

УДК 62-4

Влияние отжига на структуру и свойства аустенитного сплава, полученного методом СЛП

Балакирев Э.В., студент

*Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Материаловедение в машиностроении»*

Симич-Лафицкий Н.Д., студент

*Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Материаловедение в машиностроении»*

*Научный руководитель: К.О. Базалеева, к.ф.-м.н., доцент
Россия, 105005, г. Москва, МГТУ им. Н.Э. Баумана,
кафедра «Материаловедение в машиностроении»*

panfilov@bmstu.ru

Введение

В настоящее время большой интерес представляют технологии лазерной перекристаллизации порошковых материалов. Эти технологии дают возможность создавать детали сложной формы за счет 3d-компактирования, а также формировать изделия с градиентом пористости, изменяя технологические параметры процесса. Кроме уникальных технологических возможностей, эти методы представляют интерес с точки зрения формирования необычных структурных состояний. Особые условия кристаллизации, а именно, высокие скорости нагрева и охлаждения (порядка 10^5 °/с), приводят к возникновению неравновесных структур, что позволяет надеяться на наличие у них особых свойств. Данная работа направлена на изучение особенностей структуры и свойств аустенитного сплава AISI 316L после лазерной перекристаллизации.

Материалы и методики

В данной работе лазерной перекристаллизации подвергался порошок аустенитного сплава AISI 316L, состав которого представлен в таблице 1. Порошок был получен из расплава методом газовой атомизации, и его дисперсность составляла 25 мкм (см. рис.1).

Таблица 1

Химический состав, полученный микрорентгеноспектральный анализом

Точка измерение	Содержание элемента, вес. %					
	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo
Spectrum 1	0.76	17.69	1.11	66.26	11.13	3.05
Spectrum 2	0.81	18.03	1.05	65.44	11.58	3.08
Spectrum 3	0.84	17.79	1.06	67.07	10.97	2.26
Spectrum 4	0.84	18.09	1.27	65.97	11.07	2.76
Spectrum 5	0.83	17.75	1.10	65.84	11.50	2.98
Spectrum 6	0.86	18.09	1.28	65.64	11.36	2.78
Spectrum 7	0.92	17.63	0.93	65.79	11.64	3.09
Spectrum 8	0.87	18.22	1.25	65.45	11.35	2.86

Одним из методов лазерной перекристаллизации порошковых материалов является селективное лазерное плавление (СЛП). На рисунке 1 представлена схема данного процесса. В данном методе на подложку подается тонкий слой порошкового материала, затем с помощью специального ролика порошок распределяется равномерно и обрабатывается сканирующим лазерным пучком. Подвергнутый лазерному воздействию порошок расплавляется и очень быстро охлаждается благодаря массивной подложке из аустенитной стали. Сканирование лазера воспроизводит одно из сечений будущей детали. Далее, подача порошкового материала, его распределение и обработка лазером повторяется многократно до получения готовой детали заданной формы. Следует отметить, что при определенном подборе параметров данного метода лазерной обработки каждый участок объема материала подвергается многократной переплавке, т.к. глубина зоны плавления превышает толщину одного слоя порошка, а при сканировании лазера по поверхности, зоны плавления перекрываются по ширине.

