

УДК 669.017:620.179

Е.А. Лукина¹, Е.В. Филонова¹, И.А. Тренингов¹**МИКРОСТРУКТУРА И ПРЕИМУЩЕСТВЕННЫЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ ОРИЕНТИРОВКИ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА, СИНТЕЗИРОВАННОГО МЕТОДОМ СЛС, В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ И ТЕРМООБРАБОТКИ**

DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-38-44

Методами рентгеноструктурного анализа, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, а также методом дифференциально-термического анализа проведено исследование образцов сплава ЖС6К-VI, полученных методом селективного лазерного сплавления (СЛС) с применением шахматной стратегии штриховки, при различных скоростях сканирования и постоянной мощности. Исследования микроструктуры проводили в состояниях после СЛС (исходное) и после дополнительной термической обработки после СЛС (термообработанные).

Установлено, что при уменьшении энергетического воздействия лазера на материал средней диаметр ячеек уменьшается и они становятся более равноосными. В данной работе показано, что при всех скоростях сканирования формируется текстура {001}. Выявлена корреляция между количеством подведенной к материалу энергии и остротой кристаллографической текстуры. По мере увеличения скорости сканирования лазера наблюдается снижение интенсивности рефлексов на полюсных фигурах и их «размытие». Текстурное состояние материала определяется ориентацией фрагментов, состоящих из столбчатых кристаллов (ячеек). Установлено, что в ходе термической обработки образуется равноосная структура с размером зерна от 20 до 40 мкм. Геометрическая форма ячеистой структуры сохраняется в виде сетки из частиц карбидов, которая является подложкой для зарождения γ' -фазы. Отмечен эффект «залечивания» трещин в ходе отжига с образованием областей, содержащих частицы γ' -фазы, которые не имеют строгой огранки.

Работа выполнена в рамках реализации комплексных научных направлений 2.1. «Фундаментально-ориентированные исследования» и 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») [1].

Ключевые слова: СЛС, жаропрочный никелевый сплав, γ - и γ' -фазы, микроструктура, РСА, РЭМ, ПЭМ, ДТА.

Samples of nickel superalloy ZhS6K-VI obtained by selective laser melting (SLM) with the use of chess strategy hatching, at different scanning speeds and constant power were observed in this work. The objects was analyzed by different method namely x-ray diffraction, scanning, transmission electron microscopy and differential thermal analysis. Investigations of the microstructure were carried out on the samples after SLM (as-processed) and after following heat treatment (heat-treated).

It is established that with reduction of the laser energy impact on the material, the average diameter of cells decreases and they become more equiaxed. It is shown that at all scanning speeds texture {001} is generated The correlation between the amount of energy supplied to the material and the sharpness of the crystallographic texture was revealed. Increasing laser scanning speed leads to decreasing intensity and blur of the reflexes at the pole figures. The texture of material is determined by the fragments orientation, consisting of columnar crystals (cells). It is established that during heat treatment equiaxed structure with a grain size from 20 to 40 microns is formed. After heat treatment the geometry of the cellular structure is remained in the form of a grid consisting of carbides particles, which is a substrate for the nucleation of γ' -phase. Also the effect of cracks «healing» during annealing with the formation of areas containing γ' -phase with decent form is observed.

Work is executed within implementation of the complex scientific directions 2.1. «Fundamental oriented researches» and 10.4. «Technologies of obtaining bi-and polymetallic naturally reinforced metal materials by method of direct laser synthesis from metal powders» («The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period till 2030») [1].

Keywords: SLM, nickel superalloy, γ - and γ' -phases, microstructure, XRD, SEM, TEM, DTA.

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 сплавы на никелевой основе широко применяют для изготовления деталей горячей части газовых турбин воздушного, морского, автомобильного и энергетического назначения. Помимо высокой прочности при повышенных температурах никелевые сплавы характеризуются хорошей жаростойкостью, что позволяет применять эти материалы для изготовления ответственных деталей конструкций, в том числе и высоконагруженных [2–4]. Как правило, такие детали имеют сложную форму (например, монокристаллические лопатки ГТД), и технологический процесс их изготовления является трудоемкой задачей. Кроме того, вследствие неравновесных условий направленной кристаллизации по существу технологиям [2], монокристаллические лопатки характеризуются химической и структурной неоднородностью в пределах дендритных ячеек монокристалла, которая приводит к формированию периодической дендритной структуры [5], сохраняющейся при всех технологических нагревах и являющейся причиной образования ТПУ фаз в процессе длительной эксплуатации [6, 7].

