

УДК 622.1/2.(035)

*И.С. Мазалов¹, П.Б. Мазалов¹, Д.И. Сухов¹, Е.А. Сульянова¹***ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА, ПОЛУЧАЕМЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ**

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-3-14

Исследованы микроструктура и механические свойства экспериментальных композиций жаростойкого сплава на основе кобальта, полученных методом селективного лазерного сплавления. Упрочнение в исследованных композициях достигается путем формирования мелкоячеистой структуры твердого раствора на основе кобальта и высокодисперсных интерметаллидных и карбидных фаз. Методом МРСА установлено соотношение химических элементов в этих фазах и определен их тип. Показано, что содержание тантала определяет прочностные свойства сплава. Установлено, что образующиеся при синтезе дисперсные частицы положительно влияют на сопротивление ползучести при температуре 800 °С, тогда как при температуре 1100 °С происходит разрушение по границам наследственной структуры синтеза вне зависимости от особенностей легирования и морфологии структурных составляющих.

Ключевые слова: кобальтовый сплав, аддитивные технологии, селективное лазерное сплавление, горячее изостатическое прессование, структура, механические свойства.

*I.S. Mazalov¹, P.B. Mazalov¹, D.I. Suhov¹, E.A. Sulyanova¹***INFLUENCE OF HOT ISOSTATIC PRESSING PARAMETERS ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF COBALT-BASED ALLOYS OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING**

The paper examines the microstructure and mechanical properties of experimental compositions of a heat-resistant cobalt superalloy, produced by the method of selective laser melting (SLM). Strengthening in the studied materials is achieved by the formation of a fine-celled structure of a solid solution based on cobalt and highly dispersed intermetallic and carbide phases. By the EMPA (electron micro probe analysis) method, the ratio of chemical elements in these phases was evaluated and their type was determined. It was estimated that the tantalum content determines the strength properties of the alloy. It was found that dispersed particles formed during the synthesis have a positive effect on the creep resistance at 800 °C temperature, whereas at 1100 °C temperature the destruction occurs along the boundaries of the persisted structure of synthesis, regardless of the alloying and morphology of structural components.

Keywords: cobalt alloy, additive manufacturing, selective laser melting, hot isostatic pressing, structure, mechanical properties.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Одним из главных преимуществ аддитивных технологий (АТ) является возможность изготовления деталей сложной формы с использованием 3D-модели, которые при использовании традиционных технологий литья или штамповки изготовить невозможно. При этом развитие АТ требует применения новых специализированных конструкционных материалов, которые должны создаваться с учетом особенностей формирования структуры, свойственной аддитивным процессам [1, 2].

Разработка материалов нового поколения с высоким комплексом физико-механических свойств для использования в АТ совместно с отработкой технологии изготовления особо ответственных конструктивных элементов характеризуется новизной и прорывным характером. С помощью АТ возможно изготовление изделий с плотностью, близкой к 100 % от теоретической, что позволяет получать изделия с механическими свойствами, сопоставимыми или иногда даже превышающими свойства изделий, полученных традиционными методами (литьем и ковкой) [3, 4].

Основным методом АТ для изготовления деталей является метод селективного лазерного сплавления (СЛС). Он заключается в послойном нанесении металлопорошковой композиции и ее последующем селективном (выборочном) сплавлении при помощи лазера [4]. Процесс СЛС включает следующие стадии: поглощение и рассеивание лазерного излучения, перенос тепла, плавление и перемещение потока жидкости внутри ванны расплавленного металла, испарение металла и химические реакции на поверхности расплава, а также фазовые реакции при затвердевании расплава. Все они совместно с технологическими параметрами синтеза оказывают влияние на формирование структуры материала в процессе СЛС [5–7].

Обработка слоя порошка лучом лазера происходит послойно вдоль линий согласно данным САПР-файла модели. В связи с этим микроструктуре изделий, полученных методом СЛС, присущи некоторые особенности. Она представляет собой выраженную направленную столбчатую структуру, в которой при травлении шлифа в поперечном сечении можно обнаружить так называемые треки – области ванны расплавленного и закристаллизовавшегося металла, имеющие сходство со сварными швами.

Из-за высокой энергии лазера и его кратковременного локализованного взаимодействия с ограниченным объемом порошка характерны высокие скорости охлаждения материала, вследствие чего наблюдаются существенные остаточные напряжения в изделиях, полученных методом СЛС [8]. При таких скоростях охлаждения характерно уменьшение размеров структурных составляющих, а также образование пересыщенного твердого раствора с высоким уровнем дефектов упаковки, что выражается в высокой прочности материала по сравнению с отливкой, полученной традиционным путем [9–11]. Исследованиям структуры сплавов на никелевой основе, получаемых методами АТ, посвящен ряд отечественных работ [12–14].

Вместе с тем при освоении АТ широкое распространение получили ранее разработанные сплавы на основе кобальта, применявшиеся в виде отливок. Это связано с сочетанием высокой прочности, сопротивления горячей коррозии и высокого качества структуры кобальтового сплава, синтезированного в виде образцов и изделий методом СЛС. Например, кобальтовые сплавы системы Co–Cr–Mo, разработанные для протезирования и применяющиеся в виде порошка под маркой EOS MP1 для получения деталей методом СЛС, а также другие подобные материалы, в состоянии после СЛС имеют прочность: $\sigma_B = 1136\text{--}1300$ МПа, $\sigma_{0,2} = 730\text{--}870$ МПа, тогда как в литом состоянии прочность такого сплава не превышает $\sigma_B = 800$ МПа [15–17].

Сочетание технологичности, жаростойкости и механических свойств позволило широко использовать кобальтовые сплавы для прототипирования и натуральных испытаний деталей горячей части ГТД, а впоследствии внедрить их для отдельных деталей, изготавливаемых методом СЛС.