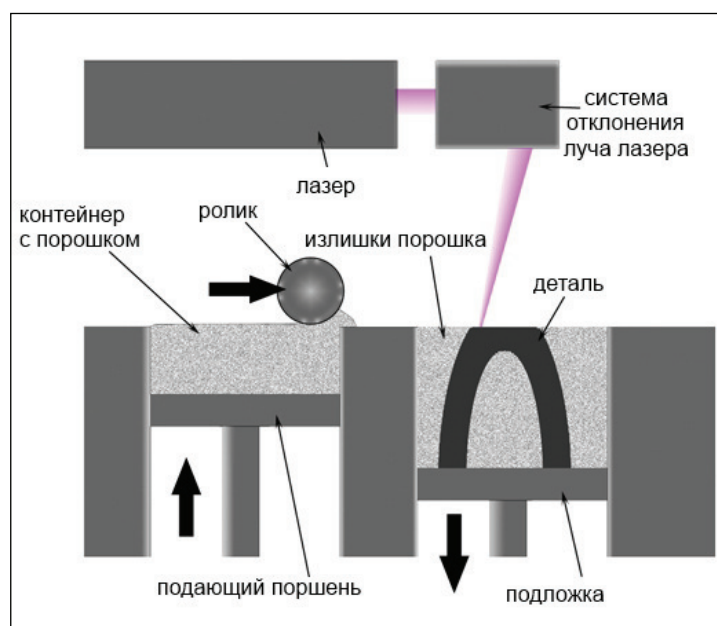


Рис. 1. Схема установки для селективного лазерного плавления

В данной работе для проведения процесса СЛП использовалась установка PHENIX-PM100 [3]. Эта установка оснащена волоконным лазером непрерывного излучения с длиной волны 1075 нм. В ходе эксперимента мощность лазерного излучения составляла 50 Вт, скорость сканирования лазерного пучка – 100 мм/с, размер фокусирующего пятна на поверхности порошка – 70 мкм. Процесс проводился в защитной атмосфере азота при температуре 80°C. Подложкой служил аустенитный сплав Fe-19%Cr-10%Ni-2%Mn-1%Si-0.03%C.

Структура аустенитного сплава после СЛП исследовалась методом металлографического анализа, с помощью растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Исследования структуры проводились как в продольном, так и в поперечном сечениях. Методом рентгеноструктурного анализа определялся фазовый состав сплава, параметр решетки аустенитного твердого раствора и физическое уширение рентгеновских линий. Также проводились замеры микротвердости сплава.

Исследования проводились как в исходном состоянии, так и после отжигов при температурах от 100 °C до 1160 °C.

Результаты и их обсуждение

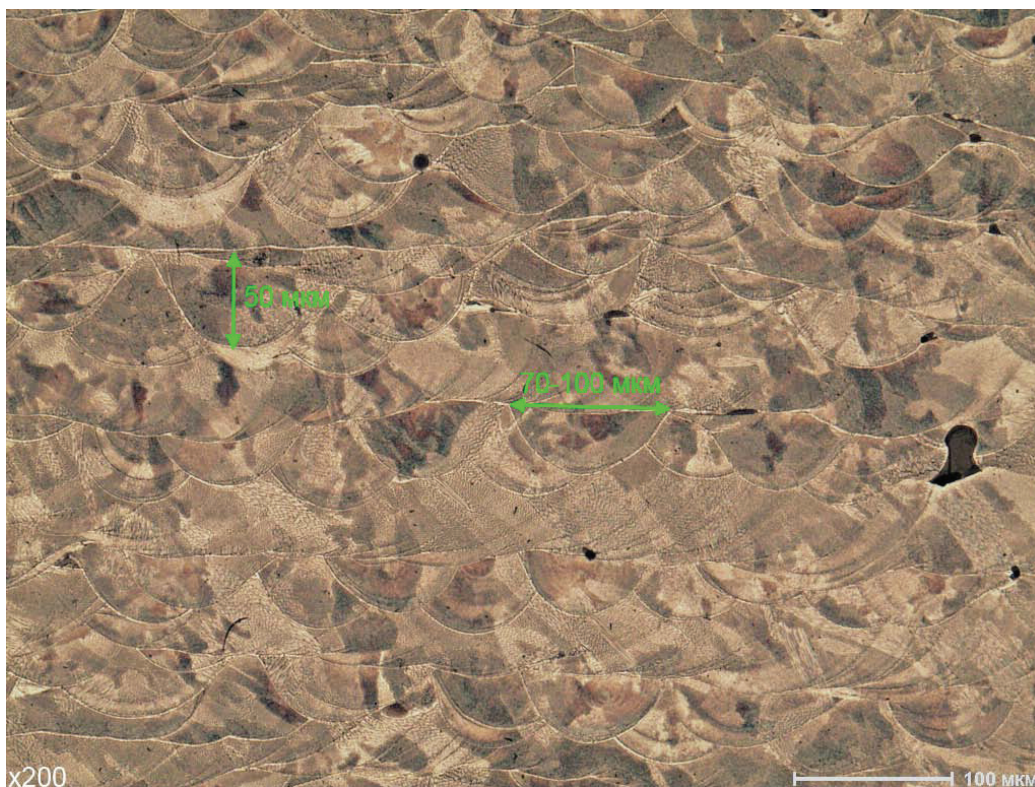


Рис. 2. Металлографическая структура аустенитного сплава

На рисунке 2 приведена металлографическая структура аустенитного сплава, полученного методом СЛП. В поперечном сечении при маленьком увеличении хорошо видна «трековая» структура, характерная для этого метода получения объектов. В сечении фактически наблюдаются бывшие ванны расплавленного металла. Средняя глубина ванны составляет 50 мкм, а ее ширина 70-100 мкм.