Аддитивные технологии являются перспективным направлением для получения металлических изделий со сложной геометрической формой и особенно актуальны для авиационной промышленности [1, 8]. Применение аддитивных технологий позволяет снизить химическую и структурную неоднородность сплава, существенно сократить трудо- и энергозатраты при изготовлении лопаток ГТД, а также открывает возможности для снижения анизотропии физико-механических характеристик.

В настоящее время для получения высокоточных металлических деталей наиболее распространен метод селективного лазерного сплавления (СЛС) [9, 10]. Этот вид аддитивных технологий подразумевает выращивание деталей с помощью выборочного (селективного) расплавления и отвержения исходного мелкодисперсного порошка. Полученные методом СЛС детали могут обладать дефектностью микроструктуры (пористость, горячие трещины), которая приводит к существенному снижению механических и жаропрочных свойств материала [11–13]. Наиболее остро такая проблема стоит для литейных жаропрочных никелевых сплавов, упрочняемых γ' -фазой, с границентрированной кубической (ГЦК) решеткой. Формирование регламентированной микроструктуры синтезированного материала является одной из основных задач при выборе параметров СЛС и режимов последующей термической обработки (ТО) материала. Таким образом, исследование закономерностей формирования структурно-фазового состояния материала в ходе СЛС и последующей ТО является неотъемлемой частью процесса разработки технологии синтеза изделия

из конкретного материала [11]. В данной работе проведено исследование эволюции структуры и текстурного состояния жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ, синтезированного методом СЛС, при варьировании энергетических параметров лазера в исходном состоянии и после ТО.

Материалы и методы

Исследования проводили на образцах из сплава ЖС6К-ВИ, полученных методом СЛС на установке Concept Laser M2 Cusing в инертной атмосфере азота. Средняя дисперсность исходного порошка, полученного методом газовой атомизации, составляла 10–63 мкм [14, 15]. Образцы размером 1×1×1 см синтезированы с применением шахматной стратегии штриховки, при скоростях сканирования лазера 600; 800; 1000 мм/с и постоянной мощности. Исследования микроструктуры проводили в состояниях после СЛС (исходное) и дополнительной термической обработки после СЛС (термообработанные).

Исследования текстуры проводили с применением рентгеновского дифрактометра [16]. Все прямые полюсные фигуры записаны в $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучении в рефлексе плоскостей $\{220\}$ γ -фазы с поверхности образцов, параллельной плоскости сканирования лазера.

Исследования структуры и построение карт ориентировок методом дифракции обратноотраженных электронов (EBSD) проводили с применением сканирующего электронного микроскопа, снабженного системой Channel 5 HKL и датчиком Nordlys. Данные EBSD проанализированы с помощью программного обеспечения HKL Channel 5 Tango (картография).

Для EBSD-анализа сделаны шлифы в плоскости, перпендикулярной направлению роста образцов при СЛС. Ориентационные карты построены для участков размером 1200×90 мкм с шагом 10 мкм.

Температуры фазовых превращений определяли методом дифференциально-термического анализа (ДТА) с применением дифференциального сканирующего калориметра NETZSCH DSC 404F1. ДТА проведен на образцах $\varnothing 5$ мм и высотой 1 мм в тиглях из оксида алюминия при нагревании и охлаждении со скоростью 20 К/мин в среде потока гелия 70 мл/мин в диапазоне температур от 20 до 1400°C.

Фазовый состав и морфологию фаз исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии с применением электронного микроскопа Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP, позволяющего проводить энергодисперсионный микроанализ с локальностью до 2 нм.

Результаты и обсуждение

Зеренная структура материала, полученного методом СЛС, состоит из множества столбчатых кристаллов (ячеек): в направлении кристаллизации их

диаметр составляет до 10 мкм, а в перпендикулярном направлении – до 1 мкм. Ячейки, разделенные малоугловыми границами, объединены в фрагменты. Такая структура является типичной для никелевых сплавов, полученных методом СЛС.

