



СЕЛЕКТИВНЫЙ СИНТЕЗ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА: СТРУКТУРНЫЕ АСПЕКТЫ

Е.А.Лукина, к.т.н., Д.В.Зайцев, С.В.Сбитнева,
А.В.Заводов,
Всероссийский научно-исследовательский инсти-
тут авиационных материалов, (ФГУП "ВИАМ"),
Москва, Россия

Рассмотрены особенности формирования неравновесных структур в ходе селективного лазерного сплавления и последующей термообработки жаропрочного никелевого сплава системы Ni-Al-W-Co-Cr-Ti-Mo, применяемого для изготовления лопаток газотурбинного двигателя. Описано влияние траектории сканирования лазерного луча на качество получаемого материала.

ЗАМЕНА ТРАДИЦИОННЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ ОБРАБОТКИ

Технология "трехмерной печати" появилась в конце 80-х годов XX века. Пионером в этой области является компания 3D Systems, которая разработала первую коммерческую стереолитографическую машину Stereolithography Apparatus (1986 год). Широкое распространение цифровых технологий в области проектирования, моделирования и механообработки стимулировало взрывной характер развития технологий 3D-печати, и в настоящее время крайне сложно указать область материального производства, где в той или иной степени не использовались бы 3D-принтеры [1]. Аддитивные технологии (3D-печать) предполагают изготовление (построение) физического объекта (детали) методом послойного нанесения (добавления, англ. - "add") материала, в отличие от традиционных методов формирования детали, за счет удаления материала из массива заготовки. В стандарте ASTM F2792.1549323-1 аддитивные технологии определены как процесс объединения материала с целью создания объекта из данных 3D-модели, как правило, слой за слоем, в отличие от "вычитающих" производственных технологий [2]. Для порошковых материалов, а также металlopорошковых композиций применяют

SELECTIVE SYNTHESIS OF HEAT-RESISTANT NICKEL ALLOY: STRUCTURAL ASPECTS

E.A.Lukina, *Cand. of Sc.(Eng.)*, D.V.Zaitsev,
S.V.Sbitneva, A.V.Zavodov,
VIAM, Moscow, Russia

The peculiarities of formation of non-equilibrium structures in the course of selective laser sintering and subsequent heat treatment using Ni-Al-W-Co-Cr-Ti-Mo high-temperature nickel alloy are considered in this article. This nickel alloy is used in the industry to manufacture gas turbine engine blades. The laser beam scanning path influence on the resulting material quality is described.

REPLACEMENT OF CONVENTIONAL PROCESSING TECHNOLOGIES

The "three-dimensional printing" technology appeared in the late 80's of XX century. The pioneer company in this field was 3D Systems, which developed its first commercial stereolithography apparatus (1986). Wide distribution of digital technologies in the field of design, modeling and machining has stimulated the explosive nature of 3D-printing technologies development, and now it is extremely difficult to indicate the area of material production where 3D printers would not have been used to some extent [1]. Additive technologies (3D printing) presuppose the fabrication (construction) of a physical object (a part) by layer-by-layer application method, in contrast to conventional methods of forming a part, by removing material from the work-piece array. In ASTM F2792.1549323-1 standard, additive technologies are defined as a process of combining a material to create an object from 3D model data, usually layer by layer, in contrast to "subtractive" production technologies [2]. For powder materials, as well as for metallopowder compositions, the techniques related to the layer formation method for layer-by-layer deposition technology are used, "bed deposition", and assume the presence of a certain surface ("bed") on which a layer is firstly formed, and then the building material is selectively cured (fixed) in this layer. The term "selective synthesis" or "selective laser sintering" (SLS), if the "curing" tool is a laser, corresponds quite precisely to this technology.



технологии, относящиеся по методу формирования слоя к технологии послойного нанесения - "Bed Deposition" - и предполагает наличие некой поверхности ("bed"), на которой сначала формируют слой, а затем в этом слое выборочно отверждают (фиксируют) строительный материал. Указанной технологии достаточно точно соответствует термин "селективный синтез" или "селективное лазерное спекание" (СЛС) (SLS - Selective Laser Sintering), если "отверждающим" инструментом является лазер.

