

УДК 620.1:669.018.44

С.М. Прагер¹, Т.В. Солодова¹, О.Ю. Татаренко¹**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
И СТРУКТУРЫ ОБРАЗЦОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ
СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ (СЛС)
ИЗ СПЛАВА ВЖ159**

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-1-1

Проведено исследование структуры и механических свойств материала заготовок, полученных методом селективного лазерного сплавления из металлопорошковой композиции жаропрочного никелевого сплава ВЖ159, после длительных выдержек при рабочих температурах. Показано, что после 500-часовой выдержки при температуре 900 °С не происходит существенного снижения прочностных характеристик, а снижение пластичности материала вызвано дополнительным выделением из твердого раствора хромистых молибденсодержащих фаз и частиц γ' -фазы. Проведено сравнение механических характеристик с паспортными характеристиками синтезированного материала ЭП648-ПС и показано, что по пределу прочности сплав ВЖ159 превосходит данный сплав в исследованном диапазоне температур.

Ключевые слова: *металлопорошковая композиция, селективное лазерное сплавление, жаростойкость, пористость, механические свойства.*

The article shows the research of mechanical properties of specimens obtained by SLS from metal powder composition of VGH159 alloy after long-term exposure at working temperatures. It has been shown that strength properties don't decrease essentially after 500-hour exposure at 900 °C and plasticity reduction of the material have induced by the additional precipitation of phases with Cr and Mo and γ' -phase from the solid solution. The comparison of the mechanical properties with passport characteristics of EP648-PS alloy have carried out. It was shown that VZh159 alloy surpasses that alloy in tensile strength at investigated temperature diapason.

Keywords: *metal powder composition, selective laser sintering, heat resistance, porosity, 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

В настоящее время аддитивные технологии (АТ) являются одними из наиболее прогрессивных методов изготовления изделий для авиационной промышленности. Это направление признано приоритетным в области развития материалов и технологий во всем мире [1, 2]. Развитие отечественных аддитивных технологий в данный момент напрямую связано с разработкой собственных материалов, имеющих более высокие механические или эксплуатационные характеристики по сравнению с предлагаемой зарубежной номенклатурой материалов.

Одним из наиболее распространенных сплавов, применяемых для изготовления деталей камеры сгорания ГТД, является сплав ЭП648. Именно этот сплав благодаря хорошей стойкости к высокотемпературному окислению, достаточно высокому комплексу

механических характеристик и большому опыту его применения на двигателях нескольких поколений первым применили для изготовления деталей камеры сгорания по аддитивным технологиям. Однако опыт применения сплава ЭП648, получаемого по традиционным технологиям, показал, что, несмотря на хорошие показатели прочности, технологической пластичности и свариваемости, данный материал имеет ряд серьезных недостатков, существенно ограничивающих ресурс изделий. Высокое содержание хрома и общая нестабильность твердого раствора приводят к дополнительному выделению в процессе эксплуатации нежелательных ТПУ фаз: μ - и σ -фаз, а также фаз Лавеса пластинчатой и стержневой морфологии, вызывая резкое падение механических свойств – прежде всего пластичности и жаропрочности, что грозит разрушением изделия в процессе работы. Кроме того, столь высокое содержание хрома не дает существенного повышения жаростойкости свыше 1000°C , по сравнению с гомогенными сплавами, содержание хрома в которых ограничено 20–25%.

Для замены серийного материала ЭП648 и его литейной модификации (ВХ4Л) в ВИАМ разработан слабостареющий сплав ВЖ159. Сплав имеет более сбалансированное по сравнению со сплавом ЭП648 легирование, соответствующее критерию допустимого числа электронных вакансий [3–5]: содержание хрома снижено с 33 до 28% (по массе), а упрочнение реализуется благодаря наличию 10–12% γ' -фазы, содержащей ниобий, а также различных карбидов (типа MC , M_{23}C_6) на основе ниобия и хрома в сочетании с молибденом. Для технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) данный материал представляет большой интерес в качестве замены сплава ЭП648 благодаря более высокому комплексу механических свойств и лучшей технологичности и свариваемости, что предотвращает появление микротрещин в процессе синтеза на установках, не оборудованных подогревом платформы [6], а также обеспечивает возможность значительного увеличения скорости построения деталей – в 2,5–3 раза по сравнению со штатными режимами синтеза сплава Inconel 718 для большинства зарубежных установок.

