ni-Fe-Cr* активно диффундирующего ниобия, участвующего в формировании γ'' -фазы, является фактором, способствующим упрочнению материалов [3, 24]. Малые значения скорости выделения γ'' -фазы при старении сплавов позволяют снизить вероятность образования деформационных трещин и сваривать, таким образом, материал с минимальным количеством дефектов [25, 26]. Дополнительный вклад в повышение прочности сплавов указанной системы вносят частицы γ' -фазы, формирующейся при повышении соотношения $Ti+Al / Nb$, а также твердорастворное упрочнение матрицы атомами *Mo*, *W*, *Cr* [3, 27, 28].

В работах [29–31] отмечается возможность одновременного присутствия в сплавах системы *Ni-Fe-Cr* γ' - и γ'' -фаз. Активное взаимодействие ниобия с другими легирующими элементами приводит к стабилизации карбидной фазы типа *MC*, формированию хрупких фаз Лавеса, а также образованию δ -фазы [15, 32, 33]. После литья в структуре сплава помимо твердого раствора фиксируется эвтектика – механическая смесь, одна из фаз которой представлена матричным материалом, а второй является фаза Лавеса либо карбиды типа *MC* [28, 34].

Сплавы системы *Ni-Fe-Cr* зачастую применяются в нагретом состоянии (до 700 °С) в аэрокосмической, энергетической и атомной отраслях благодаря превосходному сочетанию коррозионной стойкости, сопротивления ползучести, а также стойкости к окислению [3, 35]. Основным представителем данной системы является сплав *Inconel 718*.

1.1 Механизмы упрочнения и морфология фаз высоколегированных никелевых сплавов

Комплекс механических свойств высоколегированных никелевых сплавов определяется, главным образом, твердорастворным и дисперсионным механизмами упрочнения. Степень изменения свойств сплавов, соответствующая этим механизмам, связана с количеством основных и вспомогательных легирующих

элементов [3, 36, 37]. В обоих случаях упрочняющий эффект обусловлен взаимодействием дислокаций с полями напряжений, возникающих вблизи структурных барьеров. Согласно работам *R.L. Feischer* [38, 39] в случае твердорастворного упрочнения поля напряжений связаны с размерами примесных атомов в решетке матрицы и характером их упругого взаимодействия между собой (рисунок 1.1 а), тогда как при реализации дисперсионного механизма упрочнения поля возникших напряжений определяются размерами, формой и особенностями пространственного распределения упрочняющих частиц (рисунок 1.1 б).

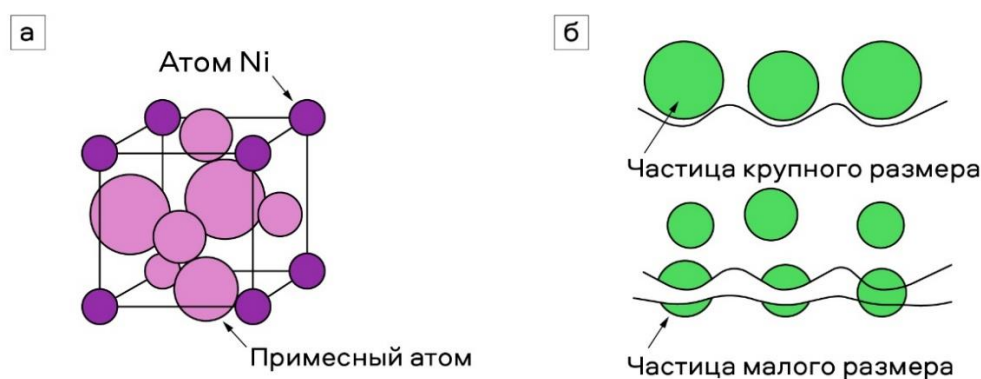


Рисунок 1.1 – Механизмы упрочнения высоколегированных никелевых сплавов [38, 39].
а – твердорастворный механизм; б – дисперсионный механизм

Твердорастворный механизм упрочнения связан с искажениями кристаллической решетки никелевой матрицы такими элементами как *Co*, *Cr*, *Mo*, *Fe* с образованием неупорядоченного твердого раствора замещения $Fm-3m$ [3, 37]. Механизм дисперсионного упрочнения анализируемых сплавов обусловлен формированием когерентных частиц γ' -фазы (Ni_3Al , $Ni_3(Al, Ti)$) при взаимодействии никеля с алюминием и (или) титаном, а также γ'' -фазы (Ni_3Nb) при взаимодействии никеля с ниобием. Тугоплавкие элементы (*Co*, *Cr*, *Mo*, *W*, *Nb*) при концентрации, превышающей предел растворимости в матрице, активно сегрегируют в междендритное пространство, образуя некогерентные матрице частицы карбидов и фазы Лавеса различной морфологии.

Учитывая отмеченное выше, можно сделать вывод о том, что высоколегированные никелевые сплавы характеризуются сложным фазовым составом, каждая

отдельная составляющая которого оказывает влияние на механические свойства материала.

1.1.1 Морфология частиц γ' -фазы

Выделяющаяся из твердого раствора когерентная матрице γ' -фаза характеризуется однотипной по отношению к матрице кубической кристаллической решеткой $Pm-3m$ с упорядоченной кристаллической структурой. При дисперсионном упрочнении сплава, сопровождающемся выделением γ' -фазы, предел текучести материала при повышенных температурах возрастает до пяти раз по сравнению с твердым раствором без упрочняющих частиц [40, 41]. Стехиометрия γ' -фазы описывается как $Ni_3(Al,Ti)$, а рассогласование ее параметров с кристаллической решеткой матрицы колеблется в диапазоне от 0,1 до 1 % [3]. Часть атомов Al и Ti в подрешетке может быть замещена легирующими элементами, вследствие чего соединение представляется химической формулой $(Ni,Cr,Fe)_3(Al,Ti,Nb)$ [42, 43].

Крупные (первичные) выделения γ' -фазы размерами от 1 до 5 мкм выделяются по высокоугловым границам при кристаллизации материала и предотвращают укрупнение зерен во время термообработки и эксплуатации материала. При этом они подвергаются деформации совместно с пластичной матрицей [44, 45]. Мелкодисперсные выделения γ' -фазы, в основном образующиеся в процессе термической обработки сплава, при деформации матрицы значительным искажениям формы не подвергаются. Частицы этого типа обеспечивают повышенные свойства материала даже в условиях высокотемпературной эксплуатации. Согласно литературным данным, мелкодисперсные частицы в зависимости от стадии образования разделяют на вторичные (с размерами $\sim 40-300$ нм) и третичные (от 2 до 20 нм) [44]. Схематически различия частиц γ' -фазы по размерам представлены на рисунке 1.2.

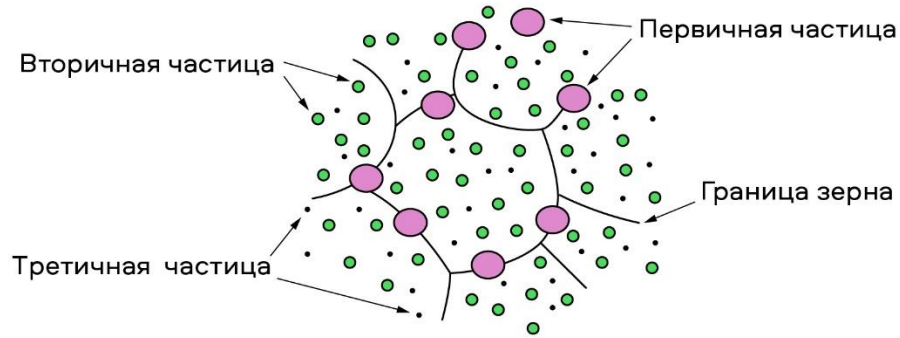


Рисунок 1.2 – Схематическое изображение частиц γ' -фазы в никелевой матрице

Увеличение размеров частиц напрямую зависит от скорости охлаждения сплава и происходит при ее снижении [46–49]. По мере роста частицы γ' -фазы преобразуются по своей геометрии, изменяясь от сферической формы (на начальных стадиях выделения) до дендритной при коагуляции частиц (рисунок 1.3) [19]. Критический размер, при котором выделения γ' -фазы склонны к изменению своей геометрии, также обусловлен исходным химическим составом сплава [50, 51].

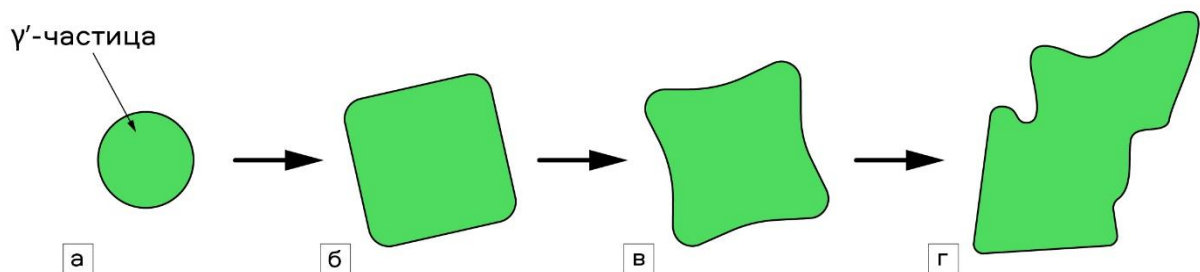


Рисунок 1.3 – Изменение геометрии частиц γ' -фазы. а – сферическая (начальная), б – кубическая; в – октокубическая; г – дендритная (слияние частиц)

Совокупность конечного размера, геометрии и пространственного расположения γ' -частиц в матрице оказывают различное влияние на уровень прочностных характеристик материала [52]. Например, *S.I. Rao* и соавторы [53] методом численного моделирования показали, что кубические частицы γ' -фазы в сплаве *Nimonic PE16* системы *Ni-Fe-Cr* максимально увеличивали прочность материала при уменьшении их размера от 400 нм до 20 нм, тогда как максимальное

упрочнение частицами сферической формы происходило с уменьшением размеров от 192 до 64 нм. В работах [54, 55] наблюдался рост твердости дисперсионно-твердеющих сплавов при комнатной температуре с уменьшением среднего размера сферических частиц γ' -фазы. Результаты исследований [56] никелевого сплава *CMSX-2* системы *Ni-Cr-W*, проведенные с применением метода просвечивающей электронной микроскопии, свидетельствуют о том, что, в отличие от частиц неправильной формы, кубовидные выделения способствовали однородной деформации материала с пониженными скоростями деформации.

Рассмотренные выше различия в прочностных характеристиках материалов при изменении размера, формы и характера пространственного распределения частиц γ' -фазы обусловлены особенностями взаимодействия дислокаций с выделившимися частицами. Дислокация, движущаяся в плоскости скольжения, может либо перерезать когерентные матрице γ' -частицы, либо огибать их в случае потери когерентности [52].

При скольжении дислокаций в упорядоченной структуре γ' -фазы, возникают нарушения закономерного чередования атомов различного сорта (формируется антифазная граница), которые образуются по обе стороны от плоскости скольжения (рисунок 1.4). Таким образом, трансляция, после которой дальний порядок атомов полностью восстанавливается, создается при скольжении пары дислокаций, где ведущая дислокация создает антифазную границу, а замыкающая ее устраняет. Пара дислокаций по краям антифазной границы аналогична паре частичных дислокаций Шокли, соединенных дефектом упаковки в виде растянутой границы, а их скольжение аналогично скольжению растянутой дислокации (Шокли – Шокли) [57]. Результатом стремления системы к минимизации площади дефекта и связанной с ним поверхностной энергии является стягивание дислокаций в направлении друг к другу.

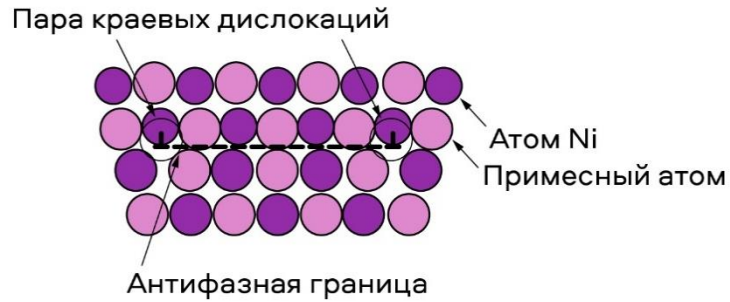


Рисунок 1.4 – Парная дислокация в упорядоченной структуре γ' -фазы [57]

На рисунке 1.5 схематически представлены виды парной дислокационной связи, возникающей при различном соотношении размеров частиц и их пространственном расположении. Преодоление парной или сверхструктурной дислокацией микрообъема с частицами γ' -фазы малых размеров (где расстояние между ведущей и замыкающей дислокациями больше, чем диаметр частиц) определяется связью типа «*weak pair coupling*» (слабая связь) (рисунке 1.5 а). Увеличение размера и сокращение расстояния между выделениями γ' -фазы приводит к формированию сильной дислокационной связи (англ. «*strong pair coupling*»), когда пара дислокаций преодолевает одну частицу одновременно (рисунк 1.5 б). Угол изгиба, возникающий при перемещении дислокаций относительно частиц, характеризует максимальную силу, с которой выделения сопротивляются скольжению дислокаций.

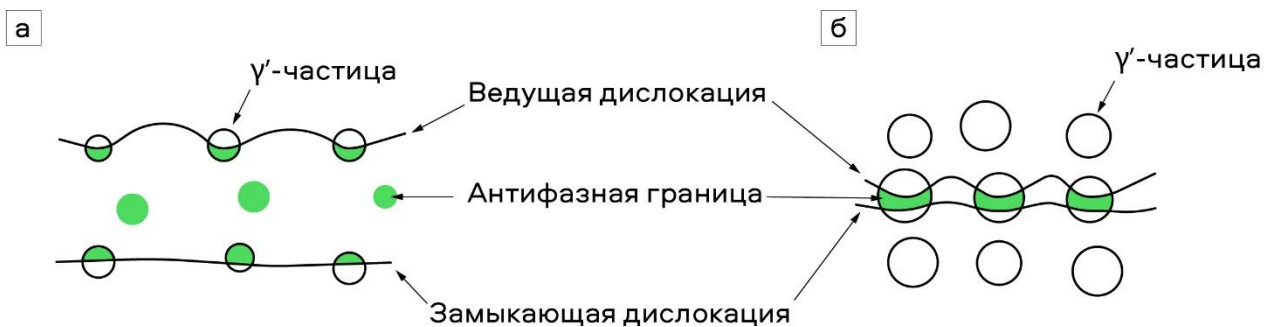


Рисунок 1.5 – Виды парной дислокационной связи. а – слабая парная связь; б – сильная парная связь

В ряде работ показано, что оптимальный характер упрочнения сплавов проявляется при переходе от слабого парного дислокационного взаимодействия к сильному. Например, в работе [44] было показано, что в сплаве *Nimonic 105*

(*Ni-Co-Cr*) отмеченное условие выполнялось при увеличении размера частиц γ' -фазы от 55 до 85 нм, тогда как в сплавах *PE16* системы *Ni-Fe-Cr* смена происходила в диапазоне размеров частиц от 26 до 30 нм.

Упругие деформации, возникающие при выделении γ' -фазы, также вносят вклад в упрочнение материалов. При малых размерах частиц (от 10 до 40 нм) формируются напряжения, обусловленные различием параметров кристаллических решеток матрицы и γ' -фазы [24, 36, 53]. Величина несоответствия параметров решеток влияет также на геометрию частиц, их пространственное расположение в матрице и стабильность морфологии при повышенных температурах [58–60]. Параметр несоответствия кристаллических решеток определяется по формуле 1.1 [44]:

$$\delta = \frac{2(a\gamma' - a\gamma)}{a\gamma' + a\gamma}, \quad (1.1)$$

где

δ – параметр несоответствия;

$a\gamma'$ – параметр решетки γ' -фазы;

$a\gamma$ – параметр решетки матрицы.

Малое по величине несоответствие решеток матрицы и выделений сводит к минимуму межфазную энергию, что, в свою очередь, существенно повышает механические свойства высоколегированных никелевых сплавов [61, 62]. При этом в условиях воздействия деформационных напряжений когерентность на границах раздела фаз и исходная геометрия частиц сохраняются. Увеличение параметра несоответствия приводит к значительному росту межфазной энергии, которая является движущей силой процесса укрупнения частиц. В этом случае быстрое разупрочнение сплава происходит даже при отсутствии внешней нагрузки [3, 15].

Превышение размеров частиц γ' -фазы больше критического значения и сопутствующая этому процессу потеря когерентности ведут к смене механизма преодоления дислокациями микрообъемов с выделившимися в них частицами (от

перерезания частиц дислокациями на их огибание по механизму Орована) (рисунок 1.6) [63, 64]. Согласно работе *L.M. Brown* и *G.R. Woolhouse* [65] критический размер сферических частиц, при котором происходит потеря когерентности, составляет ~ 700 нм. При этом в сплавах с геометрией γ' -частиц, близкой к кубу, смена дислокационного механизма наблюдалась при увеличении их размера свыше 400 нм [53].

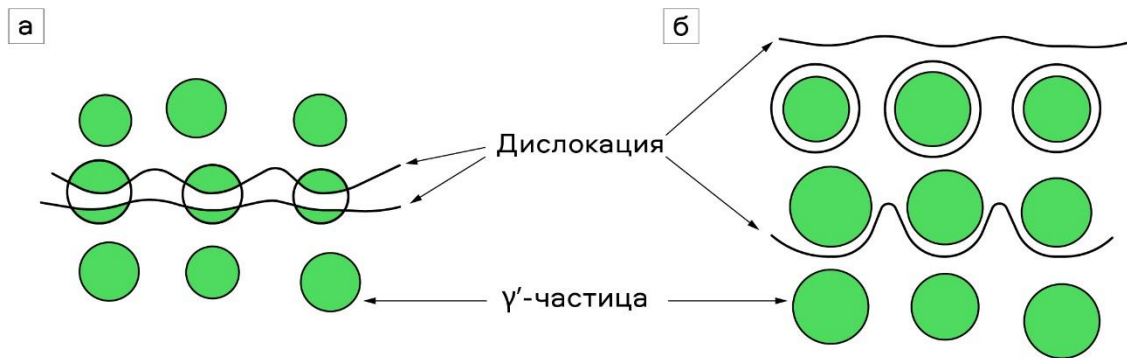


Рисунок 1.6 – Дислокационные механизмы преодоления частиц γ' -фазы в никелевом сплаве. а – перерезание частиц; б – формирование петель Орована

С учетом влияния параметра несоответствия на морфологию упрочняющих частиц и смену дислокационного механизма в литературе встречается два альтернативных подхода к стабилизации микроструктуры дисперсионно-твердеющих сплавов с выделением частиц γ' -фазы. Первый [66] основан на поддержании минимальных значений параметра несоответствия кристаллических решеток, второй – на его увеличении, когда основное упрочнение происходит за счет образования плотных дислокационных сеток на границах раздела частица-матрица, задерживающих сдвиг частиц γ' -фазы при деформации материала [67].

1.1.2 Морфология частиц γ'' -фазы

При повышенном содержании ниобия основной механизм упрочнения никелевых сплавов связан с выделением γ'' -фазы (Ni_3Nb), когерентной матрице. Частицы этой фазы обладают упорядоченной кристаллической решеткой $I4/mmm$ [12,

68]. Формирование ее может проходить как по переходной реакции $\gamma' \rightarrow \gamma''$, так и при непосредственном выделении из матрицы твердого раствора на основе *Ni* [10, 69, 70]. Частицы γ'' -фазы обладают характерной овальной формой, а параметр несоответствия кристаллических решеток достигает 2,86 %, что способствует существенному упрочнению сплавов [71–73].

Длительные температурные выдержки могут приводить к перераспределению атомов γ'' -фазы и переходу ее в орторомбическую форму δ -фазы со стехиометрией $Ni_3(Nb,Mo)$ [3, 7, 74].

1.1.3 Морфология фазы Лавеса

Легирование никелевых сплавов такими элементами как *Mo*, *Nb*, *Fe*, *W* способствует не только эффективному упрочнению твердого раствора, но также приводит к развитию эвтектической реакции с образованием фазы Лавеса (преимущественно в междендритном пространстве). Продукты реакции обладают гексагональной кристаллической решеткой $P6_3/mmc$ [3, 12, 75]. Их стехиометрия описывается сложным химическим составом $(Ni,Cr,Fe)_2(Nb,Mo,Ti)$. В общем случае эвтектическая реакция может быть представлена в виде $\mathcal{J} \rightarrow \gamma + \text{фаза Лавеса}$. Несмотря на комплексный химический состав фазы Лавеса, наиболее активным элементом, входящим в ее состав, является ниобий [76–78]. Например, анализ процесса кристаллизации сплава *Inconel 625* системы *Ni-Cr-Mo* показал, что, при значительном содержании в своем составе *Cr* и *Mo* и отсутствии ниобия образования фазы Лавеса не происходит [44]. Существенное различие модулей упругости фазы Лавеса и никелевой матрицы приводит к охрупчиванию материала за счет образования микропустот на границах раздела с интерметаллидными выделениями [79, 80].

При обработке материалов давлением фаза Лавеса зачастую образуется в виде непрерывной или полунепрерывной сетки по границам зерен, а при литье сплавов – в виде крупных частиц в междендритном пространстве [81]. Высокие скорости охлаждения сплавов, сопутствующие сварочным процессам, ограничивают время диффузии участвующих в реакции элементов, в результате чего в

междендритных пространствах формируются мелкодисперсные выделения [34, 80]. Таким образом, геометрия образующихся частиц тесно связана с микроструктурой зерен, которая, в свою очередь, определяется скоростью кристаллизации (рисунок 1.7) [82, 83].

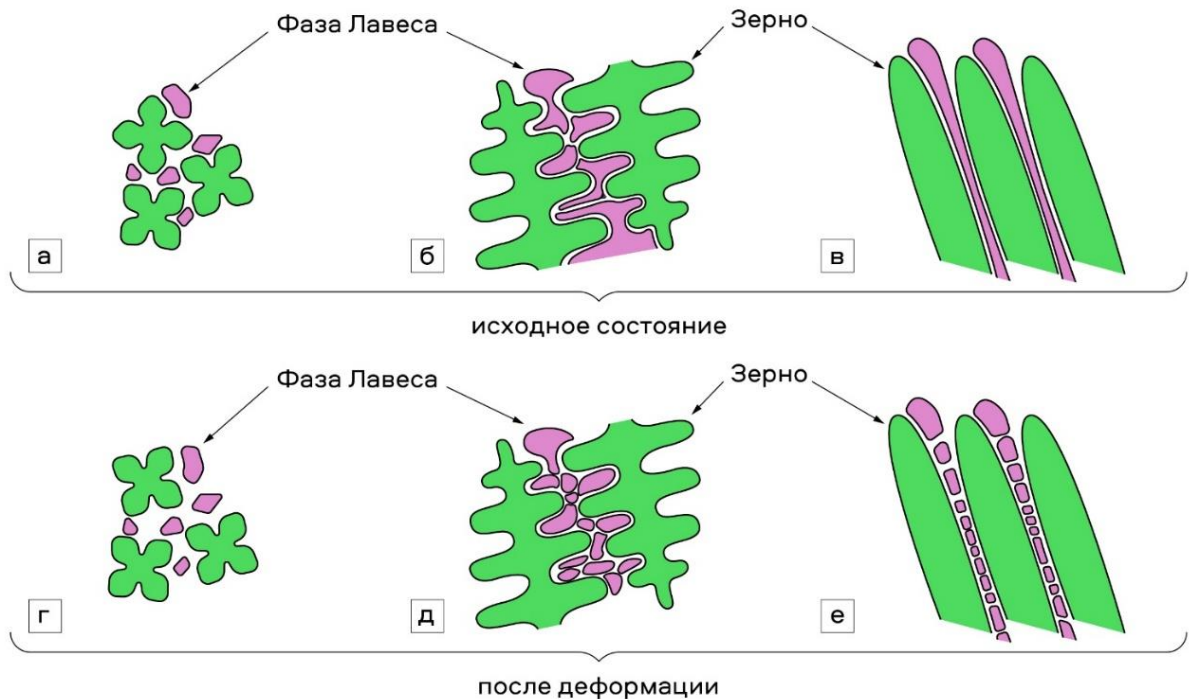


Рисунок 1.7 – Схематическое изображение сплавов с выделениями фазы Лавеса различной геометрии до (а, б в) и после (г, д, е) деформации

Изометричный облик и малые размеры частиц фазы Лавеса делают возможным их совместное перемещение с матрицей при деформировании сплава (рисунок 1.7 а, г) [76, 84, 85]. Вытянутая форма частиц в условиях эксплуатации при комнатных температурах является причиной их раскола и образования микропор на межфазных границах. При высокотемпературном нагружении на границе раздела частица-матрица наблюдается образование трещин [76, 84].

1.1.4 Морфология δ -фазы

Форма, расположение и объемная доля δ -фазы на основе химического соединения Ni_3Nb с кристаллической решеткой $Pm\bar{3}n$, являются факторами, оказывающими значительное влияние на механические свойства никелевых сплавов.

Образование в высокотемпературном состоянии ($\sim 980\text{ }^{\circ}\text{C}$) δ -фазы преимущественно игольчатой формы происходит на границах раздела (зеренные границы, межфазные границы) или дефектах двойникования (рисунок 1.8 а) [44, 86, 87]. Повышенная концентрация ниобия вблизи частиц фазы Лавеса приводит к активному формированию и росту δ -фазы на их межфазной границе (рисунок 1.8 в) [88]. Более низкие температуры $750\text{--}850\text{ }^{\circ}\text{C}$ способствуют формированию пластинчатых выделений по переходной реакции $\gamma'' \rightarrow \delta$ (рисунок 1.8 б) [89, 90].

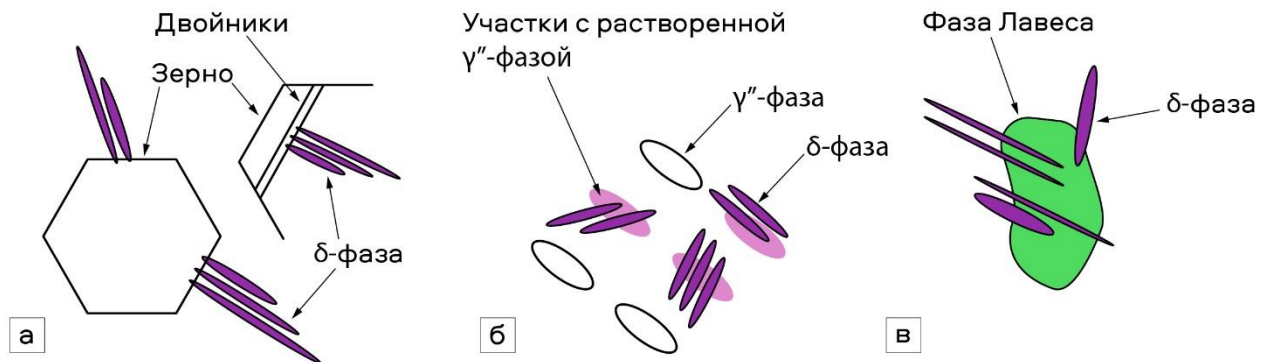


Рисунок 1.8 – Образование δ -фазы. а – на дефектах кристаллического строения; б – по переходной реакции $\gamma'' \rightarrow \delta$; в – на границе раздела с фазой Лавеса

Игольчатый облик частиц δ -фазы снижает сопротивление ползучести материала и уменьшает объемную долю γ'' -фазы в прилегающих к ней областях, ускоряя тем самым процесс разрушения высоколегированных никелевых сплавов [91–93]. Пластинчатая, а также близкая к сферической геометрия частиц при условии их умеренного распределения в объеме материала, напротив, благоприятно влияют на механические свойства, закрепляя как межзеренные, так и межфазные границы [94, 95].

1.1.5 Морфология карбидных фаз

Регламентируемое техническими условиями малое содержание углерода в никелевых сплавах обусловлено формированием большого количества карбидов, характеризующихся меньшим коэффициентом линейного расширения по

сравнению с твердым раствором матрицы. Отмеченное обстоятельство позволяет рассматривать карбиды в качестве концентраторов напряжений и источников зарождения микротрещин, особенно в условиях циклических испытаний и термоусталости [37, 96]. Несмотря на то, что максимальное содержание углерода в высоколегированных никелевых сплавах ограничено диапазоном 0,05–0,3 % [15, 97], даже в таком малом количестве углерод интенсивно взаимодействует с другими химическими элементами. Присутствие в сплавах карбидов является одной из причин формирования сварочных трещин в высоколегированных никелевых сплавах системы *Ni-Cr-Mo* [10].

Различают две формы карбидных частиц. Первая форма (блочная) представлена дискретными частицами, присутствующими на границах зерен и предотвращающими зернограничное скольжение при повышенных температурах. Частицы второго типа, характеризующиеся вытянутой формой, как правило, ориентированы вдоль границ зерен. Их присутствие негативно отражается на пластичности сплавов [3, 10].

Карбидообразующие элементы (*Ti, Nb, Mo*) при взаимодействии с углеродом на стадии кристаллизации расплава формируют первичные карбиды типа *MC*. *H.J. Beattie* и *W.C. Hagel* [98] предполагают, что стабильность первичных карбидов уменьшается в следующем порядке: $WC > MoC > NbC > TiC$. При взаимодействии с хромом первичные карбиды в диапазоне температур 760–980 °С перестраиваются с образованием вторичных соединений типа $M_{23}C_6$. Результатом преобразований, происходящих при 815–980 °С, являются карбиды типа M_6C [12, 99, 100].

1.2 Технологии получения изделий из никелевых сплавов

1.2.1 Традиционные способы получения изделий из никелевых сплавов

Одна из основных технологических задач, решаемых при изготовлении сложнопрофильных деталей из высоколегированных никелевых сплавов, связана с формированием микроструктуры, несущая способность которой соответствует

направлению приложенной нагрузки. Традиционно такого рода изделия получают методами литья, обработкой давлением, а также с применением порошковой металлургии [44, 101]. Однако высокая жаропрочность никелевых сплавов затрудняет их обработку методами пластической деформации, поскольку требует повышения значений усилия формовочных прессов на 50–100 % в сравнении со стальными заготовками [22]. Мелкозернистая равноосная структура, формируемая при обработке давлением или с применением процессов порошковой металлургии, ограничивает эксплуатационные характеристики материалов [102]. Горячее изостатическое прессование во многих случаях оставляет наследственные границы от гранул исходных порошков, являющиеся местами формирования карбидных сеток, что существенно снижает механические свойства материалов [103].

Ориентированная структура сплавов может быть получена методом направленной кристаллизации в одноразовых керамических формах в условиях резкого температурного градиента (метод Бриджмена), а также по технологии направленной кристаллизации с применением жидкометаллического охладителя [104]. Формирование в изделиях внутренних криволинейных каналов и многочисленных пересекающихся ребер обуславливает использование дополнительной оснастки [105]. А сборка полученных элементов в единую конструкцию производится с применением операций сварки [106].

Не смотря на преимущество литейных технологий, явление дендритной ликвации, обусловленное медленным охлаждением сплавов, приводит к неравномерному распределению упрочняющей γ' -фазы по сечению заготовок [107, 108], а присутствие в составе активно диффундирующих элементов (*Nb*, *Si*, *Mo*) является причиной формирования крупных нежелательных образований фаз Лавеса и эвтектик [78, 82]. Все перечисленные обстоятельства обуславливают необходимость выполнения высокотемпературной термической обработки изделий, полученных методами литья.

Анализ никелевых сплавов и процессов их получения позволяет сделать вывод о том, что технологии аддитивного производства, заключающиеся в послойной наплавке изделий по заданной *CAD*-модели, имеют значительные перспективы при

изготовлении сложнопрофильных изделий с возможностью контролировать структуру материалов. Высокие скорости охлаждения позволяют снижать сегрегацию химических элементов, а периодически повторяющееся воздействие источника нагрева оказывает термическое влияние на характер твердофазных превращений в сплаве. Учитывая отмеченное, структурно-фазовый состав материалов, полученных в ходе процессов послойной наплавки, существенно отличается от сплавов, сформированных с применением классических технологий. Кроме того, при реализации аддитивных процессов, основанных на методе прямого подвода энергии и материала, возможно восстановление изношенных элементов конструкций [109, 110].

1.2.2 Аддитивные технологические процессы

В течение длительного времени для реконструкции двумерных дефектов изношенных или корродированных зон металлических деталей, а также для создания отдельных компонентов трехмерных объектов применялись процессы многопроходной сварки [111–113]. Однако ручные технологии подобного рода не позволяют с требуемой точностью воспроизводить изделия сложной геометрии. Современные аддитивные процессы основываются на автоматизация сварочных технологий с использованием цифровых моделей (*CAD/CAM*), обеспечивающих прецизионное перемещение исполнительных органов по заданной траектории. Такой подход позволяет получать детали сложной геометрии без проектирования дополнительной оснастки, необходимой при реализации классических технологий [114–116]. Практический интерес к аддитивным технологическим процессам, позволяющим создавать изделия сложной геометрии из металлических материалов, проявился начиная с 1980-х годов. В настоящее время эффективность этих технологических процессов не вызывает сомнений. Постоянно совершенствуясь, они позволяют решать все более сложные инженерные задачи.

Согласно стандарту *ASTM F2792* [117] и ГОСТ Р 57558-2017 [118] аддитивные технологические процессы можно разделить на две основные группы, различа-

ющиеся по типу формирования изделий из металлического сырья:

- процессы, основанные на прямом подводе энергии и материала (рисунок 1.9 а);
- процессы, при реализации которых происходит синтез объектов на подложке (рисунок 1.9 б).

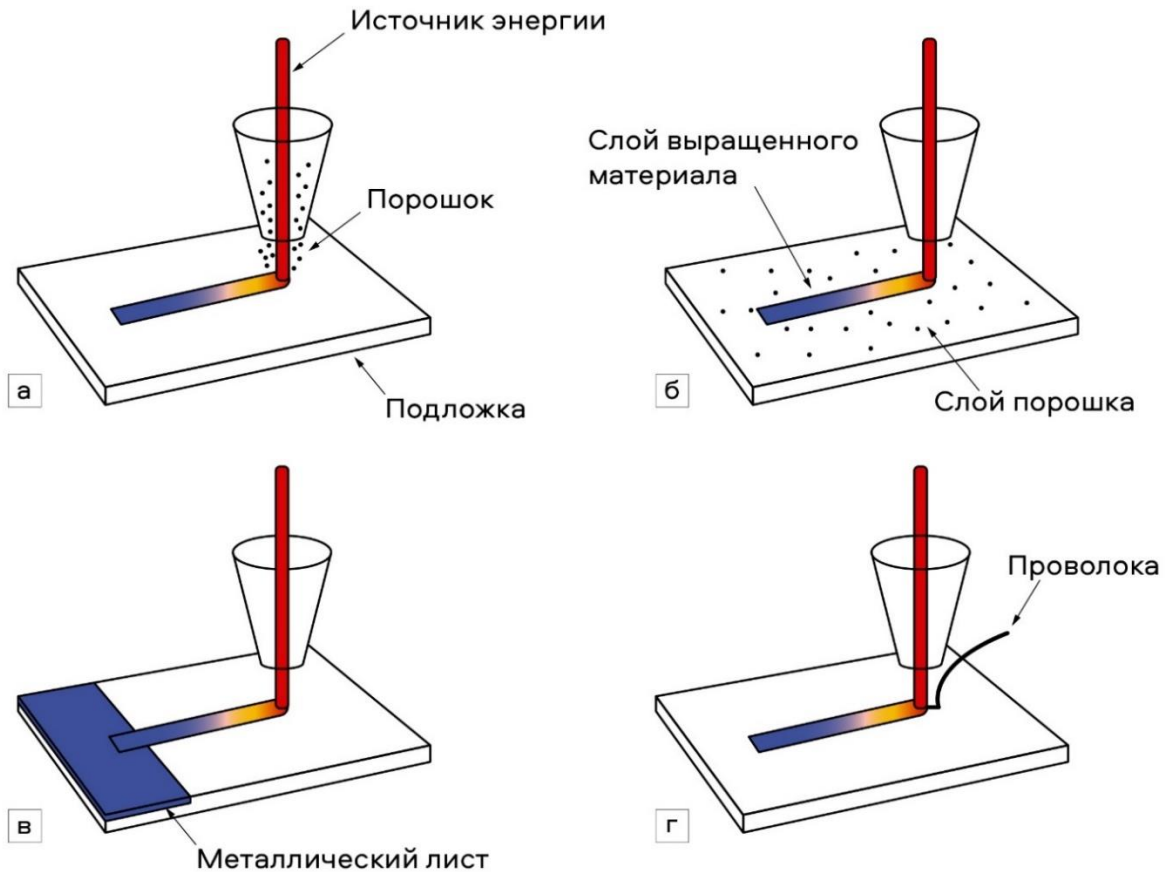


Рисунок 1.9 – Схемы процессов аддитивного производства металлических изделий. а – метод прямого подвода энергии и порошкового материала; б – синтез объекта на подложке с применением порошкового материала; в – синтез объекта на подложке с применением листового материала; г – метод прямого подвода энергии и материала с использованием проволоки

Основное отличие отмеченных процессов заключается в способе подачи исходного металлического материала и его плавления сфокусированным источником тепловой энергии. Исходный материал для формирования объектов может быть представлен металлическим порошком, проволокой либо листом.

Для процессов аддитивного производства изделий, основанных на плавлении проволоки или листовых заготовок, характерна повышенная шероховатость

поверхности конечных изделий [109, 119, 120]. Более высокое качество поверхности, контролируемый шаг слоя и толщина формируемого объекта обеспечиваются при использовании в качестве исходных материалов мелкодисперсных металлических порошков сферической формы. Для большинства аддитивных установок, функционирующих по принципу прямого подвода энергии и материала, размеры сферических частиц исходных порошков (10–100 мкм) больше, чем для установок, реализующих процесс синтеза объектов на подложке (10–60 мкм) [114].

Плавление металлических материалов при реализации аддитивных технологических процессов осуществляется с использованием высокоэнергетических источников концентрированного нагрева (например, электронного или лазерного) [121–123]. Основные различия между этими источниками связаны с характером нагрева поверхностных слоев материала, мощностью излучения и коэффициентом полезного действия. Мощность электронного луча в большинстве случаев не превышает 10 кВт, эффективность нагрева материала при его использовании составляет ~ 90–95 %. Важнейшее условие, которое необходимо выполнять при электронно-лучевой наплавке материалов, связано с применением вакуумных камер [109, 124]. Несмотря на то, что диапазон мощности лазерной энергии значительно ниже (от ~ 100 до ~ 5 кВт), а эффективность нагрева находится в диапазоне порядка 30–50 %, лазерные установки используются гораздо чаще, поскольку в этом случае требование по обеспечению вакуума не является обязательным. Лазерный луч обеспечивает глубокое проплавление материала с низким тепловложением и формированием узкой зоной термического влияния [12, 125, 126]. Обработка материалов лазерным лучом осуществляется как в атмосфере воздуха, так и в закрытых камерах, заполненных инертным газом, предотвращающим окисление металла в расплавленном состоянии.

Процесс аддитивного производства изделий по схеме синтеза порошкового материала на подложке

Получение отдельных слоев (при реализации аддитивного процесса по схеме синтеза порошкового материала на подложке) осуществляется при выборочном

спекании (англ. *Selective Laser Sintering*) или плавлении (англ. *Selective Laser Melting*) сфокусированным лазерным лучом равномерно распределенного на рабочей подложке слоя исходного порошка. Деталь, геометрические параметры которой определяются *CAD*-моделью, формируется в процессе многократного опускания рабочего стола на заданную величину (шаг слоя) с повторным нанесением металлического порошка (рисунок 1.10). Порошок, оставшийся в камере после многочисленных проходов лазера, служит поддержкой формируемого изделия [109].

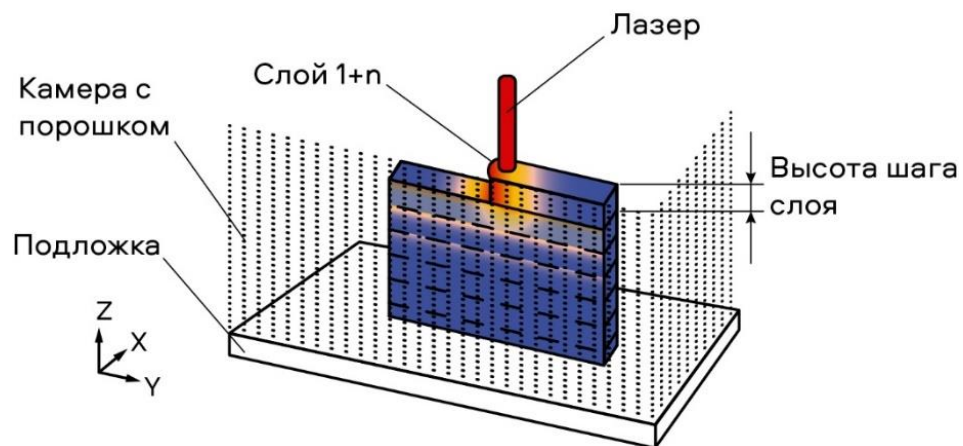


Рисунок 1.10 – Процесс аддитивного производства изделия по схеме синтеза материала на подложке с использованием порошка

Недостатки данного аддитивного технологического процесса связаны с ограничением габаритных размеров получаемых деталей (рабочую камеру необходимо заполнять порошком), а также с налипанием частиц исходного порошка на поверхности детали, что существенно ухудшает ее качество и обуславливает обязательную постобработку [127].

Процесс аддитивного производства изделий по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала

Формирование слоев в процессе аддитивного производства изделий из металлического порошка с использованием схемы, связанной с прямым подводом энергии и материала, осуществляется в ходе локальной подачи исходного материала (сжатой газопорошковой струей) в рабочую область с одновременным воздействием на порошок энергии лазерного луча. Конечная геометрия детали

формируется при повторяющихся проходах роботизированной «руки», оснащенной соплом и лазерной сварочной головкой (рисунок 1.11). Шероховатость поверхности, возникающая при реализации данного процесса, существенно ниже, чем при синтезе изделия на подложке, поскольку исключено налипание частиц порошкового материала на заготовку [124].

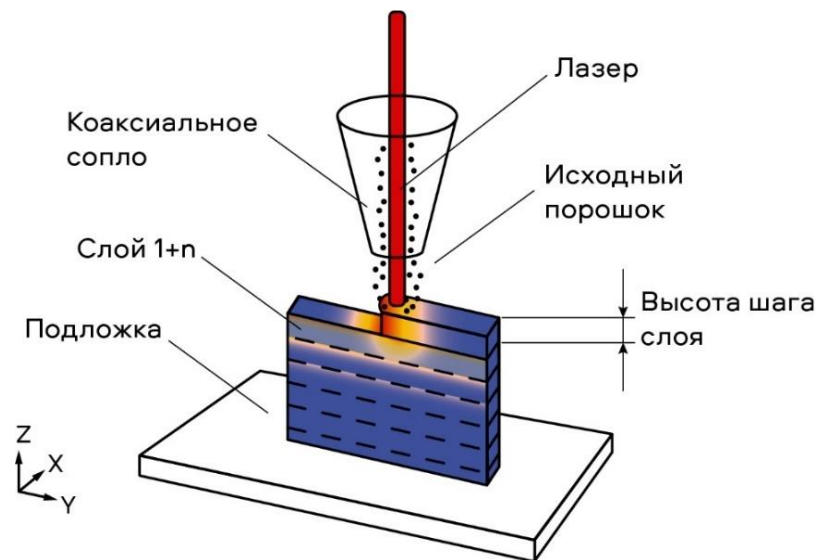


Рисунок 1.11 – Процесс аддитивного производства изделия с использованием схемы прямого подвода энергии и порошкового материала

Сжатая газопорошковая струя и ось лазерного луча в зависимости от типа сопла могут быть соосны друг другу или располагаться под углом $\leq 45^\circ$ (рисунок 1.12). В ряде работ отмечается [128, 129], что максимальная эффективность процесса достигается в тех случаях, когда направление подводимого порошка перпендикулярно ванне расплава.

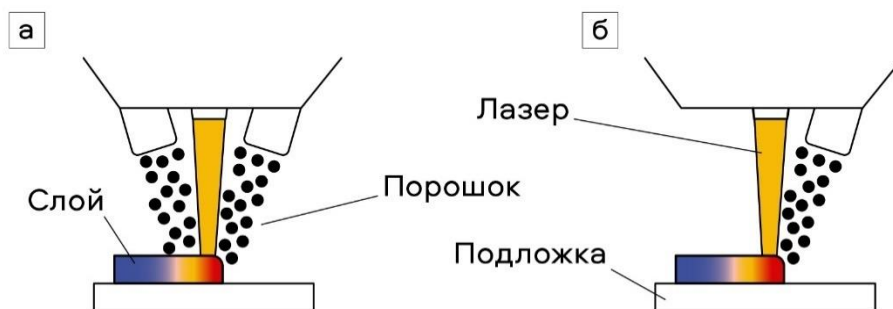


Рисунок 1.12 – Схема расположения сопла относительно лазерного луча.
а – соосная; б – с подачей порошка под углом к оси лазерного луча

Важным технологическим параметром является скорость подачи порошка, которая определяет не только массу участвующего в процессе сырья, но и количество энергии, затрачиваемой на его нагрев и плавление. Отмеченный параметр оказывает существенное влияние на форму ванны расплава, конечную структуру материала изделия [130–132], шероховатость его поверхности [133], а также геометрию формируемого слоя [104, 134]. Ванна расплава, формирующаяся при реализации аддитивного процесса с локализованным подводом энергии и материала, характеризуется более глубокой зоной проплавления по сравнению с синтезом изделий на подложке [135–137]. Эта особенность позволяет использовать эффект направленной кристаллизации материалов.

Возможность наносить материал на геометрически сложные поверхности (восстанавливать изношенные элементы конструкций), а также изменять состав смеси подаваемого порошка в ходе реализации аддитивного процесса по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала являются одними из основных преимуществ данного метода [138–141].

1.2.3 Влияние технологических параметров на микроструктуру и фазовый состав никелевых сплавов при реализации классических и аддитивных процессов производства изделий

В настоящее время накоплен большой объем экспериментальных исследований по оценке структурно-фазового состояния никелевых сплавов, полученных с использованием традиционных технологических процессов обработки материалов [например, 3, 142, 143]. Установлено, что к основным параметрам, определяющим процессы формирования структуры, относятся скорость кристаллизации, температура нагрева и выдержки [96, 144, 145].

Аддитивные технологические процессы характеризуются высокими скоростями кристаллизации материалов (порядка 10^6 °C/c) [146–148]. В соответствии с данными, представленными в работе [148], расстояние между первичными осями дендритов в материалах, полученных с применением аддитивных процессов

составляет порядка 0,5 мкм. При этом в структуре сплава, полученного с применением технологии левитационного литья, характеризующегося высокими скоростями кристаллизации, этот параметр составляет 3,5–4,5 мкм [34]. Высокие скорости охлаждения материала ведут не только к формированию множества структурных границ раздела, являющихся одним из основных факторов, формирующих комплекс механических свойств материалов [149, 150], но и к снижению степени сегрегации легирующих элементов в междендритных зонах. Отмеченное обстоятельство является фактором, способствующим гомогенизации материала и позволяющим снизить требования к термообработке никелевых сплавов [151]. Рядом исследований [152–154] экспериментально установлено, что повышенные скорости охлаждения при послойной наплавке высоколегированных никелевых сплавов позволяют формировать дискретные частицы фазы Лавеса.

Полное подавление распада пересыщенного твердого раствора при закалке никелевых сплавов происходит при их охлаждении со скоростью более 10^4 °C/мин [155], что, как было отмечено, соответствует скоростям, характерным для процессов аддитивного производства. Однако при послойном формировании изделий фазовые преобразования развиваются не только при переходе «жидкость → твердое тело» как, например, при кристаллизации материалов в процессах литья или сварки, но также и в твердом состоянии за счет диффузии элементов при колебаниях температуры, сопровождающих нанесение множества слоев.

Характер термического воздействия, соответствующий условиям многократного нагрева и охлаждения материала, определяется широким спектром технологических параметров аддитивного процесса [156–158]. Авторы работы [159], принимая температуру подложки, равной 1020 °C, и учитывая значения температуры сольвуса γ' - и γ'' -фаз, сделали вывод об особенностях развития самопроизвольного старения при селективном лазерном спекании сплава *Inconel 718*. Толщина отдельного слоя в описанном случае составляла 0,04 мм, а процесс наплавки включал предварительный подогрев подложки до 80 °C. Однако даже незначительное изменение шага слоя (0,03 мм) и повышение температуры подогрева подложки до 250 °C негативно отразилось на процессе выделения упрочняющих фаз [160]. Фазовый состав

полученного таким образом материала представлен твердым раствором на основе никеля с включениями первичных карбидов, что является близким к структуре, полученной в процессе сварки плавлением (твердый раствор, фаза Лавеса) [161, 162].

Выводы по главе 1

Анализ результатов теоретических и экспериментальных исследований, выполненных отечественными и зарубежными специалистами, позволяет сделать следующие выводы.

1. Аддитивный процесс производства металлических изделий по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала является перспективной технологией, обеспечивающей возможность получать сложнопрофильные конструкции, в том числе крупногабаритные, а также восстанавливать изношенные или корродированные детали элементов без полной их замены.

