

ПРОЦЕССЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ АУСТЕНИТНОГО СПЛАВА, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

К.О. Базалеева
Е.В. Цветкова
Э.В. Балакирев

bazaleevak@mail.ru
flowersova@mail.ru
balakirev.eldar@gmail.com

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

Аннотация

Методами металлографического анализа, а также растровой и просвечивающей электронной микроскопии исследована термическая стабильность аустенитного сплава (Fe – 17 % Cr – 12 % Ni – 2 % Mo – 1 % Mn – 0,7 % Si – 0,02 % C), полученного методом селективного лазерного плавления. Показано, что при температуре отжига до 800 °С в сплаве сохраняется ячеистая структура кристаллизации. При дальнейшем повышении температуры отжига наблюдаются изменение дислокационной структуры сплава (800...950 °С) и распад пересыщенного атомами атмосферы γ -твердого раствора (1050...1150 °С)

Ключевые слова

Селективное лазерное плавление, аустенитная сталь, термическая стабильность, дефектность

Поступила в редакцию 29.01.2016
© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2016

В настоящее время селективное лазерное плавление (СЛП) рассматривается как перспективный метод получения деталей сложной конфигурации. В процессе СЛП на массивную подложку подается порошковый материал тонким слоем. Порошок разравнивается роликом и подвергается лазерной перекристаллизации, причем переплавляется не весь порошок, а только та его часть, которая участвует в формировании профиля детали заданной формы. Далее подложка с перекристаллизованным слоем порошка опускается на его толщину, подается следующий слой порошка, из которого также формируется профиль детали. Этот процесс повторяется многократно до полного синтеза объемной детали. Поскольку для данной технологии не требуется дополнительной оснастки, а порошок, который не подвергался перекристаллизации в процессе формирования профиля, может быть использован повторно, переход от традиционных технологий к данному методу получения деталей сложной формы представляется экономически целесообразным.

Следует отметить, что в процессе СЛП кристаллизация порошкового материала происходит в условиях сверхбыстрых скоростей охлаждения из жидкого состояния ($10^5 \dots 10^6$ К/с) [1–4], а при лазерной обработке соседних участков уже перекристаллизованный материал подвергается повторному нагреву. Такое воздействие приводит к возникновению метастабильных структур во всем объеме будущей детали, что, в свою очередь, во многом определяет ее эксплуатационные характеристики.

Несмотря на то что СЛП уже нашло применение в различных отраслях промышленности, особенности структуры и свойств объектов, полученных с помощью такой технологии, исследованы недостаточно. Практически отсутствуют литературные данные о термической стабильности формируемых структур, а именно она определяет рабочие температуры сплава. С этой точки зрения исследование процессов, протекающих при нагреве сплава, полученного методом СЛП, представляется весьма актуальным.

Материалы и методы. Селективное лазерное плавление проводилось с помощью установки PHENIX-PM100 [5]. Объектом исследования являлись образцы аустенитного сплава, полученные при лазерной перекристаллизации порошкового материала. Химический состав порошка следующий: $C \leq 0,03$ % масс.; Ni 14...16 % масс.; Cr 15...17 % масс.; Mo 2,5...3 % масс.; $Mn \leq 0,8$ % масс.; $Si \leq 0,6$ % масс.; $S \leq 0,015$ % масс.; $P \leq 0,2$ % масс.; Fe – основа. Порошок получали методом газовой атомизации, и его средняя дисперсность составляла 25 мкм. Для процесса СЛП были выбраны параметры, позволяющие получить сплошной объект с минимальным содержанием пор. А именно, мощность лазера составляла 50 Вт, скорость сканирования лазерного пучка по поверхности 100 мм/с, диаметр лазерного пятна на поверхности порошка около 70 мкм, использовалась перекрестная стратегия плавления, т. е. направление сканирования в каждом следующем слое менялось на перпендикулярное, процесс проводился в защитной атмосфере азота при температуре 80 °С, в качестве подложки использовался хромоникелевый аустенитный сплав.

Исходную (после СЛП) структуру сплава исследовали методами металлографического анализа, а также методами растровой (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Структурные исследования проводили на сплаве в отожженном состоянии; температура отжига варьировалась в интервале от 100 до 1200 °С, выдержка составляла 1 ч.

