Материалы и покрытия, получаемые методами аддитивных технологий

УДК 539.21; 539.25;621.7; 669 DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-76-86

# Сравнительное исследование структурно-фазового состояния и механических свойств жаропрочных сплавов систем Ni–Cr(X) и Fe–Cr(X), полученных методами аддитивных технологий

© 2018 г. Ю.Р. Колобов, А.Н. Прохоров, С.С. Манохин, А.Ю. Токмачева-Колобова, Д.И. Серебряков, В.В. Афанасьев

Институт проблем химической физики (ИПХФ) РАН, г. Черноголовка, Московская обл. Белгородский государственный национальный исследовательский университет (НИУ «БелГУ») Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова Центральный институт авиационного моторостроения (ЦИАМ) им. П.И. Баранова, г. Москва Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

Статья поступила в редакцию 30.05.18 г., доработана 20.07.18 г., подписана в печать 23.07.18 г.

Проведены сравнительные исследования особенностей формирования, термической стабильности структуры и механических свойств жаропрочных сплавов на основе железа и никеля, полученных с использованием аддитивных технологий (АТ) методами прямого лазерного выращивания и селективного лазерного плавления. Установлено, что в сплавах, полученных путем прямого лазерного выращивания, формируется ячеистая структура и присутствуют мелкие поры размером до 200 нм. Структура сплавов, полученных селективным лазерным плавлением, отличается наличием элементов с глобулярной и пластинчатой морфологией и не полностью проплавленных областей, а также крупными порами размером порядка 5 мкм. Выявлена возможность проявления эффекта нанофазного упрочнения за счет присутствия в материале наноразмерных частиц силицидов хрома. Проведен сравнительный анализ механических свойств исследуемых материалов. Показано, что сплавы на основе железа обладают более высокой прочностью и меньшей пластичностью по сравнению с никелевыми сплавами. Все изученные образцы, полученные селективным лазерным плавлением, имеют более высокие прочностные характеристики по сравнению со сплавами, полученными методом прямого лазерного выращивания. В результате кратковременного отжига при температуре 900–1000 °С в течение 1 ч у АТ-сплавов на основе железа заметно снизились как прочность, так и пластичность при испытаниях на растяжение и сжатие при комнатной и повышенных температурах. При испытаниях на сжатие при t = 900 °С сплавы на основе железа и никеля, полученные методом прямого лазерного выращивания, имеют близкие по величине прочностные показатели. В отличие от сплавов на основе железа дополнительный отжиг АТ-сплава на основе никеля практически не снижает его прочностные характеристики.

Ключевые слова: жаропрочные сплавы, аддитивные технологии, структура, фазовый состав.

Колобов Ю.Р. – докт. физ.-мат. наук, проф., зав. кафедрой наноматериалов и нанотехнологий НИУ «БелГУ» на базе Научного центра РАН в Черноголовке (308034, г. Белгород, ул. Королева, 2а), зав. лабораторией физико-химической инженерии композиционных материалов ИПХФ РАН (142432, Московская обл., г. Черноголовка, пр. Акад. Семенова, 1). E-mail: kolobov@bsu.edu.ru.

**Прохоров А.Н.** – канд. техн. наук, зам. ген. директора – директор ИЦ «Аэрокосмические двигатели и химмотология» ЦИАМ (111116, г. Москва, ул. Авиамоторная, 2). E-mail: prokhorov@ciam.ru.

Манохин С.С. – канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник лаборатории физико-химической инженерии композиционных материалов ИПХФ РАН. E-mail: manohin@bk.ru.

Токмачева-Колобова А.Ю. – аспирант НИТУ «МИСиС», сотрудник лаборатории физико-химической инженерии композиционных материалов ИПХФ РАН. E-mail: anastasiia.misis@gmail.com.

Серебряков Д.И. – начальник сектора отдела «Аэрокосмические двигатели» ЦИАМ. E-mail: serebryakov012@ciam.ru.

Афанасьев В.В. – вед. специалист отдела «Аэрокосмические двигатели» ЦИАМ.

**Для цитирования:** Колобов Ю.Р., Прохоров А.Н., Манохин С.С., Токмачева-Колобова А.Ю., Серебряков Д.И., Афанасьев В.В. Сравнительное исследование структурно-фазового состояния и механических свойств жаропрочных сплавов систем Ni–Cr(X) и Fe–Cr(X), полученных методами аддитивных технологий // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2018. No. 3. C. 76–86. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-76-86.