Интерес к аддитивным технологиям, т.е. к "непосредственному выращиванию" металлических изделий, возник, прежде всего, в авиационной промышленности, космической индустрии, энергетическом машиностроении и ряде других отраслей, требующих изготовления деталей сложной геометрии. Именно там эта технология наиболее актуальна и уже широко применяется в качестве альтернативы традиционным технологическим методам для производства не прототипов или опытных образцов, а вполне товарной продукции. Причем мотивацией здесь является не возможность создать что-то уникальное, с необычными свойствами, а экономическая целесообразность.

Для ответственных деталей авиационного назначения, изготовленных с применением аддитивных технологий особенно важно получить бездефектный материал, имеющий высокие эксплуатационные характеристики. Несмотря на высокую технологическую и экономическую привлекательность аддитивных технологий, далеко не ко всем металлическим материалам идеально подходит данная технология. Низкая свариваемость и сложность химического состава сплавов приводит к образованию горячих трещин и высокой пористости материала, полученного путем селективного сплавления. В ходе селективного синтеза происходит быстрая кристаллизация материала, которая сопровождается высокой скоростью охлаждения, в результате этого в материале формируется специфическая структура, которая имеет неравновесный характер. Структурно-фазовым состоянием такого материала возможно управлять при помощи различных технологических факторов. Одним из наиболее эффективных рычагов воздействия на структуру материала являются энергетические параметры лазера [3-5]. Приведены результаты рассмотрения особенностей формирования неравновесных структур в ходе селективного лазерного сплавления и последующей термообработки на при-

The interest in additive technologies, i.e., to the "direct growing" of metal items has arisen primarily in the aviation industry, space industry, power engineering and a number of other industries that require the production of parts of complex geometry. It is there where this technology is most relevant and is already widely used as an alternative to conventional technological methods for the production of rather commercial products than prototypes or test specimens. Furthermore, the motivation here is not the possibility to create something unique, with unusual properties, but economic expediency.

For critical aviation components manufactured using additive technologies, it is especially important to obtain a defect-free material with high performance characteristics. Despite the high technological and economic attractiveness of additive technologies, this technology is not ideal for all metal materials. Low weldability and complexity of the chemical composition of alloys lead to the formation of hot cracks and high porosity of the material obtained by selective fusion. In the course of selective synthesis, rapid crystallization of the material occurs, which is accompanied by a high cooling rate, as a result of which a specific structure is formed in the material, which has a non-equilibrium nature. The structural-phase state of such a material may be controlled by various technological factors. One of the most effective levers of influence on the structure of the material is the laser energy parameters [3-5].

The peculiarities of formation of non-equilibrium structures in the course of selective laser sintering and subsequent heat treatment using Ni-Al-W-Co-Cr-Ti-Mo high-temperature nickel alloy as an example are considered in this article.

THE ESSENCE OF THE PROCESS

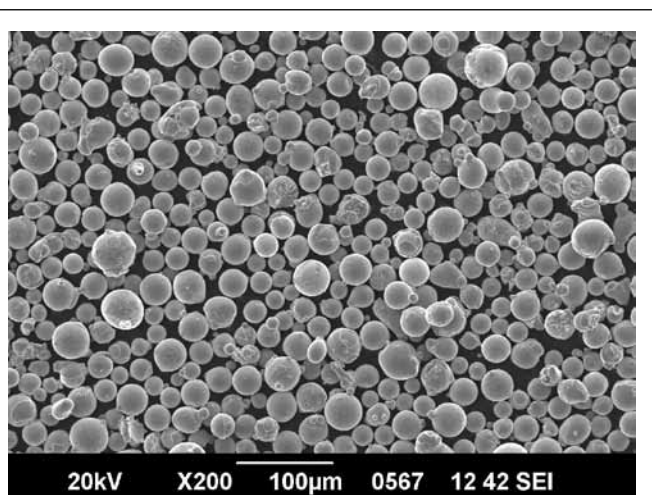
ZhS6K-VI high-temperature nickel alloy selected for research is used in the industry to manufacture gas turbine engine blades using equiaxed crystallization technology, i.e., the finished product, GTE blade, has a molded structure. It is known that ZhS6K-VI alloy is practically not welded, but in the heat-treated state it is strengthened by the γ' (Ni_3Al) phase. In view of this, when the granules of the alloy ZhS6K-VI are sintered, the resulting piece may contain cracks formed during the cooling of the material from the molten state. In order to establish the relationship between the quality of the resulting material and the features of its structure at all levels, from macro to nano, the samples of ZhS6K-VI alloy, synthesized

мере жаропрочного никелевого сплава системы Ni-Al-W-Co-Cr-Ti-Mo.

