

УДК 621.791

*О.Г. Оспенникова¹, С.А. Наприенко¹, П.Н. Медведев¹, Д.В. Зайцев¹, А.М. Рогалев¹***ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ СПЛАВА ЭП648 ПРИ СЕЛЕКТИВНОМ ЛАЗЕРНОМ СПЛАВЛЕНИИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-3-11

Показаны особенности формирования структурно-фазового и текстурного состояния образцов из сплава ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления (СЛС) в исходном состоянии, после горячего изостатического прессования и термической обработки. Установлено, что в процессе синтеза формируется ограниченная кристаллографическая текстура γ -фазы, которая не претерпевает существенных изменений в процессе последующих обработок. Равномерное распределение мелкодисперсных частиц упрочняющих фаз, по-видимому, приводит к увеличению как прочностных, так и пластических свойств материала, полученного методом СЛС, по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии.

Ключевые слова: сплав ЭП648, СЛС, аддитивные технологии, структурно-фазовое состояние, текстура, РЭМ, ПЭМ.

*O.G. Ospennikova¹, S.A. Naprienko¹, P.N. Medvedev¹, D.V. Zaitsev¹, A.M. Rogalev¹***FEATURES OF THE FORMATION OF THE STRUCTURAL-PHASE STATE OF THE EP648 ALLOY DURING SELECTIVE LASE MANUFACTURE**

The paper shows the features of the formation of the structural-phase and textural state of the EP648 alloy obtained by the SLM method in the initial state, after hot isostatic pressing and heat treatment. It was found that in the process of synthesis, a limited crystallographic texture of the γ -phase is formed, which does not undergo significant changes in the process of subsequent treatments. The uniform distribution of fine particles of the hardening phases, apparently, leads to an increase in both the strength and plastic properties of the material obtained by the SLM method in comparison with the material obtained by the traditional technology.

Keywords: alloy EP648, SLM, additive technologies, structural-phase state, texture, SEM, TEM.

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

Жаропрочные никелевые сплавы усовершенствовались в течение достаточно продолжительного времени, что обусловлено постоянно повышающимися требованиями к эксплуатационным характеристикам материалов и развитием технологий металлургического производства.

Развитие жаропрочных никелевых сплавов началось с деформируемых сплавов и разработки в 1940-х гг. дисперсионно-твердеющих сплавов Nimonic 80 в Англии и ЭИ437 в СССР. Необходимость увеличения жаропрочности привела к повышению легирования и, как следствие, к снижению деформируемости сплавов. Эту проблему удалось решить в 1950-х гг. с появлением литейных сплавов и развитием технологии литья по выплавляемым моделям. Параллельно с этим развивалась порошковая металлургия никелевых сплавов. В 1960-х гг. получила развитие технология направленной кристаллизации и монокристаллического литья [1–3].

Каждая из перечисленных технологий оказывает существенное влияние на структуру материала, которая в свою очередь определяет механические свойства сплавов. Зная особенности формирования структуры при протекании технологического процесса, можно корректировать химический состав материала таким образом, чтобы нивелировать недостатки и усилить преимущества той или иной технологии.

В настоящее время применяют все перечисленные технологии, так как у каждой из них есть свои преимущества, определяющие целесообразность применения данной технологии при изготовлении конкретной детали. Для каждой технологии специально разработаны никелевые сплавы, позволяющие повысить их эксплуатационные свойства.

Все более широкое распространение также получают аддитивные технологии. Для получения деталей сложной геометрической формы из жаропрочных никелевых сплавов применяют селективное лазерное сплавление (СЛС), однако на данный момент для СЛС применяются сплавы, изначально разработанные для других технологических процессов.

Для того чтобы перейти к следующему этапу эволюционного развития, а именно – к разработке сплавов специально для технологии СЛС, необходимо всесторонне исследовать особенности формирования структуры в процессе синтеза на существующих никелевых сплавах и влияние этих особенностей на механические свойства.

Из данных работ [4–6] следует, что значения пределов прочности и текучести, а также удлинения и сужения образцов из сплава ЭП648, полученных методом СЛС после горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки, существенно превосходят значения аналогичных свойств материала, полученного по технологии литья с последующей термической обработкой.

