

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ЭП741НП, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

© 2021 г. **Ф.А. Басков**¹, **Ж.А. Сентюрина**², **И.А. Логачев**², **М.Я. Бычкова**¹, **А.И. Логачева**²

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

² АО «Композит», г. Королев, Россия

Статья поступила в редакцию 27.01.21 г., доработана 01.02.21 г., подписана в печать 08.02.21 г.

Аннотация: Методом селективного лазерного сплавления (СЛС) по различным технологическим режимам получены образцы из сплава ЭП741НП с различными видами дефектов, объемная доля которых варьируется от 0,31 до 0,65 %. Структура СЛС-образцов изучалась с применением методов оптической и сканирующей электронной микроскопии, механические характеристики определялись посредством проведения испытаний на растяжение. Все исследованные СЛС-образцы характеризовались невысокими прочностными характеристиками, что связано с формированием метастабильной однофазной структуры, а также с наличием структурных дефектов в виде трещин. Для повышения механических свойств проведены различные виды постобработки, в том числе горячее изостатическое прессования (ГИП), термическая обработка (ТО) по типу «закалка + старение» и комплексная обработка, сочетающая ГИП и ТО. По результатам исследований определено влияние различных видов постобработки на микроструктуру и свойства СЛС-образцов. Установлено, что применение ГИП способствует уменьшению пористости до 0,04 об.%, рекристаллизации структуры и выделению упрочняющей интерметаллидной фазы на основе Ni₃Al (γ' -фазы) в виде крупных разноразмерных частиц, образующих агломераты. Проведение ТО приводит к рекристаллизации структуры и выделению мелкодисперсной γ' -фазы, равномерно распределенной в матрице сплава. При этом прочностные характеристики образцов после ГИП и ТО находятся примерно на одном уровне ($\sigma_b \sim 1250\div 1290$ МПа), однако пластичность образцов после ТО существенно ниже, что связано с сохранением в структуре дефектов в виде трещин и крупных пор. Максимальное увеличение механических свойств (σ_b до 1460 МПа и δ до 21,3 %) зафиксировано при проведении комплексной постобработки (ГИП + ТО), которая обеспечивает устранение дефектов и формирование оптимальной структуры сплава.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление (СЛС), горячее изостатическое прессование (ГИП), термическая обработка, никелевый жаропрочный сплав, микроструктура, механические свойства.

Басков Ф.А. — аспирант кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий (ПМиФП), мл. науч. сотрудник лаборатории «In situ диагностика структурных превращений» НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: baskov_fa@mail.ru.

Сентюрина Ж.А. — канд. техн. наук, вед. науч. сотрудник АО «Композит» (141070, Московская обл., г. Королев, ул. Пионерская, 4). E-mail: sentyurina_misis@mail.ru.

Логачев И.А. — канд. техн. наук, начальник отдела АО «Композит». E-mail: ivan@logachev.biz.

Бычкова М.Я. — канд. техн. наук, науч. сотрудник Научно-учебного центра СВС МИСиС–ИСМАН. E-mail: bychkova@shs.misis.ru.

Логачева А.И. — докт. техн. наук, начальник отделения металлических материалов и металлургических технологий АО «Композит». E-mail: ailogacheva@yandex.ru.

Для цитирования: Басков Ф.А., Сентюрина Ж.А., Логачев И.А., Бычкова М.Я., Логачева А.И. Структура и свойства жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП, полученного методом селективного лазерного сплавления. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2021. Т. 27. No. 2. С. 66–76. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-2-66-76.

Structure and properties of EP741NP heat-resistant nickel alloy produced by selective laser melting

F.A. Baskov¹, **Zh.A. Sentyurina**², **I.A. Logachev**², **M.Ya. Bychkova**¹, **A.I. Logacheva**²

¹ National University of Science and Technology (NUST) «MISIS», Moscow, Russia

² JSC «Kompozit», Korolev, Russia

Received 27.01.2021, revised 01.02.2021, accepted for publication 08.02.2021

Abstract: EP741NP alloy samples featuring various types of defects with the volume fraction varying from 0.31 to 0.65 % were produced by the method of selective laser melting (SLM) at various process conditions. The structure of SLM samples was investigated using optical and

scanning electron microscopy, and mechanical properties were determined by tensile tests. All investigated SLM samples featured by low strength characteristics due to the metastable single-phase structure formation, as well as structural defects in the form of cracks. To improve mechanical properties, various types of post-processing were carried out including hot isostatic pressing (HIP), heat treatment according to the «solution + aging» (HT) type, and comprehensive processing combining HIP and HT. According to the research results, the influence of various post-processing types on the microstructure and properties of SLM samples were determined. It was established that the use of HIP contributes to a decrease in porosity to 0.04 %, structure recrystallization, and the precipitation of a strengthening intermetallic phase based on Ni_3Al (γ' -phase) in the form of large particles of different sizes forming agglomerates. HT leads to the structure recrystallization and precipitation of a finely dispersed γ' -phase uniformly distributed in the alloy matrix. In this case, strength characteristics of samples after HIP and HT are approximately at the same level ($\sigma_b \sim 1250\div 1290$ MPa), however, the ductility of samples after HT is significantly lower. This is associated with the retention of defects in the structure in the form of cracks and large pores. The maximum increase in mechanical characteristics (σ up to 1460 MPa, δ up to 21.3 %) was recorded during comprehensive post-processing (HIP + HT) that ensures defect elimination and optimal alloy structure formation.

Keywords: selective laser melting (SLM), hot isostatic pressing (HIP), heat treatment, heat-resistant nickel alloy, microstructure, mechanical properties.

Baskov F.A. — Postgraduate student of the Department of powder metallurgy and functional coatings (PM&FC), Research assistant of the Laboratory «In situ diagnostics of structural transformations», National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: baskov_fa@mail.ru.

Sentyurina Zh.A. — Cand. Sci. (Eng.), Leading scientist of the JSC «Kompozit» (141070, Russia, Moscow reg., Korolev, Pionerskaya str., 4). E-mail: sentyurina_misis@mail.ru.

Logachev I.A. — Cand. Sci. (Eng.), Head of the Department, JSC «Kompozit». E-mail: ivan@logachev.biz.

Bychkova M.Ya. — Cand. Sci. (Eng.), Researcher of the Scientific-Educational Centre of SHS, NUST «MISIS». E-mail: bychkova@shs.misis.ru.

Logacheva A.I. — Dr. Sci. (Eng.), Head of the Department of metallic materials and metallurgical technologies, JSC «Kompozit». E-mail: ailogacheva@yandex.ru.