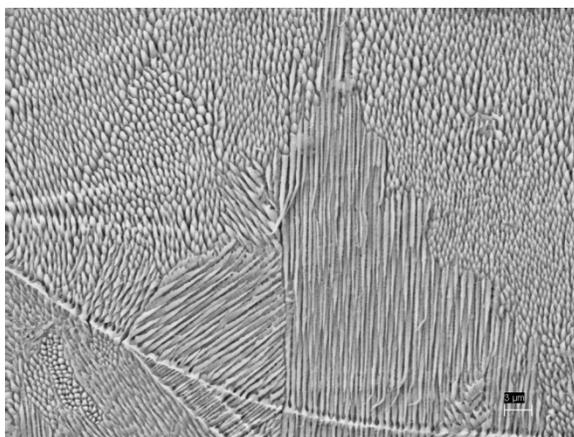
Распределение легирующих элементов в структуре сплава исследовали в просвечивающем электронном микроскопе с помощью рентгеновского микроспектрального анализа. Использование фольги позволило уменьшить локальность метода до значений, соизмеримых с толщиной фольги, т. е. ~50 нм.

Фазово-структурное состояние сплава оценивали методом рентгеновской дифрактометрии в $CoK\alpha$ -излучении. Также рентгеновским методом по трем максимумам (220), (311) и (222) определяли параметр решетки аустенита.

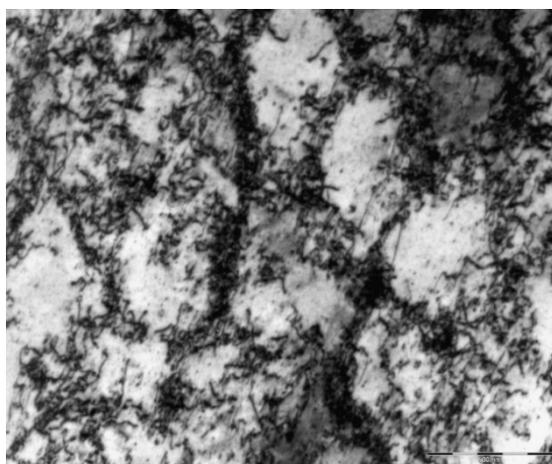
Для выявления структурных превращений при отжиге использовали метод синхронного термического анализа (СТА), включающий в себя дифференциальную сканирующую калориметрию (ДСК) и термогравиметрию. В качестве эталонного образца использовали корунд, измерения проводили в атмосфере аргона, нагрев — от комнатной температуры до 1200 °С со скоростью 10 К/мин. Измерения выполняли на трех образцах, каждый из которых подвергался трехкратному нагреву и охлаждению. Масса образцов составляла порядка 40 мг.



a



б



в

Рис. 1. Структура аустенитного сплава, полученного методом СЛП:
a — металлографический анализ; *б* — РЭМ; *в* — ПЭМ

Результаты и их обсуждение. По результатам фазового рентгеноструктурного анализа исследуемый аустенитный сплав, полученный методом СЛП, представляет собой однофазный γ -твердый раствор. Его микроструктура приведена на рис. 1. В поперечном сечении образца наблюдаются дугообразные ванны расплава диаметром ~ 80 мкм и глубиной ~ 40 мкм, внутри которых располагается множество ячеек кристаллизации стержнеобразной формы (см. рис. 1, а и б). Диаметр этих ячеек составляет примерно 0,5 мкм, а их длина – на порядок больше. На рисунках хорошо видно, что ячейки кристаллизации объединены в некоторые области (фрагменты), внутри которых вытянутые ячейки ориентированы одинаково. На микрофотографии, полученной методом ПЭМ (см. рис. 1, в), видно, что границы ячеек кристаллизации в аустенитном сплаве представляют собой объемные сплетения дислокаций, подобные тем, что формируются в процессе пластической деформации.

Таким образом, границы ячеек кристаллизации и границы деформационных ячеек в исследуемой структуре совпадают. По всей видимости, полученный результат объясняется высокими термическими напряжениями, возникающими при резком охлаждении сплава, а формирование дислокационных сплетений является механизмом релаксации этих напряжений [6, 7].

Известно, что при концентрационном переохлаждении расплава увеличение положительного $\text{grad } T$ от фронта кристаллизации в глубь жидкого металла приводит к изменению формы кристаллов: дендриты сначала сменяются на ячеистую структуру, а затем на кристаллы с гладкой поверхностью, что практически никогда не реализуется в металлических материалах [8]. Приведенные результаты структурных исследований согласуются с литературными данными, из которых известно, что при скоростях охлаждения расплава, реализующихся при лазерном воздействии, наиболее характерной является ячеистая структура [9, 10]. Также есть работы, в которых показано, что границы ячеек кристаллизации после СЛП в никелевых и аустенитных сплавах представляют собой объемные сплетения дислокаций [1, 11].