Данная статья посвящена исследованию структурного состояния синтезированного материала ВЖ159 после длительных выдержек при высоких температурах и сравнительному анализу механических свойств сплавов ВЖ159 и ЭП648, синтезированных методом СЛС.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.3. «Энергоэффективные, ресурсосберегающие и аддитивные технологии получения деталей, полуфабрикатов и конструкций» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 г.») [7].

Материалы и методы

Объектом исследования выбран жаропрочный никелевый деформируемый сплав с высокой жаростойкостью марки ВЖ159 системы Ni-Cr-Mo-Nb-Al . Порошок для СЛС получали методом атомизации (распыления расплава потоком аргона) на установке HERMIGA 10/100 VI. Отделение тонкой фракции (<10 мкм) проводили на газодинамическом сепараторе (классификаторе) фирмы PSI (Великобритания). Рассев проводили на виброгрохоте Analysette 3 Pro (Германия). Процесс СЛС порошка фракционного состава 10–63 мкм проводили в установке EOS M290 (Германия) в среде азота.

Для исследования влияния горячего изостатического прессования (ГИП) и термообработки на структуру и механические свойства синтезированного материала изготавливали заготовки размерами 10×10 мм и $\varnothing 18 \times 72$ мм в двух ориентациях: параллельно и перпендикулярно платформе построения.

Горячее изостатическое прессование (ГИП) проводили в газостате Quintus-16 фирмы ASEA, оборудованном молибденовым нагревателем. Последующую термическую обработку (старение) проводили в воздушных камерных электропечах типа СНОЛ 60/13.

Для исследования эволюции структурных составляющих в процессе длительных высокотемпературных выдержек синтезированные образцы после ГИП и двухступенчатого старения подвергали выдержке в воздушной печи при температурах 800 и 900°C в течение 500 ч без приложения нагрузки.

Микроструктурный анализ проводили на растровом электронном микроскопе JSM 6490LV фирмы Jeol, оптическом металлографическом комплексе Olympus GX51 после электрохимического травления поверхности шлифов в растворе бихромата калия в ортофосфорной кислоте, а также методом просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе Теснаі G2 F20 S-TWIN TMP с ускоряющим напряжением 200 кВ. Образцы для исследований представляли собой тонкие фольги, полученные методом струйной полировки в спиртовом электролите на установке Теніро15 фирмы Struers. Исследования микроструктуры проводили с применением дифракционных, темнопольных и слабопучковых методов, а также методом локального рентгеноспектрального анализа в сканирующем режиме.

Жаростойкость определяли весовым методом по уменьшению/увеличению массы образца после выдержки образцов в печи с окислительной средой (воздух) в течение заданного времени при постоянной температуре.

Результаты

Графическое изображение распределения размеров частиц в полученной металлопорошковой композиции из сплава ВЖ159, применяемой для процесса СЛС, представлено на рис. 1. Средний диаметр частиц порошка составляет 37 мкм, распределение частиц подчиняется нормальному закону, что соответствует требованиям к сырью для процесса СЛС. Микроструктура синтезированных образцов из сплава ВЖ159 в состоянии после синтеза является типичной для технологии СЛС [8–12].