2. Состав высоколегированных никелевых сплавов характеризуется присутствием стабильных и метастабильных фаз, размер, форма и характер распределения которых определяют прочностные свойства материала.

3. Размеры, форма и пространственное распределение упрочняющих γ' - и γ'' -фаз, возникающих в никелевых сплавах при реализации аддитивных технологических процессов, определяются скоростью охлаждения материала на стадии кристаллизации, а также особенностями твердофазных реакций, развивающихся в ходе термических циклов и последующей термической обработки.

4. Основная причина охрупчивания высоколегированных никелевых сплавов связана с формированием в междендритных пространствах хрупких эвтектик, интерметаллидных фаз Лавеса и карбидов, уровень пластичности которых близок к нулю. Морфология таких выделений определяется характером термического воздействия на материал. Повышение скорости охлаждения наплаваемых материалов сопровождается формированием дискретных частиц, характер распределения которых в значительной степени определяет комплекс механических свойств изделий.

5. Высокие скорости охлаждения, характерные для процессов аддитивного производства, ограничивают развитие диффузионных процессов и способствуют образованию мелкодисперсных фаз. Периодически повторяющееся термическое воздействие оказывает влияние на перераспределение легирующих элементов, что отличает аддитивные процессы от используемых в промышленности классических технологий. Комплексное термическое воздействие, характерное для аддитивного (послойного) формирования изделий, приводит к формированию структуры, которая не может быть получена при реализации стандартных режимов термической обработки материалов.

6. Представленные в литературе данные о фазовых преобразованиях, происходящих при реализации аддитивных процессов, во многих случаях отличаются даже для материалов одного и того же химического состава. Имеющие место различия обусловлены высокой чувствительностью структуры к изменению технологических параметров при послойном формировании изделий.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалами для исследования являлись образцы из никелевых сплавов, сформированные на аддитивной установке прямого лазерного выращивания по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала в Санкт-Петербургском государственном морском техническом университете. Исследования полученных материалов выполняли на кафедре материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета с использованием аналитического и испытательного оборудования, уровень которого соответствует современным отечественным и зарубежным научным лабораториям в области материаловедения.

2.1 Материалы исследования

Для получения экспериментальных образцов использовались сферические порошки высоколегированных никелевых сплавов трех различных систем: *Ni-Cr-Mo* (*Inconel 625*), *Ni-Co-Cr* (ЭП741) и *Ni-Fe-Cr* (*Inconel 718*). Выбор указанных систем обусловлен проявлением в них различных механизмов упрочнения: твердорастворного (*Ni-Cr-Mo*), дисперсионного с образованием γ' -фазы (*Ni-Co-Cr*) и дисперсионного с образованием γ'' -фазы (*Ni-Fe-Cr*) [3, 5]. Химический состав исходных порошков различных систем представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав высоколегированных никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr* и *Ni-Fe-Cr*

Система	Хим. элемент, мас. %											
	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>	<i>Fe</i>	<i>Co</i>	<i>W</i>	<i>Al</i>	<i>Ti</i>	<i>Nb</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>C</i>
<i>Ni-Cr-Mo</i>	Осн.	21	10	0,8	-	-	0,4	0,4	3	0,5	0,4	0,1
<i>Ni-Co-Cr</i>	Осн.	10	3	0,5	14	9	4	3,15	2,6	-	-	0,1
<i>Ni-Fe-Cr</i>	Осн.	20	2,9	19,6	-	-	0,65	0,9	4,6	0,3	0,4	0,08

Микроструктура частиц исходных порошков всех систем характеризуется дендритным строением, типичным для технологии их изготовления, основанной на использовании метода газовой атомизации (рисунок 2.1). Наибольшее количество дефектов в виде сколов и сателлитов имеет порошок системы *Ni-Cr-Mo*. Гранулометрический состав порошков оценивался с использованием программы для анализа и обработки изображений *ImageJ*. Средний размер частиц исходных порошков составил 90 мкм (*Ni-Cr-Mo*), 60 мкм (*Ni-Co-Cr*) и 50 мкм (*Ni-Fe-Cr*).

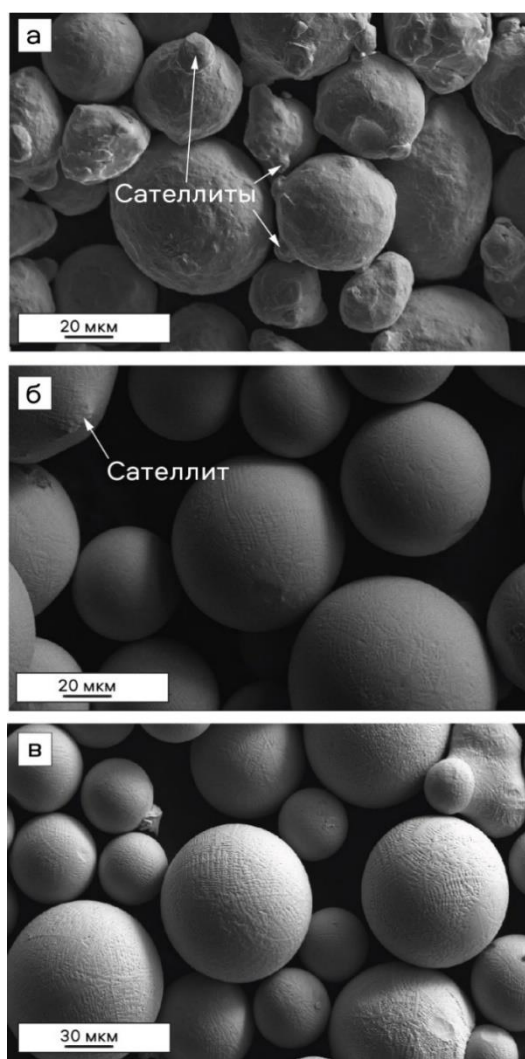


Рисунок 2.1 – Исходные порошки и гистограммы распределения частиц.
а – система *Ni-Cr-Mo*; б – система *Ni-Co-Cr*; в – система *Ni-Fe-Cr*

Методом рентгенофазового анализа установлено, что доминирующей фазой исходных никелевых порошков всех систем является твердый раствор на основе никеля. О значительном увеличении параметра кристаллической решетки *Ni*,

обусловленном внедрением атомов легирующих элементов, свидетельствуют сдвиги экспериментальных пиков в сторону меньших углов по сравнению с дифракционными углами кристаллографической базы данных *ICDD PDF-4*.

2.2 Экспериментальная установка и принцип формирования материалов аддитивным методом прямого лазерного выращивания

Для получения объектов исследования была реализована аддитивная технология методом прямого лазерного выращивания (по схеме локальной подачи энергии и порошкового материала). Образцы для исследования структуры и свойств были получены в лабораториях Санкт-Петербургского государственного морского технического университета [163]. Роботизированный комплекс включал шестиосевой робот-манипулятор *Fanuc M-20iB-25* и двухосевой наклонно-поворотный позиционер. В состав рабочего инструмента установки входили лазерная сварочная головка *D30L* фирмы *IPG* на базе волоконного лазера ЛС-3 и четырехструйное сопло с локальной подачей аргона в зону ванны расплава. Герметичная рабочая камера имела объем 9 м³. Образцы выращивали по схеме, представленной на рисунке 2.2.

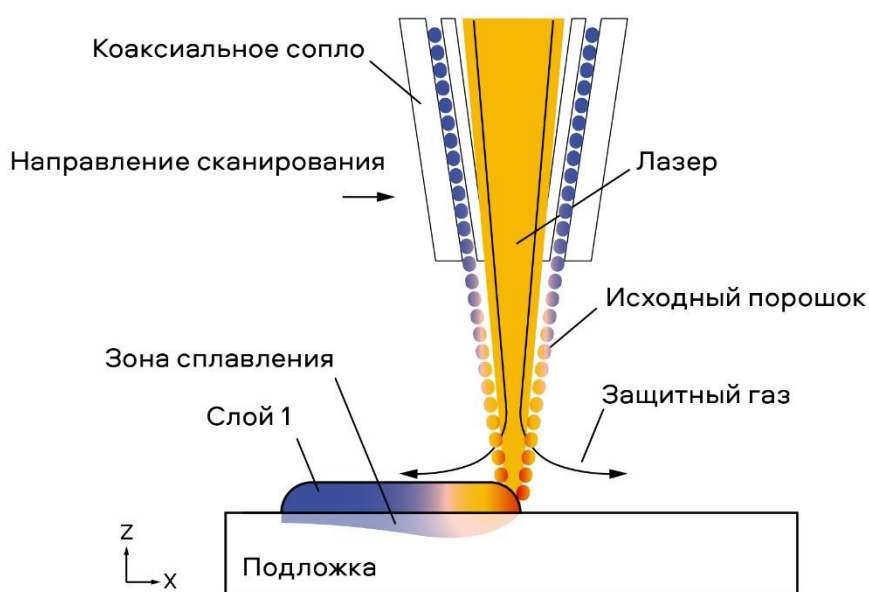


Рисунок 2.2 – Схема аддитивного процесса по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала

Подложкой являлась пластина из конструкционной стали 45 толщиной 7 мм. Перемещение рабочего инструмента на заданную величину единичного слоя по оси Z (шаг слоя) при одновременной подаче лазерной энергии и исходного металлического порошка в сжатой газопорошковой струе обеспечивало требуемую геометрию образцов. Рабочая схема перемещения лазерной головки при построении последовательно наплаваемых слоев представлена на рисунке 2.3.

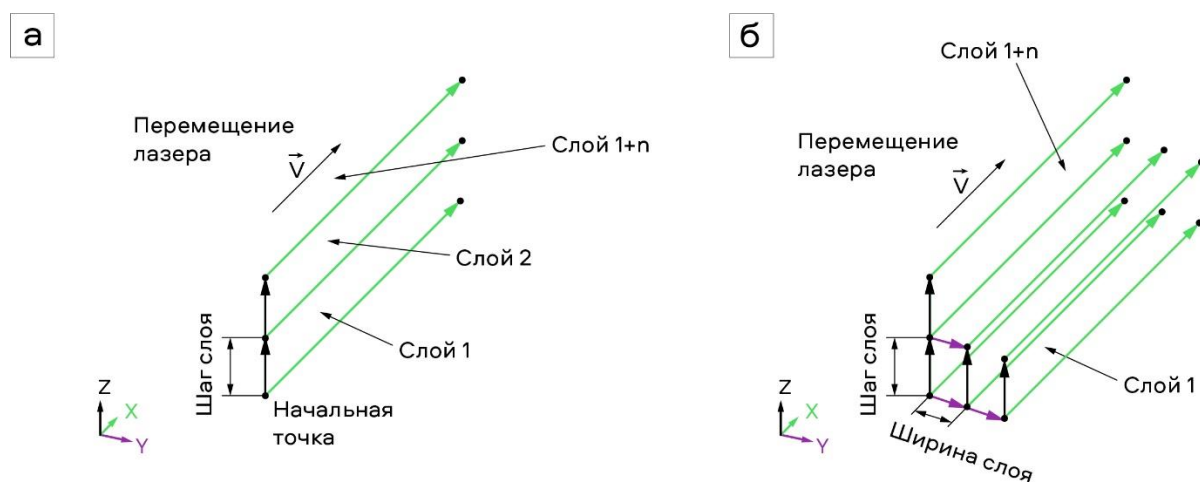


Рисунок 2.3 – Схема перемещения рабочего инструмента. а – при послойной наплавке заготовки, состоящей из единичной стенки; б – при получении объемной заготовки

2.3 Технологические режимы получения заготовок аддитивным процессом прямого лазерного выращивания

Диапазоны рабочих режимов используемого в работе аддитивного технологического процесса были подобраны на основе предварительных экспериментов, проведенных специалистами Санкт-Петербургского государственного морского технического университета на установке прямого лазерного выращивания. Выявленное ими «окно» технологических параметров обеспечивало формирование материала с малым количеством дефектов (горячих трещин). Основными параметрами процесса являлись мощность лазерного излучения (Вт), скорость сканирования (мм/с), диаметр лазерного пятна (мм), скорость подачи порошка (г/с) и шаг слоя (мм).

Количество вводимого тепла при аддитивном производстве, определяющее температуру ванны расплава и скорость охлаждения, определяется широким спектром технологических параметров. Одними из наиболее значимых показателей процесса прямого лазерного выращивания являются эффективная энергия лазерного луча ($Dж/мм^2$) и плотность осаждения порошка ($г/с$) [134, 164]. Оба параметра напрямую связаны с температурой ванны расплава и скоростью охлаждения и косвенно с формированием микроструктуры и фазового состава материала. Эффективная энергия (E) определяет количество энергии, приходящейся на единицу площади материала, и отвечает за формирование ванны расплава и плавление исходного порошка. Параметр E был определен по формуле 2.1:

$$E = \frac{P}{V \cdot D}, \quad (2.1)$$

где

P – мощность лазера (Вт);

V – скорость сканирования (мм/с);

D – диаметр лазерного луча (мм).

Плотность осаждения порошка (PPD) определяет количество исходного материала, подаваемого в ванну расплава, и рассчитывается по формуле 2.2 [165]:

$$PPD = \frac{R}{V \cdot D}, \quad (2.2)$$

где

R – скорость подачи порошка ($г/с$);

V – скорость сканирования (мм/с);

D – диаметр лазерного луча (мм).

Образцы из сплавов систем $Ni-Cr-Mo$ и $Ni-Co-Cr$ были получены при шаге слоя 0,04 мм. В процессе их выращивания варьировалась мощность лазерного излучения (Вт), остальные технологические параметры (скорость сканирования, размер лазерного пятна, скорость подачи порошка) находились на постоянном уровне. Образцы системы $Ni-Fe-Cr$ были получены с шагом слоя 0,6 мм при изменении

мощности лазерной энергии и скорости подачи порошка и неизменных значениях скорости сканирования и размера лазерного пятна. Сводные данные используемых в работе технологических параметров аддитивного процесса прямого лазерного выращивания для соответствующих материалов представлены в таблице 2.2

Таблица 2.2 – Технологические параметры аддитивного процесса по схеме прямого лазерного выращивания

Материал	Скорость сканирования (V), мм/с	Шаг слоя, мм	Мощность (P), Вт	Диаметр лазерного луча (D), мм	Скорость подачи порошка (R), г/с	Эффективная энергия (E), Дж/мм ²	Плотность осаждения порошка (PPD), г/мм ²
<i>Ni-Cr-Mo</i>	45	0,04	250	1,2	0,75	6,7	0,014
			500			13,3	
			750			20	
			1000			26,7	
<i>Ni-Co-Cr</i>	45	0,04	450	1,2	0,75	12	0,014
			600			16	
			900			24	
			1200			32	
<i>Ni-Fe-Cr</i>	30	0,6	1400	2,2	0,6	21,2	0,27
	30		1500		0,7	22,3	0,34
	25		1300		0,8	23,6	0,42

2.4 Методы исследования структуры и фазового состава материалов

Для анализа микроструктуры полученных в работе материалов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr* использовались методы оптической металлографии, растровой (РЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии. Фазовый состав материалов определяли методами электронной и рентгеновской дифракции. Для построения распределения химических элементов в объеме образцов использовали метод микрорентгеноспектрального анализа.

2.4.1 Световая металлография

Для проведения металлографических исследований методом оптической микроскопии поверхность образцов готовили по стандартной методике, включающей операции шлифования, полирования и травления. Шлифование образцов на автоматическом шлифовально-полировальном станке *Buehler EcoMet 250/300* осуществлялось с использованием абразивных кругов зернистостью *P220*, *P400*, *P600*, *P1000*. Для тонкого шлифования использовали алмазные суспензии с размерами зерен 9 мкм, 6 мкм, 3 мкм, 1 мкм. Финишное полирование поверхности выполняли с использованием водной суспензии SiO_2 со средним размером абразивных частиц 50 нм. Запрессовку образцов в полимерную смолу производили с использованием прессы *Buehler SimpliMet 1000*. Структуру высоколегированных никелевых сплавов выявляли путем химического травления в растворе, состоящем из 10 мл HNO_3 , 20 мл HCl , 25 мл H_2O и 10 мл H_2O_2 [44].

Металлографические исследования были проведены на полуавтоматическом инвертированном микроскопе *Axio Observer Z1m (Carl Zeiss)* в диапазоне увеличений от $\times 5$ до $\times 1000$.

Оценка пористости материалов по снимкам, полученным на оптическом микроскопе, была проведена с использованием программы для анализа и обработки изображений *ImageJ*.

2.4.2 Растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ

Строение исходных порошковых материалов, морфологию структурных составляющих, особенности топографии разрушенных материалов изучали с использованием растрового электронного микроскопа *Carl Zeiss EVO50 XVP*. В зависимости от поставленной задачи исследования проводились в режимах вторичных и обратно рассеянных электронов в диапазоне увеличений от 50 до 30000 крат. Пробоподготовку осуществляли по стандартной методике, описанной выше.

Для определения элементного состава локальных зон и оценки распределения химических элементов по сечению образцов методом микрорентгеноспектрального анализа использовали энергодисперсионный спектрометр *X-ACT (Oxford Instruments)*. Максимальное разрешение детектора составляло 133 эВ по линии $K\alpha(Mn)$.

2.4.3 Просвечивающая электронная микроскопия

При исследовании структуры высоколегированных никелевых сплавов особый интерес вызывают структурно-фазовые преобразования высокодисперсных упрочняющих частиц на мезо- и микромасштабном уровнях. Тонкое строение сформированных материалов изучали с применением просвечивающего электронного микроскопа *Tecnai 20 G2 TWIN* при ускоряющем напряжении до 200 кэВ.

Резку цилиндрических заготовок для фольг диаметром 3 мм и толщиной 0,5 мм выполняли на малых скоростях с непрерывной подачей охлаждающей жидкости, что снижало возможные структурные преобразования в материалах в процессе механического воздействия отрезного круга на заготовку. Дальнейшее утонение заготовок до ~ 100 мкм и формирование центральной лунки глубиной ~ 90 мкм проводились на шлифовально-полировальном станке *Gatan Dimple Grinder 656* с использованием алмазных паст. Полирование центрального углубления осуществляли высокодисперсной суспензией на основе Al_2O_3 . Ионное утонение фольг с получением отверстия в сформированной ранее лунке выполняли в процессе бомбардировки поверхности ионами аргона на установке *Gatan PIPS 659* при ускоряющем напряжении 5 кВ. Финальная обработка поверхности тонкого образца осуществлялась при напряжении 0,5 кВ.

Фазовый состав материалов идентифицировали при анализе электронограмм от локальных микрообъемов, измеряя расстояния и углы между рефлексами. Полученные данные сравнивались с параметрами известных стабильных и метастабильных фаз, образующихся в высоколегированных никелевых сплавах. С целью повышения достоверности полученных результатов проводилось моделирование

дифракционных картин с привлечением кинематической теории дифракции электронов в специально разработанном программном обеспечении.

Схема подготовки тонких образцов для исследований на просвечивающем электронном микроскопе представлена на рисунке 2.4.

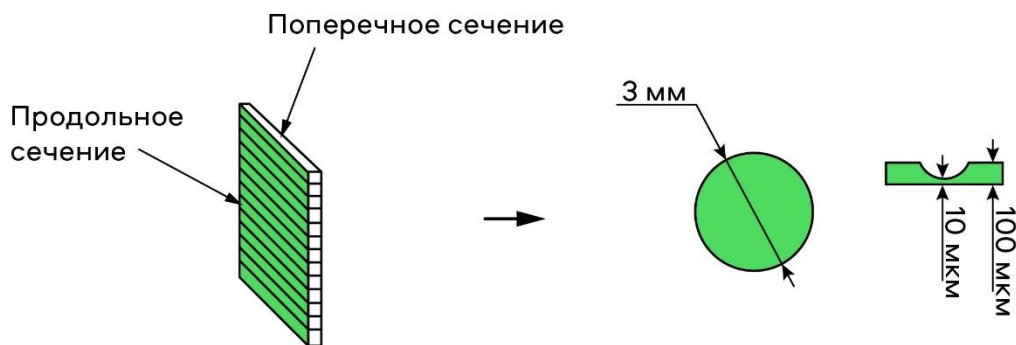


Рисунок 2.4 – Подготовка фольг для просвечивающей электронной микроскопии

2.4.4 Рентгенофазовый анализ

Выявление интерметаллидных фаз при изучении высоколегированных никелевых сплавов методом рентгенофазового анализа в большинстве случаев представляет трудноразрешимую задачу. Это обусловлено малыми размерами включений, а также малой разностью параметров кристаллических решеток матрицы и основной упрочняющей γ' -фазы, что приводит к наложению дифракционных максимумов [64]. Положения и интенсивности дифракционных максимумов кристаллических решеток никелевой матрицы и основной упрочняющей γ' -фазы согласно кристаллографической базе данных *ICDD PDF-4* приведены в таблице 2.3.

Результаты предварительных исследований, выполненных с использованием источников рентгеновского излучения $Cr K\alpha_{1/2}$ ($\lambda = 2,29105 \text{ \AA}$) и $Si K\alpha_{1/2}$ ($\lambda = 1,54187 \text{ \AA}$) с величиной шага $\Delta 2\theta = 0,05$ град. и временем накопления 10 с на точку свидетельствуют о присутствии лишь рефлексов кристаллографической решетки *Ni*. Упрочняющей γ' -фазы зафиксировано не было.

Таблица 2.3 Позиции и интенсивности дифракционных максимумов кристаллических решеток никеля и γ' -фазы Ni_3Al согласно кристаллографической базе данных *ICDD PDF-4* при длине волны $\lambda = 1,540562 \text{ \AA}$

Фаза	Пространственная группа	2θ , град.	Интенсивность	hkl
<i>Ni</i>	<i>Fm-3m</i>	44,50662	100	111
		51,84593	42	200
		76,36994	21	220
<i>Ni₃Al</i> (γ' -фаза)	<i>Pm-3m</i>	35,63601	65	110
		44,01953	100	111
		51,28335	422	200
		75,46693	173	220

Учитывая отмеченные обстоятельства, рентгенофазовый анализ осуществлялся с применением K_{β} излучения, которое позволяет исключать спектральную дублетность, а также снизить фоновое излучение медной трубки [62, 166]. Рентгенофазовые исследования проводились на рентгеновском θ - θ -дифрактометре *ARL X'TRA* с использованием *Cu* K_{β} излучения ($\lambda = 1,3921 \text{ \AA}$). Регистрация излучения осуществлялась с применением кремний-литиевого полупроводникового детектора в пошаговом режиме сканирования в двух угловых диапазонах $35 \leq \Delta 2\theta \leq 80$ град. и $28 \leq \Delta 2\theta \leq 38$ град. Для снижения угловой расходимости дополнительно применялся коллиматор Соллера. Размеры падающих рентгеновских лучей варьировались с помощью ряда щелей. Так, для обеспечения максимальной интенсивности и минимальной разрешающей способности зарегистрированного дифрагированного излучения принимающая щель обладала максимальным значением раскрытия.

Съемка рентгенограмм в диапазоне $35 \leq \Delta 2\theta \leq 80$ град. проводилась со скоростью сканирования 0,05 град./мин. Время накопления на точку составляло 15 с. Для регистрации плохо разрешенного отдельного рефлекса γ' -фазы на позиции $2\theta \sim 32$ град. время накопления сигнала при съемке в диапазоне $28 \leq \Delta 2\theta \leq 38$ град.

составляло 60 с при шаге сканирования 0,05 град. Идентификация фаз проводилась с использованием программного пакета кристаллографической базы данных *ICDD PDF-4*.

Подготовка поверхности образцов для рентгенофазового анализа из исходных заготовок с размерами 10 × 10 мм проводилась по стандартной методике, аналогичной подготовке образцов при исследовании материалов на оптическом микроскопе. Финальной стадией подготовки являлось полирование поверхности образцов с применением водной суспензии SiO_2 . Образцы фиксировались в держателях на подложке, которая была представлена монокристаллом кремния. Для нивелирования влияния текстуры на результат дифракционных картин также исследовались измельченные материалы. Полученная при этом стружка равномерно распределялась в кювете из поликарбоната для порошковой пробы.

2.5 Механические испытания материалов

2.5.1 ДюрOMETрические испытания

Измерения микротвердости по методу Виккерса были проведены на полуавтоматическом микротвердомере *Wolpert Group 402 MVD* при нагрузке 0,1 Н на алмазный индентор и выдержке 10 с в соответствии с ГОСТ 9450-76 [167]. Оценка микротвердости всего образца предполагала нанесение дорожки уколов в направлении роста слоев. При измерении микротвердости отдельных слоев индентирование проводили вдоль анализируемого участка (рисунок 2.5). По каждой из описанных схем проводилось не менее 10 измерений, на основании которых с использованием методов статистической обработки данных рассчитывали средние значения микротвердости и соответствующие им доверительные интервалы (при доверительной вероятности 95 %).

2.5.2 Оценка механических свойств при статическом нагружении

Испытания материалов в условиях одноосного растяжения проводили на установке *Instron 3369* в соответствии с ГОСТ 1497-84 «Металлы. Методы испытания на растяжение» [168]. Скорость перемещения подвижной траверсы составляла 5 мм/с. В работе использовались плоские образцы с головками, рабочая часть которых имела прямоугольное сечение. Слои в образцах были ориентированы параллельно и перпендикулярно направлению растягивающей нагрузки (рисунок 2.5).

При испытаниях на одноосное растяжение определялись значения предела прочности σ_b , предела текучести $\sigma_{0,2}$ и относительного удлинения δ . При оценке каждой характеристики было испытано не менее пяти образцов.

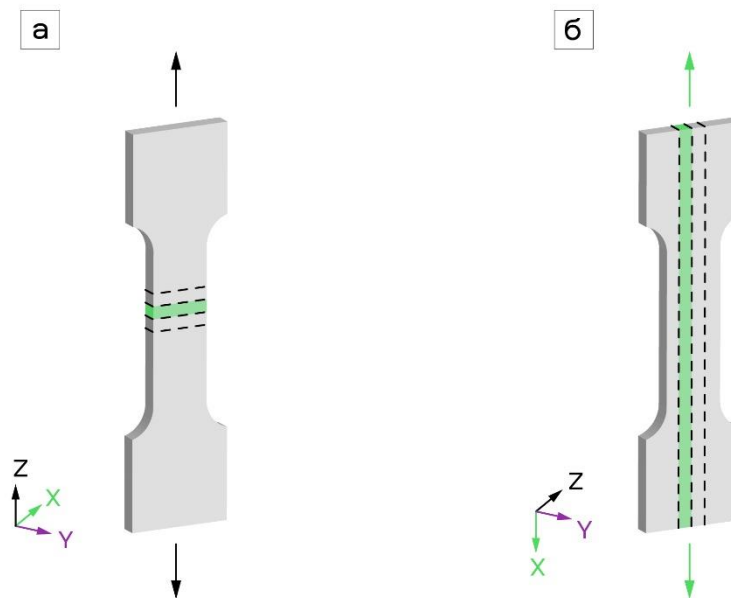


Рисунок 2.5 – Схема ориентации роста слоев в заготовке относительно оси приложения нагрузки в условиях одноосного растяжения

2.5.3 Оценка ударной вязкости

Испытания материалов на ударный изгиб по Шарпи были проведены в соответствии с ГОСТ 9454-78 [169] с использованием маятникового копра *Instron CEAST 9050 Impact Pendulum*. Размеры анализируемых образцов с V-образными концентраторами напряжений составляли $55 \times 8 \times 2$ мм. Ударную вязкость

материалов оценивали по двум схемам. В соответствии с ними V-образные надрезы глубиной 2 мм наносились в перпендикулярном и параллельном направлении относительно выращенных слоев. Схемы нагружения образцов приведены на рисунке 2.6.

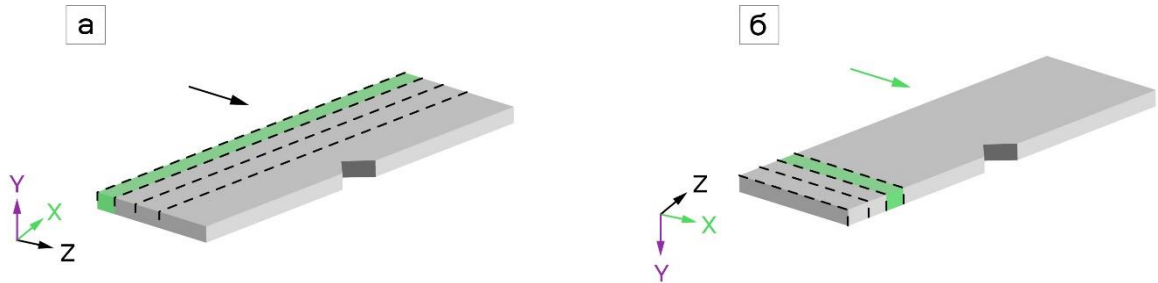


Рисунок 2.6 – Схема ориентации роста слоев в заготовке относительно оси приложения нагрузки при динамических испытаниях

В процессе проведения испытаний фиксировали энергию разрушения образцов, величина которой служила критерием качества материалов. Ударную вязкость KCV (Дж/см²) определяли как отношение работы разрушения к начальной площади поперечного сечения образца в месте приложения нагрузки:

$$KCV = \frac{A_n}{F}, \quad (2.3)$$

где

A_n – энергия, затраченная на разрушение образца, Дж;

F – начальная площадь поперечного сечения образца в месте надреза, см².

2.5.4 Циклические испытания

При проведении испытаний на малоцикловую усталость полученных в работе материалов применяли универсальную установку *Instron 8801*. Нагружение образцов с различных ориентаций слоев выполняли при пульсирующем приложении растягивающей силы с частотой 1,5 Гц при прочих равных условиях.

Внешнюю нагрузку в каждом цикле изменяли по синусоидальному закону от 0 до 1000 Н. Схема испытаний компактных образцов по ГОСТ 25.506–85 [170] размерами 70×30×12 мм с боковым V-образным концентратором длиной 1 мм представлена на рисунке 2.7.

Сравнительный анализ показателей усталостной трещиностойкости материалов с различной ориентацией слоев проводили на основе сопоставления кинетических диаграмм усталостного разрушения (КДУР).

При подготовке образцов перед испытаниями их поверхность подвергали шлифованию и полированию по стандартной методике.

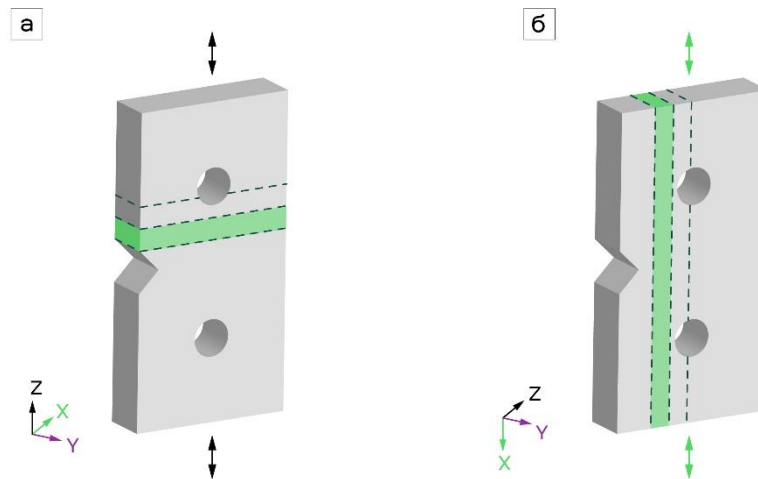


Рисунок 2.7 – Схема направления роста слоев в заготовке относительно внешнего нагружения при циклических испытаниях

2.6 Численное моделирование температурных полей

Для оценки распределения температуры в материале при аддитивном производстве по схеме прямой подачи энергии и материала было проведено моделирование на макромасштабном уровне с использованием программного обеспечения на базе метода конечных элементов *Simufact Welding MSC Software*.

Размеры последовательно наносимых слоев и неподвижной подложки принимались равными исходным экспериментальным данным. Создание сетки отдельного слоя осуществлялось в программном обеспечении *MSC Apex*. В качестве конечных элементов использовалась сетка из элементов-гексаэдров.

Технологические параметры, учитываемые при моделировании движения источника нагрева от одного края слоя до противоположного по оси X и последовательного перемещения по оси Z на высоту слоя (шаг слоя) с выдержкой (англ. *dwell time*) 3 с, соответствовали технологическим режимам аддитивного процесса прямого лазерного выращивания (см. таблица 2.2). Моделирование последовательных дорожек проводилось с имитацией подачи порошкового материала в рабочую область в качестве присадочного материала без учета скорости подачи порошка.

Определение температуры изотропного тела в программном комплексе *Simufact Welding* осуществлялось согласно выражению [171]:

$$C^T(T)\dot{T} + K^T(T)T = Q + Q^E, \quad (2.4)$$

где

$C^T(T)$ – зависящая от температуры матрицы теплоемкость;

$K^T(T)$ – зависящая от температуры матрицы теплопроводность;

T – вектор узловой температуры;

\dot{T} – производная по времени от вектора температуры;

Q – вектор теплового потока;

Q^E – вектор внутреннего тепловыделения, вызванный текущим потоком.

Теплопередача между поверхностью модели и окружающей средой с учетом коэффициента теплопередачи H описывается конвекцией q по формуле [171]:

$$q = H_{TC}(T_2 - T_1), \quad (2.5)$$

где

H_{TC} – коэффициент теплопередачи;

T_2 – температура места контакта;

T_1 – температура места контакта, полученная интерполяцией узловых температур контактирующего тела.

Тепловое излучение на свободной поверхности описывается с учетом постоянной Стефана – Больцмана σ и коэффициента излучения для твердых тел ε [171]:

$$q = \sigma \cdot \varepsilon (T_s^4 - T_\infty^4), \quad (2.6)$$

где

σ – постоянная Стефана – Больцмана;

ε – коэффициент излучения;

T_s^4 – неизвестная температура поверхности;

T_∞^4 – неизвестная температура окружающей среды.

2.7 Термическая обработка высоколегированных никелевых сплавов

С целью повышения прочностных характеристик жаропрочного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, полученного методом прямого лазерного выращивания, была проведена термическая обработка по следующему технологическому маршруту: отжиг при температуре 980 °C с выдержкой в течение одного часа и последующим быстрым охлаждением на воздухе → двухступенчатое старение при температурах 720 °C с выдержкой 8 часов и охлаждением в печи со скоростью 55 °C/час до 620 °C с дальнейшей 8-ми часовой выдержкой и охлаждением на воздухе до комнатной температуры. Термическую обработку осуществляли в универсальной лабораторной муфельной электропечи *SNOL* в воздушной атмосфере.

ГЛАВА 3 ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В ХОДЕ АДДИТИВНОГО ПРОЦЕССА МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ

В разделе представлены результаты исследования влияния параметров аддитивного процесса по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала на характер структурообразования в высоколегированных никелевых сплавах при послойной наплавке с шагом слоя 0,04 мм (сплавы систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*) и 0,6 мм (сплав системы *Ni-Fe-Cr*). Для проведения комплексного анализа использовали данные микроструктурных исследований и результаты математического моделирования.

3.1 Дефекты микроструктуры высоколегированных никелевых сплавов, полученных аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания

Предотвращение образования и устранение дефектов, возникающих при производстве изделий ответственного назначения, является ключевой задачей технологических процессов. При реализации аддитивных технологических процессов эта задача относится к трудноразрешимым в связи с высокой чувствительностью структуры к изменению технологических параметров [109, 172, 173]. Особо остро отмеченная проблема проявляется при послойной наплавке изделий из сплавов с дисперсионным механизмом упрочнения, отличающихся повышенной чувствительностью к формированию ликвационных трещин. Большая объемная доля γ' -фазы рассматривается как один из наиболее значимых структурных факторов, объясняющих возникновение трещин в никелевых сплавах [174–176].

При проведении металлографических исследований материалов, полученных аддитивным технологическим процессом, образования трещин не обнаружено, тем не менее, были зафиксированы такие дефекты как поры и неслитины, обусловленные неполным расплавлением исходного порошкового материала (рисунок 3.1–3.3).

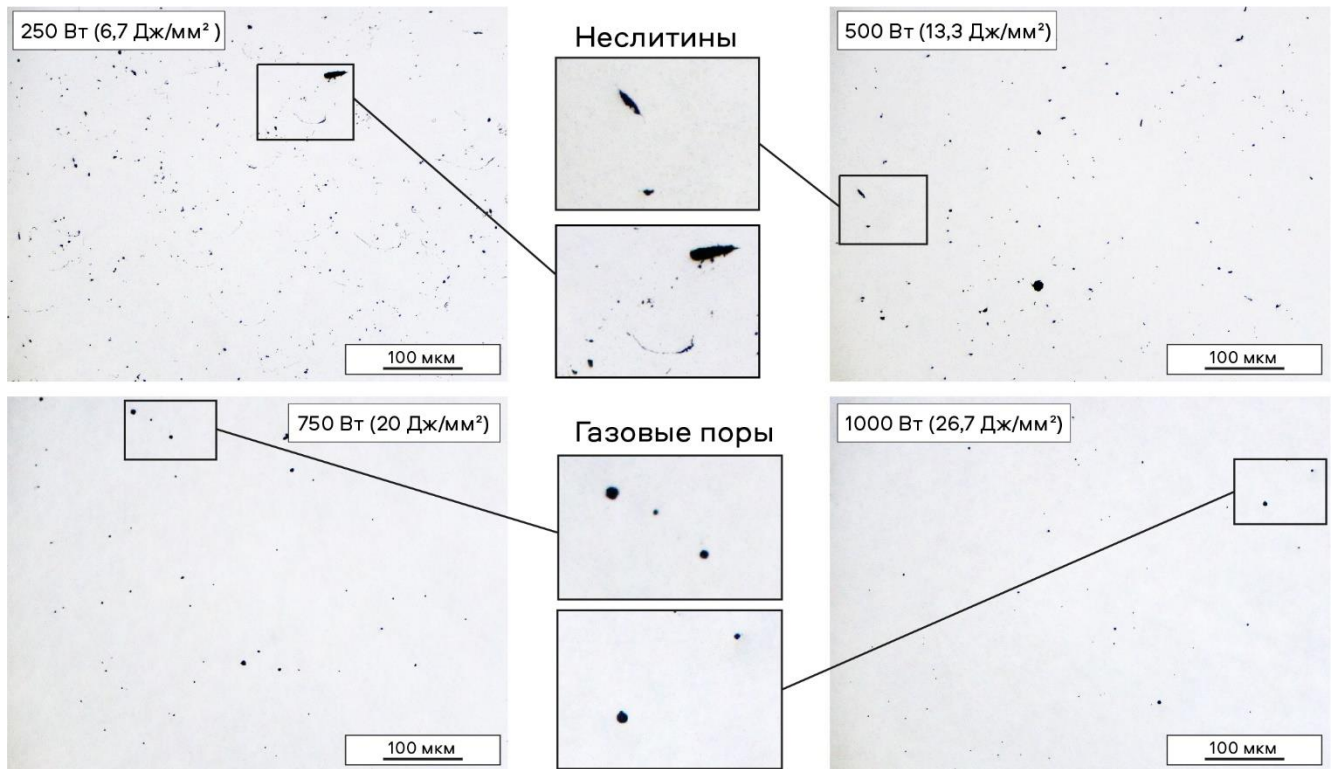


Рисунок 3.1 – Дефекты в структуре сплавов системы *Ni-Cr-Mo*, сформированных при различной мощности лазерного излучения

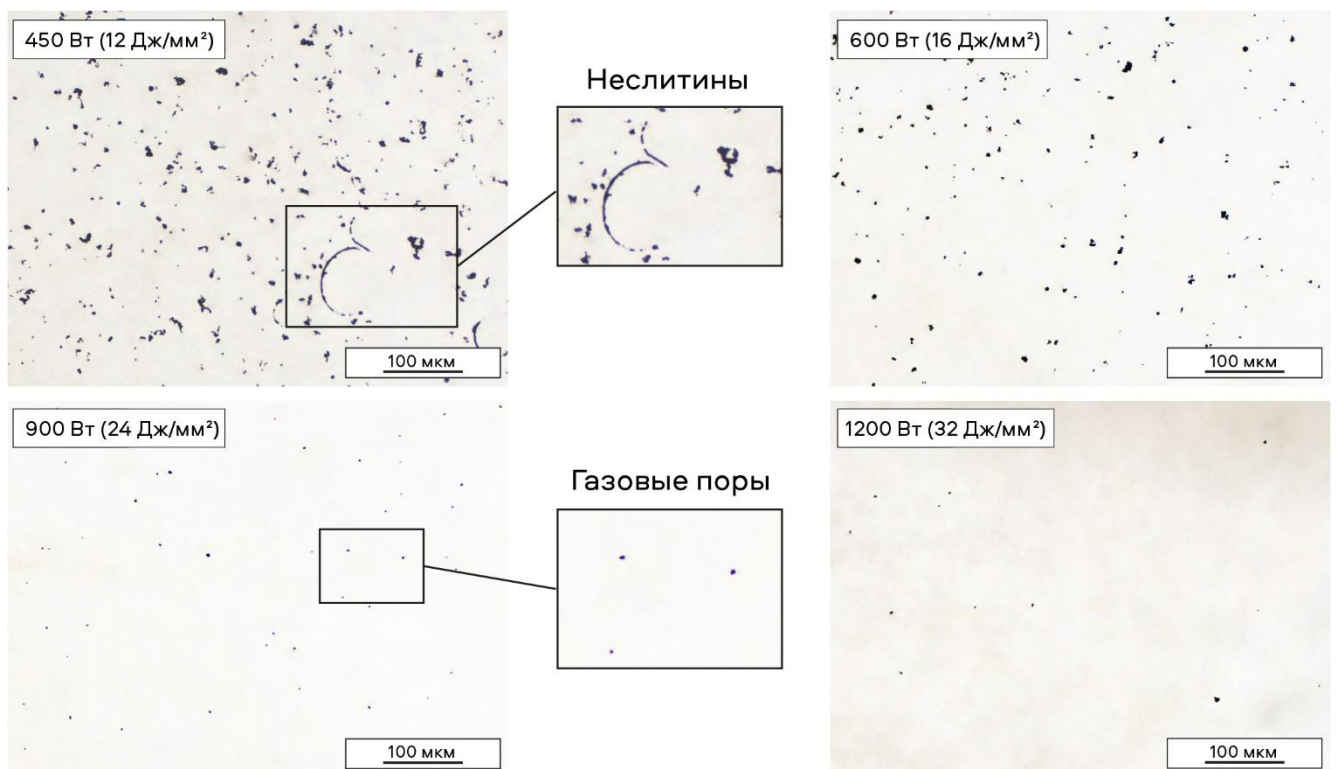


Рисунок 3.2 – Дефекты в структуре сплавов системы *Ni-Co-Cr*, сформированных при различной мощности лазерного излучения

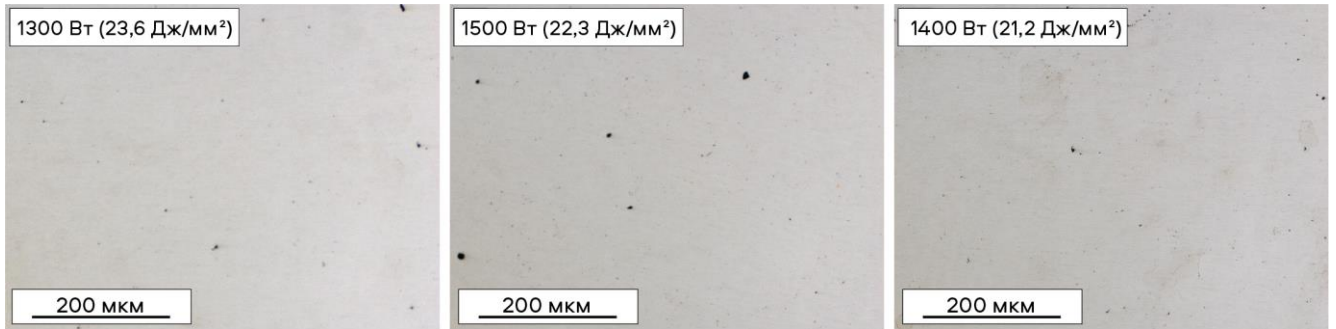


Рисунок 3.3 – Дефекты в структуре сплавов системы *Ni-Fe-Cr*, сформированных при различных значениях эффективной энергии лазерного излучения

Формирование неслитин было зафиксировано в образцах из сплава системы *Ni-Co-Cr*, полученных при мощности лазерного излучения 450 Вт (с эффективной энергией лазерного излучения 12 Дж/мм²), а также в образцах из сплава системы *Ni-Cr-Mo* в диапазоне мощности 250–500 Вт (6,7–13,3 Дж/мм²).

Важными структурными факторами, определяющими комплекс механических свойств материалов, изготовленных из порошкового сырья, являются размер и характер распределения пор, которые неизбежно возникают при захвате частицами металлического порошка атомов транспортирующего газа [177, 178]. В соответствии с данными, полученными методом растровой электронной микроскопии, в послойно наплавленных образцах поры преимущественно располагаются в междендритных промежутках (рисунок 3.4). Можно полагать, что дефекты этого типа формируются в процессе усадки сплавов при охлаждении материала.

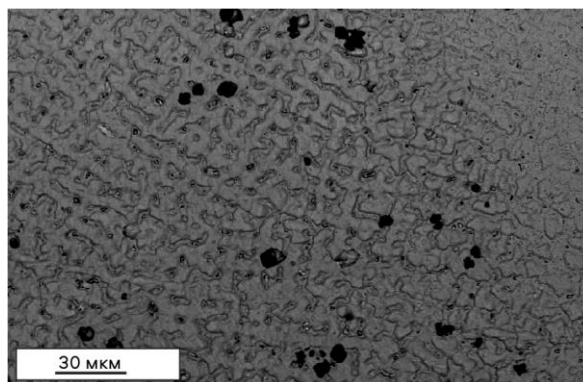


Рисунок 3.4 – Поры, возникшие в междендритном пространстве в образце из сплава системы *Ni-Cr-Mo*, наплавленном при 250 Вт

Установлено, что при повышении эффективной энергии лазерного луча пористость полученных в работе сплавов снижается (таблица 3.1). Так, образцы из

сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*, сформированные с шагом слоя 0,04 мм в диапазоне эффективной энергии лазерного излучения 6,7–12 Дж/мм² (250–450 Вт), характеризуются максимальными значениями пористости. При повышении эффективной энергии лазерного луча от 13,3 Дж/мм² (500 Вт) до 20 Дж/мм² (750 Вт) происходит полное расплавление исходного порошка, что сопровождается более чем двукратным уменьшением пористости (с 2,5 % до 1 %). Минимальный показатель пористости (~ 1 %) соответствует интервалу эффективной энергии лазерного излучения от 24 до 32 Дж/мм² (900–1200 Вт).

В структуре всех образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, послойно сплавленных в пределах используемого в работе интервала эффективной энергии лазерного излучения (21,2–23,6 Дж/мм²), фиксируется минимальный уровень пористости, не превышающий 1,1 %.

Таблица 3.1 – Пористость образцов, полученных при различных технологических режимах аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания

Материал	Шаг слоя, мм	Мощность, Вт	Эффективная энергия, Дж/мм ²	Плотность осаждения порошка, г/мм ²	Средний размер пор, мкм	Пористость, %
<i>Ni-Cr-Mo</i>	0,04	250	6,7	0,014	6,2	3
		500	13,3		5,4	2,5
		750	20		3,1	1
		1000	26,7		2,3	0,8
<i>Ni-Co-Cr</i>	0,04	450	12	0,014	9,8	4,9
		600	16		6,3	2,2
		900	24		3,8	1
		1200	32		2,4	0,7
<i>Ni-Fe-Cr</i>	0,6	1400	21,2	0,27	2,6	1,1
		1500	22,3	0,34	3,1	1,1
		1300	23,6	0,42	2,5	0,9

Экспериментально установлено, что при близких значениях эффективной энергии лазерного излучения средний размер пор, возникающих в

высоколегированном никелевом сплаве системы *Ni-Co-Cr*, несколько больше, чем в сплавах систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Fe-Cr* (таблица 3.1). Формирование более крупных пор в сплаве системы *Ni-Co-Cr* может быть связано с различием значений температуры плавления используемых материалов.

3.2 Формирование структуры при различных режимах аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания никелевых сплавов

В отличие от литейных технологий при формировании структуры сплавов аддитивными методами направление теплового потока противоположно направлению роста зерен на границе раздела ванны расплава с предыдущим слоем [131, 179]. Исследования [например, 87, 131, 180] показывают, что при послойном формировании материала в зависимости от выбранных технологических режимов структура отдельного слоя может содержать три последовательно формирующиеся зоны. Схематическое изображение типичной для аддитивных процессов структуры представлено на рисунке 3.5.

