

УДК 669.715

Д.К. Рябов¹, Д.В. Зайцев¹, Н.В. Дынин¹, А.О. Иванова¹**ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ СПЛАВА АК9ч,
ПОЛУЧЕННОГО СЕЛЕКТИВНЫМ ЛАЗЕРНЫМ СПЕКАНИЕМ,
В ПРОЦЕССЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-9-3-3

Развитие технологий 3D-печати позволило обеспечить получение заготовок и деталей с использованием металлических порошков, в том числе и из алюминиевых сплавов. Данные технологии позволяют получать сложноконтурные изделия при высокой материалоэффективности процесса. Тем не менее высокие скорости кристаллизации в процессе селективного лазерного спекания или синтеза приводят к получению структур, которые не являются типичными для классических технологий литья. Представлены результаты исследования изменения микроструктуры материала АК9ч. в процессе различных видов термической обработки (отжиг, закалка), результаты оптической микроскопии, а также ПЭМ исследования.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.3. «Технологии атомизации для получения мелкодисперсных высококачественных порошков сплавов на различной основе для аддитивных технологий и порошков припоев для пайки» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Ключевые слова: сплав АК9ч., селективное лазерное спекание, термическая обработка, аддитивные технологии.

Development of 3D-printing technologies made it possible to prepare half-finished product and components from metal powders including those from aluminum alloys. These technologies allow procuring complex products with high improved material efficiency. However the high crystallization speed during selective laser sintering causes manufacture of structures that are not typical for classical casting technologies. The research results of the microstructure changes of AK9ch material during various kinds of heat treatment (annealing, solution treatment), the results of the optical microscopy and TEM studies are introduced.

The work is carried out under the realization of integrated research area 10.3. «Technologies of atomization for producing high quality metallic powders for additive manufacturing and powders for brazing» («The strategic directions of development of materials and technologies for their processing for the period till 2030») [1].

Keywords: AK9ch alloy, SLM, heat treatment, additive manufacturing.

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

В настоящее время аддитивные технологии являются одними из самых перспективных способов получения деталей и заготовок из различных конструкционных материалов. Их внедрение в технологический процесс позволяет не только сократить затраты, связанные с низким коэффициентом использования материала при традиционном металлургическом переделе, но и существенно повысить выход годного при изготовлении сложноконтурных элементов [2–4]. Исследования материала, синтезированного из

сплава АК9ч. показывают, что по уровню механических характеристик он не уступает материалу, полученному литьем с последующей упрочняющей термической обработкой [5]. Это обстоятельство позволяет рассматривать данные технологии в качестве потенциальной замены технологий литья для ряда элементов. Мировые научные исследования показали принципиальную возможность изготовления разных деталей из металлических порошков различных сплавов [6–9]. Кроме того, некоторые двигателестроительные корпорации применяют в двигателях детали, полученные с использованием технологий 3D-печати.

Алюминиевые сплавы являются основным конструкционным материалом для изделий авиационной техники и транспортного машиностроения [10, 11], при этом для ряда агрегатов требуется применение сложных разнотолщинных отливок, которые затруднительно получить традиционными способами литья.

В настоящее время производителями оборудования для технологий селективного лазерного спекания или синтеза (СЛС) предлагается ряд композиций алюминиевых сплавов на основе традиционных систем легирования. Большой популярностью пользуются порошки марки AlSi10Mg, представляющие собой классический силумин с малой добавкой магния [8, 12, 13]. Так, имеющиеся технологии позволяют получать алюминиевые порошки для аддитивных технологий различными способами, при этом от качества исходных компонентов во многом зависят окончательные свойства деталей. Большинство алюминиевых сплавов являются термически упрочняемыми [14], т. е. для достижения определенного комплекса служебных характеристик необходимо проведение операции упрочняющей термической обработки, в процессе которой формируются ультрадисперсные частицы упрочняющих фаз. Отличительной особенностью технологии СЛС являются повышенные скорости охлаждения в сравнении с традиционным металлургическим переделом, что позволяет формировать неравновесную структуру, поэтому для понимания процессов фазовых превращений в синтезированном материале важно изучить эволюцию структуры в ходе термической обработки. Например, для порошка AlSi10Mg зарубежные изготовители рекомендуют применение отжига, так как при этом получают высокие показатели пластичности при удовлетворительной прочности [15–17].

