

УДК 538.9: 669.243.018.44:669.245:621.7.048.7

Макро- и микроструктурная однородность материала изделия из никелевого сплава, полученного в процессе проволочного электронно-лучевого аддитивного производства*

Д.А. Гурьянов, С.В. Фортуна, С.Ю. Никонов, Е.А. Колубаев, А.В. Чумаевский

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (Томск, Россия)

Macro- and Microstructural Homogeneity of Nickel-Based Superalloy Product Material Obtained by Wire-Feed Electron Beam Additive Manufacturing

D.A. Gurianov, S.V. Fortuna, S.Yu. Nikonov, E.A. Kolubaev, A.V. Chumaevskii

Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS (Tomsk, Russia)

В работе исследованы образцы изделий из сплава ЖС6У, полученные проволочной электронно-лучевой аддитивной технологией, с целью выявления структурной однородности. Установлено, что сформировавшийся материал представлен направленно растущими дендритами и не содержит каких-либо дефектов типа несплошностей. По изменению расстояний между осями дендритов первого порядка дана оценка величины температурного градиента и ее зависимости от высоты аддитивно формируемого изделия. На основании этого установлено, что достигнутые значения температурного градиента в процессе аддитивного формирования соответствуют современным методам направленной кристаллизации. Показаны особенности электронно-лучевого аддитивного процесса, влияющие на условия теплоотвода и обуславливающие изменения температурного градиента. Установлено, что изменения данных условий не оказывают значительного влияния на размеры и морфологию выделений интерметаллидной γ' -фазы. Продемонстрировано, что механические свойства материала аддитивно сформированного изделия превосходят свойства исходного материала в литом состоянии.

Ключевые слова: электронно-лучевая технология, жаропрочные сплавы, направленная кристаллизация, температурный градиент.

DOI: 10.14258/izvasu(2023)4-04

This paper investigates the structural homogeneity of samples of articles made of ZhS6U alloy obtained by wire-feed electron beam additive technology. It is found that the formed material is represented by directionally growing dendrites and does not contain any defects. The temperature gradient value and its dependence on the height of the additively formed product are estimated using the change in the primary dendrite arm spacing. On this basis, it is concluded that the temperature gradient values achieved during the additional formation process correspond to the modern methods of directional solidification. The features of the electron-beam additive process that affect the heat removal conditions and cause changes in the temperature gradient are shown. It is found that changes in these conditions do not significantly affect the size and morphology of the intermetallic γ' -phase. It is demonstrated that the mechanical properties of the additively formed product material are superior to those of the original material in the as-cast state.

Keyword: electron beam technology, nickel-based superalloy, directional solidification, temperature gradient.

* Работы по получению образцов для исследования и оптимизации электронно-лучевого аддитивного процесса выполнены в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2022-0004.

Исследования проведены с использованием оборудования центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

Введение

В последнее время развитие аддитивных технологий достигло значительных успехов в производстве металлических изделий для аэрокосмической промышленности [1–3]. Метод послойного выращивания изделий рассматривается как перспективный подход к сокращению этапов производства дорогостоящих компонентов авиационных и ракетных двигателей.

Жаропрочные сплавы на основе никеля являются востребованными материалами благодаря способности сохранять свои свойства при высоких эксплуатационных температурах [3–5]. Так как подобные материалы являются дорогостоящими, а технологические процессы, в которых они применяются, включают в себя множество этапов, то с целью ускорения производства и снижения стоимости конечного изделия привлекательным является переход к аддитивному производству.

Внедрение новых производственных процессов требует проведения оценки влияния технологических факторов на свойства формируемого изделия, а также проведения оптимизации с целью определения техно-

логических режимов, обеспечивающих формирование бездефектных изделий с необходимым набором свойств. Исходя из этого, цель данной работы заключается в исследовании влияния особенностей аддитивного производства на формирующуюся структуру никелевого сплава и оценки структурной стабильности материала конечного изделия.