Однако дислокационная ячеистая структура, как правило, не выявляется при металлографическом анализе. Было сделано предположение, что на границах ячеек присутствуют сегрегации атомов

Распределение легирующих элементов по ячеистой структуре

Элемент	Элементный состав, % вес.	
	Центр ячейки	Граница ячейки
Si	$0,6 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$
Cr	$16,8 \pm 0,1$	$17,6 \pm 0,1$
Mn	$1,1 \pm 0,1$	$1,0 \pm 0,1$
Ni	$11,5 \pm 0,1$	$11,8 \pm 0,1$
Mo	$2,0 \pm 0,1$	$2,7 \pm 0,1$

легирующих элементов, которые создают контраст, выявляемый металлографически. По результатам рентгеновского микроспектрального анализа удалось установить, что концентрация Cr и Mo на границах ячеек больше, чем в их центральной части (таблица), что подтверждает высказанное предположение. Формирование таких сегрегаций может существенно стабилизировать дислокационные границы ячеек.

Методом фазового рентгеноструктурного анализа было установлено, что после отжигов во всем исследованном температурном интервале сплав сохраняет однофазную аустенитную структуру. Зависимость параметра решетки γ -твердого раствора от температуры отжига имеет немонотонный характер (рис. 2). Из рисунка следует, что отжиги при температурах не более 400 °С на период решетки не влияют, отжиг при 500 °С приводит к некоторому увеличению параметра a , и таким он сохраняется после отжигов в интервале температур от 500 до 1000 °С, однако дальнейшее повышение температуры приводит к резкому падению периода решетки.

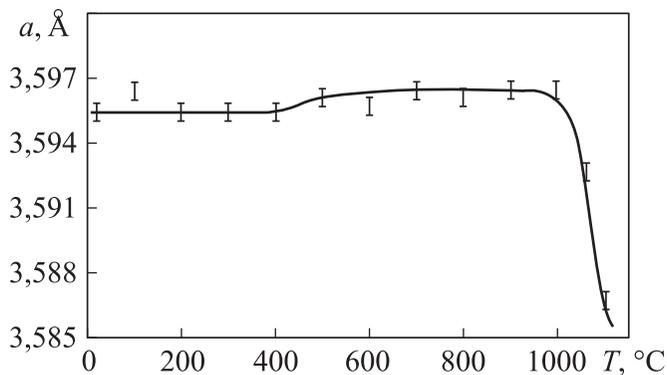


Рис. 2. Влияние температуры отжига на параметр решетки γ -твердого раствора

В результате структурного исследования сплава, подвергнутого после СЛП дополнительному отжигу при температурах в интервале от 100 до 1200 °С, выявили, что исходная ячеистая структура без изменений сохраняется до 700 °С (рис. 3, а). Первые структурные изменения фиксируются при 800 °С: при этой температуре контраст на ячейках становится гораздо слабее по сравнению с контрастом на границах фрагментов и ванн расплава (рис. 3, б). При 900 °С ячейки в структуре полностью исчезают (рис. 3, в). Именно при этой температуре отжига принципиально меняется дислокационная структура сплава (рис. 4). При температуре 1200 °С в сплаве зафиксирована характерная для аустенитных сталей структура: равноосные зерна с двойниками отжига (рис. 3, г). Кроме того, в структуре появляется значительное число сферических областей микронного размера.

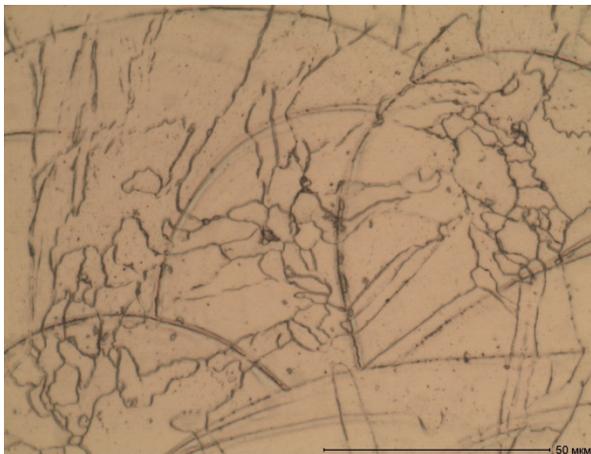
Результаты дифференциальной сканирующей калориметрии и гравиметрии аустенитного сплава приведены на рис. 5. На ДСК-кривой нагрева сплава от комнатной температуры до 1200 °С можно выделить три экзотермических процесса: первый наблюдается в диапазоне температур от 450 до 650 °С и его удельный тепловой эффект Q_1 составляет 15 Дж/г, второй — от 800 до 950 °С с $Q_2 \approx 8,5$ Дж/г, а третий — от 1050 до 1150 °С с $Q_3 \approx 7$ Дж/г. Следует отметить, что все наблюдаемые эффекты имеют необратимый характер, т. е. при охлаждении сплава и его повторном нагреве они повторно не фиксируются. Масса образца в процессе анализа не менялась.



