

Ячеистая структура в аустенитных сплавах, полученных методом селективного лазерного плавления

**К. О. Базалеева, Е. В. Цветкова, И. Ю. Смуров,
И. А. Ядройцев, Е. В. Базалеев, Ю. Г. Костюк**

Исследована ячеистая структура аустенитного сплава Fe – 17 Cr – 12 Ni – 2 Mo – 1 Mn – 0,7 Si – 0,02 C (масс.%), полученная селективным лазерным плавлением, методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии, а также с помощью металлографического и рентгеноструктурного анализов. Установлено, что границы ячеек представляют собой объемные сплетения дислокаций, тогда как плотность дислокаций в “теле” ячеек заметно ниже. После лазерной перекристаллизации аустенитного порошка наблюдается структура подобная формируемой в процессе развитой пластической деформации. Анализ дифракционной картины показал, что ячейки одного фрагмента слабо разориентированы относительно друг друга.

Ключевые слова: селективное лазерное плавление, ячеистая структура.

The cellular structure of austenitic alloy Fe – 17 Cr – 12 Ni – 2 Mo – 1 Mn – 0.7 Si – 0.02 C, obtained by selective laser melting was studied by transmission and scanning electron microscopy, metallography and X-ray analysis. It was found that the cell boundaries are volumetric plexus of dislocations, while dislocation density in the centre of cells is much lower. Thus, the structure of austenite powder after the laser recrystallization is similar to that observed during the developed plastic deformation. Analysis of electron diffraction pattern showed that the cells of one fragment are slightly misoriented relative to each other.

Ключевые слова: selective laser melting, the cellular structure.

Введение

В настоящее время огромный интерес вызывают методы лазерной перекристаллизации порошковых материалов. С одной стороны, эти методы, относящиеся к так называемой 3d-печати, дают возможность послойным компактированием с использованием 3d-моделей создавать детали сколь угодно сложной формы. С другой стороны, уникальные условия кристаллизации, а именно, высокие скорости охлаждения (порядка 10^5 град./с) из жидкого состояния позволяют получать принципиально новую по сравнению с наблюдаемой при традиционных обработках неравновесную структуру во всем объеме детали. Исследования особенности этой структуры весьма актуальны, поскольку они определяют свойст-

ва объекта, а, следовательно, и область применения данных технологий.

Один из методов лазерной перекристаллизации порошковых материалов — селективное лазерное плавление.

Известно, что в зависимости от величины концентрационного переохлаждения расплава относительно температуры равновесия в процессе кристаллизации могут формироваться зерна различной формы [1]. Так, по мере увеличения концентрационного переохлаждения кристаллы с гладкой поверхностью сначала имеют ячеистую структуру, а затем приобретают дендритную форму.

В случае лазерной перекристаллизации порошковых материалов различных составов наиболее характерной является ячеистая структура [2, 3].

Цель данной работы — исследование особенностей строения аустенитных сплавов с ячеистой структурой, полученной в результате селективного лазерного плавления.

Методика эксперимента

В данном исследовании для процесса селективного лазерного плавления использовали установку PHENIX-PM100 [4]. Схема процесса приведена на рис. 1. Установка включает в себя два контейнера, дно которых представляют собой поршни, причем один из поршней является массивной подложкой для синтеза детали. В первоначальный момент времени исходный порошок полностью заполняет один из контейнеров, а второй, с подложкой — пуст, и его дно находится на одном уровне с верхним краем заполненного контейнера. Далее, поршень полного контейнера смещается вверх на несколько десятков микрометров, подавая тонкий слой порошка, который роликом выравнивается на массивной подложке. Этот слой обрабатывается сканирующим лазерным пучком; при этом порошок подвергается переплавке, причем глубина зоны плавления превышает толщину слоя примерно в два раза, а при сканировании лазера по поверхности зоны плавления перекрываются и по ширине, что приводит к формированию из порошка единого объекта. Специальная программа контролирует перемещение лазерного пучка по поверхности порошка, что позволяет создать профиль любой формы. Далее подложка с перекристаллизованным порошком опускается на высоту синтезированного слоя. После

чего цикл смещения поршня вверх, подачи слоя порошка на подложку, его обработка лазером и опускания подложки повторяется многократно, позволяя послойно создавать объект практически любой толщины и конфигурации.