В работе [18] исследованы микроструктура и механические свойства опытного сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta в литом состоянии, отличающегося низким содержанием углерода. Цель работы – изучение механических свойств и микроструктуры сплавов данной системы, полученных методом СЛС, в зависимости от режимов газостатической обработки и особенностей легирования.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 10.4. «Технологии получения би- и полиметаллических естественноармированных металлических материалов методом прямого лазерного синтеза из металлических порошков»

(«Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [19].

Материалы и методы

Образцы для исследования получали методом СЛС из трех порошковых композиций, составы которых аналогичны составам литых образцов, изученных в работе [18]. Основа сплава состоит из следующих элементов (здесь и далее – в % (по массе)): 49–53 Со; 20–30 Сг; 7–10 Ni. Углерод – элемент, образующий основную упрочняющую фазу (карбид) и влияющий на структуру синтезированного материала, во всех композициях содержится в количестве 0,25 %. Все три композиции также содержат Ti в качестве карбидообразователя в количестве до 0,15 %, а состав 3 – дополнительно Zr.

Содержание тугоплавких элементов (W и Ta), обеспечивающих сопротивление ползучести при повышенных температурах, варьировалось следующим образом: 10 W и 4 Ta – в составе 1; 10 W и 6 Ta – в составе 2; 5 W и 2 Ta – в составе 3. Дополнительно в составе 3 содержится Mo в количестве 6 %.

Для снижения доли вредных примесей и раскисления при вакуумно-индукционной выплавке добавляли La и Mg в количествах, принятых в практике металлургии жаропрочных сплавов. Для повышения жаростойкости в состав 1 вводили Al в количестве 2 %.

Выплавку прутковых шихтовых заготовок проводили в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002. Металлопорошковые композиции получали из шихтовых заготовок методом газовой атомизации расплава на установке Hermiga. Для работы использовали фракцию металлопорошковой композиции 10–63 мкм. Образцы для испытаний и исследований синтезировали методом послойного лазерного синтеза на установке Concept Laser M2 Cursing.

Для выявления критических температур фазовых превращений экспериментальные композиции исследовали методом дифференциального термического анализа (ДТА) с использованием дифференциального сканирующего калориметра DSC 404 F1 в диапазоне температур от 35 до 1500 °С в атмосфере аргона. На основании полученных результатов [18] выбрали режимы баротермической обработки образцов – горячего изостатического прессования (ГИП) на уровнях 90, 60 и 40 °С ниже температуры сольвуса (T_{Solv}). Операция ГИП применяется для устранения дефектов структуры, возникающих при синтезе (несплавления, поры), а также для релаксации внутренних напряжений с целью повышения пластичности материала. Горячее изостатическое прессование проводили при давлении 150 МПа, продолжительность обработки составляла 2 ч. Исследовали также структуру материала после отжига при температуре $T_{\text{Solv}}-10$ °С для сопоставления с данными ДТА.

Изображения структуры и морфологии фазовых составляющих в образцах исследуемых композиций получали на растровом электронном микроскопе, а также с использованием просвечивающего электронного микроскопа Tecnai G2 F20 S-TWIN TMR. Оценку морфологических параметров и объемной доли структурных составляющих проводили в программе Image Expert. Качественный микрорентгеноспектральный анализ (МРСА) осуществляли на сканирующем электронном микроскопе Zeiss EVO MA 10 с энергодисперсионным спектрометром X-Max с применением калибровки по сертифицированным эталонам.

Для испытания механических свойств образцов, изготовленных из синтезированного материала, использовали стандартные методики ГОСТ 1497–84, ГОСТ 9651–84 – при испытаниях на кратковременное растяжение и ГОСТ 10145–81 – при испытаниях на длительную прочность; испытывали по три образца на каждый режим. Испытания на растяжение проводили на образцах как в исходном состоянии после СЛС, так и после ГИП; испытания на длительную прочность проводили на материале, прошедшем ГИП

при температуре 800 °С с приложенным напряжением 220 МПа, а также при температуре 1100 °С с напряжением 25 МПа.

Результаты и обсуждение

Структура синтезированного материала исследованных композиций не имеет существенных различий в зависимости от химического состава. В исходном состоянии микроструктура (рис. 1) сформирована треками – закристаллизовавшимися объемами металла, расплавленного при воздействии лазера с определенной шириной развертки. Особенности формирования мелкодисперсной структуры внутри трека в синтезированном материале обусловлены высокой скоростью кристаллизации в микрообъеме металла, которая оценивается на уровне 10^4 – 10^6 К/с.

Микроячейки треков в поперечном сечении имеют диаметр 100–150 мкм (рис. 1, а, б). Формирование каждого последующего трека в результате теплового воздействия изменяет структуру предыдущего, формируя при кристаллизации субзерна с дендритной структурой, независимые от границ трека. Дендритная структура субзерен разориентирована, но имеет текстуру в направлении теплоотвода, соседние дендриты внутри субзерен также незначительно разориентированы. Оси дендритных кристаллов имеют сечение 0,5–1,0 мкм, протяженность 5–25 мкм (рис. 1, в, г). Эвтектическая фаза кристаллизуется в междендритном пространстве в виде частиц округлой или неправильной формы размером <100 нм и образует прослойки, формирующие границы дендритных ячеек (рис. 1, д, е).