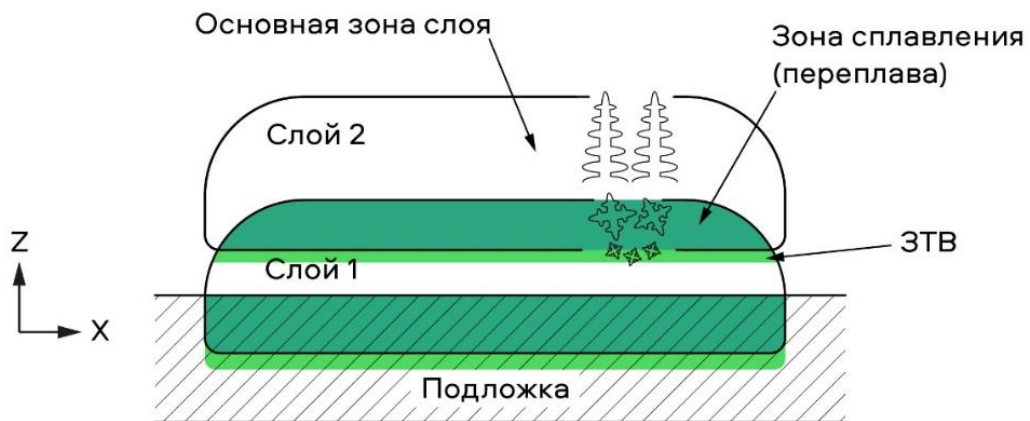


Рисунок 3.5 – Схематическое изображение типичной для аддитивных процессов структуры (в продольном сечении образца), представленной тремя зонами [87, 131, 180]

3.2.1 Микроструктура никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*

На рисунках 3.6–3.7 представлены результаты металлографических исследований продольных сечений образцов сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*, выращенных с шагом единичного слоя 0,04 мм при различной мощности лазерного излучения. Полученные изображения свидетельствуют о том, что мощность лазерного излучения оказывает существенное влияние на структуру сплавов. Для более глубокого анализа процесса формирования структуры при различной мощности лазерного излучения в работе было выполнено математическое моделирование распределения температуры в материале, формируемом при реализации аддитивного процесса по схеме локальной подачи энергии и порошкового материала. Вычисления проводились методом конечных элементов на макромасштабном уровне с использованием программного обеспечения *Simufact Welding*.

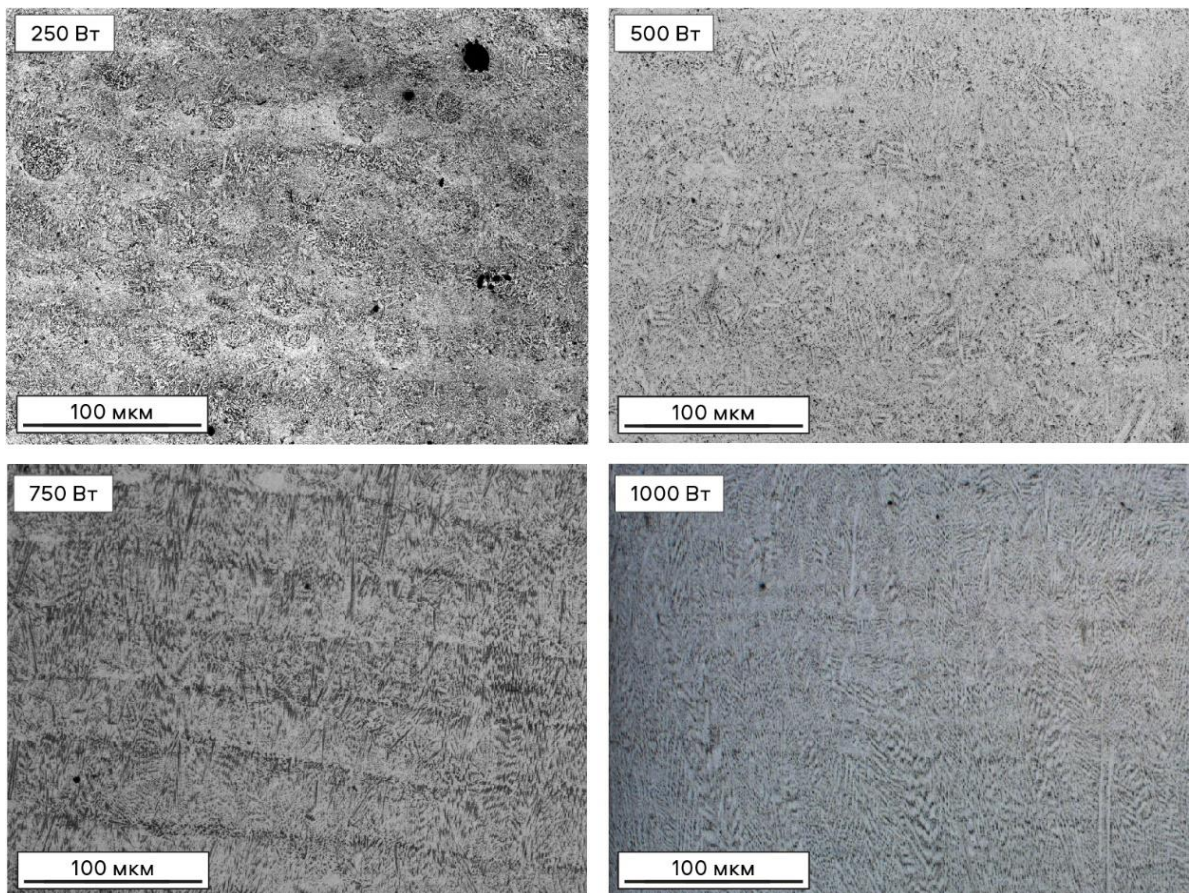


Рисунок 3.6 – Общий вид продольных сечений образцов из сплава системы *Ni-Cr-Mo*, сформированных при различной мощности лазерного излучения

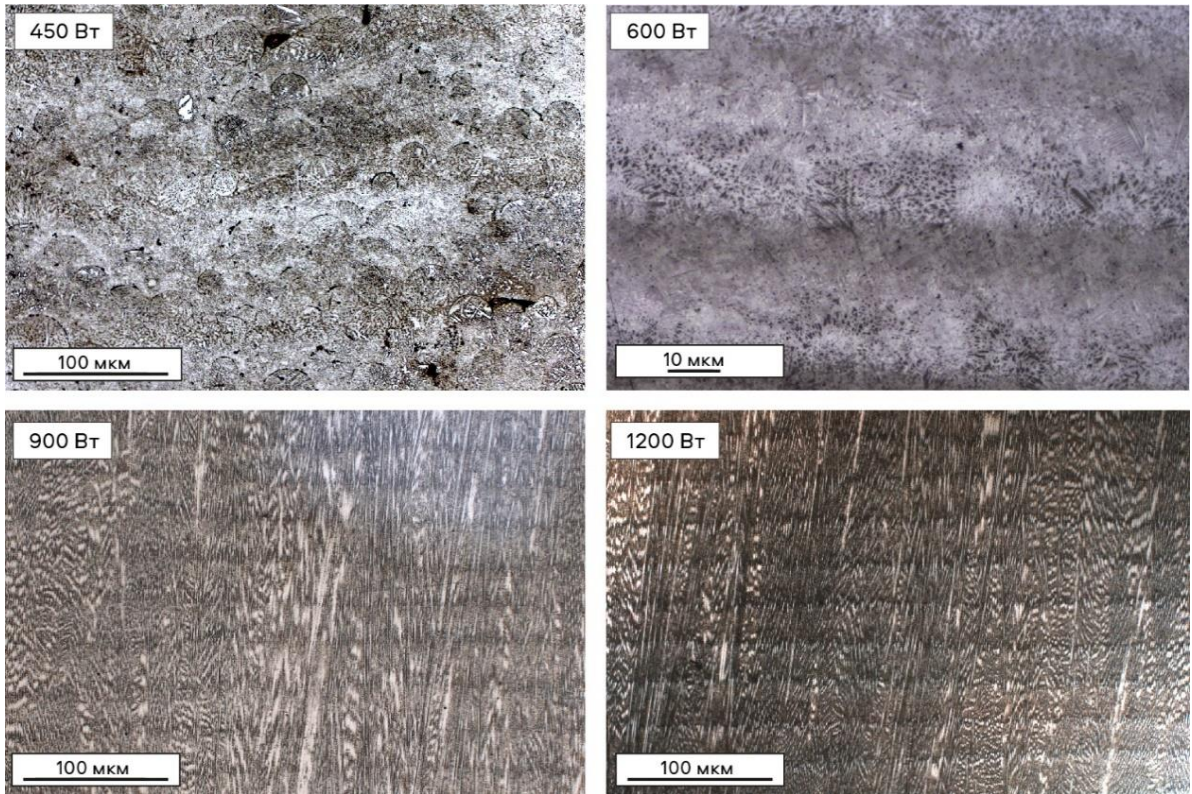


Рисунок 3.7 – Общий вид продольных сечений образцов из сплава системы *Ni-Co-Cr*, сформированных при различной мощности лазерного излучения

Как и ожидалось, при постоянной скорости сканирования с увеличением мощности лазерного излучения температура сплава возрастает, что подтверждается результатами моделирования (рисунок 3.8 а). Характер распределения температуры в слоях, наплавленных при различной мощности лазерного излучения, отражен на рисунках 3.8 б, в. При увеличении мощности лазерного излучения от 250 до 1200 Вт (уровень эффективной энергии лазерного излучения 6,7–32 Дж/мм²) температура ванны расплава каждого слоя возрастает с 1280 до 2500 °С, что оказывает существенное влияние на условия кристаллизации и конечную структуру послойно сплавленных материалов.

Образцы, полученные послойной наплавкой в интервале мощности лазерного луча от 250 до 450 Вт (6,7–12 Дж/мм²), содержат большое количество нерасплавленных полностью частиц исходного порошка, окруженных пустотами (рисунок 3.6 а, рисунок 3.7 а). Максимальное значение температуры ванны расплава в указанном интервале мощности лазерного луча, согласно результатам моделирования, составляет ~ 1310 °С.

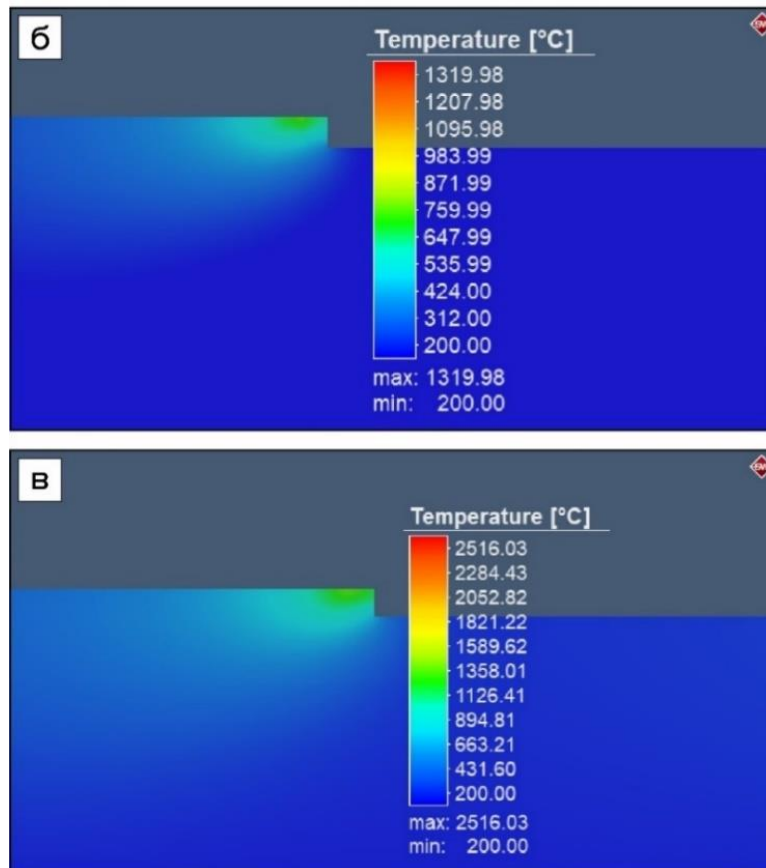
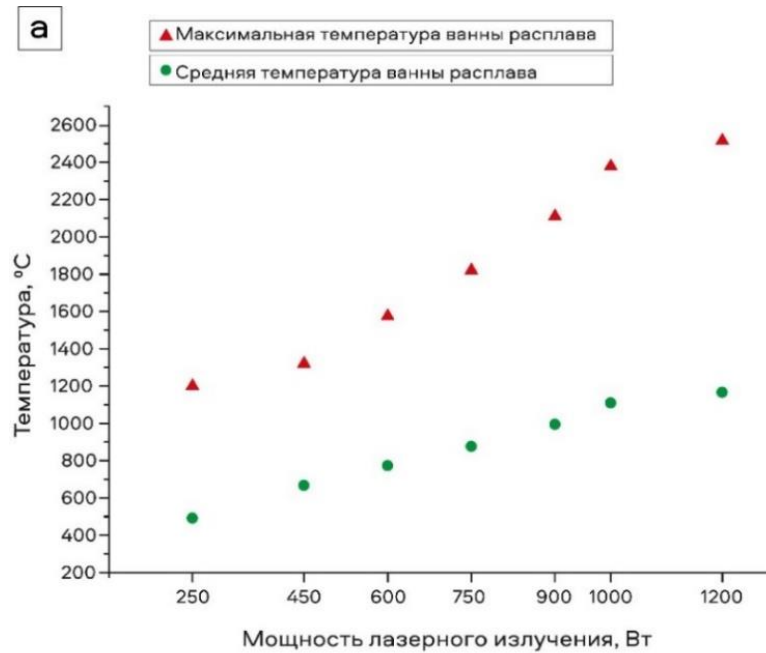


Рисунок 3.8 – Диаграмма распределения температур в высоколегированных никелевых сплавах на основе систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr* при реализации аддитивного процесса с шагом единичного слоя 0,04 мм (а). Распределение температуры при мощности излучения 250 Вт (б) и 1200 Вт (в)

Учитывая, что нижняя граница температуры плавления исследуемых в работе высоколегированных никелевых сплавов находится в интервале 1290–1450 °С, результаты моделирования согласуются с микроструктурой образцов, соответствующей данным технологическим режимам.

При неполном плавлении исходные частицы порошка служат центрами кристаллизации, что способствует разнонаправленному росту дендритных построений от их периферии во всем объеме послойно сплавленного материала (рисунок 3.9).

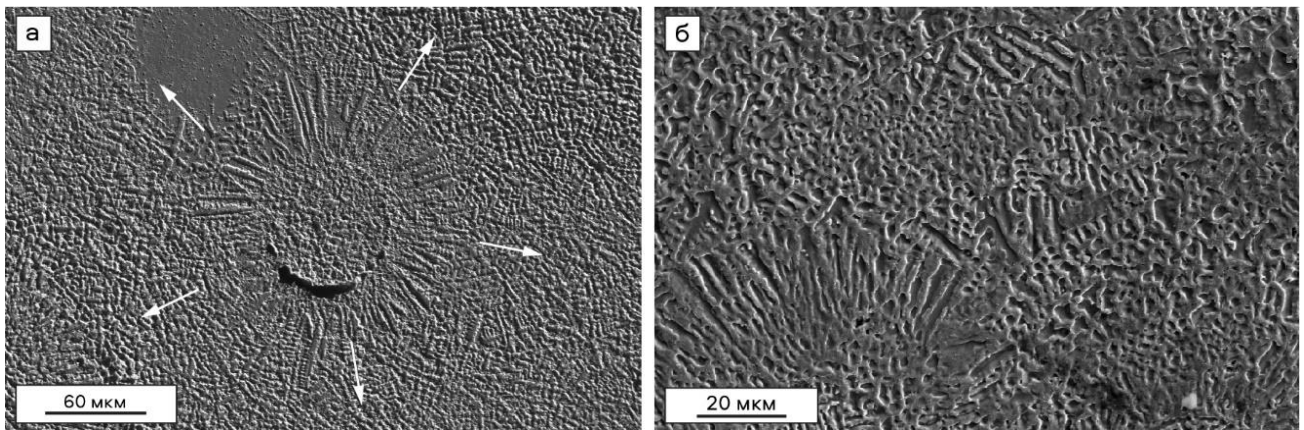


Рисунок 3.9 – Микроструктура образцов, сформированных при послойной наплавке порошкового сплава системы *Ni-Cr-Mo* с мощностью лазерного излучения 250 (а) и сплава системы *Ni-Co-Cr* при 450 Вт (б)

При увеличении мощности лазерного луча до 500 Вт (13,3 Дж/мм²) в сплавах системы *Ni-Cr-Mo* и до 600 Вт (16 Дж/мм²) в сплавах системы *Ni-Co-Cr* средняя температура расплава, согласно данным моделирования, может повышаться до ~ 1600 °С. При этом наблюдается полное расплавление частиц исходного порошка, однако имеет место хаотичное направление роста дендритных кристаллов. Формирование структуры такого типа можно объяснить высокой скоростью конвекционных потоков в ванне расплава [156, 180–182], которые при данных условиях значительно преобладают над тепловым потоком, созданным при движении лазера. Кроме того, в микроструктуре полученных сплавов присутствуют участки с дендритами, растущими от центров бывших частиц исходного порошка (рисунок 3.10), что также определяет ориентацию роста кристаллов.

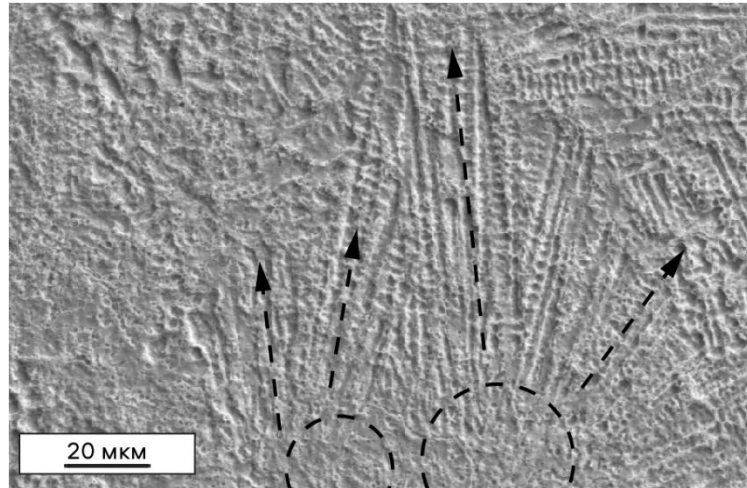


Рисунок 3.10 – Рост кристаллов от бывшей частицы исходного порошка при послойной наплавке сплава системы *Ni-Cr-Mo* с мощностью лазерного излучения 500 Вт

При увеличении мощности лазерного излучения до 750 Вт (20 Дж/мм^2) в сплаве системы *Ni-Cr-Mo* подобных микрообъемов не наблюдается, однако ориентация роста зерен в направлении теплового потока по-прежнему отсутствует.

Превышение мощности лазерного излучения свыше 900 Вт (24 Дж/мм^2) сопровождается снижением скорости охлаждения материала. При этом возрастает градиент температуры на границах между верхними и нижними слоями, что создает благоприятные условия для направленного роста протяженных столбчатых дендритов через соседние слои. Температура перегрева созданного ранее слоя вблизи нижней границы ванны расплава составляет $\sim 800\text{--}1000 \text{ }^\circ\text{C}$. Это приводит к интенсивному теплоотводу и подавлению процесса гомогенного зародышеобразования на линии фронта кристаллизации.

Обсуждая механизмы формирования структуры при реализации аддитивных технологий, в литературе анализируют различные аспекты структурных преобразований, происходящих в зоне сопряжения наплавляемых слоев. Один из обсуждаемых механизмов связан с эпитаксиальным ростом кристаллической структуры. Авторами работ [183–185] и [186] предложены два варианта их проявления, связанных с влиянием тугоплавких частиц (оксидов, нитридов, карбидов) и формированием интенсивных конвекционных потоков в ванне расплава.

Угол разориентации между осями столбчатых кристаллов в микроструктуре сплава системы *Ni-Co-Cr* при повышении мощности лазерной энергии от 900 до

1200 Вт ($24\text{--}32 \text{ Дж/мм}^2$) уменьшается с ~ 10 до ~ 7 градусов. В сплаве системы *Ni-Cr-Mo*, сформированном при мощности лазерного излучения 1000 Вт, этот показатель составляет ~ 10 градусов

Тонкое строение материалов, сформированных при малых значениях мощности лазерного луча (в диапазоне от 250 до 450 Вт), характеризуется присутствием множества дислокационных скоплений (рисунок 3.11). Такая структура свидетельствует о напряженном состоянии материала, вызванном неравновесным характером кристаллизации ванны расплава в условиях быстрого охлаждения [187, 188].

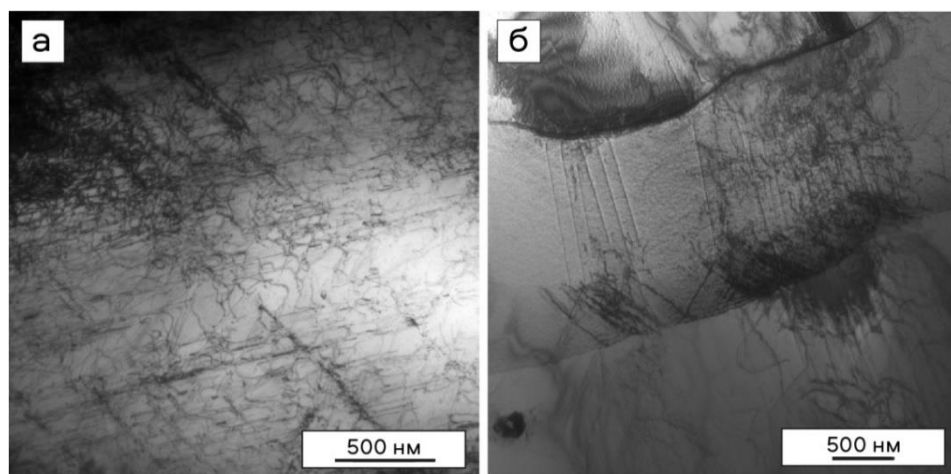


Рисунок 3.11 – Тонкая структура материалов, сформированных в процессе послойной наплавки сплавов системы *Ni-Cr-Mo* при мощности лазерного луча 250 Вт (а) и системы *Ni-Co-Cr* при 450 Вт (б)

Общая схема строения структуры образцов, полученных при послойной наплавке с мощностью лазерного излучения в диапазоне от 250 до 1200 Вт ($6,7\text{--}32 \text{ Дж/мм}^2$), представлена на рисунке 3.12.

3.2.2 Микроструктура никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*

В структуре всех образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированных в процессе послойной наплавки лазерным лучом мощностью 1300–1500 Вт ($21,2\text{--}23,6 \text{ Дж/мм}^2$) с шагом отдельного слоя 0,6 мм, могут быть выделены три зоны с построениями дендритного типа, соответствующие зоне столбчатых дендритов, зоне переплава (сплавления) и зоне термического влияния.

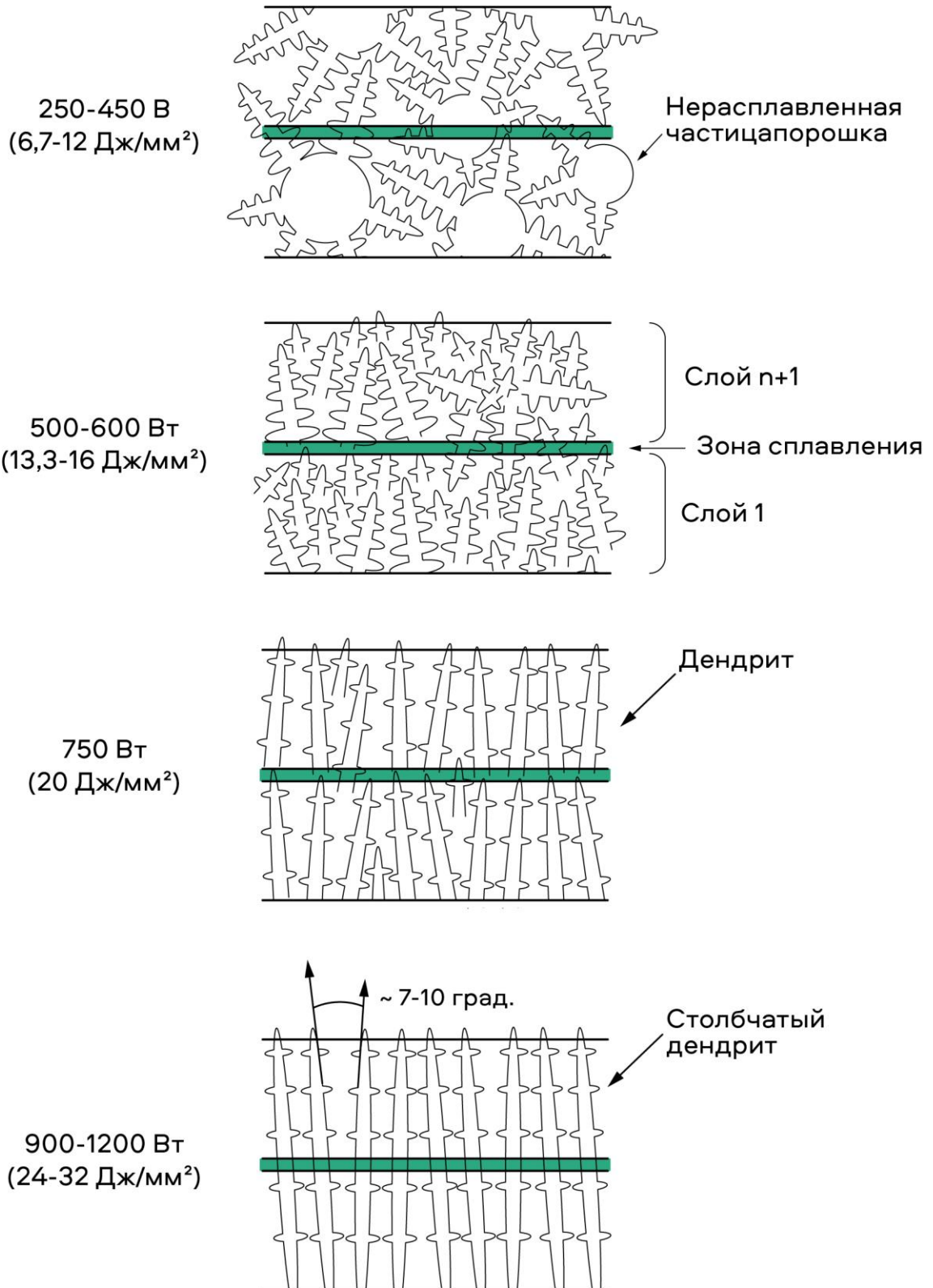


Рисунок 3.12 – Схема строения продольных сечений образцов, полученных при различных режимах аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания с шагом единичного слоя 0,04 мм

Характерная структура и схематическое представление отмеченных зон в образцах из сплава системы *Ni-Fe-Cr* отображены на рисунке 3.13.

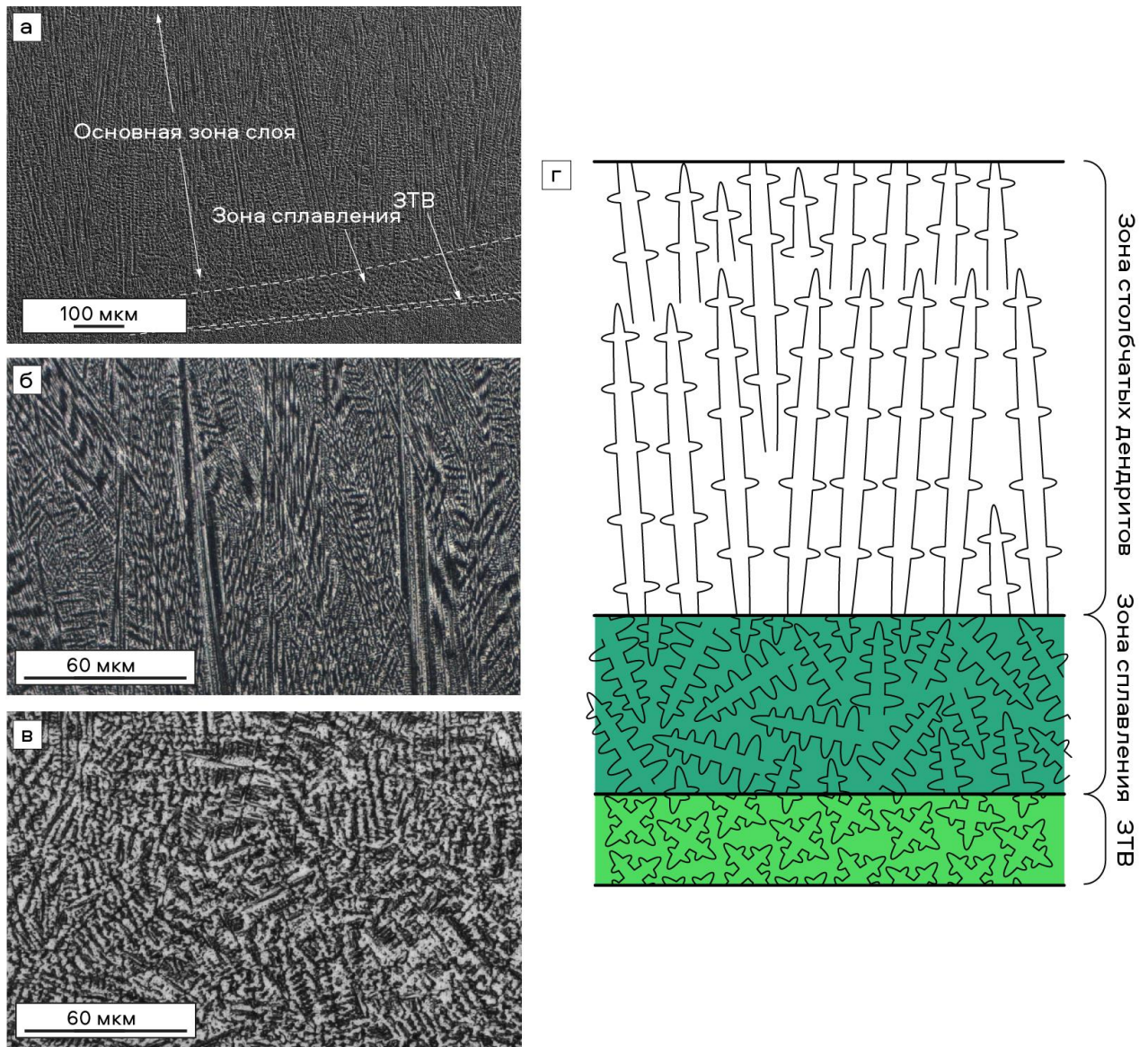


Рисунок 3.13 – Микроструктура наплавленных слоев (а–в) и схемы строения продольного сечения слоя в образцах (г), полученных при прямом лазерном выращивании порошка из сплава системы *Ni-Fe-Cr* с шагом слоя 0,6 мм в диапазоне мощности лазерного излучения 1300–1500 Вт

Как упоминалось ранее, температура наплавленного ранее слоя оказывает влияние на условия охлаждения нового (наплавляемого) слоя. Согласно результатам ряда работ [например, 156, 180, 186], микроструктура нижней части ванны расплава (зоны переплава) наиболее чувствительна к изменению высоты (шага) слоя. Результаты моделирования процесса прямого лазерного выращивания при шаге

слоя 0,6 мм показали, что температура перегретых участков предыдущего слоя, находящихся в контакте с ванной расплава, составляет ~ 660 °C (рисунок 3.14). При этом в сплаве, сформированном с высотой слоя 0,04 мм, температура зоны контакта с расплавом составляла ~ 1000 °C (см. рисунок 3.8 в). Таким образом, снижение температуры отмеченных зон между слоями в материале системы *Ni-Fe-Cr* (см. рисунок 3.13 б) приводит к появлению явно выраженных зон сплавления (переплава) и сопровождается формированием прерывистых столбчатых дендритов во всем объеме материала.

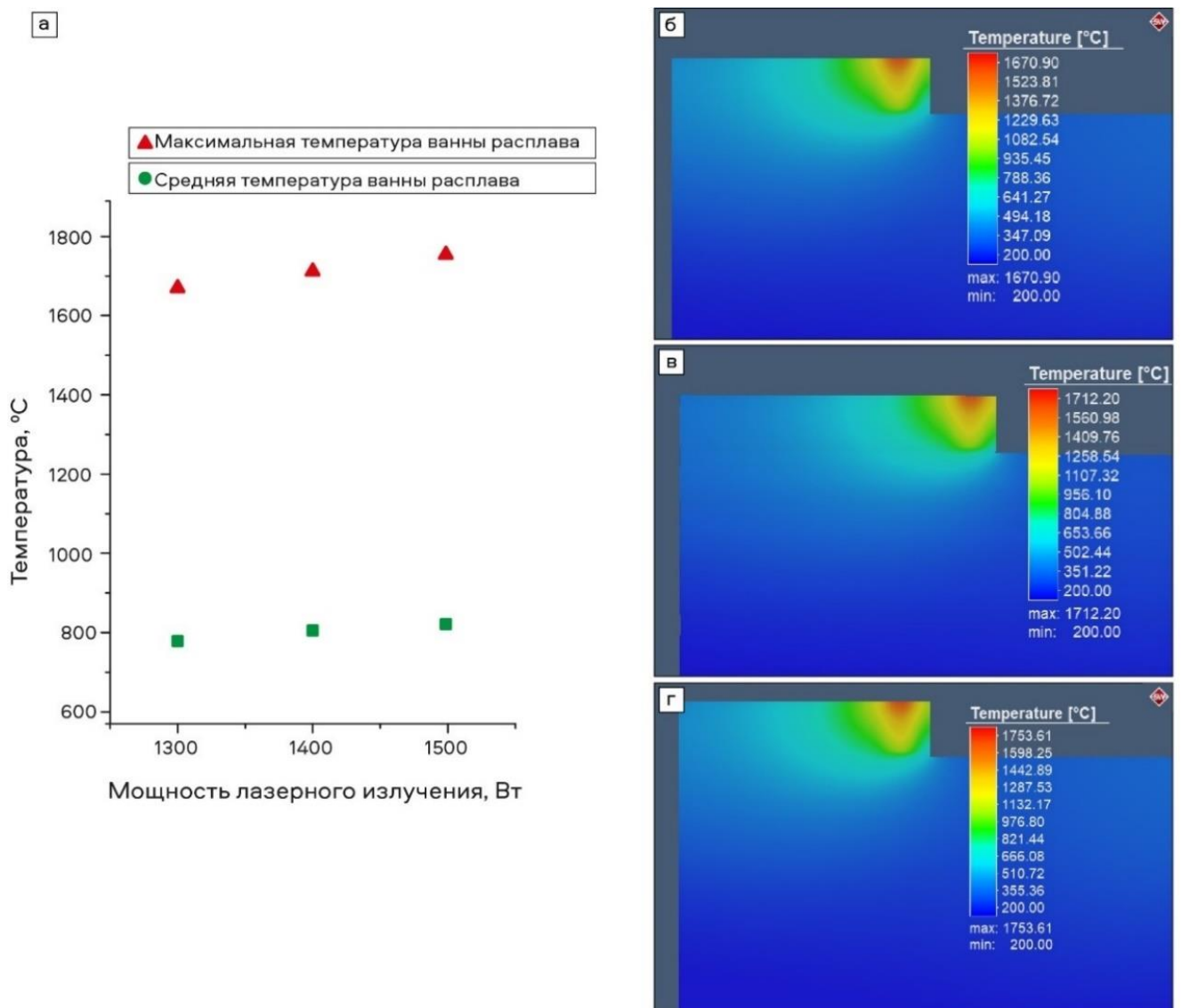


Рисунок 3.14 – Диаграмма распределения значений температуры при реализации процесса прямого лазерного выращивания образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr* с шагом наплавки отдельного слоя 0,6 мм (а) и распределение температуры при послойной наплавке материалов с мощностью лазерного излучения 1300 Вт (б), 1400 Вт (в) и 1500 Вт (г)

Несмотря на то, что для зон сплавления характерно образование дефектов в виде пор и трещин [77, 189, 190], в исследуемых образцах эти участки указанных дефектов не содержат. Полученные в процессе лазерной наплавки «многослойные» материалы характеризуются высоким уровнем когезионной прочности.

Выводы по главе 3

1. Микроструктура образцов из никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*, сформированных аддитивным процессом (по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала) в диапазоне мощности лазерного излучения от 250 до 1500 Вт (6,7–32 Дж/мм²) характеризуется отсутствием трещин. Все полученные «многослойные» материалы характеризуются высоким уровнем когезионной прочности.

2. При послойной наплавке порошковых никелевых сплавов лазерным лучом мощностью 250–450 Вт (6,7–12 Дж/мм²) с шагом отдельного слоя, составляющим 0,04 мм, полного плавления частиц исходного порошка с размером гранул 60–90 мкм не происходит. Микроструктура полученных при этом материалов характеризуется присутствием множества неслитин.

3. Одним из основных технологических факторов, определяющих пористость материалов, полученных аддитивным методом, является эффективная энергия лазерного излучения. Увеличение эффективной энергии от 6,7 Дж/мм² до 32 Дж/мм² (250–1200 Вт) при послойной наплавке материалов с шагом слоя 0,04 мм сопровождается четырехкратным снижением пористости сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr* (с 3 % до 0,7 %). Пористость никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, наплавленного с шагом слоя 0,6 мм в интервале эффективной энергии лазерного излучения 21,2–23,6 Дж/мм², не превышает 1,1 %.

4. Присутствие дендритных построений является особенностью, характерной для всех материалов, полученных аддитивным методом. При послойной наплавке никелевых порошков (*Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*) с энергией лазерного

излучения в диапазоне 13,3–16 Дж/мм² и шагом единичного слоя 0,04 мм в структуре сплавов формируются разориентированные дендритные построения.

5. Угол разориентации проходящих через множество слоев и ориентированных в направлении теплового потока столбчатых кристаллов, образующихся при послойной наплавке никелевых порошков (*Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr*) с шагом слоя 0,04 мм в интервале мощности лазерного излучения 900–1000 Вт (24–26,7 Дж/мм²), составляет ~ 10 градусов. С увеличением мощности до 1200 Вт (32 Дж/мм²) данный показатель уменьшается до ~ 7 градусов.

6. Структура послойно сплавленного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* при шаге отдельного слоя 0,6 мм в диапазоне эффективной энергии лазерного луча 21,2–23,6 Дж/мм² характеризуется наличием прерывистых столбчатых кристаллов. Микроструктура каждого слоя содержит три последовательные зоны – зону столбчатых дендритов, зону сплавления и зону термического влияния.

ГЛАВА 4 ФАЗОВЫЙ СОСТАВ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, СФОРМИРОВАННЫХ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ

Исследования структуры и фазового состава высоколегированных никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*, полученных при реализации аддитивного процесса прямого лазерного выращивания, были проведены с использованием методов растровой электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального и рентгенофазового анализа. Тонкие структурные исследования полученных в работе материалов выполнены с применением методов просвечивающей электронной микроскопии. Полученные экспериментально данные позволяют объяснить особенности строения исследуемых материалов в зависимости от режимов их обработки.

4.1 Исследования структуры и фазового состава никелевого сплава системы *Ni-Cr-Mo*, сформированного аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания

Анализ рентгенограмм, зафиксированных при исследовании образцов, полученных послойной наплавкой порошка никелевого сплава системы *Ni-Cr-Mo* с шагом единичного слоя 0,04 мм в интервале значений мощности лазерного излучения 250–1000 Вт (с эффективной энергией лазерного луча 6,7–26,7 Дж/мм²), показывает, что основной фазой в полученных в работе материалов является твердый раствор на основе никеля (рисунок 4.1). Легирующие элементы, входящие в твердый раствор, приводят к увеличению параметра кристаллической решетки никеля, о чем свидетельствует смещение дифракционных пиков в сторону меньших углов. Присутствия упрочняющих фаз в угловом диапазоне $40 \leq \Delta 2\theta \leq 140$ град. в процессе рентгенофазового анализа зафиксировать не удалось. В выполненных ранее работах [64, 191] также отмечалось, что малый размер частиц γ' - и γ'' -фаз,

соответствующий ранней стадии распада твердого раствора, является фактором, объясняющим проблему их фиксации на дифракционных картинах.

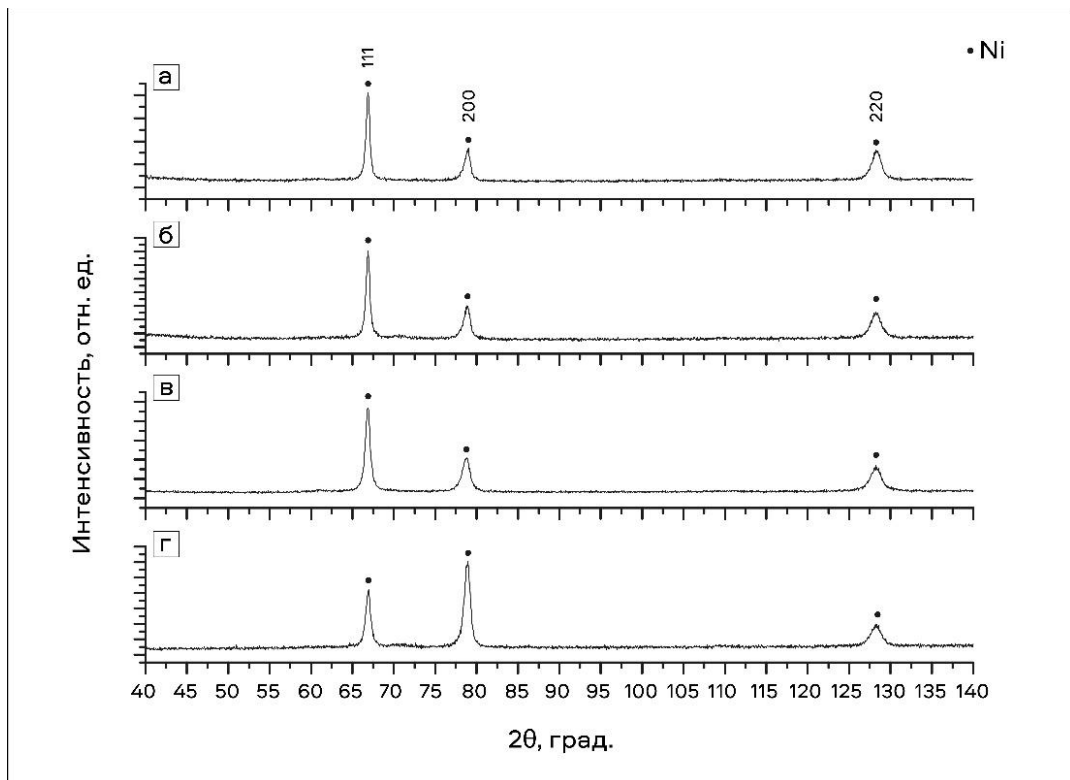


Рисунок 4.1 – Дифракционные картины сплава системы *Ni-Cr-Mo*. Мощность лазерного излучения 250 Вт (а), 500 Вт (б), 750 Вт (в), 1000 Вт (г)

Распределение интегральных интенсивностей рефлексов, полученных при изучении материалов, сформированных в процессе послойной наплавки с мощностью лазерного излучения в диапазоне 250–750 Вт (6,7–20 Дж/мм²), соответствует теоретическим данным кристаллографической базы *ICDD PDF-4*. В то же время материал, наплавленный при мощности 1000 Вт (26,7 Дж/мм²), теоретическим представлениям не соответствует. Наблюдаемое экспериментально перераспределение интенсивностей пиков является результатом ориентированного роста столбчатых кристаллов, о чем свидетельствуют, в частности, данные оптической металлографии (см. рисунок 3.6).

Анализ рентгенограмм, подробная съемка которых выполнялась со скоростью сканирования 0,05 град./мин при времени накопления на точку 60 секунд, позволяет сделать вывод о присутствии в образцах, сформированных при энергии лазерного излучения 750 Вт, упрочняющей γ' -фазы. Об этом свидетельствует, в

частности, пик, соответствующий углу $\Delta 2\theta = 31,8$ град. Однако в материале, полученном при энергии лазерного излучения 1000 Вт, аналогичный пик определен не был (рисунок 4.2).

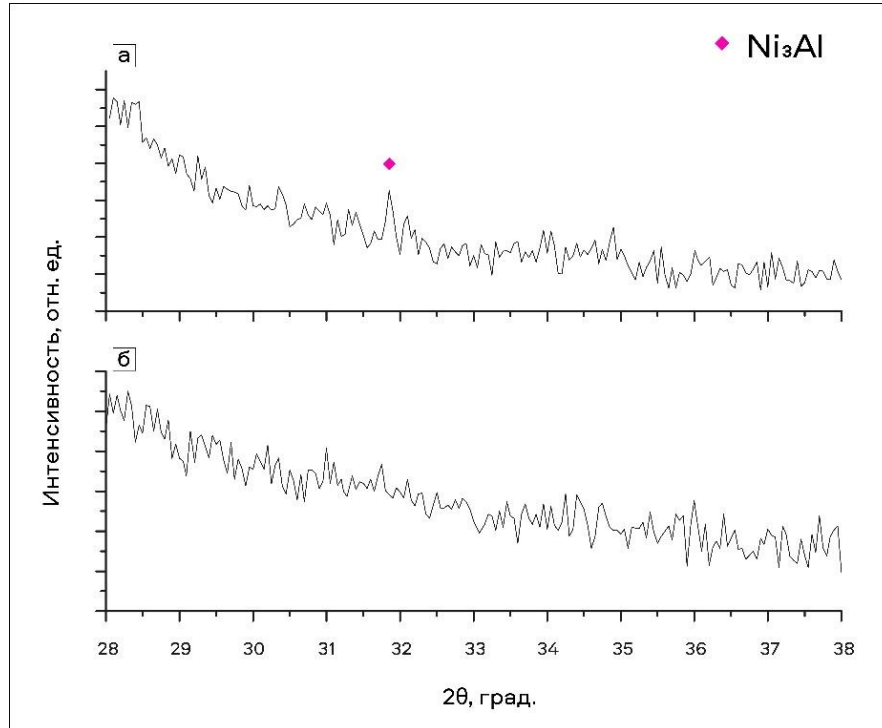


Рисунок 4.2 – Дифракционные картины, зафиксированные при исследовании сплава системы *Ni-Cr-Mo*. Мощность лазерного излучения 750 Вт (а), 1000 Вт (б)

С целью уточнения данных о наличии упрочняющих фаз были проведены исследования с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии. Особенности строения матриц образцов, сформированных при мощности лазерного излучения в диапазоне от 250 до 1000 Вт (6,7–26,7 Дж/мм²), представлены на рисунке 4.3. На изображениях, полученных в режиме светлого поля, заметны различия в структуре матричного материала. Анализ снимков структур, соответствующих сплавам, полученным при малых значениях мощности лазерного излучения (250 и 500 Вт), свидетельствует об отсутствии упрочняющих фаз в их матрицах. Малое исходное содержание γ' -образующих элементов (*Al* и *Ti*) в порошке сплава системы *Ni-Cr-Mo* в сочетании с высокими скоростями охлаждения, соответствующими мощности лазерного излучения в интервале от 250 до 500 Вт, представляет собой фактор, препятствующий выделению γ' - и γ'' -фаз из пересыщенного

твердого раствора никеля [192]. В материалах, наплавленных с мощностью лазерного излучения 750 Вт и выше, наблюдаются частицы упрочняющей фазы (рисунок 4.3 в, г). Их зарождению способствует снижение скорости охлаждения материалов, обусловленное увеличением мощности лазерного излучения [193].

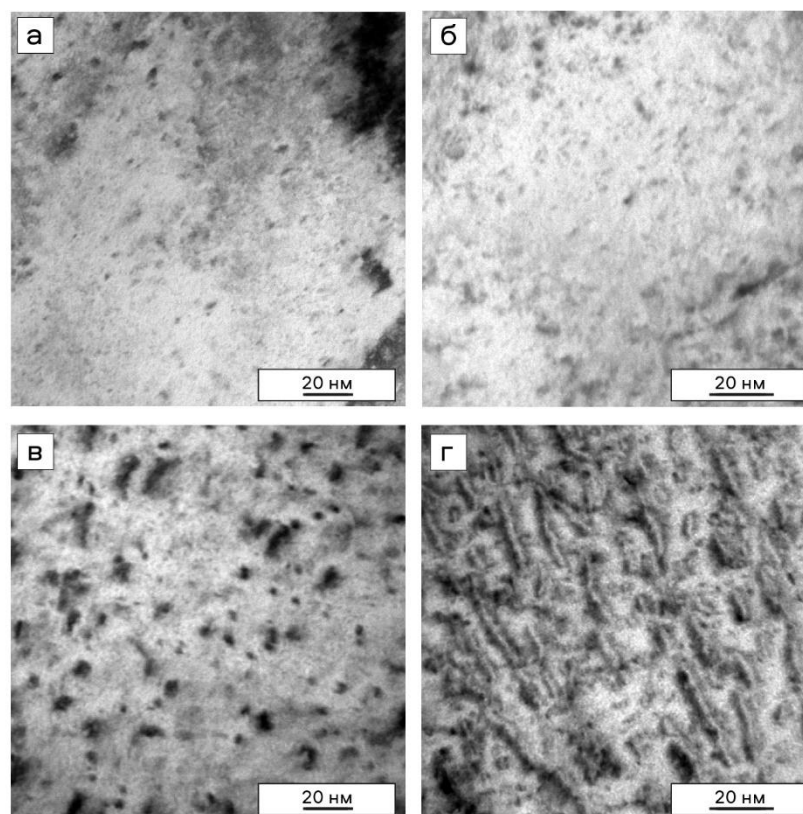


Рисунок 4.3 – Светлопольные изображения матричных зон сплавов системы *Ni-Cr-Mo*, полученных при различных технологических режимах. Мощность лазерного излучения 250 Вт (а), 500 Вт (б), 750 Вт (в), 1000 Вт (г)

Методом дифракции электронов в матрице материалов, полученных в процессе послойного сплавления материалов при мощности лазерного излучения 750 Вт (20 Дж/мм^2) и 1000 Вт ($26,7 \text{ Дж/мм}^2$), зафиксированы пики от γ' - и γ'' -фаз (рисунок 4.4). Образование γ'' -фазы при взаимодействии ниобия с никелем в материалах, полученных при 1000 Вт ($26,7 \text{ Дж/мм}^2$), согласуется с результатами рентгенофазового анализа, показавшего меньшую величину смещения дифракционных максимумов в результате выделения ниобия, и свидетельствует о меньших искажениях кристаллической решетки матричной фазы. Склонность к формированию γ'' -фазы при бóльшем накоплении тепла в материале с повышением значения

лазерной энергии также можно объяснить более низкой скоростью ее образования по сравнению с γ' -фазой [25, 26, 194].