а

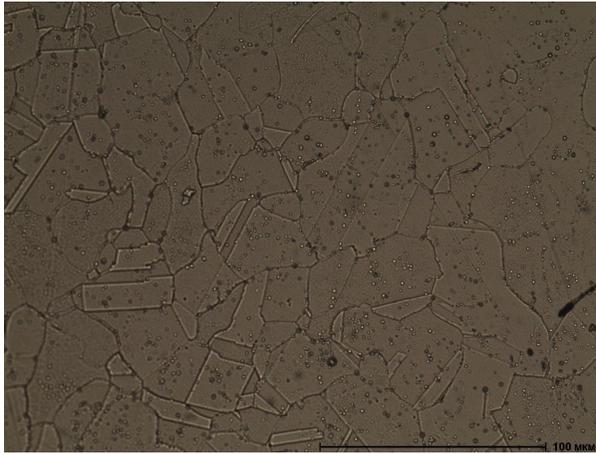


б



в

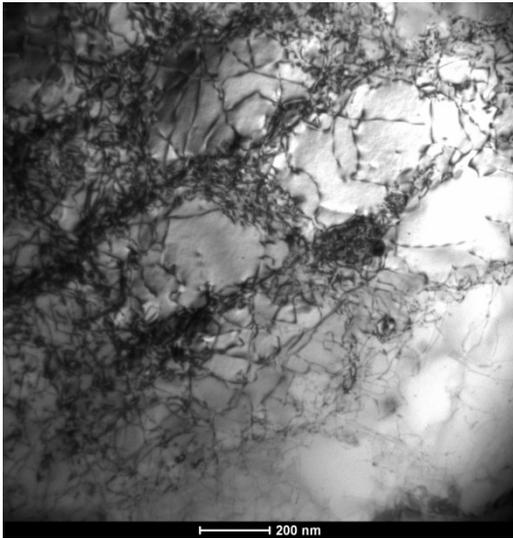
Рис. 3 (начало). Структурные изменения после отжигов:
а — при 700 °С; *б* — при 800 °С; *в* — при 900 °С



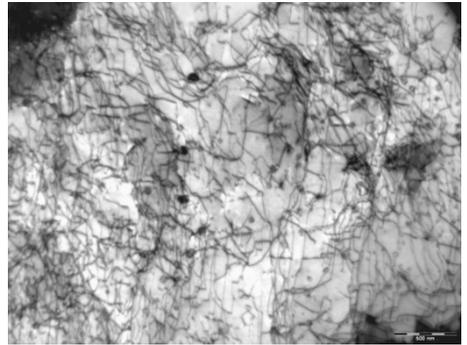
з

Рис. 3 (окончание). Структурные изменения после отжигов:

з — при 1200 °С



а



б

Рис. 4. Дислокационная структура сплава после отжигов при 700 °С (а) и 900 °С (б) (ПЭМ)

Для выявления природы данных термических эффектов результаты ДСК-анализа были сопоставлены со структурными изменениями, происходящими в сплаве в процессе отжига. В температурном интервале первого экзотермического процесса (450...650 °С) в сплаве сохраняется ячеистая структура (см. рис. 3, а), однако именно в этом температурном интервале наблюдается небольшой рост параметра решетки γ -твердого раствора (см. рис. 2). При резком охлаждении расплава в процессе лазерной перекристаллизации в γ -твердом рас-

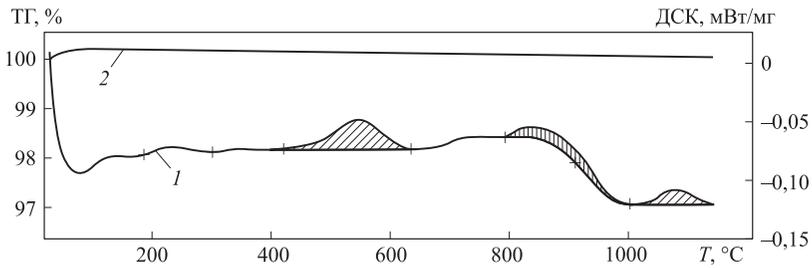


Рис. 5. Синхронный термический анализ:

1 — ДСК; 2 — гравиметрия

творе могла быть зафиксирована избыточная концентрация вакансий. Предположительно, при 400...450 °С начинаются процессы рекристаллизации с ухода избыточной концентрации вакансий на стоки, при этом параметр решетки аустенита будет расти.