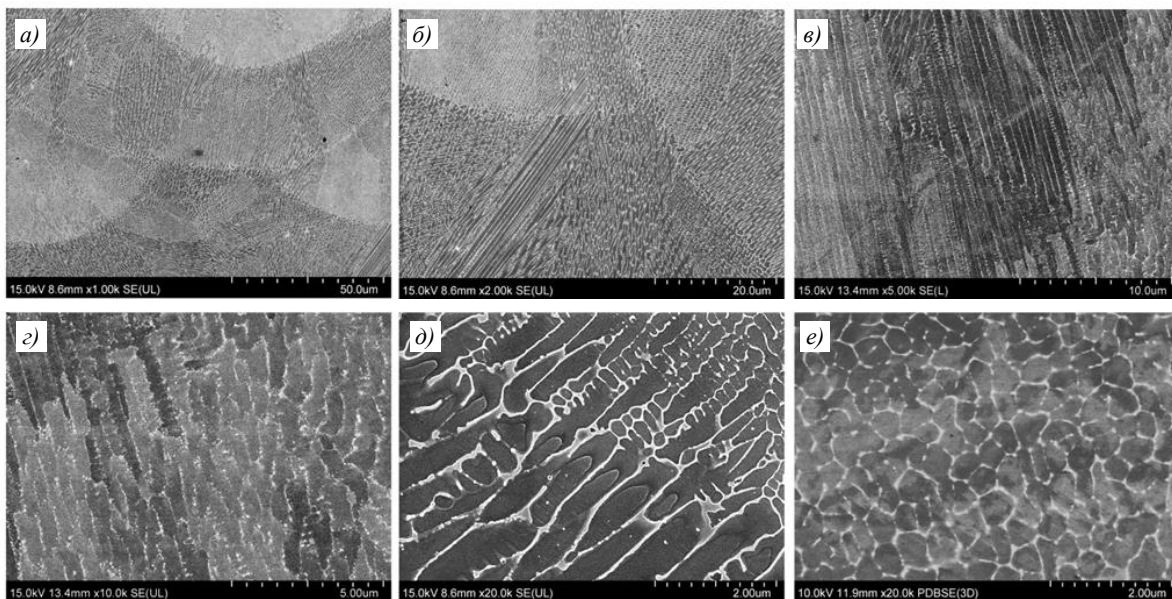


Рис. 1. Микроструктура синтезированного образца композиции 1 без термообработки

На светлопольных снимках, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), степень разориентировки фрагментов и отдельных ячеек наблюдается в условиях дифракционного контраста (рис. 2, а). На границах ячеек кристаллизации наблюдаются карбидные прослойки и отдельные частицы карбидов (рис. 2, б). Карбидные частицы имеют гранецентрированную кубическую (ГЦК) кристаллическую решетку с периодом ~0,44 нм (период матрицы ~0,37 нм) и ориентационное соотношение с матрицей (100)|| (100) и [010]|| [010]. В объеме ячеек наблюдаются дефекты упаковки в плоскостях (111) ГЦК-матрицы (рис. 2, в).

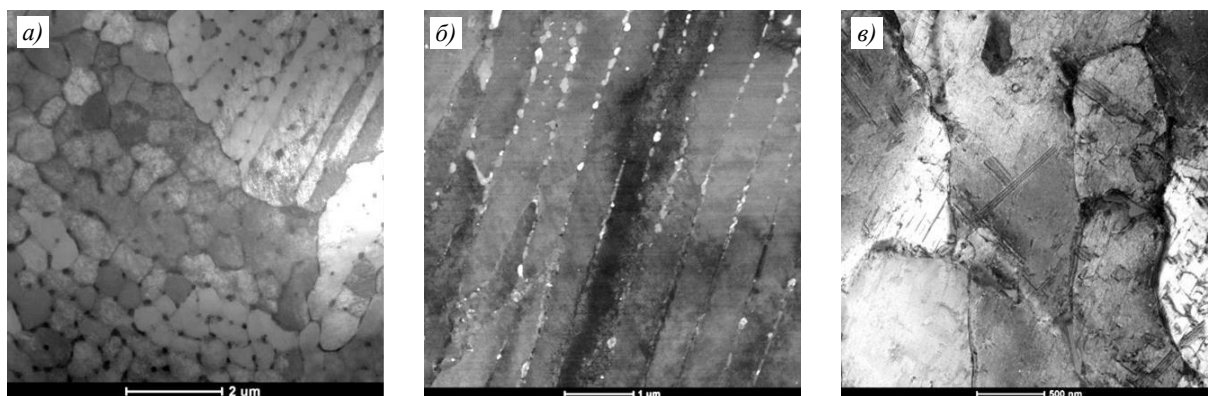


Рис. 2. Микроструктура синтезированных образцов экспериментальных композиций, полученная методом ПЭМ: *а* – дендритные ячейки в составе субзерен с различной ориентировкой; *б* – темнопольный снимок в рефлексе карбидной фазы; *в* – дефекты упаковки в объеме ячеек

Микроструктура синтезированных образцов после ГИП, проведенного по различным режимам, представлена на рис. 3.