Материалы и методы

В настоящей работе в качестве исходного материала использовался жаропрочный сплав на основе никеля ЖС6У (марочный химический состав сплава представлен в табл. 1) в литом состоянии. Из крупногабаритного слитка (круг диаметром 90 мм) сплава ЖС6У методом электроэрозионной проволоочной резки изготавливали прутки квадратного сечения со стороной 3 мм, а затем из этих прутков формировали аддитивные изделия в виде тонких стенок методом электронно-лучевой аддитивной технологии. Все работы по аддитивному формированию проводили на лабораторной установке, разработанной в ИФПМ СО РАН.

Таблица 1

Марочный состав сплава ЖС6У, % вес. [6]

Cr	C	Al	Ti	W	Nb
8,0–9,5	0,13–0,2	5,1–6,0	2,0–2,9	9,5–11,0	0,8–1,2
Mo	Co	Fe	Ni	Остальное (Si, S, Mn, P, Ce, Zr, V, Pb, Bi, Y)	
1,2–2,4	9,0–10,5	≤1	Основа	≤0,93	

Процесс получения аддитивных изделий заключался в следующем. Пруток сплава ЖС6У подавался в фокус электронного пучка, как только происходило его плавление и формирование ванны расплава, рабочий стол начинал перемещение, образуя в результате слой закристаллизовавшегося материала. При завершении формирования слоя процесс останавливался, рабочий стол с формируемым изделием перемещался на заданную высоту в вертикальной плоскости и в исходное положение в горизонталь-

ной плоскости. Далее процедура повторялась до тех пор, пока не было получено изделие размером примерно $4 \times 3 \times 0,7$ см³. Аддитивный процесс протекал в вакууме, а формирование образцов происходило на подложке из аустенитной стали 08X18H9. В ходе выполнения предыдущих работ [7–9] были определены значения технологических параметров аддитивного процесса, обеспечивающих получение бездефектных изделий с удовлетворительной геометрией (см. табл. 2).

Таблица 2

Значения технологических параметров аддитивного электронно-лучевого процесса

Ускоряющее напряжение, кВ	Скорость перемещения рабочего стола, мм/мин	Ток электронного пучка, мА
30	20	25–10

Как видно из таблицы 2, ускоряющее напряжение и скорость перемещения рабочего стола были постоянны, изменению подвергался только ток пучка. Ток пучка уменьшался по мере увеличения высоты изделия, а также изменялся в процессе формирования каждого из слоев. Так, в начале и в конце слоя ток был на 1–2 мА меньше, чем в середине. Данные изме-

нения тока связаны с изменениями условий теплоотвода и необходимы для сохранения заданной геометрии изделия.

Для оценки структурной стабильности материал аддитивного изделия исследовали средствами оптической микроскопии, особенности микроструктуры выявляли посредством растровой

электронной микроскопии (РЭМ), а тонкой структуры — средствами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Механические свойства материала аддитивного изделия определяли путем статического растяжения образцов при комнатной температуре.

Результаты и обсуждение

На рисунке 1 приведены внешний вид аддитивного изделия, оптическое изображение макроструктуры материала аддитивного изделия, а также РЭМ и ПЭМ изображения его микро- и тонкой структуры соответственно.