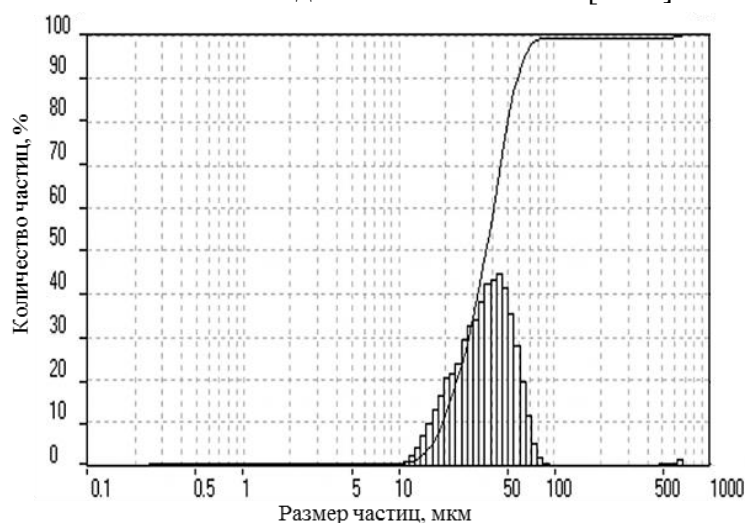


Рис. 1. Графическое изображение распределения размеров гранул металлопорошковой композиции из сплава ВЖ159

Известно, что ГИП для стареющих сплавов по структурному состоянию является эквивалентом закалки: в таком состоянии для металла характерна наиболее высокая пластичность и недостаточная прочность. Для достижения оптимального комплекса механических свойств дисперсионно-твердеющие сплавы после ГИП должны подвергаться старению. Для синтезированных заготовок из сплава ВЖ159 старение проводится в две ступени: высокотемпературное и последующее низкотемпературное с охлаждением на воздухе после каждой ступени [13].

Проведено исследование возможности совмещения первой высокотемпературной ступени старения и ГИП для уменьшения общей продолжительности термообработки сплава за счет интенсификации диффузионных процессов при выдержке под высоким давлением (табл. 1, режим 2). Исследование влияния газостатической обработки, частично совмещенной со старением, проводили на образцах в сравнении с синтезированными образцами, прошедшими отдельно ГИП и двухступенчатое старение по стандартному режиму (табл. 1, режим 1).

Таблица 1

Режимы термообработки материала, синтезированного из металлопорошковой композиции сплава ВЖ159

Условный номер режима	Режим
1	ГИП+двухступенчатое старение
2	ГИП+старение

Проведены исследования структуры материала методом просвечивающей электронной микроскопии. В обоих состояниях наблюдается активный процесс образования двойников (рис. 2, а), что является следствием пластической деформации в процессе схлопывания несплошностей под действием высокого давления при всестороннем обжати.

Показано, что структура образцов в состоянии 1 зернистая, с размером зерна до 100–150 мкм. Зерна разделены высокоугловыми границами. После частично совмещенной со старением газостатической обработки (режим 2) наблюдаются отдельные участки остаточной ячеистой структуры, характерной для исходного состояния (рис. 2, б), что, вероятно, связано с недостаточным временем выдержки при первой ступени старения в процессе ГИП. Режим 1 обеспечивает формирование полностью рекристаллизованной структуры.