#### Kolobov Yu.R., Prokhorov A.N., Manokhin S.S., Tokmacheva-Kolobova A.Yu., Serebryakov D.I., Afanasiev V.V. **Comparative study of structural phase condition and mechanical properties of Ni–Cr(X)** *μ***Fe–Cr(X) heat-resistant alloys obtained using additive technologies**

The comparative study covers the features of formation, thermal stability of structure and mechanical properties of heatresistant Ni and Fe based alloys obtained using additive technologies (AT) by direct metal laser sintering, selective laser melting. It is found that alloys obtained by direct metal laser sintering have a cellular structure formed with small pores up to 200 nm in size, in contrast to alloys obtained by selective laser melting having elements with a globular and lamellar morphology and not completely melted areas as well as large pores about 5  $\mu$ m in size. The study reveals a possible effect of nanophase hardening due to the presence of nanosized particles of chromium silicides in the material. A comparative analysis of the mechanical properties of studied materials is carried out. It is shown that the iron-based alloys have higher strength and lower ductility compared to nickel alloys. All studied samples obtained by selective laser melting demonstrate higher strength characteristics in comparison with alloys obtained by laser metal deposition. As a result of short-term annealing at a temperature of 900–1000 °C for 1 h leads to a significant reduction in the plasticity and strength of iron-based AT alloys during tensile and compression tests at room and elevated temperatures. During compression tests at *t* = 900 °C, iron-and nickel-based alloys obtained by laser metal deposition have similar strength characteristics. Unlike iron-based alloys, additional annealing of nickel-based AT alloys has virtually no impact on its strength properties.

Keywords: high-temperature alloys, additive manufacturing, structure, phase composition

**Kolobov Yu.R.** – Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Head of the Department of the nanostructured materials and nanotechnologies on the basis of the Scientific Center in Chernogolovka of RAS, Belgorod State National Research University (308034, Russia, Belgorod, Koroleva str., 2a), Head of the Laboratory of the physico-chemical engineering of composite materials, Institute of Problems of Chemical Physics (IPCP) of RAS (142432, Russia, Moscow reg., Chernogolovka, Academician Semenov av., 1). E-mail: kolobov@bsu.edu.ru.

**Prokhorov A.N.** – Cand. Sci. (Tech.), Deputy General Director of the Central Institute of Aviation Motors (CIAM), Director of the Research center «Aerospace Engines and Chemmotology» (11116, Russia, Moscow, Aviamotornaya str. 2). E-mail: prokhorov@ciam.ru.

Manokhin S.S. – Cand. Sci. (Tech.), Senior researcher, Laboratory of the physico-chemical engineering of composite materials, IPCP of RAS. E-mail: manohin@bk.ru.

**Tokmacheva-Kolobova A.Yu.** – Postgraduate, NUST «MISIS», Assistant of Laboratory of the physico-chemical engineering of composite materials, IPCP of RAS. E-mail: anastasiia.misis@gmail.com.

Serebryakov D.I. - Head of the Sector aerospace engine department, CIAM. E-mail: serebryakov012@ciam.ru.

Afanasiev V.V. – Leading expert, Aerospace engine department, CIAM.

**Citation:** *Kolobov Yu.R., Prokhorov A.N., Manokhin S.S., Tokmacheva-Kolobova A.Yu., Serebryakov D.I., Afanasiev V.V.* Sravnitel'noe issledovanie strukturno-fazovogo sostoyaniya i mekhanicheskikh svoistv zharoprochnykh splavov sistem Ni–Cr(X) i Fe–Cr(X), poluchennykh metodami additivnykh tekhnologii. Izv. vuzov. Poroshk. metallurgiya i funkts. pokrytiya. 2018. No. 3. P. 76–86. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2018-3-76-86.

### Введение

В настоящее время активно исследуются и находят широкое применение в различных областях техники и медицины материалы, полученные с использованием новых аддитивных технологий (АТ). Последние открывают возможности производства трехмерных металлических изделий сложной формы в соответствии с заданной компьютерной моделью путем послойного нанесения порошкового материала в зону плавления и последующего либо одновременного воздействия лазерного облучения.

Известно, что особенно высокие требования предъявляются к материалам для изготовления различных деталей летательных аппаратов в авиационной и космической технике, которые в процессе эксплуатации подвергаются одновременному воздействию высоких температур и механических нагрузок [1—3]. Жаропрочные сплавы

на основе никеля и железа систем Ni-Cr(X) и Fe-Cr(X), например, отечественные сплавы марок ВЖ98, ВЖ171 и зарубежные — Inconel 625, Inconel 714 и др., на протяжении многих десятилетий применяются в технике, так как имеют термически стабильную структуру и обладают улучшенными по сравнению с традиционными материалами характеристиками прочности, коррозионной стойкостью и сопротивлением ползучести при обычных, повышенных и высоких температурах. Фазовый состав таких сплавов представлен легированным твердым раствором на основе никеля/железа с частицами вторичных фаз. Известно, что частицы дисперсных вторичных фаз (карбидов, нитридов, оксидов и др.), располагающиеся по границам зерен, увеличивают высокотемпературную прочность металлических поликристаллов, поскольку препятствуют миграции границ зерен, развитию процессов рекристаллизации и зернограничного проскальзывания в условиях одновременного воздействия температуры и нагрузки [2].

Многие из существующих и хорошо изученных жаропрочных сплавов трудно поддаются обработке, поэтому важной задачей представляется совершенствование технологии производства деталей сложной геометрической формы методами АТ [4]. В литературе приводятся данные о сопоставимых по величине или даже более высоких прочностных характеристиках при испытаниях на растяжение и сжатие при комнатной температуре жаропрочных сплавов, синтезированных с использованием АТ, по сравнению с литыми и деформируемыми сплавами [5, 6]. В то же время имеется довольно скудная информация о поведении АТ-сплавов в условиях циклического нагружения. Проявление улучшенных механических свойств связано с высокой анизотропией АТ-сплавов ввиду возможности прецизионного контроля направления выращивания и формы элементов структуры таких материалов [7].