Установка PHENIX-PM100 оснащена волоконным лазером непрерывного излучения с длиной волны 1075 нм. В ходе эксперимента мощность лазерного излучения составляла 50 Вт, скорость сканирования лазерного пучка по поверхности — 100 мм/с, диаметр фокусирующего пятна — 70 мкм. Процесс проводили в защитной атмосфере азота при температуре 80 °С.

В данной работе лазерной перекристаллизации подвергали аустенитный порошок, состав которого приведен в табл. 1. Порошок был получен из расплава методом газовой атомизации, и его средняя дисперсность составляла 25 мкм. В исходном состоянии отдельные порошинки имели дендритное строение; длина дендритных кристаллов составляла ~ 5–10 мкм. Методом рентгеноструктурного фазового анализа было установлено, что в исходном порошке присутствуют как γ , так и α -твердые растворы. Содержание α -фазы около 8 %.

Таблица 1

Химический состав порошка						
Концентрация элементов, масс. %						
C	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	Fe
0,02	11,6	17,1	2,3	1,1	0,7	основа

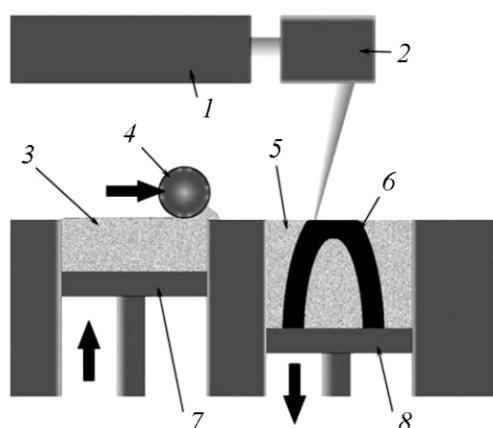


Рис. 1. Схема метода селективного лазерного плавления: 1 — лазер; 2 — система отклонения луча лазера; 3 — контейнер с порошком; 4 — ролик; 5 — излишки порошка; 6 — деталь; 7 — подающий поршень; 8 — подложка.

В процессе лазерной перекристаллизации использовали “перекрестную” стратегию плавления, то есть сначала лазерное сканирование проводили в одном направлении, а потом направление движения лазера меняли на перпендикулярное. Такая стратегия плавления позволяет обеспечить минимальную пористость формируемых объектов: в данном случае пористость составляла примерно 1% [4]. В качестве подложки служил аустенитный сплав, масс. %: Fe — 19 Cr — 10 Ni — 2 Mn — 1 Si — 0,03 C.

Структуру аустенитного сплава, полученного селективным лазерным плавлением, изучали методами металлографического анализа, а также раствором и просвечивающей электронной микроскопии. Фольги для просвечивающей электронной микроскопии были получены комбинированным способом: сначала применяли метод струйной электрополировки, а затем — ионной полировки. Такой способ приготовления фольг объясняется тем, что присутствующие в объекте поры при электрополировке играли роль сквозных отверстий, которые не

позволяли этим методом провести утонение до толщин, проницаемых для электронов.

Для выявления микронеоднородностей в распределении химических элементов по объему ячейки на фольгах был проведен энергодисперсионный спектральный анализ. Локальность спектрального анализа в данном методе соизмерима с толщиной фольги, то есть составляет примерно 50 нм.

Методом рентгеновской дифрактометрии в $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении исследовали фазово-структурное состояние сплава, а также определяли межплоскостные расстояния γ -твердого раствора по линиям (220) и (311). По пикам (111) и (222) оценивали физическое уширение рентгенографических максимумов. При выделении физического уширения в качестве эталона использовали образец того же состава, подвергнутый отжигу при температуре 1060 °С в течение 10 ч. Погрешность измерения периода кристаллической решетки составила $\pm 0,00002$ нм, а уширения пиков — 0,005 град.