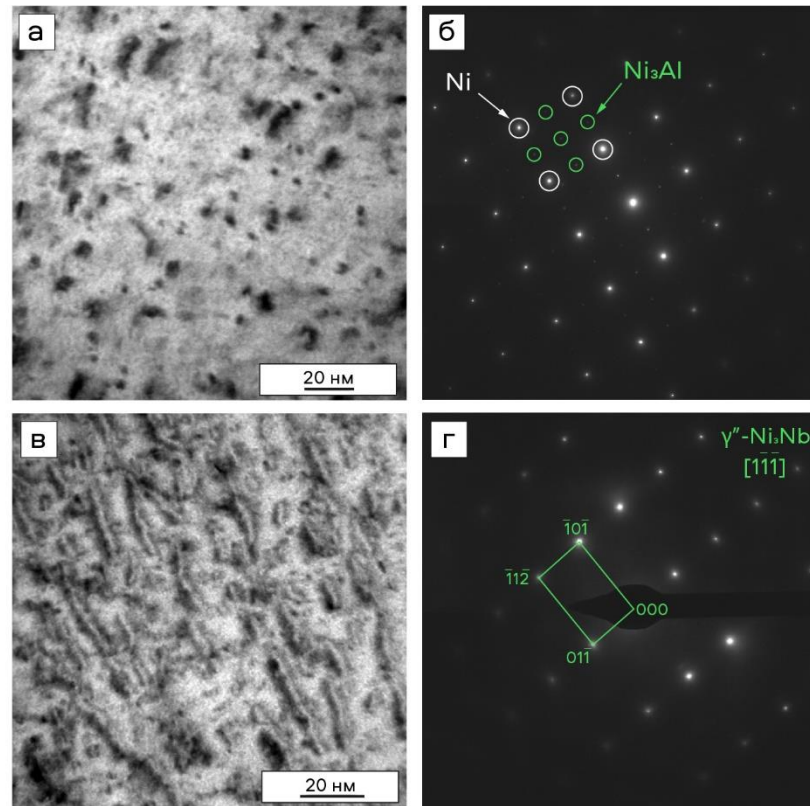


Рисунок 4.4 – Особенности строения матриц сплавов, полученных при послойном сплавлении порошков сплава системы $Ni-Cr-Mo$ с мощностью 750 Вт (а) и 1000 Вт (в) и соответствующие им микродифракционные картины (б, г)

Установлено [195–197], что в процессе кристаллизации никелевых сплавов происходит перераспределение входящих в их состав элементов. Активно диффундирующие Nb , Si , Al и C концентрируются в междендритном пространстве, а такие элементы как Fe , Cr , Co , Mo равномерно распределяются в матрице сплавов. Микрорентгеноспектральный анализ продольных сечений образцов, наплавленных при мощности лазерного излучения в диапазоне 250–500 Вт, позволяет сделать вывод о равномерном распределении легирующих элементов, тогда как для сплавов, сформированных при 750–1000 Вт, характерна более высокая степень неоднородности. Такие элементы как никель, хром и молибден, составляющие основу анализируемых сплавов, по сечению образцов распределены равномерно. При этом активно диффундирующие Nb и Si в большей степени склонны к концентрации в междендритном пространстве. В качестве примера на рисунке 4.5 представлено

распределение химических элементов по сечению образца, послойно наплавленного лазером с мощностью лазерного излучения 1000 Вт (26,7 Дж/мм²).

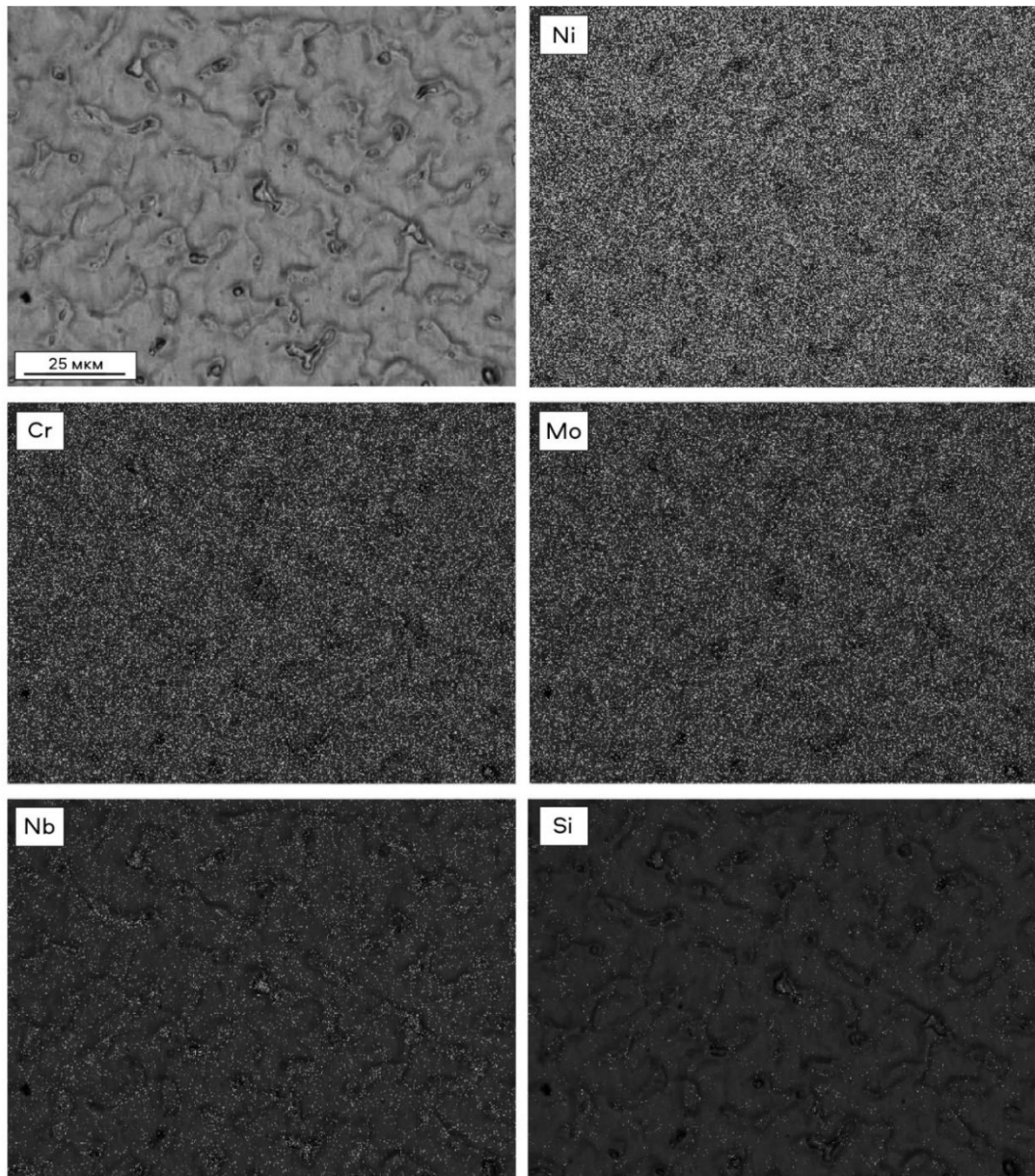


Рисунок 4.5 – Распределение элементов в поперечном сечении образца из сплава *Ni-Cr-Mo*, сформированного при мощности лазерного излучения 1000 Вт (26,7 Дж/мм²)

Результатом взаимодействия данных элементов с матрицей твердого раствора может являться формирование частиц интерметаллидной фазы Лавеса, карбидных образований, а также орторомбического соединения типа Ni_3Nb [3, 44].

Детальный анализ материалов, проведенный методом просвечивающей электронной микроскопии, позволил выявить ряд особенностей их тонкого строения.

Так, например, по границам зерен сплава, сформированного при минимальной мощности лазерного излучения 250 Вт (6,7 Дж/мм²), зафиксированы мелкодисперсные (140–200 нм) частицы пластинчатой формы (рисунок 4.6). Установлено, что выделения этого типа представляют собой δ -фазу Ni_3Nb . В ряде работ также сообщается о формировании δ -фазы вдоль границ зерен непосредственно из пересыщенного твердого раствора никеля при повышенных скоростях охлаждения никелевых сплавов [90, 92, 198].

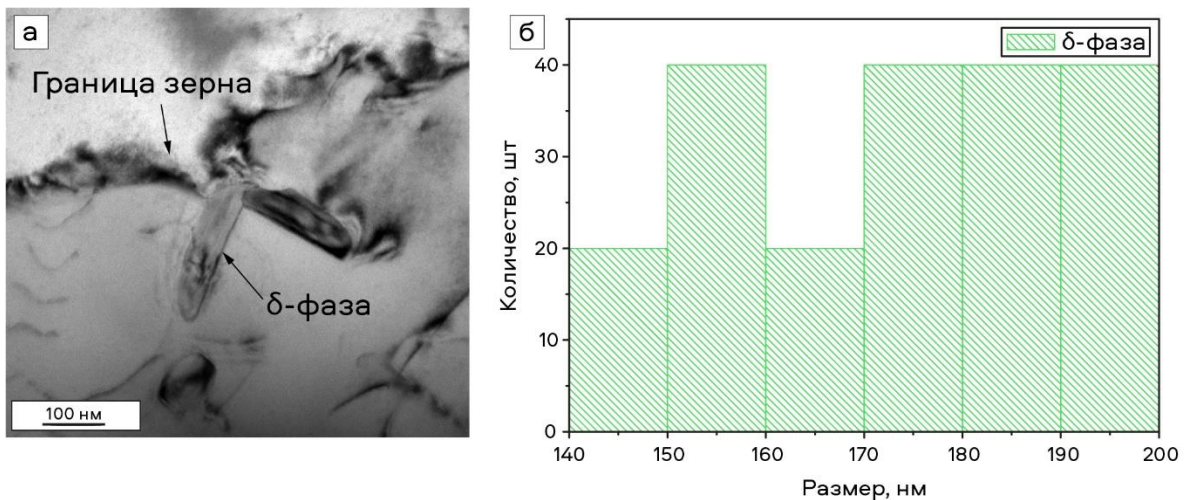


Рисунок 4.6 – Морфология (а) и распределение (б) частиц δ -фазы в сплаве системы $Ni-Cr-Mo$, сформированном в процессе послойной наплавки при минимальном значении мощности лазерного излучения 250 Вт (6,7 Дж/мм²)

В процессе анализа с использованием режима темного поля выявлены зоны, характеризующиеся ярко выраженным контрастом (рисунок 4.7). Элементный анализ такого рода микрообъемов свидетельствует о повышенном содержании в них ниобия (таблица 4.1). Присутствие углерода позволяет определить одну из частиц как карбид типа NbC . Образование двух фаз на границах зерен твердого раствора, по-видимому, происходило в результате конкурирующих процессов с развитием реакций $\mathcal{Z} \rightarrow \gamma + \delta$ и $\mathcal{Z} \rightarrow \gamma + MC$. Выделение такого рода частиц согласуется с характером фазовых превращений, зафиксированных в работе [199].

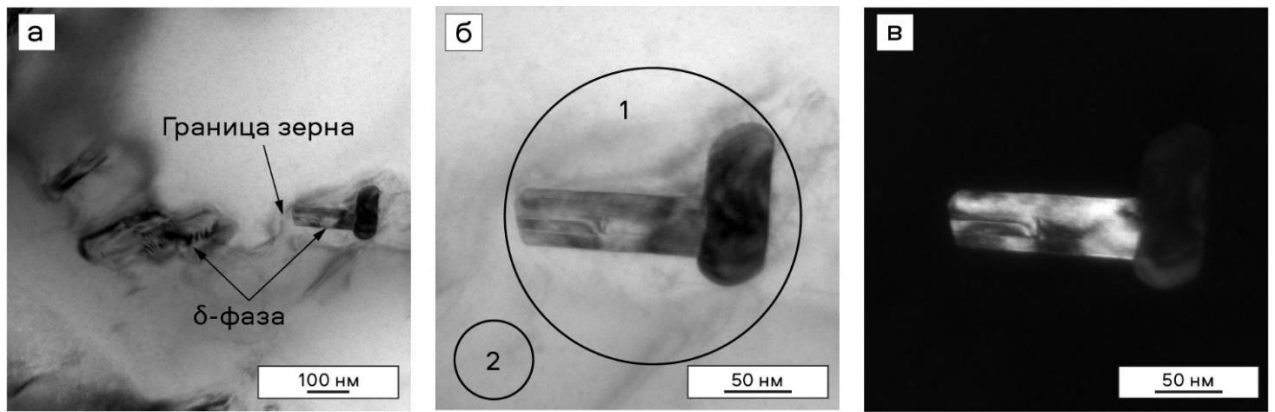


Рисунок 4.7 – Частицы δ -фазы в сплаве системы *Ni-Cr-Mo*, сформированном в процессе наплавки при мощности лазерного излучения 250 Вт. а – общий вид частиц на границе зерна; б – светлопольное изображение; в – темнопольное изображение

Таблица 4.1 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа зон 1 и 2, выделенных на рисунке 4.7 б

Анализируемая область	Химический элемент, мас. %					
	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Mo</i>	<i>Nb</i>	<i>Si</i>	<i>C</i>
Область 1	31,7	16,4	12,7	27,6	1,7	9,8
Область 2	56,8	20,4	11,1	10,6	0,5	0,5

Снижение скорости охлаждения наплавляемого материала, имеющее место при повышении мощности лазерного излучения до 500 Вт ($13,3 \text{ Дж/мм}^2$), сопровождается более активным развитием диффузионных процессов. Методом растровой электронной микроскопии в структуре полученного таким образом материала зафиксировано формирование частиц фазы Лавеса, расположенных вдоль границ зерен (рисунок 4.8 а). В процессе исследования сплава методом просвечивающей электронной микроскопии зернограничные выделения δ -фазы зафиксированы не были. При этом частицы карбидов и фаз Лавеса наблюдаются не только по границам зерен матричного материала, но также и внутри них (рисунок 4.8 б). Формирование структуры такого рода соответствует типичной последовательности превращений, наблюдаемых при сварке плавлением заготовок из аналогичного сплава (*Inconel 718*): $\mathcal{J} \rightarrow \mathcal{J} + \gamma \rightarrow \mathcal{J} + \gamma + MC \rightarrow \mathcal{J} + \gamma + MC + \text{фаза Лавеса} \rightarrow \gamma + MC + \text{фаза Лавеса}$ [12].

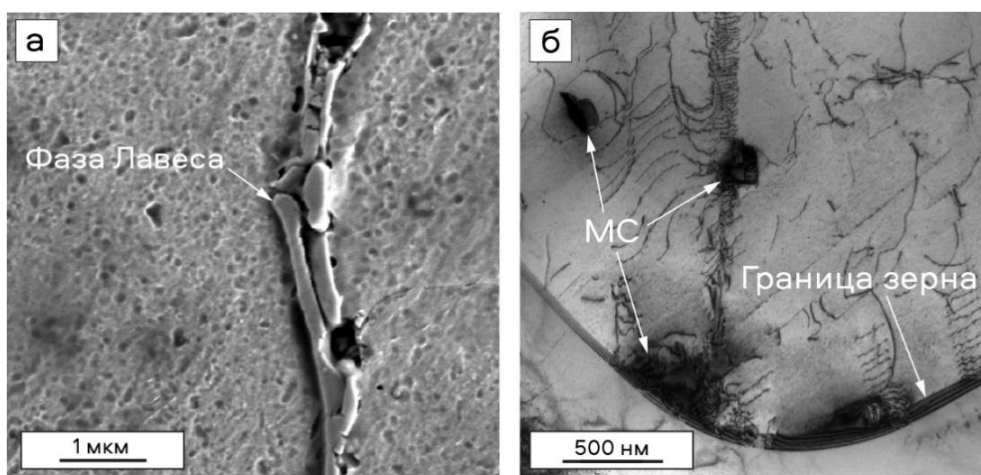


Рисунок 4.8 – Микроструктура образца из сплава системы *Ni-Cr-Mo*, сформированного при мощности лазерного излучения 500 Вт. а – фаза Лавеса; б – карбидные частицы типа *МС*

Преимущественное выделение частиц по границам зерен в образцах, полученных в процессе послойной наплавки с мощностью лазерного излучения в интервале 250–500 Вт, объясняется ограничением диффузии легирующих элементов в условиях высокоскоростного охлаждения материала [34]. Снижение скорости охлаждения сплава, обусловленное повышением мощности лазерного излучения до 750–1000 Вт, способствует накоплению тепла при повторяющихся проходах лазера, что приводит к увеличению размеров образующихся частиц. Анализ структуры материалов, возникшей при данных условиях, свидетельствует о присутствии эвтектических колоний произвольной геометрии размерами ~ 15 мкм, состоящих из матричной фазы и фазы Лавеса (рисунок 4.9 а). Снимки, сделанные с применением растровой электронной микроскопии, также показывают расположенные рядом с выделениями фазы Лавеса пластин δ -фазы (рисунок 4.9 б).

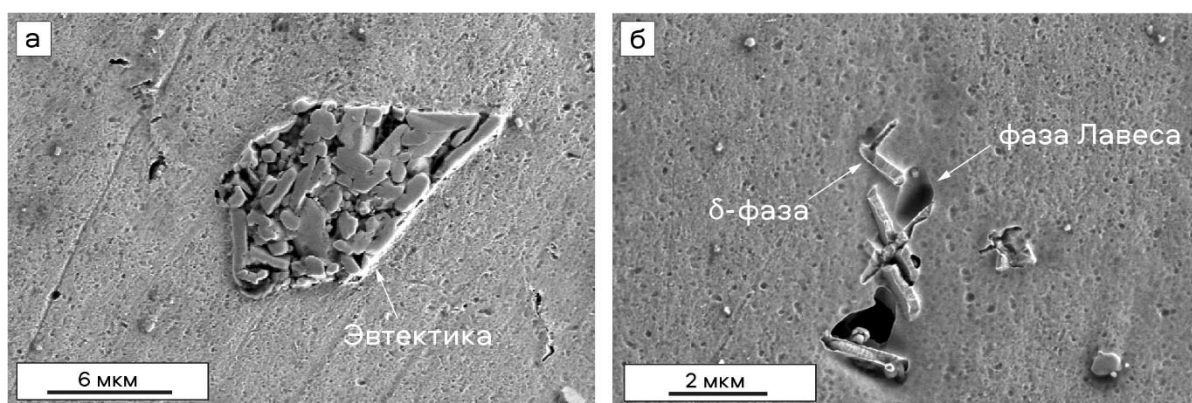


Рисунок 4.9 – Структура образцов, полученных в процессе прямого лазерного выращивания сплава системы *Ni-Cr-Mo* при мощности лазерного излучения 750 Вт и 1000 Вт. а – эвтектика; б – δ -фаза на границе с частицей фазы Лавеса

Исследования тонкой структуры материалов, сформированных при мощности лазерного излучения в диапазоне значений 750–1000 Вт, свидетельствуют о выделении частиц δ -фазы не только по границам зерен, но и внутри них. По сравнению с образцами, выращенными при минимальной мощности (250 Вт), средняя длина пластинчатых выделений возрастает примерно в 2,5 раза (до $\sim 0,5$ мкм) (рисунок 4.10).

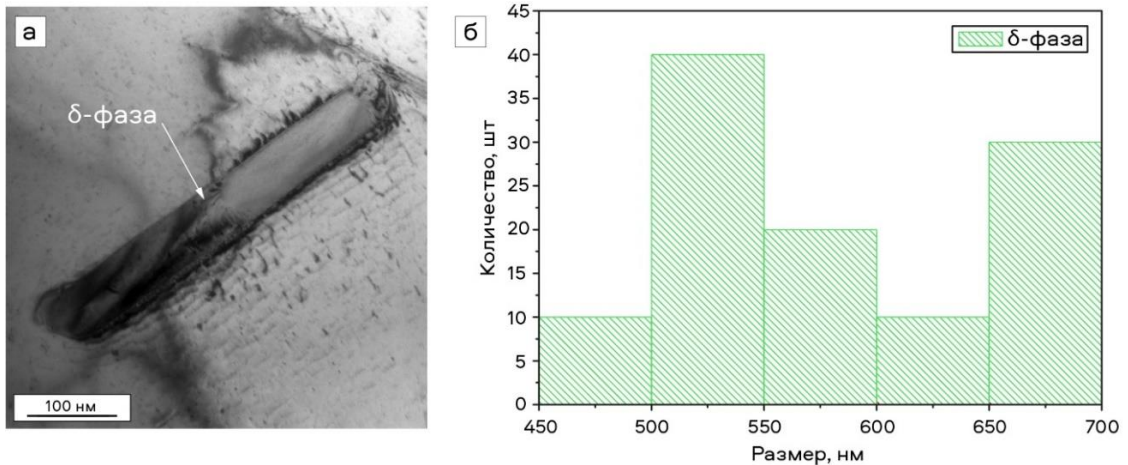


Рисунок 4.10 – Морфология δ -фазы в сплаве системы *Ni-Cr-Mo*, сформированном при мощности лазерного излучения 750 Вт

Одна из особенностей, зафиксированных при исследовании образцов, полученных в процессе прямого лазерного выращивания с мощностью 1000 Вт, заключается в выделении пластин δ -фазы вблизи дефектов упаковки (рисунок 4.11). В работах [73, 86, 92] также сообщалось, что во многих случаях образование δ -фазы происходит в зонах зарождения γ'' -фазы, что согласуется с результатами микрофракционных исследований матрицы сплавов.

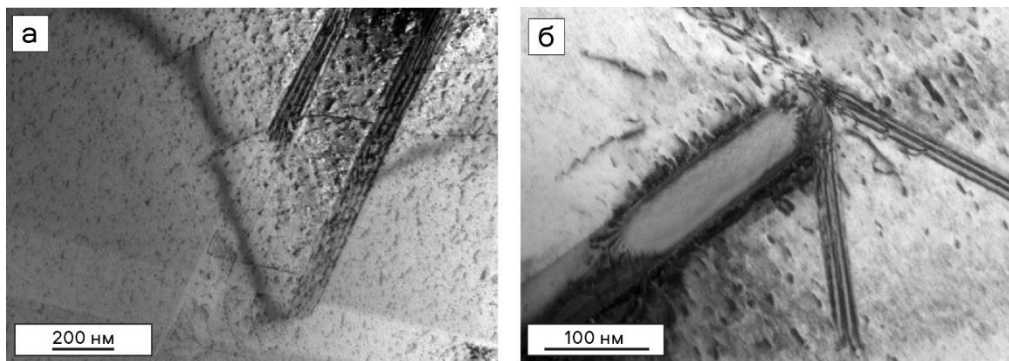


Рисунок 4.11 – Дефекты упаковки (а) и выделение частиц δ -фазы на дефектах упаковки (б) в сплаве *Ni-Cr-Mo*, сформированном при мощности лазерного излучения 1000 Вт

Схема формирования структуры сплава системы *Ni-Cr-Mo*, полученного при различных технологических режимах с использованием подхода, основанного на использовании процесса прямого лазерного выращивания, представлена на рисунке 4.12.

4.2 Исследования структуры и фазового состава никелевого сплава системы *Ni-Co-Cr*, сформированного аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания

Одна из задач диссертационной работы заключалась в оценке влияния мощности лазерного излучения на процесс формирования частиц γ' -фазы в условиях повторяющегося высокотемпературного воздействия на никелевый сплав системы *Ni-Co-Cr* с дисперсионным механизмом упрочнения. Средние размеры частиц γ' -фазы определялись по диаметру в случае формы, близкой к округлой, и по длине ребра для выделений кубической морфологии.

Тонкие структурные исследования показали, что форма упрочняющих частиц в значительной степени определяется мощностью лазерного излучения. Электрограммы, зафиксированные при исследовании образцов из сплава системы *Ni-Co-Cr*, показывают, что для всех режимов создания материалов характерно формирование когерентных частиц соединения Ni_3Al , о чем свидетельствуют слабые дифракционные максимумы от упорядоченной сверхрешетки, встроенные в плоскость ярких рефлексов решетки матрицы твердого раствора на основе *Ni* (рисунок 4.13).

Аддитивное производство, характеризующееся высокими скоростями охлаждения, способствует быстрому зародышеобразованию и низкой скорости роста частиц γ' -фазы [49, 200, 201]. Таким образом, в сплаве возникают однородные по форме наноразмерные γ' -выделения, равномерно распределенные по всему объему материала.

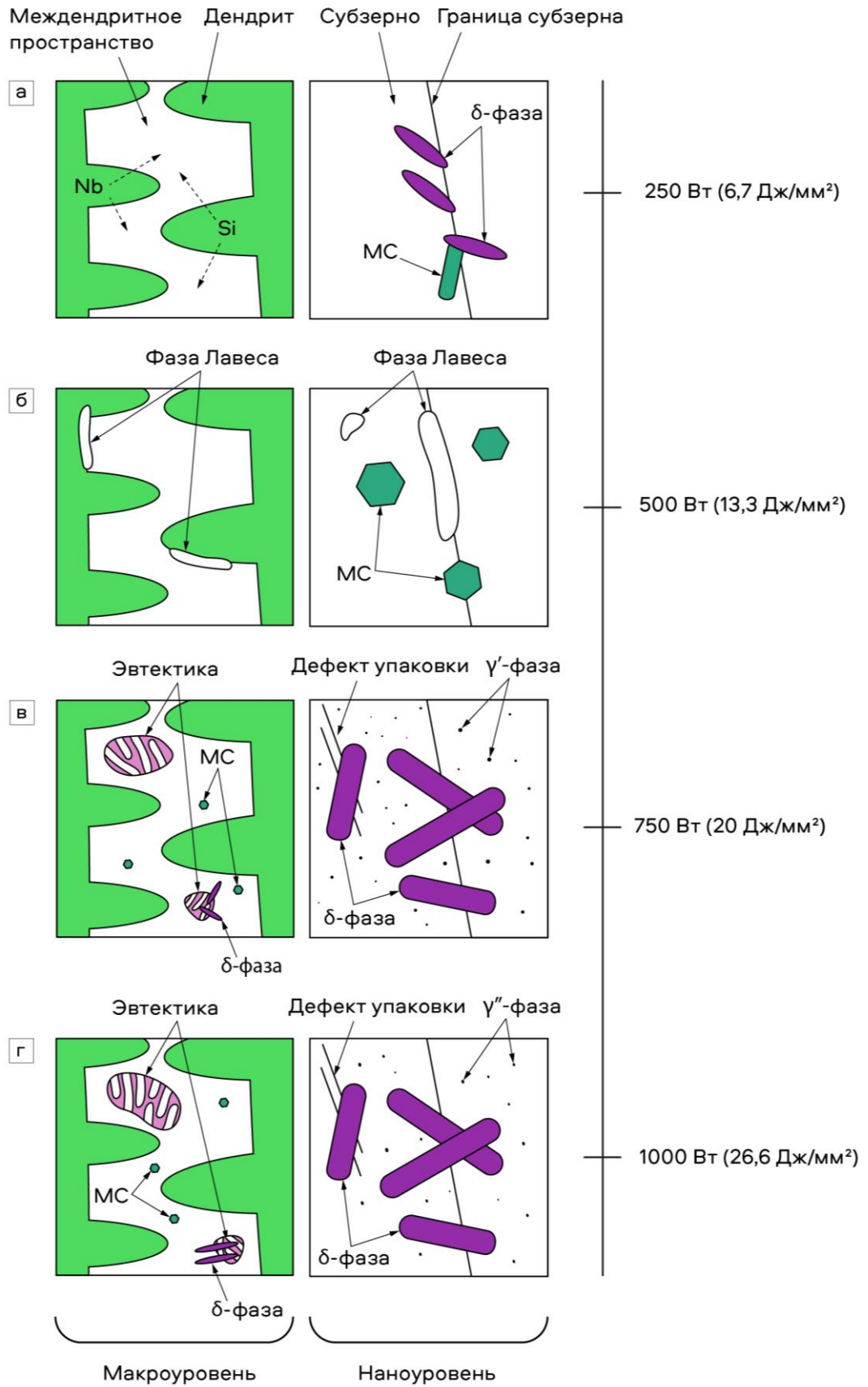


Рисунок 4.12 – Схемы выделения фаз в сплаве системы *Ni-Cr-Mo*, полученном по аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания.

Мощность лазерного излучения 250 Вт (а), 500 Вт (б), 750 Вт (в), 1000 Вт (г)

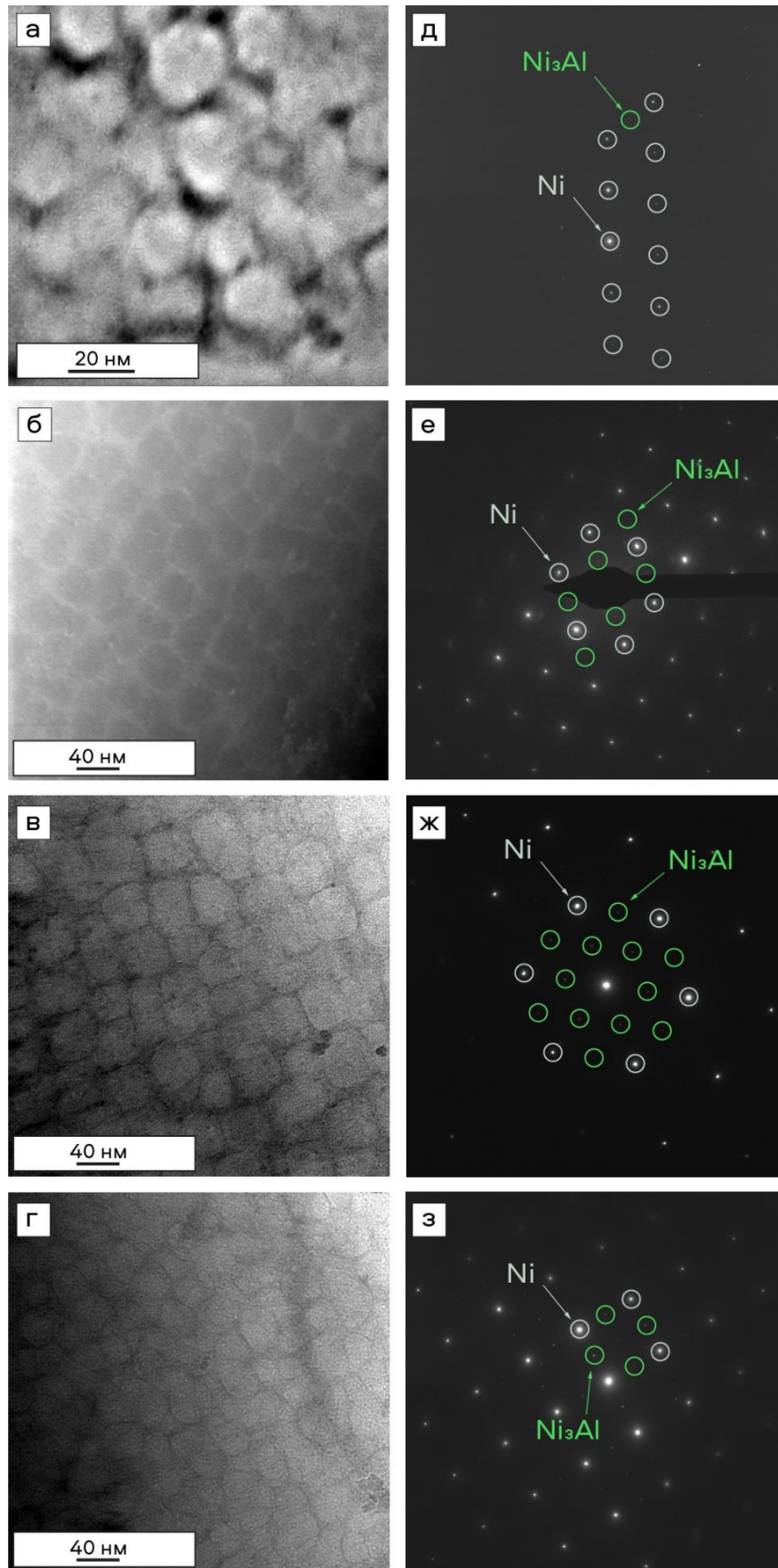


Рисунок 4.13 – Частицы γ' -фазы в образцах из сплава системы *Ni-Co-Cr* (а–г) и соответствующие им микроэлектронogramмы (д–з). Мощность лазерного излучения 450 Вт (а, д), 600 Вт (б, е), 900 Вт (в, ж), 1200 Вт (г, з)

Соотношение легирующих элементов, присутствующих в сплаве, также может оказывать влияние на кинетику роста образующихся частиц [22, 202]. Так, повышенное содержание хрома и молибдена, а также присутствие ниобия в количестве ≥ 2 % замедляет процесс укрупнения частиц γ' -фазы [3, 203].

В общем случае высокие скорости охлаждения способствуют измельчению частиц, выделяющихся в процессе многослойной наплавки. При этом форма и характер распределения частиц, возникающих при повышении мощности лазерного излучения, различаются. Выделения γ' -фазы, образующиеся при относительно быстром охлаждении сплавов с высоким градиентом температур, характерным для лазерного излучения с мощностью 450–600 Вт (при уровне эффективной энергией лазерного луча 12–16 Дж/мм²), представляют собой мелкие частицы с формой, близкой к округлой. По мере увеличения теплового воздействия на материал (накопления количества тепла) возрастают различия в параметрах кристаллических решеток матрицы и γ' -фазы, результатом которых является рост внутренних напряжений [166, 204]. Так, снижение скорости охлаждения сплавов, обусловленное повышением мощности лазерного излучения до 900–1200 Вт (с эффективной энергией лазерного луча 24–32 Дж/мм²), приводит к формированию частиц, форма которых больше близка к кубической. В данном случае снижение величины упругой энергии (которая пропорциональна объему частицы) относительно межфазной энергии (которая пропорциональна площади поверхности частицы) возможно за счет увеличения площади частиц γ' -фазы при образовании граней.

Из рисунка 4.14 (схематическое изображение распределения γ' -частиц в зависимости от мощности лазерного излучения) следует, что увеличение мощности лазерного излучения от 450 до 600 Вт приводит к росту размеров γ' -выделений от 20 до 40 нм. Согласно данным работы [205] дальнейшее повышение температуры сплава, обусловленное увеличением мощности лазерного излучения, должно приводить к росту частиц и преобразованию их в кубическую форму. Однако при наплавке материала с мощностью 1200 Вт зафиксировано незначительное уменьшение среднего размера частиц (с 45 до 35 нм), а также смена их формы на более округлую. Уменьшение размеров частиц при возрастании мощности вводимой

энергии объясняется активизацией диффузионных процессов в матричной фазе и перераспределением химических элементов [202, 206].

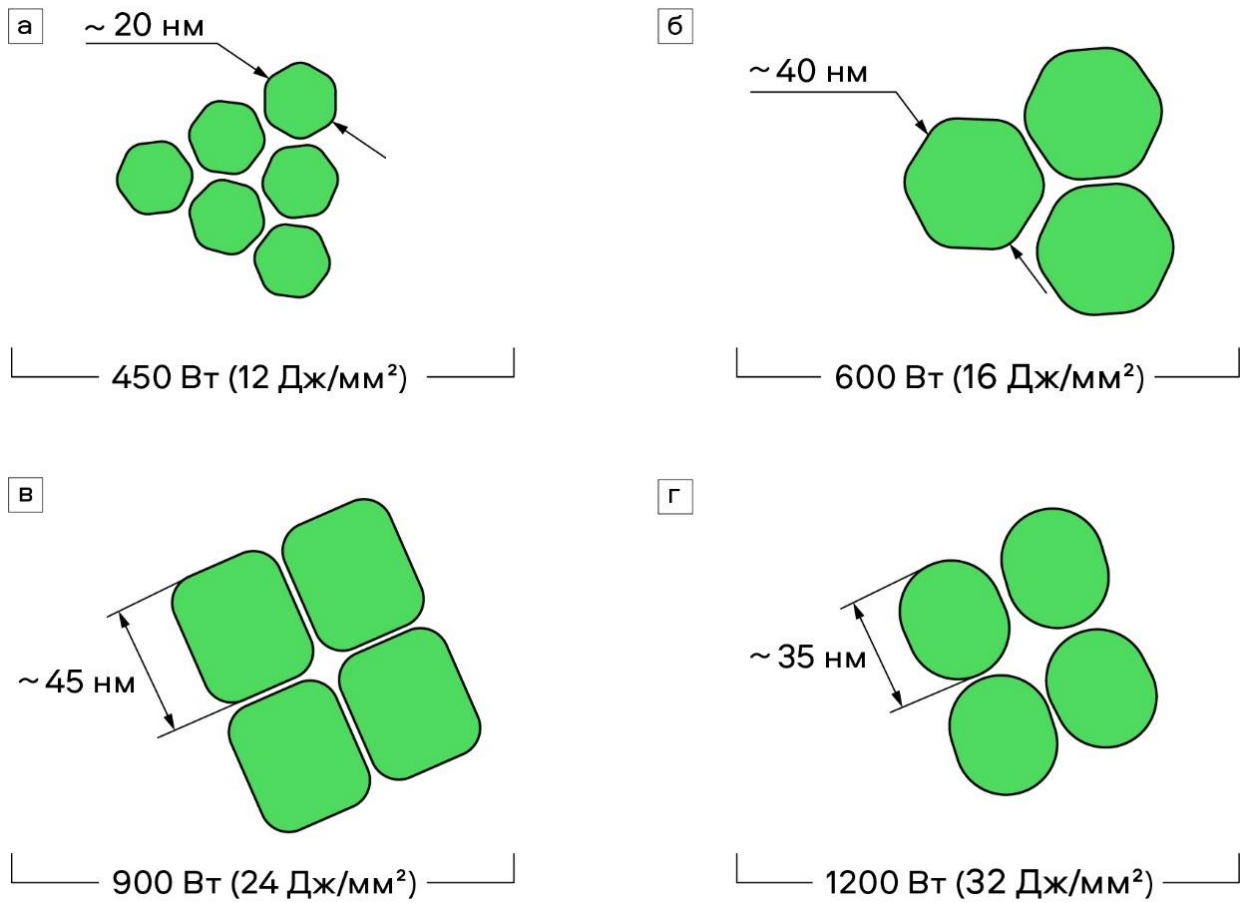


Рисунок 4.14 – Схематическое изображение формы и размеров частиц γ' -фазы в матрице твердого раствора сплава системы *Ni-Co-Cr*. Мощность лазерного излучения 450 Вт (а), 600 Вт (б), 900 Вт (в), 1200 Вт (г)

Методом растровой электронной микроскопии зафиксировано увеличение количества первичных карбидов по мере возрастания мощности лазерного излучения. На рисунке 4.15 представлена структура материалов, полученных в процессе прямого лазерного выращивания при мощности излучения 600 Вт (16 Дж/мм²) и 1200 Вт (32 Дж/мм²). Анализ приведенных снимков свидетельствует о росте числа карбидных включений при увеличении мощности лазерного луча. Элементный анализ отмеченных образований показал, что наблюдаемые частицы обогащены титаном (таблица 4.2). Этот факт подтверждает различия в перераспределении

легирующих элементов с ростом мощности лазерного излучения, что, в свою очередь, может является причиной уменьшения среднего размера частиц γ' -фазы, одним из основных образующих элементов которой является титан.

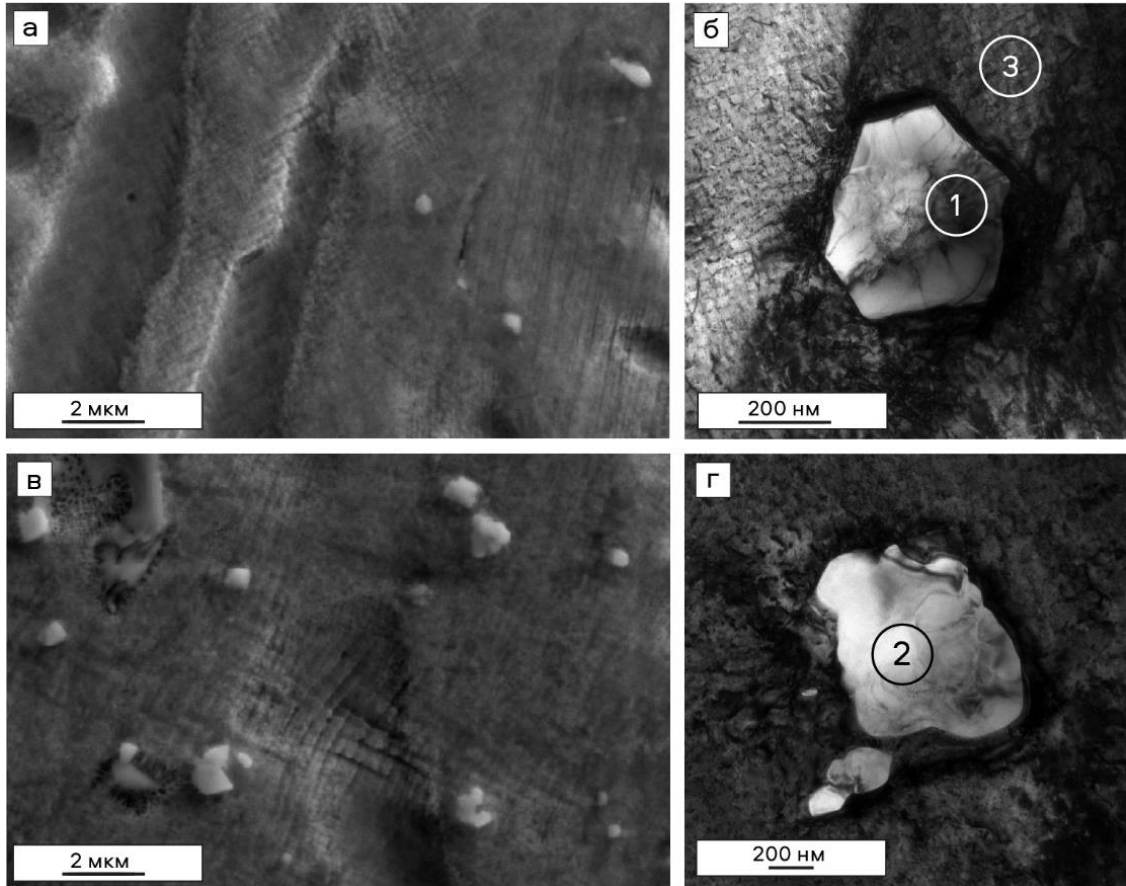


Рисунок 4.15 – Распределение карбидов в сплаве системы *Ni-Co-Cr*, сформированном с использованием аддитивного процесса прямого лазерного выращивания при мощности лазерного излучения 600 Вт (а–б) и 1200 Вт (в–г)

Таблица 4.2 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа зон 1–3, представленных на рисунках 4.15 б, г

Анализируемая зона	Химический элемент, мас. %									
	<i>Ni</i>	<i>Co</i>	<i>Ti</i>	<i>C</i>	<i>Mo</i>	<i>Nb</i>	<i>Cr</i>	<i>W</i>	<i>Al</i>	<i>N</i>
Область 1	–	–	42,2	22,3	3,1	13	1,3	13,2	1,8	3,1
Область 2	–	–	54	23,1	–	10,4	1,8	8,2	1,3	1
Область 3	57,6	14,4	2,7	0,1	5,3	1,2	10	5,7	1,0	–

Малые размеры частиц γ' -фазы, когерентных с матрицей, обуславливают минимальные напряжения на границах их сопряжения. Данный фактор не позволяет надежно разделить их дифракционные максимумы при проведении рентгенофазовых исследований в основном угловом диапазоне ($35 \leq \Delta 2\theta \leq 85$ град.) (рисунок 4.16).

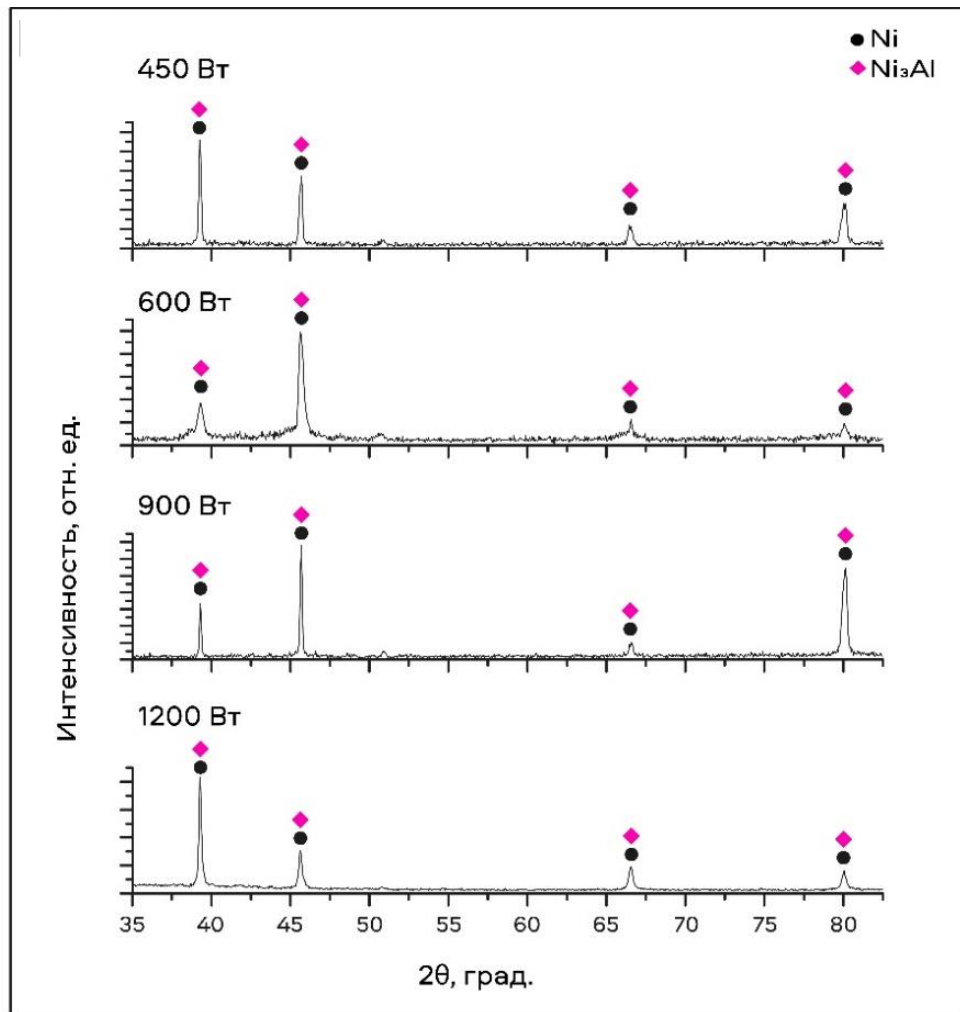


Рисунок 4.16 – Рентгенограммы сплава системы *Ni-Co-Cr* в диапазоне углов $35 \leq \Delta 2\theta \leq 80$ град.

Однако детальная съемка дифракционных картин в диапазоне углов $28 \leq \Delta 2\theta \leq 38$ град. с величиной шага 0,05 град. и временем выдержки 60 секунд на каждую точку подтверждает наличие в сплавах упрочняющей γ' -фазы (рисунок 4.17), что обусловлено присутствием отдельного рефлекса γ' -фазы на позиции $2\theta \sim 32$ град.