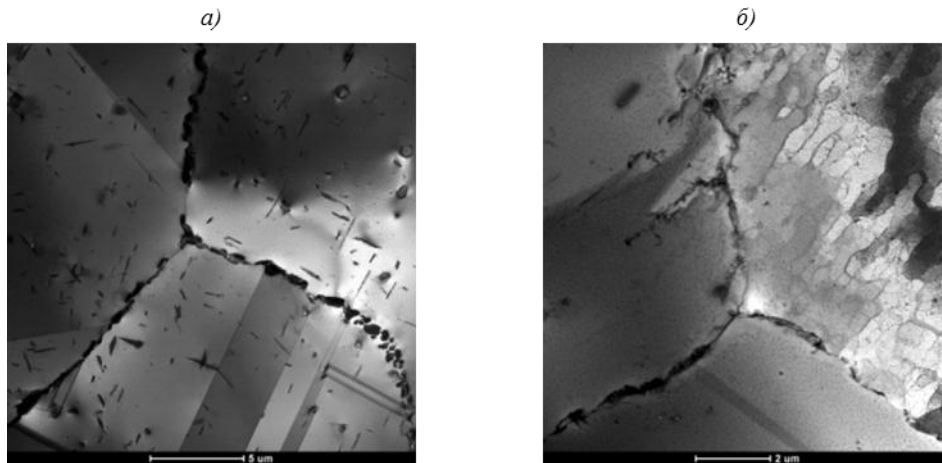


Рис. 2. Микроструктура синтезированного материала после термообработки по режимам 1 (а) и 2 (б)

При исследовании распада твердого раствора с применением темнопольных дифракционных методов обнаружено, что по всему объему зерна гомогенно выделяется дисперсная γ' -фаза размером не более 50 нм (рис. 3). На соответствующих дифракционных картинах присутствуют фазовые сверхструктурные рефлексы. Частицы γ' -фазы имеют округлую форму и не имеют четкой огранки. Изменения размеров частиц фазы в зависимости от режимов ГИП и последующего старения не выявлено, что, вероятно, обусловлено формированием частиц упрочняющей фазы на последней низкотемпературной стадии старения, одинаковой для обоих исследованных вариантов.

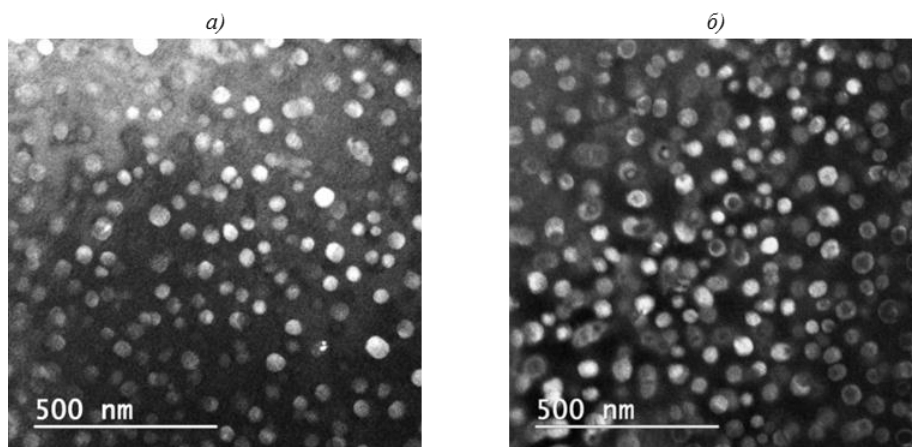


Рис. 3. Морфология частиц γ' -фазы

После длительных (500 ч) выдержек размер зерна относительно исходного состояния после ГИП и двухступенчатого старения практически не изменяется и составляет 50–150 мкм (рис. 4 *a, б*), что обусловлено тормозящим действием дисперсных выделений карбидов, декорирующих границы зерен. Внутри зерен наблюдаются частицы пластинчатой морфологии (рис. 4, *в*), количество которых возрастает с увеличением температуры выдержки (рис. 4, *з*).