Проведены также измерения микротвердости, ошибка этих измерений составляет 3 %.

Результаты и их обсуждение

На рис. 2 представлена микроструктура исследованного аустенитного сплава после селективного лазерного плавления. В микроструктуре перекристаллизованного сплава хорошо видны отдельные зоны плавления с дугообразными границами, образованными при непрерывном движении лазерного пучка вдоль поверхности порошкового материала. Размеры образующихся зон плавления составляют порядка 100×50 мкм. Из рис. 2 видно, что зоны плавления имеют не гомогенную структуру, а разбиты на мелкие ячейки. Подобная ячеистая структура наблюдается

во многих сплавах, подвергнутых лазерной перекристаллизации [5, 6].

На рис. 2б видно, что каждая зона плавления в свою очередь разбита на фрагменты с характерным размером $\sim 10 - 30$ мкм, внутри которых ячейки имеют одинаковую ориентировку. Причем отдельный фрагмент может переходить через границу зоны плавления. Было сделано предположение, что каждый фрагмент представляет собой переплавленную порошинку: при локальном разогреве и быстром охлаждении атомы не успевают перераспределиться, и ориентировка кристаллов в перекристаллизованном состоянии может повторять ориентировку дендритов в исходном порошке. Из рис. 2б также видно, что ячейки имеют столбчатую форму, и их диаметр составляет примерно 0,5 мкм, а длина на порядок больше.

На рис. 3 представлена та же ячеистая структура, исследованная методом просвечивающей электронной микроскопии. Здесь тоже видны отдельные фрагменты, а внутри них ячейки, сечения которых имеют либо равноосную, либо вытянутую форму в зависимости от их ориентации относительно плоскости фольги (рис. 3а). Из рис. 3а видно, что их границы представляют собой объемные сплетения дислокаций, тогда как в “теле” некоторых ячеек дислокации практически не наблюдаются (рис. 3б, в). По точечному характеру электронограммы, представленной на рис. 3г, можно сделать вывод о том, что ячейки, наблюдаемые на рис. 3в, имеют практически одинаковую ориентировку: здесь кристаллографическая плоскость $\{001\}$ совпадает с плоскостью электронограммы.

Известно, что дислокационная ячеистая структура возникает в процессе развитой пластической деформации [7, 8]. Формирование таких структур

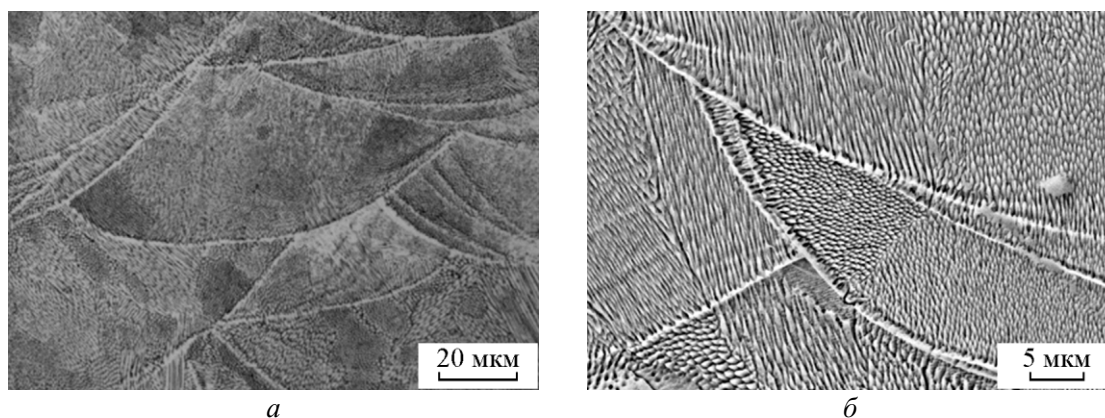


Рис. 2. Ячеистая структура аустенитного сплава, полученная селективным лазерным плавлением: а — металлографический анализ; б — растровая электронная микроскопия.