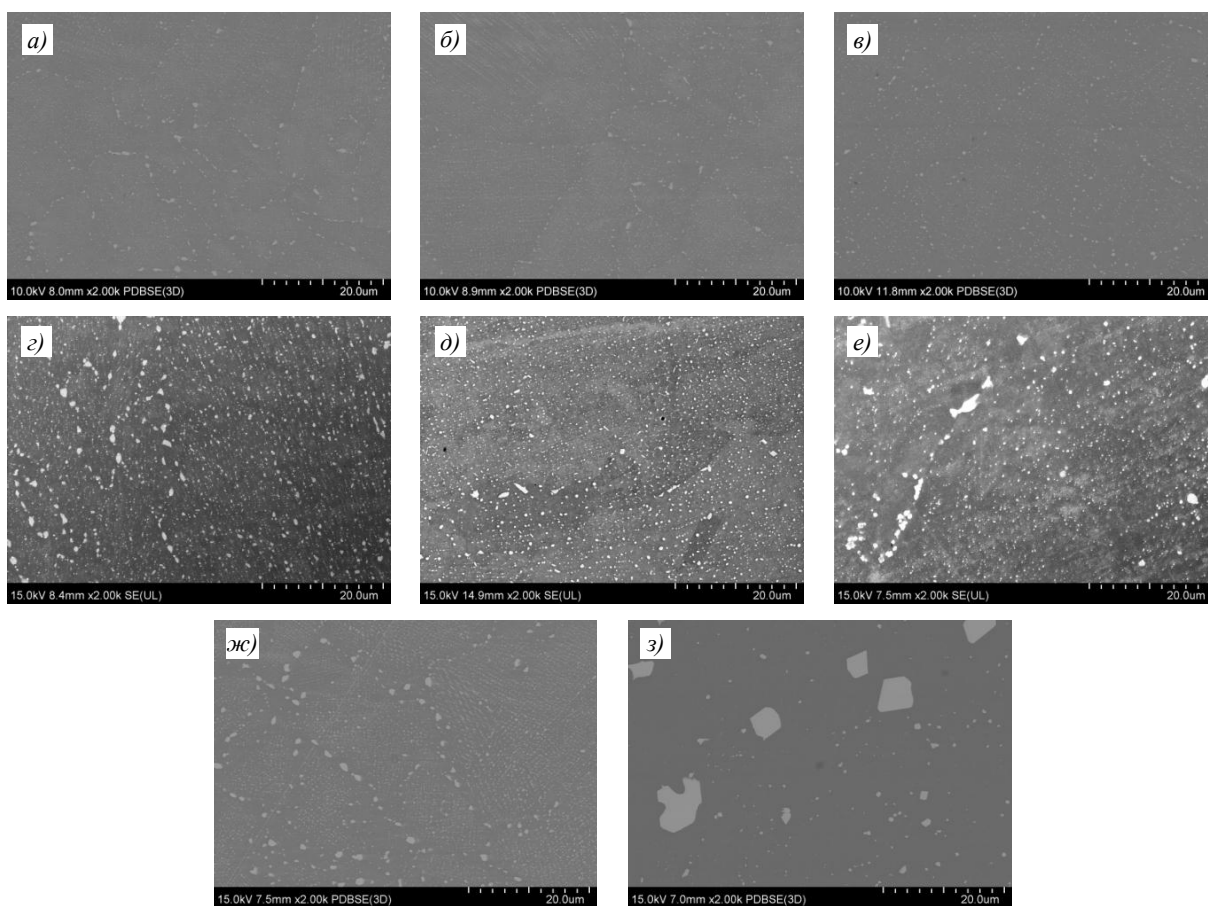


Рис. 3. Микроструктура синтезированных образцов экспериментальных композиций 1 (*а–в*), 2 (*г–е*) и 3 (*ж, з*) после горячего изостатического прессования, проведенного по режимам 1 (*а, г, ж*), 2 (*б, д, з*) и 3 (*в, е*)

Установлено, что воздействие температуры при ГИП приводит к частичной рекристаллизации дендритной структуры, но при этом сохраняется субструктура ячеек

синтеза, границы которых декорированы частицами эвтектических фаз дисперсностью <100 нм.

При нагреве вблизи температуры сольвус $T_{\text{Solv}}=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ происходит интенсивная коагуляция крупных частиц избыточной фазы, их размер достигает 1–2 мкм для композиций 1 и 2. В синтезированном материале композиции 1 размер частиц на границах ячеек заметно не изменяется, однако их количество сокращается, в композиции 2 объемная доля дисперсной фазы размером 0,2–0,5 мкм заметно уменьшается. Наиболее активные процессы коагуляции с формированием частиц размером до 10 мкм с почти полным растворением мелкой фракции в междендритном пространстве демонстрирует синтезированный материал композиции 3 уже при температуре $T_{\text{Solv}}=60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Воздействие температуры приводит к коагуляции частиц, в первую очередь – на границе субзерен. В зависимости от состава композиции сплава, при обработке по режимам $T_{\text{Solv}}=90\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{Solv}}=60\text{ }^{\circ}\text{C}$ частицы на границах субзерен имеют размер 0,5–0,7 мкм, а размер частиц на границах дендритных ячеек существенно не меняется и составляет 0,1–0,2 мкм, однако отмечено, что в композиции 1 при температуре $T_{\text{Solv}}=60\text{ }^{\circ}\text{C}$ характер выделений на границах ячеек приобретает вид сетки, что может свидетельствовать о процессах их коагуляции.

Оценка изменения объемной доли карбидной фазы в синтезированном материале композиции 2 при различных температурах ГИП показала, что объемная доля избыточной фазы в структуре сплава снижается с ~5,2 % (при $T_{\text{Solv}}=90\text{ }^{\circ}\text{C}$) до 4,8 и 3,3 % при $T_{\text{Solv}}=60\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{Solv}}=40\text{ }^{\circ}\text{C}$ соответственно. При этом >70 % доли растворенных частиц приходится на мелкую фракцию с размером 0,1–0,3 мкм.

Исследование структуры методом ПЭМ после ГИП при температуре $T_{\text{Solv}}=90\text{ }^{\circ}\text{C}$ показало, что кристаллографическая разориентировка между ячейками в структуре материала менее выражена по сравнению с исходным состоянием, но дефекты упаковки сохраняются и пересекают их границы (рис. 4, а). Период кристаллической решетки матрицы после ГИП составляет ~0,36 нм, а карбидной фазы ~0,45 нм. По данным рентгеноспектрального анализа в структуре материала присутствуют частицы двух типов: интерметаллидная фаза с высоким содержанием W, Ta, Co и Cr, а также карбидная – на основе тантала с небольшим содержанием Ti и меньшим, по сравнению с интерметаллидной фазой, содержанием Co и Cr (рис. 4, б).