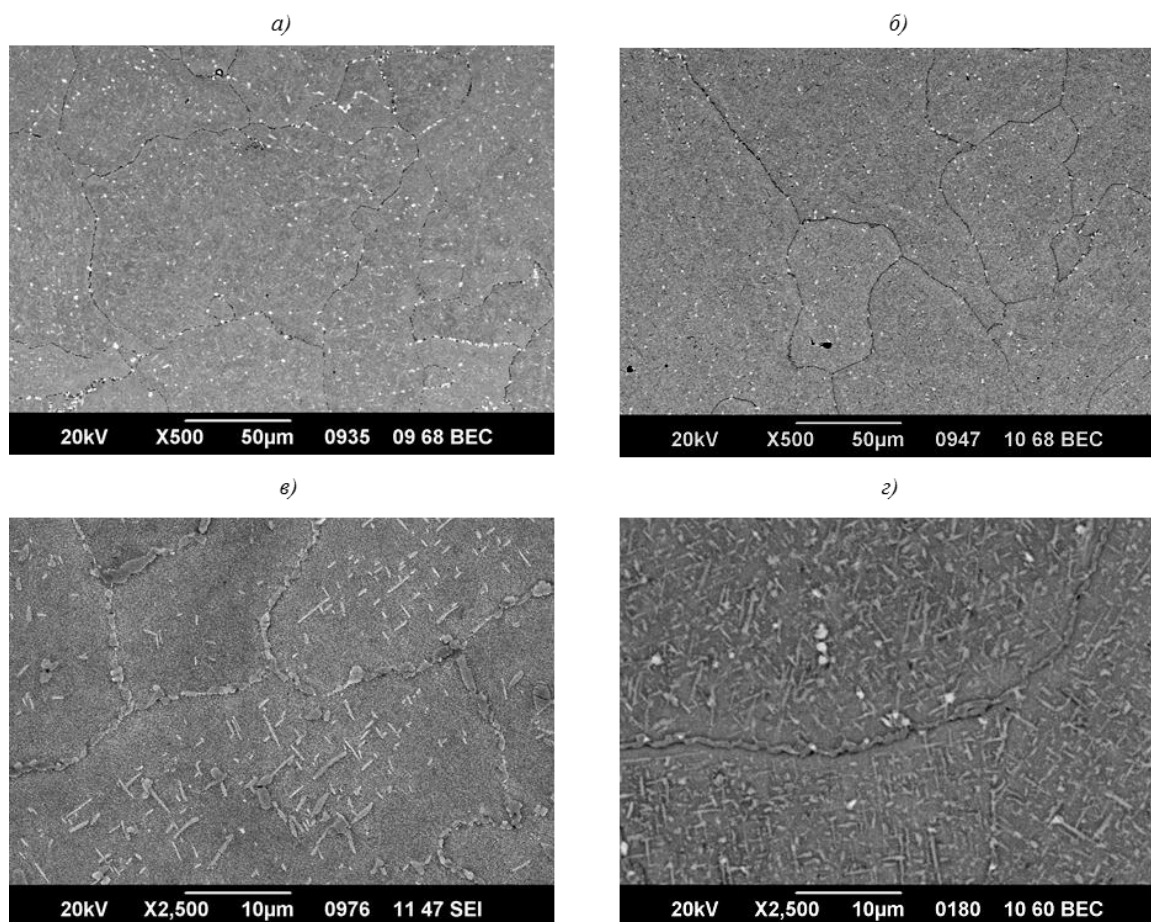


Рис. 4. Микроструктура синтезированных образцов из сплава ВЖ159 после выдержки в течение 500 ч при температурах 800 (*a, в*) и 900°C (*б, з*)

С помощью данных микрорентгеноспектрального анализа показано, что границы зерен во всех состояниях декорированы частицами карбидов хрома типа Cr_{23}C_6 , в состав которых может также входить молибден (рис. 5). Данные частицы не имеют четкой кристаллографической огранки, их размер составляет от 200 нм до 1 мкм. Внутри таких частиц наблюдается образование развитой дислокационной структуры – результат релаксационных процессов после деформации. Частицы пластинчатой морфологии (рис. 5) также содержат молибден и хром.