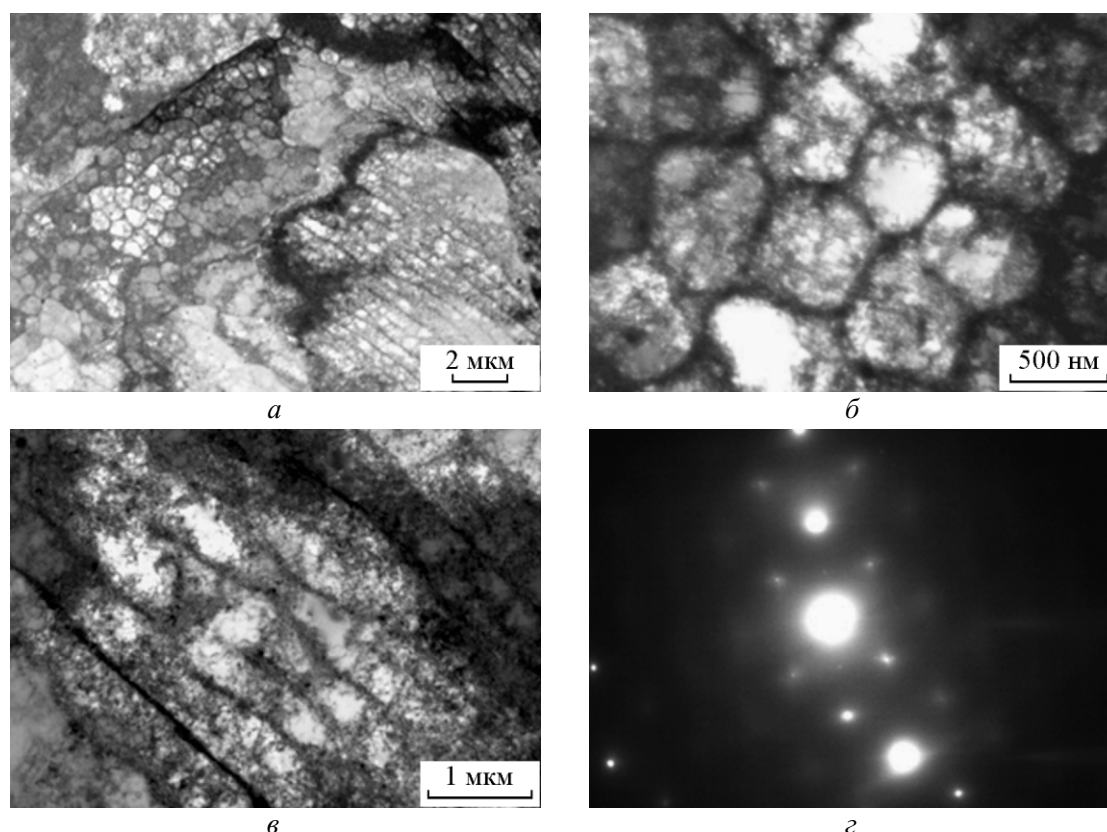


Рис. 3. Просвечивающая электронная микроскопия аустенитного сплава после селективного лазерного плавления: а – в — микроструктура, г — электронограмма, соответствующая полю зрения в.

принято рассматривать как коллективную перестройку системы в условиях сильного воздействия на вещество внешних напряжений [8]. Эта перестройка является механизмом снятия высоких внутренних напряжений при непрерывном поступлении энергии из вне. На начальной стадии развитой пластической деформации границы ячеек являются малоугловыми, но дальнейшее накопление деформации сопровождается разворотом ячеек, и границы между ними становятся высокоугловыми.