Как известно, механические свойства определяются структурно-фазовым состоянием материала. В данной работе исследованы структурные особенности материала, полученного методом СЛС.

Материалы и методы

Для исследований методом СЛС изготовлены образцы из деформируемого жаропрочного никелевого сплава ЭП648. В качестве сырья использовали порошок фракции 10–63 мкм, полученный методом атомизации во ФГУП «ВИАМ». Печать образцов проводили на установке Concept Laser M2 cusing в атмосфере азота. Синтез проводили по шахматной стратегии печати при квадратной форме островков с размером ребра 5 мм. Толщина каждого синтезируемого слоя составляет ~40 мкм. При переходе на новый слой происходит смещение границ островков в двух направлениях на 1 мм, а также разворот треков внутри островков на 90 градусов. Расстояние между осями соседних треков составляет 110 мкм. Модель последовательности поворотов и пересечений островков рассмотрены в работе [7].

После СЛС образцы подвергали ГИП и старению по разработанным режимам. Для сравнения исследованы образцы из сплава ЭП648 в литом и деформированном состояниях после полной термической обработки.

Исследования микроструктуры проводили на различных масштабных уровнях методами оптической микроскопии на микроскопе Leica DMi8A и растровой электронной микроскопии на микроскопе Zeiss EVO MA10, а также методом просвечивающей микроскопии на микроскопе Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP.

Рентгеновский текстурный анализ осуществляли на дифрактометре Empyrean фирмы PanAlytical, съемку прямых полюсных фигур (ППФ) – в монохроматическом $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении при фиксированном положении рентгеновской трубки и счетчика в рефлексах: (111) при угле $2\theta = 42$ градуса, (200) при $2\theta = 50$ градусов, (220) при $2\theta = 75$ градусов. Образец поворачивали и наклоняли с помощью специализированной текстурной приставки. Моделирование ППФ проведено в специализированном

программном обеспечении MTEX. При моделировании применены две аксиальные текстуры с осью $\langle 100 \rangle$ параллельно перпендикулярным направлениям хода лазерного луча в плоскости построения.

Результаты и обсуждение

Микроструктура синтезированного материала имеет сложное пространственное строение, формируемое ваннами расплава при последовательном прохождении лазерного пучка в процессе сплавления (рис. 1, *a, z*). Ванны формируют сетку из взаимно перпендикулярных линий, лежащих в плоскости синтеза, с шагом, соответствующим расстоянию между треками [8, 9]. На данную сетку накладывается другая сетка с размером ячейки 1 мм, что соответствует расстоянию, на которое смещаются границы островков в каждом последующем слое. Данный эффект объясняется большим количеством энергии, которую передает лазерный пучок образцу, на участках смены направления движения и проплавления материала на значительно большую глубину, чем на линейных участках. Каждая ванна расплава представлена несколькими колониями дендритов, формирующих зерна. В процессе кристаллизации вблизи поверхности ванны формируются столбчатые зерна, ориентированные перпендикулярно к ней (рис. 1, *б, д*). Те зерна, которые располагаются вблизи нижней точки ванны расплава, имеют направление теплоотвода, соответствующее оси синтеза. Это в свою очередь приводит к формированию столбчатых зерен в ваннах расплава, направление кристаллизации которых близко к направлению синтеза.

На образцах повсеместно наблюдаются трещины, ориентация которых совпадает с траекторией прохождения лазера. В междендритных областях в процессе синтеза выделяются карбиды с гранцентрированной кубической (ГЦК) решеткой – Me_{23}C_6 и MeC , имеющие ориентационное соотношение с матрицей $[001]_{\gamma} \parallel [001]_{\text{C}}$; $(100)_{\gamma} \parallel (100)_{\text{C}}$ и периоды решеток 1,065 и 0,46 нм соответственно (рис. 1, *в, e*). Размер карбидов обоих типов не превышает 50 нм.