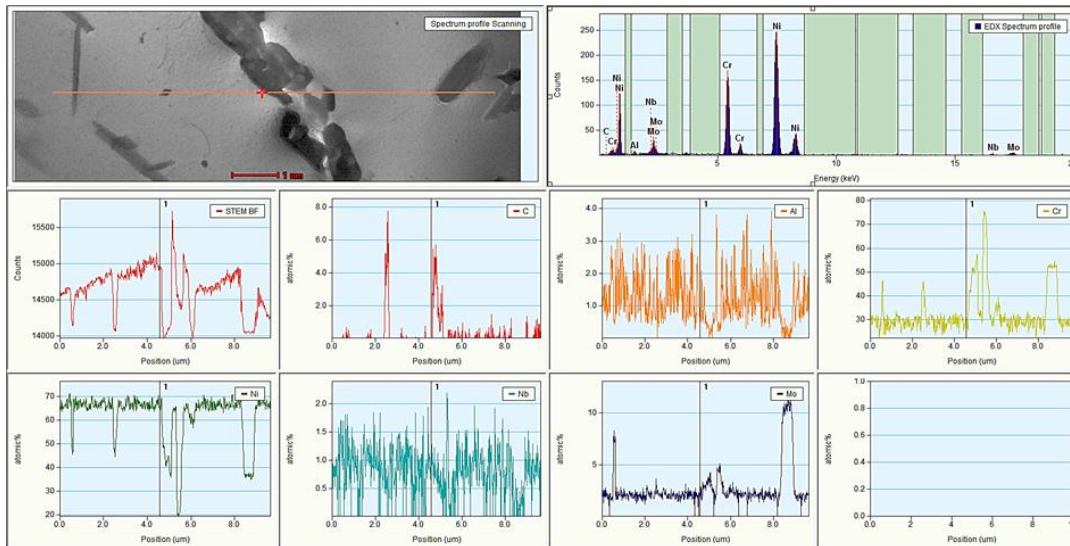


Рис. 5. Распределение концентрации легирующих элементов вдоль линии, пересекающей цепочку частиц

Исследования микроструктуры образцов после выдержки при 800 и 900°C в течение 500 ч методом просвечивающей электронной микроскопии показывают, что внутри зерен, помимо пластинчатой фазы, наблюдаются выделения мелкодисперсной γ' -фазы. При этом повышение температуры выдержки до 900°C приводит к более интенсивной коагуляции частиц: от 10–30 нм при температуре 800°C (рис. 6, а) до 80–120 нм при 900°C (рис. 6, б). Морфология частиц γ' -фазы округлая в обоих вариантах высокотемпературной выдержки.

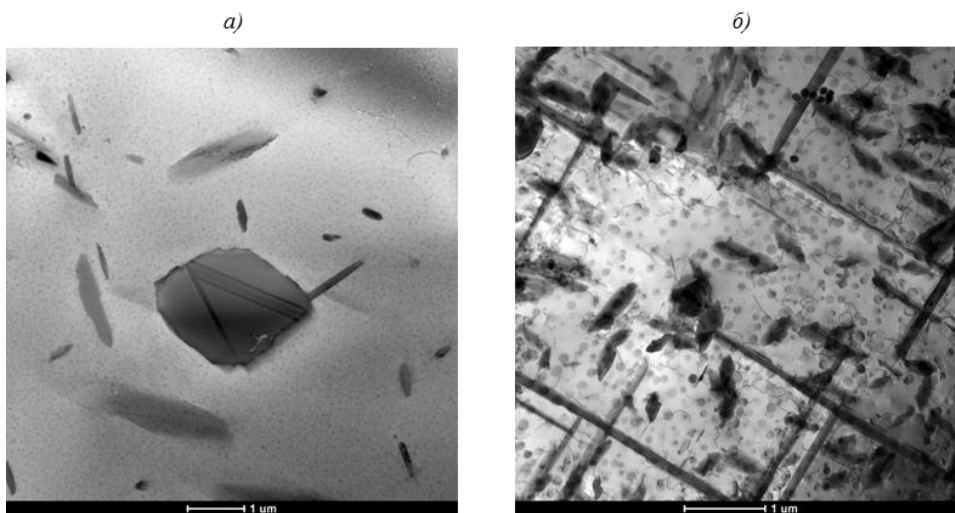


Рис. 6. Микроструктура образцов после выдержки в течение 500 ч при температурах 800 (а) и 900°C (б)