For citation: Baskov F.A., Sentyurina Zh.A., Logachev I.A., Bychkova M.Ya., Logacheva A.I. Structure and properties of EP741NP heat-resistant nickel alloy produced by selective laser melting. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy)*. 2021. Vol. 27. No. 2. P. 66–76 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-2-66-76.

Введение

Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) являются неотъемлемой частью современного двигателестроения, что обусловлено превосходным комплексом механических и эксплуатационных характеристик в широком интервале температур — вплоть до 650—1100 °C [1, 2]. Наиболее высокие требования предъявляются к дисковым ЖНС, которые подвергаются высоким термическим напряжениям, длительным статическим и циклическим нагрузкам [3]. Как правило, дисковые ЖНС характеризуются сложным многокомпонентным химическим составом и плохо поддаются механической обработке ввиду высокого износа инструмента и низкой скорости удаления материала [4, 5].

На сегодняшний день в России и за рубежом разработан широкий спектр дисковых ЖНС, большая часть из которых изготавливается методом порошковой (гранульной) металлургии посредством горячего изостатического прессования (ГИП) сферических порошков в формообразующей оснастке [3, 6]. Технология гранульной металлургии позволяет получать беспористые заготовки деталей, близкие к конечной форме, с однородным химическим составом и равномерным распреде-

лением структурных составляющих, что обеспечивает повышенные механические характеристики по сравнению с литыми и деформированными сплавами [7, 8]. Однако реализация данного способа является весьма дорогостоящей, так как требует индивидуальной разработки и изготовления капсульной оснастки для каждого изделия с учетом возможной усадки и толщины диффузионного слоя между компактируемым и капсульным материалом [9, 10]. Кроме того, в полученных путем ГИП материалах возможно формирование наследственных границ гранул, которые оказывают негативное влияние на эксплуатационные свойства дисков [7, 11].

Перспективным технологическим решением для порошковых дисковых ЖНС является использование метода селективного лазерного сплавления (СЛС), позволяющего реализовать процесс послойного изготовления деталей по данным САД-модели за один технологический цикл без применения дополнительной оснастки [12, 13]. Переход от классической гранульной металлургии к процессам СЛС в перспективе позволит сократить технологическую цепочку, уменьшить время проектирования

и изготовления изделий, а также снизить затраты на их производство. По сравнению с другими популярными аддитивными технологиями (селективное электронно-лучевое сплавление, прямое лазерное выращивание) СЛС обеспечивает более высокую точность построения и низкую шероховатость изделий, что позволит минимизировать этап финишной механической обработки [14, 15].

Однако полученные методом СЛС материалы имеют ряд недостатков, обусловленных спецификой процесса послойного синтеза. В частности, высокие скорости охлаждения способствуют кристаллизации материала в метастабильном состоянии и возникновению значительных термических напряжений [16–18]. Кроме того, возможно образование структурных дефектов (поры, трещины), которые негативно влияют на механические свойства материалов [18–21].

Таким образом, при разработке технологии СЛС применительно к ЖНС ключевое внимание уделяется способам устранения дефектов, повышению структурной стабильности и увеличению механических характеристик, для чего применяют различные комбинации постобработки (ГИП, отжиг, закалка, старение и др.) [17, 22–24].

За последние 5 лет номенклатура никелевых сплавов, получаемых методом СЛС, существенно увеличилась. На сегодняшний день в различной степени освоены различные отечественные и зарубежные промышленные сплавы, такие как Inconel 718, Inconel 625, ЭП648, ЭП708, ВЖ159, IN738LC, Hastelloy X, CM247LC, ЖС32, К418, К536 и др. Объектом настоящего исследования являлся порошковый никелевый жаропрочный сплав ЭП741НП, наиболее распространенный в отечественном двигателестроении [25, 26]. Он предна-

значен для изготовления дисков, валов и других тяжело нагруженных элементов газовых турбин, работающих при температурах до 800 °С. Детали из гранулированного ЭП741НП оснащают авиационные, ракетные, морские и промышленные газотурбинные двигатели. Разработка более энергоэффективной и экологичной технологии изготовления сложнопрофильных изделий из сплава ЭП741НП является актуальной научно-технической задачей.

Целью данной работы являлось исследование структуры и механических характеристик образцов из сплава ЭП741НП с различным уровнем дефектности после СЛС и различных комбинаций термической постобработки (ГИП, закалка + старение, ГИП + закалка + старение).

Методика эксперимента

Исходный порошок из сплава ЭП741НП получен в АО «Композит» (Россия) методом плазменного центробежного распыления прутковой заготовки. Его химический состав соответствует ГОСТ Р 52802. Концентрация газовых примесей по кислороду и азоту составила 0,007 и 0,001 мас.% соответственно. Для процесса СЛС использовали порошок с фракционным составом 20–64 мкм и средним диаметром Де Брукера/Хардена $D_{[4,3]}$ = 39,6 мкм. Квантили распределения d_{20} , d_{50} и d_{90} составили 29,4, 38,2 и 55,7 мкм соответственно. Порошок характеризуется сферической формой частиц и минимальным количеством внешних дефектов в виде сателлитов и открытых пор (рис. 1, а). Микроструктура порошка представлена мелкими дендритами, закрытые газовые поры не обнаружены (рис. 1, б). Насыпная плотность со-

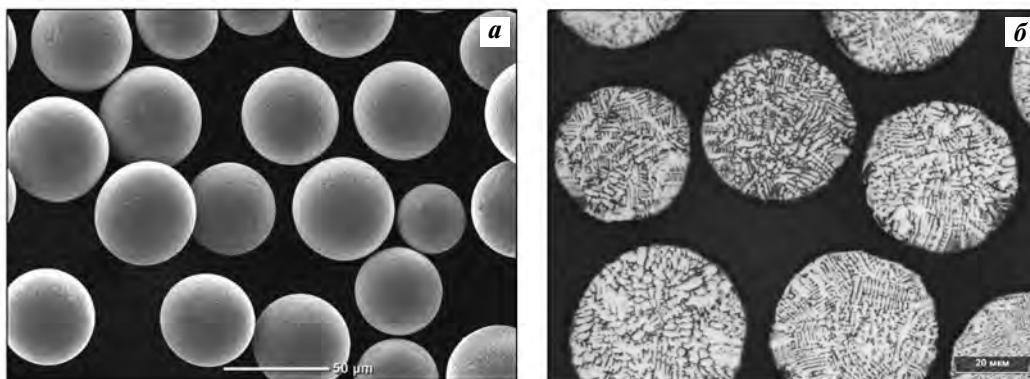


Рис. 1. Морфология (а) и микроструктура (б) исходного порошка из сплава ЭП741НП

Fig. 1. Morphology (а) and microstructure (б) of initial powder made of EP741NP alloy

ставила 4,93 г/см³ (ГОСТ 19440), текучесть — 12,5 с (ГОСТ 20899).