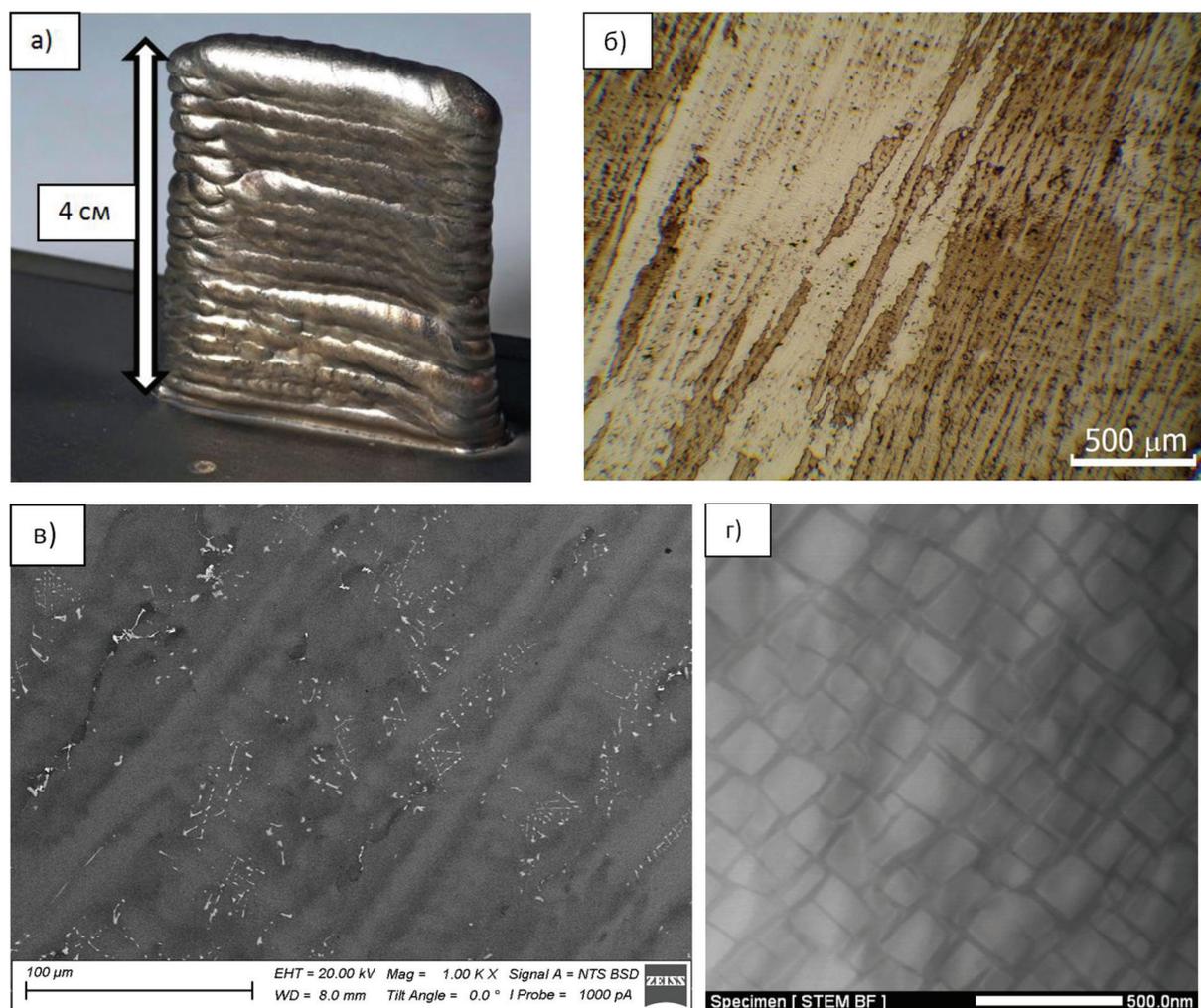


Рис. 1. Внешний вид аддитивного изделия из сплава ЖС6У (а), макроструктура материала аддитивного изделия (б), его микроструктура (в) и тонкая структура (г)

Как видно (рис. 1а), поверхность аддитивного изделия является гофрированной, хорошо видны границы слоев и ванн расплава. При исследовании макроструктуры выявлено формирование колоний дендритов (рис. 1б), внутри которых наблюдается направленный рост осей дендритов первого порядка (рис. 1в). Дендриты растут в направлении движения электронного пучка с наклоном к поверхности подложки в диапазоне от 30 до 60 градусов. Направленный рост сохраняется на границах слоев и ванн расплава, что свидетельствует о наличии эпитаксиального механизма роста кристаллов. В междендритном пространстве присутствуют карбиды

двух типов $(\text{Ti, Nb, W})\text{C}$ и $(\text{Cr, Mo, W})_6\text{C}$, а также γ/γ' -эвтектика. Оси дендритов состоят из γ' -фазы (на основе интерметаллидного соединения Ni_3Al), имеющей кубовидную морфологию, и γ -фазы, являющейся неупорядоченным твердым раствором на основе никеля, локализованной между кубоидами γ' -фазы.