Таблица 2

Результаты исследования кратковременной прочности синтезированных образцов из сплава ВЖ159 при 20°C

Режим (см. табл. 1)	σ_b	$\sigma_{0,2}$	δ_5	ψ
	МПа		%	
<i>I</i>	1190–1215	710–755	24,0–28,5	23,5–29,0
<i>I</i> +выдержка 500 ч при 900°C	1185–1195	815	14,3–15,7	13–13,8

Анализ данных табл. 2 показывает, что после выдержки в течение 500 ч при температуре 900°C синтезированный металл сохраняет высокий комплекс механических свойств. Отмечается снижение пластических характеристик в ~2 раза, связанное с выделением хромистых молибденсодержащих фаз пластинчатой морфологии, что является типичным для высокохромистых сплавов [14, 15]. При этом не отмечается снижения прочностных характеристик; некоторый рост предела текучести, вероятно, связан с более полным выделением частиц скоагулированной γ' -фазы. В целом показано, что синтезированный материал сохраняет высокий уровень конструкционной прочности после длительных выдержек при высоких температурах.

Проведенный количественный металлографический анализ пористости синтезированного материала после проведения ГИП и термической обработки, а также последующей высокотемпературной выдержки показал, что после обработки по обоим режимам ГИП и последующей термической обработки объемная доля пор в синтезированном металле не превышает 0,004%, а последующая длительная выдержка при рабочих температурах влияния на пористость не оказывает – сохраняются практически идентичные, низкие значения.

Проведенные испытания образцов из сплава ВЖ159 (без покрытия) на жаростойкость при 1000°C в течение 100 ч показали, что по сравнению с образцами, вырезанными из листа, полученного по традиционной технологии, они имеют несколько более высокое сопротивление газовой коррозии, что, вероятно, связано с более крупным размером зерна в синтезированном металле и, следовательно, меньшей площадью границ зерен (табл. 3).

Таблица 3

Результаты исследования жаростойкости при 1000°C в течение 100 ч

Сплав ВЖ159	Жаростойкость, г/(м ² ·ч)
Синтезированные образцы (ХУ)	0,123
Синтезированные образцы (Z)	0,126
Деформированный полуфабрикат (лист)	0,25

Таблица 4

Результаты исследования кратковременной прочности синтезированных образцов из сплавов ВЖ159 и ЭП648*

Температура испытания, °С	Сплав	σ_b	$\sigma_{0,2}$	δ_5	ψ
		МПа		%	
20	ВЖ159	1190–1215	710–755	24,0–28,5	23,5–29,0
	ЭП648	1130	660	28	31
600	ВЖ159	820–885	615–685	22,0–34,0	24,0–37,0
	ЭП648	980	520	31	27
700	ВЖ159	810–830	560–580	15,0–19,5	16,5–21,0
800	ВЖ159	625–665	310–380	25,5–38,0	29,5–42,0
	ЭП648	540	530	6,2	10,5
1000	ВЖ159	145–160	70–80	53,0–68,0	62,0–73,5
	ЭП648	106	100	20	18

* Для сплава ЭП648 даны средние значения по данным паспорта.

Сравнение механических характеристик синтезированных заготовок из сплавов ВЖ159 и ЭП648 (табл. 4) показывает преимущество сплава ВЖ159 по пределу прочности во всем исследованном интервале температур, при этом за счет большей структурной стабильности материал имеет более высокие пластические характеристики при высоких температурах ($>800^{\circ}\text{C}$). Для сплава ЭП648 выделение фаз, содержащих хром и молибден, характерно уже при относительно кратковременных нагревах до температур $>800^{\circ}\text{C}$.