Изготовление образцов методом СЛС осуществляли на промышленной установке с рабочей зоной 400×400×400 мм, оснащенной иттербиевым волоконным лазером мощностью 1 кВт. Процесс СЛС проводили в инертной среде аргона. Образцы ориентировали горизонтально относительно плиты построения (под углом 0°). В ходе предварительных параметрических исследований варьировали основные параметры СЛС, в том числе мощность лазера, скорость сканирования, шаг штриховки. Высота порошкового слоя составляла 0,04 мм.

Для оценки совокупного влияния параметров СЛС использовали значение общего энерговклада (плотность энергии E , Дж/мм³), который рассчитывали по формуле

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

где P — мощность лазера; Вт, V — скорость сканирования, мм/с; h — высота порошкового слоя, мм; x — шаг штриховки, мм.

По результатам предварительных параметрических исследований были выбраны 4 режима (табл. 1), обеспечивающие формирование образцов с различными типом и количеством некристических дефектов (закрытая пористость, единичные трещины). Полученные партии образцов затем подвергали различным видам постобработки: ГИП, ТО (закалка + старение) и ГИП + ТО. Процесс ГИП проводили в газостате марки ABRA HIRP 10/26-200-2000 (Швеция) по стандартному (коммерческому) режиму для сплава ЭП741НП, а термическую обработку — в печи ПЛ-10/16 (Россия). Закалку осуществляли на воздухе после выдержки в печи при температуре 1210 °С в течение 8 ч, старение проводили посредством выдержки при $t = 870$ °С в течение 32 ч.

Таблица 1. Режимы изготовления образцов сплава ЭП741НП методом СЛС

Table 1. Modes of EP741NP alloy sample production by SLS

Режим СЛС	E , Дж/мм ³	P , Вт
A25	93,8	180
B16	75,0	180
B17	70,3	180
C05	69,4	200

Для сокращения объема экспериментальных исследований в рамках данной работы образцы, полученные по режиму A25, исследовали в четырех структурных состояниях (СЛС, СЛС + ГИП, СЛС + ТО и СЛС + ГИП + ТО), а остальные образцы — в трех (СЛС, СЛС + ТО и СЛС + ГИП + ТО). Структуру сплавов изучали на оптическом микроскопе (ОМ) AXIO Imager A1 («Carl Zeiss», Германия) с использованием программного обеспечения Thixomet Pro и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) S-3400N («Hitachi», Япония).

Пористость определяли при помощи ОМ на 10 областях шлифа для каждого исследуемого образца при увеличении 100×. Для выявления структуры использовали травитель Марбле (сернистая медь — 20 г, соляная кислота — 100 мл, вода — 100 мл). Механические испытания проводили по ГОСТ 1497 на образцах № 7 типа IV с использованием испытательной машины Schenk-Trebel RMC-100 (Германия).

Результаты и их обсуждение

Особенности структуры и механические свойства СЛС-образцов

В процессе СЛС ванна расплава, образующаяся в результате локального расплавления слоя порошкового материала, кристаллизуется при высоких скоростях охлаждения — порядка 10⁵–10⁷ К/с [16, 17]. Высокий уровень термических напряжений приводит к образованию горячих трещин в сложнолегированных ЖНС [19]. Наличие закрытых газовых пор в исходном порошке или захват рабочего газа в процессе кристаллизации способствуют формированию остаточной пористости. Размер и количество дефектов можно корректировать посредством варьирования технологических параметров СЛС, стратегии сканирования и температуры подогрева платформы построения.

Ранее в работе [27] методом СЛС по различным режимам были получены образцы из сплава ЭП741НП с объемной долей дефектов от 0,035 до 0,25 %. Их изготовление осуществлялось на установке с платформой построения размером 250×250 мм в условиях ее предварительного нагрева до 180 °С. При переходе на промышленную установку СЛС с плитой построения 400×400 мм и максимально возможным подогревом до 130 °С из-за изменения условий охлаждения возникла необходимость в существенной корректировке разработанных ранее режимов. В ходе корректировки по

данным параметрических исследований отобраны режимы (см. табл. 1), обеспечивающие изготовление образцов без критических дефектов, таких как несплавления или сквозная сеть трещин.

В табл. 2 представлены результаты количественного анализа дефектов в исследуемых образцах, а на рис. 2 приведены типичные макроструктуры поперечного сечения (плоскость ZY, перпендику-

Таблица 2. Результаты анализа структурных дефектов образцов сплава ЭП741НП после СЛС

Table 2. Analysis results for structural defects of EP741NP samples after SLM

Режим СЛС	Пористость, %	Число дефектов, шт.	Структурные дефекты
A25	0,31	2348	• Сферические поры размером до 7 мкм • Единичные трещины до 200 мкм
B16	0,44	2578	• Сферические поры размером до 15 мкм • Единичные поры неравноосной формы размером 10–15 мкм • Единичные трещины до 250 мкм.
B17	0,51	2755	• Сферические поры размером до 10 мкм • Единичные поры неравноосной формы размером 10–20 мкм • Единичные трещины до 250 мкм
C05	0,65	2184	• Сферические поры размером до 15 мкм • Единичные поры неравноосной формы размером 10–20 мкм • Разветвленные трещины до 300 мкм