Материалы и методы

Для проведения исследований использовали заготовки размером 20×20×20 мм, изготовленные из порошка с применением технологии СЛС. Порошок для данной технологии получен в условиях ФГУП «ВИАМ» из литых заготовок алюминиевого сплава АК9ч. с использованием газовой атомизации в среде аргона.

Состав порошка удовлетворяет требованиям ГОСТ: содержание кремния составило 8,8% (по массе), содержание магния 0,18% (по массе). Для получения компактных образцов использовали порошок с гранулометрическим составом 20–40 мкм. Синтез проводили на установке EOS M290 (максимальная мощность лазера 400 Вт).

Термическую обработку проводили в печах с принудительной циркуляцией воздуха, закалку осуществляли в холодной воде. В качестве режимов термической обработки выбраны отжиги с регламентированным охлаждением с температуры выдержки, а также закалка по стандартному режиму (как для литого сплава АК9ч.). Исследовали три режима отжига при температурах 200–300°C, продолжительность выдержки при температурах одинаковая, охлаждение проводили со скоростью 30°C/ч.

Микроструктуру исследовали методами оптической микроскопии при помощи микроскопа Olympus GX-51, оснащенного цифровой камерой, просвечивающей электронной микроскопии – на приборе Теснаі F20 S-TWIN с энергодисперсионным анализатором X Max 80.

Результаты и обсуждение

Типичная структура силуминов представляет собой алюминиевый твердый раствор, окруженный эвтектической составляющей, представляющей собой смесь кристаллов алюминия и кремния. При этом размер их структурных составляющих сильно зависит от различных технологических факторов, включая скорость охлаждения, наличие модификаторов и т. д. Микроструктура литой заготовки, применявшейся для изготовления порошков представлена на рис. 1, а. Заготовку получали методом литья в металлическую изложницу, в связи с чем сформировалась типичная для силуминов структура, представляющая собой твердый раствор алюминия и эвтектику Al-Si между ними.

Проведено также исследование микроструктуры порошка сплава АК9ч., типичная микроструктура которого представлена на рис. 1, б. Микроструктура частиц имеет характерное дендритное строение, однако размеры дендритных ячеек на порядок меньше, чем в классических литейных сплавах, получаемых традиционными методами литья, что свидетельствует о высоких скоростях кристаллизации.

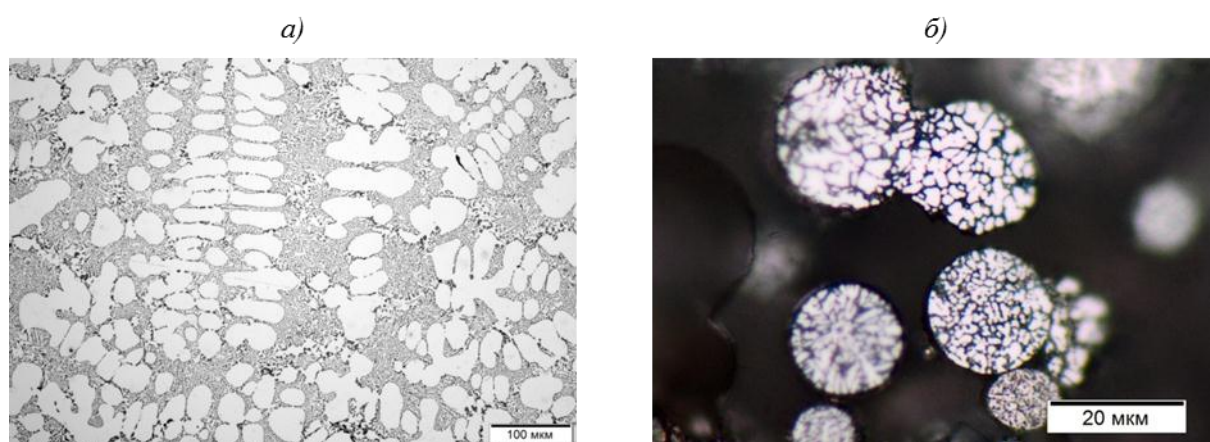


Рис. 1. Микроструктура литой заготовки (а) и порошка (б) из сплава АК9ч.

Основным типом дефектов в синтезированных алюминиевых сплавах являются поры, которые возникают в процессе расплавления и последующей быстрой кристаллизации. Пористость в таких материалах бывает двух типов [18]:

- газовая, вызванная высоким содержанием газовых примесей в порошках и адсорбированной влагой;
- усадочная, которая формируется путем неполного заполнения полостей жидким металлом.