В работе [8] показано, что механические свойства полученного методом прямого лазерного выращивания сплава Inconel 718 при испытаниях на растяжение сравнимы с соответствующими показателями для литых и деформированных сплавов. Однако пластичность и напряжение в момент разрыва образцов АТ-сплавов существенно меньше аналогичных механических свойств для образцов из литых и деформируемых заготовок, главным образом из-за наличия пористости. В работе [9] прочностные характеристики AT-сплава Inconel 718, подвергнутого горячему изостатическому прессованию, при испытаниях на растяжение превышают соответствующие показатели для деформированного сплава, так как АТ-сплав имеет меньший размер зерен. При этом так же, как и по данным [8], АТ-материал проявляет меньшую пластичность, чем деформированный.

Несмотря на многие явные преимущества методов АТ, на сегодняшний день они не способны заменить собой традиционные металлургические технологии ввиду наличия ряда определенных трудностей. Так, общей проблемой для всех материалов, произведенных с использованием АТ, является наличие дефектов, таких, как поры и зоны неполного сплавления [9]. Как известно, в АТ-сплавах выделяют существование двух типов пористости [10]:

 – сферические поры, формирующиеся в результате поглощения газа в ходе получения порошка, и непроплавленные области;  дефекты усадки, возникающие в процессе производства, которые обычно имеют несферическую форму и большой размер.

На примере сплава Ti—6Al—4V, полученного методом селективного лазерного плавления, в работе [11] с использованием рентгеновской компьютерной томографии подробно изучены морфология и распределение дефектов по объему образца. Поры, внутри которых встречаются не полностью сплавленные частицы исходного порошка, имеют форму дисков диаметром 100—200 мкм и распределены неоднородно по объему материала. Возможные причины образования пор в процессе получения материала данным методом изучены в работе [12], где было сделано предположение о том, что формирование пор связано с нестабильностью потока расплава и разбрызгиванием расплавленного материала.

Авторы работы [13] связывают образование сферических пор диаметром менее 10 мкм в сплаве Ti-6Al-4V, полученном методом электронно-лучевого селективного плавления, с выделением пузырьков инертного газа, поглощенного порошком металла в процессе его синтеза. При этом большая часть пор в материале сосредоточена у поверхности, где наблюдаются также и крупные поры размером ~50 мкм. В работе [6] отмечается, что большая часть пор в сплаве Inconel 718, изготовленном прямым лазерным выращиванием, находится в поверхностном слое толщиной порядка 2 мм, который может быть легко удален механически.

Наличие внутренних дефектов отрицательно сказывается на прочности материалов, полученных с использованием АТ, при циклическом нагружении, так как облегчает зарождение и распространение магистральной трещины. В работе [14] обнаружено, что неоднородность формирующейся структуры, а именно вытянутость зерен вдоль направления выращивания, и присутствие остаточных напряжений, возникающих из-за большого градиента температур в процессе плавления, оказывают влияние на многоцикловую усталость. Тем не менее в некоторых работах приводятся сравнимые значения механических характеристик АТ-сплавов при многоцикловой усталости с соответствующими показателями деформируемых и литых сплавов [15]. При малоцикловых испытаниях, согласно данным [9], наличие пористости приводит к уменьшению предела выносливости АТ-сплава по сравнению с деформируемым сплавом-аналогом. Так, полученный методом прямого лазерного выращивания сплав Inconel 718 имеет больший предел выносливости, чем деформированный, когда значение амплитуды деформации лежит в интервале от 0,6 до 0,8 %. С возрастанием последней до 1,0 % деформированный сплав имеет более высокое сопротивление усталости.

С целью уменьшения пористости в объеме и на поверхности материалов применяют различные методы их обработки, такие, как горячее изостатическое прессование и катодно-дуговое осаждение [16, 17]. Согласно [17] усталостные свойства подвергнутого указанным выше обработкам сплава Inconel 718 ухудшаются вне зависимости от проведения дополнительного отжига (t = 1000 °C,  $\tau = 1$  ч). Авторы [9] объясняют снижение предела выносливости данного сплава при циклических испытаниях с образованием большого количества двойников отжига в процессе горячего изостатического прессования.

В литературе имеется серия экспериментальных работ, посвященных изучению температурной зависимости механических свойств АТ-материалов. В работе [18] изучены механические характеристики сплава Inconel 718, полученного методом прямого лазерного выращивания, при испытаниях на сжатие в интервале температур от 940 до 1060 °С. Было установлено, что пределы текучести для сплавов, изготовленных с использованием АТ и методами традиционной металлургии, близки по значениям.

Целью настоящей работы является сравнение формирующейся структуры, фазового состава и механических свойств жаропрочных сплавов систем Ni—Cr(X) и Fe—Cr(X), полученных методами прямого лазерного выращивания (laser metal deposition) и селективного лазерного плавления (selective laser melting).