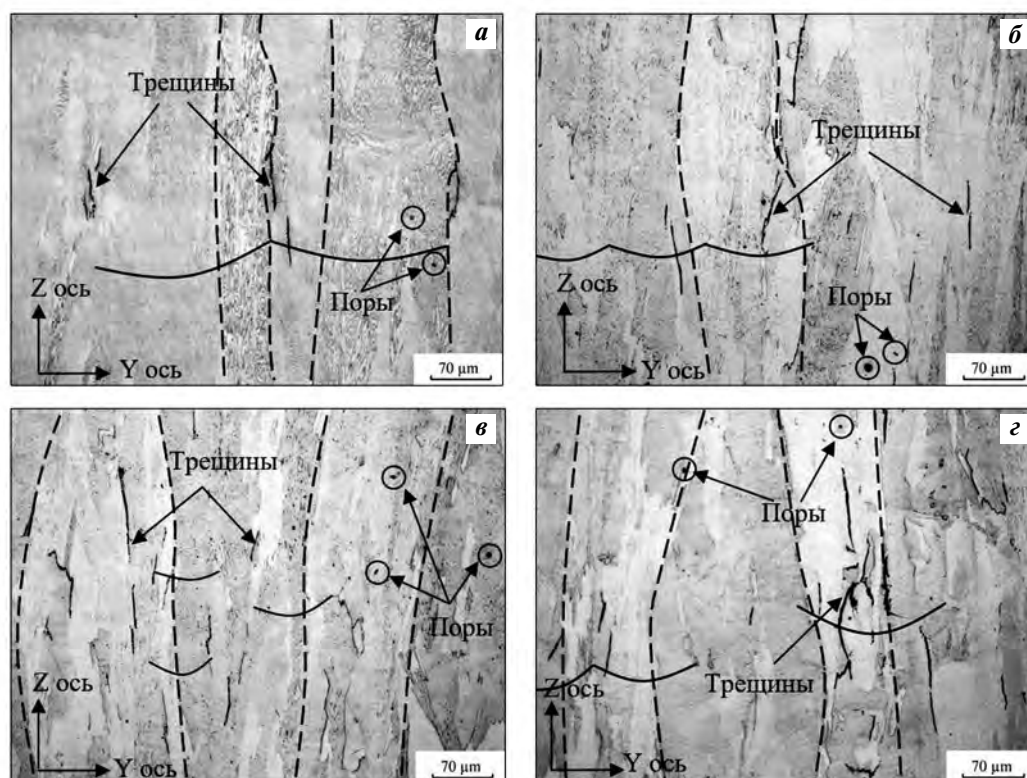


Рис. 2. Макроструктуры образцов из сплава ЭП741НП, полученных методом СЛС по режимам A25 (а), B16 (б), B17 (в) и C05 (г)

Увеличение – 200 $\times$

Fig. 2. Macrostructures of EP741NP alloy samples obtained by SLM according to A25 (a), B16 (б), B17 (в) and C05 (г) modes
Magnification – 200 $\times$

лярная плите построения). Во всех образцах обнаружены несплошности в виде единичных пор различной морфологии и трещин. Совокупная объемная доля дефектов в структуре образцов варьируется от 0,31 до 0,65 %, что существенно превышает полученные в работе [27] данные. Данный эффект, вероятно, связан с более высокими скоростями охлаждения из-за увеличенной площади платформы построения и снижения температуры ее подогрева.

Таким образом, можно заключить, что в рамках настоящей работы с уменьшением общего энерговклада наблюдается увеличение дефектности сплавов. Наилучшей структурой обладал образец, полученный по режиму A25, который характеризовался минимальными количеством и размером единичных трещин. Наихудшая структура наблюдалась у образца, изготовленного по режиму C05, в котором выявлено образование трещин разветвленной морфологии.

Исследованные образцы характеризовались схожей структурой, так как получены по режимам с близкими значениями энерговклада и одинаковой стратегией сканирования. Структура представлена столбчатыми зернами, ориентированными в направлении оси Z (отмечено штриховыми линиями на рис. 2) и границами ванн расплава, имеющих дугообразную форму (отмечено сплошными линиями). Их размер в плоскости шлифа варьируется и может достигать длины, соизмеримой с высотой образца. Формирование столбчатых зерен происходит по эпитаксиальному механизму, который реализуется в условиях высоких темпера-

турных градиентов [28]. В результате происходит прорастание зерна через несколько ванн расплава. При этом направление роста зерен соответствует преимущественному направлению теплопередачи (вдоль оси Z). По данным работ [28, 29] размер столбчатых зерен возможно контролируемо изменять посредством варьирования мощности лазера (при неизменной величине энерговклада) и стратегии сканирования.

При большем увеличении (рис. 3) в СЛС-образцах можно наблюдать участки с мелкодисперсной столбчатой и ячеистой микроструктурой. Данные элементы структуры формируются из разориентированных колоний сонаправленных столбчатых дендритов, которые попадают в плоскость шлифа различными сечениями — параллельно (столбчатая) или перпендикулярно (ячеистая) направлению роста. Из-за высоких скоростей охлаждения в процессе кристаллизации рост вторичных ветвей дендритов подавляется.

Колонии дендритов образуются на границе ванны расплава, имеющей параболическую форму, при этом центрами кристаллизации являются дендриты предыдущего слоя. В ходе кристаллизации дендриты прорастают под разными углами по направлению к центру ванны расплава. При этом направление роста колоний дендритов (белые стрелки на рис. 3, а) внутри ванны расплава обусловлено совокупностью тепловых потоков, а также предпочтительной кристаллографической ориентацией кубического кристалла [29, 30]. При пересечении колоний дендритов рост одних подавляется конкурентным ростом других, обладаю-

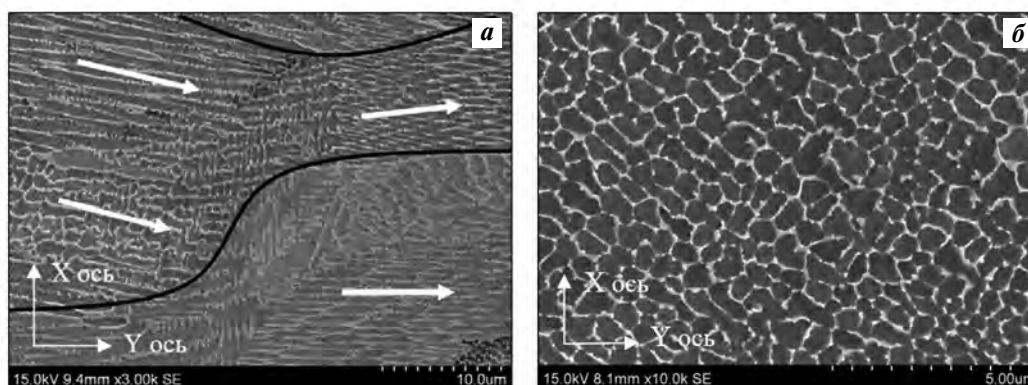


Рис. 3. Структура СЛС-образцов из сплава ЭП741НП, исследованная методом СЭМ
Увеличение 3000 $\times$ (а) и 10000 $\times$ (б)

Fig. 3. Structure of EP741NP alloy SLM samples studied by SEM
Magnification 3000 $\times$ (a) and 10000 $\times$ (b)

Таблица 3. Механические свойства образцов сплава ЭП741НП после СЛС

Table 3. Mechanical properties of EP741NP alloy samples after SLM

Режим СЛС	Предел прочности σ_b , МПа	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Отн. удлинение δ , %	Отн. сужение ψ , %
A25	1085 ± 55	855 ± 40	$10,5 \pm 4,3$	$11,9 \pm 4,5$
B16	1050 ± 50	845 ± 40	$8,2 \pm 4,2$	$12,2 \pm 4,4$
B17	1035 ± 55	840 ± 45	$8,2 \pm 3,5$	$11,4 \pm 3,2$
C05	1015 ± 60	830 ± 50	$7,8 \pm 4,5$	$8,1 \pm 4,3$

щих более выгодной ориентацией. В момент прораствания через границу ванны расплава колонии дендритов могут менять направление своего роста на 90° (рис. 3, а), в результате чего в плоскости шлифа наблюдаются участки с ячеистой (сотовой) микроструктурой (рис. 3, б) [16].