При этом в случае неправильных параметров технологического процесса возможно образование крупных усадочных пор, которые приводят к катастрофическому снижению характеристик прочности.

Проведено исследование микроструктуры синтезированного материала после различных режимов термической обработки. Для определения пористости исследованы нетравленные микрошлифы, микроструктура которых представлена на рис. 2.

Закалка в отличие от исследуемых отжигов приводит к увеличению количества пор на шлифах. Для оценки количества пор в программе Olympus Stream Basic проведен обсчет пористости синтезированного материала АК9ч., результаты которого приведены в таблице.

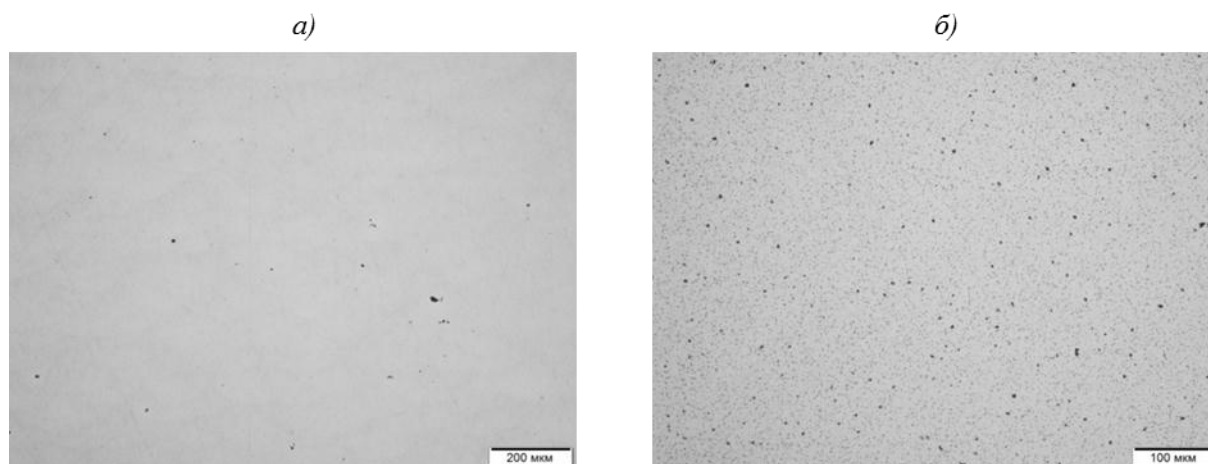


Рис. 2. Микроструктура синтезированного материала (без травления):
а – синтезированное состояние; *б* – после закалки и искусственного старения

**Результаты измерения пористости образцов материала АК9ч.
 после различных режимов термической обработки**

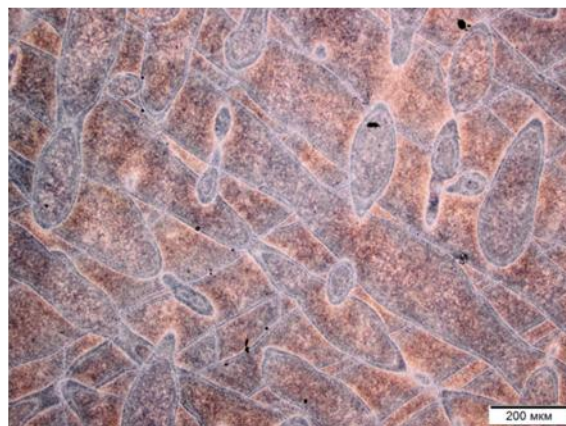
Термообработка	Пористость, %
Синтез	0,07–0,19
Отжиг при температуре, °С:	
250	0,11–0,17
300	0,13–0,26
Ступенчатый отжиг	0,08–0,13
Закалка+искусственное старение	0,12–0,43

Необходимо отметить, что в материале непосредственно после синтеза и отжига формируются лишь усадочные поры, однако в закаленном материале наблюдается значительное увеличение пористости, что связано с формированием сферических пор, имеющих газовую природу. Данный эффект характерен также для алюминиевых сплавов с повышенным содержанием газовых примесей – в этом случае за счет переменной растворимости водорода в процессе высокотемпературной обработки происходит его выделение с образованием «пузырей».