В нашем случае формирование дислокационной ячеистой структуры зафиксировано при лазерном воздействии на вещество. Однако в литературе приводятся данные о том, что дислокационные ячейки можно наблюдать после быстрой закалки из жидкого состояния [9], а также при плазменном воздействии на вещество [10]. Во всех этих случаях сверхбыстрые скорости охлаждения приводят к большим термическим напряжениям, под действием которых и возникает наблюдаемая дислокационная структура. Однако следует отметить, что при закалке из жидкого состояния и при плазменном воздействии высокие термические напряжения возникают только в тонком

поверхностном слое (несколько десятков мкм); при селективном лазерном плавлении под влиянием высоких напряжений формируется структура всего объекта.

На рис. 4а представлена область ячеистой структуры ограниченная селекторной диафрагмой и соответствующая этой области электронограмма (рис. 4б). По однородной форме сечений ячеек можно заключить, что данная область полностью относится к одному фрагменту структуры. Из рис. 4б видно, что электронограмма носит точечный характер — данная ориентировка соответствует кристаллографической плоскости {100}; таким образом, ячейки фрагмента имеют практически одинаковую ориентировку. Однако на дальних рефлексах электронограммы наблюдается небольшое расщепление, и, как видно из рисунка, это расщепление соответствует азимутальной разориентировке порядка 2 град.

Этот же результат косвенно подтверждается приведенной на рис. 3г электронограммой. Вокруг некоторых основных рефлексов электронограммы можно заметить слабые дополнительные, так называемые экстра-рефлексы. Как правило, появ-

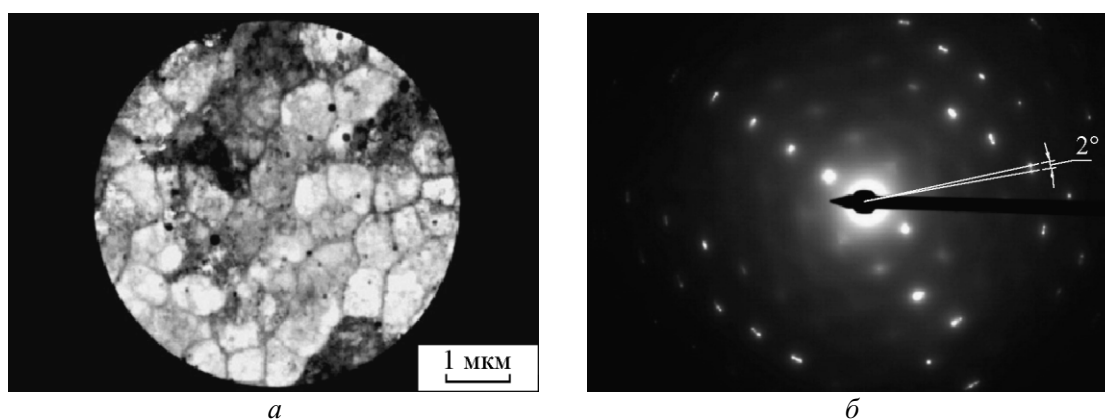


Рис. 4. Микроструктура (а) и электронограмма (б) фрагмента ячеистой структуры.