В сечении, параллельном поверхности, обрабатываемой лазером, хорошо различима стратегия плавления – крест на крест, то есть один слой лазер сканирует с запада на восток, а другой с севера на юг (см. рис.3). Именно это и обеспечивает формирование небольшой текстуры, обнаруженной при рентгеноструктурном анализе в данных сечениях.



Рис. 3. Металлографическая структура при 200-ом увеличении

При увеличении $\times 1000$ было выявлено наличие мелкодисперсной структуры внутри каждого трека (см. рис.4). Более подробно эта структура была изучена методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).



Рис. 4. Металлографическая структура при увеличении 1000

На рис. 5 приведена структура сплава, полученная методом РЭМ. Из рисунка хорошо видно, что структура имеет так называемый ячеистый характер. Видно, что

ячейки различно ориентированы к плоскости шлифа и объединены в своеобразные домены, внутри которых отдельные ячейки имеют малый угол разориентировки друг относительно друга.

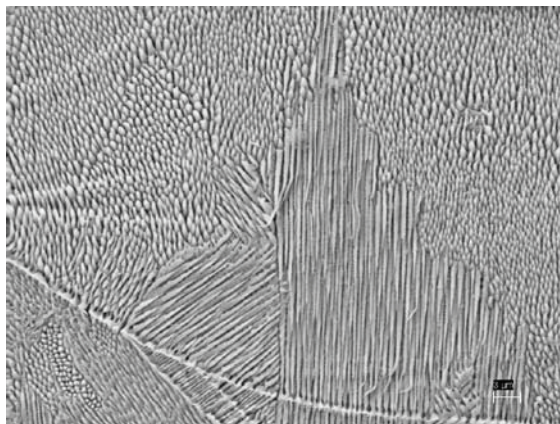


Рис. 5. Структура полученная, растровой электронной микроскопией

На рисунке 6 и в таблице 1 приведены результаты микрорентгеновского спектрального анализа. Микрорентгеноспектральный анализ показывает, что химический состав внутри трека и на его границах в пределах погрешности метода не отличается.