Проведено исследование микроструктуры образцов после различных отжигов, типовые структуры которых представлены на рис. 3. Структура сплава АК9ч. в синтезированном состоянии и после отжигов является типичной для материалов, полученных с использованием технологий СЛС, при этом в ней отсутствуют характерные для литого состояния крупные включения эвтектической составляющей на основе алюминия и кремния. Структура представляет собой следы от прохождения лазера, разделенные толстыми границами. Форма и размеры структурных составляющих зависят исключительно от параметров технологического процесса и не изменяются при применении отжига. При этом при больших увеличениях (рис. 4) можно заметить, что внутри треков формируется ячеистая структура, которая при травлении окрашивается в темный цвет. Данную сетку образуют фазы на основе кремния, которые, по-видимому, имеют эвтектическое строение. Тем не менее за счет высоких скоростей охлаждения полученные структурные составляющие обладают микронным размером и выстраиваются в своеобразную сетку, форма которой зависит от направления отвода тепла. Ячейки по границам треков обладают увеличенным размером, что связано с наличием зоны термического влияния при прохождении лазерного луча по соседнему треку. Повышенное тепловое влияние интенсифицирует процессы диффузии, что приводит к дви-

жению атомов кремния и магния и формированию более крупной сетки. Наложение отжигов не приводит к значимым изменениям размеров ячеек или толщины границ, что связано с недостаточной температурой нагрева для прохождения интенсивных диффузионных процессов, тем не менее можно заметить некоторое укрупнение толщины границ ячеек.

Синтезированное состояние



Низкотемпературный отжиг



Высокотемпературный отжиг



Рис. 3. Микроструктура образцов из сплава АК9с. в синтезированном состоянии и после отжига

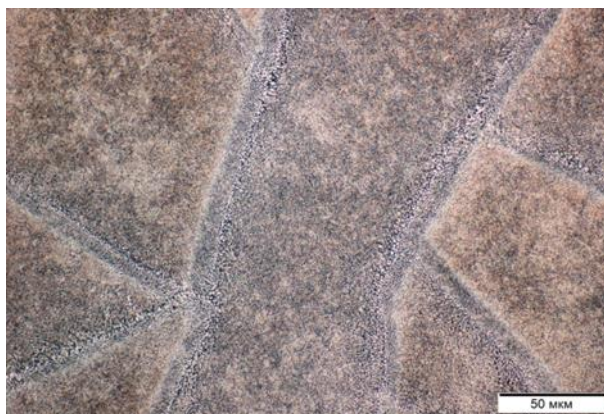


Рис. 4. Структура синтезированного сплава АК9ч.

В свою очередь наложение закалки и последующего старения приводит к изменению структуры и исчезновению ячеек, при этом в структуре формируются фазы, которые располагаются как по границам треков, формируя плотные цепочки, так и внутри зерен. Изображение микроструктуры после закалки и искусственного старения приведено на рис. 5. Можно наблюдать границы треков, на которых фазы располагаются плотнее и имеют более крупный размер, однако рост фаз происходит не только по границам треков, но и внутри. Кроме того, в структуре видны два типа фаз: более крупная размером ~ 5 мкм, имеющая неправильную форму, и более мелкие сферические фазы размером $\sim 0,5$ мкм.