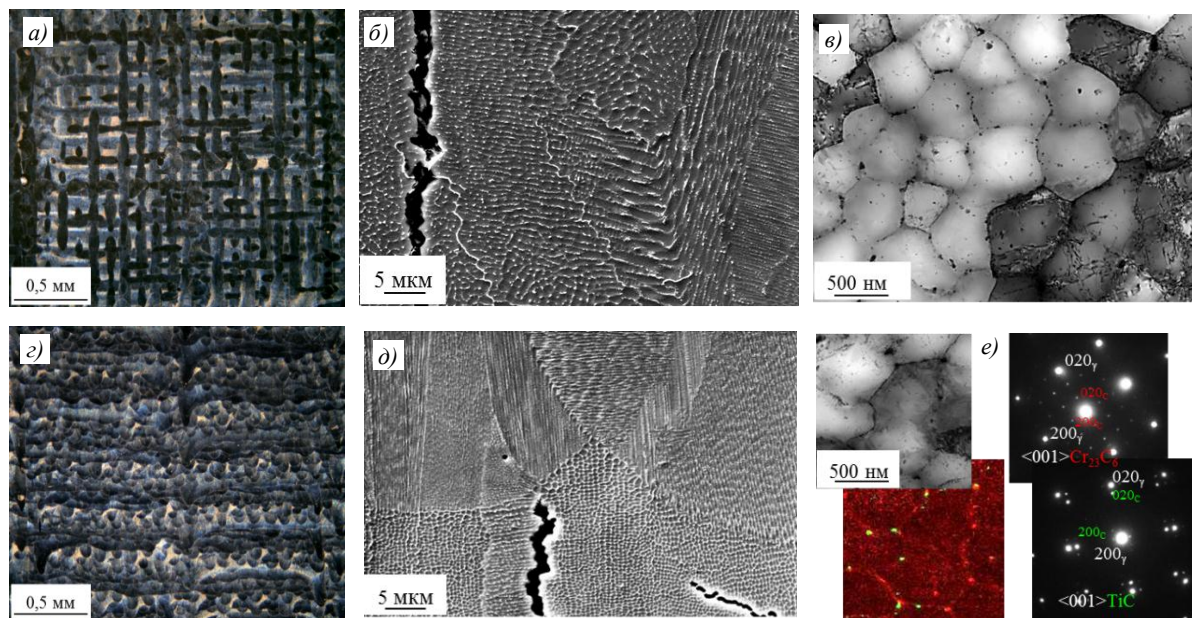


Рис. 1. Микроструктура образца из сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления: *a, б* – в плоскости синтеза; *z, д* – в плоскости, перпендикулярной плоскости синтеза; *в* – структура дендритов в поперечном сечении; *e* – карта распределения Cr (красный) и Ti (зеленый) в структуре дендритов и картины дифракции от карбидов Me_{23}C_6 и MeC (*a, z* – оптическая электронная микроскопия; *б, д* – растровая электронная микроскопия; *д, e* – просвечивающая электронная микроскопия)

При сравнении микроструктур сплава ЭП648 в литом (рис. 2, а, б) и деформированном состояниях (рис. 2, в, г) видно, что распределение легирующих элементов в объеме материала, полученного методом СЛС, происходит более равномерно. Это обусловлено отсутствием зональной ликвации, так как в процессе синтеза происходит плавление незначительных объемов металла. В то же время размер дендритов, который не превышает 1–2 мкм, минимизирует эффект от дендритной ликвации.

В связи с тем, что в литом состоянии размеры дендритов могут достигать 0,5 мм (рис. 2, а), наблюдается неравномерность распределения легирующих элементов в объеме одного дендрита [10, 11]. Неоднородность по химическому составу при последующих термических обработках и деформации приводит к неравномерному выделению упрочняющих фаз (рис. 2, в).