При дальнейшем нагреве до температуры $T_{\text{Solv}}=10\text{ }^{\circ}\text{C}$ крупные частицы интерметаллидной фазы неправильной морфологии в композиции 1 полностью растворяются (рис. 5, а), в структуре сплава присутствуют только карбиды размером 0,5–2,0 мкм. В композиции 2 при данной температуре происходит интенсивная коагуляция интерметаллидной фазы с формированием частиц неправильной формы размером 2–8 мкм, а также тонких выделений в виде сплошной сетки на границах субзерен (рис. 5, б). В структуре также сохраняются дисперсные карбиды более светлого тона размером до 1 мкм (рис. 5, в).

Исследование распределения химических элементов в частицах избыточных фаз после ГИП и нагревов проводили методом количественного МРСА на растровом электронном микроскопе. Данный метод ограничен возможностью анализа легких элементов с атомным номером менее 11, таким образом, предполагаемое содержание углерода определяли по разнице с суммой содержания тяжелых элементов. В связи с локальностью анализа не менее 1 мкм^2 , анализировали структурные составляющие, превышающие эту величину. По данным МРСА рассчитана атомная концентрация химических элементов в фазовых составляющих, на основании чего проведен анализ возможного типа химических соединений, присутствующих в исследуемых композициях.

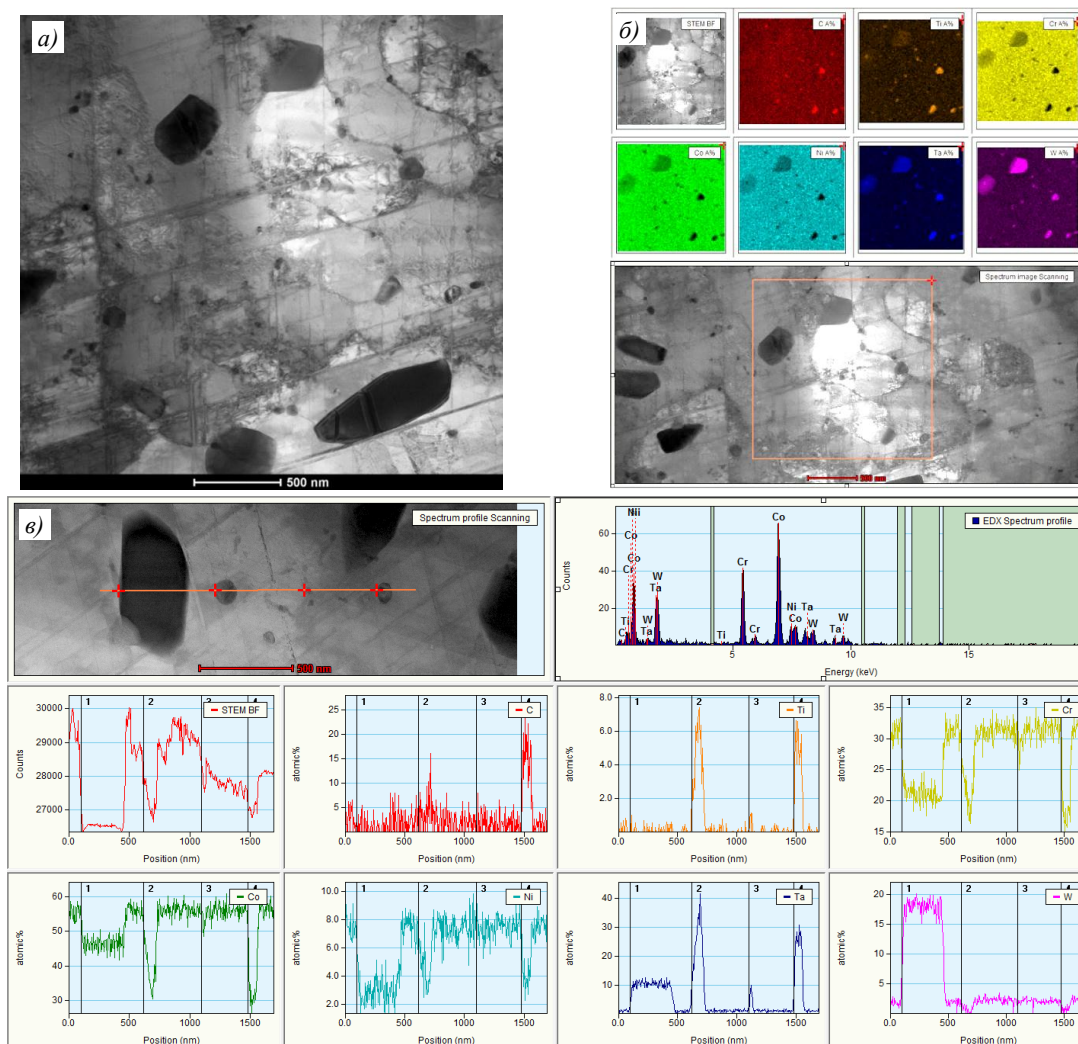


Рис. 4. Микроструктура синтезированного материала после горячего изостатического прессования, полученная методом ПЭМ: *a* – вид структуры избыточных фаз и дефектов упаковки в матрице; *б* – картирование легирующих элементов в области субзеренной структуры материала; *в* – профиль распределения легирующих элементов вдоль линии в структуре образца