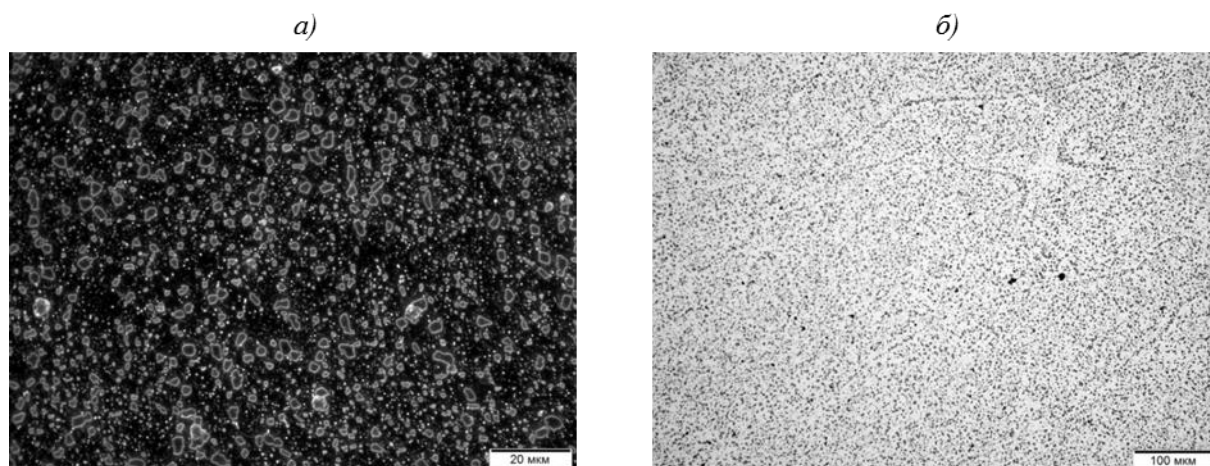


Рис. 5. Микроструктура синтезированного материала АК9ч. после закалки и искусственного старения:

а – темнопольное изображение; *б* – общий вид структуры

С целью определения морфологии границ и фаз в синтезированном материале проведены исследования с применением просвечивающей электронной микроскопии. Установлено, что структура материала имеет характерное ячеистое строение, при этом ячейки имеют разный размер. Структура границ ячеек представляет собой смесь фаз, имеющих эвтектическое строение, кроме того, внутри ячеек обнаруживаются дислокации (рис. 6).

Методом рентгеноспектрального микроанализа установлено, что ячейки являются алюминиевой матрицей, а прослойки обогащены кремнием и магнием (рис. 7).

Структура образцов, синтезированных из сплава АК9ч., после высокотемпературного отжига сохраняет ячеистую основу с дисперсными выделениями фаз (рис. 8),

образованных из исходной эвтектики на границах ячеек. На фотографиях структуры можно обнаружить отдельные частицы фазы по границам ячеек, которые начали коагулировать при проведении термической обработки. Данные частицы имеют в своем составе кремний и формируются за счет диффузионных процессов. В объеме ячеек наблюдаются частицы со схожими размерами – в среднем не превышающими 50 нм. Это свидетельствует о том, что рост кремниевой фазы происходит по всему объему материала, что приводит к хаотично расположенным фазам после закалки [19]. На дифракционной картине видны фрагменты колец, свидетельствующие о хаотической ориентировке частиц на границах ячеек.

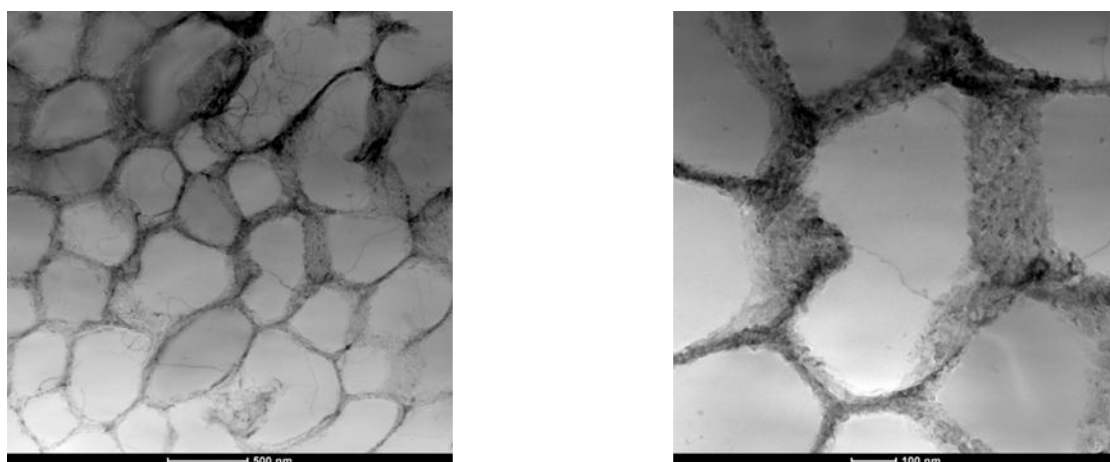


Рис. 6. Светлопольное изображение структуры сплава АК9ч. в синтезированном состоянии