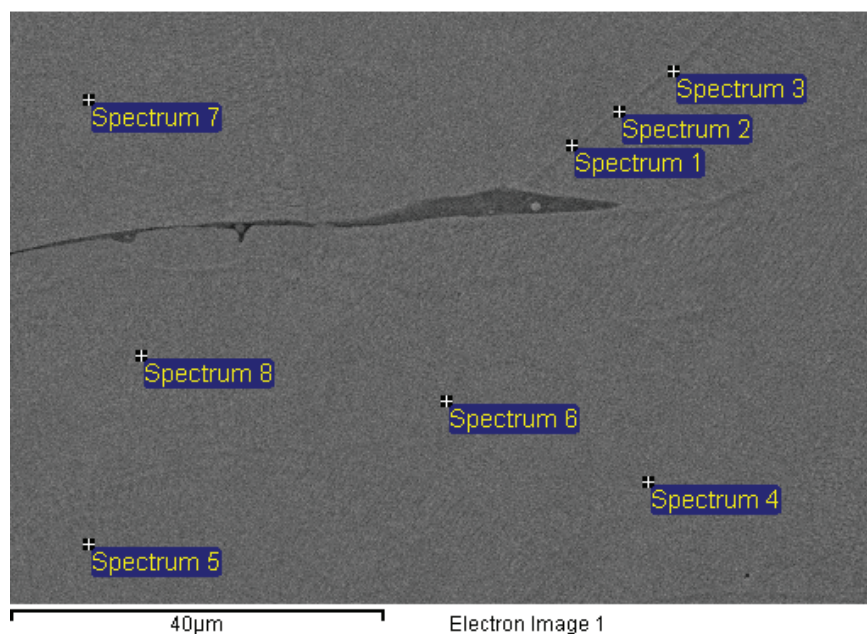


Рис. 6. Микрорентгеноспектральный анализ, точки съема

Также ячеистая структура исследовалась методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Данным методом установлено, что ячейки представляют собой свободный от дислокаций объём материала, окружённый границей, представляющей собой объемное сплетение дислокаций (см. рис.7). Известно, что подобную структуру имеют сплавы, подвергнутые сильной пластической деформации [2,3]. Образование деформационной структуры может быть связано с действием больших термических напряжений, возникающих вследствие высоких скоростей охлаждения.

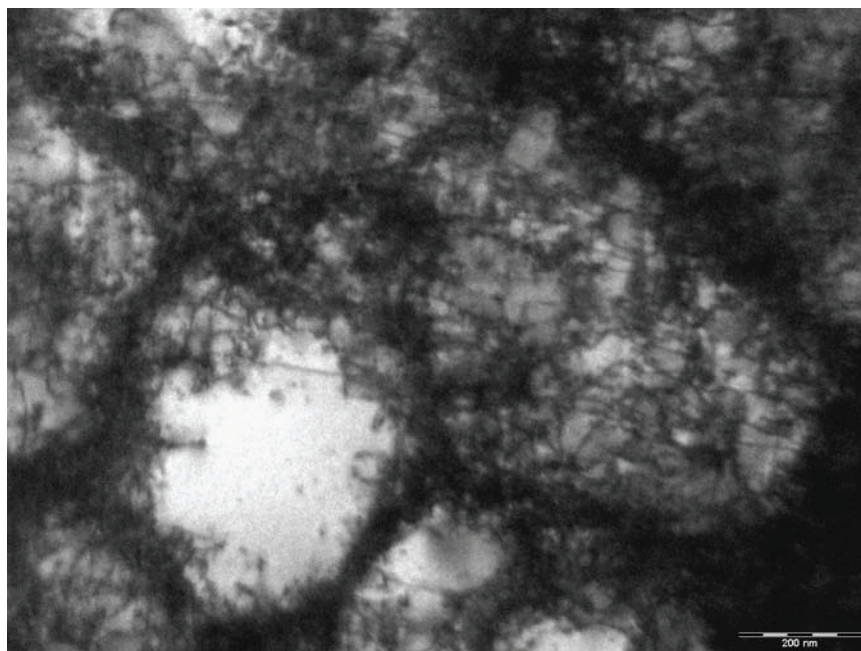


Рис. 7. Просвечивающая электронная микроскопия

Для определения термической стабильности ячеистой структуры в аустенитных сплавах, полученных СЛП, сплав был подвергнут отжигам в интервале температур от 100 до 1060 °С в течение 1 ч. На рисунке 8 представлена микроструктура сплава после различных отжигов, полученная с помощью металлографического анализа. Из рисунка видно, что отжиг до 800 °С не выявляет существенных изменений в микроструктуре сплава. Однако, отжики при более высоких температурах приводят к постепенному слиянию отдельных ячеек в более крупные и переходу структуры к привычной структуре однофазного аустенитного твердого раствора. На рисунке представлена структура стали после полного отжига 1160 °С 1 час (рис.11).