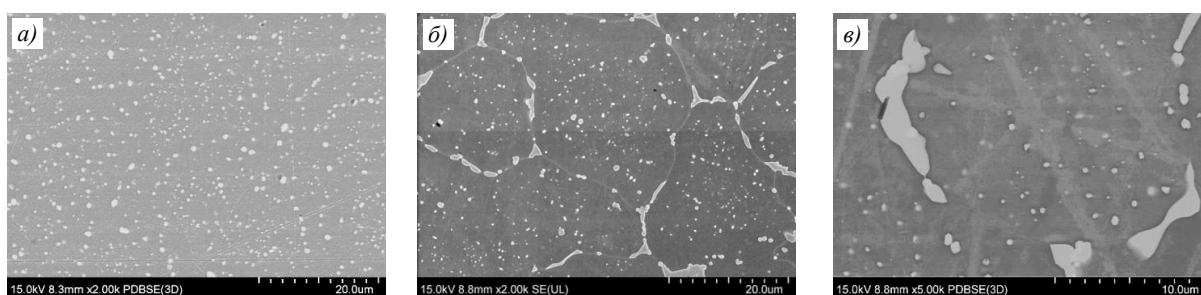


Рис. 5. Микроструктура синтезированного материала после нагрева вблизи температуры сольвус: карбидная фаза в композиции 1 (*a*) и морфология крупной интерметаллидной фазы (*б*) и дисперсных карбидов (*в*) в композиции 2

В синтезированном материале исследуемых композиций после ГИП обнаружены частицы фаз двух типов. Наиболее крупные частицы неправильной формы являются интерметаллидной фазой сложного химического состава с высоким содержанием Co, Cr, W и Ta. Соотношение элементов (в % (атомн.)) в данной фазе можно представить как

соединение типа A_3B : $(Co_{0,6}Cr_{0,35}Ni_{0,05})_3(W_{0,55}Ta_{0,44}Ti_{0,01})$. Состав композиции 3 отличается более высокой концентрацией молибдена в интерметаллидной фазе, в которую также входит цирконий. Для этого состава соотношение элементов отличается – $(Co_{0,5}Cr_{0,4}Ni_{0,1})_2(Mo_{0,52}W_{0,28}Ta_{0,18}Zr_{0,01}Ti_{0,01})$, т. е. соединение типа A_2B .

Наиболее вероятно, что рассматриваемые фазы являются топологически плотноупакованными, однако тип атомного строения и параметры кристаллической решетки в данной работе не рассматриваются и требуют уточнения. С ростом температуры выдержки при ГИП химический состав интерметаллидной фазы меняется незначительно: уменьшается атомная доля хрома (на ~3 %) с одновременным ростом доли тяжелых элементов – W (Mo).

В исследуемых композициях кобальтового сплава в наибольшей объемной доле содержатся карбиды различного химического состава. Поскольку образцы изучали после проведения нагрева в условиях термообработки методом ГИП на промышленной установке с замедленным охлаждением, то выявленные типы карбидных фазы существуют в диапазоне температур – от нагрева до полного охлаждения, а не в конкретных изотермических условиях.

В композициях 1 и 2, содержащих 4–6 % (по массе) Ta, при температурах обработки $T_{Solv}-40$ °C и $T_{Solv}-10$ °C обнаружены карбиды состава (в % (атомн.)): $(Ta_{0,8}Ti_{0,14}Cr_{0,06})C$, что соответствует наиболее стабильному карбиду типа MC (TaC). В композиции 3 данный карбид отдельно не обнаружен, по-видимому, в виду дисперсности частиц и их малой доли.

В композиции 1, помимо карбида MC, после выдержки при температуре $T_{Solv}-40$ °C обнаружена карбидная фаза типа $M_{23}C_6$ состава (в % (атомн.)): $(Co_{0,4}Cr_{0,3}Ta_{0,2}Ti_{0,06}W_{0,04})_{23}C_6$, которая обычно образуется при распаде эвтектических карбидов, т. е. при более низких температурах.

В композиции 2 при всех исследованных температурах обнаружены крупные карбиды состава (в % (атомн.)): $(Co_{0,32}Ta_{0,3}Cr_{0,28}Ti_{0,05}W_{0,05})_7C_3$, образование которых характерно при уменьшенном соотношении Cr/C в твердом растворе, что может свидетельствовать о вторичном характере образования данных карбидов, т. е. после формирования более стабильных соединений.

В композиции 3 при температурах $T_{Solv}-90$ °C и $T_{Solv}-60$ °C обнаружены карбиды M_7C состава (в % (атомн.)): $(Cr_{0,57}Co_{0,35}Mo_{0,05}W_{0,02})_7C$, в которых также содержатся Ta, Zr и Ti с суммарной атомной долей 0,01. При температуре $T_{Solv}-40$ °C карбидная фаза в композиции 3 не обнаружена.

Дисперсность карбидной фазы даже при температурах, близких к температуре сольвус, а также отсутствие возможности точно определить количество углерода в структурных составляющих осложняет возможность идентификации их структурного типа и требует проведения рентгеноструктурного анализа изолятов избыточных фаз. Вместе с тем видно, что в условиях сверхнеравновесной кристаллизации и последующей выдержки при температуре ниже температуры сольвус карбидной фазы формируются преимущественно интерметаллидные фазы, которые коагулируют с ростом температуры при операциях ГИП, а затем при охлаждении происходит незначительное выделение вторичных карбидов.

Для оценки влияния особенностей легирования исследуемых композиций кобальтового сплава на механические свойства, проведены испытания образцов, изготовленных из синтезированных методом СЛС заготовок цилиндрической формы, ориентированных параллельно (в направлении XY) по оси симметрии образца относительно плоскости построения. Результаты испытаний на кратковременное растяжение при комнатной температуре представлены в табл. 1.