Второй термический эффект на кривой ДСК совпадает с исчезновением ячеистой структуры (при металлографическом анализе) и изменением дислокационной структуры (см. рис. 4). Как указано ранее, металлографическое выявление ячеистой структуры в исследуемом сплаве, предположительно, связано с наличием на границах ячеек сегрегаций примесных атомов, а они, в свою очередь, могут стабилизировать объемные сплетения дислокаций. Термически активированное растворение этих сегрегаций при температурах порядка 800 °С может явиться причиной перестройки дислокационной структуры сплава и, как следствие, исчезновения ячеистой структуры. Начиная с 800 °С, также наблюдается уменьшение ширины рентгеновских линий и падение значения микротвердости, что указывает на уменьшение искажения решетки аустенита из-за дефектов кристаллического строения.

Третьему термическому эффекту на экспериментальной ДСК-кривой соответствует резкое уменьшение параметра решетки аустенитного твердого раствора (см. рис. 2) и формирование сферических областей микронного размера в структуре сплава. Было сделано предположение, что в процессе СЛП в решетке аустенита растворяются атомы атмосферы. При температурах 1050...1150 °С, возможно, происходит выделение газовых примесей из γ -твердого раствора и формирование ими частиц (их мы наблюдаем в структуре), в результате чего может резко уменьшиться период решетки аустенита.

Заключение. Проведены СТА аустенитного сплава, полученного методом СЛП, и структурные исследования этого сплава после дополнительных отжигов в интервале температур от 100 до 1200 °С. Сопоставление полученных результатов позволило сделать заключение о процессах, протекающих при нагреве сплава:

1) в интервале температур 450...650 °С избыточная концентрация вакансий, вызванная высокоскоростной лазерной перекристаллизацией сплава уходит на стоки;

2) при температурах 800...950 °С растворяются сегрегации примесных атомов на границах ячеек кристаллизации, что приводит к повышению подвижно-

сти дислокаций, формирующих эти границы, и, как следствие, к перестройке дислокационной структуры;

3) в интервале температур 1050...1150 °С из γ -твердого раствора выделяются газовые примеси, растворившиеся в нем в процессе СЛП.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel – based superalloy* / T. Vilaro, C. Colin, J.D. Bartoud, L. Naze, M. Sennou // *Materials Science and Engineering A*. 2012. Vol. 534. P. 446–451.
2. *Krauss H., Zaeh M.F.* Investigations on manufacturability and process reliability of selective laser melting // *Physics Procedia*. 2013. Vol. 41. P. 815–822.
3. *Zhang B., Dembinski Lu., Coddet C.* The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder // *Materials Science & Engineering A*. 2013. Vol. 584. P. 21–31.
4. *Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts* / W. Shifeng, L. Shuai, W. Qingsong, C. Yan, Z. Sheng, S. Yusheng // *Journal of Materials Processing Technology*. 2014. Vol. 214. P. 2660–2667.
5. *Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitsava I., Smurov I.* Single track formation in selective laser melting of metal powders // *Journal of Materials Processing Technology*. 2010. Vol. 210. P. 1624–1631.
6. *Рыбин В.В.* Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.
7. *Бернштейн М.Л.* Структура деформированных металлов. М.: Металлургия, 1977. 431 с.
8. *Вайнгард У.* Введение в физику кристаллизации металлов. М.: Мир, 1967. 170 с.
9. *Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting* / K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martienez, P.V. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina // *Acta Materialia*. 2012. Vol. 60. P. 2229–2239.
10. *Pinkerton A.J., Li L.* The effect of laser pulse width on multiple-layer 316L steel clad microstructure and surface finish // *Applied Surface Science*. 2003. Vol. 208–209. P. 411–416.
11. *Ячеистая структура в аустенитных сплавах, полученных методом селективного лазерного плавления* / К.О. Базалева, Е.В. Цветкова, И.Ю. Смуров, И.А. Ядройцев, Е.В. Базалеев, Ю.Г. Костюк // *Перспективные материалы*. 2014. № 3. С. 55–62.