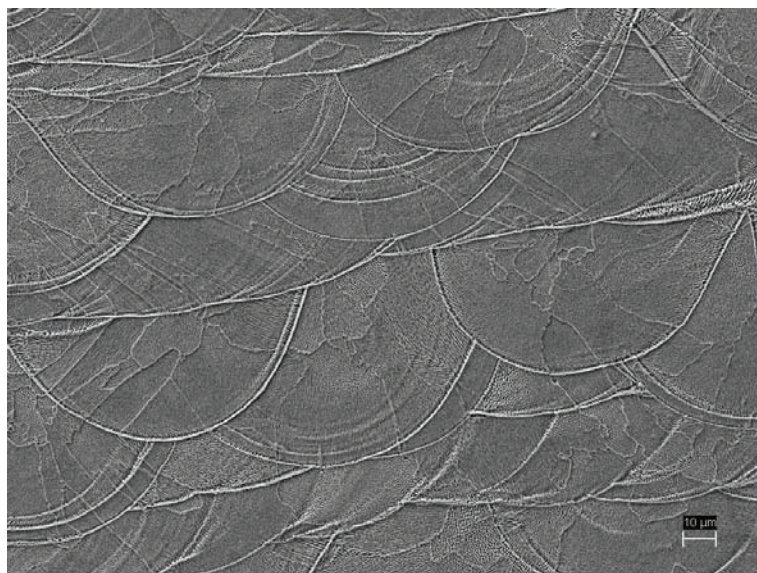


Рис. 8. Микроструктура после отжига 800 °C

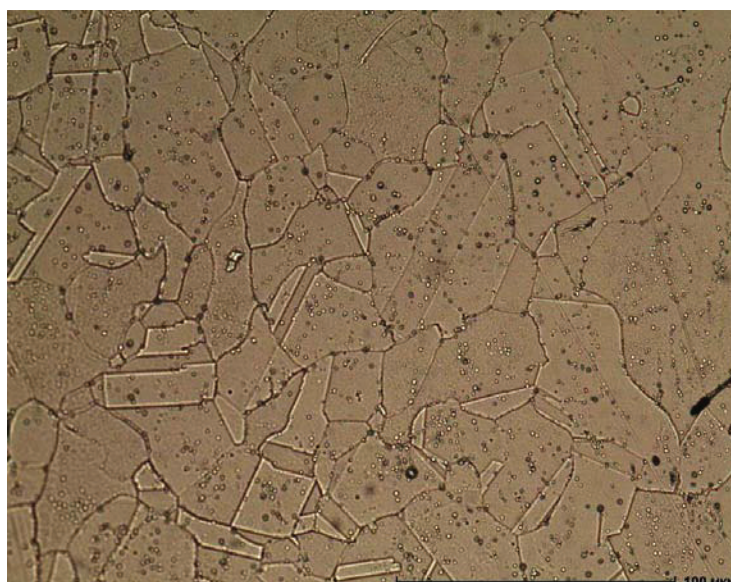


Рис. 9. Микроструктура после отжига 1060 °C

Результаты растровой электронной микроскопии коррелируют с результатами металлографического анализа.

На рисунке 10 представлена зависимость значения микротвердости от температуры отжига. Из графика зависимости видно, что микротвердость сплава остается неизменной до 600 °C, далее наблюдается постепенное снижение значения микротвердости.

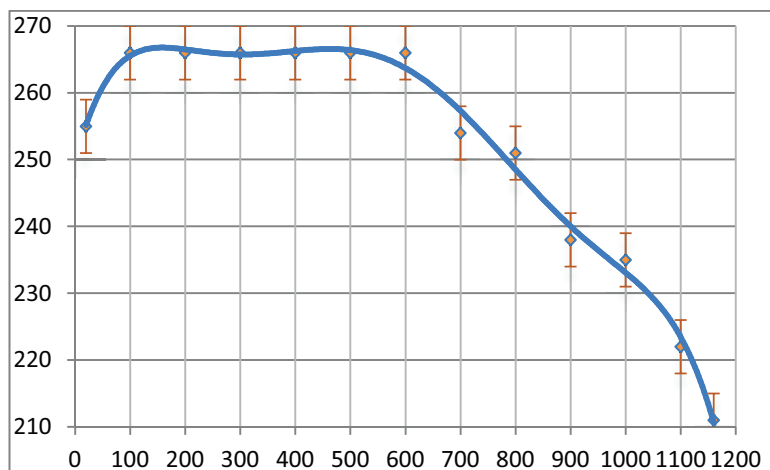


Рис. 10. Зависимость микротвердости от температуры

Рентгеноструктурным анализом было определено, что сплав имеет однофазную структуру аустенита.