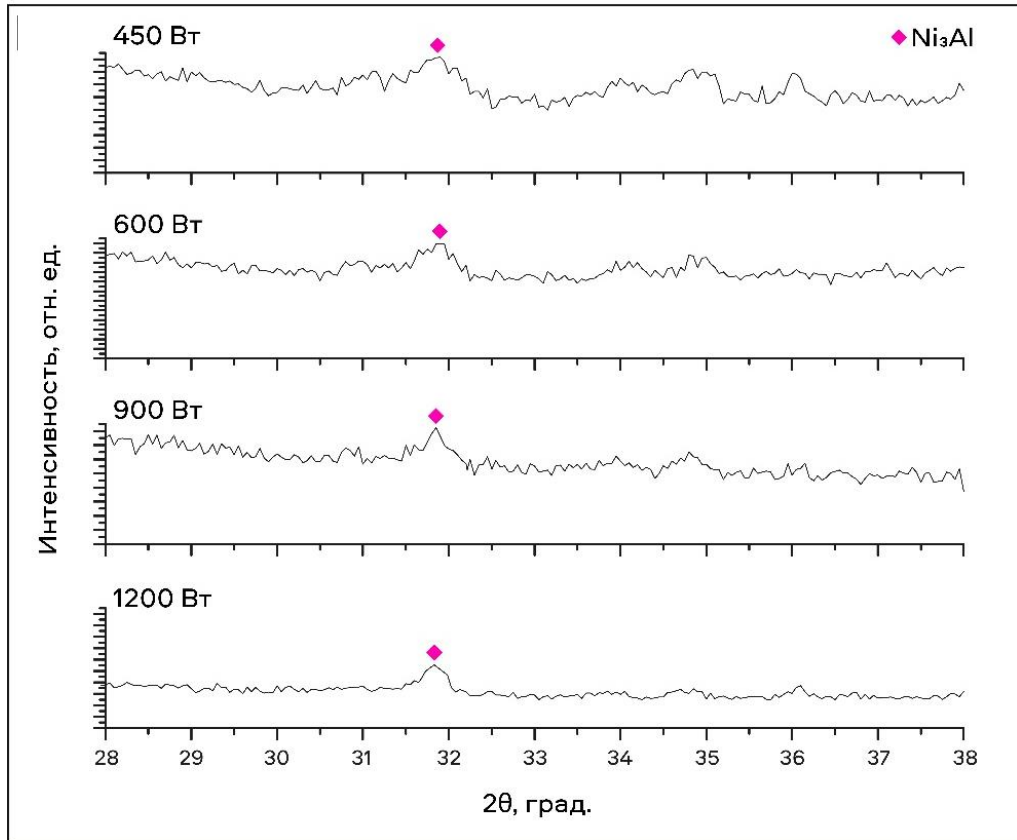


Рисунок 4.17 – Рентгенограммы сплава системы *Ni-Co-Cr* в диапазоне углов $28 \leq \Delta 2\theta \leq 38$ град.

Размеры упрочняющих частиц γ' -фазы, наблюдаемых методом растровой электронной микроскопии в междендритном пространстве и внутри зерен, несколько различаются (рисунок 4.18). На приведенных снимках видно, что внутри дендритов частицы более дисперсны. Объясняется это перемещением γ' -образующих элементов (*Al*, *Ti*) в междендритные промежутки [151]. Насыщение микрообъемов сплава данными элементами приводит к уменьшению критического размера зародышей γ' -фазы, увеличению скорости их роста и, как следствие, к образованию более крупных частиц по сравнению с частицами, выделившимися внутри дендритов. Аналогичные изменения частиц γ' -фазы наблюдаются при исследовании тонкой структуры материалов и на границах зерен (рисунок 4.19).

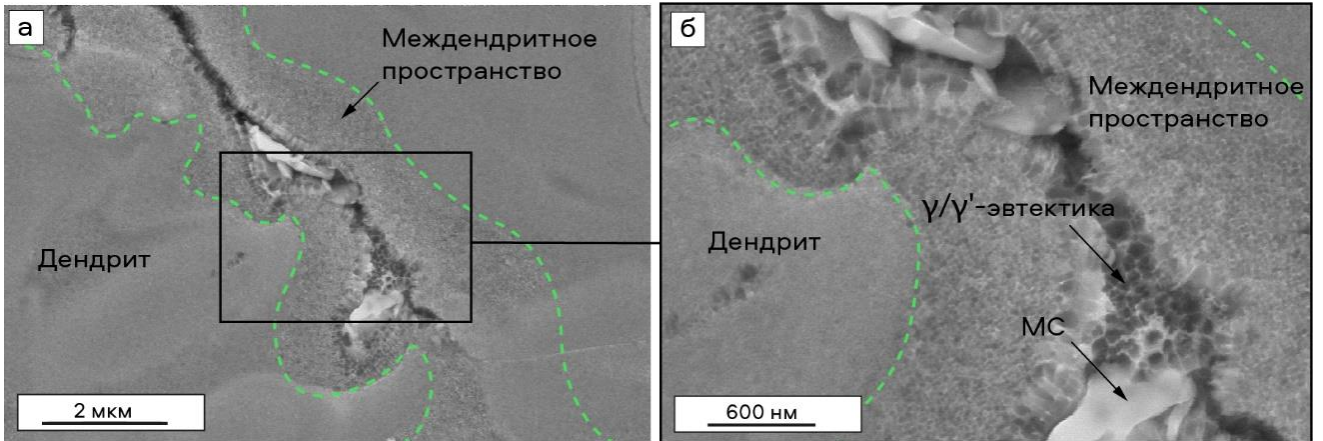


Рисунок 4.18 – Распределение частиц γ' -фазы в межзеренном пространстве и внутри зерна в образце, полученном при мощности лазерного излучения 900 Вт.
а – общий вид; б – междендритное пространство

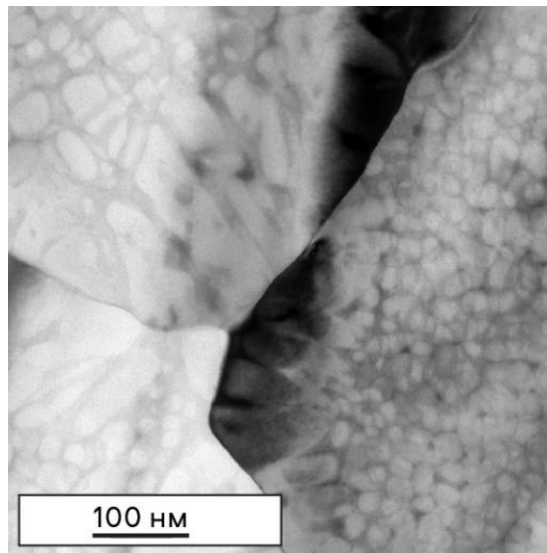


Рисунок 4.19 – Распределение частиц γ' -фазы на границах субзерен

Как упоминалось в главе 1, увеличение концентрации элементов, участвующих в формировании γ' -фазы, приводит к повышению ее температуры сольвуса и заполнению междендритных зон эвтектикой, состоящей из смеси γ -матрицы и γ' -фазы (γ/γ' -эвтектика), при реализации литейных технологий, а также формированию эвтектической сетки по границам зерен в зонах термического влияния при сварке высоколегированных никелевых сплавов [20, 44]. Аналогично этому при реализации аддитивного технологического процесса формирования материалов развивается эвтектическая реакция между матрицей и γ' -фазой. Участки γ/γ' -эвтектик расположены в центрах междендритных промежутков. Характерной их

особенностью является наличие внутри них карбидных выделений (рисунок 4.20). Такой характер формирования структуры обусловлен, по всей видимости, условиями развития эвтектической реакции в микрообъемах, богатых легирующими элементами (*Mo*, *Nb*, *Ti*), составляющими металлическую основу выделившихся первичных карбидов, а также повышенным содержанием γ' -образующих элементов в междендритных пространствах. В исследованиях *Duvall* и соавторов [207, 208] было показано, что ликвация элементов в непосредственной близости от первичных карбидов *MC* происходит в ряде сплавов на основе никеля, включая дисперсионно-твердеющие. Образование подобных структур также наблюдалось в работе [209].

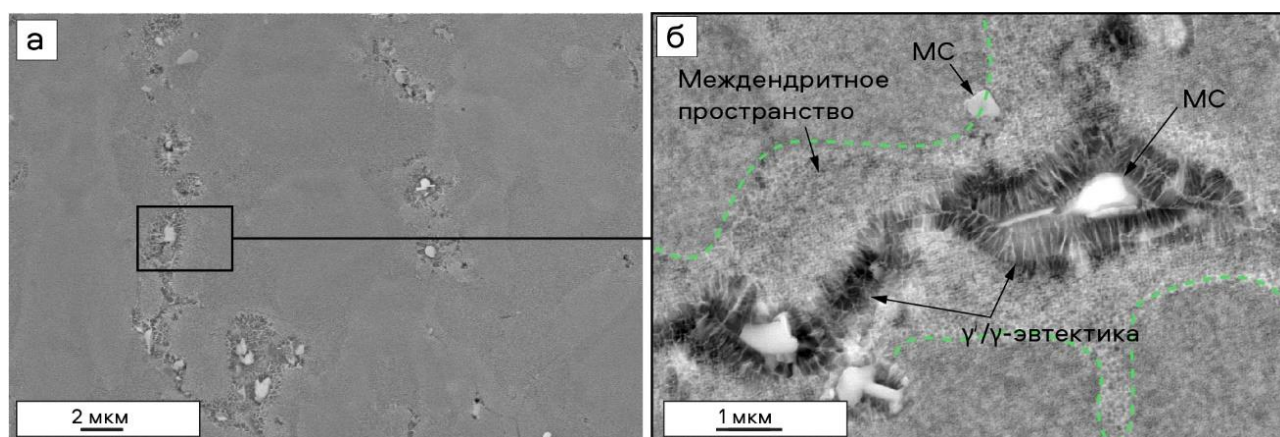


Рисунок 4.20 – Эвтектика и карбидные включения в сплаве системы *Ni-Co-Cr*, сформированном при послойной наплавке с мощностью лазерного излучения 1200 Вт.
а – общий вид; б – междендритное пространство

Как упоминалось выше, по мере увеличения теплового воздействия в структуре сплава (преимущественно в междендритных пространствах) выделяется большее количество первичных карбидов. При этом осуществляется рост γ/γ' -эвтектик с карбидными включениями. Следует отметить, что отдельно расположенные карбиды были выявлены в микроструктуре всех образцов, тогда как эвтектические построения фиксируются, начиная с мощности лазерного излучения 600 Вт (16 Дж/мм^2). Схема формирования фазового состава сплава системы *Ni-Co-Cr* при реализации аддитивного процесса с использованием схемы прямого лазерного выращивания в зависимости от мощности излучения отражена на рисунке 4.21.

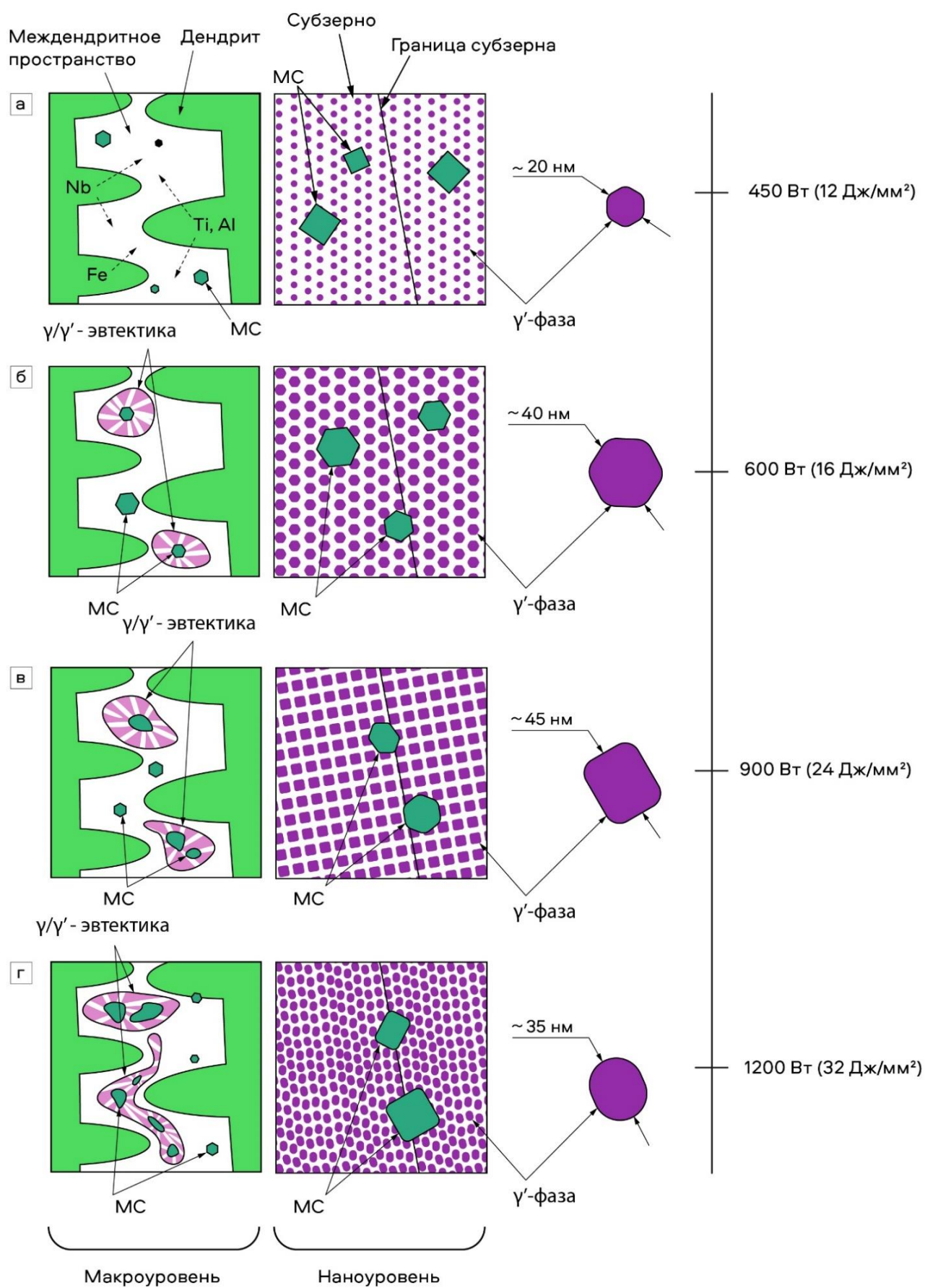


Рисунок 4.21 – Схема образования фаз в сплаве системы $Ni-Co-Cr$, полученном по аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания. Мощность лазерного излучения 450 Вт (а), 600 Вт (б), 900 Вт (в), 1200 Вт (г)

4.3 Структурно-фазовое состояние никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного аддитивным процессом методом прямого лазерного выращивания

В структуре заготовок из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, полученных аддитивной технологией методом прямого лазерного выращивания с шагом слоя 0,6 мм при различных значениях эффективной энергии ($\text{Дж}/\text{мм}^2$) и плотности осаждения порошка ($\text{г}/\text{мм}^2$), зафиксировано присутствие ярко выраженной зоны сплавления, которая характеризуется дендритным строением, а также сравнительно узкой зоны термического влияния с равноосными зёрнами (см. рисунок 3.13). Детальное изучение микроструктуры материалов с использованием растрового электронного микроскопа позволило выявить различия в морфологии структурных составляющих, характерных для этих зон (рисунок 4.22).

Ранее отмечалось, что форма и размеры частиц фазы Лавеса, образующейся в анализируемых сплавах, в значительной степени зависят от особенностей диффузии ниобия [76], которая, в свою очередь, определяется скоростью охлаждения материала [76, 82]. В соответствии с литературными данными [80, 82, 210, 211] технологические процессы, характеризующиеся повышенными скоростями охлаждения, в том числе и аддитивные технологии, приводят к сокращению объема междендритного пространства в сплавах. Это обстоятельство рассматривается в качестве фактора, способствующего формированию фазы Лавеса дискретной морфологии. Проведенные в диссертационной работе исследования свидетельствуют о том, что для структуры сплава, полученного методом прямого лазерного выращивания, характерно дискретное распределение частиц фазы Лавеса. Средний размер выделений составляет $\sim 3\text{--}7$ мкм.

Интенсивное травление поверхности образцов позволило выявить характер распределения первичных карбидов (рисунок 4.23 а, б). Элементный анализ частиц свидетельствует о том, что металлическую основу карбидных включений преимущественно составляют ниобий, молибден и титан.

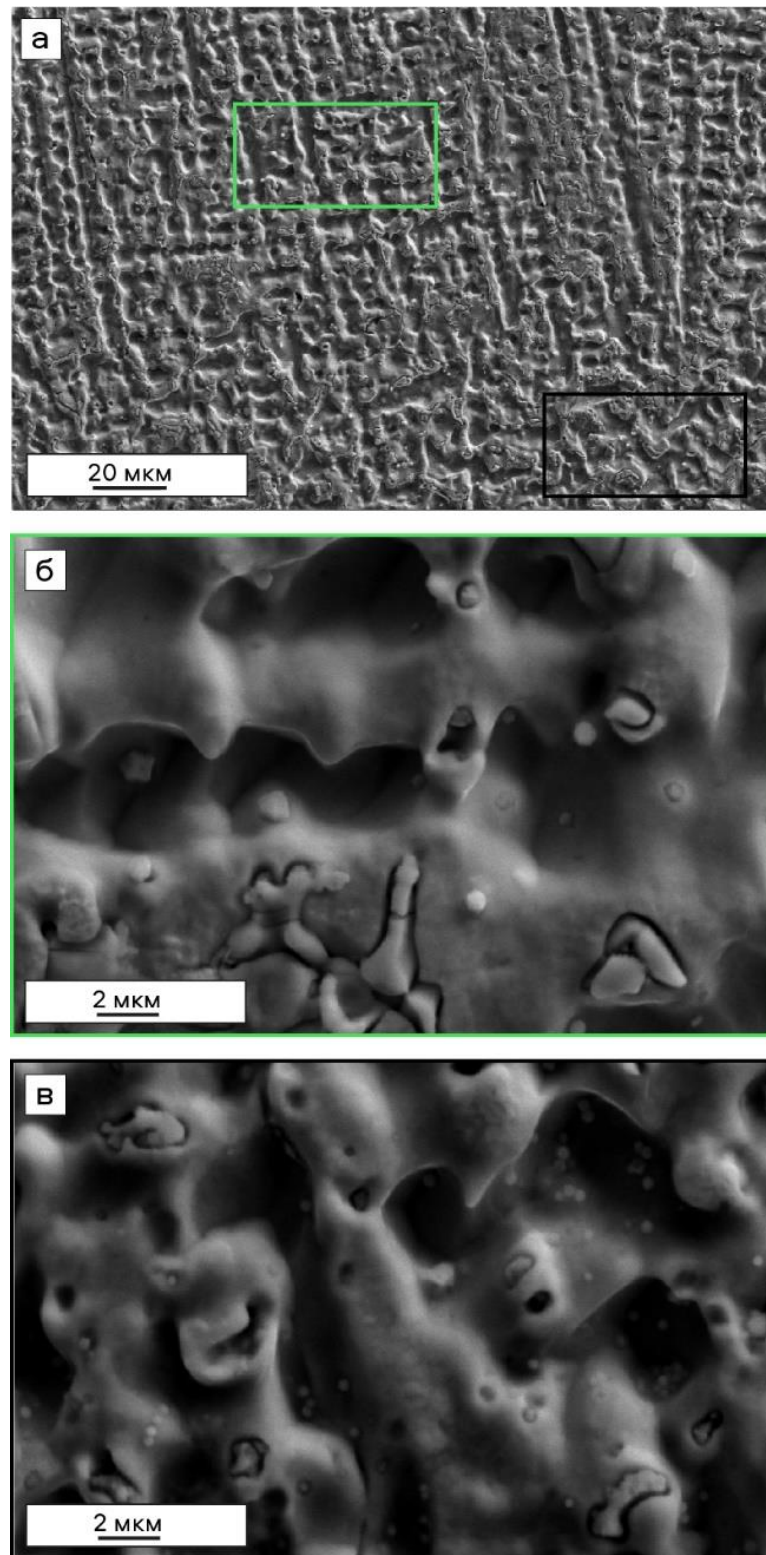


Рисунок 4.22 – Микроструктура сплава системы *Ni-Fe-Cr* в продольном сечении образца. а – общий вид продольного сечения; б – основная зона наплавленного слоя; в – зона термического влияния

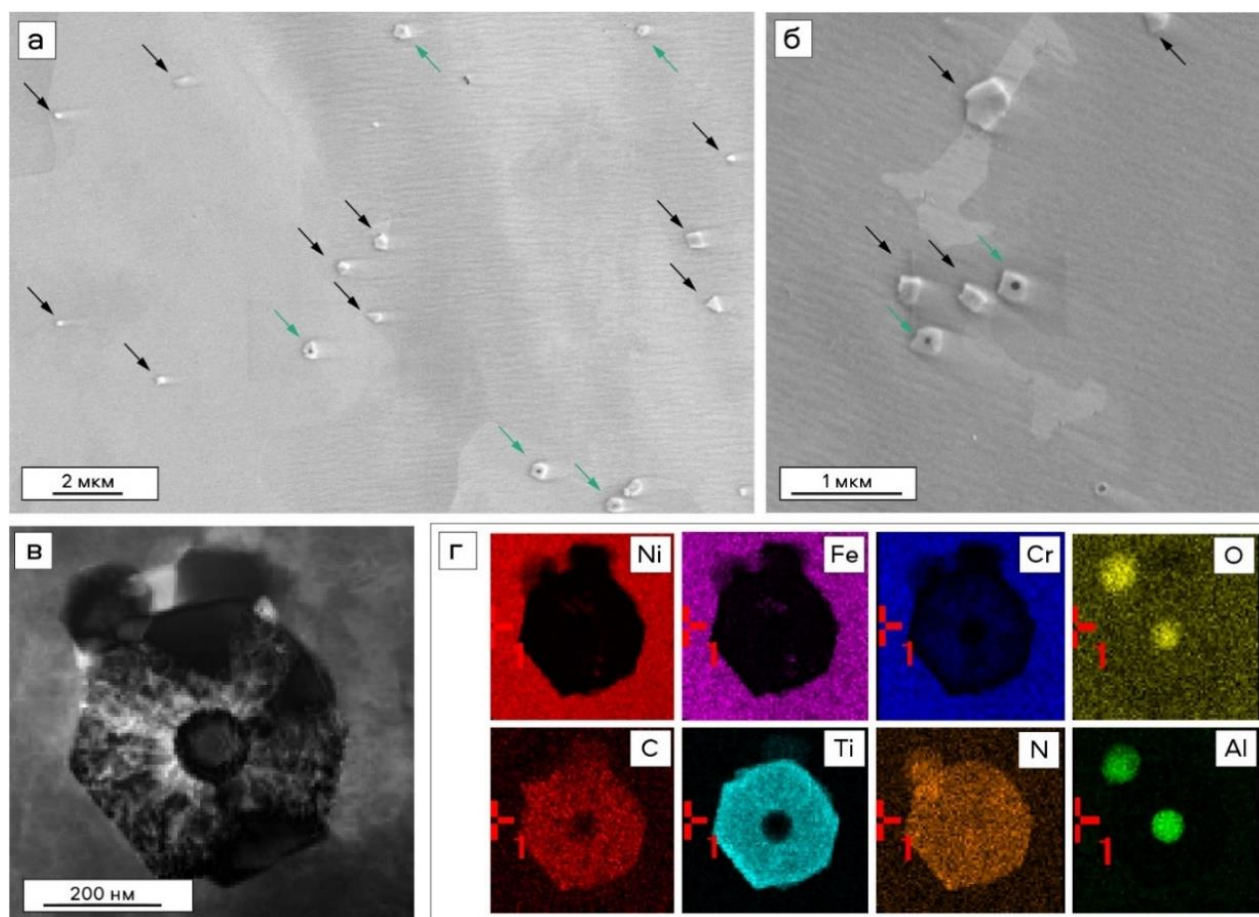


Рисунок 4.23 – Первичные карбиды в сплаве системы $Ni-Fe-Cr$ (черными стрелками указаны первичные карбиды MC , зелеными – карбонитриды $(Nb,Ti)(N,C)$).
 а, б – общий вид; в – тонкая структура карбонитрида; г – распределение химических элементов, соответствующее рисунку в

Наряду с карбидами в структуре сплавов зафиксировано присутствие более сложных соединений, в частности карбонитридов типа $(Nb,Ti)(N,C)$. На ранних стадиях кристаллизации имеет место гетерогенное формирование карбидов с участием частиц нитрида титана TiN , центром кристаллизации которого является Al_2O_3 . Для частиц такого рода характерна октаэдрическая форма (рисунок 4.23 в). Формирование первичных карбидов с «нитридным ядром» типично для классической технологии литья данного сплава [212–214]. Минимальные размеры такого рода образований составляют ~ 7 мкм и почти в два раза превышают размеры карбидных частиц, выделившихся самостоятельно [159, 213, 215]. При использовании аддитивного процесса в данном исследовании размеры частиц составляют $\sim 0,7$ мкм. Таким образом, высокоскоростное охлаждение материала, сопутствующее процессу прямого лазерного выращивания, подавляет диффузию ниобия на

начальном этапе кристаллизации сплава, препятствует увеличению размеров первичных карбидов и карбонитридов, а также росту их объемной доли.

Зафиксировать кристаллографические рефлексы отмеченных выше фаз при проведении рентгеновских исследований (рисунок 4.24) не удалось, что, по всей видимости, связано с их малой объемной долей. Однако на рентгенограммах наблюдаются дополнительные дифракционные максимумы, соответствующие соединению Fe_2Ti . Сдвиг дифракционных максимумов, обусловленный присутствием этого соединения (по сравнению с данными базы *ICDD PDF-4*), косвенно указывает на то, что в состав соединения могут входить другие элементы, например, ниобий и молибден.

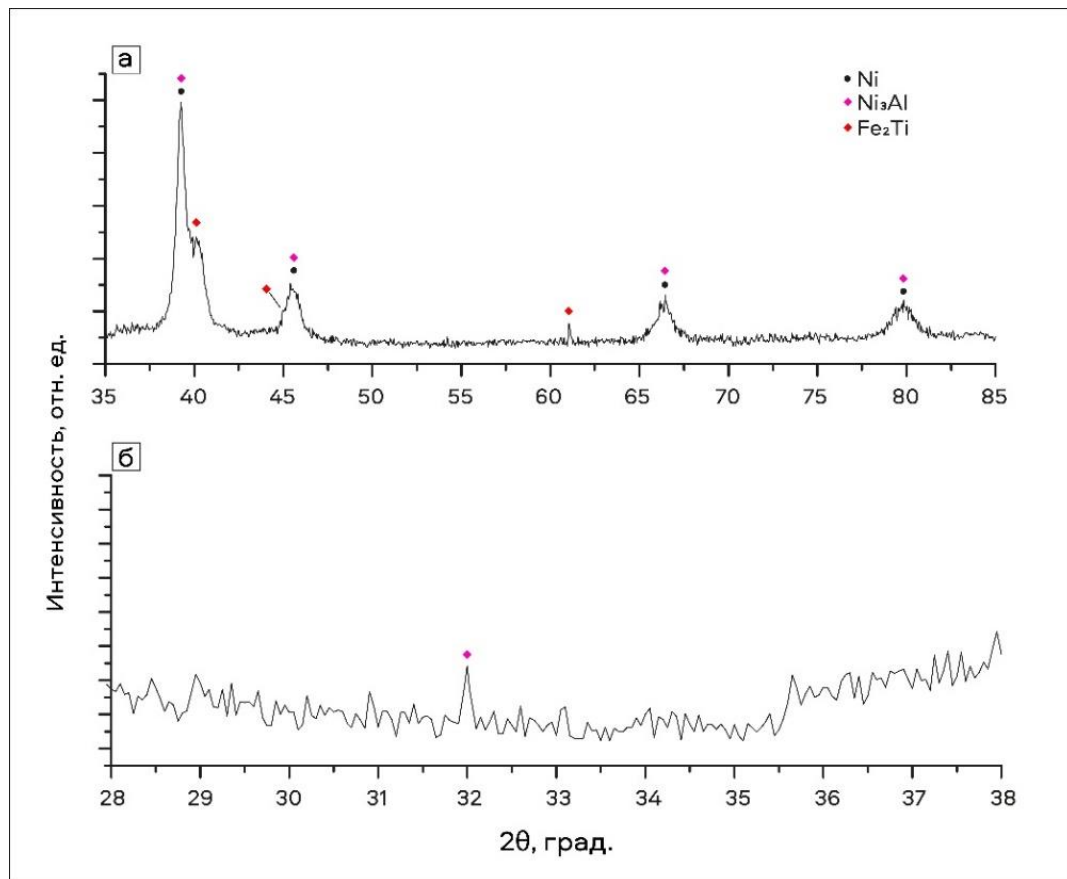


Рисунок 4.24 – Дифракционные картины, соответствующие диапазону углов $35 \leq \Delta 2\theta \leq 85$ град. (а) и $28 \leq \Delta 2\theta \leq 38$ град. (б), полученные при исследовании образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr*

Эти данные подтверждаются результатами, полученными с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. Согласно результатам, полученным методом дифракции электронов

отдельные частицы фазы Лавеса соответствуют соединению Fe_2Ti (рисунок 4.25).

Элементный анализ других частиц фазы Лавеса указывает на то, что в их составе присутствуют такие элементы как Nb , Mo , Si . Данные выделения граничат с карбонитридами $(Nb,Ti)(N,C)$ (рисунок 4.26). При реализации классических технологий обработки материалов структуры подобного рода формируются на ранних стадиях эвтектической реакции [214].

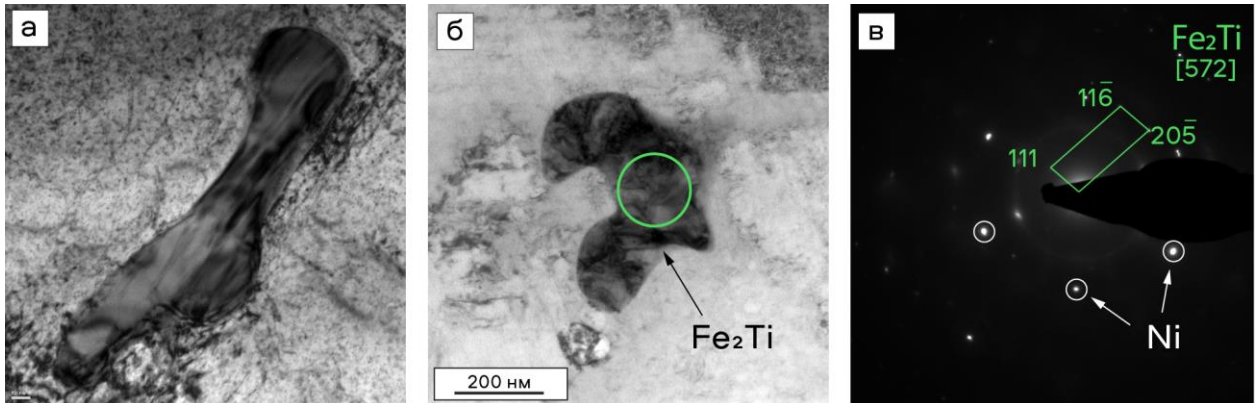


Рисунок 4.25 – Тонкое строение сплава на основе системы $Ni-Fe-Cr$ (а–б) и электронная дифракция (в) от участка, зафиксированного на рисунке б

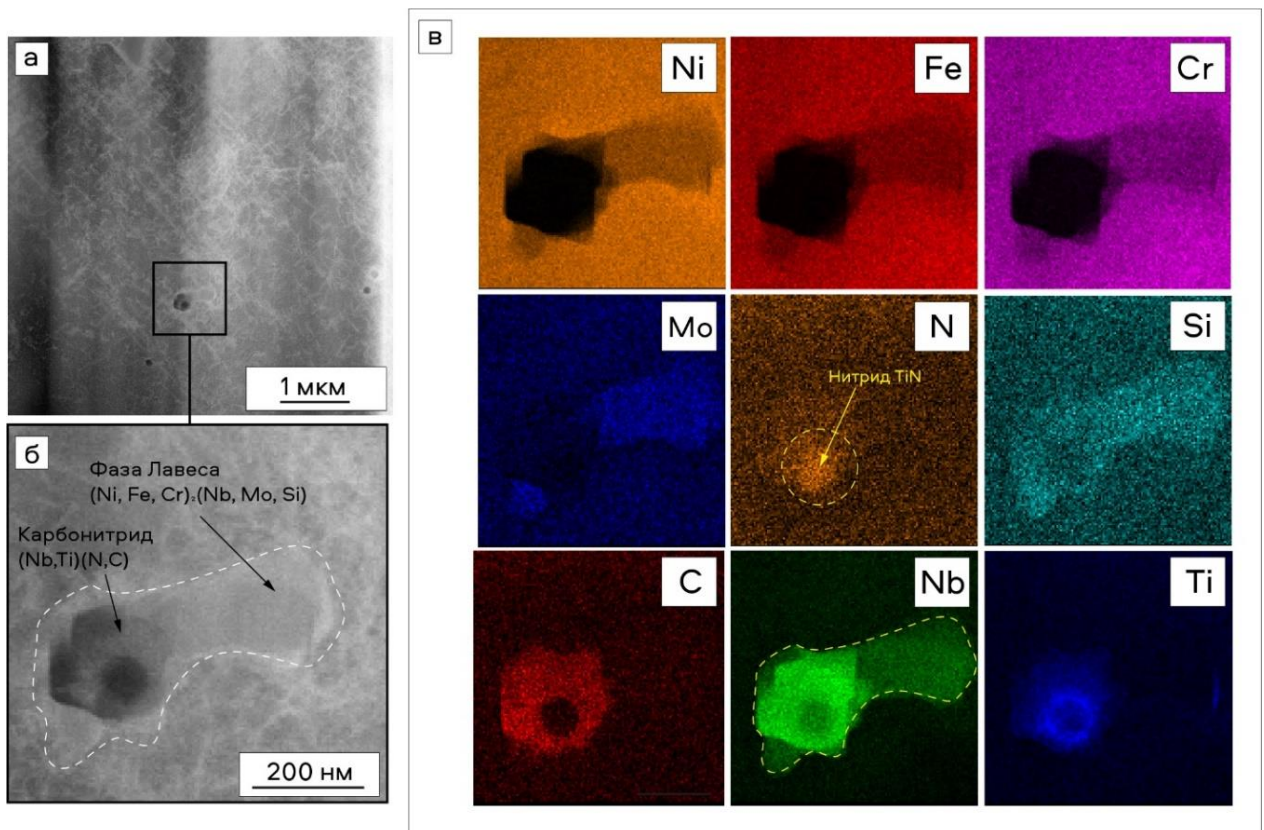


Рисунок 4.26 – Карбонитрид $(Nb,Ti)(N,C)$, фаза Лавеса (а–б) и элементный анализ частиц (в), соответствующий рисунку б в сплаве $Ni-Fe-Cr$

Процессы диффузии ниобия, развивающиеся при формировании аналогичного сплава с использованием технологий литья иковки, обычно сопровождаются образованием частиц δ -фазы (Ni_3Nb) [90, 209]. Присутствие δ -фазы фиксируется также при исследовании сплавов, полученных с использованием аддитивных технологий [216]. Данные рентгенофазовых исследований, а также результаты растровой электронной микроскопии, выполненные в данной работе, не позволяют говорить о присутствии достаточно крупных частиц δ -фазы в сплаве на основе системы $Ni-Fe-Cr$, сформированном методом прямого лазерного выращивания при уровне эффективной энергии $23,6 \text{ Дж/мм}^2$ (см. рисунок 4.22). Однако при изучении тонкого строения материала фиксируются отдельные частицы δ -фазы (рисунок 4.27).

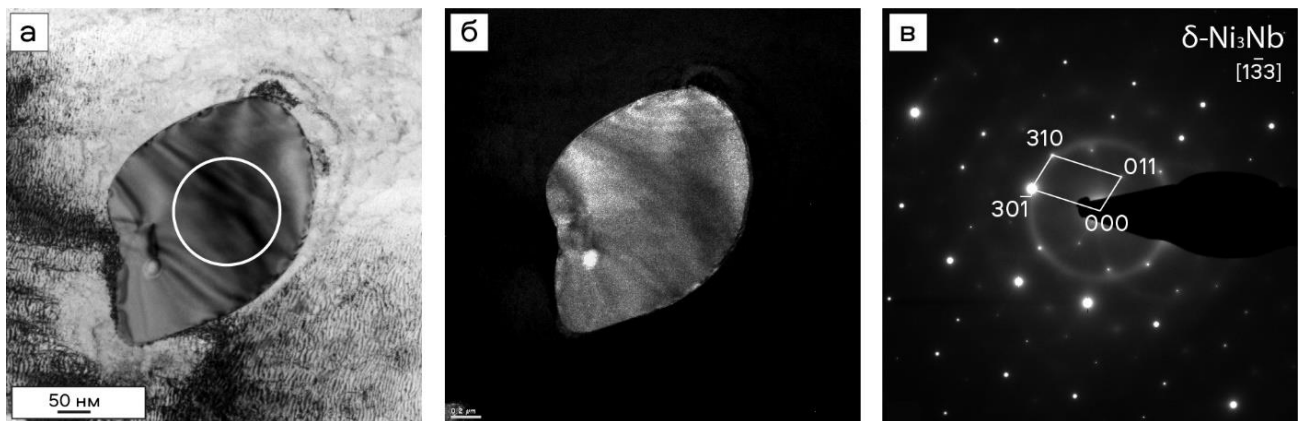


Рисунок 4.27 – Анализ частицы δ -фазы. а – съемка в режиме светлого поля; б – съемка в режиме темного поля; в – дифракция участка, зафиксированного на рисунке а

Подавление процесса образования δ -фазы при реализации послойной наплавки никелевого сплава объясняется не только снижением диффузии ниобия в условиях быстрого охлаждения материала, но и перераспределением ниобия при формировании карбонитридов $(Nb, Ti)(N, C)$ и карбидов на начальных стадиях кристаллизации. В работе [214] рассмотрен обратный пример, когда отсутствие нитридов TiN в аналогичном сплаве, полученном в процессе литья с направленной кристаллизацией, приводит к стабилизации δ -фазы игольчатой морфологии.

Диффузия элементов, происходящая в твердофазном состоянии, как упоминалось ранее, определяет образование упрочняющих γ' - и γ'' -фаз. Основной упрочняющей фазой в сплавах системы $Ni-Fe-Cr$ является γ'' -фаза. В то же время следует

учитывать возможность присутствия частиц γ' -фазы. В работах [26, 29], изучая начальные стадии фазовых превращений в высоколегированном никелевом сплаве системы *Ni-Fe-Cr* марки *Inconel 718*, отмечали превалирование γ' -фазы над γ'' -фазой.

Анализ данных, полученных методом рентгенофазового излучения в диапазоне $28 \leq \Delta 2\theta \leq 38$ град. (см. рисунок 4.24 б), а также картин дифракции электронов (рисунок 4.28 в), подтвердил присутствие в сплаве γ' -фазы. При этом четко различимых частиц при проведении микроструктурных исследований не наблюдали (рисунок 4.28 а–б).

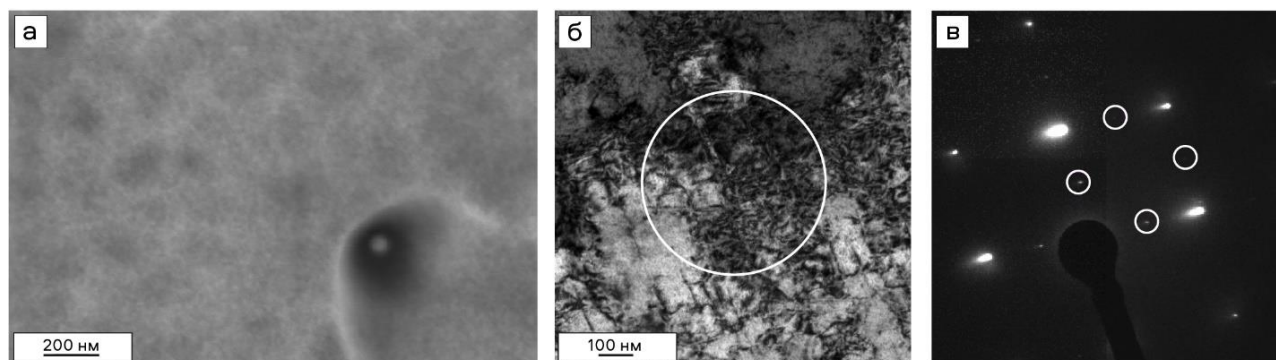


Рисунок 4.28 – Снимки матрицы сплава системы *Ni-Co-Cr*, полученного методом прямого лазерного выращивания. а – РЭМ; б – ПЭМ; в – микроэлектронограмма, соответствующая области, выделенной окружностью на рисунке б

Схематическое изображение формирования структуры высоколегированного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* при реализации аддитивного процесса прямого лазерного выращивания в диапазоне эффективной энергии лазерного излучения $21,2\text{--}23,6$ Дж/мм² с шагом слоя 0,6 мм представлена на рисунке 4.29.

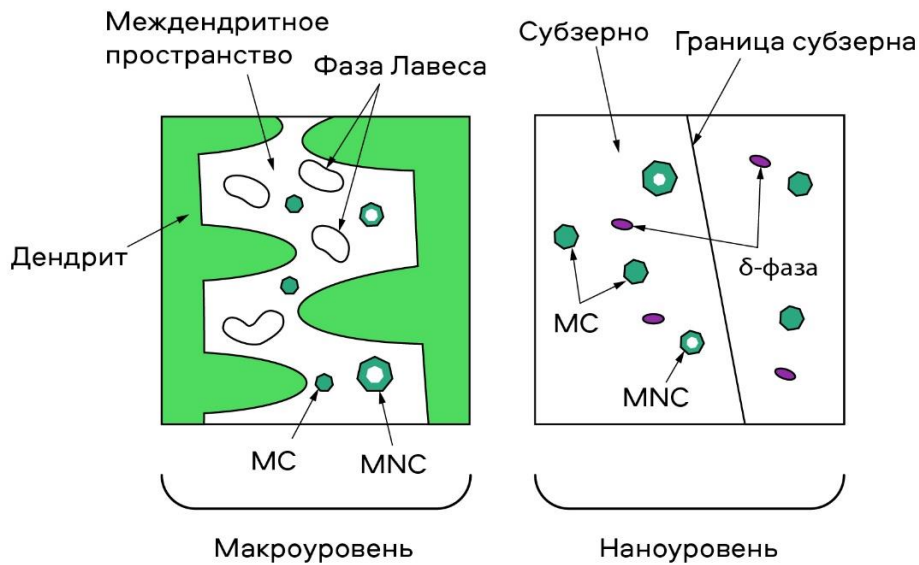


Рисунок 4.29 – Схема структурно-фазового состояния послойно сформированного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* в диапазоне эффективной энергии лазерного излучения 21,2–23,6 Дж/мм²

4.4 Структурно-фазовое состояние послойно сплавленного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* после термической обработки

Цель термической обработки высоколегированных никелевых сплавов состоит в полном или частичном растворении дополнительных фаз (δ -фаза, карбиды, фаза Лавеса), снижении степени сегрегации химических элементов и формировании эффективных упрочняющих фаз [37, 45, 217]. Классический процесс термической обработки заготовок из высоколегированного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* (*Inconel 718*), согласно литературным данным, представляет комбинирование операций гомогенизации (1000–1250 °C), отжига на твердый раствор (900–1120 °C) и двухступенчатого старения (600–900 °C) [30, 107, 218]. Широкие температурные интервалы, а также временные выдержки, достигающие 32 часов [44, 51], подтверждают тот факт, что универсальный подход к выбору режима термической обработки, несмотря на многочисленные исследования, до сих пор не сформирован.

Исследования, ориентированные на выявление оптимальных режимов термической обработки швов после сварки плавлением с применением различных источников нагрева, показывают, что выбор параметров высокотемпературной

обработки зачастую обусловлен размерами присутствующих в сплавах частиц фазы Лавеса [211, 219]. В частности, представленный в работе [210] сравнительный анализ влияния термической обработки на швы, полученные с применением различных источников нагрева, показал, что нагрев никелевых сплавов до 980 °С после электродуговой сварки не приводит к устранению крупных частиц фазы Лавеса, тогда как для изменения структуры материала шва, сформированного с применением высокоэнергетического источника нагрева, этой температуры вполне достаточно.

Высокие скорости охлаждения, характерные для метода прямого лазерного выращивания, способствуют формированию мелкодисперсных фаз в междендритных пространствах. Однако повторное тепловое воздействие приводит к накоплению в локальных зонах активно диффундирующих элементов и, как следствие, к ускоренному выделению частиц в этих микрообъемах. Например, авторы работы [220], изучая характер формирования фаз в сплаве системы *Ni-Cr-Mo* при температурах в интервале от 650 °С до 1050 °С, показали, что процесс роста δ -фазы в материале, сформированном при реализации аддитивной технологии, развивается на два порядка интенсивнее по сравнению с преобразованиями в ковном материале.

Известно, что фазовый состав и особенности тонкого строения являются важнейшими факторами, определяющими комплекс механических свойств материалов. Ранее отмечалось, что структура сплавов, сформированных при реализации аддитивных процессов, обусловлена высокими скоростями охлаждения (до 10^6 °С/с) на стадии их кристаллизации [146–148]. Характерным признаком такой структуры, благоприятно отражающимся на прочностных характеристиках материала, является мелкозернистое дендритное строение с осями первого порядка, ориентированными вдоль теплового потока [70]. Однако при нагреве материала до значений выше 1000 °С развиваются процессы рекристаллизации, сопровождаемые значительным ростом размеров зерен [221, 222]. Учитывая эти обстоятельства и опираясь на результаты растровой электронной микроскопии, связанные с оценкой размеров частиц фазы Лавеса, температуру термической обработки ограничивали

значением 980 °С. Полагали, что это позволит ограничить рост зерна матричного материала, а также частиц δ -фазы.

Строение сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного методом прямого лазерного выращивания с последующей термической обработкой, отражено на рисунке 4.30. Формирование частиц δ -фазы с размерами, не превышающими 2 мкм, происходит исключительно в областях, граничащих с фазой Лавеса. Это согласуется с тем, что полученные при реализации аддитивного процесса частицы фазы Лавеса содержат значительное количество ниобия. Объемная доля первичных карбидов, соответствующая состоянию материала после наплавки, свидетельствует об устойчивости данных частиц к высокотемпературному нагреву. Нагрев сплава до 980 °С сопровождается частичным растворением фазы Лавеса, уменьшением среднего размера частиц до 2 мкм и распределением высвободившегося ниобия в окружающих частицы микрообъемах. Результатом насыщения локальных зон ниобием является формирование орторомбического соединения Ni_3Nb .

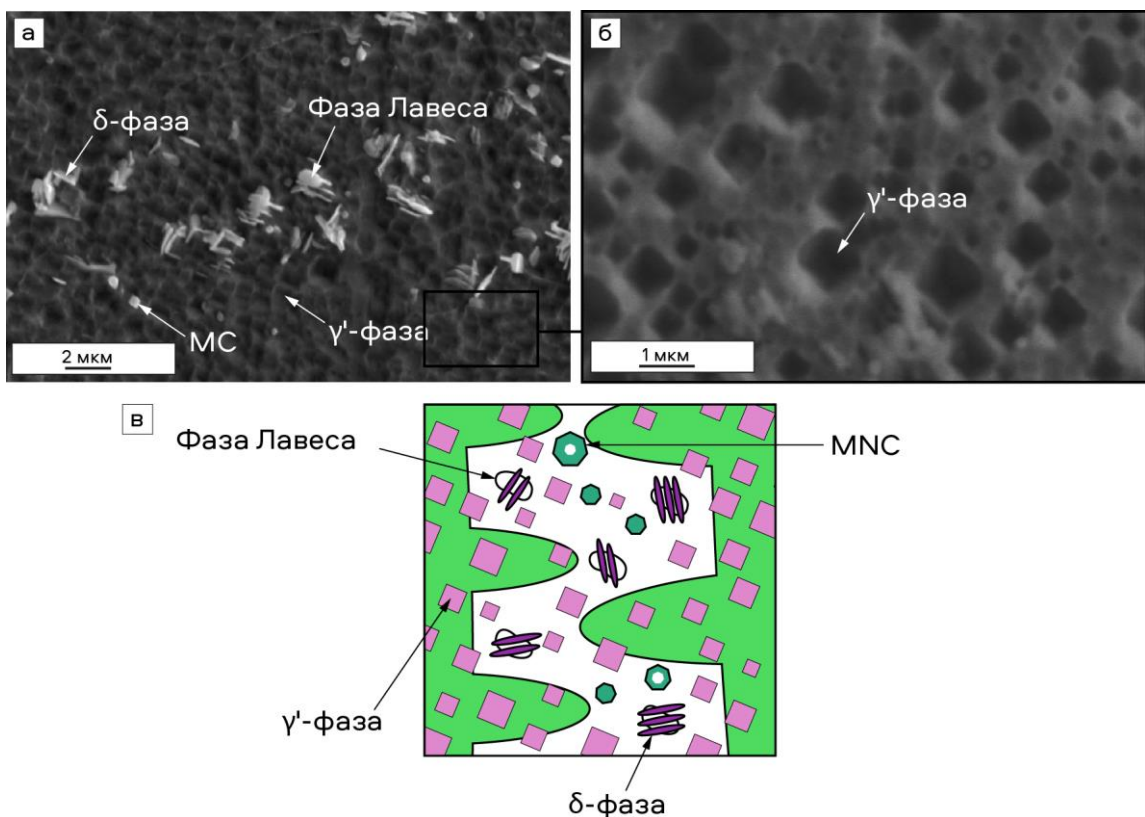


Рисунок 4.30 – Микроструктура сплава системы *Ni-Fe-Cr* после термической обработки. а – общий вид; б – матрица сплава с выделившимися γ' -частицами. Схематическое представление структурно-фазового состояния сплава (в).