Для оценки однородности формируемой структуры измеряли и статистически обрабатывали расстояния между осями дендритов первого порядка (λ_1) по всей высоте аддитивного изделия. Исходя из полученных результатов, рассчитывали изменения температурного градиента согласно известной зависимости λ_1 (мкм) от скорости охлаждения [10]:

$$\lambda_1 = 134,43 \times T^{-0,26}, \quad (1)$$

где T — скорость охлаждения (К/с), рассчитываемая как:

$$T = G \times R, \quad (2)$$

где G — температурный градиент (К/см), R — скорость кристаллизации (см/с). Исходя из рассчитанных λ_1 и выражений (1) и (2), была построена зависимость температурного градиента от высоты формируемого изделия (см. рис. 2).

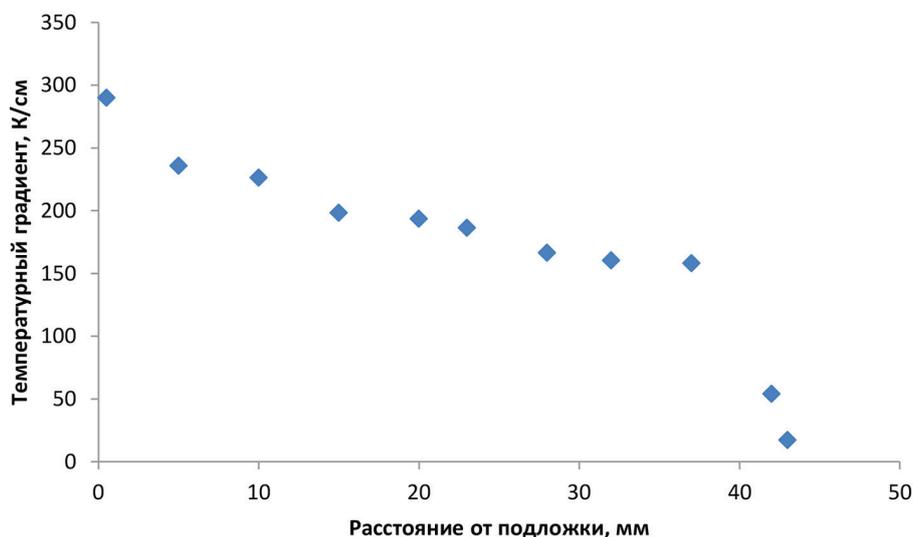


Рис. 2. Зависимость температурного градиента от высоты аддитивно сформированного изделия из сплава ЖС6У

Из рисунка 2 видно, что по мере увеличения высоты изделия происходит в основном монотонное снижение величины температурного градиента. Однако наблюдаются два участка быстрого снижения величины температурного градиента. Первый участок в области перемешивания материала подложки и аддитивно формируемого изделия характеризуется максимальной величиной температурного градиента в силу наибольшего теплоотвода за счет теплопроводности в охлаждаемый рабочий стол через подложку. Далее в силу уменьшения сечения материала, доступного для теплоотвода в рабочий стол через подложку, а также с увеличением высоты изделия из материала с более низкой теплопроводностью (никелевый сплав имеет более низкую теплопроводность, чем подложка из аустенитной стали [11]) снижается отвод тепла за счет теплопроводности. Кроме того, по мере роста высоты аддитивного изделия температура подложки и слоев, не подвергнутых повторному плавлению, снижается, что также уменьшает теплопроводность этих слоев и подложки. Два данных явления объясняют монотонное снижение величины температурного градиента, приводящее к увеличению расстояния между осями дендритов. Для компенсации становящегося избыточным по мере увеличения высоты изделия тепло-

вложения снижали погонную энергию посредством снижения тока электронного пучка.