Кроме того, температуры фазово-структурных превращений в сплаве определялись методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на приборе NEZTCHDSC 404 F1. Для этого были вырезаны образцы массой приблизительно 5-7 мг. Термическая стабильность исследовалась методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Данный метод состоит в построении зависимости кривой ДСК (мкВт/мг или мкВ/мг) от температуры. Прибор фиксирует изменение термоЭДС между эталоном (пустым тиглем), в котором не происходит никаких превращений и тиглем с образцом, в процессе их синхронного нагрева или охлаждения с постоянной контролируемой скоростью. Если в образце протекают какие-либо структурно-фазовые превращения, сопровождающиеся тепловым эффектом, то они отображаются на кривой ДСК в виде пиков или отклонений от базовой линии. Эксперимент включал в себя ряд изотермических отжигов ($\tau=60$ мин) в интервале температур от 100 °С до 1100 °С с шагом 100 °С, нагрев образцов до 1100 °С и их последующее охлаждением. На рисунках 11 и 12 приведены кривые ДСК для изотермических отжигов при температурах 600, 800.

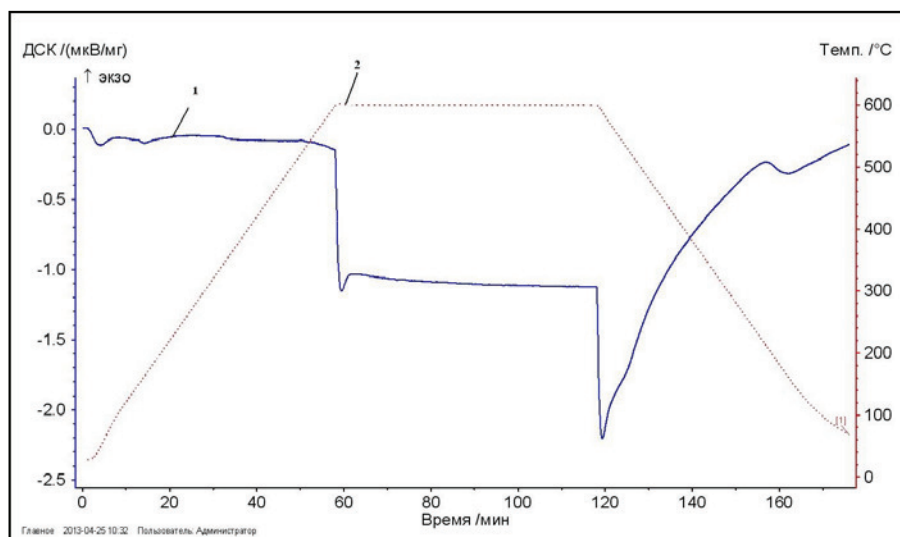


Рис. 11. Кривая ДСК образца из сплава SS316 LT=600°C $\tau=1$ ч., 1- кривая ДСК(t) 2 – температура(t) , где t- время в мин. $V_{\text{нагр}}=10\text{K/мин}$ $V_{\text{охл}}=10\text{K/мин}$

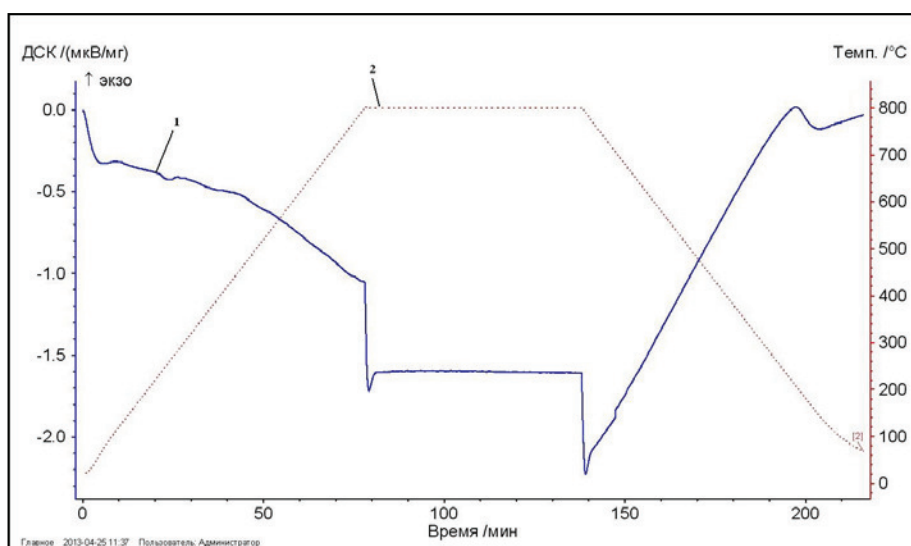


Рис. 12. Кривая ДСК образца из сплава SS316 L T=800°C $\tau=1$ ч., 1- кривая ДСК(t) 2 – температура(t) , где t- время в мин. $V_{\text{нагр}}=10\text{K/мин}$ $V_{\text{охл}}=10\text{K/мин}$