#### Методика и материалы исследований

Для исследования были выбраны образцы сплавов на основе никеля системы Ni—Cr(X) (российский аналог зарубежного сплава Inconel 718) и железа системы Fe—Cr(X) (российский аналог зарубежной жаропрочной стали AISI 304), полученных с использованием аддитивных технологий (методами прямого лазерного выращивания, селективного лазерного плавления) и предоставленных ЦИАМ им П.И. Баранова (г. Москва).

Химический состав указанных материалов, определенный микрорентгеноспектральным анализом, приведен в табл. 1 и 2.

# Таблица 1. Химический состав сплава системы Ni-Cr(X)

Единицы измерения	Ni	Cr	Fe	Nb	Мо	Ti	Al
Mac.%	52,48	19,15	18,10	4,93	3,61	1,02	0,73
Ат.%	51,82	21,35	18,79	3,07	2,18	1,23	1,56

# Таблица 2. Химический состав сплава системы Fe-Cr(X)

Единицы измерения	Fe	Cr	Ni	Мо	Si
Mac.%	66,51	19,92	9,96	2,51	1,09
Ат.%	65,84	21,18	9,38	1,44	2,15

Подготовка шлифов для металлографических исследований осуществлялась на установке LaboPol-5 фирмы «Struers». Отжиг образцов проводился в лабораторных печах Naberherm.

Микроструктура сплавов изучалась методами оптической (микроскоп Olympus GX41) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе Tecnai G2 F20 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ (в том числе в режиме сканирующей просвечивающей электронной микроскопии), а также растровой электронной микроскопии (РЭМ) на автоэмиссионных высокоразрешающих растровых электронных микроскопах Quanta 600 FEG, NovaNanoSem 450 и Aspex Express FEI при ускоряющих напряжениях 20 и 30 кВ. Энергодисперсионный элементный микроанализ выполнен с использованием приставки фирмы EDAX и программного обеспечения TecnaiImaging&Analysis. Резка образцов заданной формы производилась на электроэрозионной установке AQ300L.

Рентгеноструктурные исследования проведены на дифрактометре ARL X'TRA («Thermo Fisher Scientific») при следующих условиях: излучение  $CuK_{\alpha}$  ( $\lambda = 1,5406$  Å), шаг сканирования 0,02°, диапазон углов 2 $\theta = 30°$ ÷132°, экспозиция 1 с. С помощью программного обеспечения PDXL 2 осуществлялись обработка полученных рентгенограмм и определение фазового состава с использованием базы данных ICDD-2003.

Испытания на растяжение со скоростью деформации  $1 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> проводились на универсальной испытательной машине Instron 3883, на сжатие — Instron 300. Образцы на растяжение были в виде двухлопастных лопаток, рабочая часть которых имела размеры  $16 \times 3 \times 1,5$  мм для испытания при комнатной температуре и 35×7×2 мм для высокотемпературных испытаний. Для высокотемпературных испытаний на сжатие образцы изготавливались в виде параллелепипедов высотой 6 мм с основанием 3×3 мм. В каждой серии экспериментов исследовалось по 3 образца.

### Результаты и их обсуждение

## Сплав системы Fe—Cr(X)

В состоянии поставки структура исследуемого сплава, полученного методом прямого лазерного выращивания, является неоднородной по объему. Согласно данным оптической металлографии в продольном и поперечном сечениях наблюдаются вытянутые и округлые следы от лазерного пучка. Структура образцов в поперечном сечении (рис. 1, *a*), выявляемая в металлографическом микроскопе, представляет собой ванны кристаллизации расплава, имеющие форму сегментов круга, дуга которого, как показано в [19], является фронтом кристаллизации, а радиус зависит от градиента температуры, т.е. от энергетических параметров лазерного пучка.

Некоторые области изучаемого сплава имеют ячеистую микроструктуру с размером структурных элементов 0,5—1,0 мкм (см. рис. 1,  $\delta$ ), обычно наблюдаемую в АТ-сплавах [20]. По-видимому, образование ячеистой структуры связано с последовательно протекающими процессами плавления и кристаллизации при нагреве материала лазерным пучком во время синтеза и последующего охлаждения. На границах ячеек наблюдаются поры размером до 0,2 мкм. Ввиду присутствия в аустенитной матрице частиц CrSi<sub>2</sub> размером ~50 нм (рис. 1,  $\delta$ ) предполагается возможность реализации



**Рис. 1.** Микроструктура сплава системы Fe–Cr(X), полученного методом прямого лазерного выращивания *a* – оптическая металлография, поперечное сечение, ×100; *б* – просвечивающая электронная микроскопия



**Рис. 2.** Типичные примеры области с не полностью проплавленной смесью частиц исходного порошка (*a*) и пористостью (*б*, *b*) в сплаве системы Fe–Cr(X), полученном методом прямого лазерного выращивания (РЭМ)

известного эффекта нанофазного упрочнения. В структуре наблюдаются поры величиной 5 мкм и более, а также области, представляющие собой не полностью проплавленную смесь частиц исходного порошка, средний размер которых составляет ~30 мкм (см. рис. 2).