В начале и конце формирования каждого из слоев отвод тепла из ванны расплава в рабочий стол через ранее сформированные слои посредством теплопроводности снижается по причине отсутствия конденсированного материала изделия с одной из сторон от ванны расплава (вдоль траектории печати). Для компенсации избыточного тепловложения осуществлялось снижение тока пучка в этих локациях. Отметим, что в этих же локациях увеличивается вклад радиационной составляющей отвода тепла. Вместе с тем структурный отклик материала аддитивных изделий свидетельствует, что величина радиационной составляющей теплоотвода много меньше составляющей за счет теплопроводности.

У верхнего слоя изделия наблюдается второе быстрое снижение величины температурного градиента, что обусловлено значительно возрастающим вкладом радиационной составляющей охлаждения в результирующий теплоотвод. Данный эффект проявляется при аддитивном формировании каждого слоя, однако все слои подвергаются повторному плавлению и при повторной кристаллизации вклад радиационного охлаждения нивелируется, так как повторно кристаллизирующийся слой окружен твердым или жидким

материалом. Последний слой аддитивного изделия не подвергается повторному плавлению, из-за чего происходит формирование равноосной или крупной дендритной структуры в результате уменьшения величины и изменения направления температурного градиента.

После завершения аддитивного формирования от полученного изделия необходимо удалить подложку вместе с областью подмешивания химических элементов. Также удалению подлежит последний слой. Исходя из этого значимые величины температурного градиента лежат в диапазоне 235,7–158,1 К/см.

Результаты статистической обработки первичных данных ПЭМ исследований показали, что средние размеры частиц главной упрочняющей γ' -фазы по высоте аддитивного изделия лежат в диапазоне от 160 ± 35 до 180 ± 49 нм (см. рис. 3). Таким образом,

различия среднего размера частиц γ' -фазы в материале аддитивного изделия по всей его высоте не превышают 11 %. Отметим, что средний размер кубоидов γ' -фазы в литом состоянии составляет 369 ± 160 нм.

Также стоит отметить, что при высоте аддитивного изделия более 35 мм наблюдается выделение третичных частиц γ' -фазы размером 10–20 нм, распределенных между более крупными выделениями этой же фазы вторичной природы. Согласно [12], подобное бимодальное распределение является благоприятным явлением, способствующим улучшению эксплуатационных характеристик. Для достижения подобного бимодального распределения в изделиях, полученных по литевой технологии, проводят специальную многоэтапную термообработку. В связи с этим формирование данной структуры в аддитивно сформированном изделии заслуживает отдельного исследования.