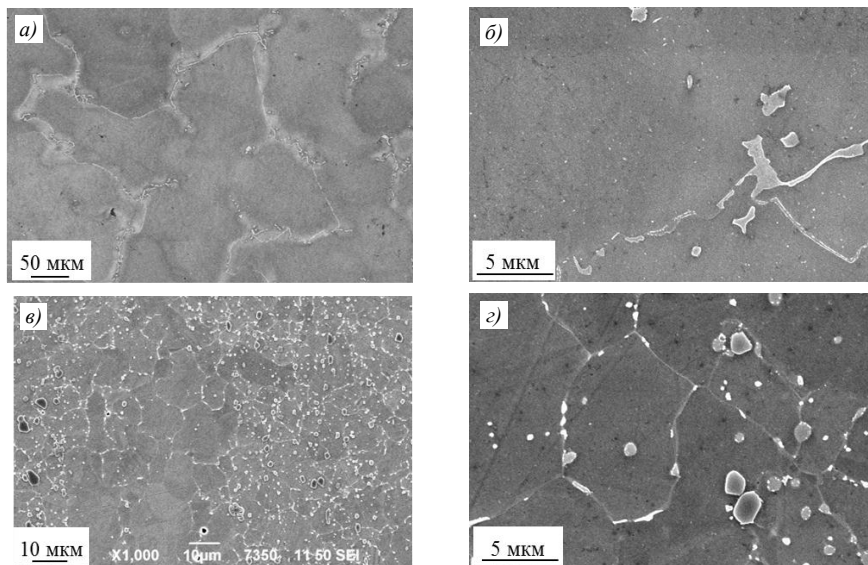


Рис. 2. Микроструктура сплава ЭП642 в литом (а, б) и деформированном состояниях (в, г)

Рентгеноструктурный анализ образцов в состоянии после СЛС показал, что в процессе синтеза формируется кристаллографическая текстура γ -фазы. Наблюдаются текстурная компонента $\{100\}\langle 001\rangle$ с плоскостями $\{100\}$ параллельно плоскости наплавки, как показано в работе [12], а также оси $\langle 001\rangle$ вдоль направлений движения лазера (рис. 3, а).

Формирование текстуры происходит благодаря кристаллизации в направлении теплоотвода [13]. Для ГЦК решетки (γ -фаза) в направлении теплоотвода растут плоскости $\{100\}$. При рассмотрении ванн расплава видно, что направления роста дендритов кристаллизации, нормальные к стенкам ванн, варьируются при полном угле поворота (с учетом симметрии ванны) от 0 до 180 градусов. В соответствии с шахматной стратегией печати, ход лазерного луча идет по двум взаимно перпендикулярным направлениям в плоскости построения. В связи с этим следует ожидать наличия двух аксиальных компонент текстуры с осями $\langle 100\rangle$ вдоль этих направлений хода лазера. С целью проверки предложенной модели формирования кристаллографической текстуры проведено моделирование двух аксиальных компонент $\langle 100\rangle$ параллельно направлению движения лазера с рассеянием угла до 20 градусов (рис. 3, б).

Выявлены характерные признаки такой текстуры на ППФ: на $\{111\}$ наблюдается попарное объединение четырех текстурных максимумов в два максимума, удлинённых в сторону высотного направления образца; на $\{110\}$ два максимума удлинены в сторону

высотного направления образца, а два максимума, лежащие в сечении, образованном направлением сканирования, остаются равноосными. На рис. 3 черными линиями на расчетных ППФ нанесены кольцевые элементы аксиальных компонент для соответствующих семейств плоскостей. Визуальное сравнение экспериментальных и расчетных ППФ показывает удовлетворительную схожесть и подтверждает выдвинутую модель формирования кристаллографической текстуры.