В табл. 3 представлены результаты механических испытаний СЛС-образцов, изготовленных по различным режимам. Полученные данные хорошо согласуются с результатами структурных исследований (см. табл. 2, рис. 2). Наилучшими прочностными характеристиками обладают образцы, полученные по режиму A25 и имеющие наименьшее количество структурных дефектов. С увеличением дефектности образцов наблюдается закономерное уменьшение прочности и пластичности.

Структура и свойства СЛС-образцов после ГИП

Горячее изостатическое прессование способствует протеканию рекристаллизационных процессов в СЛС-образцах и формированию ярко выраженной зеренной структуры (рис. 4, а). При

этом зерна сохраняют наследственную вытянутую вдоль оси Z морфологию, однако их длина существенно уменьшается по сравнению с СЛС-образцами. Другой характерной особенностью трансформации структуры в процессе ГИП являются полное устранение трещин и снижение общего уровня пористости с 0,31 до 0,04 об. %.

Микроструктура образцов после ГИП (рис. 4, б) состоит из твердого раствора на основе никеля (γ -фаза), упрочняющей интерметаллидной фазы на основе Ni_3Al (γ' -фаза) и карбидов типа MeC , которые выделились в объеме и на границе зерен. Основная упрочняющая γ' -фаза в теле зерна распределена в виде кубических включений размерами от 0,5 до 1,5 мкм, которые собираются в агломераты по 2—4 частицы. На границе зерна размер γ' -фазы достигает 3—7 мкм. Формирование γ' -фазы с такой морфологией обусловлено медленной скоростью охлаждения образцов после проведения ГИП, так как оно происходило в газостате [31].

Оценка объемной доли фаз производилась по СЭМ-изображениям посредством определения отношения площади фазовых областей к площади

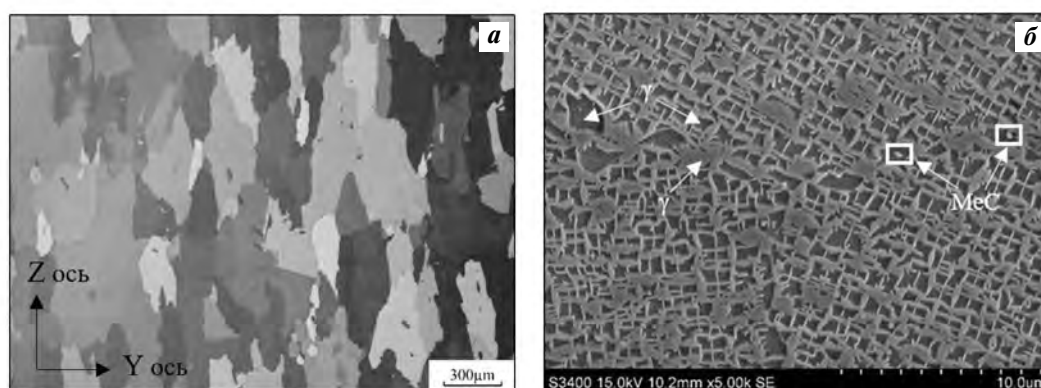


Рис. 4. Макро- (а) и микроструктура (б) СЛС-образцов после ГИП

Увеличение — $50\times$ (а) и $5000\times$ (б)

Fig. 4. Macrostructure (a) and microstructure (b) of SLM samples after HIP

Magnification — $50\times$ (a) and $5000\times$ (b)

всего снимка. По результатам металлографического анализа, ориентировочная объемная доля γ -фазы составила 46 %, γ' -фазы — 53 % и фазы на основе тугоплавких соединений — около 1 %.

Механические свойства СЛС-образцов после ГИП значительно выросли. В частности, предел прочности (σ_B) увеличился до 1290 МПа, относительное удлинение (δ) — до 24,9 %, относительное сужение (ψ) — до 19,7 %. При этом наблюдалось некоторое уменьшение предела текучести до 810 МПа, что обусловлено морфологией, размерами и характером распределения γ' -фазы по границам зерен. Улучшение свойств СЛС-образцов после ГИП обусловлено устранением дефектов в виде единичных трещин, а также уменьшением объемной пористости и выделением упрочняющей γ' -фазы.

Структура и свойства СЛС-образцов после термической обработки (ТО)

На рис. 5 приведены макроструктуры СЛС-образцов, полученных по режиму A25, после ТО

и ГИП + ТО. Видно, что они обладают схожей структурой, состоящей из вытянутых зерен, ориентированных в направлении оси Z. При этом образцы после комплексной обработки ГИП + ТО отличаются несколько меньшим размером зерна. В структуре образцов после ТО без предварительного ГИП наблюдаются микротрещины (см. рис. 5, а), унаследованные от СЛС-процесса. В образцах после ГИП + ТО их не обнаружено, однако в структуре имеются сферические поры размером до 5 мкм (рис. 5, б).

На микроуровне структура СЛС-образцов после ТО и ГИП + ТО практически идентичная. После проведения ТО размер γ' -фазы существенно уменьшается по сравнению с образцами после ГИП: в объеме зерна он варьируется в интервале 150–400 нм, а на границе зерна может достигать 1–2 мкм. Распределение γ' -фазы в твердорастворной матрице становится более равномерным.

Кроме того, в ходе проведения ТО в объеме зерен формируются карбиды типа MeC, а по границам — преимущественно $Cr_{23}C_6$ (см. рис. 5, з).