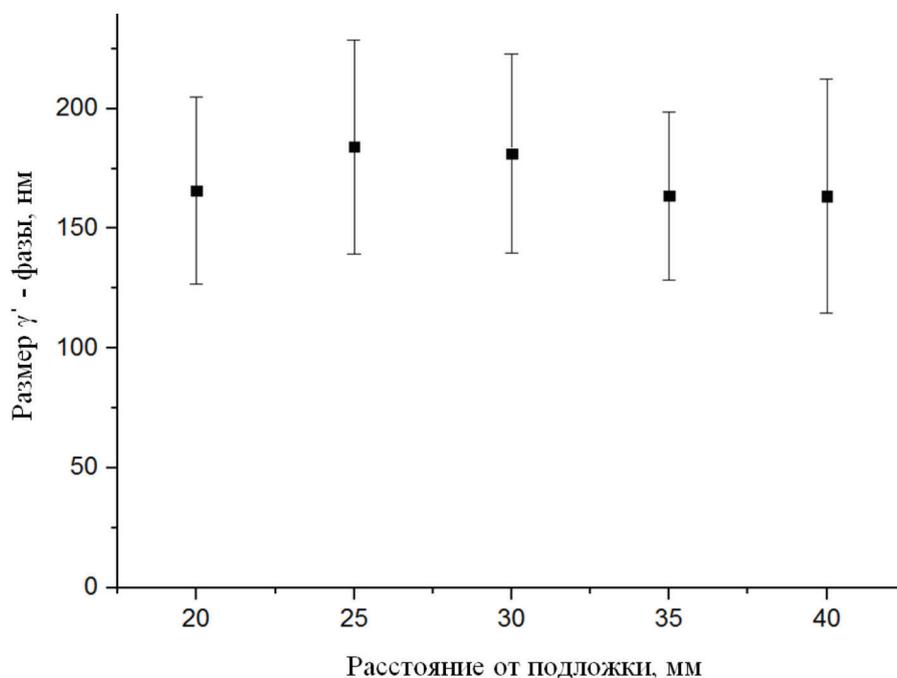


Рис. 3. Зависимость размера выделений γ' -фазы от высоты аддитивного изделия

На рисунке 4 приведены усредненные кривые напряжения-деформации для двух типов образцов, полученных из аддитивного изделия и для литого материала. Как видно из данных, приведенных в таблице 3, предел прочности и предел текучести материала аддитивного изделия превосходят эти же характеристики в литом материале независимо от направления приложения нагрузки. Относительное удлинение при растяжении вдоль направления роста дендритов меньше, чем при растяжении вдоль направления ад-

дитивного выращивания, примерно на 3 %. Это связано с тем, что при таком растяжении ось прикладываемой нагрузки пересекает меньшее число границ дендритов и их колоний.

Основными причинами улучшения механических свойств при аддитивном формировании являются: меньшие размеры дендритов и выделений γ' -фазы, а также меньшая объемная доля хрупкой γ/γ' -эвтектики.

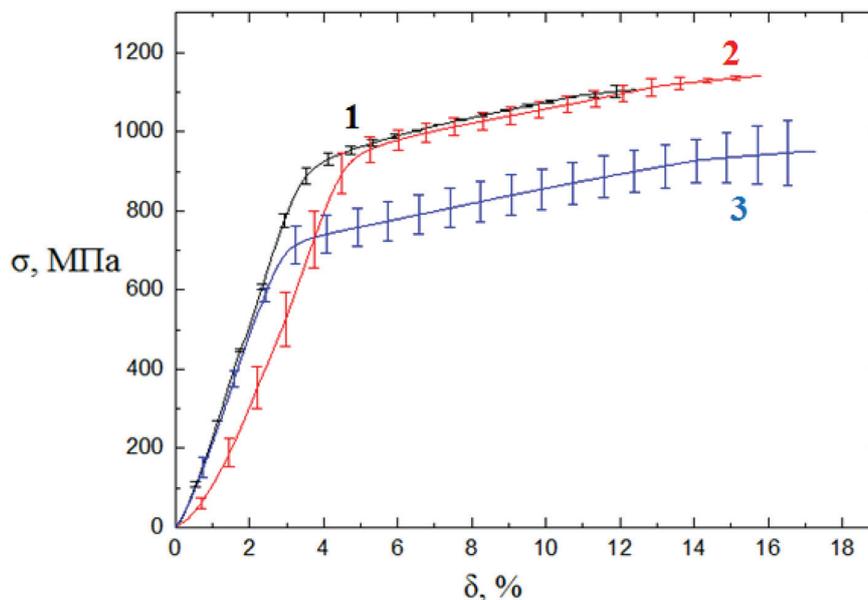


Рис. 4. Диаграммы нагружения сплава ЖС6У в литом состоянии и в материале аддитивного изделия:
1 — вдоль направления роста дендритов; 2 — вдоль направления аддитивного выращивания;
3 — исходное литое состояние

Таблица 3

Механические свойства сплава ЖС6У в аддитивном состоянии и в литом

	σ_b , МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	δ , %
Вдоль роста дендритов (1)	1106±22	897±21	12.9±1.1
Вдоль аддитивного выращивания (2)	1140±12	922±24	15.4±3.3
В литом состоянии (3)	950±88	702±44	15.8±2.1

Заключение

В ходе выполнения работы были получены изделия из жаропрочного никелевого сплава ЖС6У методом проволочного электронно-лучевого аддитивного производства. Полученные изделия не содержали макро- и микроскопических дефектов.