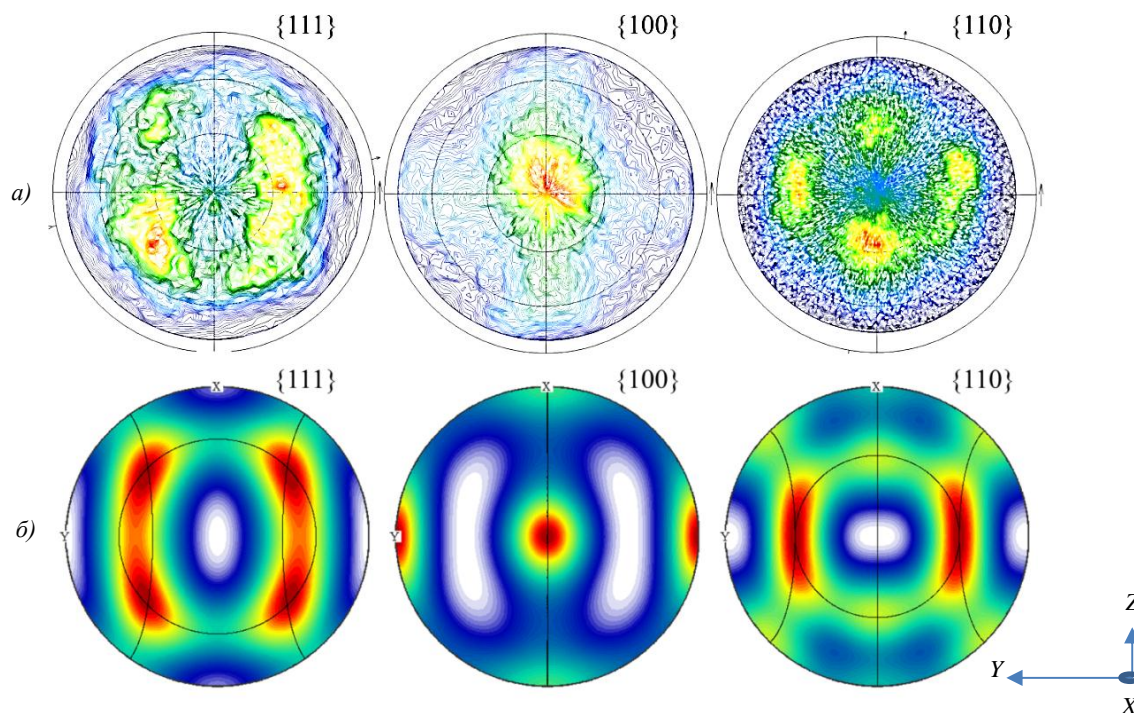


Рис. 3. Прямые полюсные фигуры $\{111\}$, $\{100\}$, $\{110\}$: *а* – экспериментальные; *б* – расчетные

Исследование образцов после ГИП показало, что в процессе ГИП происходит рекристаллизация зерен, а также декорирование границ зерен карбидами Me_{23}C_6 размерами до 5 мкм (рис. 4). В процессе рекристаллизации зерна в общем виде приобретают столбчатую форму квадратного сечения в плоскости синтеза (рис. 4, *а, з*).

Карбидные выделения типа MeC и Me_{23}C_6 , которые сформировались при СЛС по границам дендритов, сохраняют свое месторасположение. Размер карбидов увеличивается до 200 нм (рис. 4, *ж, з*). В теле зерен появляются выделения σ -фазы и частиц твердого раствора $\alpha\text{-Cr}$ (рис. 4, *з*), что совпадает с результатами, полученными в работе [5].

Анализ текстурного состояния и зеренной структуры сплава после ГИП показал, что протекающая в процессе обработки рекристаллизация является собирательной и не изменяет текстурного стояния.

Исследование образцов после термической обработки показало, что в объеме зерен происходит равномерное выделение в виде игл σ -фазы и частиц твердого раствора $\alpha\text{-Cr}$ (рис. 5, *а, б, г, д*). Ориентационное соотношение между γ -матрицей и частицами $\alpha\text{-Cr}$ соответствует соотношению Курдюмова–Закса [5]. Из-за симметрии кристаллической решетки в каждом зерне наблюдается несколько ориентаций игольчатых выделений и частиц α -фазы. Карбиды по границам зерен Me_{23}C_6 не изменяют своей морфологии, как и карбиды по границам бывших дендритов.