Базалева Ксения Олеговна — канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5).

Цветкова Елена Валерьевна — ассистент кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5).

Балакирев Эльдар Викторович — аспирант кафедры «Материаловедение» МГТУ им. Н.Э. Баумана (Российская Федерация, 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5).

Просьба сослаться на эту статью следующим образом:

Базалеева К.О., Цветкова Е.В., Балакирев Э.В. Процессы рекристаллизации аустенитного сплава, полученного методом селективного лазерного плавления // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Машиностроение. 2016. № 5. С. 117–127.

DOI: 10.18698/0236-3941-2016-5-117-127

**PROCESSES OF RECRYSTALLIZATION IN AUSTENITIC ALLOY
OBTAINED BY METHODS OF SELECTIVE LASER MELTING**

К.О. Bazaleeva

E.V. Tsvetkova

E.V. Balakirev

bazaleevak@mail.ru

flowersova@mail.ru

balakirev.eldar@gmail.com

Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

Abstract

The study tested the thermal stability of the austenitic alloy Fe — 17 % Cr — 12 % Ni — 2 % Mo — 1 % Mn — 0.7 % Si — 0.02 % C, obtained by selective laser melting. In our research we applied methods of metallographic analysis, as well as scanning and transmission electron microscopy. It is shown that cellular structure is retained in the alloy up to 800 °C. With further increase in the annealing temperature, the dislocation structure of the alloy is changed (800 ÷ 950 °C) and the supersaturated with atmosphere atoms γ -solid solution decomposes (1050 ÷ 1150 °C)

Keywords

Selective laser melting, austenitic steel, thermal stability, defectiveness

REFERENCES

- [1] Vilaro T., Colin C., Bartoud J.D., Naze L., Sennou M. Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel – based superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 2012, vol. 534, pp. 446–451.
- [2] Krauss H., Zaeh M.F. Investigations on manufacturability and process reliability of selective laser melting. *Physics Procedia*, 2013, vol. 41, pp. 815–822.
- [3] Zhang B., Dembinski Lu., Coddet C. The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder. *Materials Science & Engineering A*, 2013, vol. 584, pp. 21–31.
- [4] Shifeng W., Shuai L., Qingsong W., Yan C., Sheng Z., Yusheng S. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, vol. 214, pp. 2660–2667.
- [5] Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitsava I., Smurov I. Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 2010, vol. 210, pp. 1624–1631.
- [6] Rybin V.V. Bol'shie plasticheskie deformatsii i razrushenie metallov [Large deformation and destruction of metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986. 224p.
- [7] Bernshteyn M.L. Struktura deformirovannykh metallov [Structure of deformed metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977. 431 p.

- [8] Vayngard W. Introduction to the physics of crystallization of metals. N.Y., Wiley, 1967. 170 p.
- [9] Amato K.N., Gaytan S.M., Murret L.E. et al. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting. *Acta Materialia*, 2012, vol. 60, pp. 2229–2239.
- [10] Pinkerton A.J., Li L. The effect of laser pulse width on multiple-layer 316L steel clad microstructure and surface finish. *Applied Surface Science*, 2003, vol. 208–209, pp. 411–416.
- [11] Bazaleeva K.O., Tsvetkova E.V., Smurov I.U., Yadroitsev I.A., Bazaleev E.V., Kostuk U.G. Cellular structure of austenitic alloys produced by selective laser melting. *Perspektivnye materialy*, 2014, no. 3, pp. 55–62 (in Russ.).

Bazaleeva K.O. — Cand. Sci. (Phys.-Math.), Assoc. Professor of Materials Science Department, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, Moscow, 105005 Russian Federation).

Tsvetkova E.V. — assistant of Materials Science Department, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, Moscow, 105005 Russian Federation).

Balakirev E.V. — post-graduate student of Materials Science Department, Bauman Moscow State Technical University (2-ya Baumanskaya ul. 5, Moscow, 105005 Russian Federation).

Please cite this article in English as:

Bazaleeva K.O., Tsvetkova E.V., Balakirev E.V. Processes of Recrystallization in Austenitic Alloy Obtained by Methods of Selective Laser Melting. *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Baumana, Mashinostr.* [Herald of the Bauman Moscow State Tech. Univ., Mech. Eng.], 2016, no. 5, pp. 117–127. DOI: 10.18698/0236-3941-2016-5-117-127