Обсуждение и заключения

Показано, что технология СЛС и последующие газостатирование и термическая обработка приводят к формированию в синтезированном сплаве ВЖ159 полностью рекристаллизованной мелкозернистой структуры твердого раствора с дисперсными выделениями карбидных фаз и упрочняющей γ' -фазы.

Проведенные исследования структурного состояния образцов после длительных выдержек при рабочих температурах показали, что коагуляция и дополнительное выделение частиц упрочняющей γ' -фазы, а также дополнительное выделение хромистых и молибденсодержащих фаз различной морфологии приводят к некоторому росту предела текучести материала при одновременном снижении пластических характеристик. Показано, что синтезированный материал сохраняет высокий уровень конструкционной прочности после длительных выдержек при высоких температурах.

Длительные выдержки без приложения нагрузки не оказывают влияния на пористость синтезированного материала.

Результаты исследования образцов из сплава ВЖ159 на жаростойкость при 1000°C в течение 100 ч показали, что значения находятся выше уровня значений для образцов из деформированного (листового) полуфабриката, что, вероятно, связано с более крупным размером зерна и меньшей общей площадью границ зерен для синтезированного материала.

По результатам проведенных исследований можно сделать вывод, что синтезированный материал марки ВЖ159 по комплексу механических характеристик и технология СЛС для металлопорошковой композиции из сплава ВЖ159 с проведением последующей термической обработки являются перспективными с точки зрения значительного сокращения времени последующей обработки при сохранении стабильной структуры и увеличении значений механических характеристик материала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
2. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России. М.: ВИАМ, 2015. 557 с.
3. Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Морозова Г.И., Базылева О.А. Основные принципы легирования интерметаллида Ni_3Al при создании высокотемпературных сплавов // Материаловедение. 1998. №7. С. 13–15.
4. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 36–52.
5. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Мазалов И.С. Высокотемпературные жаропрочные никелевые сплавы для деталей газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 52–57.

6. Matilainen V.-P., Pekkarinen J., Salminen F. Weldability of additive manufactured stainless steel // *Physics Procedia*. 2016. Vol. 83. P. 808–817.
7. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологии 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.
8. Суфияров В.Ш., Попович А.А., Борисов Е.В., Полозов И.А. Селективное лазерное плавление жаропрочного никелевого сплава // *Цветные металлы*. 2015. №1 (865). С. 79–84.
9. Грязнов М.Ю., Шотин С.В., Чувильдеев В.Н. Эффект мезоструктурного упрочнения стали 316L при послойном лазерном сплавлении // *Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского*. 2012. №5 (1). С. 43–50.
10. 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: 23.10.2017 г.). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-2-2.
11. Евгенов А.Г., Рогалев А.М., Карачевцев Ф.Н., Мазалов И.С. Влияние горячего изостатического прессования и термической обработки на свойства сплава ЭП648, синтезированного методом селективного лазерного сплавления // *Технология машиностроения*. 2015. №9. С. 11–16.
12. Mostafa A., Rubio I.P., Brailovski V. et al. Structure, texture and phases in 3D printed In718 alloy subjected to homogenization and HIP treatments // *Metals*. 2017. Vol. 7. No. 196. P. 2–23.
13. Мазалов И.С., Евгенов А.Г., Прагер С.М. Перспективы применения жаропрочного структурно-стабильного сплава ВЖ159 для аддитивного производства высокотемпературных деталей ГДТ // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. №S1 (43). С. 3–7. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-3-7.
14. Murayama M., Katayama Y., Hono K. Microstructural Evolution in a 17-4 PH Stainless Steel after Aging at 400°C // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1999. Vol. 30A. P. 345–353.
15. Nilsson J.-O., Kangas P., Karlsson T., Wilson A. Mechanical Properties, Microstructural Stability and Kinetics of σ -Phase Formation in 29Cr–6Ni–2Mo–0,38N Superduplex Stainless Steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2000. Vol. 31A. P. 35–45.