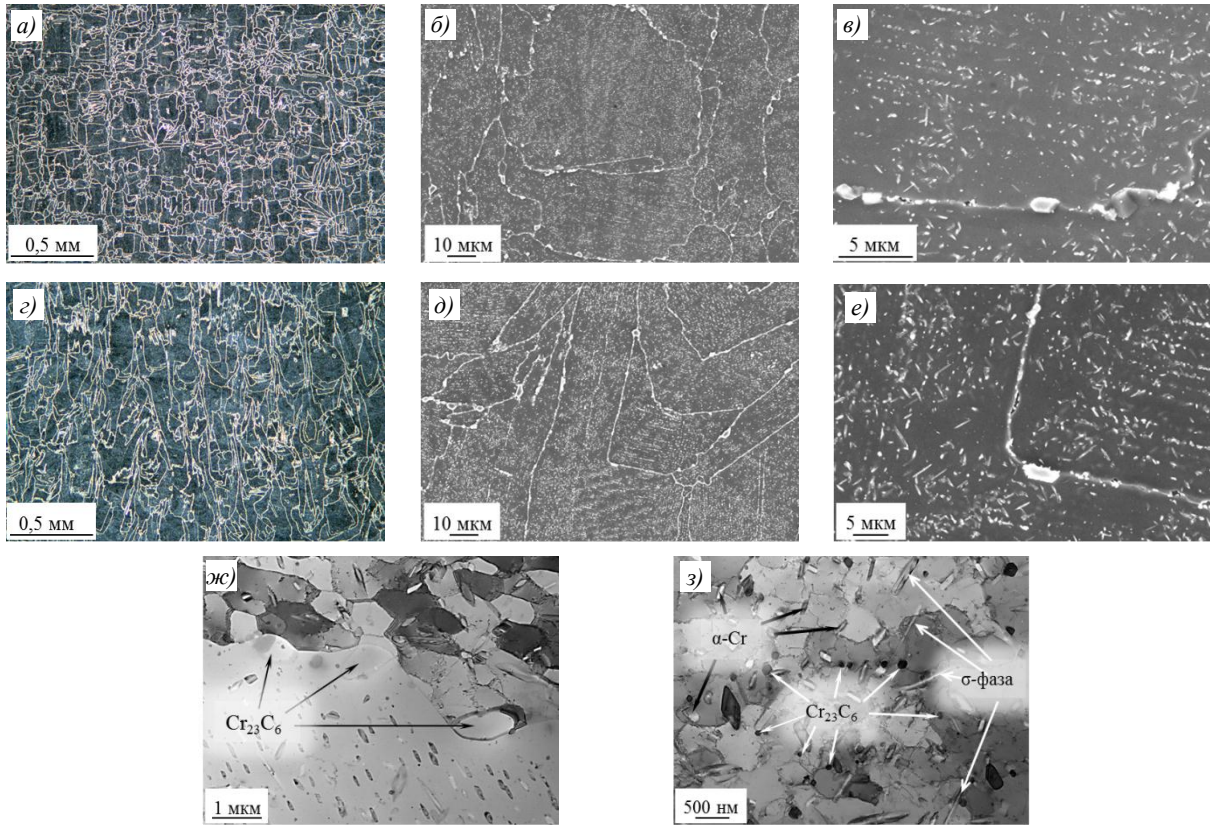


Рис. 4. Микроструктура образца из сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления после горячего изостатического прессования: *a, б, в* – в плоскости синтеза; *г, д, е* – в плоскости, перпендикулярной плоскости синтеза; *ж* – граница рекристаллизованного и нерекристаллизованного зерен; *з* – игольчатые выделения σ -фазы, карбидов и частиц твердого раствора α -Cr (*a, г* – оптическая электронная микроскопия; *б, в, д, е* – растровая электронная микроскопия; *ж, з* – просвечивающая электронная микроскопия)