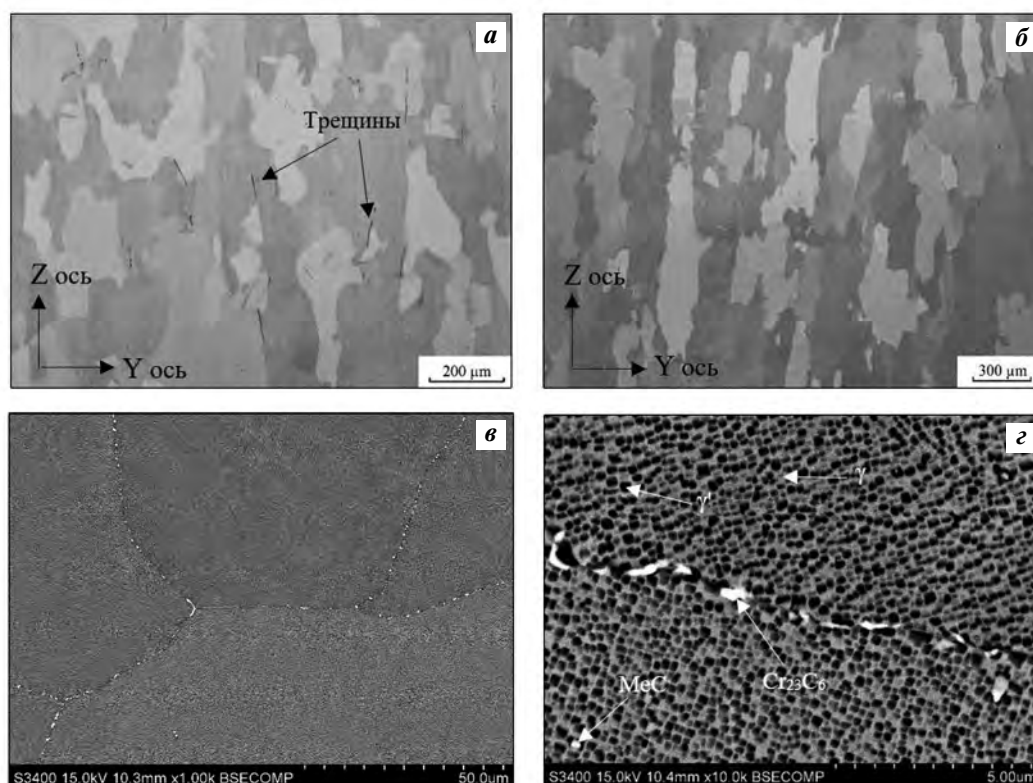


Рис. 5. Структура СЛС-образцов из сплава ЭП741НП после ТО (а) и ГИП + ТО (б–г)

Увеличение — 100 $\times$ (а), 50 $\times$ (б), 1000 $\times$ (в), 10000 $\times$ (г)

Fig. 5. Structure of EP741NP alloy SLM samples after TO (а) and HIP + HT (б–г)

Magnification — 100 $\times$ (а), 50 $\times$ (б), 1000 $\times$ (в), 10000 $\times$ (г)

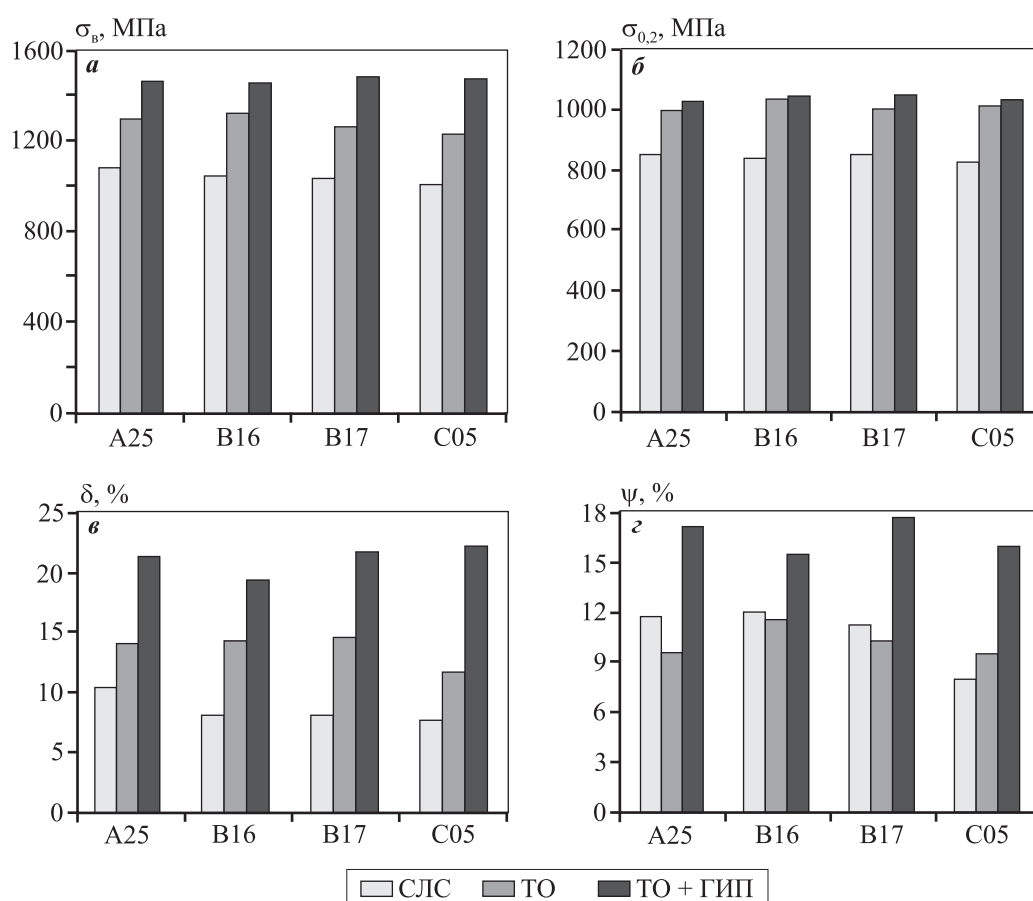


Рис. 6. Механические свойства СЛС-образцов из сплава ЭП741НП до и после ТО и ГИП + ТО

Fig. 6. Mechanical properties of EP741NP alloy SLM samples before and after HT and HIP + HT

Результаты идентификации карбидных частиц подробно представлены в работе [27]. Также по STEM-фотографиям проведена оценка доли основных фаз, согласно которой доля γ -фазы составила 36 %, γ' -фазы — 63 % и карбидных фаз — около 1 %.