Поскольку формирование ячеистой структуры связано с концентрационным переохлаждением в процессе кристаллизации расплава, то размер и морфология ячеек зависит от энергетического воздействия лазера. Величину энергетического воздействия оценивали по формуле: $\psi = 4P/pd^2V$, где d – размер пятна лазера; V – скорость сканирования; P – мощность лазера.

На рис. 1 приведена микроструктура сплава ЖС6К-ВИ, полученного методом СЛС. Фрагменты имеют различную кристаллографическую ориентацию (рис. 1, *а*). Сами фрагменты имеют ячеистую структуру (рис. 1, *б*). По данным МРСА, на границах ячеек присутствуют карбиды на основе хрома.

В данной работе проведена количественная оценка изменения среднего диаметра ячеек в зависимости от степени энергетического воздей-

ствия. Электронное изображение ячеек обрабатывали с применением программы для количественного металлографического анализа Image Pro 3x. Размеры ячеек оценивали по минимальному диаметру, выбирая участки структуры, где плоскость сечения столбчатого кристалла перпендикулярна к оси роста кристалла. Выявлено, что при уменьшении энергетического воздействия со 152 (скорость сканирования 600 мм/с) до 91 Вт/мм³ (скорость сканирования 1000 мм/с) средний диаметр ячеек уменьшается с 0,722 до 0,542 мкм, ячейки становятся более равноосными.

Исследование кристаллографической ориентации фрагментов проведено методом дифракции обратноотраженных электронов (рис. 2). Ориентировка фрагментов на картах представлена с применением цветокодировки в соответствии с цветами в стандартном стереографическом треугольнике: 001 – красный, 101 – зеленый, 111 – синий.

Анализ ориентационных карт показал, что при максимальном энергетическом воздействии лазера на материал (при скорости сканирования

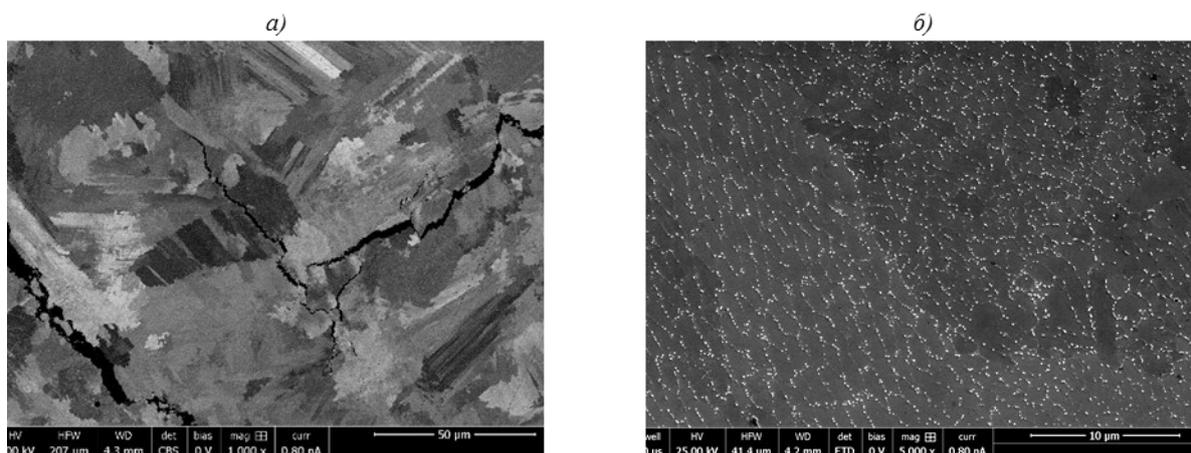


Рис. 1. Микроструктура сплава ЖС6К-ВИ, синтезированного методом селективного лазерного сплавления (СЛС): *а* – фрагменты; *б* – ячейки