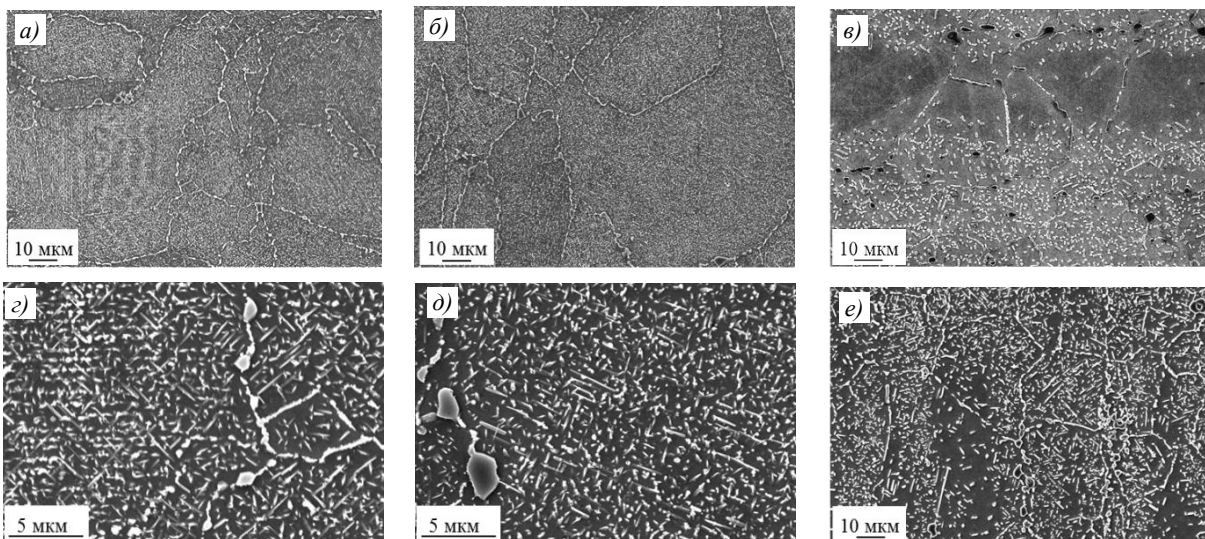


Рис. 5. Микроструктура образца сплава ЭП648, полученного методом селективного лазерного сплавления после горячего изостатического прессования и термической обработки (*a, б, г, д*) и в деформированном состоянии (*в, е*): *a, г* – в плоскости синтеза; *б, д* – в плоскости, перпендикулярной плоскости синтеза; *в, е* – неравномерное распределение упрочняющих фаз

Материал, отлитый по традиционной технологии с последующей деформацией и полной термической обработкой (рис. 5, *в, е*), в отличие от материала, полученного методом СЛС (рис. 5, *а, б, з, д*), имеет более неоднородную структуру. В литом материале наблюдается неравномерное распределение выделений – как крупных карбидов по границам и телу зерен, так и упрочняющих игольчатых фаз, что обусловлено ликвационной неоднородностью [10, 11]. Следует отметить, что размеры частиц упрочняющих фаз на образцах, полученных методом СЛС, значительно мельче, чем на образцах, полученных по традиционной технологии, при том, что их количество значительно больше.

В процессе термической обработки продолжается собирательная рекристаллизация. Это приводит к увеличению размера зерен и сохранению текстуры, сформированной в процессе печати. Данный эффект обусловлен тем, что рост крупных зерен происходит за счет поглощения более мелких, а кристаллографические направления $\langle 001 \rangle$ крупных зерен совпадают с осью синтеза и направлениями прохождения лазера на поверхности синтезируемого образца.

Заключения

Результаты исследований показывают, что технологию СЛС можно сравнить одновременно с порошковой технологией получения полуфабрикатов и с технологией направленной кристаллизации. Наиболее важным является то, что в микроструктуре материала, полученного методом СЛС, размеры дендритов не превышают 1–2 мкм, таким образом сведена к минимуму ликвационная неоднородность при получении полуфабрикатов, как и при традиционной порошковой металлургии [14]. От направленной кристаллизации технологии СЛС унаследовала острую текстуру, формируемую за счет ограничения направлений теплоотвода в процессе синтеза [13]. Это приводит к анизотропии свойств и может быть использовано для повышения свойств материала в конкретных конструкциях. Один из недостатков данного технологического процесса производства деталей заключается в разнотекстурности. Она обусловлена собирательной рекристаллизацией и ростом зерен, имеющих ориентацию, близкую к основным текстурным максимумам за счет более мелких зерен с иной ориентировкой. Данные микроструктурные особенности являются общими для технологии получения материала методом СЛС.

К особенностям формирования микроструктуры образцов из сплава ЭП648, полученных методом СЛС, можно отнести фазовые превращения, протекающие в процессе технологического цикла.

Непосредственно в процессе синтеза формируется мелкодендритная структура, а в междендритных областях выделяются карбиды Me_{23}C_6 и MeC размером до 50 нм.