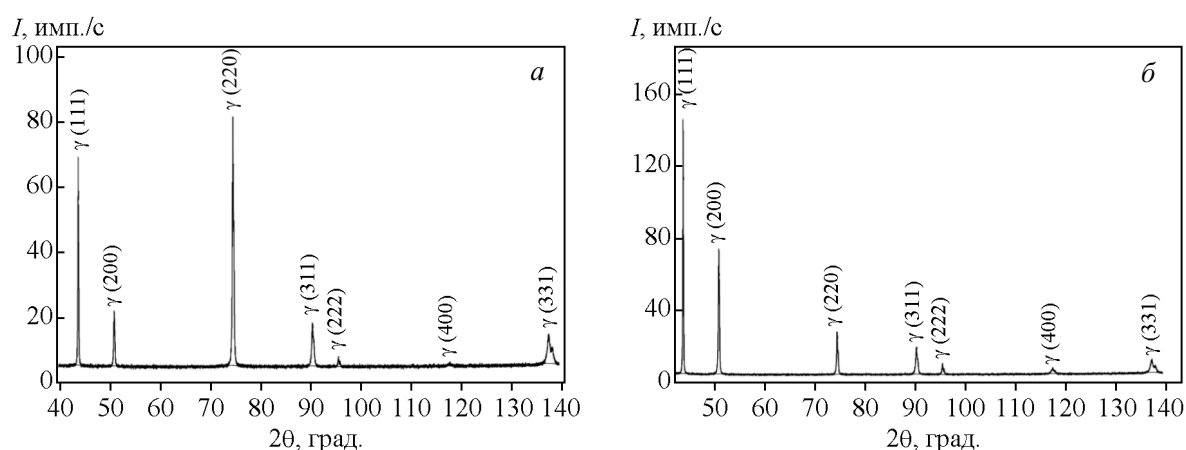


Рис. 5. Дифрактограммы аустенитного сплава, полученного методом селективного лазерного плавления: а — продольное, б — поперечное сечения.

ление экстра-рефлексов принято связывать с эффектом двойной дифракции [11]: если в объекте присутствуют различно ориентированные кристаллические области, то дифрагированный электронный пучок, переходя из одной области в другую, может испытывать повторное отражение. В исследованном однофазном сплаве эффект двойной дифракции, по-видимому, может быть связан с наложением областей γ -твердого раствора с близкой пространственной ориентировкой.

Наблюдаемые дифракционные эффекты — появление экстра-рефлексов и расщепление дальних

рефлексов на электронограмме позволяют утверждать, что между ячейками одного фрагмента существует небольшой угол разориентировки. Если проводить аналогию со структурами развитой пластической деформации, то сформированная при селективном лазерном плавлении структура соответствует начальной стадии формирования дислокационной ячеистой структуры.

В табл. 2 представлены результаты энергодисперсионного спектрального анализа. Из таблицы видно, что практически по всем анализируемым элементам, кроме Mn, наблюдается некоторая

Таблица 2

Химическая неоднородность ячеистой структуры

	Концентрация элементов, масс. %				
	Ni	Cr	Mo	Mn	Si
Центр ячейки	11,5 ± 0,05	16,8 ± 0,2	2,0 ± 0,1	1,1 ± 0,08	0,6 ± 0,08
Граница ячейки	11,8 ± 0,2	17,6 ± 0,4	2,7 ± 0,2	1,0 ± 0,09	0,8 ± 0,08

неоднородность в их распределении по объему ячейки: на границах концентрация легирующих элементов больше.

На рис. 5 представлены результаты рентгеноструктурного фазового анализа исследуемого сплава после селективного лазерного плавления; анализ проводили в двух сечениях: в плоскости сканирования лазера (продольное сечение) и в перпендикулярной плоскости (поперечное сечение). Из рентгенограмм видно, что сплав после селективного лазерного плавления находится в однофазном аустенитном состоянии. Также из рис. 5 видно, что ориентировка кристаллов в продольном и поперечном сечениях несколько отличается: наблюдается небольшое перераспределение интенсивностей максимумов.

В табл. 3 представлены результаты измерения межплоскостных расстояний для кристаллографических плоскостей {220} аустенитного твердого раствора в разных сечениях; значения приведены как для перекристаллизованного сплава, так и подвергнутого последующему отжигу при 1100 °С в течение 1 часа.

Таблица 3
Межплоскостные расстояния для кристаллографических плоскостей {220} аустенитного твердого раствора в разных сечениях

Сечение	Межплоскостные расстояния d_{220} , Å	
	Исходное состояние	После отжига 1100 °С, 1 ч
продольное	1,2704	1,2710
поперечное	1,2714	1,2709

Из табл. 3 видно, что после селективного лазерного плавления межплоскостные расстояния d_{220} в поперечном и продольном сечениях существенно различаются. Однако отжиг приводит к выравниванию этих значений. Подобный результат наблюдается и для межплоскостных расстояний d_{311} . Столь сильная зависимость положения рентгеновских пиков от внешнего направления в исходном состоянии предположительно может быть связана с высокими термическими напряжениями, возникающими в процессе селективного лазерного плавления и частично сохраняющимися даже после отделения образца от подложки. При отжиге остаточные напряжения снимаются, а, следовательно, значения межплоскостных расстояний в продольном и поперечном сечениях выравниваются.