На рис. 6 приведены сравнительные результаты механических испытаний СЛС-образцов после ТО и ГИП + ТО. Сопоставление представленных данных с результатами структурных исследований позволяет заключить, что максимальные механические свойства сплава ЭП741НП достигаются при проведении комплексной обработки (ГИП + ТО) за счет устранения структурных дефектов и равномерного выделения мелкодисперсной γ' -фазы. Образцы после ТО без предварительного ГИП имеют повышенные характеристики относительно СЛС-образцов, что связано с выделением упрочняющей γ' -фазы. По пределу прочности и пределу текучести образцы после ТО соответствуют образцам после ГИП, однако имеют низкие зна-

чения пластичности, что связано с присутствием в их структуре трещин, наследованных от процесса СЛС.

Следует отметить, что, несмотря на различное количество дефектов в исходных СЛС-образцах, проведение полного комплекса постобработок способствует выравниванию механических характеристик образцов, полученных по различным режимам. Зафиксированный эффект подтверждает возможность устранения некритических дефектов методом ГИП.

Заключение

Методом СЛС изготовлены образцы из жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП с различным уровнем дефектности структуры (поры, микротрещины). СЛС-образцы характеризовались дендритно-ячеистой микроструктурой со столбчатыми зёрнами. Установлено закономерное снижение прочностных характеристик с увеличением

дефектности образцов. При увеличении объемной доли дефектов с 0,31 до 0,65 % предел прочности снижается с 1085 до 1015 МПа соответственно.

Показано, что горячее изостатическое прессование способствует заметному снижению плотности дефектов в виде единичных трещин, уменьшению пористости образцов до 0,04 об.% и выделению упрочняющей γ' -фазы, что в совокупности приводит к увеличению предела прочности на 20 % ($\sigma_B = 1290$ МПа), относительного удлинения на 14,4 % ($\delta = 24,9$ %) и относительного сужения на 7,9 % ($\psi = 19,7$ %). Однако из-за условий охлаждения образцов после ГИП γ' -фаза выделилась в виде агломератов, неравномерно распределенных в объеме твердорастворной матрицы.

Установлено, что применение термообработки (ТО) без предварительного ГИП приводит к увеличению прочностных характеристик для всех типов образцов за счет выделения мелкодисперсной γ' -фазы, равномерно распределенной в объеме материала. Однако в структуре сохраняются дефекты, наследованные от процесса СЛС, что снижает свойства сплава ЭП741НП (особенно пластичность).

Таким образом, комплексная постобработка, сочетающая операции ГИП и ТО, позволила получить материал с оптимальной структурой и максимальными механическими характеристиками. При этом наблюдалось выравнивание свойств образцов, полученных по различным режимам СЛС, что связано с устранением структурных дефектов и формированием одинаковой дисперсно-упрочненной γ/γ' -структуры с равномерным распределением γ' -фазы. В результате комплексной обработки было достигнуто увеличение прочностных характеристик до следующих средних значений: σ_B до 1460 МПа, $\sigma_{0,2}$ до 1035 МПа, δ до 21,3 % и ψ до 16,7 %.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 19-79-10226).

Funding: *The research was carried out under financial support of the Russian Science Foundation (Grant № 19-79-10226).*

Литература/References

1. *Логунов А.В.* Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. Рыбинск: ООО «Изд. дом «Газотурбинные технологии», 2017.
Logunov A.V. Heat-resistant nickel alloys for gas turbine blades and discs. Rybinsk: Izdatel'skii dom «Gazoturbinnye tehnologii», 2017 (In Russ.).
2. *Pollock T.M., Tin S.* Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties. *J. Propulsion Power*. 2006. Vol. 22. No. 2. P. 361—374. DOI: 10.2514/1.18239.
3. *Логунов А.В., Шмотин Ю.Н.* Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин (материалы и технологии). М.: Наука и технологии, 2013.
Logunov A.V., Shmotin Ju.N. Modern heat-resistant nickel alloys for gas turbine disks (materials and technologies). Moscow: Nauka i tehnologii, 2013 (In Russ.).
4. *Akhtar W., Sun J., Sun P., Chen W., Saleem Z.* Tool wear mechanisms in the machining of nickel based superalloys: A review. *Front. Mech. Eng.* 2004. Vol. 9. P. 106—119. DOI: 10.1007/s11465-014-0301-2.
5. *Ezugwu E.O., Bonney J., Yamane Y.* An overview of the machinability of aeroengine alloys. *J. Mater. Proces. Technol.* 2003. Vol. 134. No. 2. P. 233—253. DOI: 10.1016/S0924-0136(02)01042-7.
6. *McTiernan B.J.* Powder metallurgy superalloys. In: *Powder metallurgy: Handbook*. Vol. 7. ASM International, 2015. P. 682—702. DOI: 10.31399/asm.hb.v07.a0006094.
7. *Гарибов Г.С.* Отечественные гранулированные материалы для газотурбинных технологий. *Технология легких сплавов*. 2018. No. 4. С. 24—27.
Garibov G.S. Domestic granular materials for gas turbine technologies. *Technologija legkich splavov*. 2018. No. 4. P. 24—27 (In Russ.).
8. *Гарибов Г.С.* Перспективы развития отечественных дисковых гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для новых образцов авиационной техники. *Технология легких сплавов*. 2017. No. 1. С. 7—28.
Garibov G.S. Prospects for the development of domestic disc granulated heat-resistant nickel alloys for new samples of aviation technology. *Technologija legkich splavov*. 2017. No. 1. P. 7—28 (In Russ.).
9. *Разуваев Е.И., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Сидоров С.А.* ГИП и деформация гранулированных жаропрочных никелевых сплавов. *Авиационные материалы и технологии*. 2016. No. S1 (43). С. 80—86. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86.
Razuvaev E.I., Bubnov M.V., Bakradze M.M., Sidorov S.A. HIP and deformation of granular heat-resistant nickel alloys. *Aviatsionnye materialy i tehnologii*. 2016. No. S1 (43). P. 80—86 (In Russ.).
10. *Bassini E., Vola V., Lorusso M., Ghisleni R., Lombardi M., Biamino S., Ugues D., Vallillo G., Picqué B.* Net shape HIPping of Ni-superalloy: Study of the interface between the capsule and the alloy. *Mater. Sci. Eng. A*. 2017. Vol. 695. P. 55—65. DOI: 10.1016/j.msea.2017.04.016.
11. *Bai Q., Lin J., Tian G., Zou J., Dean T.A.* Review and ana-