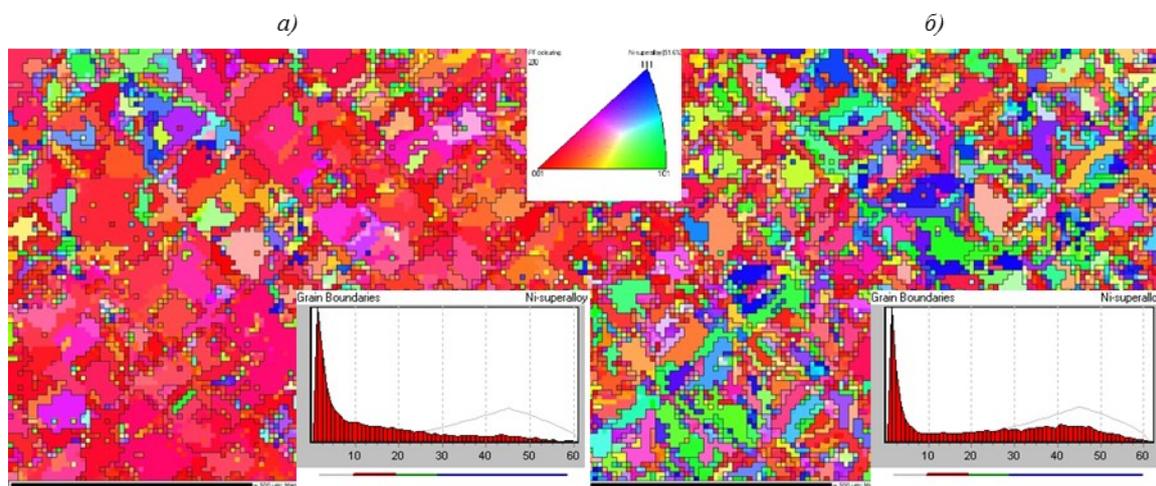


Рис. 2. Карты распределения ориентировок фрагментов при скорости сканирования 600 (*а*) и 1000 мм/с (*б*)

600 мм/с) на карте ориентировок преобладает красный цвет, соответствующий кристаллографической ориентировке $\{001\}$ (рис. 2, *а*), что свидетельствует о наличии кристаллографической текстуры $\{001\}$. С уменьшением энергетического воздействия лазера на материал на картах преобладания участков определенного цвета не наблюдается, что свидетельствует об отсутствии преимущественной кристаллографической ориентировки ячеек (рис. 2, *б*).

Границы фрагментов имеют углы разориентировки от 10 до 45 град. Ячейки (в пределах единичного фрагмента) разделены малоугловыми границами с углами разориентировки не более 10 град. С уменьшением энергетического воздействия доля высокоугловых границ увеличивается (рис. 2).

Сопоставление EBSD-карт и характера расположения элементов структуры СЛС-материала показывает, что элементом, определяющим текстурное состояние материала, является фрагмент, состоящий из ячеек одной кристаллографической ориентации.

Для более точного определения преимущественных кристаллографических ориентировок

записаны прямые полюсные фигуры (ППФ) в рефлексе плоскостей $\{220\}$ γ -фазы (рис. 3).

На всех полюсных фигурах присутствуют четыре рефлекса $\{022\}$, удаленные на 45 град от центра, что свидетельствует о наличии в исследуемых образцах текстуры $\{001\}$. По мере увеличения скорости сканирования наблюдается снижение интенсивности рефлексов на ППФ и их «размытие». В образцах после скорости сканирования 600 и 800 мм/с выявлена острая текстура, в то время как в образце после скорости сканирования 1000 мм/с – текстура слабая.

Таким образом, методами построения ориентационных карт и ППФ показано, что формирование текстуры при различных степенях энергетического воздействия обусловлено наличием преимущественно ориентированных фрагментов. Выявлена корреляция между количеством подведенной к материалу энергии и остротой кристаллографической текстуры.

Для устранения дефектности микроструктуры необходимо проведение термической обработки. Выбор режима термообработки проведен на основе результатов дифференциального термического анализа (ДТА) – рис. 4.