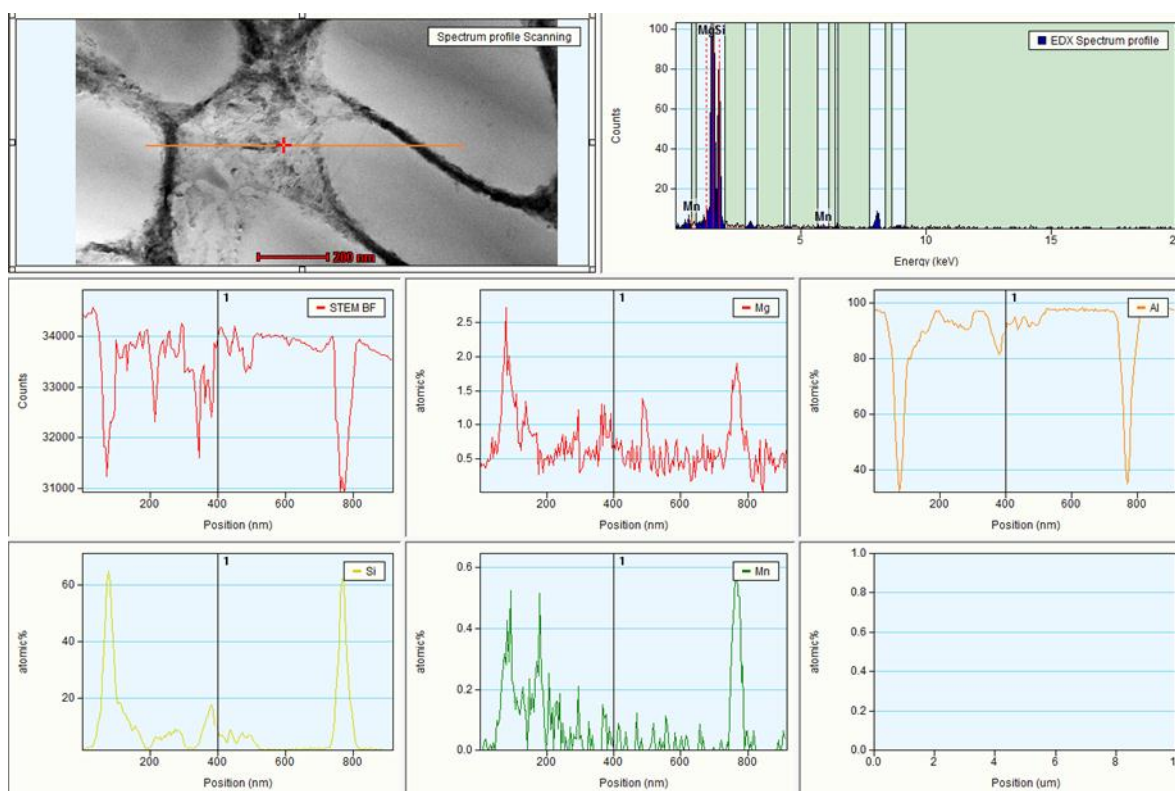


Рис. 7. Распределение химических элементов в структуре сплава после закалки и старения