В сплаве, полученном методом селективного лазерного плавления, в отличие от образца, приготовленного путем прямого лазерного выращивания, наблюдаются элементы микроструктуры в виде полос шириной порядка 1—3 мкм (рис. 3) и многочисленные экстинкционные контуры, свидетельствующие о наличии больших внутренних напряжений. Так же в нем, как и в сплаве, полученном прямым лазерным выращиванием, присутствуют выделения наноразмерных частиц второй фазы размером ~50 нм.

Исследуемый сплав, изготовленный методом прямого лазерного выращивания, после отжига при температуре 1000 °С в течение 1 ч имеет предел прочности при комнатной температуре заметно



**Рис. 3.** Микроструктура АТ-сплава Fe–Cr(X), полученного методом селективного лазерного плавления (ПЭМ)

ниже (на 9—15 %), чем без отжига, и более высокую пластичность (рис. 4, *a*).

В сплаве на основе железа, полученном путем селективного лазерного плавления, отжиг при t = 1000 °C,  $\tau = 1$  ч (рис. 4, *б*, табл. 3) приводит к снижению предела прочности, как и для образца,







**Рис. 4.** Кривые деформации образца сплава на основе железа системы Fe-Cr(X), полученного методом прямого лазерного выращивания (a) и селективного лазерного плавления ( $\delta$ ), при испытании на растяжение при комнатной температуре

*1* – исходный материал,

2 – материал после отжига при t = 1000 °C,  $\tau = 1$  ч

Таблица 3. Результаты механических испытаний на растяжение при комнатной температуре сплава на основе железа системы Fe-Cr(X), полученного методом селективного лазерного плавления

Состояние образца	Скорость деформирования, мин	Условный предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Макс. пластическая деформация, %
Исходное	2	900±16	1150±23	20±2
После отжига при 1000 °C, 1 ч	2	840±20	980±45	12±2

Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya • 3 • 2018

	Исходн	ое состояние	Отжиг при 1000 °С, 1 ч		
t, °C	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	
800	310±16	329±10	217±11	329±20	
900	179±20	225±16	$170 \pm 14$	197±9	
1000	128±12	132±20	115±10	127±23	

Таблица 4. Механические свойства сплава Fe-Cr(X), полученного методом прямого лазерного выращивания, при испытаниях на сжатие при повышенных температурах

изготовленного методом прямого лазерного выращивания. Однако при этом не происходит повышения пластичности, а, наоборот, наблюдается существенное уменьшение величины деформации до разрушения при растяжении.

При испытаниях на сжатие при  $t = 800 \div 1000$  °C в сплаве на основе железа, полученном методом прямого лазерного выращивания, с ростом температуры закономерно снижаются прочностные характеристики. Отжиг материала при t = 1000 °C в течение 1 ч не оказывает заметного влияния на величину пределов текучести и прочности при температурах испытаний 900 и 1000 °C. При испытаниях на сжатие при t = 800 °C наблюдается снижение предела текучести сплава, при этом предел прочности не зависит от проведенной термообработки. В табл. 4 приведены соответствующие значения механических показателей для всего исследованного интервала температур и состояний.

#### Сплав системы Ni—Cr(X)

Согласно данным просвечивающей электронной микроскопии исследованные образцы сплава на основе никеля, полученного методом прямого лазерного выращивания, имеют ячеистую структуру, характерную для АТ-материалов [20, 21]. В некоторых областях наблюдаются поверхностные дефекты в виде пор. Основной объем матрицы представляет собой твердый раствор на основе никеля, имеющий ГЦК-решетку (параметр решетки a = 3,603 Å), что подтверждают результаты проведенного рентгеноструктурного анализа. В объеме матрицы присутствуют сферические включения второй фазы, идентифицированные как силициды ниобия, размером ~0,5 мкм.

Структура образца, изготовленного методом селективного лазерного плавления, так же, как и рассмотренного выше сплава на основе железа, состоит из кристаллизованных ванн расплава (рис. 5).

В целом структура материала неоднородна, наблюдаются области глобулярной и пластинчатой морфологии, представляющие, по-видимому, отдельные зерна поликристаллической структуры как в поперечном, так и в продольном сечениях. На поверхности образца присутствуют поры, раз-



**Рис. 5.** Микроструктура сплава системы Ni–Cr(X), полученного методом селективного лазерного плавления (поперечное сечение образца)

*а* – оптическая металлография, *б* – растровая электронная микроскопия

мер которых варьируется от единиц до десятков микрометров. В некоторых локальных областях образца сохраняется не полностью проплавленная смесь частиц исходного порошка размерами ~30 мкм. При этом частицы такой смеси на внутренних поверхностях цилиндрических каналов готовых изделий могут их полностью или частично перекрывать.

Исследование механических свойств сплава проводили на образцах, полученных каждым из двух упомянутых выше методов, в исходном состоянии и подвергнутых кратковременному отжигу при  $t = 900 \div 1000$  °C. Установлено, что проведение дополнительного отжига сплава, полученного методом прямого лазерного выращивания, не приводит к снижению прочностных характеристик при испытаниях на растяжение при комнатной температуре. Как можно видеть из табл. 5, в сплаве после отжига наблюдается увеличение значений предела прочности и величины деформации до разрушения.