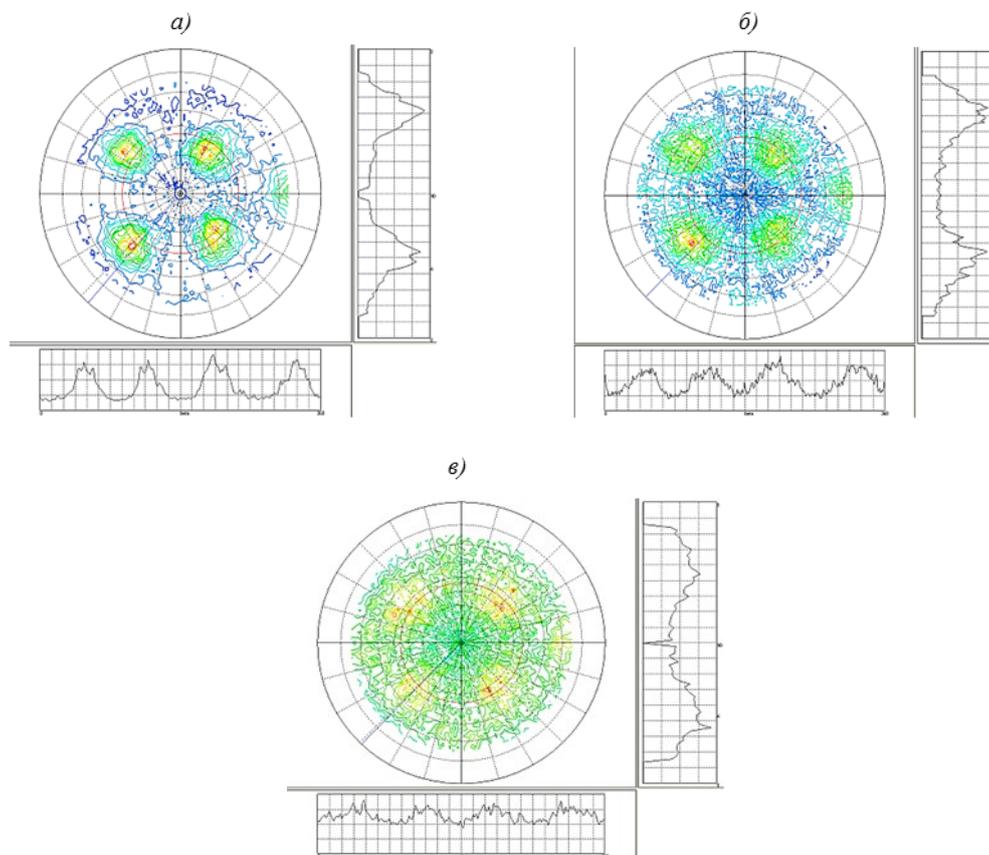


Рис. 3. Прямые полюсные фигуры $\{022\}$ образцов из сплава ЖС6К-ВИ, синтезированных при постоянной мощности лазерного воздействия и скорости сканирования 600 (*а*), 800 (*б*) и 1000 мм/с (*в*)

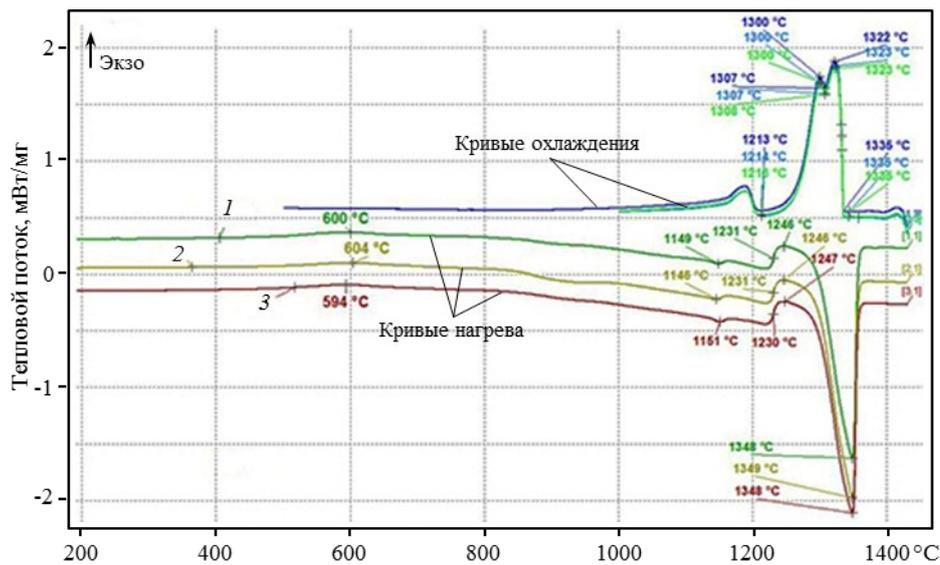


Рис. 4. Кривые ДСК анализа при нагреве и охлаждении со скоростью 20 К/мин (работа выполнена Ю.В. Лощининым) сплава ЖС6К-ВИ, синтезированного методом СЛС с различными скоростями сканирования: 800 (1), 600 (2) и 1000 мм/с (3)

Из результатов анализа кривых ДТА следует, что в образцах из сплава ЖС6К-ВИ, полученных при различных скоростях СЛС, характер фазовых превращений существенно не различается.