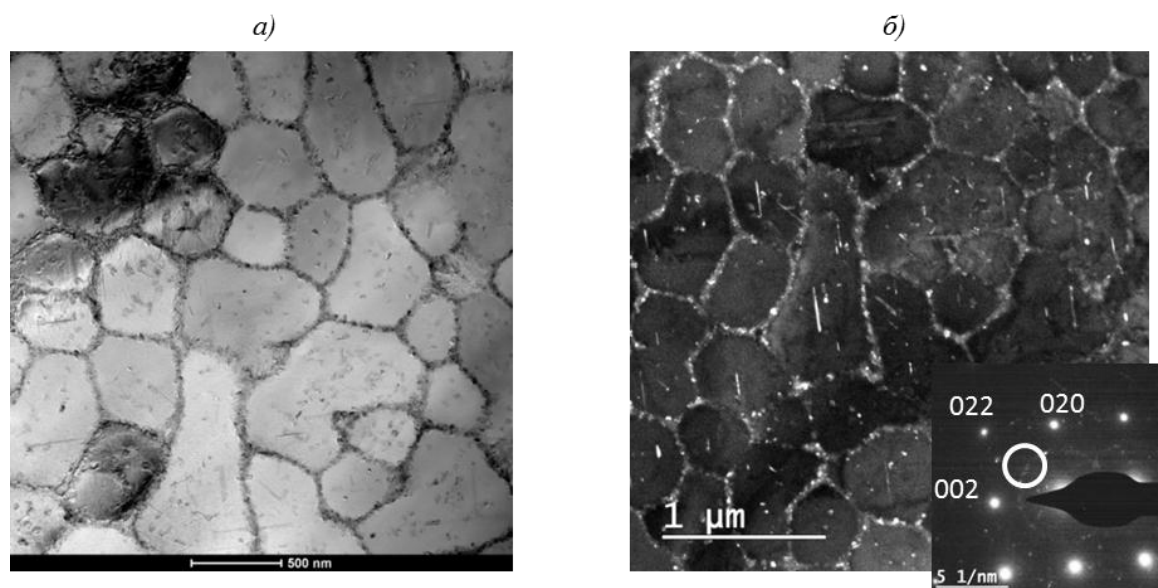


Рис. 8. Структура сплава после двухступенчатого отжига:

a – светлопольное изображение ячеистой структуры; *б* – темнопольное изображение и дифракционная картина (ось зоны $\langle 100 \rangle$, положение апертуры отмечено на снимке; наибольшую интенсивность имеют частицы на границах ячеек, а также пластинчатые выделения, находящиеся при данных условиях в отражающем положении)

После закалки и искусственного старения синтезированного материала исходную структуру ячеек наследуют субзерна, содержащие на границах глобулярные выделения с содержанием марганца, не превышающие 200 нм (рис. 9). Более крупные частицы, обнаруженные в структуре, являются фазами на основе кремния. Методами темнопольной просвечивающей микроскопии в объеме субзерен выявлены мелкодисперсные включения упрочняющей β' (Mg_2Si)-фазы с размерами порядка 10 нм в поперечном сечении. На границах субзерен выделения β' -фазы более крупные. На картине дифракции, соответствующей оси зоны $\langle 100 \rangle$, наблюдаются тяжи в направлениях $[001]$ и $[010]$, что характерно для β' -фазы и обусловлено морфологией выделений.

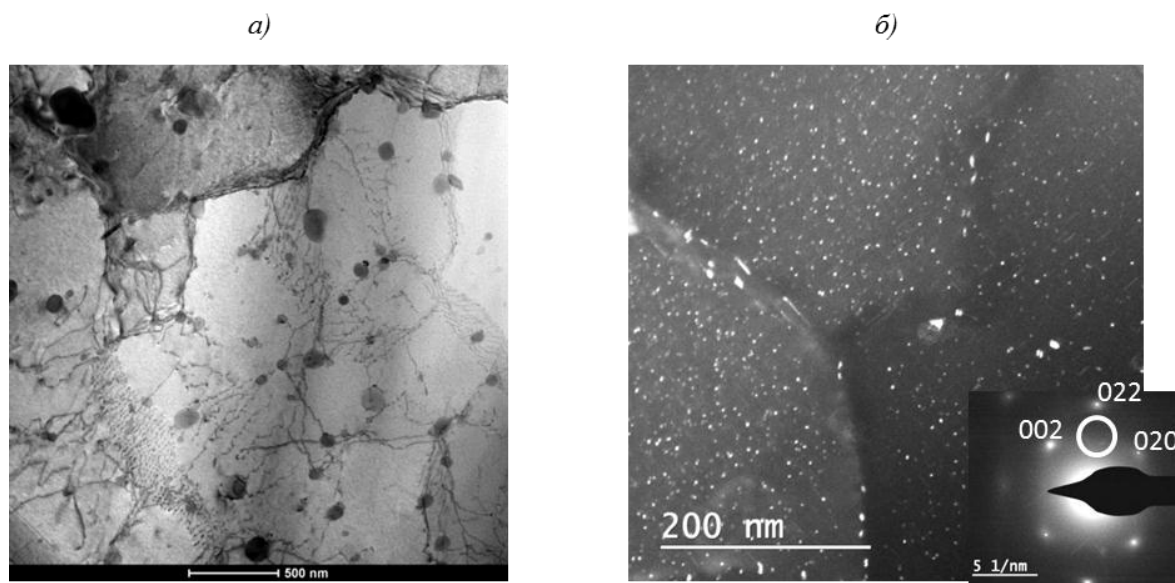


Рис. 9. Структура сплава после закалки и старения:

a – светлопольное изображение субзеренной структуры; *б* – темнопольное изображение и дифракционная картина (ось зоны $\langle 100 \rangle$)

Таким образом, с повышением температуры обработки наблюдается изменение структуры материала, связанное с прохождением диффузионных процессов и коагуляцией фаз, что, в свою очередь, приводит к изменению уровня механических свойств. Структура выделений в материале после искусственного старения является типичной для силуминов, легированных магнием.