Для образца на основе никеля, полученного методом селективного лазерного плавления, отмечается повышение предела прочности после проведенного отжига, при этом степень деформации до разрушения практически не изменяется (рис. 6, табл. 6). Следует отметить, что пластичность изготовленного селективным лазерным плавле-



**Рис. 6.** Кривые деформации образцов сплава системы Ni–Cr(X), полученного методом селективного лазерного плавления, при испытании на растяжение при комнатной температуре

*1* – исходный материал, *2* – материал после отжига

нием сплава на основе железа, описанного выше, в аналогичных условиях значительно ниже, чем у сплава на основе никеля, полученного тем же методом. При комнатной температуре механические

Таблица 5. Механические свойства сплава системы Ni-Cr(X), изготовленного методом прямого лазерного выращивания при испытании на растяжение при комнатной температуре

Состояние образца	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Степень деформации до разрушения, %
Исходное	442±18	690±20	26±2
После отжига при 1000 °C, 1 ч	390±16	730±10	42±7

Таблица 6. Результаты механических испытаний на растяжение при комнатной температуре сплава системы Ni-Cr(X), полученного методом селективного лазерного плавления

Состояние образца	Скорость деформирования, мм/мин	Условный предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Степень деформации до разрушения, %
Исходное	2	620±17	920±22	29±4
После отжига при 900 °С, 30 мин	2	620±11	970±11	30±3

Таблица 7. Механические свойства сплава системы Ni-Cr(X), изготовленного методом прямого лазерного выращивания, при испытании на сжатие при 900 °C

Состояние образца	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Степень деформации до разрушения, %
Исходное	171±11	200±19	33±4
После отжига при 1000 °C, 1 ч	219±14	224±10	32±3

свойства исследуемого материала сопоставимы с соответствующими показателями российских и зарубежных аналогов.

Прочностные характеристики сплава на основе никеля, полученного методом прямого лазерного выращивания, при t = 900 °C существенно ниже, чем при комнатной температуре, и близки к соответствующим значениям для сплава на основе железа. В табл. 7 приведены данные механических свойств сплава при испытаниях на сжатие при t = 900 °C.

#### Заключение

Выявлены основные особенности структурно-фазового состояния и изучены механические свойства жаропрочных сплавов систем Ni–Cr(X) и Fe–Cr(X), полученных методами прямого лазерного выращивания и селективного лазерного плавления.

Характерным для сплавов, изготовленных путем прямого лазерного выращивания, является формирование неоднородной ячеистой структуры с наличием на границах ячеек пор размерами до 200 нм. Качественно другая структура формируется в исследованных сплавах в процессе селективного лазерного плавления: для нее характерны неоднородность в размерах элементов микроструктуры глобулярной формы и наличие полос с элементами субструктуры вытянутой формы толщиной 100 нм и менее. Кроме того, в структуре присутствуют дефекты в виде крупных пор размером 5 мкм и более, а также локальные области, представляющие собой не полностью сплавленные частицы исходной порошковой смеси. Во всех исследованных сплавах обнаружены наноразмерные частицы силицидов хрома, с которыми может быть связан эффект нанофазного упрочнения.

Установлено, что прочность исследованных сплавов на основе железа (вне зависимости от способа получения материала) выше, чем прочность сплавов на основе никеля. При этом последние обладают заметно большей пластичностью. Все изученные образцы, полученные селективным лазерным плавлением, демонстрируют более высокие прочностные характеристики по сравнению со сплавами, полученными методом прямого лазерного выращивания.

В результате кратковременного отжига при температуре 900—1000 °С механические свойства сплавов на основе никеля улучшаются в отличие

от сплавов на основе железа. В последних отжиг приводит к снижению как прочности, так и пластичности для материала, изготовленного путем прямого лазерного выращивания, и к снижению предела прочности с одновременным возрастанием степени деформации до разрушения для сплава, полученного селективным лазерным плавлением.

При испытаниях на сжатие при температуре 900 °С сплавы на основе никеля и железа, полученные методом прямого лазерного выращивания, имеют близкие по величине прочностные характеристики.

Работа подготовлена при поддержке программы фундаментальных исследований Президиума РАН № 32 «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий» и тематической карты фундаментальных научных исследований ИПХФ РАН.

#### Литература

- Колобов Ю.Р., Каблов Е.Н., Козлов Э.В., Конева Н.А., Поварова К.Б., Грабовецкая Г.П., Бунтушкин В.П., Базылева О.А., Мубояджян С.А., Будиновский С.А. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением. М.: Изд-во МИСиС, 2008.
- Колобов Ю.Р. Диффузионно-контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов. Новосибирск: Наука, 1998.
- Ломбере Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Мазалов И.С. Высокотемпературные жаропрочные никелевые сплавы для деталей газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии: Юбил. науч.-техн. сб. / Под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2012. С. 52—57.
- 4. *Каблов Е.Н.* Аддитивные технологии доминанта национальной технологической инициативы // Интеллект и технологии. 2015. No. 2. C. 52—55.
- Lewandowski J.J., Seifi M. Metal additive manufacturing: A review of mechanical properties // Annu. Rev. Mater. Res. 2016. Vol. 46. No. 1. P. 151–186.
- Smith D. H., Bicknell J., Jorgensen L., Patterson B.M., Cordes N.L., Tsukrov I., Knezevic M. Microstructure and mechanical behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718 // Mater. Characterization. 2016. Vol. 113. P. 1–9.
- Wu M.W., Lai P.H., Chen J.K. Anisotropy in the impact toughness of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy // Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 650. P. 295-299.
- Zhao X., Chen J., Lin X., Huang W. Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718 // Mater. Sci. Eng. A. 2008. Vol. 478. P. 119–124.