Авторами работы [187] был проведен анализ структурно-фазовых превращений в аналогичном никелевом сплаве системы $Ni-Fe-Cr$, сформированном методом селективного лазерного плавления, до и после его термической обработки по режимам, близким к применяемым в настоящем исследовании. В отмеченной работе показано, что при схожей исходной микроструктуре после аддитивного процесса, характеризующейся образованием фазы Лавеса и первичных карбидов MC , выделение δ -фазы в процессе термической обработки происходит преимущественно по границам зерен. Разница в содержании ниобия этого сплава и материала, исследуемого в настоящей работе, составляет 0,5 ат.%. Можно предположить, что такая величина не должна оказывать существенного влияния на характер перераспределения ниобия в матрице сплавов. Таким образом, основным фактором, влияющим на перераспределение легирующих элементов при реализации аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания служит образование карбонитридов $(Nb,Ti)(N,C)$, выпадающих на ранних стадиях кристаллизации, а также первичных карбидов и частиц фазы Лавеса, обогащенных ниобием. Будучи чрезвычайно устойчивыми при последующем нагреве до 980 °C [223], карбидные и карбонитридные частицы сохраняются в сплаве, удерживая значительное количество Nb , в то время как частицы фазы Лавеса, растворяясь, насыщают окружающие области ниобием, что приводит к формированию в данных областях пластинчатых частиц δ -фазы.

Так как бóльшая доля ниобия находится в связанном состоянии в составе химических соединений $(Nb,Ti)C$, $(Nb,Ti)(N,C)$, а также участвует в формировании δ -фазы, основной упрочняющий эффект после двухступенчатого старения сплава обеспечивает сформированная γ' -фаза на основе соединения $Ni_3(Al,Ti)$, частицы которой характеризуются кубической морфологией и размерами до ~ 1 мкм.

Схематическое представление структурно-фазовых превращений, происходящих при термической обработке послойно сформированного никелевого сплава системы $Ni-Fe-Cr$ представлено на рисунке 4.31.

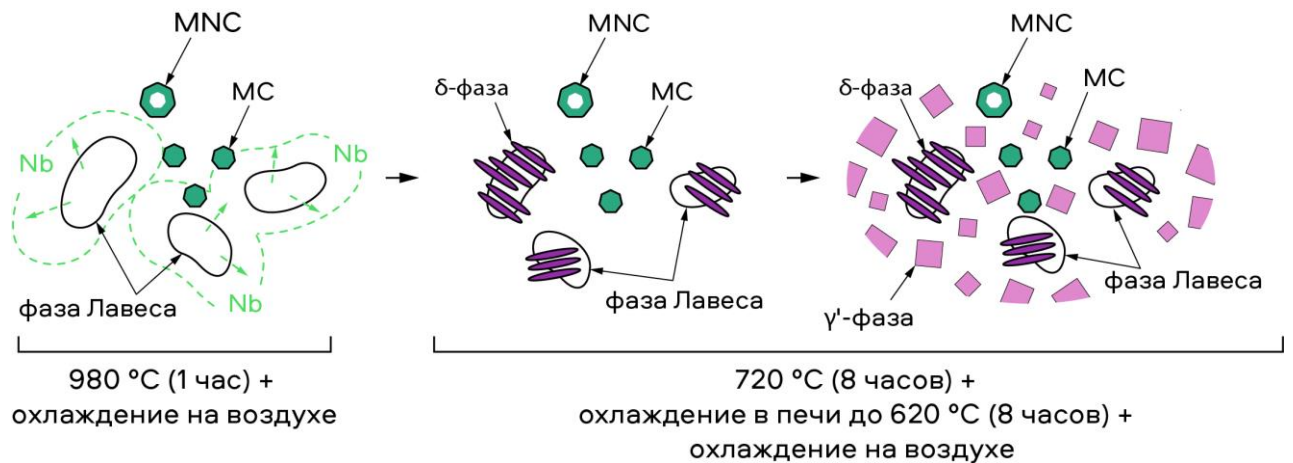


Рисунок 4.31 – Схемы структурно-фазовых превращений, происходящих на стадиях термической обработки аддитивно сформированного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*

Выводы по главе 4

1. Для сплава системы *Ni-Cr-Mo*, обработанного по различным технологическим режимам аддитивного процесса прямого лазерного выращивания, характерно образование пластинчатых выделений орторомбической δ -фазы на основе соединения Ni_3Nb . Длина отдельных частиц не превышает 200 нм при мощности лазерного излучения 250 Вт (6,7 Дж/мм²) и находится на уровне ~ 500 нм при обработке с мощностью лазерного излучения 750–1000 Вт (20–26,7 Дж/мм²). Наиболее крупные пластины δ -фазы длиной 1–2 мкм выделяются совместно с эвтектикой в сплаве, сформированном при мощности лазерного излучения 750–1000 Вт.

2. При реализации процесса прямого лазерного выращивания из сплава на основе системы *Ni-Co-Cr* выделяются наноразмерные частицы γ' -фазы Ni_3Al , равномерно распределенные в матрице твердого раствора. Размеры и форма частиц определяются технологическими режимами лазерной наплавки материала. С увеличением мощности вводимой энергии фиксируется форма от округлой до близкой к кубу. Максимально приближенная к кубу форма частиц со средним размером 45 нм соответствует мощности лазерного излучения 900 Вт (24 Дж/мм²). Активизация диффузионных процессов при повышении мощности до 1200 Вт (32 Дж/мм²) сопровождается перераспределением γ' -образующих элементов в сплаве, приводит к уменьшению размеров частиц γ' -фазы и смене их формы на округлую.

Особенностью эвтектических построений, выделяющихся в междендритных пространствах сплава при послойной наплавке с мощностью лазерного излучения, превышающей 600 Вт, является присутствие карбидов в центре γ/γ' -эвтектики.

3. Средний размер частиц фазы Лавеса в образцах из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, послойно наплавленных с шагом слоя 0,6 мм при значениях эффективной энергии в интервале от 21,2 до 23,6 Дж/мм², изменяется от ~ 7 мкм (в зоне столбчатых дендритов) до ~ 3 мкм (в зоне сплавления). Методами рентгенофазового анализа и дифракции электронов установлено, что отдельно расположенные частицы фазы Лавеса представлены преимущественно соединением Fe_2Ti . В состав частиц, граничащих с карбонитридами $(Nb,Ti)NC$, согласно микрорентгеноспектральному анализу также входят ниобий, кремний и молибден.

4. Важным фактором, определяющим характер перераспределения элементов и конечную структуру послойно сплавленных никелевых сплавов на основе системы *Ni-Fe-Cr*, является процесс образования карбонитридов $(Nb,Ti)NC$. Максимальный размер выделившихся частиц достигает 0,7 мкм.

5. При изучении структуры сплавов системы *Ni-Cr-Mo*, обработанных по режимам, соответствующим эффективной энергии лазерного излучения 20 и 26 Дж/мм², наблюдаются начальные стадии образования упрочняющих частиц γ' -фазы (Ni_3Al) и γ'' -фазы (Ni_3Nb) , соответственно. В никелевом сплаве *Ni-Fe-Cr*, сформированном в интервале значений энергий от 21,2 до 23,6 Дж/мм², зафиксированы признаки образования γ' -фазы (Ni_3Al) .

5. Структурно-фазовое состояние заготовок из никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированных в ходе аддитивного процесса прямого лазерного выращивания, в значительной степени определяет фазовый состав материала, подвергнутого последующей термической обработке. Выдержка в течение 1 часа при 980 °C приводит к выделению частиц δ -фазы на основе орторомбического соединения Ni_3Nb исключительно в зонах частично растворенной фазы Лавеса. В ходе последующего двухступенчатого старения при 720 °C и 620 °C длительностью 8 часов происходит выделение частиц упрочняющей γ' -фазы кубической морфологии с максимальным размером частиц ~ 1 мкм.

ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, СФОРМИРОВАННЫХ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ

Оценка механических свойств материалов, полученных с использованием аддитивных технологий, представляет собой актуальную задачу. Анализ литературных данных показал, что в опубликованных ранее работах преимущественно отражены результаты статических испытаний сплавов. В то же время появились работы, связанные с оценкой поведения материалов в условиях циклического и динамического нагружения. В обзорной работе [224] проведен анализ механических свойств ряда широко используемых в аддитивном производстве металлических материалов. Экспериментально установлено, что ориентация роста слоев оказывает незначительное влияние на прочностные показатели материалов при статических испытаниях. Например, величина предела прочности никелевого сплава *Inconel* 718, полученного методом селективного лазерного плавления, при смене направления растягивающей нагрузки на 90 градусов (параллельно и перпендикулярно направлению роста слоев) изменяется с 1010 МПа до 1085 МПа, соответственно [225]. В то же время в случае динамического и циклического нагружения направление роста слоев оказывает существенное влияние на свойства материалов. Например, трещиностойкость титанового сплава *Ti-6Al-4V*, полученного аддитивным процессом методом синтеза порошкового материала на подложке, при смене ориентации слоев изменяется практически в два раза [226].

Результаты механических испытаний, проведенных в различных лабораториях, во многих случаях сравнивать некорректно. Объясняется это использованием различных технологических процессов формирования материалов, варьированием множества параметров аддитивных процессов, различием используемых материалов и особенностями структуры слоев материалов, формируемой в процессе кристаллизации. Следует также иметь в виду, что в настоящее время не сформулированы общепринятые требования к оценке механических свойств, материалов, полученных по технологии аддитивного производства. В то же время исследование

факторов, определяющих процессы пластического течения и особенности разрушения этих материалов в различных условиях внешнего нагружения, представляет интерес с прикладной и научной точек зрения.

В диссертационной работе оценку прочностных характеристик материалов проводили на образцах, обладающих минимальной пористостью (0,7–0,9 %) в состоянии после послойной наплавки, а также после дополнительной термической обработки. Нагружение образцов осуществляли в соответствии со схемами, представленными на рисунках 2.5–2.7.

5.1 ДюрOMETрические исследования высоколегированных никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*, сформированных при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания

Результаты дюрOMETрических исследований образцов из сплава системы *Ni-Cr-Mo* представлены на рисунке 5.1 а. Экспериментально установлено, что микротвердость материалов, сформированных по аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания с шагом слоя 0,04 мм, линейно возрастает с повышением мощности лазерного излучения. Максимальное значение твердости (305 *HV*) соответствует материалу, полученному в процессе наплавки с мощностью лазерного излучения 1000 Вт (26,7 Дж/мм²). Этот же материал характеризуется минимальным значением пористости (см. таблица 3.1).

Из диаграммы, представленной на рисунке 5.1 б, следует, что зависимость микротвердости образцов из сплава *Ni-Co-Cr* от мощности лазерного излучения имеет вид кривой с максимумом, где наиболее высокий уровень микротвердости (570 *HV*) соответствует материалу, послойно наплавленному лучом мощностью 900 Вт (24 Дж/мм²). Повышению энергии до 1200 Вт (32 Дж/мм²) соответствует некоторый спад микротвердости. Согласно результатам просвечивающей электронной микроскопии, материал, полученный при мощности лазерного излучения 900 Вт, содержит мелкодисперсные частицы γ' -фазы, форма которых близка к

кубической. При этом в сплаве, сформированном при мощности лазерного луча 1200 Вт, наблюдали выделение округлых частиц (см. рисунок 4.13). Сопоставление полученных данных позволяет сделать вывод о влиянии морфологии γ' -фазы на эффект упрочнения материала при комнатной температуре.

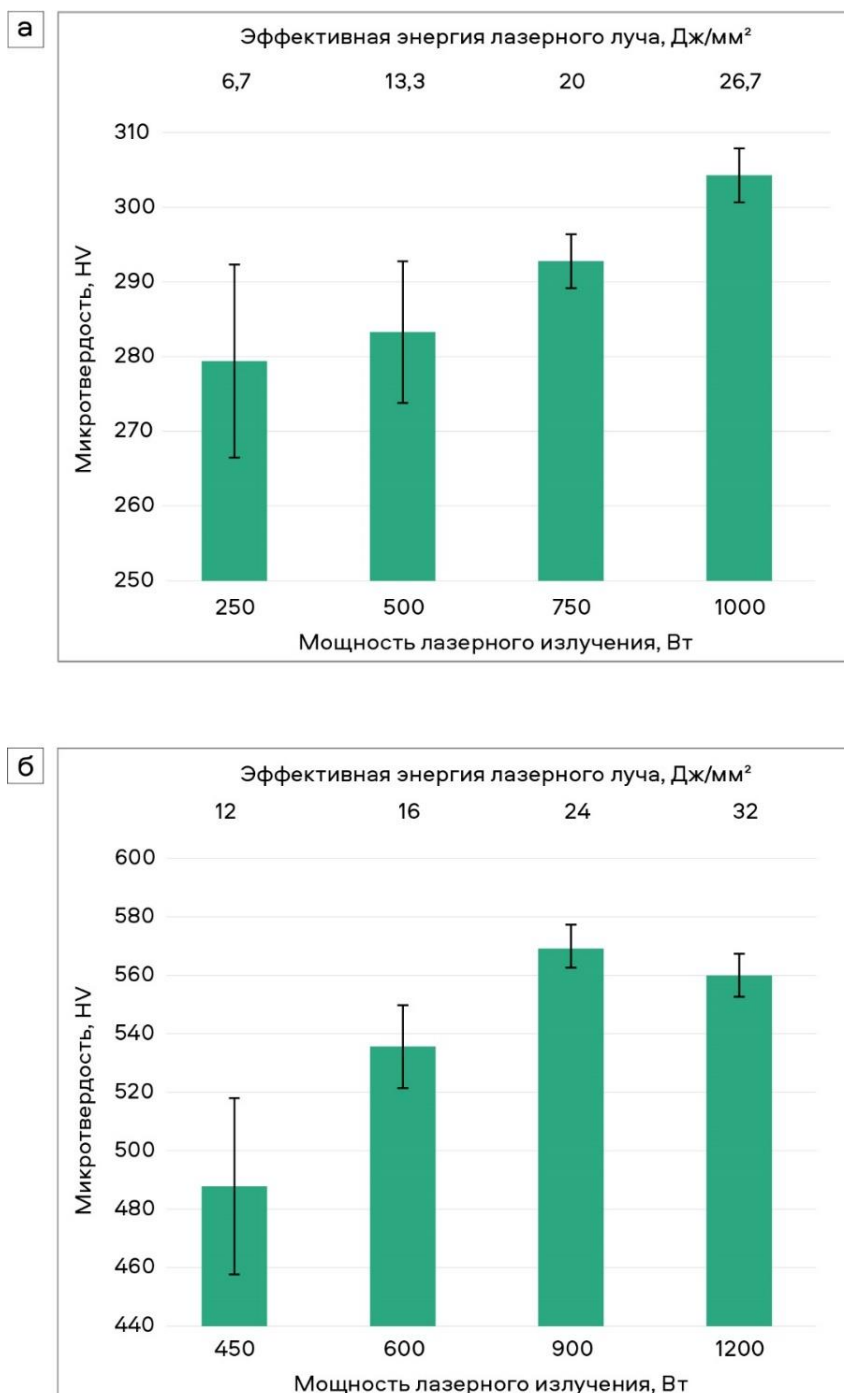


Рисунок 5.1 – Связь микротвердости послойно наплавленных никелевых сплавов с мощностью лазерного излучения. а – сплав системы *Ni-Cr-Mo*;
б – сплав системы *Ni-Co-Cr*

В пределах каждого слоя значения микротвердости образцов из сплава *Ni-Fe-Cr* находятся на одном уровне и составляют 335 ± 10 HV. В то же время строение материала в различных его зонах неодинаково (рисунок 5.2). Перепад значений микротвердости при переходе из одной зоны в другую колеблется в пределах 20 HV (рисунок 5.3). Максимальный уровень микротвердости соответствует узкой зоне термического влияния (рисунок 5.2 в). Зафиксированный экспериментально эффект упрочнения сплава системы *Ni-Fe-Cr* с повышением значения микротвердости до 460 ± 10 HV после применения термической обработки обусловлен выделением частиц упрочняющей γ' -фазы (см. рисунок 4.30).

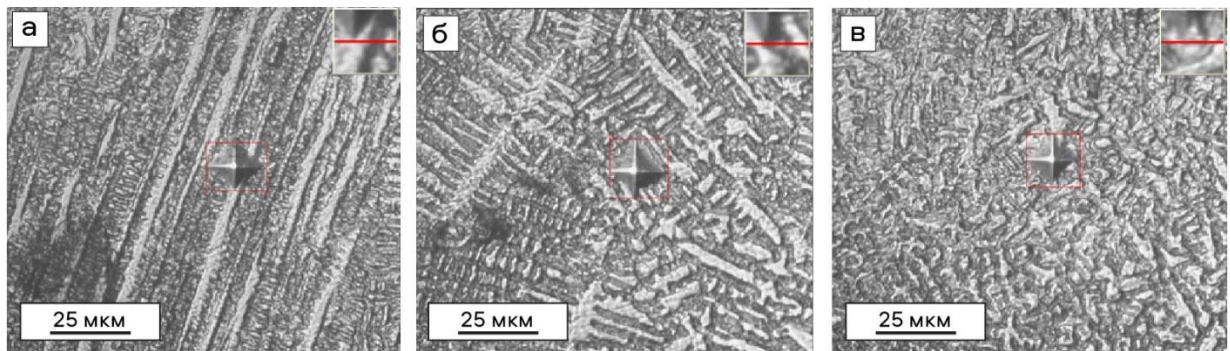


Рисунок 5.2 – Микроструктура различных зон образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированных с использованием аддитивной технологии.

а – зона столбчатых дендритов; б – зона сплавления; в – зона термического влияния

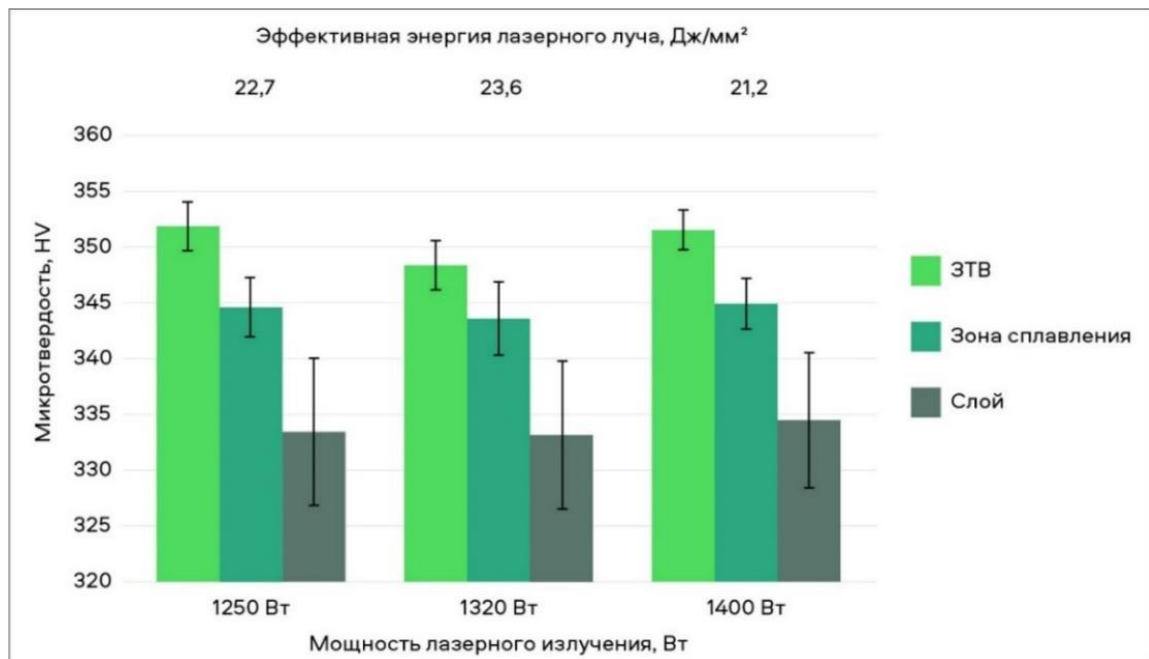


Рисунок 5.3 – Микротвердость образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, послойно наплавленных по различным технологическим режимам

5.2 Оценка механических свойств никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr* и *Ni-Fe-Cr*, сформированных при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания, в условиях статического нагружения

Прочностные свойства никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* в условиях одноосного растяжения оценивали по схемам, представленным на рисунке 2.5. Экспериментально установлено, что образцы, испытанные по схеме на рисунке 2.5 а (с приложением нагрузки параллельно росту слоев) характеризуются пониженным уровнем предела прочности и относительного удлинения. Зафиксированные в работе показатели предела прочности, условного предела текучести и относительного удлинения представлены в таблице 5.1. Незначительное различие прочностных свойств образцов (100 МПа), испытанных с приложением нагрузки перпендикулярно и параллельно выращенным слоям, согласуется с литературными данными, авторы которых применяют аддитивные технологии по типу прямого подвода энергии и материала с использованием лазерного луча или плазмы (например, [227–229]).

Таблица 5.1 – Механические свойства образцов из никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr* (при различной ориентации приложенной нагрузки относительно наплавленных слоев)

Направление приложения нагрузки	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Параллельно направлению роста слоев (см. рисунок 2.7 а)	530 ± 13	370 ± 10	10 ± 3
Перпендикулярно направлению роста слоев (см. рисунок 2.7 б)	630 ± 11	360 ± 15	25 ± 3

Ниже описаны результаты статических испытаний на растяжение образцов из сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr* по схеме, представленной на рисунке 2.5 б (с растягивающей силой, ориентированной перпендикулярно направлению роста

слоев). В таблице 5.2 приведены результаты испытаний, а также представлены литературные данные о свойствах аналогичных сплавов, полученных с использованием других производственных технологий. Результаты проведенных исследований согласуются с литературными данными, касающимися свойств этих же материалов, сформированных с использованием классических технологий. Уровень прочностных свойств дисперсионно-твердеющего сплава системы *Ni-Co-Cr*, послойно наплавленного с использованием аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания, выше по сравнению со сплавами на основе систем *Ni-Fe-Cr* и *Ni-Cr-Mo*. Упрочняющий эффект обусловлен формированием в образцах из сплава системы *Ni-Co-Cr* γ' -частиц. Большая объемная доля γ' -фазы также может объяснить снижение величины относительного удлинения этого материала по сравнению со сплавами на основе систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Fe-Cr* [230].

Таблица 5.2 – Механические свойства образцов из высоколегированных никелевых сплавов при комнатной температуре (экспериментальные данные получены при приложении внешней нагрузки перпендикулярно к направлению роста слоев)

Материал	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Плотность вводимой энергии Дж/мм ²	σ_b , МПа
	Экспериментальные данные				
<i>Ni-Cr-Mo</i>	870 ± 12	490 ± 10	30 ± 5	26,7	710–855 [231, 232]
<i>Ni-Co-Cr</i>	1115 ± 9	980 ± 10	10 ± 3	24	1225 [233]
<i>Ni-Fe-Cr</i>	630 ± 11	360 ± 15	25 ± 3	23,6	786–862–1276 [234–236]
	1310 ± 9*	1080 ± 9*	15 ± 2*	23,6	1079 [162]

*Механические свойства сплава системы *Ni-Fe-Cr* после термической обработки

Анализ результатов фрактографических исследований показывает, что для образцов из сплава системы *Ni-Co-Cr* типичен вязкий характер разрушения (рисунок 5.4). Поверхности изломов этих образцов отличаются строчечной фактурой с присутствием множества ямок различной глубины и размеров. Формирование поверхностей такого типа является следствием пластического течения,

сопутствующего вязкому разрушению материалов. На изломах образцов отчетливо просматриваются пустоты, превышающие по своей глубине отмеченные ямки. Образование этих дефектов обусловлено низким уровнем связи между матрицей и первичными карбидами типа *MC*. По характерным морфологическим признакам на изломах можно выделить участки, соответствующие разрушенным γ/γ' -эвтектическим колониям (рисунок 5.4 б).

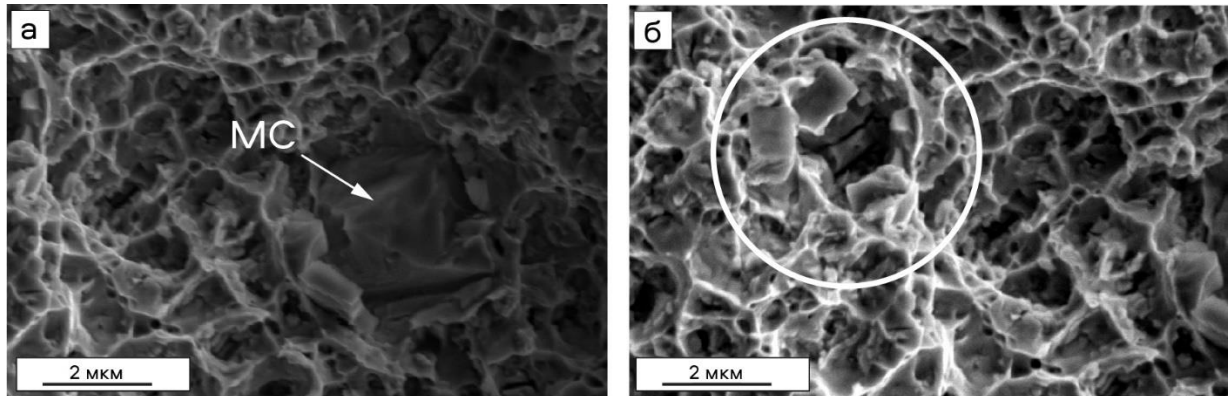


Рисунок 5.4 – Результаты фрактографических исследований сплава системы *Ni-Co-Cr*, сформированного при мощности лазерного излучения 1200 Вт, после испытаний на одноосное растяжение. а – карбид на поверхности излома; б – зона эвтектики на изломе образца

Предел прочности образцов из высоколегированного никелевого сплава системы *Ni-Cr-Mo*, сформированных в процессе прямого лазерного выращивания при мощности лазерного излучения 1000 Вт ($26,7 \text{ Дж/мм}^2$), составляет $870 \pm 12 \text{ МПа}$. Этот уровень соответствует нижней границе прочностных свойств образцов из сплава *Inconel 625*, получаемых с использованием технологий литья иковки [231, 232]. Основным фактором, снижающим механические свойства сплава системы *Ni-Cr-Mo* при реализации аддитивной технологии, по всей видимости, является образование эвтектики, представляющей собой механическую смесь твердого раствора на основе никеля и фазы Лавеса. Локальные поля напряжений, возникающие в окрестности грубых эвтектических построений размерами до 15 мкм при нагружении материала, объясняют склонность этих зон к разрушению (см. рисунок 4.9 а). Результаты работ [211, 237] показывают, что скопления частиц фазы Лавеса оказывают более заметное влияние на снижение механических свойств никелевых сплавов по сравнению с включениями δ -фазы. Однако присутствие в малых

количества мелкодисперсных частиц как фазы Лавеса (~ 4 мкм), так и δ -фазы (≤ 2 мкм) существенного влияния на прочностные характеристики материала не оказывает.

В литературе одним из факторов, объясняющих снижение прочностных свойств образцов из никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, полученных по аддитивным технологиям, может выступать присутствие явно выраженных зон сплавления, характеризующихся высоким уровнем остаточных напряжений [12, 190], а также локальной неоднородностью их химического состава [108, 195, 238]. В то же время согласно результатам световой (см. рисунок 3.3) и растровой электронной микроскопии (см. рисунок 3.13), говорить о повышенной степени дефектности этих зон оснований нет.

Выявленные методами рентгенофазового анализа и растровой электронной микроскопии высокодисперсные частицы карбидов и фазы Лавеса, расположенные в междендритных пространствах, также могут являться факторами, снижающими механические характеристики никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного по аддитивной технологии (см. рисунок 4.22). Однако авторы работы [76] полагают, что в никелевой матрице, свободной от основных упрочняющих γ'' - и γ' -фаз, данные мелкоразмерные выделения могут легко перемещаться в деформируемом материале. Отсутствие в структуре сплава системы *Ni-Fe-Cr* полностью сформированных упрочняющих γ'' - и γ' -фаз может объяснить снижение его прочностных характеристик. Зафиксированные начальные стадии их выделения существенного влияния на прочностные свойства сплава не оказывают.

После термической обработки сплава системы *Ni-Fe-Cr* по маршруту, применяемому для материалов, полученных по стандартным технологиям литья и сварки, экспериментально зафиксировано резкое увеличение значений предела прочности (с 630 до 1310 МПа) и условного предела текучести (с 360 до 1085 МПа). Такой характер изменения прочностных свойств сплава обусловлен выделением во всем его объеме частиц упрочняющей γ' -фазы. Полученные экспериментально данные согласуются с результатами измерения микротвердости анализируемых

материалов и объясняют полуторакратное (с 25 % до 15 %) снижение значений относительного удлинения. По данным работ [84, 94] «закрепленные» δ -фазой частицы фазы Лавеса также способствуют увеличению прочности сплавов, фиксируя межфазные границы.

Схематическое представление процесса распространения трещины с приложением нагрузки перпендикулярно направлению роста слоев в высоколегированных никелевых сплавах систем *Ni-Co-Cr*, *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Fe-Cr*, полученных при реализации аддитивного процесса, отражено на рисунке 5.5.

5.3 Механические свойства никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания, в условиях динамического нагружения

Анализ ударной вязкости образцов, сформированных при реализации аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания, свидетельствует о проявлении ожидаемой зависимости значений *KCV* от направления роста слоев. С приложением динамической нагрузки параллельно направлению роста слоев (см. рисунок 2.6 а), трещина распространяется вдоль столбчатых кристаллов. Величина ударной вязкости материала, соответствующая такой схеме нагружения, составляет 48,3 Дж/см². Изломы образцов характеризуются вязким характером с образованием множества ямок, ориентированных в форме параллельных строчек (рисунок 5.6 а, в).

При испытании образцов по схеме, представленной на рисунке 2.6 б (приложение нагрузки перпендикулярно направлению роста слоев), значение ударной вязкости материала возрастает в 1,5 раза (до 71,7 Дж/см²). Объясняется это дополнительными затратами энергии на торможение трещины при пересечении ею множества границ (рисунок 5.6 б, г). Величина энергии, затраченной на разрушение образцов при реализации данной схемы испытаний, согласуется с результатами работы [239], в которой была проведена оценка ударной вязкости термически обработанных сварных соединений из сплава *Inconel 718*. Близкие значения ударной

вязкости также были получены в работе [240] при динамических испытаниях аналогичного сплава, сформированного методом селективного лазерного спекания.

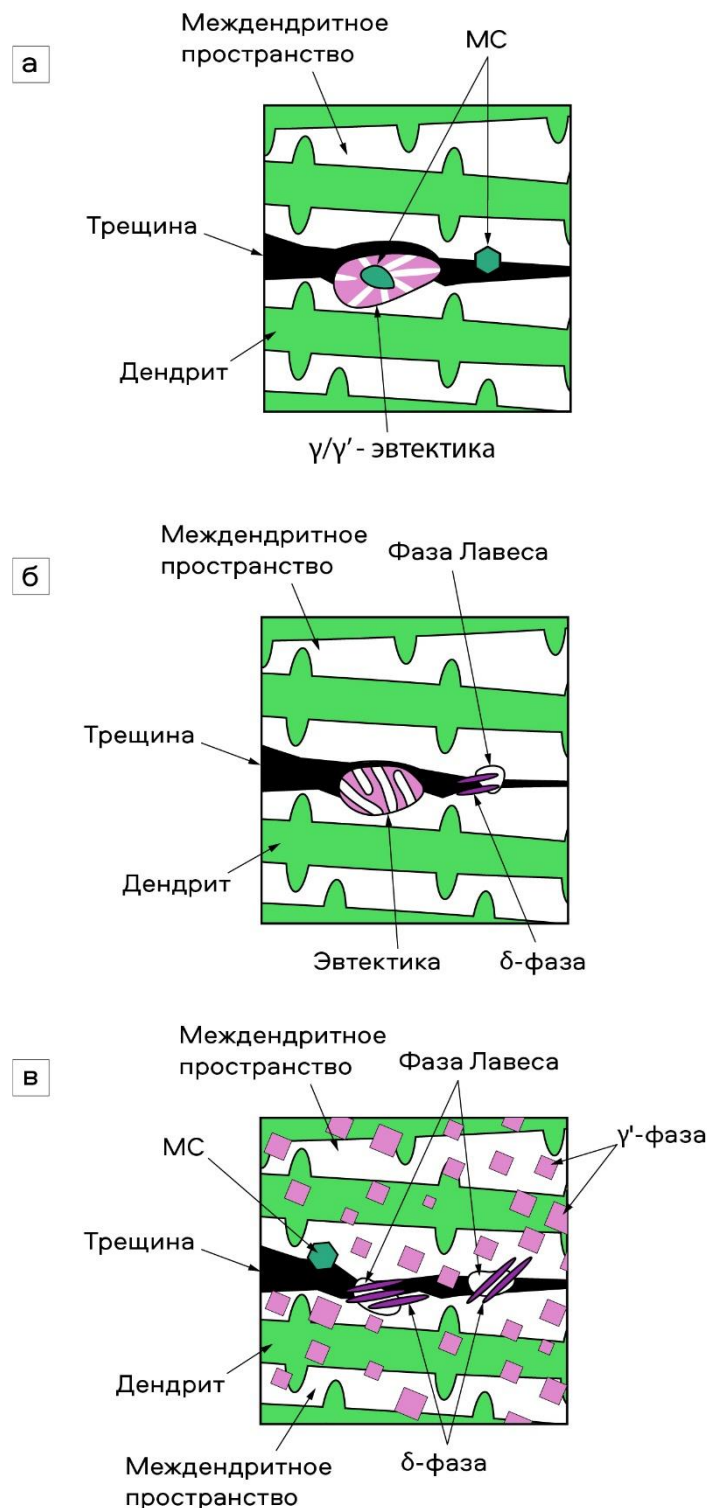


Рисунок 5.5 – Схема распространения трещин при перпендикулярном направлении роста слоев относительно внешнего нагружения в никелевых сплавах систем *Ni-Co-Cr* (а) и *Ni-Cr-Mo* (б), полученных с использованием аддитивной технологии, а также в послойно сформированном сплаве *Ni-Fe-Cr* после дополнительной термической обработки (в)

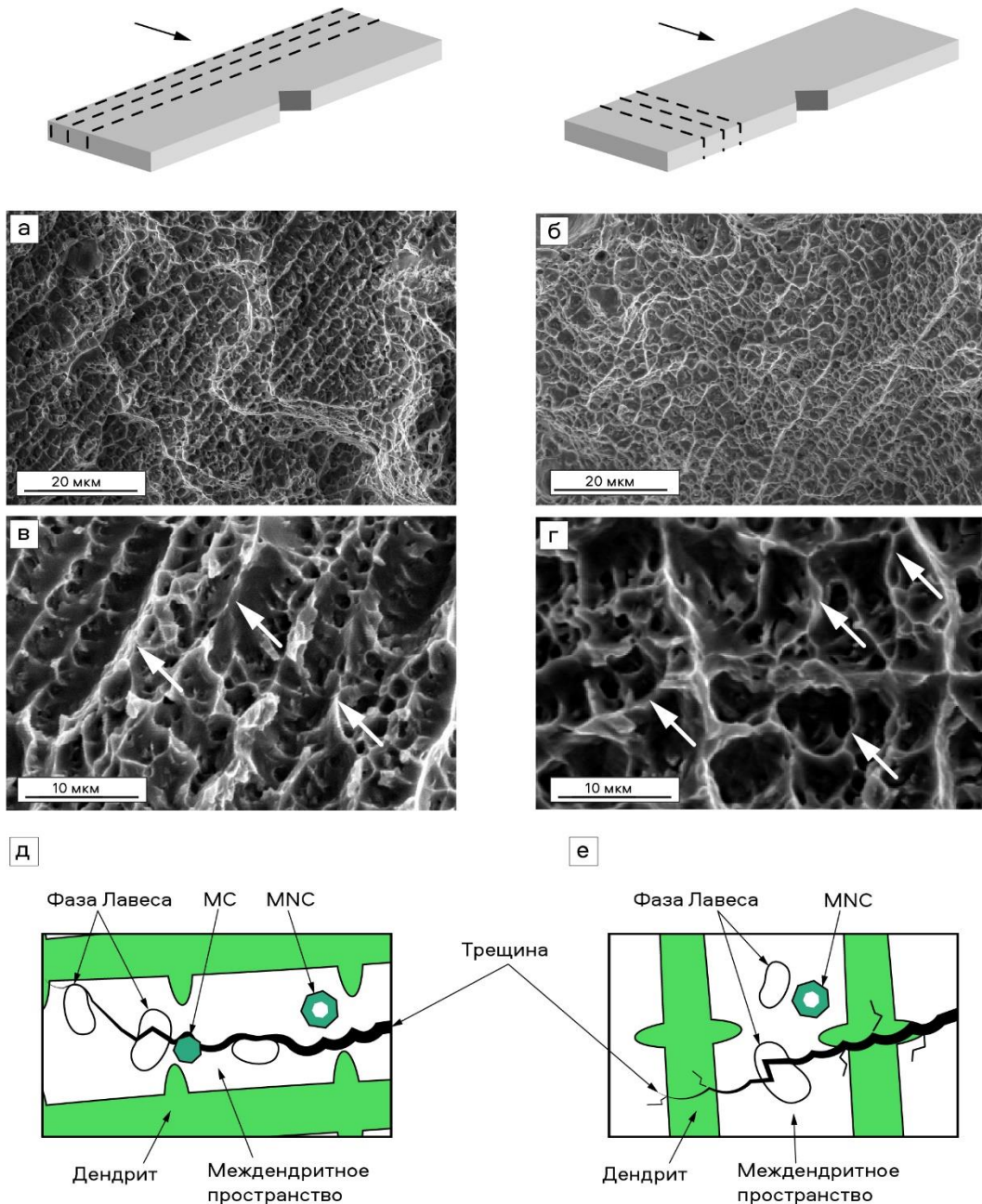


Рисунок 5.6 – Изломы образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированных по аддитивной технологии с использованием метода прямого лазерного выращивания. а, в – продольная ориентация слоев относительно внешней нагрузки; б, г – поперечная ориентация слоев относительно внешней нагрузки; д, е – схемы распространения трещин в послойно наплавленных материалах

Сопоставление результатов электронно-микроскопических исследований структуры данного сплава (см. рисунок 4.22), фрактографических исследований динамически разрушенных образцов, а также результатов прочностных испытаний позволяет сделать вывод о том, что расположенные в междендритных пространствах мелкие частицы фазы Лавеса могут являться одним из факторов,

способствующих зарождению и распространению трещин при динамическом воздействии на материал (рисунок 5.6 д, е).

Вероятные механизмы повышения энергоемкости разрушения сплава, сформированного по аддитивной технологии, связаны с ветвлением трещин при пересечении ими межслойных границ, образованием новых свободных поверхностей, а также с дополнительными затратами энергии на изменение траектории и перезарождение трещин в случае их блокирования.

Термическая обработка, способствующая выделению упрочняющей γ' -фазы (см. рисунок 4.30), приводит к полуторакратному росту энергии разрушения никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*. Для образцов с поперечной и продольной ориентацией слоев относительно приложенных сил значения ударной вязкости составляют 116,7 Дж/см² и 75 Дж/см², соответственно. Термически обработанный сплав демонстрирует вязкий характер разрушения, аналогичный материалу после полойной наплавки порошка (рисунок 5.7).

5.4 Усталостная трещиностойкость термически обработанного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного при реализации аддитивной технологии методом прямого лазерного выращивания

Принимая во внимание результаты динамических испытаний, в соответствии с которыми применение термической обработки наплавленных материалов системы *Ni-Fe-Cr* приводит к полуторакратному повышению прочности, проведение циклических испытаний также было выполнено на образцах, прошедших термическую обработку (режимы представлены в главе 2). Схемы нагружения отличались направлением прилагаемой нагрузки относительно направления роста слоев в объеме материала (см. рисунок 2.7).

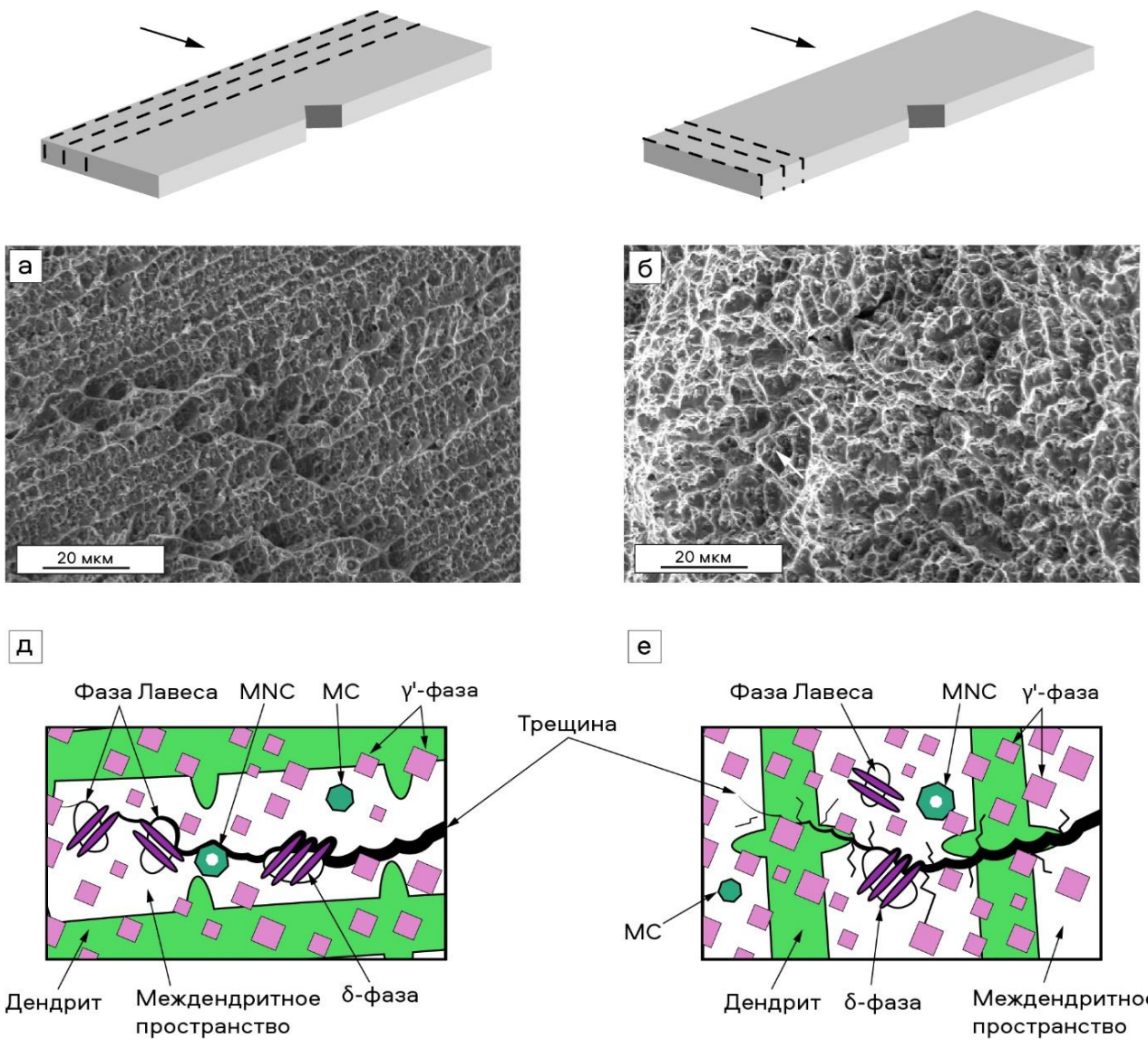


Рисунок 5.7 – Изломы термически обработанных образцов из сплава системы *Ni-Fe-Cr* после динамического нагружения. а – продольная ориентация слоев; б – поперечная ориентация слоев; д, е – схемы распространения трещин в послойно наплавленных образцах

При анализе боковых поверхностей образцов после циклических испытаний (рисунок 5.8) в обоих случаях наблюдается изменение направления распространения усталостной трещины. Эта особенность является весьма благоприятным фактором, способствующим повышению усталостных свойств материала, поскольку увеличение площади поверхности излома сопровождается повышением энергоемкости процесса разрушения.

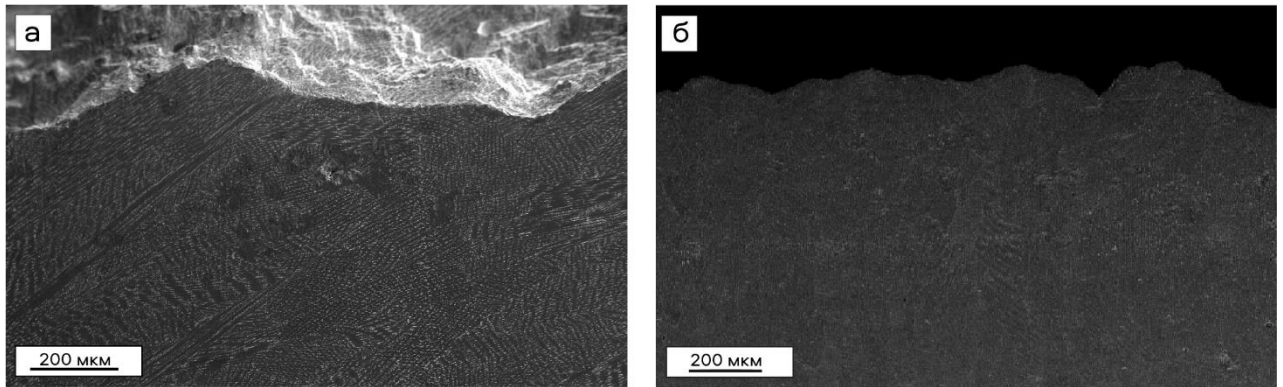


Рисунок 5.8 – Боковые поверхности испытанных образцов с различно ориентированными слоями после приложения циклической нагрузки. а – нагрузка приложена перпендикулярно выращенным слоям; б – нагрузка приложена параллельно выращенным слоям

Можно было ожидать, что границы раздела между последовательно наплавленными слоями (межслойные границы), сохранившиеся при термической обработке материала, будут препятствовать продвижению усталостной трещины в направлении роста слоев, аналогично тому, как это происходит при разрушении многослойных композитов [241]. Ранее этот эффект наблюдали при испытании образцов из титанового сплава $Ti-6Al-4V$, сформированного с использованием аддитивной технологии [242]. Однако кривая *A*, соответствующая образцам этого типа (нагружение силой, перпендикулярной направлению роста слоев в соответствии с рисунком 2.7 б) на кинетической диаграмме усталостного разрушения расположена левее (рисунок 5.9 а). Это означает, что скорость распространения усталостной трещины dl/dN в данных образцах при аналогичном уровне размаха коэффициента интенсивности напряжений ΔK выше. Таким образом, несмотря на отмеченные выше обстоятельства, усталостная трещина относительно свободно продвигается в междендритном пространстве, ориентированном параллельно направлению ее распространения (рисунок 5.9 б). При этом в образцах, испытанных по схеме, соответствующей рисунку 2.7 а, усталостная трещина преодолевает многочисленные границы столбчатых дендритов, ориентированных перпендикулярно направлению ее распространения (рисунок 5.9 в). Испытанные по такой схеме материалы характеризуются более высоким уровнем трещиностойкости (кривая *B* на кинетической диаграмме усталостного разрушения, рисунок 5.9 а).

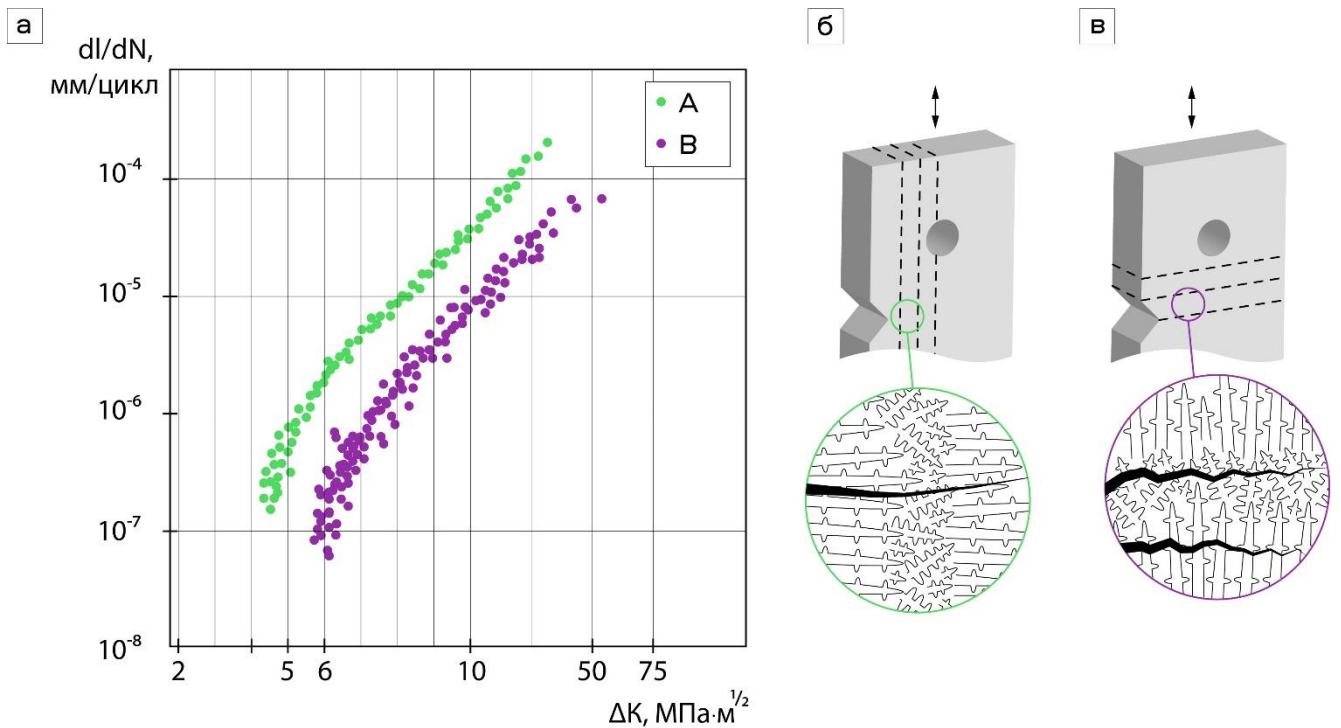


Рисунок 5.9 – Кинетические диаграммы усталостного разрушения термически обработанного сплава системы *Ni-Fe-Cr* (а). Испытания проведены по схемам с приложением внешней нагрузки перпендикулярно (кривая А) и параллельно (кривая В) к направлению роста слоев. Схемы распространения трещины относительно внешней нагрузки и ориентации роста слоев. б – перпендикулярно направлению роста слоев; в – параллельно направлению роста слоев

В обширном исследовании, выполненном *M. Clavel* и *A. Pineau* [243], приведены результаты оценки свойств термически обработанного прутка из никелевого сплава *Inconel 718* при приложении циклической нагрузки, ориентированной вдоль направления волочения. В работе [244] описаны результаты усталостных испытаний компактных образцов из никелевого сплава *Inconel 718* с приложением нагрузки вдоль оси проката. Сравнение результатов этих исследований с экспериментальными данными, полученными в диссертационной работе, свидетельствует о том, что в материале, сформированном по аддитивной технологии, трещина распространяется быстрее, чем в деформированном. Минимальный уровень размаха коэффициента интенсивности напряжений ΔK , необходимый для старта трещины в деформированном материале, составляет 8 МПа·м^{1/2}, что на 33 % превышает значение ΔK_{th} , соответствующее сплаву, полученному в данной работе (6 МПа·м^{1/2}) при параллельной ориентации роста слоев относительно приложенной нагрузки.