Исследования тепловых эффектов при нагревании образцов показали, что эндотермический эффект при температуре $\sim 1230^\circ\text{C}$ соответствует температуре полного растворения γ' -фазы, 1246°C является температурой солидус (T_S), а 1348°C – температурой ликвидус. Анализ процессов выделения фаз при охлаждении образцов показал, что в интервале температур от 1322 до 1235°C кристаллизуется γ -твердый раствор, при дальнейшем охлаждении происходит образование из расплава карбидов по эвтектической реакции $L \rightarrow \gamma + \text{MC}$. Заканчивается процесс кристаллизации выделением эвтектической (перетектической) γ' -фазы.

Для получения однородной структуры температуру гомогенизационного отжига выбирали в интервале температур $T_S - T_{\text{п.р}}$ ($T_{\text{п.р}}$ – температура полного растворения). Для гомогенизирующего отжига выбрали режим: 1235°C в течение 4 ч. Закономерности фазовых превращений после термической обработки изучали на образцах после отжига по аналогичному режиму.

В результате отжига ячеистая структура преобразовалась в равноосную структуру с размером зерна от 20 до 40 мкм (рис. 5, а). Границы зерен декорированы частицами γ' -фазы округлой формы. Внутри зерен наблюдаются выделения равномерно распределенных по объему материала частиц γ' -фазы преимущественно субкубической формы (рис. 5, б).

В структуре также наблюдаются дисперсные частицы, которые являются подложкой для гетерогенного зарождения частиц γ' -фазы. Характер

их расположения повторяет геометрическую форму исходной ячеистой структуры. По результатам рентгеноспектрального микроанализа установлено, что в состав частиц входят Ti, W, Cr, Co и C (рис. 5, в, г), следовательно, частицы являются карбидами сложного состава.

С исходной ориентировкой фрагментов связаны особенности морфологии γ' -фазы. Кроме фрагментов с ориентировками, близкими к $\{001\}$, и реже других высоко симметричных, таких как $\{011\}$, $\{111\}$, где наблюдаются частицы γ' -фазы с правильной кубической формой, в структуре присутствуют фрагменты, содержащие частицы γ' -фазы, форма которых отличается от классической, а протяженность межфазных границ значительно больше.

Морфологические особенности γ' -фазы обусловлены исходной ячеистой структурой с карбидными включениями по границам ячеек и зависят от кристаллографической ориентации фрагментов относительно фронта кристаллизации.

Важно отметить, что на краях горячих трещин, образовавшихся в процессе СЛС, при отжиге образуются частицы γ' -фазы по морфологии, отличающиеся от выделяющейся в объеме γ' -фазы. Такие частицы, взаимодействуя между собой, как бы «залечивают» трещину, образуя в структуре области неравномерного выделения γ' -фазы (рис. 6). Этот эффект может быть связан с диффузионными процессами легирующих элементов в объеме фрагмента, вблизи высокоугловой границы в условиях высокотемпературного отжига.

Заключения

1. Установлено, что при уменьшении энергетического воздействия со 152 (скорость сканирова-