Таблица 1

Механические свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления (СЛС) образцов экспериментальных композиций

Условный номер композиции	Состояние образца и температура нагрева при ГИП или отжиге	σ_b	$\sigma_{0,2}$	δ , %
		МПа		
1	После СЛС	1397	1111	17
	После ГИП при 1160 °С	1315	840	26
	После отжига при 1190 °С + 1150 °С	1250	740	32
	После отжига при 1240 °С + 1160 °С	1120	570	36
2	После СЛС	1553	1273	11
	После ГИП при 1160 °С	1438	1038	14
	После ГИП при 1190 °С	1430	1010	16
3	После СЛС	1517	1260	9
	После отжига при 1130 °С	1417	1047	13
	После ГИП при 1160 °С	1370	950	9

В исходном синтезированном состоянии кобальтовые сплавы обладают высокой прочностью, связанной как с ультрадисперсной дендритной структурой на макроуровне, так и с высокой плотностью дефектов кристаллической структуры твердого раствора в сочетании с распределением наноразмерных частиц избыточных фаз на границах дендритов. При воздействии высоких температур происходит частичная рекристаллизация структуры синтезированного материала, а также коагуляция эвтектических фаз – интерметаллидов и карбидов, в результате чего снижается предел текучести и возрастает пластичность. Нагрев материала вблизи температуры сольвуса на примере композиции 1 показывает, что, при значительном растворении частиц на наследственных границах дендритов и их коагуляции в виде крупной морфологии, эффект упрочнения, достигаемый при высокой скорости кристаллизации, почти полностью нивелируется и предел текучести материала приближается к показателям литого материала. Вместе с тем синтезированный материал сохраняет высокую пластичность (по сравнению с отливкой), что обусловлено сохранением развитых наследственных границ. Дополнительная выдержка при температурах 1150 и 1160 °С после отжига в образцах композиции 1 не привела к заметному эффекту упрочнения дисперсными частицами вторичных фаз.

При сравнении уровня кратковременной прочности исследуемых композиций при едином режиме обработки методом ГИП при температуре 1160 °С видно, что определяющим фактором упрочнения структуры в синтезированном кобальтовом сплаве служит доля выделившихся частиц, преимущественно интерметаллидных на основе Co, W и Ta, а также их стабильность при нагреве до температуры отжига или ГИП. Эффект влияния Ta наблюдается при сравнении предела прочности композиций 1 и 2. Частицы на основе Co и Mo (частично замещающего вольфрам) в композиции 3 обеспечивают упрочняющий эффект (сравнимый с эффектом для состава 2), но лишь до температуры 1160 °С, при которой в композиции 3 происходит активная коагуляция фазы.

При статическом нагружении эффекты ползучести развиваются по различным механизмам в зависимости от температуры испытания. При температурах эксплуатации, когда сохраняется зависимость Холла–Петча, определяющий вклад в сопротивление ползучести вносит прочность границ зерен, в том числе благодаря увеличению энергии дефектов упаковки в структуре твердого раствора кобальта. Наноразмерные частицы эвтектических карбидных и интерметаллидных фаз, образующиеся при кристаллизации и сохраняющие эффективность до определенных температур (начала

стадии высокотемпературной ползучести), вносят существенный вклад в упрочнение кобальтовых сплавов при температурах до 800 °С. При более высоких температурах (>1000 °С) для кобальтовых сплавов определяющие факторы, влияющие на сопротивление ползучести, – снижение коэффициента диффузии и энергии дефектов упаковки, а также протяженность и значение энергии межфазных границ. Таким образом, в условиях максимальных рабочих температур оптимальная структура синтезированного материала будет отличаться от таковой для средних температур эксплуатации.

Результаты испытаний на длительную прочность образцов экспериментальных композиций, обработанных при различных температурах, представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты испытаний на длительную прочность образцов экспериментальных композиций

Температура испытания, °С	Напряжение, МПа	Условный номер композиции	Температура нагрева при ГИП или отжиге	Среднее время до разрушения, ч	Остаточное удлинение, %
800	220	1	Отжиг при 1240 °С + 1160 °С	47	87
		2	ГИП при 1160 °С	122	20
		3		347	80
1100	25	1	ГИП при 1160 °С	18	10
			Отжиг при 1190 °С + 1150 °С	22	15
			Отжиг при 1240 °С	37	10
		2	ГИП при 1160 °С	9	13
			ГИП при 1190 °С	9	17
		3	Отжиг при 1130 °С	10	13
ГИП при 1160 °С	19		13		

При температуре испытания 800 °С наибольшую долговечность демонстрирует композиция 3, вероятно, благодаря образованию (помимо интерметаллидов) значительной объемной доли карбидной фазы типа M_7C , содержащей Cr и Mo, а увеличенную по сравнению с составом 2 пластичность при испытаниях можно объяснить меньшей долей тугоплавких элементов в матрице. Образцы состава 1, обработанные при температуре 1240 °С и дополнительно выдержанные при температуре 1160 °С, демонстрируют наибольшую пластичность и сниженную долговечность в отсутствие эффективного дисперсного зернограницного упрочнения.

Для синтезированных кобальтовых сплавов, испытываемых при температуре 1100 °С, характерным является многоочаговый характер разрушения по границам субзерен, декорированным частицами интерметаллидных фаз, укрупняющимися с ростом температуры при термической обработке. В данном исследовании не изучалась роль межфазных границ в механизме разрушения при данной температуре испытаний, однако видно, что отжиг образцов состава 1 при температурах, близких к температуре сольвуса, несколько увеличивает долговечность, предположительно, благодаря частичному растворению интерметаллидных фаз и уменьшению энергии межфазных границ. Вне зависимости от легирования видно, что высокотемпературная ползучесть и характер разрушения в исследуемых кобальтовых сплавах определяется преимущественно наследуемыми границами структуры, полученной после синтеза, что показано ранее при фрактографическом исследовании разрушенных образцов [20].