Известно [12], что по смещению рентгеновских пиков можно оценить уровень остаточных напряжений, действующих в плоскости образца:

$$\frac{d - d_0}{d_0} = -\frac{\nu\sigma}{E},$$

где d и d_0 — межплоскостные расстояния в напряженном и ненапряженном состояниях, соответственно; ν — коэффициент Пуассона; E — модуль Юнга; σ — механические напряжения, действующие в плоскости образца.

Взяв для оценочного расчета коэффициенты ν и E Fe, определили, что в продольном сечении действуют растягивающие напряжения порядка 400 МПа, а в поперечном сечении — сжимающие приблизительно равные 350 МПа. По данным работы [13] условный предел текучести исследуемого сплава, полученного методом селективного лазерного плавления, равен 390 МПа. Таким образом, в объекте, полученном методом селективным лазерным плавлением, даже после отделения его от подложки сохраняются напряжения, соизмеримые с его пределом текучести.

При определении ширины рентгеновских линий (222) и (111) было установлено, что ее значение не зависит от сечения перекристаллизованного сплава и практически в два раза больше, чем у эталонного образца. Так, ширина линии (222) в исходном состоянии составляет 0,74 град., а после отжига — 0,47. С помощью программы PROFILE [14] были выделены физические уширения линий (111) и (222) в исходном состоянии. Оказалось, что отношение физических уширений этих линий β_{222}/β_{111} лежит между отношением секансов $\sec\vartheta_{222}/\sec\vartheta_{111}$ и тангенсов $\tg\vartheta_{222}/\tg\vartheta_{111}$ их углов дифракции. Это позволяет утверждать, что уширение связано как с микродеформацией кристаллической решетки аустенитного твердого раствора, так и с дисперсностью блоков когерентного рассеяния [12].

Методом аппроксимации были выделены вклады в физическое уширение от микродеформации β_N и от дисперсности β_M , а по ним уже оценены плотность дислокаций $\rho_{\perp}$ (считалось, что микродеформацию вызывают присутствующие в кристаллической решетке дислокации) и размер блока когерентного рассеяния D :

$$\rho_{\perp} \approx \frac{\beta_N^2}{2b^2} \operatorname{ctg}^2 \vartheta,$$

$$D \approx \frac{0,94\lambda}{\beta_M \cos \vartheta'},$$

где b — вектор Бюргерса ($b = a/\sqrt{2}$), λ — длина волны рентгеновского излучения.

Оцененные таким образом плотность дислокаций и дисперсность блоков составили порядка

10^{12} см^{-2} и 300 мкм, соответственно. Рассчитанная величина блока когерентного рассеяния по порядку величины совпадает с размером наблюдаемых в структуре ячеек, а рассчитанная плотность дислокаций соответствует уровню сильно деформированного металла.

Определены значения микротвердости в продольном и поперечном сечениях. Было показано, что микротвердость сплава не зависит от сечения и составляет $255\text{HV}_{0,05}$. Это значение примерно в 1,5 раза превышает микротвердость аустенитного сплава после традиционной закалки в воде.

Выводы

1. Исследована ячеистая структура аустенитного сплава Fe–17Cr–12Ni–2Mn–1Mn–0,7Si–0,02C (масс.%), полученная методом селективной лазерной обработки. Показано, что при селективном лазерном плавлении в аустените формируется дислокационная структура, подобная ячеистой структуре развитой пластической деформации.

2. Определены термические напряжения в образцах — они имеют разный знак в продольном и поперечном сечениях и по величине сопоставимы с пределом текучести сплава.