Данное обстоятельство необходимо учитывать при разработке параметров термической обработки материала, а также при эксплуатации материала при повышенных температурах.

Заключение

Порошок сплава АК9ч. фракции размером 20–40 мкм позволяет получать компактные детали с использованием технологий СЛС, при этом в синтезированном состоянии наблюдается незначительная пористость, поры имеют неправильную форму и усадочную природу. Отжиги не изменяют пористость материала, однако применение закалки приводит к увеличению пористости в ~2 раза и появлению газовых пор, имеющих сферическую форму.

Микроструктура имеет ячеистое строение, при этом размеры ячеек увеличиваются при приближении к границам лазерных треков, что связано с наличием зоны термического влияния, в которой интенсивнее происходят диффузионные процессы.

Исследуемые режимы отжигов не влияют на размер ячеек в структуре, однако приводят к формированию фаз по границам ячеек и внутри них – с повышением температуры отжига рост фаз происходит интенсивнее, что свидетельствует о диффузионных механизмах роста кремниевой фазы.

При применении закалки происходит исчезновение ячеек и появление в структуре материала крупных частиц кремния, размер которых составляет ~5 мкм, при этом на границах треков размер данных фаз крупнее, что также связано с наличием зоны термического влияния.

ЛИТЕРАТУРА

1. 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.
2. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 7–17.
3. Каблов Е.Н. России нужны материалы нового поколения // *Редкие земли*. 2014. №3. С. 8–13.
4. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн*. 2013. №2. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.03.2016).
5. 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: электрон. науч.-технич. журн*. 2015. №2. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.07.2016). DOI: 10.18557/2307-6046-2015-0-2-2-2.
6. Thijs L., Kempen K., Kruth J.-P., Van Humbeeck J. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder // *Acta Mater*. 2013. Vol. 61. P. 1809–1819.
7. Bremen S., Meiners W., Diatlov A. Selective Laser Melting // *Laser Technik Journal*. 2012. No. 9 (2). P. 33–38.
8. Sercombe T., Schaffer G. Rapid manufacturing of aluminum components // *Science*. 2003. Vol. 301 (5637). P. 1225–1227.
9. Guan K., Wang Z.M., Gao M. et al. Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel // *Materials & Design*. 2013. Vol. 50. P. 581–586.

10. Илларионов Э.И., Колобнев Н.И., Горбунов П.З., Каблов Е.Н. *Алюминиевые сплавы в авиакосмической технике*. М.: Наука, 2001. 192 с.
11. Каблов Е.Н. *Авиакосмическое материаловедение // Все материалы. Энциклопедический справочник*. 2008. №3. С. 2–14.
12. Buchbinder D. et al. *Rapid Manufacturing of Aluminium Parts for serial Production via Selective Laser Melting // Proc. of International User's Conference on Rapid Prototyping-Tooling & Manufacturing «Euro-uRapid 2007»*. Germany, Frankfurt/Main. Dec. 3–4, 2007.
13. Read N., Wang W., Essa K. et al. *Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development // Materials & Design*. 2015. Vol. 65. P. 417–424.
14. Рябов Д.К., Колобнев Н.И. *Изменение механических свойств сплава 1913 при двухступенчатом искусственном старении // Авиационные материалы и технологии*. 2013. №4. С. 3–7.
15. Kempen K., Thijs L., Van Humbeeck J., Kruth J.P. *Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting // Phys. Procedia*. 2012. Vol. 39. P. 439–446.
16. Manfredi D., Calignano F., Krishnan M. et al. *From Powders to Dense Metal Parts: Characterization of a Commercial AlSiMg Alloy Processed through Direct Metal Laser Sintering // Materials*. 2013. Vol. 6 (3). P. 856–869.
17. Olakanmi E.O. *Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: Effect of processing conditions and powder properties // J. Mater. Process. Tech*. 2013. Vol. 213. P. 1387–1405.
18. Weingarten C. *Formation and reduction of hydrogen porosity during selective lasermelting of AlSi10Mg // Journal of Materials Processing Technology*. 2015. Vol. 221. P. 112–120.
19. Prashanth K.G., Scudino S., Klauss H.J. *Microstructure and mechanical properties of Al–12Si produced by selective laser melting: Effect of heat treatment // Materials Science&Engineering A*. 2014. V. 590. P. 153–160.