При изучении изломов, возникших в процессе циклических испытаний образцов с приложением нагрузки перпендикулярно направлению роста слоев, зафиксирована строчечная морфология поверхностей разрушения (рисунок 5.10 а), обусловленная, вероятно, особенностями продвижения трещин в междендритных пространствах наплавленного материала. Присутствие на изломах множества ямок является характерным признаком механизма вязкого разрушения сплава. Наблюдаемые на снимках бороздки в значительной степени обусловлены циклическим характером нагружения материала (рисунок 5.10 б).

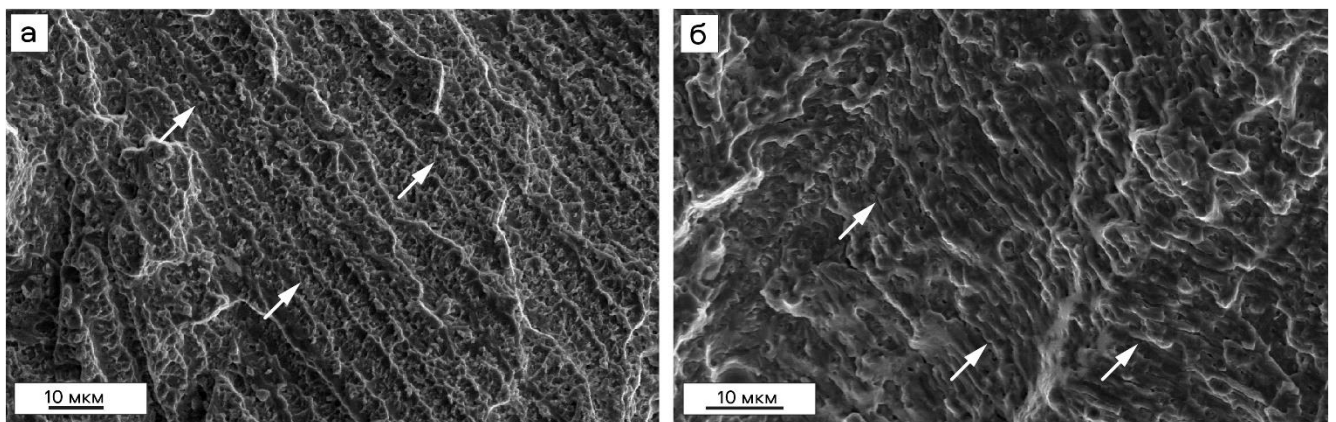


Рисунок 5.10 – Поверхность усталостного разрушения образцов, испытанных по схеме с перпендикулярным направлением приложенной нагрузки относительно выращенных слоев. Стрелками обозначены междендритное пространство (а) и усталостные бороздки (б)

Особенности строения поверхностей разрушения образцов, испытанных с приложением нагрузки параллельно направлению роста слоев, отражены на рисунке 5.11. Для начальной стадии продвижения трещин характерно образование фасеток скола. Формирование излома этого типа связано с процессом внутризеренного разрушения материала (рисунок 5.11 в). Детальное исследование образцов позволяет сделать вывод о преимущественно вязком механизме разрушения с присутствием зон, в пределах которых прослеживается рельеф бороздчатого типа (рисунок 5.11 а, б). В отличие от образцов, испытанных с приложением нагрузки перпендикулярно направлению роста слоев, на поверхностях изломов наблюдаются вторичные трещины (рисунок 5.11 г), что может свидетельствовать о торможении трещины при достижении ею границ столбчатых зерен.

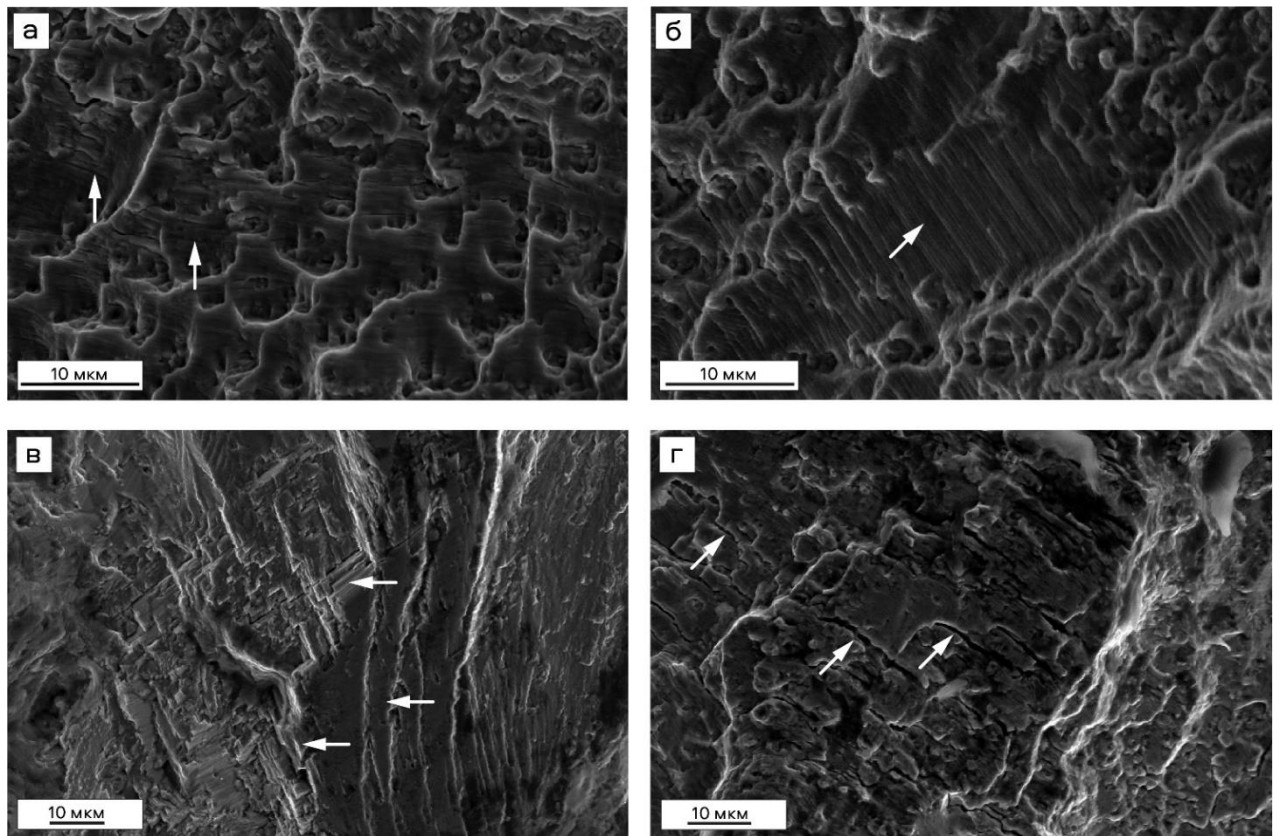


Рисунок 5.11 – Поверхности усталостного разрушения образцов, нагруженных по схеме с продольным приложением силы относительно направления роста слоев (см. рисунок 2.7 а).
а, б – усталостные бороздки; в – фасетки скола; г – вторичные трещины

Как упоминалось ранее, влияние интерметаллидных частиц и карбидов, присутствующих в междендритных пространствах, на прочностные характеристики материала в значительной степени определяется размерами и геометрией этих выделений. В работе [245] было показано, что в процессе усталостного нагружения сварного шва из никелевого сплава *Inconel 718* трещина обходила частицы фазы Лавеса (~ 7 мкм). При этом выделение δ -частиц вблизи фазы Лавеса (~ 3 мкм) в ходе термической обработки сплава приводило к разрушению указанных образований. Следует подчеркнуть, что влиянию упрочняющих γ'' -и γ' -фаз на разрушение материала после его термической обработки авторы отмеченной работы внимания не уделяли. В то же время в работе [246] было показано, что характер преодоления трещиной частиц δ -фазы обусловлен присутствием основной упрочняющей γ'' -фазы в матрице материала. Отмечалось, что при встрече с зернограничными выделениями δ -фазы (когда окружающая матрица свободна от γ'' -частиц) трещина

перемещается зигзагообразно, огибая их, тогда как в случае присутствия в матрице упрочняющих γ'' -частиц трещина проходит через выделения δ -фазы.

Анализ поверхностей разрушения образцов, подвергнутых травлению, свидетельствует о том, что частицы фазы Лавеса и δ -фазы после испытаний на малоцикловую усталость находятся в неразрушенном состоянии (рисунок 5.12 а). Аналогичное состояние частиц наблюдали при изучении боковых поверхностей образцов (рисунок 5.12 б, в). Это свидетельствует о том, что мелкие частицы фазы Лавеса, «закрепленные» с матрицей выделениями δ -фазы (см. рисунок 4.30), в присутствии окружающей их γ' -фазы высоких локальных напряжений не вызывают. Распространение магистральной трещины при встрече ее с указанными построениями либо замедляется, либо происходит по механизму огибания (рисунок 5.13 а, б). Кубовидные частицы γ' -фазы с максимальным размером ~ 1 мкм являются фактором, сдерживающим движение трещины. Искажение их формы в процессе пластической деформации зафиксировано в образце (рисунок 5.12 в), испытанном с приложением нагрузки параллельно направлению роста слоев. По данным работ [44, 45, 247] такой характер структурных преобразований может указывать на потерю когерентности частиц с матрицей в процессе пластической деформации материала.

Схематическое изображение распространения трещины при циклическом нагружении термически обработанного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, полученного послойной наплавкой, с различной ориентацией внешней нагрузки относительно направления роста слоев представлена на рисунке 5.13.

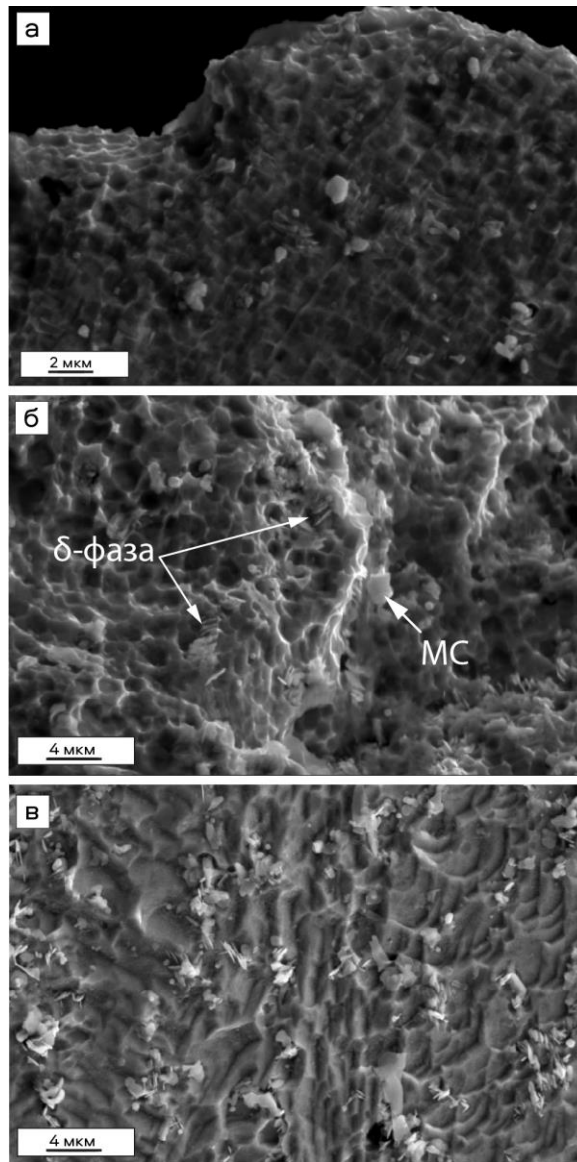


Рисунок 5.12 – Излом (а) и боковые поверхности циклически испытанных образцов вблизи линии разрушения с различной ориентацией роста слоев (б – перпендикулярно внешней нагрузке; в – параллельно внешней нагрузке)

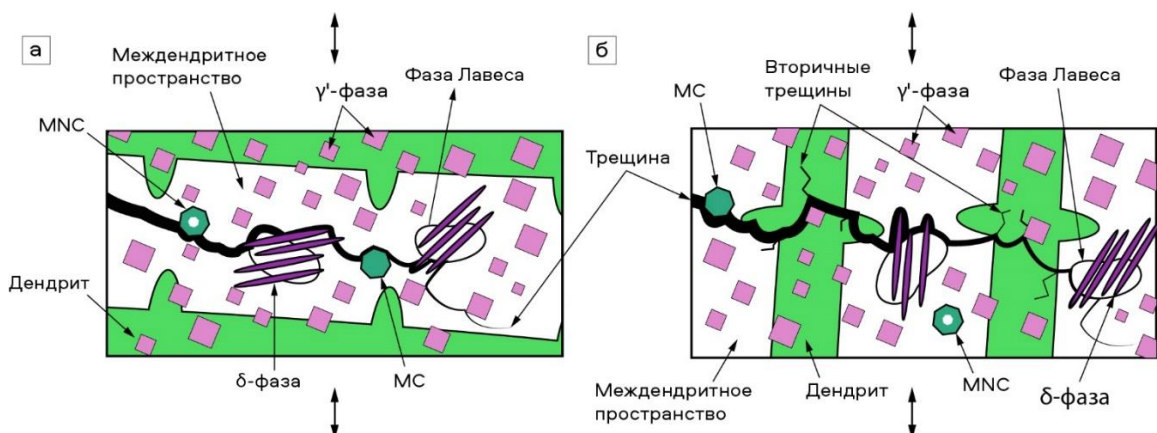


Рисунок 5.13 – Схемы распространения трещины при циклическом нагружении термически обработанного сплава системы $Ni-Fe-Cr$ с различной ориентацией внешней нагрузки относительно направления роста слоев. а – поперечная; б – продольная с торможением трещины при пересечении границ дендритов

Выводы по главе 5

1. На примере высоколегированного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного методом прямого лазерного выращивания с шагом отдельного слоя 0,6 мм, показано, что межслойные границы не являются эффективными препятствиями, тормозящими фронт трещин, развивающихся в условиях циклического и динамического нагружения. Многочисленные границы дендритных построений, ориентированные перпендикулярно направлению распространения трещины, действуют как эффективные барьеры, приводящие к дополнительным затратам энергии, необходимой для разрушения материалов. Присутствие в наплавленных материалах множества плоских границ раздела, является фактором, объясняющим разброс значений на кинетических диаграммах усталостного разрушения.

2. Разрушение послойно наплавленных образцов из никелевых сплавов на основе системы *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Fe-Cr* и *Ni-Co-Cr* осуществляется по вязкому механизму. В термически обработанном никелевом сплаве системы *Ni-Fe-Cr* выделение частиц γ' -фазы не приводит к формированию высоких локальных напряжений вблизи частиц фазы Лавеса и смежных с ними частиц δ -фазы. Таким образом, трещина, продвигаясь в материале, либо совершает обход отмеченных выделений, либо тормозится при встрече с ними.

3. При увеличении энергии лазерного излучения уровень микротвердости никелевых сплавов, сформированных с использованием аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания, возрастает. Морфология упрочняющих частиц γ' -фазы является структурным фактором, определяющим микротвердость дисперсионно-твердеющего никелевого сплава системы *Ni-Co-Cr*. Максимальное значение микротвердости (570 HV), соответствующее кубической форме частиц, зафиксировано при послойной наплавке материала с уровнем эффективной энергии 24 Дж/мм².

4. На примере высоколегированного никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, полученного по технологии прямого лазерного выращивания,

подтвержден тезис о слабой зависимости прочностных свойств материала от пространственного расположения наплавленных слоев по отношению к направлению растягивающей силы в условиях статических испытаний. Значения предела прочности образцов из сплава с продольно и поперечно ориентированными слоями составляют 530 МПа и 630 МПа.

5. В условиях статического нагружения при комнатной температуре уровень механических свойств высоколегированных никелевых сплавов на основе систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Fe-Cr* и *Ni-Co-Cr*, полученных аддитивной технологией методом прямого лазерного выращивания, находится на нижней границе значений, характерных для классических технологий обработки.

6. Результатом термической обработки, обеспечивающей формирование упрочняющей γ' -фазы (Ni_3Al) в структуре с сохранившимися столбчатыми построениями в образцах из сплава системы *Ni-Fe-Cr*, полученных с использованием аддитивной технологии, является двукратное увеличение прочностных характеристик и повышение в 1,5 раза ударной вязкости.

ГЛАВА 6 ПРАКТИЧЕСКОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

В диссертационной работе описаны закономерности структурно-фазовых превращений высоколегированных никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*, развивающихся при реализации аддитивного процесса по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала. Изучено их влияние на механические свойства полученных материалов.

Результаты структурных исследований, представленные в 3 главе работы, свидетельствуют о том, что послойная наплавка отмеченных материалов методом прямого лазерного выращивания позволяет формировать структуру, характеризующуюся минимальными показателями пористости и отсутствием трещин. Проведенные исследования позволяют сделать вывод о том, что структурно-фазовое состояние «многослойных» материалов, сформированных в процессе прямого лазерного выращивания, значительно отличается от материалов, полученных с использованием классических технологий. Результаты диссертационных исследований позволяют рекомендовать данную технологию для практического применения.

6.1 Преимущества никелевых сплавов

Одной из важных особенностей конструкционных материалов на основе никеля является их способность образовывать твердые растворы замещения со многими химическими элементами. Комплекс повышенных показателей механических свойств обусловлен не только свойствами самого никеля, но также присутствием ряда легирующих элементов, образующих стабильные и метастабильные соединения, которые определяют фазовый состав материалов. Отмеченное обстоятельство объясняет возможность создания ряда систем высоколегированных никелевых сплавов, упрочняющихся по твердорастворному и дисперсионному механизмам.

Рассмотренные в диссертационной работе никелевые сплавы на основе систем *Ni-Co-Cr*, *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Fe-Cr* характеризуются различным набором

основных и вспомогательных легирующих элементов. Основное упрочнение сплавов системы *Ni-Co-Cr* обеспечивают дисперсные частицы интерметаллидной γ' -фазы типа $Ni_3(Al,Ti)$. Материалы системы *Ni-Cr-Mo* упрочняются за счет формирования твердого раствора. Высокие механические свойства третьей системы *Ni-Fe-Cr*, характеризующейся высоким содержанием ниобия, обусловлены выделением интерметаллидной γ'' -фазы на основе соединения Ni_3Nb .

Благодаря комплексу повышенных механических свойств, обусловленных отмеченными выше механизмами упрочнения, никелевые сплавы находят широкое применение в авиационной и космической промышленности, где температура эксплуатации материалов может превышать 700 °C.

6.2 Преимущества аддитивной технологии, основанной на реализации метода прямого лазерного выращивания, при формировании деталей из никелевых сплавов

Широко используемые в современном машиностроении традиционные процессы получения конструкционных изделий зачастую не в состоянии удовлетворить требованиям, возникающим при выборе перспективных конструкторских решений. Анализируемый в работе аддитивный технологический процесс основан на формировании изделий по схеме прямого подвода энергии и порошкового материала в рабочую зону. Метод позволяет не только получать сложнопрофильные изделия, в том числе крупногабаритные (за один технологический цикл) в отличие от традиционных процессов, но и полностью исключить из производственного цикла соединительные (чаще всего сварочные) операции.

Однако прогнозирование структурно-фазового состава и механических свойств «многослойных» материалов, сформированных новыми аддитивными процессами, в том числе методом прямого лазерного выращивания, затруднительно. Как отмечалось ранее, при послойном формировании изделий фазовые преобразования развиваются не только при переходе «жидкость → твердое тело», но и в твердом состоянии за счет диффузии элементов в ходе многократно повторяющегося

нагрева материала. Твердофазные реакции, протекающие в никелевых сплавах, являются особо чувствительными к отмеченным особенностям (высоким скоростям охлаждения и термоциклированию), свойственным аддитивным процессам.

В ходе выполнения диссертационной работы было выявлено «окно» технологических режимов, позволяющих послойно наплавлять никелевые порошки (при учете среднего размера гранул 60–90 мкм) без возникновения трещин, свойственных сложнолегированным никелевым сплавам. Установлено, что лазерная наплавка с уровнем эффективной энергии от 16 Дж/мм² позволяет избежать формирование неслитин (дефектов, обусловленных неполным расплавлением исходного порошкового материала) в «многослойных» материалах, полученных в ходе прямого лазерного выращивания. Показано, что увеличение мощности лазерного излучения послойно сплавленных никелевых сплавов (с 250 до 1500 Вт) при шаге единичного слоя 0,04 мм сопровождается четырехкратным снижением пористости (с 3 до 0,7 %). На основе результатов глубоких исследований установлена корреляция между структурно-фазовым составом никелевых сплавов трех различных систем (*Ni-Co-Cr*, *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Fe-Cr*) и технологическими режимами аддитивного процесса прямого лазерного выращивания.

Апробация обоснованных в работе технических решений проведена в Институте теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН на наплавочно-сварочном комплексе, в состав которого входит многокоординатная «рука» и волоконный лазер АЛТК «Сибирь». Роботизированный комплекс функционирует по схеме локальной подачи лазерной энергии и порошкового материала в рабочую зону (рисунок 6.1). Многокоординатная «рука» оснащена волоконным CO_2 лазером максимальной мощностью 3000 Вт, работающим как в непрерывном, так и в импульсно-периодическом режиме, а также соплом, обеспечивающим локальную подачу исходного порошкового материала и защитного газа в зону расплава. Перемещение рабочего инструмента составляет 2,5 метра, что позволяет выполнять послойную наплавку и сварку крупногабаритных деталей сложной формы.



Рисунок 6.1 – Наплавочно-сварочный комплекс, оснащенный многокоординатной «рукой» и волоконным лазером АЛТК «Сибирь»

Обоснованные экспериментально технологические параметры, в том числе значения мощности лазерного излучения и геометрические характеристики наплавляемых слоев, позволили минимизировать количество дефектов строения материалов (пор) и предотвратить образование трещин при выращивании заготовок из никелевого сплава. Акт внедрения результатов приведен в Приложении А.

6.3 Внедрение результатов научной работы в учебный процесс

Результаты диссертационной работы используются в учебном процессе на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ при реализации образовательной программы бакалавриата по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов». Теоретические данные, полученные в ходе анализа работ, выполненных отечественными и зарубежными авторами по теме аддитивного производства, а также экспериментальные данные о структуре и свойствах наплавленных материалов используются в лекционных курсах и на практических занятиях при выполнении лабораторных работ по дисциплине «Технология конструкционных материалов». Рентгенограммы, полученные с использованием различных источников рентгеновского излучения, применяются при проведении практических

занятий по курсу «Физические методы исследования материалов». Акт использования результатов диссертации в учебном процессе представлен в Приложении Б.

Выводы по главе 6

1. «Многослойная» структура никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr* и *Ni-Fe-Cr*, сформированных аддитивным процессом прямого лазерного выращивания, характеризуются отсутствием трещин и малой пористостью, не превышающей 1,1 % при сплавлении исходных порошков с мощностью лазерного излучения ≥ 1300 Вт и шагом слоя 0,6 мм и ≥ 750 Вт при шаге слоя 0,04 мм. Отмеченные технологические режимы рекомендуется использовать при изготовлении деталей и элементов конструкций из порошкового материала со средним размером гранул исходного порошка 60–80 мкм.

2. Полученные в работе экспериментальные данные переданы в Институт теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН для разработки аддитивных технологических процессов с использованием сварочно-наплавочного технологического комплекса повышенной мощности АЛТК «Сибирь». На стадии апробации результатов, проведенных в работе исследований, подтверждены технические решения, способствующие минимизации дефектов в материалах, наплавленных по схеме локальной подачи лазерной энергии и порошкового никелевого сплава в рабочую зону.

3. Результаты теоретических и экспериментальных исследований применяются в учебном процессе при подготовке лекционных материалов и выполнении практических и лабораторных работ в курсах «Технология конструкционных материалов», «Физические методы исследования материалов» на кафедре материаловедения в машиностроении НГТУ при реализации образовательной программы бакалавриата по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов».

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Структура никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Co-Cr*, *Ni-Fe-Cr*, полученных по схеме прямой подачи энергии и порошкового материала с размером частиц 60–90 мкм в диапазоне эффективной энергии лазерного излучения 6,7–32 Дж/мм² характеризуется отсутствием дефектов в виде трещин. Уровень эффективной энергии до 13,3 Дж/мм² при шаге единичного слоя 0,04 мм недостаточен для полного плавления исходного порошкового материала. Структура материалов, соответствующая данному интервалу, характеризуется наличием множества неслитин. При наплавке заготовок из сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr* с шагом слоя 0,04 мм повышение эффективной энергии от 6,7 до 32 Дж/мм² сопровождается четырехкратным снижением пористости материалов (с 3 % до 0,7 %). Пористость никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированного с высотой единичного слоя 0,6 мм (при энергии 21,2–23,6 Дж/мм²), не превышает 1,1 %. Все полученные в процессе лазерной наплавки «многослойные» материалы характеризуются высоким уровнем когезионной прочности.

2. Экспериментально показано, что тип дендритных построений, формирующихся в ходе аддитивного процесса, тесно коррелирует с уровнем эффективной энергии лазерного излучения и высотой формируемого слоя. «Многослойная» структура никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, сформированная в процессе наплавки с шагом слоя 0,6 мм (21,2–23,6 Дж/мм²), характеризуется наличием прерывистых столбчатых кристаллов. Микроструктура каждого слоя содержит три зоны – зону столбчатых дендритов, зону сплавления и зону термического влияния.

3. Уменьшение шага слоя до 0,04 мм при наплавке сплавов систем *Ni-Cr-Mo* и *Ni-Co-Cr* (24–32 Дж/мм²) приводит к образованию ориентированных в направлении теплового потока протяженных столбчатых дендритов, проходящих через множество слоев. Угол разориентации дендритов при наплавке порошка в интервале 24–26,7 Дж/мм² составляет ~ 10 градусов. С ростом эффективной энергии лазерного луча до 32 Дж/мм² его величина уменьшается до ~ 7 градусов. При наплавке с энергией лазерного излучения в диапазоне 13,3–16 Дж/мм² в структуре

сплавов формируются разориентированные дендритные построения. Уровень эффективной энергии лазерного излучения менее $13,3 \text{ Дж/мм}^2$ не достаточен для полного расплавления гранул исходного материала, что способствует разнонаправленному росту дендритов от исходных частиц наплавляемого порошка.

4. Стандартная термическая обработка заготовок из никелевого сплава системы *Ni-Fe-Cr*, включающая отжиг при $980 \text{ }^\circ\text{C}$ и охлаждение на воздухе в сочетании с последующим двухступенчатым старением при $720 \text{ }^\circ\text{C}$ и $620 \text{ }^\circ\text{C}$ сопровождается образованием частиц γ' -фазы *Ni₃Al*. При этом рекристаллизации матричной фазы не происходит. Выделение упрочняющих γ' -частиц в объеме материала при сохранении его дендритной структуры приводит к двукратному увеличению прочностных характеристик и повышению ударной вязкости в 1,5 раза.

5. Экспериментально выявлены особенности формирования наноразмерных частиц упрочняющей γ' -фазы *Ni₃Al* при наплавке никелевого сплава системы *Ni-Co-Cr* с шагом слоя $0,04 \text{ мм}$ в диапазоне эффективной энергии лазерного излучения $12\text{--}32 \text{ Дж/мм}^2$. Показано, что максимально приближенная к кубу форма частиц γ' -фазы со средним размером 45 нм соответствует эффективной энергии на уровне 24 Дж/мм^2 . Округлые частицы размером $20\text{--}40 \text{ нм}$ выделяются при наплавке сплавов с уровнем энергии лазерного излучения $12\text{--}16 \text{ Дж/мм}^2$. Формирование частиц сферической формы при увеличении эффективной энергии до 32 Дж/мм^2 обусловлено выделением в междендритных пространствах большего количества первичных карбидов и перераспределением γ' -образующих элементов.

6. Методами просвечивающей электронной микроскопии и дифракции электронов на границах зерен сплава системы *Ni-Cr-Mo* зафиксировано формирование частиц δ -фазы пластинчатой морфологии. Длина отдельных частиц, выделившихся в процессе прямого лазерного выращивания при эффективной энергии лазерного излучения $6,7 \text{ Дж/мм}^2$, не превышает 200 нм . При наплавке с энергией $20\text{--}26,7 \text{ Дж/мм}^2$ длина пластин возрастает до $\sim 500 \text{ нм}$. Формирования выделений δ -фазы игольчатой морфологии, снижающих комплекс механических свойств материалов, не выявлено.

7. Показано, что одним из основных факторов, определяющих характер перераспределения элементов и конечную структуру сплава системы *Ni-Fe-Cr*, является процесс выделения устойчивых к высокотемпературному нагреву карбонитридов (*Nb,Ti*)*NC*, которые удерживают значительную долю ниобия, необходимого для формирования основной для данного сплава упрочняющей γ'' -фазы (*Ni₃Nb*).

8. Многочисленные границы дендритных построений, ориентированные перпендикулярно направлению распространения трещины, представляют собой эффективные структурные барьеры, приводящие к дополнительным затратам энергии, необходимой для разрушения материалов. На примере сплава системы *Ni-Fe-Cr* показано, что, в отличие от границ раздела смежных дендритов, границы раздела между последовательно наплавленными слоями не являются факторами, способствующими торможению трещин, развивающихся в условиях циклического и динамического нагружения.

9. Присутствие частиц γ' -фазы в термически обработанном сплаве системы *Ni-Fe-Cr*, полученном методом прямого лазерного выращивания, не приводит к формированию высоких локальных напряжений вблизи частиц фазы Лавеса и смежных с ними выделений δ -фазы. При встрече с указанными построениями магистральная трещина либо тормозится, либо продвигается в материале по механизму огибания препятствий.

10. Полученные в ходе выполнения диссертационной работы данные используются в лекционных курсах, практических и лабораторных работах при реализации образовательных программ бакалавриата по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» по дисциплинам «Технология конструкционных материалов» и «Физические методы исследования материалов». Экспериментальные данные, полученные при оценке структуры послойно наплавленных никелевых сплавов, переданы в Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН для практического использования при оптимизации технологических режимов аддитивного производства по схеме прямой подачи энергии (лазера) и порошкового материала.

Перспективы дальнейшей разработки темы

Представленные в диссертационной работе исследования послойно наплавленных никелевых сплавов систем *Ni-Cr-Mo*, *Ni-Fe-Cr* и *Ni-Co-Cr* свидетельствуют о существенном влиянии уровня эффективной энергии лазерного излучения и высоты (шага) наплаваемого слоя на структуру, формируемую в ходе аддитивного процесса методом прямого лазерного выращивания. Структура «многослойных» материалов, возникающая при величине шага слоя 0,04 мм в диапазоне эффективной энергии 13,3–16 Дж/мм², характеризуется присутствием разориентированных дендритных построений. Рост энергии до 24–32 Дж/мм² способствует формированию столбчатых кристаллов, непрерывно распространяющихся в пределах множества последовательных слоев. При дальнейшем развитии темы исследования планируется изучить влияние скорости сканирования (перемещения рабочего инструмента) на структуру и комплекс механических свойств никелевых сплавов, полученных с использованием аддитивного технологического процесса. Результаты экспериментальных исследований, полученные в диссертационной работе, могут быть полезны при изучении структурно-фазовых преобразований аналогичных «многослойных» материалов при формировании заготовок с применением аддитивных процессов по схеме синтеза объекта на подложке.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Galindo-Nava, E. I. *On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys* / E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, C. M. F. Rae // *Acta Materialia*. – 2015. – Vol. 98. – P. 377–390.
2. Thivillon, L. *Potential of direct metal deposition technology for manufacturing thick functionally graded coatings and parts for reactors components* / L. Thivillon, Ph. Bertrand, B. Laget, I. Smurov // *Journal of Nuclear Materials*. – 2009. – Vol. 385, iss. 2. – P. 236–241.
3. Симс, Ч. *Жаропрочные сплавы* [Текст] / Ч. Симс, В. Хагель; пер. с англ. Е. М. Савицкого. – Москва: Металлургия, 1976. – 568 с.
4. Sundararaman, M. *Precipitation of the δ -Ni₃Nb phase in two Nickel base superalloys* / M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee // *Metallurgical Transactions A*. – 1998. – Vol. 19A. – P. 453–465.
5. Tawancy, H. M. *Long-term ageing characteristics of some commercial nickel-chromium-molybdenum alloys* / H. M. Tawancy // *Journal of materials science*. – 1981. – Vol. 16. – iss. 10. – P. 2883–2889.
6. Xu, Zh. *The effect of silicon on precipitation and decomposition behaviors of M₆C carbide in a Ni-Mo-Cr superalloy* / Zh. Xu, L. Jiang, J. Dong, Zh. Li, X. Zhou // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2015. – Vol. 620. – P. 197–203.
7. Shankar, V. *Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy* / V. Shankar, K. B. S. Rao, S. L. Mannan // *Journal of nuclear materials*. – 2001. – Vol. 288. – iss. 2–3. – P. 222–232.
8. Pai, H. C. *A comparison of the precipitation kinetics of γ'' particles in virgin and re-solutioned Alloy 625* / H. C. Pai, M. Sundararaman // *Proceedings of the international symposium on Superalloys*. – 2005. – Vol. 718. – P. 625–706.
9. Rai, S. K. *Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements* / S. K. Rai, A. Kumar, V. Shankar, T. Jayakumar, K. B. Rao, B. Raj // *Scripta materialia*. – 2004. – Vol. 51. – iss. 1. – P. 59–63.

10. Floreen, S. *The metallurgy of alloy 625* / S. Floreen, G. E. Fuchs, W. J. Yang // *Superalloys*. – 1994. – Vol. 718. – iss. 625. – P. 13–37.
11. Sun, R. *Microstructure, element segregation and performance of Inconel 625 metal layer deposited by laser assisted ultra-high frequency induction deposition* / R. Sun, Y. Shi, Y. Yang, X. Wang, X. Zhou // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. – Vol. 405. – P. 126715.
12. Lippold, J. C. *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys [Text]* / J. C. Lippold, S. D. Kiser, J. N. DuPont. – New York: John Wiley & Sons, 2011. – 431 p.
13. Smith, G. D. *The role of niobium in wrought precipitation-hardened nickel-base alloys* / G. D. Smith, S. J. Patel // *Superalloys*. – 2005. – Vol. 718. – P. 625–706.
14. Hu, R. *Precipitation behavior of grain boundary $M_{23}C_6$ and its effect on tensile properties of Ni-Cr-W based superalloy* / R. Hu, G. Bai, J. Li, J. Zhang, T. Zhang, H. Fu // *Materials Science and Engineering: A*. – 2012. – Vol. 548. – P. 83–88.
15. Колачев, Б. А. *Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов [Текст]* / Б. А. Колачев, В. И. Елагин, В. А. Ливанов. – 3-е изд., перераб. и доп. – Москва: МИСиС, 1999. – 416 с.
16. Carter, L. N. *Laser powder bed fabrication of nickel-base superalloys: influence of parameters; characterisation, quantification and mitigation of cracking* / L. N. Carter, M. M. Attallah, R. C. Reed // *Superalloys*. – 2012. – Vol. 2012. – iss. 6. – P. 2826–2834.
17. Anoshkin, N.F. *The Development of Process for the Production of Finished Goods from Granulated Heat-Resistant Alloys with a Nickel base by High Temperature Iso-static Pressing* / N.F. Anoshkin // *Metallurgical Science and the Treatment of Titanium and Heat Resistant Alloys*. – 1991. – P. 313.
18. Артамонов, М. А. *Исследование испытанных на малоцикловую усталость цилиндрических образцов из никелевого сплава ЭП741НП для определения параметров Периса и периода зарождения трещины* / М.А. Артамонов, Д.В. Немцев, В.Э. Меденцов, В.С. Соловьев // *Вестник Пермского национального*

исследовательского политехнического университета. Аэрокосмическая техника. – 2019. – №. 56. – С. 103–113.

19. Ricks, R. A. *The growth of γ' precipitates in nickel-base superalloys* / R. A. Ricks, A. J. Porter, R. C. Eob // *Acta Metallurgica*. – 1983. – Vol. 31. – iss. 1. – P. 43–53.

20. Ojo, O. A. *Heat-affected zone cracking in welded nickel superalloys* / O. A. Ojo, N. L. Richards // *Welding and Joining of Aerospace Materials*. – Sawston: Woodhead Publishing, 2012. – P. 142–177.

21. Nathal, M. V. *The influence of cobalt, tantalum, and tungsten on the microstructure of single crystal nickel-base superalloys* / M. V. Nathal, L. J. Ebert // *Metallurgical Transactions A*. – 1985. – Vol. 16. – iss. 10. – P. 1849–1862.

22. Pollock, T. M. *Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties* / T. M. Pollock, S. Tin // *Journal of propulsion and power*. – 2006. – Vol. 22. – iss. 2. – P. 361–374.

23. Seo, S. M. *A comparative study of the γ/γ' eutectic evolution during the solidification of Ni-base superalloys* / S. M. Seo, J. H. Lee, Y. S. Yoo, C. Y. Jo, H. Miyahara // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2011. – Vol. 42. – iss. 10. – P. 3150–3159.

24. Oblak, J. M. *Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO_{22} γ' precipitates* / J. M. Oblak, D. F. Paulonis, D. S. Duvall // *Metallurgical Transactions*. – 1974. – Vol. 5. – iss. 1. – P. 143–153.

25. Çam, G. *Progress in joining of advanced materials: part 1: solid state joining, fusion joining, and joining of intermetallics* / G. Çam, M. Koçak // *Science and Technology of Welding and Joining*. – 1998. – Vol. 3. – iss. 3. – P. 105–126.

26. Alam, T. *Precipitation and clustering in the early stages of ageing in Inconel 718* / T. Alam, M. Chaturvedi, S. P. Ringer, J. M. Cairney // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – Vol. 527. – iss. 29–30. – P. 7770–7774.

27. Cozar, R. *Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of inconel 718 type alloys* / R. Cozar, A. Pineau // *Metallurgical Transactions*. – 1973. – Vol. 4. – iss. 1. – P. 47–59.

28. Richards, N. L. Heat affected zone cracking in cast Inconel 718 / N. L. Richards, X. Huang, M. C. Chaturvedi // *Materials characterization*. – 1992. – Vol. 28. – iss. 4. – P. 179–187.
29. Theska, F. Atom probe microscopy of strengthening effects in Alloy 718 / F. Theska, S. P. Ringer, S. Primig // *Microscopy and Microanalysis*. – 2019. – Vol. 25. – iss. 2. – P. 470–480.
30. Whitmore, L. Transmission electron microscopy of single and double aged 718Plus superalloy / L. Whitmore, H. Leitner, E. Povoden-Karadeniz // *Materials Science and Engineering: A*. – 2012. – Vol. 534. – P. 413–423.
31. Detor, A. J. Enabling large superalloy parts using compact coprecipitation of γ' and γ'' / A. J. Detor, R. Di. Domizio, R. Sharghi-Moshtaghin // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2018. – Vol. 49. – iss. 3. – P. 708–717.
32. Xie, H. Investigation on the Laves phase formation during laser cladding of IN718 alloy by CA-FE / H. Xie, K. Yang, F. Li, C. Sun, Z. Yu // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2020. – Vol. 52. – P. 132–144.
33. Cao, W. D. Role of chemistry in 718-type alloys—Allvac 718Plus alloy development / W. D. Cao, R. Kennedy // *Superalloys 2004*. – 2004. – P. 91–99.
34. Antonsson, T. The effect of cooling rate on the solidification of Inconel 718 / T. Antonsson, H. Fredriksson // *Metallurgical and Materials Transactions B*. – 2005. – Vol. 36. – iss. 1. – P. 85–96.
35. Lingenfelter, A. Welding of Inconel alloy 718: A historical overview / A. Lingenfelter // *Superalloy*. – 1989. – Vol. 718. – P. 673–683.
36. Nembach, E. Precipitation hardening of superalloys by ordered γ' -particles / E. Nembach, G. Neite // *Progress in Materials Science*. – 1985. – Vol. 29. – iss. 3. – P. 177–319.
37. Шалин, Р.Е. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов [Текст] / Р.Е. Шалин, И.Л. Светлов, Е. Б. Качанов и др. – Москва: Машиностроение, 1997. – 336 с.
38. Fleischer, R. L. Substitutional solution hardening / R. L. Fleischer // *Acta metallurgica*. – 1963. – Vol. 11. – iss. 3. – P. 203–209.

39. *Fleischer, R. L. Solution hardening / R. L. Fleischer // Acta metallurgica. – 1961. – Vol. 9. – iss. 11. – P. 996–1000.*
40. *Goodfellow, A. J. Strengthening mechanisms in polycrystalline nickel-based superalloys / A. J. Goodfellow // Materials Science and Technology. – 2018. – Vol. 34. – iss. 15. – P. 1793–1808.*
41. *Whitmore, L. Transmission electron microscopy of single and double aged 718Plus superalloy / L. Whitmore, H. Leitner, E. Povoden-Karadeniz // Materials Science and Engineering: A. – 2012. – Vol. 534. – P. 413–423.*
42. Каблов, Е. Н. Физико–химические и технологические особенности создания жаропрочных сплавов, содержащих рений / Е. Н. Каблов // Вестник Московского университета. Серия 2. Химия. – 2005. – Т. 46, № 3. – С. 155–167.
43. Петрушин, Н. В. Исследование влияния размерного несоответствия периодов решеток γ - и γ' -фаз на характеристики жаропрочности дисперсионно–твердеющих никелевых сплавов / Н. В. Петрушин, И. А. Игнатова, А. В. Логунов, А. И. Самойлов, И. М. Разумовский // Металлы. – 1981. – № 6. – С. 153–159.
44. *Reed, R. C. The superalloys: fundamentals and applications / R. C. Reed. – Cambridge: Cambridge university press, 2008. – 363 p.*
45. *Nabarro, F. R. N. Rafting in superalloys / F. R. N. Nabarro // Metallurgical and Materials transactions A. – 1996. – Vol. 27. – iss. 3. – P. 513–530.*
46. *Radis, R. Evolution of Size and Morphology of gamma' precipitates in Udimet 720 Li during Continuous Cooling / R. Radis, M. Schaffer, M. Albu, G. Kothleitner // Superalloys 2008. – The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 2008. – P. 829–836.*
47. *Gaofeng, T. Cooling γ' precipitation behavior and strengthening in powder metallurgy superalloy FGH4096 / T. Gaofeng, J. Chengchang, W. Yin, L. Guoquan, H. Benfu // Rare Metals. – 2008. – Vol. 27. – iss. 4. – P. 410–417.*
48. *Babu, S. S. Characterization of the microstructure evolution in a nickel base superalloy during continuous cooling conditions / S. S. Babu, M. K. Miller, J. M. Vitek, S. A. David // Acta Materialia. – 2001. – Vol. 49. – iss. 20. – P. 4149–4160.*

49. *Alekseev, A. V. Modeling of the formation process of the coherent intermetallics in nickel alloys during laser treatment / A. V. Alekseev, E. A. Valdaytseva, V. L. Aleksandrov // Key Engineering Materials. – 2019. – Vol. 822. – P. 438–444.*
50. *Conley, J. G. Effect of lattice disregistry variation on the late stage phase transformation behavior of precipitates in Ni-Al-Mo alloys / J. G. Conley, M. E. Fine, J. R. Weertman // Acta Metallurgica. – 1989. – Vol. 37. – iss. 4. – P. 1251–1263.*
51. Кишкин, С. Т. Литейные жаропрочные сплавы на никелевой основе [Текст] / С. Т. Кишкин, Г. Б. Строганов, А. В. Логунов. – Москва: Машиностроение, 1987. – 116 с.
52. Гольдштейн, М.И. Дисперсионное упрочнение стали / М.И. Гольдштейн, В.М. Фарбер. – Москва: Metallurgia, 1979. – 208 с.
53. *Rao, S. I. Discrete dislocation simulations of precipitation hardening in superalloys / S. I. Rao, T. A. Parthasarathy, D. M. Dimiduk // Philosophical Magazine. – 2004. – Vol. 84. – iss. 30. – P. 3195–3215.*
54. *Jackson, M. P. Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties / M. P. Jackson, R. C. Reed // Materials Science and Engineering: A. – 1999. – Vol. 259. – iss. 1. – P. 85–97.*
55. *Xia, P. C. Influence of Heat Treatment on γ Phase and Property of a Directionally Solidified Superalloy / P. C. Xia, K. Xie, H. Z. Cui, J. J. Yu // High Temperature Materials and Processes. – 2018. – Vol. 37. – iss. 3. – P. 271–276.*
56. *Caron, P. Improvement of creep strength in a nickel-base single-crystal superalloy by heat treatment / P. Caron, T. Khan // Materials Science and Engineering. – 1983. – Vol. 61. – iss. 2. – P. 173–184.*
57. Новиков, И.И. Кристаллография и дефекты кристаллической решетки / И.И. Новиков, К.М. Розин. – Москва: Metallurgia, 1990. — 336 с.
58. *Brunetti, G. Determination of γ - γ' lattice misfit in a single-crystal nickel-based superalloy using convergent beam electron diffraction aided by finite element calculations / G. Brunetti, A. Settefrati, A. Hazotte, S. Denis // Micron. – 2012. – Vol. 43. – iss. 2–3. – P. 396–406.*

59. Altincekic, A. *Precipitate rafting in a polycrystalline superalloy during compression creep* / A. Altincekic, E. Balikci // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2014. – Vol. 45. – iss. 13. – P. 5923–5936.
60. Van Sluytman, J. S. *Optimal precipitate shapes in nickel-base γ - γ' alloys* / J. S. Van Sluytman, T. M. Pollock // *Acta Materialia*. – 2012. – Vol. 60. – iss. 4. – P. 1771–1783.
61. Wang-Koh, Y. M. *Understanding the yield behaviour of L_{12} -ordered alloys* / Y. M. Wang-Koh // *Materials Science and Technology*. – 2017. – Vol. 33. – iss. 8. – P. 934–943.
62. Петрушин, Н. В. Исследование влияния размерного несоответствия периодов кристаллических решеток γ -и γ' -фаз на характеристики жаропрочности дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов / Н. В. Петрушин, И. А. Игнатова, А. В. Логунов // *Металлы*. – 1981. – №. 6. – С. 153–159.
63. Preuss, M. *The effect of γ' particle size on the deformation mechanism in an advanced polycrystalline nickel-base superalloy* / M. Preuss, J. Q. da Fonseca, B. Grant, E. Knoche, R. Moat // *Superalloys*. – 2008. – Vol. 11. – P. 405–414.
64. Charpagne, M. A. *Evidence of multimetric coherent γ' precipitates in a hot-forged γ - γ' nickel-based superalloy* / M. A. Charpagne, P. Vennegues, T. Billot // *Journal of microscopy*. – 2016. – Vol. 263. – iss. 1. – P. 106–112.
65. Brown, L. M. *The loss of coherency of precipitates and the generation of dislocations* / L. M. Brown, G. R. Woolhouse // *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*. – 1970. – Vol. 21. – iss. 170. – P. 329–345.
66. Zhang, J. X. *The influence of interfacial dislocation arrangements in a fourth generation single crystal TMS-138 superalloy on creep properties* / J. X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, H. Harada // *Journal of materials science*. – 2003. – Vol. 38. – iss. 24. – P. 4883–4888.
67. Zhang, J. X. *The effect of lattice misfit on the dislocation motion in superalloys during high-temperature low-stress creep* / J. X. Zhang, J. C. Wang, H. Harada, Y. Koizumi // *Acta materialia*. – 2005. – Vol. 53. – iss. 17. – P. 4623–4633.