В процессе ГИП происходят собирательная рекристаллизация и выделение карбидов Me_{23}C_6 , размер частиц которых может достигать 5 мкм. Карбидные выделения, расположенные в междендритных областях, увеличиваются в размерах до 200 нм. В теле зерен появляются выделения σ -фазы и частиц твердого раствора $\alpha\text{-Cr}$.

После термической обработки в объеме зерен происходит равномерное выделение σ -фазы и частиц твердого раствора $\alpha\text{-Cr}$ в виде игл. По сравнению с материалом, полученным по традиционным технологиям, наблюдается равномерное выделение упрочняющей σ -фазы, частиц твердого раствора $\alpha\text{-Cr}$ и карбидов, размеры которых значительно меньше, в то время, как их количество больше. Выделение большего числа

мелкодисперсных частиц приводит к тому, что длина свободного пробега дислокаций в материале уменьшается, так как границы частиц являются для них препятствием. Уменьшение длины свободного пробега дислокаций должно приводить к повышению прочностных свойств материала [15] по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии, что подтверждают результаты механических испытаний, приведенные в работе [4].

Равномерное распределение частиц упрочняющих фаз способствует более однородному распределению пластической деформации в объеме образца. Крупные частицы и скопления упрочняющих фаз являются концентраторами напряжений и могут существенным образом влиять на пластичность материала. Таким образом, равномерное распределение мелкодисперсных частиц упрочняющих фаз приводит к повышению пластичности материала, полученного методом СЛС, по сравнению с материалом, полученным по традиционной технологии [4].

Библиографический список

1. Симс Ч., Хагель В. Жаропрочные сплавы: пер. с англ. М.: Металлургия, 1976. 568 с.
2. Кишкин С.Т., Каблов Е.Н. Литейные жаропрочные сплавы для турбинных лопаток // Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002. М.: ВИАМ, 2002. С. 48–58.
3. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение, 1998. 464 с.
4. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Оспенникова О.Г., Семенов Б.И., Семенов А.Б., Королев В.А. Металлопорошковые композиции жаропрочного сплава ЭП648 производства ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ в технологиях селективного лазерного сплавления, лазерной газопорошковой наплавки и высокоточного литья полимеров, наполненных металлическими порошками // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2016. № 9 (678). С. 62–80.
5. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Структура и свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления сплавов ЭП648 и ВЖ159 после имитационных отжигов // Материаловедение. 2020. № 6. С. 3–10.
6. 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.
7. Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Медведев П.Н., Крупнина О.А., Рогалев А.М. Особенности структуры сплава Ti–6Al–4V, полученного методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2019. № 10 (82). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.05.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-14-24.
8. Carter L., Martin C., Withers P., Attallah M. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 615. P. 338–347.
9. Zhu Y., Liu D., Tian X. et al. Characterization of microstructure and mechanical properties of laser melting deposited Ti–6.5Al–3.5Mo–1.5Zr–0.3Si titanium alloy // Materials and Design. 2014. Vol. 56. P. 445–453.
10. Гайдук С.В., Кононов В.В., Налесный Н.Б. Исследование дендритной ликвации и фазовой неоднородности в жаропрочных коррозионностойких никелевых сплавах // Вестник двигателестроения. 2006. № 1. С. 150–154.
11. Базылева О.А., Унчикова М.В., Туренко Е.Ю., Багетов В.В., Шестаков А.В. Исследование влияния термической обработки на микроструктуру, параметры дендритной ликвации и время до разрушения интерметаллидного ренийсодержащего сплава на основе Ni₃Al // Труды ВИАМ. 2016. № 10 (46). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.05.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-4-4.

12. Лукина Е.А., Филонова Е.В., Тренингов И.А. Микроструктура и преимущественные кристаллографические ориентировки жаропрочного никелевого сплава, синтезированного методом СЛС, в зависимости от энергетического воздействия и термообработки // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 1 (46). С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-38-44.
13. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б., Толораия В.Н., Гаврилин О.С. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1997. 336 с.
14. Разуваев Е.И., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Сидоров С.А. ГИП и деформация гранулированных жаропрочных никелевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2016. № S1 (43). С. 80–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86.
15. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972. 408 с.