Заключения

Исследована микроструктура образцов различных композиций жаро- и коррозионностойкого сплава на основе кобальта, полученных методом СЛС. Установлено, что структура исследуемого кобальтового сплава типична для послойно синтезированных кобальтовых и никелевых материалов, но отличается наличием большого количества ультрадисперсных частиц избыточных фаз на границах структурных составляющих, что обуславливает характеристики его прочности.

Проведена оценка стабильности структурных составляющих при различных температурах обработки – высокая стабильность структуры синтезированного кобальтового сплава определяет его работоспособность при температурах >1100 °С. Наиболее стабильной структурной составляющей является карбидная фаза типа TaC, тогда как интерметаллидная фаза активно коагулирует с ростом температуры обработки. Кроме того, в структуре сплавов образуются вторичные карбиды различных типов.

Методом МРСА установлен химический состав фаз, определены предполагаемые типы образующихся соединений: интерметаллидных и карбидных фаз, определяющих характеристики кратковременной прочности и сопротивления ползучести синтезированного материала.

Исследовано изменение механических свойств в зависимости от термической обработки материала и особенностей легирования. Показано, что содержание тантала определяет прочностные свойства сплава, в то время как легирование молибденом эффективно в более низком диапазоне температур. Установлено, что образующиеся при синтезе дисперсные частицы положительно влияют на сопротивление ползучести при температуре 800 °С, тогда как при температуре 1100 °С происходит разрушение по границам наследственной структуры, полученной после синтеза, вне зависимости от морфологии структурных составляющих, что требует оптимизации структуры для эффективной работы сплава во всем диапазоне температур.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Что такое инновации // Наука и жизнь. 2011. № 11. С. 16–21.
2. Каблов Е.Н. Без новых материалов – нет будущего // Metallurg. 2013. № 12. С. 4–8.
3. Frazier W.E. Metal Additive Manufacturing: A Review // Journal of Materials Engineering and Performance. 2014. Vol. 23 (6). P. 1917–1928.
4. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб.: Изд-во Политех. ун-та, 2013. 222 с.
5. Yadroitsev I., Smurov I. Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape // Physics Procedia. 2010. Vol. 5. P. 551–560.
6. Yasa E., Deckers J., Kruth J. The investigation of the influence of laser remelting on density, surface quality and microstructure of selective laser melting parts // Rapid Prototyping Journal. 2011. Vol. 17. No. 5. P. 312–327.
7. Kruth J.-P., Badrossamay M., Yasa E. et al. Part and material properties in selective laser melting of metals // Proceedings of the 16th International Symposium of Electromachining. 2010. P. 3–14.
8. Karpov I.D., Em V.T., Mazalov P.B., Sulyanova E.A. Characterisation of residual stresses by neutron diffraction at the research reactor IR-8 of NRC «Kurchatov Institute» // Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 1109. Art. 012046. DOI: 10.1088/1742-6596/1109/1/012046.
9. Тарасова Т.В., Назаров А.П. Исследование процессов модификации поверхностного слоя и изготовления трехмерных машиностроительных деталей посредством селективного лазерного плавления // Вестник МГТУ «Станкин». 2013. Т. 25. № 2. С. 17–21.
10. Song B., Dong S., Deng S., Liao H. Microstructure and tensile properties of iron parts fabricated by selective laser melting // Optical Laser Technologies. Elsevier, 2014. Vol. 56. P. 451–460.
11. Суперсплавы II. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных установок / под ред. Ч.Т. Симса, Н.С. Столлоффа, У.К. Хагеля. М.: Металлургия, 1995. Кн. 1. 384 с.

12. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.
13. Евгенов А.Г., Щербачев С.И., Рогалев А.М. Опробование порошков жаропрочных сплавов ЭП718 и ЭП648 производства ФГУП «ВИАМ» для ремонта деталей ГТД методом лазерной газопорошковой наплавки // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 16–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-16-23.
14. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Неруш С.В., Мазалов И.С. Исследование свойств сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления металлических порошков // *Труды ВИАМ*. 2015. № 2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
15. Mergulhão M.V., Podestá C.E., Neves M. Perspective of Additive Manufacturing Selective Laser Melting in Co–Cr–Mo Alloy in the Consolidation of Dental Prosthesis // *Biomaterials in Regenerative Medicine*. 2018. February. DOI: 10.5772/intechopen.69720.
16. Qian B., Saeidi K., Kvetková L. et al. Defects-tolerant Co–Cr–Mo dental alloys prepared by selective laser melting // *Dental Materials*. 2015. Vol. 31. P. 1435–1444. DOI: 10.1016/j.dental.2015.09.003.
17. Kajima Y., Takaichi A., Nakamoto T. et al. Fatigue strength of Co–Cr–Mo alloy clasps prepared by selective laser melting // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2016. Vol. 59. P. 446–458. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2016.02.032.
18. Мазалов И.С., Сухов Д.И., Неруш С.В., Сульянова Е.А. Особенности формирования микроструктуры сплавов системы Co–Cr–Ni–W–Ta и их механические свойства // *Кристаллография*. 2019. Т. 4. С. 544–549.
19. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
20. Асланян Г.Г., Сухов Д.И., Мазалов П.Б., Сульянова Е.А. Фрактографическое исследование образцов сплава системы Co–Cr–Ni–W–Ta, полученных методом селективного лазерного сплавления // *Труды ВИАМ*. 2019. № 4 (76). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-4-3-10.