68. Kusabiraki, K. *Lattice Constants of γ and γ'' Phases and γ''/γ lattice Mismatches in a Ni-15Cr-8Fe-6Nb Alloy* / K. Kusabiraki, I. Hayakawa, S. Ikeuchi, T. Ooka // *ISIJ International*. – 1996. – Vol. 36. – iss. 3. – P. 310–316.
69. Smith, G. D. *The role of niobium in wrought precipitation-hardened nickel-base alloys* / G. D. Smith, S. J. Patel // *Superalloys*. – 2005. – Vol. 718. – P. 625–706.
70. Tian, Y. *Rationalization of microstructure heterogeneity in INCONEL 718 builds made by the direct laser additive manufacturing process* / Y. Tian, D. McAllister, H. Colijn, M. Mills, D. Farson // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2014. – Vol. 45. – iss. 10. – P. 4470–4483.
71. Chaturvedi, M. C. *Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy* / M. C. Chaturvedi, Y. Han // *Metal science*. – 1983. – Vol. 17. – iss. 3. – P. 145–149.
72. Li, R. B. *Isolation and determination for δ , γ' and γ'' phases in Inconel 718 alloy* / R. B. Li, M. Yao, W. C. Liu, X. C. He // *Scripta Materialia*. – 2002. – Vol. 46. – iss. 9. – P. 635–638.
73. Suave, L. M. *Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625: impact of temperature and forming process* / L. M. Suave, J. Cormier, P. Villechaise, A. Soula // *Metallurgical and materials transactions A*. – 2014. – Vol. 45. – iss. 7. – P. 2963–2982.
74. Sundararaman, M. *Precipitation of an intermetallic phase with Pt 2 Mo-type structure in alloy 625* / M. Sundararaman, L. Kumar, G. E. Prasad // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 1999. – Vol. 30. – iss. 1. – P. 41–52.
75. Zhang, Y. *Effect of heat treatment on niobium segregation of laser-cladded IN718 alloy coating* / Y. Zhang, Z. Li, P. Nie, Y. Wu // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2013. – Vol. 44. – iss. 2. – P. 708–716.
76. Sui, S. *The failure mechanism of 50% laser additive manufactured Inconel 718 and the deformation behavior of Laves phases during a tensile process* / S. Sui, J. Chen, X. Ming, S. Zhang, X. Lin // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2017. – Vol. 91. – iss. 5. – P. 2733–2740.

77. DuPont, J. N. *Solidification of Nb-bearing superalloys: Part I. Reaction sequences* / J. N. DuPont, M. R. Notis, A. R. Marder, C. V. Robino // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 1998. – Vol. 29. – iss. 11. – P. 2785–2796.
78. Knorovsky, G. A. *Inconel 718: a solidification diagram* / G. A. Knorovsky, M. J. Cieslak, T. J. Headley // *Metallurgical transactions A*. – 1989. – Vol. 20. – iss. 10. – P. 2149–2158.
79. Stevens, E. L. *Variation of hardness, microstructure, and Laves phase distribution in direct laser deposited alloy 718 cuboids* / E. L. Stevens, J. Toman, A. C. To, M. Chmielus // *Materials & design*. – 2017. – Vol. 119. – P. 188–198.
80. Janaki Ram, G. D. *Control of Laves phase in Inconel 718 GTA welds with current pulsing* / G. D. Janaki Ram, A. Venugopal Reddy // *Science and technology of welding and joining*. – 2004. – Vol. 9. – iss. 5. – P. 390–398.
81. Schirra, J. J. *The Effect of Laves phase on the mechanical properties* / J. J. Schirra, R. H. Caless, R. W. Hatala // *The Minerals, Metals & Materials Society*. – P. 375–388.
82. Xie, H. *Investigation on the Laves phase formation during laser cladding of IN718 alloy by CA-FE* / H. Xie, K Yang, F. Li, C. Sun, Z. Yu // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2020. – Vol. 52. – P. 132–144.
83. Xiao, H. *Laves phase control of Inconel 718 alloy using quasi-continuous-wave laser additive manufacturing* / H. Xiao, S. Li, X. Han, J. Mazumder, L. Song // *Materials & Design*. – 2017. – Vol. 122. – P. 330–339.
84. Sui, S. *The influence of Laves phases on the room temperature tensile properties of Inconel 718 fabricated by powder feeding laser additive manufacturing* / S. Sui, H. Tan, J. Chen, C. Zhong, Z. Li, W. Fan, A. Gasser // *Acta Materialia*. – 2019. – Vol. 164. – P. 413–427.
85. Xiao, H. *Enhancing mechanical properties of quasi-continuous-wave laser additive manufactured Inconel 718 through controlling the niobium-rich precipitates* / H. Xiao, P. Xie, M. Cheng, L. Song // *Additive Manufacturing*. – 2020. – Vol. 34. – P. 101278.

86. Kirman, I. *The precipitation of Ni₃Nb phases in a Ni-Fe-Cr-Nb alloy* / I. Kirman, D. H. Warrington // *Metallurgical Transactions*. – 1970. – Vol. 1. – iss. 10. – P. 2667–2675.
87. Parimi, L. L. *Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718* / L. L. Parimi, G. A. Ravi, D. Clark, M. M. Attallah // *Materials Characterization*. – 2014. – Vol. 89. – P. 102–111.
88. Sui, S. *Microstructures and stress rupture properties of pulse laser repaired Inconel 718 superalloy after different heat treatments* / S. Sui, J. Chen, L. Ma, W. Fan, H. Tan, F. Liu // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2019. – Vol. 770. – P. 125–135.
89. Huang, Y. *The evolution of delta-phase in a superplastic Inconel 718 alloy* / Y. Huang, T. G. Langdon // *Journal of materials science*. – 2007. – Vol. 42. – iss. 2. – P. 421–427.
90. Dehmas, M. *TEM study of high-temperature precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy* / M. Dehmas, J. Lacaze, A. Niang, B. Viguier // *Advances in materials science and engineering*. – 2011. – Vol. 2011. – P. 1–9.
91. Lin, Y. C. *Effects of Initial δ Phase on Creep Behaviors and Fracture Characteristics of a Nickel-Based Superalloy* / Y. C. Lin, L. X. Yin, S. C. Luo, D. G. He // *Advanced Engineering Materials*. – 2018. – Vol. 20. – iss. 4. – P. 1700820.
92. Sundararaman, M. *Precipitation of the δ -Ni₃Nb phase in two Nickel base superalloys* / M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee // *Metallurgical transactions A*. – 1988. – Vol. 19. – iss. 3. – P. 453–465.
93. Gribbin, S. *Role of grain structure, grain boundaries, crystallographic texture, precipitates, and porosity on fatigue behavior of Inconel 718 at room and elevated temperatures* / S. Gribbin, S. Ghorbanpour, N. C. Ferreri, J. Bicknell // *Materials Characterization*. – 2019. – Vol. 149. – P. 184–197.
94. Chen, W. *Dependence of creep fracture of Inconel 718 on grain boundary precipitates* / W. Chen, M. C. Chaturvedi // *Acta Materialia*. – 1997. – Vol. 45. – Vol. 7. – P. 2735–2746.
95. *ASM specialty handbook: Nickel, cobalt, and their alloys [Text]*. / ed. J. R. Davis. – Ohio: ASM international, 2000. – 422 p.

96. Гуляев, А. П. *Металловедение: учебник для вузов* / А. П. Гуляев. – 6-е изд. перераб. и доп. – Москва: Металлургия, 1986. – 544 с.
97. *Jackman, L. The influence of reduced carbon on alloy 718* / L. Jackman, M. Boldy, A. Coffey // *Superalloys*. – 1991. – Vol. 718. – iss. 625. – P. 261–270.
98. *Beattie, H. J. Intragranular precipitation of intermetallic compounds in complex Austenitic alloys* / H. J. Beattie, W. C. Hagel // *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*. – 1961. – Vol. 221. – iss. 1. – P. 28–35.
99. *Kvapilova, M. Creep behaviour and life assessment of a cast nickel–base superalloy MAR–M247* / M. Kvapilova, J. Dvorak, P. Kral, K. Hrbacek // *High Temperature Materials and Processes*. – 2019. – Vol. 38. – iss. 2019. – P. 590–600.
100. *Szczotok, A. Quantitative evaluation of carbides in nickel-base superalloy MAR-M247* / A. Szczotok // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – IOP Publishing, 2011. – Vol. 22. – iss. 1. – P. 012007.
101. Масайло, Д. В. Аддитивное производство деталей и узлов ГТД [Текст] / Д. В. Масайло / А.А. Попович, В.Ш. Суфияров и др. // *Современные проблемы металловедения*. – Москва, 2016. – С. 85-94.
102. *Versnyder, F. I. The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification* / F. I. Versnyder, M. E. Shank // *Materials Science and Engineering*. – 1970. – Vol. 6. – Iss. 4. – P. 213–247.
103. Гарибов, Г. С. Теория кристаллизации и технология гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов / Г. С. Гарибов // *Технология легких сплавов*. – 2016. – №. 1. – С. 107–118.
104. Бондаренко, Ю.А. Влияние условий направленной кристаллизации на структуру деталей типа лопатки ГТД / Ю.А. Бондаренко, А.Б. Ечин, В.А. Сурова, А.Р. Нарский // *Литейное производство*. – 2012. – №.7. – С. 14–16.
105. *Mohd Yusuf, S. The impact of metal additive manufacturing on the aerospace industry* / S. Mohd Yusuf, S. Cutler, N. Gao // *Metals*. – 2019. – Vol. 9. – Iss. 12. – P. 1286.
106. *Henderson, M. Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications* / M. B. Henderson, D. Arrell, R. Larsson // *Science and technology of welding and joining*. – 2004. – Vol. 9. – iss. 1. – P. 13–21.

107. Yang, J. *Effects of heat treatments on the microstructure of IN792 alloy* / J. Yang, Q. Zheng, H. Zhang, X. Sun, H. Guan // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – Vol. 527. – iss. 4–5. – P. 1016–1021.
108. Huebner, J. *Grain-boundary interaction between Inconel 625 and WC during laser metal deposition* / J. Huebner, D. Kata, P. Rutkowski, P. Petrzak, J. Kusiński // *Materials*. – 2018. – Vol. 11. – Iss. 10. – P. 1797.
109. DebRoy, T. et al. *Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties* / T. DebRoy, H. L. Wei, J. S. Zuback, T. Mukherjee // *Progress in Materials Science*. – 2018. – Vol. 92. – P. 112–224.
110. Turichin, G. A. *Technological possibilities of laser cladding with the help of powerful fiber lasers* / G. A. Turichin, E. V. Zemlyakov, E. Y. Pozdeeva // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2012. – Vol. 54. – iss. 3. – P. 139–144.
111. Gouge, M. *An introduction to additive manufacturing processes and their modeling challenges* / M. Gouge, P. Michaleris // *Thermo-mechanical modeling of additive manufacturing*. – Butterworth–Heinemann, 2018. – P. 3–18.
112. Yadroitsev, I. *Application of laser assisted technologies for fabrication of functionally graded coatings and objects for the International Thermonuclear Experimental Reactor components* / I. Yadroitsev, P. Bertrand, B. Laget, I. Smurov // *Journal of nuclear materials*. – 2007. – Vol. 362. – iss. 2–3. – P. 189–196.
113. Gandini, E. *Advances in gas turbine blade repair by laser welding* / E. Gandini, F. Agnesone, F. Taricco, L. Arrighi // *Turbo Expo: Power for Land, Sea, and Air*. – American Society of Mechanical Engineers, 1997. – Vol. 78712. – P. 1–6.
114. Thompson, S. M. *An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics* / N. Shamsaei, A. Yadollahi, L. Bian, S. M. Thompson // *Additive Manufacturing*. – 2015. – Vol. 8. – P. 36–62.
115. Watson, J. K. *A decision-support model for selecting additive manufacturing versus subtractive manufacturing based on energy consumption* / J. K. Watson, K. M. B. Taminger // *Journal of Cleaner Production*. – 2018. – Vol. 176. – P. 1316–1322.

116. *Ngo, T. D. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges / T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Q. Nguyen // Composites Part B: Engineering. – 2018. – Vol. 143. – P. 172–196.*
117. *ASTM F2792 Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies.*
118. ГОСТ Р 57558-2017 Аддитивные технологические процессы. Базовые принципы. Часть 1. Термины и определения = *Additive manufacturing processes. General principles. Part 1. Terminology*: национальный стандарт Российской Федерации: утв. и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2017 г. № 752-ст: введен 2017.12.01. – Москва: Стандартинформ, 2017. – 16 с. – Текст: непосредственный.
119. *Frazier, W. E. Metal additive manufacturing: a review / W. E. Frazier // Journal of Materials Engineering and performance. – 2014. – T. 23. – №. 6. – P. 1917–1928.*
120. ГОСТ Р 57556-2017 Материалы для аддитивных технологических процессов. Методы контроля и испытаний = *Materials for additive process. Control and tests methods*: национальный стандарт Российской Федерации: утв. и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2017 г. № 748-ст: введен 2017.12.01. – Москва: Стандартинформ, 2017. – 12 с. – Текст: непосредственный.
121. *Zhang, L. C. et al. Additive manufacturing of titanium alloys by electron beam melting: a review / W. E. Frazier // Advanced Engineering Materials. – 2018. – Vol. 20. – iss. 5. – P. 1700842.*
122. *Murr, L. E. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies / L. E. Murr, S. M. Gaytan, D. A. Ramirez, E. Martinez // Journal of Materials Science & Technology. – 2012. – Vol. 28. – iss. 1. – P. 1–14.*
123. Смуров, И. Ю. Экспериментальное аддитивное прямое производство с помощью лазера [Текст] / И. Ю. Смуров, И. А. Мовчан, И. А. Ядройцев и др. // Вестник МГТУ СТАНКИН. – 2012. №. 2. С. 48–50.
124. *Herderick, E. Additive manufacturing of metals: A review / E. Herderick // Mater. Sci. Technol. – 2011. – Vol. 2. – P. 1413–1425.*

125. Campanelli, S. L. *Preliminary investigation on hybrid welding of selective laser molten parts* / S. L. Campanelli, G. Casalino, N. Contuzzi, A. Angelastro, A. D. Ludovico // *International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics. – Laser Institute of America.* – 2011. – Vol. 2011. – iss. 1. – P. 652–660.
126. Gladush, G. *Physics of laser materials processing: Theory and experiment* / G. G. Gladush, I. Smurov // *Springer Series in Materials Science.* – 2011. Vol. 146 – P. 534.
127. Pereira, T. *A comparison of traditional manufacturing vs additive manufacturing, the best method for the job* / T. Pereira, J. V. Kennedy, J. Potgieter // *Procedia manufacturing.* – 2019. – Vol. 30. – P. 11–18.
128. Santos, E. C. *Rapid manufacturing of metal components by laser forming* / E. C. Santos, M. Shiomi, K. Osakada, T. Laoui // *International Journal of Machine Tools and Manufacture.* – 2006. – Vol. 46. – iss. 12–13. – P. 1459–1468.
129. Туричин, Г. Технологические основы высокоскоростного прямого лазерного выращивания изделий методом гетерофазной порошковой металлургии / Г. Туричин, О. Климова, Е. Земляков, К. Бабкин // *Фотоника.* – 2015. – №. 4. – С. 68–83.
130. Jung, H. *Columnar to equiaxed transition during directional solidification in refined Al-based alloys* / H. Jung, N. Mangelinck-Noël, H. Nguyen-Thi, B. Billia // *Journal of Alloys and Compounds.* – 2009. – Vol. 484. – iss. 1–2. – P. 739–746.
131. Gäumann, M. *Epitaxial laser metal forming: analysis of microstructure formation* / M. Gäumann, S. Henry, F. Cleton, J. D. Wagniere // *Materials Science and Engineering: A.* – 1999. – Vol. 271. – iss. 1–2. – P. 232–241.
132. Wang, L. *Thermal modeling and experimental validation in the LENS™ process* / L. Wang, S. D. Felicelli, J. E. Craig // *2007 International Solid Freeform Fabrication Symposium.* – 2007. – P. 100–111.
133. Сухов, Д. И. Исследование параметров шероховатости поверхностного слоя и точности изготовления изделий аддитивного производства / Д. И. Сухов, С. В. Неруш, С. В. Беляков // *Известия высших учебных заведений. Машиностроение.* – 2017. – №. 9 (690). – С. 73–83.

134. Shim, D. S. *Effect of layer thickness setting on deposition characteristics in direct energy deposition (DED) process* / D. S. Shim, G. Y. Baek, J. S. Seo, G. Y. Shin, K. P. Kim // *Optics & Laser Technology*. – 2016. – Vol. 86. – P. 69–78.
135. Wei, H. L. *Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy* / H. L. Wei, J. W. Elmer, T. DebRoy // *Acta Materialia*. – 2016. – Vol. 115. – P. 123–131.
136. Holesinger, T. G. *Characterization of an aluminum alloy hemispherical shell fabricated via direct metal laser melting* / T. G. Holesinger, J. S. Carpenter, T. J. Lienert, B. M. Patterson // *Jom*. – 2016. – Vol. 68. – iss. 3. – P. 1000–1011.
137. Dinda, G. P. *Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability* / G. P. Dinda, A. K. Dasgupta, J. Mazumder // *Materials Science and Engineering: A*. – 2009. – Vol. 509. – iss. 1–2. – P. 98–104.
138. Туричин, Г.А. Прямое лазерное выращивание — перспективная аддитивная технология для авиадвигателестроения / Г. А. Туричин, Е. В. Земляков, О. Г. Климова, К. Д. Бабкин, Ф. А. Шамрай, Д. Ю. Колодяжный // *Сварка и Диагностика*. – 2015. – № 3. – С. 54–57.
139. Логачева, А. И. Аддитивные технологии производства ответственных изделий из металлов и сплавов (обзор) / А. И. Логачева, Ж. А. Сентюрина, И. А. Логачев // *Перспективные материалы*. – 2015. – № 5. – С. 5–15.
140. Utyaganova, V. *Characterization of AA7075/AA5356 gradient transition zone in an electron beam wire-feed additive manufactured sample* / V. Utyaganova, A. Filippov, S. Tarasov, N. Shamarin, D. Gurianov // *Materials Characterization*. – 2021. – Vol. 172. – P. 110867.
141. Popovich, V. A. *Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties* / V. A. Popovich, E. V. Borisov, A. A. Popovich, V. S. Sufiiarov // *Materials & Design*. – 2017. – Vol. 114. – P. 441–449.

142. *Belan, J. Study of advanced materials for aircraft jet engines using quantitative metallography / J. Belan // Recent Advances in Aircraft Technology, IN-TECH-Open Access publisher of Scientific Books and Journals, Croatia. – 2012. – P. 49–74.*
143. *David, S. A. Welding: Solidification and microstructure / S. A. David, S. S. Babu, J. M. Vitek // Jom. – 2003. – Vol. 55. – iss. 6. – P. 14–20.*
144. *Utyaganova, V. R. Controlling the porosity using exponential decay heat input regimes during electron beam wire-feed additive manufacturing of Al-Mg alloy / V. R. Utyaganova, A. V. Filippov, N. N. Shamarin // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2020. – Vol. 108. – iss. 9. – P. 2823–2838.*
145. *Carroll, B. E. Functionally graded material of 304L stainless steel and inconel 625 fabricated by directed energy deposition: Characterization and thermodynamic modeling / B. E. Carroll, R. A. Otis, J. P. Borgonia, J. Suh, R. P. Dillon // Acta Materialia. – 2016. – Vol. 108. – P. 46–54.*
146. *Zheng, B. Thermal behavior and microstructure evolution during laser deposition with laser-engineered net shaping: part II. Experimental investigation and discussion / B. Zheng, Y. Zhou, J. E. Smugeresky // Metallurgical and materials transactions A. – 2008. – Vol. 39. – iss. 9. – P. 2237–2245.*
147. *Thijs, L. Strong morphological and crystallographic texture and resulting yield strength anisotropy in selective laser melted tantalum / L. Thijs, M. L. M. Sistiaga, R. Wauthle, Q. Xie, J. P. Kruth // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – iss. 12. – P. 4657–4668.*
148. *Li, S. Microstructure characteristics of Inconel 625 superalloy manufactured by selective laser melting / S. Li, Q. Wei, Y. Shi, Z. Zhu, D. Zhang // Journal of Materials Science & Technology. – 2015. – Vol. 31. – iss. 9. – P. 946–952.*
149. *Rosenthal, I. Microstructure and mechanical properties of AlSi10Mg parts produced by the laser beam additive manufacturing (AM) technology / I. Rosenthal, A. Stern, N. Frage // Metallography, Microstructure, and Analysis. – 2014. – Vol. 3. – iss. 6. – P. 448–453.*

150. *Aboulkhair, N. T. On the precipitation hardening of selective laser melted AlSi10Mg / N. T. Aboulkhair, C. Tuck, I. Ashcroft, I. Maskery // Metall. Mater. Trans. – 2015. – Vol. 46 – iss. 8. – P. 3337–3341.*

151. *Zhang, Y. Characterization of the microstructure evolution and microsegregation in a Ni-based superalloy under super-high thermal gradient directional solidification / Y. Zhang, J. Li // Materials Transactions. – 2012. – Vol. 53. – iss. 11. – P. 1910–1914.*

152. *Zhang, Y. Effect of cooling rate on the microstructure of laser-remelted INCONEL 718 coating / Y. Zhang, Z. Li, P. Nie, Y. Wu // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2013. – Vol. 44. – iss. 12. – P. 5513–5521.*

153. *Nie, P. Numerical modeling of microstructure evolution during laser additive manufacturing of a nickel-based superalloy / P. Nie, O. A. Ojo, Z. Li // Acta Materialia. – 2014. – Vol. 77. – P. 85–95.*

154. *Long, Y. Segregation of niobium in laser cladding Inconel 718 superalloy / Y. Long, P. Nie, Z. Li, J. Huang, L. I. Xiang, X. Xu // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2016. – Vol. 26. – iss. 2. – P. 431–436.*

155. *Галиева Э. В. Твердофазное соединение интерметаллидного сплава на основе Ni_3Al и жаропрочного никелевого сплава с использованием сверхпластической деформации [Текст]: дис. канд. тех. наук: 05.16.01: защищена: 27.05.21 / Галиева Эльвина Венеровна. – Уфа, 2021. – 195 с.*

156. *Hofmeister, W. Solidification in direct metal deposition by LENS processing / W. Hofmeister, M. Griffith // Jom. – 2001. – Vol. 53. – iss. 9. – P. 30–34.*

157. *Helmer, H. E. Additive manufacturing of nickel-based superalloy Inconel 718 by selective electron beam melting: Processing window and microstructure / H. E. Helmer, C. Körner, R. F. Singer // Journal of Materials Research. – 2014. – Vol. 29. – iss. 17. – P. 1987–1996.*

158. *Li, Y. Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder / Y. Li, D. Gu // Materials & design. – 2014. – Vol. 63. – P. 856–867.*

159. Deng, D. *On the formation of microstructural gradients in a nickel-base superalloy during electron beam melting* / D. Deng, R. L. Peng, H. Söderberg, J. Moverare // *Materials & Design*. – 2018. – Vol. 160. – P. 251–261.

160. Vilaro, T. *Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy* / T. Vilaro, C. Colin, J. D. Bartout, L. Nazé // *Materials Science and Engineering: A*. – 2012. – Vol. 534. – P. 446–451.

161. Liu, F. *Microstructural changes in a laser solid forming Inconel 718 superalloy thin wall in the deposition direction* / F. Liu, X. Lin, H. Leng, J. Cao, Q. Liu, C. Huang // *Optics & Laser Technology*. – 2013. – Vol. 45. – P. 330–335.

162. Lambarri, J. *Microstructural and tensile characterization of Inconel 718 laser coatings for aeronautic components* / J. Lambarri, J. Leunda, V. G. Navas, C. Soriano // *Optics and Lasers in Engineering*. – 2013. – Vol. 51. – iss. 7. – P. 813–821.

163. Бабкин, К. Д. *Высокоскоростное прямое лазерное выращивание: технология, оборудование и материалы* [Текст] / К. Д. Бабкин Е. В. Земляков В. В. Сомонов // *Обработка материалов: современные проблемы и пути решения: сб. статей*. – Юрга, 2015. С. 56–61

164. Emamian, A. *The influence of combined laser parameters on in-situ formed TiC morphology during laser cladding* / A. Emamian, S. F. Corbin, A. Khajepour // *Surface and Coatings Technology*. – 2011. – Vol. 206. – iss. 1. – P. 124–131.

165. Toyserkani, E. *Laser cladding* [Text] / E. Toyserkani, A. Khajepour, S. F. Corbin. – New York: CRC press, 2004. – 257 p.

166. Fährmann, M. *Influence of coherency stress on microstructural evolution in model Ni-Al-Mo alloys* / M. Fährmann, P. Fratzl, O. Paris, E. Fährmann // *Acta metallurgica et materialia*. – 1995. – Vol. 43. – iss. 3. – P. 1007–1022.

167. ГОСТ 9450–76 *Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников = Measurements microhardness by diamond instruments indentation*: гос. стандарт СССР: утв. постановлением Госком. стандартов Совета Министров СССР от 09.01.76 г. № 68: введен 1977.01.01: переизд. март 1993 г. – Москва: Изд-во стандартов, 1993. – 25 с. – Текст: непосредственный.

168. ГОСТ 1497–84 (ИСО 6892-84) Металлы. Методы испытания на растяжение = *Metals. Methods of tension test*: межгос. стандарт: утв. постановлением Госком. СССР по стандартам от 16.07.84 № 2515: введен 1986.01.01: изд. (январь 2008 г.). – Москва: Стандартиформ, 2008. – 15 с. – Текст: непосредственный.

169. ГОСТ 9454–78 Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температура = *Metals. Method for testing the impact strength at low, room and high temperature*: гос. стандарт СССР: утв. постановлением Госком. стандартов Совета Министров СССР от 17.04.78 № 1021: введен 1979.01.01.: переизд. (октябрь 1993 г.). – Москва: Изд-во стандартов, 1993. – 38 с. – Текст: непосредственный.

170. ГОСТ 25.506–85 Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении = *Design, calculation and strength testing. Methods of mechanical testing of metals. Determination of fracture toughness characteristics under the static loading*: гос. стандарт СССР: утв. постановлением Госком. стандартов Совета Министров СССР от 27.03.85 № 902: введен 1986.01.01. – Москва: Изд-во стандартов, 1993. – 21 с. – Текст: непосредственный.

171. *Marc® 2016. Volume A: Theory and User Information. MSC Software Corporation.* – 2016. – P. 967

172. *Scudino, S. Additive manufacturing of Cu–10Sn bronze / S. Scudino, C. Unterdörfer, K. G. Prashanth, H. Attar // Materials Letters.* – 2015. – Vol. 156. – P. 202–204.

173. *Jia, Y. D. Microstructure and thermal expansion behavior of Al-50Si synthesized by selective laser melting / Y. D. Jia, P. Ma, K. G. Prashanth, G. Wang, J. Yi // Journal of Alloys and Compounds.* – 2017. – Vol. 699. – P. 548–553.

174. *Rush, M. T. Liquation and post-weld heat treatment cracking in Rene 80 laser repair welds / M. T. Rush, P. A. Colegrove, Z. Zhang, D. Broad // J Mater Process Technol* – 2012. – Vol. 212, – iss.1 – P. 188–197.

175. Sidhu, R. K. *Post-weld heat treatment cracking in autogenous GTA welded cas Inconel 738LC superalloy* / R. K. Sidhu, N. L. Richards, M. C. Chaturvedi // *Mater Sci Technol.* – 2007. – Vol. 23 – iss. 2. – P. 203–213.

176. Lim, L. C. *Mechanism of post-weld heat treatment cracking in Rene 80 Nickel-based superalloy* / L. C. Lim, J. Z. Yi, N. Liu // *Mater. Sci. Technol.* – 2012. – Vol. 18. – iss. 4. – P. 407–412.

177. Mostafaei, A. *Powder bed binder jet printed alloy 625: Densification, microstructure and mechanical properties* / A. Mostafaei, E. L. Stevens, E. T. Hughes, S. D. Biery // *Materials & Design.* – 2016. – Vol. 108. – P. 126–135.

178. Utyaganova, V. R. *Controlling the porosity using exponential decay heat input regimes during electron beam wire-feed additive manufacturing of Al-Mg alloy* / V. R. Utyaganova, A. V. Filippov, N. N. Shamarin, A. V. Vorontsov, N. L. Savchenko, S. V. Fortuna et al. // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.* – 2020. – Vol. 108. – iss. 9. – P. 2823–2838.

179. Fortuna, S. V. *Directional Solidification of a Nickel-Based Superalloy Product Structure Fabricated on Stainless Steel Substrate by Electron Beam Additive Manufacturing* / S.V. Fortuna, D.A. Ggurianov, K.N. Kalashnikov, A.V. Chumaevskii et al. // *Metallurgical and Materials Transactions A.* – 2021. – Vol. 52. – iss. 2. – P. 857–870.

180. Thijs, L. *Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder* / L. Thijs, K. Kempen, J. P. Kruth, J. Van Humbeeck // *Acta Materialia.* – 2013. – Vol. 61. – iss. 5. – P. 1809–1819.

181. Dai, D. *Thermal behavior and densification mechanism during selective laser melting of copper matrix composites: Simulation and experiments* / D. Dai, D. Gu // *Materials & Design.* – 2014. – Vol. 55. – P. 482–491.

182. Morville, S. *2D longitudinal modeling of heat transfer and fluid flow during multilayered direct laser metal deposition process* / S. Morville, M. Carin, P. Peyre, M. Gharbi // *Journal of Laser Applications.* – 2012. – Vol. 24. – iss. 3. – P. 032008.

183. Matz, J. E. *Carbide formation in alloy 718 during electron-beam solid freeform fabrication* / J. E. Matz, T. W. Eagar // *Metallurgical and Materials Transactions A.* – 2002. – Vol. 33. – iss. 8. – P. 2559–2567.

184. Yu, H. *Study of formed oxides in IN718 alloy during the fabrication by selective laser melting and electron beam melting* / H. Yu, S. Hayashi, K. Kakehi, Y. L. Kuo // *Metals*. – 2019. – Vol. 9. – iss. 1. – P. 19.

185. Thijs, L. *A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V* / L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Van Humbeeck // *Acta materialia*. – 2010. – Vol. 58. – iss. 9. – P. 3303–3312.

186. Rausch, A. M. *New Grain Formation by Constitutional Undercooling Due to Remelting of Segregated Microstructures during Powder Bed Fusion* / A. M. Rausch, M. R. Gotterbarm, J. Pistor, M. Markl // *Materials*. – 2020. – Vol. 13. – iss. 23. – P. 5517.

187. Zhang, D. *Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melting manufactured Inconel 718 superalloy* / D. Zhang, W. Niu, X. Cao, Z. Liu // *Materials Science and Engineering: A*. – 2015. – Vol. 644. – P. 32–40.

188. Tucho, W. M. *Microstructure and hardness studies of Inconel 718 manufactured by selective laser melting before and after solution heat treatment* / W. M. Tucho, P. Cuvillier, A. Sjolyst-Kvernel // *Materials Science and Engineering: A*. – 2017. – Vol. 689. – P. 220–232.

189. Rashkovets, M. *Analysis of laser direct stainless steel powder deposition on Ti6Al4V substrate* / M. Rashkovets, M. Mazzarisi, A. A. Nikulina, G. Casalino // *Materials Letters*. – 2020. – Vol. 274. – P. 128064.

190. Yadroitsev, I. *Evaluation of residual stress in stainless steel 316L and Ti6Al4V samples produced by selective laser melting* / I. Yadroitsev, I. Yadroitsava // *Virtual and Physical Prototyping*. – 2015. – Vol. 10. – iss. 2. – P. 67–76.

191. Niang, A. *Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718* / A. Niang, B. Viguier, J. Lacaze // *Materials characterization*. – 2010. – Vol. 61. – iss. 5. – P. 525–534.

192. Xie, J. *Microstructure and mechanical properties of a new cast nickel-based superalloy K4750 joint produced by gas tungsten arc welding process* / J. Xie, Y. Ma, W. Xing, M. Ou, L. Zhang, K. Liu // *Journal of Materials Science*. – 2019. – Vol. 54. – iss. 4. – P. 3558–3571.

193. Masoumi, F. *Kinetics and Mechanisms of γ' Reprecipitation in a Ni-based Superalloy* / F. Masoumi, D. Shahriari, M. Jahazi, J. Cormier // *Scientific reports*. – 2016. – Vol. 6. – iss. 1. – P. 1–16.

194. Deng, D. *Microstructure and anisotropic mechanical properties of EBM manufactured Inconel 718 and effects of post heat treatments* / D. Deng, J. Moverare, R. L. Peng, H. Söderberg // *Materials Science and Engineering: A*. – 2017. – Vol. 693. – P. 151–163.

195. DuPont, J. N. *Solidification of an alloy 625 weld overlay* / J. N. DuPont // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 1996. – Vol. 27. – iss. 11. – P. 3612–3620.

196. Petrushin, N. V. *Segregation of alloying elements in directionally solidified Re–Ru-containing Ni-based superalloys* / N. V. Petrushin, E. S. Elyutin, R. M. Nazarkin // *Inorganic Materials: Applied Research*. – 2016. – Vol. 7. – iss. 6. – P. 824–831.

197. Rashkovets, M. *High-Speed Direct Laser Deposition of 51Ni-14Co-10Cr-6Al-5Mo Alloy: Microstructure and Phase composition* / M. Rashkovets, A. Nikulina, O. Klimova-Korsmik // *Materials Today: Proceedings*. – 2019. – Vol. 11. – P. 144–149.

198. Lindwall, G. *Simulation of TTT curves for additively manufactured Inconel 625* / G. Lindwall, C. E. Campbell, E. A. Lass, F. Zhang // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2019. – Vol. 50. – iss. 1. – P. 457–467.

199. Sundararaman, M. *Carbide precipitation in nickel base superalloys 718 and 625 and their effect on mechanical properties* / M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee // *Superalloys*. – 1997. – Vol. 718. – P. 625–706.

200. Grosdidier, T. *Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys* / T. Grosdidier, A. Hazotte, A. Simon // *Materials Science and Engineering: A*. – 1998. – Vol. 256. – iss. 1–2. – P. 183–196.

201. Papadaki, C. *On the dependence of γ' precipitate size in a nickel-based superalloy on the cooling rate from super-solvus temperature heat treatment* / C. Papadaki, W. Li, A. M. Korsunsky // *Materials*. – 2018. – Vol. 11. – iss. 9. – P. 1528.

202. Alekseev, A. V. *Simulation of the Ni_3Al intermetallic inclusion growth process during direct laser deposition using Ni-based superalloy powder* / A. V. Alekseeva,

G. A. Turichin, O. G. Klimova-Korsmik, E. A. Valdaytseva, M. V. Rashkovets // *Materials Today: Proceedings*. – 2020. – Vol. 30. – P. 756–760.

203. MacKay, R. A. γ' coarsening in high volume fraction nickel-base alloys / R. A. MacKay, M. V. Nathal // *Acta Metallurgica et Materialia*. – 1990. – Vol. 38. – iss. 6. – P. 993–1005.

204. Pollock, T. M. Creep resistance of CMSX-3 nickel base superalloy single crystals / T. M. Pollock, A. S. Argon // *Acta Metallurgica et Materialia*. – 1992. – Vol. 40. – iss. 1. – P. 1–30.

205. Pyczak, F. The influence of different alloying elements on the development of the γ/γ' microstructure of nickel-base superalloys during high-temperature annealing and deformation / F. Pyczak, B. Devrient, F. C. Neuner, H. Mughrabi // *Acta materialia*. – 2005. – Vol. 53. – iss. 14. – P. 3879–3891.

206. Turichin, G. A Comparative analysis of the gamma prime phase formation in nickel alloys in additive manufacturing / G. A. Turichina, O. G. Klimova-Korsmik, E. A. Valdaytseva, A. V. Alekseev, M. V. Rashkovets // *Procedia CIRP*. – 2020. – Vol. 94. – P. 320–323.

207. Duvall, D. S. A model for heat-affected zone cracking in nickel-base superalloys (Heat affected zone cracking in nickel-base superalloys attributed to grain-boundary liquidation) / D. S. Duvall, W. A. Owczarski, C. P. Sullivan // *Welding journal*. – 1966. – Vol. 45. P. 438–447.

208. Duvall, D. S. Further heat-affected-zone studies in heat-resistant nickel alloys / D. S. Duvall // *Welding journal*. – 1967. – Vol. 46. – iss. 9. – P. 423–432.

209. Huang, X. Effect of homogenization heat treatment on the microstructure and heat-affected zone microfissuring in welded cast alloy 718 / X. Huang, M. C. Chaturvedi, N. L. Richards // *Metallurgical and materials Transactions A*. – 1996. – Vol. 27. – iss. 3. – P. 785–790

210. Radhakrishna, C. H. The formation and control of Laves phase in superalloy 718 welds / C. H. Radhakrishna, K. P. Rao // *Journal of Materials Science*. – 1997. – Vol. 32. – iss. 8. – P. 1977–1984.

211. Ram, G. D. J. *Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 electron beam welds* / G. D. J. Ram, A. V. Reddy, K. P. Rao // *Materials science and technology*. – 2005. – Vol. 21. – iss. 10. – P. 1132–1138.

212. Cockcroft, S. L. *Inclusion precipitation in superalloys* / S. L. Cockcroft, T. Degawa, A. Mitchell, D. W. Tripp // *Superalloys*. – 1992. – Vol. 1992. – P. 577–586.

213. Mitchell, A. *The precipitation of primary carbides in alloy 718* / A. Mitchell, A. J. Schmalz, C. Schvezov, S. L. Cockcroft // *Superalloys*. – 1994. – Vol. 718. – iss. 706. – P. 65–78.

214. Mitchell, A. *Primary carbide and nitride precipitation in superalloys containing niobium* / A. Mitchell, S. L. Cockcroft, C. E. Schvezov // *High Temperature Materials and Processes*. – 1996. – Vol. 15. – iss. 1–2. – P. 27–40.

215. Кондратьев, С. Ю. Особенности формирования структуры карбида ниобия в литых жаропрочных сплавах на основе системы *Fe-Cr-Ni* / С. Ю. Кондратьев, Е. В. Святышева, Г. П. Анастасиади, М. А. Данилова // *Научно-технические ведомости СПбПУ. Естественные и инженерные науки*. – 2016. – №. 4 (254). – С. 191–209.

216. Qi, H. *Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured Inconel 718* / H. Qi, M. Azer, A. Ritter // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2009. – Vol. 40. – iss. 10. – P. 2410–2422.

217. Каблов, Е. Н. Особенности легирования и термообработки литейных жаропрочных никелевых сплавов (Часть I) / Е. Н. Каблов, А. В. Логунов, В. В. Сидоров // *Материаловедение*. – 2001. – №. 4. – С. 9–15.

218. Azadian, S. *Aspects of precipitation in alloy Inconel 718 [Text]: diss. doc. phil.* / Saied Azadian. – Luleå, 2004. – 129 p.

219. Gobbi, S. *High powder CO₂ and Nd YAG laser welding of wrought Inconel 718* / S. Gobbi, L. Zhang, J. Norris, K. H. Richter // *Journal of materials processing technology*. – 1996. – Vol. 56. – iss. 1–4. – P. 333–345.

220. Stoudt, M. R. *The influence of annealing temperature and time on the formation of δ -phase in additively-manufactured Inconel 625* / M. R. Stoudt, E. A. Lass, D. S.

Ng, M. E. Williams, F. Zhang // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2018. – Vol. 49. – iss. 7. – P. 3028–3037.

221. Tucho, W. M. *Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of SLM manufactured SS316L* / W. M. Tucho, V.H. Lysne, H. Austbø, A. Sjolyst-Kverneland // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2018. – Vol. 740. – P. 910–925.

222. Tucho, W. M. *Characterization of SLM-fabricated Inconel 718 after solid solution and precipitation hardening heat treatments* / W. M. Tucho, V. Hansen // *Journal of Materials Science*. – 2019. – Vol. 54. – iss. 1. – P. 823–839.

223. Radavich, J. F. *The physical metallurgy of cast and wrought alloy 718 // Superalloy*. – 1989. – Vol. 718. – iss. 33. – P. 229–240.

224. Lewandowski, J. J. *Metal additive manufacturing: a review of mechanical properties* / J. J. Lewandowski, M. Seifi // *Annual review of materials research*. – 2016. – Vol. 46. – P. 151–186.

225. Strößner, J. *Mechanical and microstructural investigation of nickel-based superalloy IN718 manufactured by selective laser melting (SLM)* / J. Strößner, M. Terock, U. Glatzel // *Advanced Engineering Materials*. – 2015. – Vol. 17. – iss. 8. – P. 1099–1105.

226. Cain, V. *Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting* / V. Cain, L. Thijs, J. Van Humbeeck // *Additive Manufacturing*. – 2015. – Vol. 5. – P. 68–76.

227. Zhang, K. *Effects of substrate preheating on the thin-wall part built by laser metal deposition shaping* / K. Zhang, S. Wang, W. Liu, R. Long // *Applied surface science*. – 2014. – Vol. 317. – P. 839–855.

228. Tayon, W. A. *Correlation between microstructure and mechanical properties in an Inconel 718 deposit produced via electron beam freeform fabrication* / W. A. Tayon, R. N. Shenoy, Mc. R. Redding, R. K. Bird // *Journal of Manufacturing Science and Engineering*. – 2014. – Vol. 136. – P. 1–7.

229. Rombouts, M. *Laser metal deposition of Inconel 625: Microstructure and mechanical properties* / M. Rombouts, G. Maes, M. Mertens // *Journal of Laser Applications*. – 2012. – Vol. 24. – iss. 5. – P. 052007.

230. Wang, W. Z. *Influence of γ' and grain boundary carbide on tensile fracture behaviors of Nimonic 263* / W. Z. Wang, H. U. Hong, I. S. Kim, B. G. Choi // *Materials Science and Engineering: A*. – 2009. – Vol. 523. – iss. 1–2. – P. 242–245.

231. *ASM specialty handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys [Text]*. / ed. K. M. Zwilsky, S. M. Copley, R. K. Pitler et. all. – Ohio: ASM international, 1993. – 2521 p.

232. *ASM specialty handbook: Alloy Phase Diagrams [Text]*. / ed. E. H. Kottcamp, Jr., J. G. Simon, W. P. Koster et. all. – Ohio: ASM international, 1992. – 1741 p.

233. Волков, А. М. Принципы создания и особенности легирования гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для дисков ГТД / А. М. Волков, А. В. Востриков, М. М. Бакрадзе // *Труды ВИАМ*. – 2016. – №. 8 (44). – С. 10–16.

234. Bird, R. K. *Tensile properties and microstructure of Inconel 718 fabricated with electron beam freeform fabrication (EBF3)* / R. K. Bird, J. Hibberd // *NASA Technical Memorandum Paper No. TM*. – 2009. – Vol. 215929 – P. 1–12.

235. AMS5383 (Aerospace Material Specifications). *Alloy castings, investment, corrosion and heat resistant nickel base. Vacuum Melted, Vacuum Cast: issued 1966.09.01. – 2018. – 11 p.*

236. *Standard Specification for Precipitation-Hardening and Cold Worked Nickel Alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for Moderate or High Temperature Service (ASTM B637)*. – 2018. – 7 p.

237. Deng, D. *Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 produced by selective laser melting: Sample orientation dependence and effects of post heat treatments* / D. Deng, R. L. Peng, H. Brodin, J. Moverare // *Materials Science and Engineering: A*. – 2018. – Vol. 713. – P. 294–306.

238. Chlebus, E. *Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting* / E. Chlebus, K. Gruber,

B. Kuźnicka, J. Kurzac // *Materials Science and Engineering: A*. – 2015. – Vol. 639. – P. 647–655.

239. Gordine, J. *Some problems in welding Inconel 718* / J. Gordine // *WELD J*. – 1971. – Vol. 50. – iss. 11. – P. 480.

240. Ardila, L. C. *Effect of IN718 recycled powder reuse on properties of parts manufactured by means of selective laser melting* / L. C. Ardila, F. Garciandia, J. B. González-Díaz, P. Álvarez // *Physics Procedia*. – 2014. – Vol. 56. – P. 99–107.

241. Bataev, I. A. *Structural and mechanical properties of metallic–intermetallic laminate composites produced by explosive welding and annealing* / I. A. Bataev, A. A. Bataev, V. I. Mali, D. V. Pavliukova // *Materials & Design*. – 2012. – Vol. 35. – P. 225–234.

242. Kobryn, P. A. *Mechanical properties of laser-deposited Ti-6Al-4V* / P. A. Kobryn, S. L. Semiatin // *2001 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. – 2001. – P. 179–186.

243. Clavel, M. *Frequency and wave-form effects on the fatigue crack growth behavior of alloy 718 at 298 K and 823 K* / M. Clavel, A. Pineau // *Metallurgical transactions A*. – 1978. – Vol. 9. – iss. 4. – P. 471–480.

244. Yuen, J. L. *Effect of oxidation kinetics on the near threshold fatigue crack growth behavior of a nickel base superalloy* / J. L. Yuen, P. Roy, W. D. Nix // *Metallurgical Transactions A*. – 1984. – Vol. 15. – iss. 9. – P. 1769–1775.

245. Sivaprasad, K. *Influence of magnetic arc oscillation and current pulsing on fatigue behavior of alloy 718 TIG weldments* / K. Sivaprasad, S. G. S. Raman // *Materials Science and Engineering: A*. – 2007. – Vol. 448. – iss. 1–2. – P. 120–127.

246. Yun, Z. *Delta phase and deformation fracture behaviour of Inconel 718 alloy* / Z. Yun, H. Xuebing, W. Yong, Y. Weicheng // *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. – 1997. – P. 229–236.

247. Galindo-Nava, E. I. *On the prediction of the yield stress of unimodal and multimodal γ' Nickel-base superalloys* / E. I. Galindo-Nava, L. D. Connor, C. M. F. Rae // *Acta Materialia*. – 2015. – Vol. 98. – P. 377–390.

Приложение А

Акт внедрения результатов научно-исследовательской работы в Институте теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН

УТВЕРЖДАЮ


Зам. директора ИТПМ СО РАН
по научной работе
к.ф.-м.н.


Краус Е.И.
«24» сентября 2021 г.



УТВЕРЖДАЮ

Проректор НГТУ
по научной работе


Брованов С.В.
«24» сентября 2021 г.



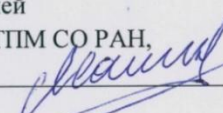
АКТ

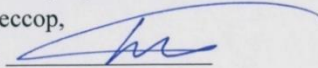
Внедрения результатов научно-исследовательской работы

Научно-исследовательская работа выполнена на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Новосибирского государственного технического университета». В основе разработки лежат результаты научных исследований, проведенных аспирантом кафедры «Материаловедение в машиностроении» Рашковец М.В. при подготовке ее диссертационной работы, а также доцентом Высшей школы физики и технологии материалов ФГАОУ СПбПУ, к.т.н. Климовой-Корсмик О.Г.

Цель работы заключалась в формировании сложнолегированных никелевых сплавов с использованием аддитивного процесса обработки материалов в защитной атмосфере. На основании структурно-фазовых исследований были отработаны технологические режимы формирования сложнолегированных никелевых сплавов аддитивным методом прямого лазерного выращивания в зависимости от исходного химического состава.

Разработанные рекомендации были апробированы на базе ИТПМ СО РАН при реализации аддитивных процессов (селективного лазерного сплавления и прямого лазерного выращивания) для никелевых сплавов на установке АЛТК «Сибирь», разработанной в ИТПМ СО РАН. Использование рекомендаций позволило снизить процент заготовок с наличием горячих трещин и значительно сократить показатель пористости получаемых материалов.

Заведующий лабораторией
лазерных технологий ИТПМ СО РАН,
к.т.н., Маликов А.Г. 

Заведующий кафедрой ММ НГТУ,
д.т.н., профессор,
Батаев В.А. 

Приложение Б

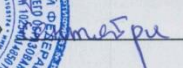
Акт использования результатов диссертационной работы в учебном процессе

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор НГТУ,

к.т.н., доцент

Ямпольский В.В.

 2021 г.



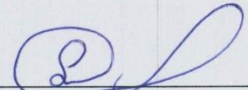
АКТ

внедрения результатов диссертационной работы
аспиранта Рашковец М.В. в учебный процесс

При выполнении диссертационной работы Рашковец Марией Владимировной выполнены исследования особенностей структурно-фазовых превращений, возникающих в условиях сложного термоциклирования при аддитивном процессе методом прямого лазерного выращивания. Основными материалами исследования выступали сплавы на основе никеля, обладающие значительным разнообразием фазового состава. В ходе выполнения работы были проведены глубокие структурные исследования на различных масштабных уровнях. Полученные результаты позволили выявить особенности структурно-фазовых превращений в зависимости от технологических режимов. Результаты работы опубликованы в журналах, входящих в список ВАК, а также изданиях, индексируемых научными библиографическими базами данных *Web of Science* и *Scopus*.

Результаты диссертационной работы Рашковец М.В. используются в учебном процессе в Новосибирском государственном техническом университете на механико-технологическом факультете при реализации образовательной программы бакалавриата по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов» в проведении практических и лабораторных работ по дисциплинам «Технология конструкционных материалов» и «Физические методы исследования материалов».

Декан механико-технологического
факультета, к.т.н., доцент



Тюрин А.Г.