- Gribbin S., Bicknell J., Jorgensen L., Tsukrov I., Knezevic M. Low cycle fatigue behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718 // Int. J. Fatig. 2016. Vol. 93. P. 156–167.
- Sames W.J., List F.A., Pannala S., Dehoff R.R., Babu S.S. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing // Int. Mater. Rev. 2016. Vol. 61. No. 5. P. 315–360.
- Wu M.W., Lai P.H. The positive effect of hot isostatic pressing on improving the anisotropies of bending and impact properties in selective laser melted Ti-6A1-4V alloy // Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 658. P. 429-438.
- Qiu C., Panwisawas C., Ward M., Basoalto H.C., Brooks J.W., Attallah M.M. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting // Acta Mater. 2015. Vol. 96. P. 72–79.
- Cunningham R., Narra S.P., Ozturk T., Beuth J., Rollett A.D. Evaluating the effect of processing parameters on porosity in electron beam melted Ti-6Al-4V via synchrotron X-ray microtomography // JOM. 2016. Vol. 68. No. 3. P. 765-771.
- Konecna R., Nicoletto G., Kunz L., Baca A. Microstructure and directional fatigue behavior of Inconel 718 produced by selective laser melting // Procedia Structural Integrity. 2016. Vol. 2. P. 2381–2388.
- Scott-Emuakpor O., Schwartz J., George T., Holycross C., Cross C., Slater J. Bending fatigue life characterisation of direct metal laser sintering nickel alloy 718 // Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 2015. Vol. 38. P. 1105–1117.
- Tillmann W., Schaak C., Nellesen J., Schaper M., Aydinöz M.E., Niendorf T. Functional encapsulation of laser melted Inconel 718 by Arc-PVD and HVOF for post compacting by hot isostatic pressing // Powder Metallurgy. 2015. Vol. 58. P. 259—264.
- Aydinöz M.E., Brenne F., Schaper M., Schaak C., Tillmann W., Nellesen J., Niendorf T. On the microstructural and mechanical properties of post-treated additively manufactured Inconel718 superalloy under quasi-static and cyclic loading // Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 669. P. 246-258.
- Bambach M., Sizova I., Silze F., Schnick M. Hot workability and microstructure evolution of the nickel-based superalloy Inconel 718 produced by laser metal deposition // J. Alloys and Compd. 2018. Vol. 740. P. 278–287.
- 19. Лукина Е.А., Базалеева К.О., Петрушин Н.В., Зайцев Д.В. Исследование закономерности образования зеренной структуры сплава системы легирования Ni— Al—W—Co—Nb—Cr—Ti—Mo, синтезированного методом СЛС, в зависимости от параметров лазерного пучка, термообработки и ГИП // Матер. Между-

нар науч.-техн. конф. «Beam Technologoies and Laser Application» (г. Санкт-Петербург, 21—24 сентября 2015 г.). Санкт-Петербург: СПбПУ Петра Великого, 2016. С. 307—315.

- Базалеева К.О., Цветкова Е.В., Балакирев Э.В. Процессы рекристаллизации аустенитного сплава, полученного методом селективного лазерного плавления // Вест. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2016. Vol. 111. No. 5. С. 117—127.
- Базалеева К.О., Цветкова Е.В., Смуров И.Ю., Ядройцев И.А., Базалеев Е.В., Костюк Ю.Г. Ячеистая структура в аустенитных сплавах, полученных методом селективного лазерного плавления // Перспект. матер. 2014. No. 3. C. 55—62.

### References

- Kolobov Yu. R., Kablov E.N., Kozlov E.V., Koneva N.A., Povarova K.B., Grabovetckaya G.P., Buntushkin V.P., Bazyleva O.A., Muboyadzhyan S.A., Budinovskii S.A. Struktura i svoistva intermetallidnykh materialov s nanofaznym uprochneniem [Structure and properties of intermetallic materials with nanophase hardening]. Moscow: MISIS, 2008.
- Kolobov Yu.R. Diffuzionno-kontroliruemye protcessy na granitcakh zeren i plastichnost metallicheskikh polikristallov [Diffusion-controlled processes at grain boundaries and plasticity of metal polycrystals]. Novosibirsk: Nauka, 1998.
- Lomberg B.S., Ovsepian S.V., Bakradze M.M., Mazalov I.S. Vysokotemperaturnye zharoprochnye nikelevye splavy dlia detalei gazoturbinnykh dvigatelei [High temperature heat resistant nickel alloys for gas turbine engine parts]. In: Aviatcionnye materialy i tekhnologii (Ed. Kablov E.N.). Moscow: VIAM, 2012. P. 52–57.
- Kablov E.N. Additivnye tekhnologii dominanta natcionalnoi tekhnologicheskoi initciativy [Additive technologies – a dominant feature of the national technology initiative]. *Intellekt i tekhnologii*. 2015. No. 2. P. 52–55.
- Lewandowski J.J., Seifi M. Metal additive manufacturing: A review of mechanical properties. Annu. Rev. Mater. Res. 2016. Vol. 46. No. 1. P. 151–186.
- Smith D. H., Bicknell J., Jorgensen L., Patterson B.M., Cordes N.L., Tsukrov I., Knezevic M. Microstructure and mechanical behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718. Mater. Characterization. 2016. Vol. 113. P. 1–9.
- Wu M.W., Lai P.H., Chen J.K. Anisotropy in the impact toughness of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy. Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 650. P. 295–299.
- Zhao X., Chen J., Lin X., Huang W. Study on microstructure and mechanical properties of laser rapid forming Inconel 718. Mater. Sci. Eng. A. 2008. Vol. 478. P. 119–124.

Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsional'nye pokrytiya • 3 • 2018

Материалы и покрытия, получаемые методами аддитивных технологий

- Gribbin S., Bicknell J., Jorgensen L., Tsukrov I., Knezevic M. Low cycle fatigue behavior of direct metal laser sintered Inconel alloy 718. *Int. J. Fatig.* 2016. Vol. 93. P. 156– 167.
- Sames W.J., List F.A., Pannala S., Dehoff R.R., Babu S.S. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *Int. Mater. Rev.* 2016. Vol. 61. No. 5. P. 315–360.
- Wu M.W., Lai P.H. The positive effect of hot isostatic pressing on improving the anisotropies of bending and impact properties in selective laser melted Ti-6Al-4V alloy. Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 658. P. 429-438.
- Qiu C., Panwisawas C., Ward M., Basoalto H.C., Brooks J.W., Attallah M.M. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting. Acta Mater. 2015. Vol. 96. P. 72–79.
- Cunningham R., Narra S.P., Ozturk T., Beuth J., Rollett A.D. Evaluating the effect of processing parameters on porosity in electron beam melted Ti—6A1—4V via synchrotron X-ray microtomography. JOM. 2016. Vol. 68. No. 3. P. 765—771.
- Konecna R., Nicoletto G., Kunz L., Baca A. Microstructure and directional fatigue behavior of Inconel 718 produced by selective laser melting. *Procedia Structural Integrity*. 2016. Vol. 2. P. 2381–2388.
- Scott-Emuakpor O., Schwartz J., George T., Holycross C., Cross C., Slater J. Bending fatigue life characterisation of direct metal laser sintering nickel alloy 718. Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 2015. Vol. 38. P. 1105–1117.
- Tillmann W., Schaak C., Nellesen J., Schaper M., Aydinöz M.E., Niendorf T. Functional encapsulation of laser melted Inconel 718 by Arc-PVD and HVOF for post compacting by hot isostatic pressing. *Powder Metallurgy*. 2015. Vol. 58. P. 259–264.
- 17. Aydinöz M.E., Brenne F., Schaper M., Schaak C., Till-

*mann W., Nellesen J., Niendorf T.* On the microstructural and mechanical properties of post-treated additively manufactured Inconel718 superalloy under quasi-static and cyclic loading. *Mater. Sci. Eng. A.* 2016. Vol. 669. P. 246–258.

- Bambach M., Sizova I., Silze F., Schnick M. Hot workability and microstructure evolution of the nickel-based superalloy Inconel 718 produced by laser metal deposition. J. Alloys and Compd. 2018. Vol. 740. P. 278–287.
- Lukina E.A., Bazaleeva K.O., Petrushin N.V., Zai'tcev D.V. Issledovanie zakonomernosti obrazovaniia zerennoi struktury splava sistemy legirovaniia Ni—Al—W—Co— Nb—Cr—Ti—Mo, sintezirovannogo metodom SLS, v zavisimosti ot parametrov lazernogo puchka, termoobrabotki i GIP [Study of the formation pattern of the grain structure of the alloy system Ni—Al—W—Co—Nb—Cr— Ti—Mo, synthesized by SLS, depending on the parameters of the laser beam, heat treatment and HIP]. In: Proc. Inter. Sci. and Tech. Conf. «Beam Technologoies and Laser Application» (St. Petersburg, 21—24 September 2015)]. St. Petersburg: Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, 2016. P. 307—315.
- Bazaleeva K.O., TCvetkova E.V., Balakirev E.V. Protcessy rekristallizatcii austenitnogo splava, poluchennogo metodom selektivnogo lazernogo plavleniia [The process of recrystallization of the austenitic alloy obtained by the method of selective laser melting]. Vestnik MGTU im. N.E. Baumana. Ser. Mashinostroenie. 2016. Vol. 111. No. 5. P. 117–127.
- Bazaleeva K.O., Tcvetkova E.V., Smurov I.Iu., Iadroitcev I.A., Bazaleev E.V., Kostiuk Yu.G. Iacheistaia struktura v austenitnykh splavakh, poluchennykh metodom selektivnogo lazernogo plavleniia [Cellular structure in austenitic alloys obtained by selective laser melting]. Perspektivnye materialy. 2014. No. 3. P. 55–62.