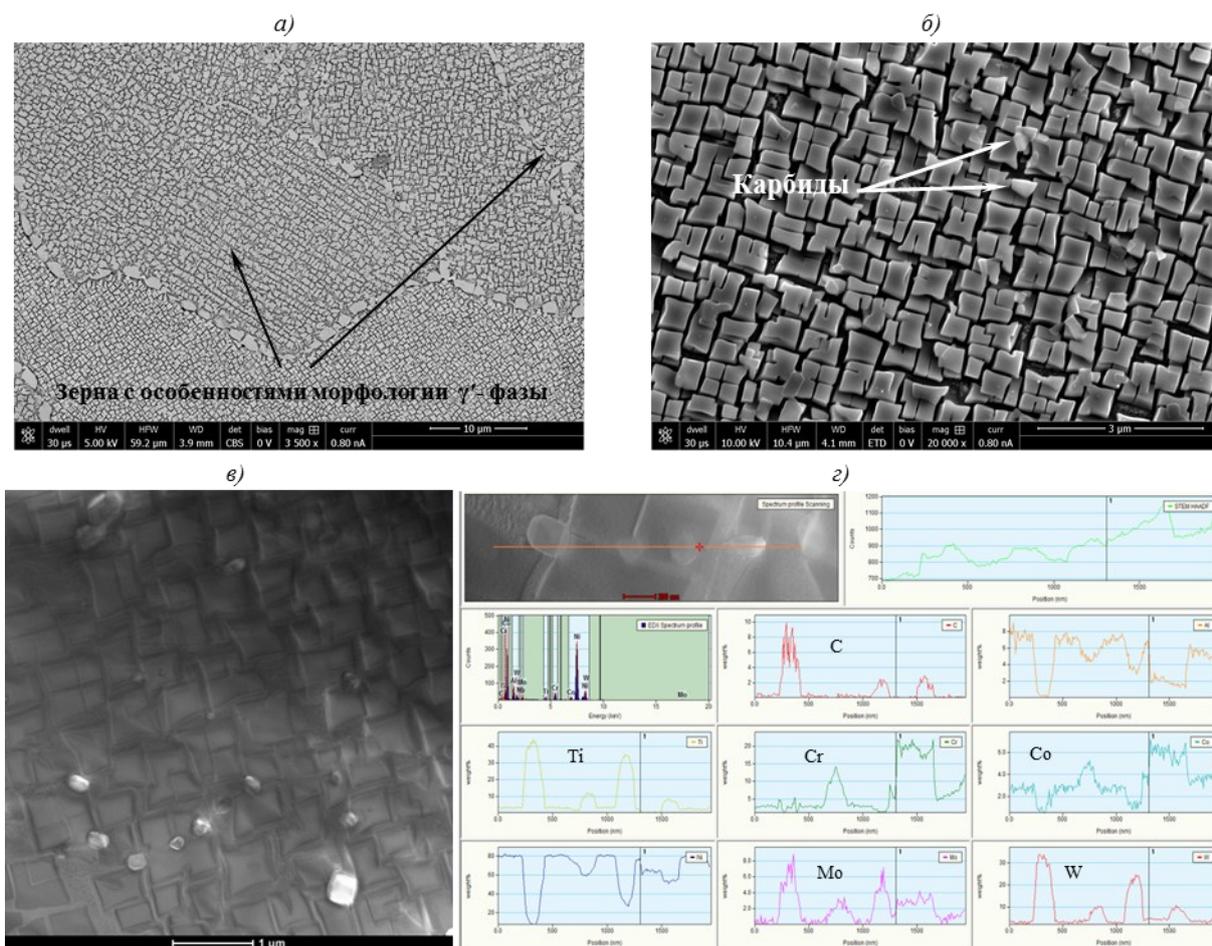


Рис. 5. Микроструктура сплава ЖС6К-ВИ, синтезированного методом СЛС после термообработки:
 а – рекристаллизованные зерна; б – частицы кубоидной γ' -фазы; в – ПЭМ-изображение частиц γ' -фазы с карбидами сложного состава; г – исследование химического состава частиц

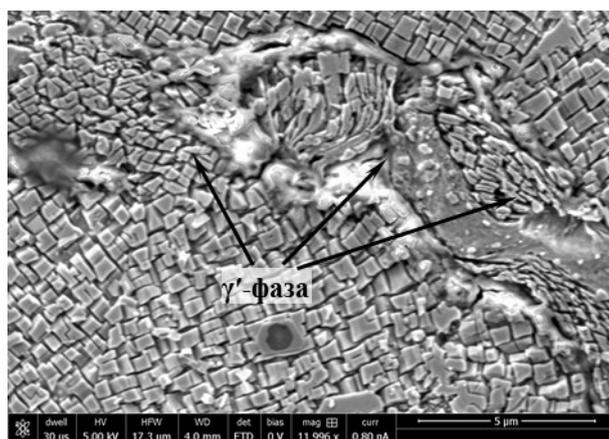


Рис. 6. Морфология γ' -фазы вблизи «залеченной» трещины

ния 600 мм/с) до 91 Вт/мм³ (скорость сканирования 1000 мм/с) средний диаметр ячеек уменьшается с 0,722 до 0,542 мкм, они становятся более равноосными.