Из ДСК зависимостей, полученных при постоянной температуре, видно, что во время отжига тепловые эффекты не наблюдаются. Резкие изменения кривой возникают в результате смены режима печи (с постоянного нагрева на изотермическую выдержку и с изотермической выдержки на охлаждение). Так же было проверено, что небольшой провал кривой ДСК при охлаждении, начинающийся с температуры 200 °С, не связан с образцом, и совпадает с базовой линией.

На рисунке 13 мы видим отклонение экспериментальной кривой для аустенитного сплава, полученного методом СЛП от так называемой базовой кривой. На данном рисунке Молодежный научно-технический вестник ФС77-51038

также представлена рассчитанная площадь между экспериментальной кривой и базисной. Этот эффект составляет $\Delta H = 9186 - 1860 = 7326$ мДж (удельная теплота $(7326 \text{ мДж}) / 3.8 \text{ мг} = 1927.9 \text{ Дж/г}$) и наблюдается в интервале температур 300 °С-800 °С.

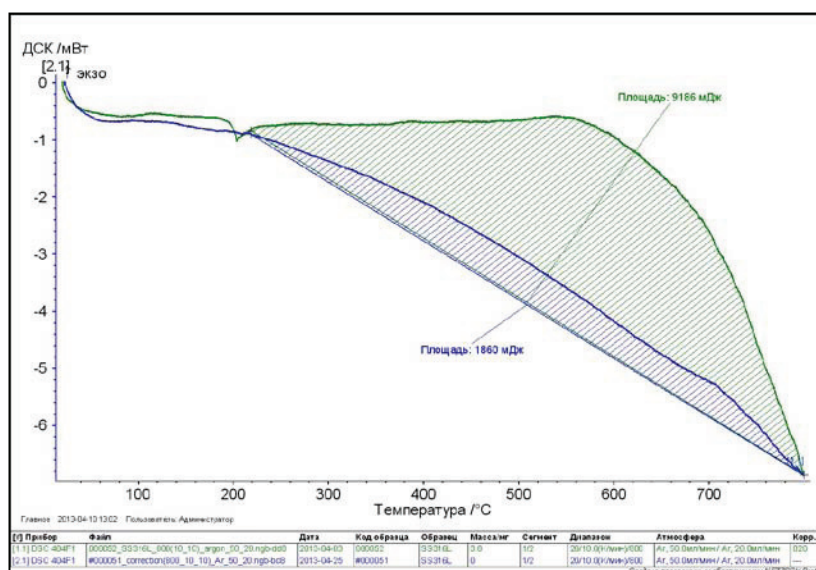


Рис. 13. Кривая ДСК, нагрев до 800. Зеленая – кривая ДСК образца Синяя – базовая линия

Выводы

1. Установлено, что при СЛП процессе в аустенитном сплаве формируется структура подобная деформационной ячеистой структуре. Ее формирование, по-видимому, связано со сверхбыстрым охлаждением сплава после лазерного воздействия.
2. По изменению значения микротвердости и микроструктуры сплава установлено, что данная ячеистая структура термически стабильна до 600 °С.

Список литературы

1. Нечаев В.В, Смирнов Е.А., Кохтев С.А., Калин Б.А., Полянский А.А., Стаценко В.И.. Физическое материаловедение: Учебник для вузов: в 6 т./Под общей ред. Калина Б.А. Том 2. Основы материаловедения, МИФИ, Москва, 2007. 608 с.
2. Уэндландт У. Термические методы анализа. Издательство «Мир», Москва 1978. 526 с.
3. I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, I. Smurov. / Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) pp.1624–1631.

4. I. Yadroitsev, Ph. Bertrand, B. Laget, I. Smurov “Application of laser assisted technologies for fabrication of functionally graded coatings and objects for the International Thermonuclear Experimental Reactor components”. Journal of nuclear materials 362(2007) pp. 189-196.