- lysis of powder prior boundary (ppb) formation in powder metallurgy processes for nickel-based super alloys. *J. Powder Metallurgy & Mining*. 2015. Vol. 4. No. 1. P. 1000127. DOI: 10.4172/2168-9806.1000127.
12. Логачева А.И., Сентюрин Ж.А., Логачев И.А. Аддитивные технологии производства ответственных изделий из металлов и сплавов (обзор). *Перспективные материалы*. 2015. No. 4. С. 5—16.
Logacheva A.I., Sentjurina Zh.A., Logachev I.A. Additive technologies for the production of critical products from metals and alloys (review). *Perspektivnye materialy*. 2015. No. 4. P. 5—16 (In Russ.).
 13. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб: Изд-во СПбГУ, 2013.
Zlenko M.A., Popovich A.A., Mutylina I.N. Additive technologies in mechanical engineering. Sankt-Peterburg: Izd-vo SPbGU, 2013 (In Russ.).
 14. Froes F., Boyer R. Additive manufacturing for the aerospace industry. Elsevier, 2019.
 15. Frazier W.E. Metal additive manufacturing: A review. *J. Mater. Eng. Perform.* 2014. Vol. 23. P. 1917—1928. DOI: 10.1007/s11665-014-0958-z.
 16. Tao P., Li H., Huang B., Hu Q., Gong S., Xu Q. The crystal growth, intercellular spacing and microsegregation of selective laser melted Inconel 718 superalloy. *Vacuum*. 2019. Vol. 159. P. 382—390. DOI: 10.1016/j.vacuum.2018.10.074.
 17. Li X., Shi J.J., Wang C.H., Cao G.H., Russell A.M., Zhou Z.J., Li C.P., Chen G.F. Effect of heat treatment on microstructure evolution of Inconel 718 alloy fabricated by selective laser melting. *J. Alloys Compd.* 2018. Vol. 764. P. 639—649. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.06.112.
 18. Attallah M.M., Jennings R., Wang X., Carter L.N. Additive manufacturing of Ni-based superalloys: The outstanding issues. *MRS Bulletin*. 2016. Vol. 41 (10). P. 758—764. DOI: 10.1557/mrs.2016.211.
 19. Qiu C., Chen H., Liu Q., Yue S., Wang H. On the solidification behaviour and cracking origin of a nickel-based superalloy during selective laser melting. *Mater. Charact.* 2019. Vol. 148. P. 330—344. DOI: 10.1016/j.matchar.2018.12.032.
 20. Zhang B., Li Y., Bai Q. Defect formation mechanisms in selective laser melting: a review. *Chin. J. Mech. Eng.* 2017. Vol. 30. P. 515—527. DOI: 10.1007/s10033-017-0121-5.
 21. Yamashita Y., Murakami T., Mihara R., Okada M., Murakami Y. Defect analysis and fatigue design basis for Ni-based superalloy 718 manufactured by selective laser melting. *Int. J. Fatigue*. 2018. Vol. 117. P. 485—495. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002.
 22. Liu P., Hu J., Sun S., Feng K., Zhang Y., Cao M. Microstructural evolution and phase transformation of Inconel 718 alloys fabricated by selective laser melting under different heat treatment. *J. Manufact. Proces.* 2019. Vol. 39. P. 226—232. DOI: 10.1016/j.jmapro.2019.02.029.
 23. Han Q., Mertens R., Montero-Sistiaga M.L., Yang S., Setchi R., Vanmeensel K., Hooreweder B.V., Evans S.L., Fan H. Laser powder bed fusion of Hastelloy X: Effects of hot isostatic pressing and the hot cracking mechanism. *Mater. Sci. Eng. A*. 2018. Vol. 732. P. 228—239. DOI: 10.1016/j.msea.2018.07.008.
 24. Li J., Zhao Z., Bai P., Qu H., Liu B., Li L., Wu L., Guan R., Liu H., Guo Z. Microstructural evolution and mechanical properties of IN718 alloy fabricated by selective laser melting following different heat treatments. *J. Alloys Compd.* 2019. Vol. 772. P. 861—870. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.09.200.
 25. Гарибов Г.С. Теория кристаллизации и технология гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов. *Технология легких сплавов*. 2016. No. 1. С. 107—118.
Garibov G.S. Crystallization theory and technology of granulated heat-resistant nickel alloys. *Technologija legkich splavov*. 2016. No. 1. P. 107—118 (In Russ.).
 26. Гарибов Г.С. Научно-технический задел в области гранульной металлургии для создания перспективных авиационных двигателей. *Технология легких сплавов*. 2018. No. 2. С. 63—71.
Garibov G.S. Scientific and technical groundwork in the field of granular metallurgy for the creation of advanced aircraft engines. *Technologija legkich splavov*. 2018. No. 2. P. 63—71 (In Russ.).
 27. Sentyurina Zh.A., Baskov F.A., Loginov P.A., Kaplanskii Yu.Yu., Mishukov A.V., Logachev I.A., Bychkova M.Ya., Levashov E.A., Logacheva A.I. The effect of hot isostatic pressing and heat treatment on the microstructure and properties of EP741NP nickel alloy manufactured by laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*. 2021. Vol. 37. P. 101629. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101629.
 28. Moussaoui K., Rubio W., Mousseigne M., Sultan T., Rezai F. Effects of selective laser melting additive manufacturing parameters of Inconel 718 on porosity, microstructure and mechanical properties. *Mater. Sci. Eng. A*. 2018. Vol. 735. P. 182—190. DOI: 10.1016/j.msea.2018.08.037.
 29. Wan H.Y., Zhou Z.J., Li C.P., Chen G.F., Zhang G.P. Effect of scanning strategy on grain structure and crystallographic texture of Inconel 718 processed by selective laser melting. *J. Mater. Sci. Technol.* 2018. Vol. 34. P. 1799—1804. DOI: 10.1016/j.jmst.2018.02.002.
 30. Chen Z., Chen S., Wei Z., Zhang L., Wei P., Lu B., Zhang S., Xiang Y. Anisotropy of nickel-based superalloy K418 fabricated by selective laser melting. *Progress in Natural Science: Materials International*. 2018. Vol. 28. No. 4. P. 496—504. DOI: 10.1016/j.pnsc.2018.07.001.
 31. Peng H., Shi Y., Gong S., Guo H., Chen B. Microstructure, mechanical properties and cracking behaviour in a γ' -precipitation strengthened nickel-base superalloy fabricated by electron beam melting. *Mater. Design*. 2018. Vol. 159. P. 155—169. DOI: 10.1016/j.matdes.2018.08.054.