Достигнутые значения температурного градиента в процессе аддитивного формирования соответствуют современным методам направленной кристаллизации. Однако снижение значений температурного градиента по мере увеличения высоты аддитивных изделий в 1,5 раза является негативным эффектом, требующим проведения исследований, направленных

на повышение стабильности процесса аддитивного формирования.

Средний размер частиц основной упрочняющей γ' -фазы является однородным по всей высоте аддитивного изделия и не является столь же чувствительным к изменениям величины температурного градиента, как дендритная структура.

Механические свойства материала аддитивного изделия превосходят свойства исходного материала в литом состоянии. При этом проявляют невыраженную анизотропию относительно приложения нагрузки вдоль направления аддитивного выращивания или вдоль направления роста дендритов.

Библиографический список

1. Gradl P, Tinker D, Park O, Mireles O, Garcia M., Wilkerson R., Mckinney C. Robust Metal Additive Manufacturing Process Selection and Development for Aerospace Components // Journal of Materials Engineering and Performance. 2022. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-06850-0>.

2. Chen F, Wang Q, Zhang C, Huang Z., Jia M., Shen Q. Microstructures and mechanical behaviors of additive manufactured Inconel 625 alloys via selective laser melting and laser engineered net shaping // Journal of Alloys and

Compounds. 2022. Vol. 917. 165572. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.165572>.

3. Zhang S., Wang L., Lin X., Yang H., Huang W. The formation and dissolution mechanisms of Laves phase in Inconel 718 fabricated by selective laser melting compared to directed energy deposition and cast // *Composites Part B: Engineering*. 2022. Vol. 239. 109994. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2022.109994>.

4. Rajput G., Gor M., Soni H., Badheka V., Sahlot P. Effect of deposition strategies on mechanical strength of wire arc additively manufactured Inconel 625 // *Materials Today: Proceedings*. 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.05.164>.

5. Потекаев А.И., Чаплыгина А.А., Старостенков М.Д., Клопотов А.А., Кулагина В.В. Структурно-энергетические характеристики сплавов NiAl, имеющих отклонения от стехиометрического состава. Ч. 2 // *Известия Алт. гос. ун-та. Физика*. 2020. № 4 (114). Doi: 10.14258/izvasu(2020)4-06

6. ОСТ 1-90126 - 85.

7. Fortuna S.V., Gurianov D.A., Kalashnikov K.N., Chumaevskii A. V., Mironov Yu. P., Kolubaev E. A. Directional Solidification of a Nickel-Based Superalloy Product Structure Fabricated on Stainless Steel Substrate by Electron Beam Additive Manufacturing // *Metall Mater Trans A*. 2021. Vol. 52. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-06090-8>

8. Гурьянов Д.А., Фортуна С.В., Никонов С.Ю., Москвичев Е.Н., Колубаев Е.А. Влияние погонной энергии на структурные особенности изделий из сплава ЖС6У, сформированных проволочной электронно-лучевой аддитивной технологией // *Известия высших учебных заведений. Физика*. 2021. Т. 64. № 8. Doi: 10.17223/00213411/64/8/31.

9. Gurianov D.A., Fortuna S.V., Nikonov S.Yu., Kulikov S.N. Structure and phase composition features of nickel-based superalloy after electron beam additive process // *Journal of Physics: Conference Series*. 2021. Vol. 1989. 012001. Doi:10.1088/1742-6596/1989/1/012001

10. Zhang Y., Huang B., Li J. Microstructural Evolution with a Wide Range of Solidification Cooling Rates in a Ni-Based Superalloy // *Metall Mater Trans A*. 2013. Vol. 44. <https://doi.org/10.1007/s11661-013-1645-7>

11. Кузнецов В.П., Лесников В.П., Попов Н.А. Материаловедение: монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы. М., 2019.

12. Sarosi P.M., Wang B., Simmons J.P., Wang Y, Mills M.J. Formation of multimodal size distributions of γ' in a nickel-base superalloy during interrupted continuous cooling // *Scripta Materialia*. 2007. Vol. 57. Doi: 10.1016/j.scriptamat.2007.06.014