2. Методами рентгеноструктурного анализа и дифракции обратноотраженных электронов показано, что при всех скоростях сканирования фор-

мируется текстура {001}. Выявлена корреляция между количеством подведенной к материалу энергии и остротой кристаллографической текстуры. По мере увеличения скорости сканирования лазера наблюдаются снижение интенсивности рефлексов на полюсных фигурах и их «размытие». В образцах после скорости сканирования

600 и 800 мм/с выявлена острая текстура, в то время как в образце после скорости сканирования 1000 мм/с – текстура слабая. Текстурное состояние материала определяется ориентацией фрагментов, состоящих из столбчатых кристаллов (ячеек).

3. Показано, что в ходе термической обработки образуется равноосная структура с размером зерна от 20 до 40 мкм. Геометрическая форма

ячеистой структуры сохраняется в виде сетки из частиц карбидов, которая является подложкой для зарождения γ' -фазы. Отмечен эффект «залечивания» трещин в ходе отжига с образованием областей, содержащих частицы γ' -фазы, не имеющие строгой огранки.

Исследования выполнены при финансовой поддержке РФФИ – грант №14-29-10246.

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. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
3. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение: итоги и перспективы // *Вестник РАН*. 2002. Т. 72. №1. С. 3–12.
4. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1977. 336 с.
5. Герасимов В.В., Демонис И.М. Формирование композиционной структуры в эвтектических сплавах при получении лопаток ГТД // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2013. №6. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.07.2016).
6. Оспенникова О.Г., Орлов М.Р., Автаев В.В. Анизотропия упругопластических характеристик жаропрочных никелевых сплавов – основа конструирования монокристаллических турбинных лопаток // *Деформация и разрушение материалов*. 2013. №11. С. 12–19.
7. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Бурцев В.Т. Особенности выплавки ренийсодержащих безуглеродистых жаропрочных сплавов для литья монокристаллических лопаток ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. М.: ВИАМ, 2004. Вып.: Высокорениевые жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД. С. 72–80.
8. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С., Сидоров В.В. Приоритетные направления развития технологий производства жаропрочных материалов для авиационного двигателестроения // *Проблемы черной металлургии и материаловедения*. 2013. №3. С. 47–54.
9. Murr L.E., Gaytan S.M., Ramirez D.A. et al. Metal fabrication by additivemanufacturing using laser and electron beam melting technologies // *J. Mater. Sci. Technol.* 2012. Vol. 28. P. 1–14.
10. Campanelli S.L. et al. Capabilities and Performances of the Selective Laser Melting Process [Электронный ресурс]. URL: <http://cdn.intechweb.org/pdfs/12285.pdf> (дата обращения: 15.07.2016).
11. Лукина Е.А., Базалева К.О., Петрушин Н.В., Цветкова Е.В. Особенности формирования структуры жаропрочного никелевого сплава ЖС6К-ВИ при селективном лазерном сплавлении // *Цветные металлы*. 2016. №3. С. 57–63.
12. Cartera L.N., Martin C., Withers P.J., Attallah M.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.
13. Chlebus E., Gruber K., Kuźnicka B., Kurzac J., Kurzynowski T. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting // *Materials Science and Engineering A*. 2015. Vol. 639. P. 647–655.
14. Евгенов А.Г., Неруш С.В., Василенко С.А. Получение и опробование мелкодисперсного металлического порошка высокохромистого сплава на никелевой основе применительно к лазерной LMD-наплавке // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №5. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.07.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-4-4.
15. Неруш С.В., Евгенов А.Г. Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава марки ЭП648-ВИ применительно к лазерной LMD-наплавке, а также оценка качества наплавки порошкового материала на никелевой основе на рабочие лопатки ТВД // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №3. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.07.2016). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-3-1-1.
16. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2013. №5. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.07.2016).