3. Оценены плотности дислокаций и размеры блока когерентного рассеяния сплава по уширению рентгеновских максимумов аустенитного твердого раствора. Плотность дислокаций имеет порядок 10^{12} см^{-2} , а размер блоков когерентного рассеяния — 300 мкм.

4. Показано, что значение микротвердости исследованной стали после селективного лазерного плавления в 1,5 раза превышает значение для закаленного состояния.

Литература

1. Вайнгард У. Введение в физику кристаллизации металлов. М.: Мир, 1967, 170 с.

2. Amato K.N., Gaytan S.M., Murrell L.E. et al. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting. *Acta Materialia*, 2012, v. 60, p. 2229 – 2239.
3. 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, v. 208 – 209, p. 411 – 416.
4. Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitsava I., Smurov I. Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 2010, v. 210, p. 1624 – 1631.
5. Hussam E. C., Bruno C., Branchu S., Xiaowei H., Hasco J. Y., Guille R. Direct Laser Fabrication process with coaxial powder projection of 316L steel. Geometrical characteristics and microstructure characterization of wall structures. *Optics and Lasers in Engineering*, 2012, v. 50, p. 1779 – 1784.
6. Yadroitsev I., Krakhmalev P., Yadroitsava I., Johansson S., Smurov I. Energy input effect on morphology and microstructure of selective laser melting single track from metallic powder. *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, v. 213, p. 606 – 613.
7. Бернштейн М. Л. Структура деформированных металлов. М.: Металлургия, 1977, 431 с.
8. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986, 224 с.
9. Глейзер А.М., Пермякова И.Е. Нанокристаллы, закаленные из расплава. М.: Физматлит, 2012, 360 с.
10. Калинин Б.А., Якушин В.Л., Польский В.И. Модификация металлических материалов при обработке потоками высокотемпературной импульсной плазмы. *Изв. вузов: Физика*, 1994, № 5, с. 109 – 126.
11. Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R., Pashley D.W., Whelan M.S. *Electron microscopy of thin crystals*. Butterworths, 1965, 574 p.
12. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982, 631 с.
13. Yadroitsev I., Pavlov M., Bertrand P., Smurov I. Mechanical properties of samples fabricated by selective laser melting. 14emes Assises Europeennes du Prototypage & Fabrication Rapide, 24 – 25 Juin 2009, Paris, http://code80.net/afpr/content/assises/2009/actes/papiers/s4_5.pdf
14. Шелехов Е.В., Свиридова Т.А. Программы для рентгеновского анализа поликристаллов. МИТОМ, 2000, № 8, с. 16 – 19.

Статья поступила в редакцию 26.11.2013 г.

Базалеева Ксения Олеговна — Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (г. Москва), кандидат физико-математических наук, доцент, специалист в области обработки металлов и рентгеновской дифрактометрии. E-mail: bazaleevak@mail.ru.

Цветкова Елена Валерьевна — Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. А.А. Бочвара (г. Москва), инженер 1 категории, специалист в области ферритно-мартенситных сталей и рентгеновской дифрактометрии. E-mail: flowersova@mail.ru.

Смулов Игорь Юрьевич — Лаборатория DIPI Национальной инженерной школы Сент-Етьенна, ENISE, Франция, профессор, доктор физико-математических наук, директор, специалист в области лазерной обработки, тепловых процессов. E-mail: igor.smurov@enise.fr.

Ядройцев Игорь Анатольевич — Лаборатория DIPI Национальной инженерной школы Сент-Етьенна, ENISE, Франция, кандидат физико-математических наук, ведущий инженер, специалист в области лазерной обработки, тепловых процессов. E-mail: igor.yadroitsev@enise.fr.

Базалеев Евгений Владимирович — Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. А.А. Бочвара (г. Москва), заместитель начальника отдела, специалист в области ферритно-мартенситных сталей и просвечивающей электронной микроскопии. E-mail: bnz@bochvar.ru.

Костюк Юрий Григорьевич — Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов им. А.А. Бочвара (г. Москва), инженер 1 категории, специалист в области сталей для атомных реакторов и просвечивающей электронной микроскопии.