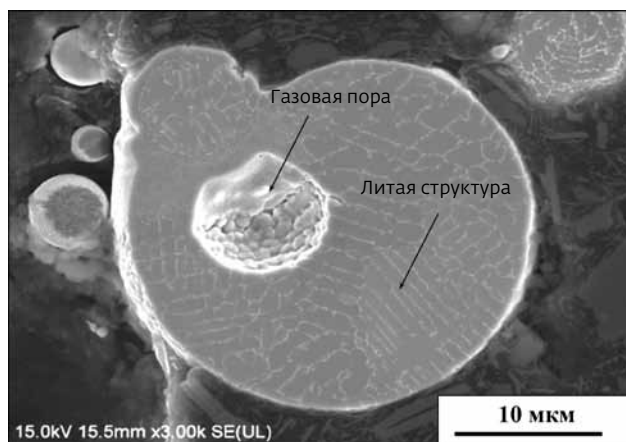
СУТЬ ПРОЦЕССА

Выбранный для исследования жаропрочный никелевый сплав ЖС6К-ВИ применяется в промышленности для изготовления лопаток газотурбинного двигателя по технологии равноосной кристаллизации, т.е. готовое изделие – лопатка ГТД – имеет литую структуру. Известно, что сплав ЖС6К-ВИ практически не сваривается, а в термообработанном состоянии упрочняется $\gamma'(\text{Ni}_3\text{Al})$ -фазой. Поэтому при сплавлении гранул из сплава ЖС6К-ВИ получившееся изделие может содержать трещины, образующиеся во время охлаждения материала из расплавленного состояния. С целью установления взаимосвязей качества получившегося материала с особенностями его структуры на всех уровнях: от макро- до нано- – проведены исследования образцов сплава ЖС6К-ВИ, синтезированных при различных технологических параметрах лазера, таких как мощность и скорость сканирования. Контроль за визуально обнаруживаемыми дефектами (трещинами), другими словами за качеством материала, делает наглядными получающиеся структурные зависимости. Качество, а значит и высокие эксплуатационные характеристики синтезированного материала, зависит, в том числе и от качества порошка. Сначала необходимо получить гранулы, минимально дефектные и нужного размера (рис.1). Порошок получают распылением струи жидкого расплава в атомайзере HERMIGA10/100VI (газовая атомизация). Размер гранул, применяемых в процессе СЛС, лежит в диапазоне от 10 до 40 мкм.

Образцы для исследований получены методом селективного лазерного сплавления СЛС на установке Concept Laser M2 Cusing. В инертной атмосфере азота происходило последовательное сплавление слоев порошинок лучом лазера, диаметром 50 мкм. Кроме исходного порошка на качество получаемого материала оказывает влияние траектория сканирования лазера. В зависимости от геометрии конечного изделия и свойств исходного материала применяются типы штриховки нескольких видов: простая линейчатая (сплошная однонаправленная штриховка), дискретная диагональная (штриховка отдельными областями, направление треков одинаковое) и разгрузочная (шахматная) штриховка – "меандры". Сплавление порошкового материала происходит в виде дорожки (трека), имеющей в плоскости, перпендикулярной плоскости, построения вид



a)



b)

Рис.1. Гранулы: а) фракционное распределение; б) строение гранулы

Fig. 1. Granules: a) fractional distribution; b) granule structure

at different laser processing parameters, such as power and scanning speed, were examined. Control over visible defects (cracks), in other words, the quality of the material, makes evident the resulting structural dependencies. Quality, and therefore high performance characteristics of the synthesized material, depends on the quality of the powder as well. First of all, it is necessary to obtain granules that are minimally defective and of the correct size (Fig. 1). The powder is produced by spraying a liquid melt jet in HERMIGA10/100VI atomizer (gas atomization). The size of the granules used in the SLS process is from 10 to 40 μm .

The samples for the research were obtained by the method of selective laser sintering (SLS) on Concept Laser M2 Cusing unit. In an inert nitrogen atmosphere, successive sintering of the powder layers with a laser

полукруга, который является фронтом кристаллизации или ванной расплава (рис.2).

По мере формирования образца методом 3D печати происходит сверхбыстрый нагрев локальных областей, а затем неравномерное охлаждение сплавляемых слоев. Это приводит к образованию неравновесных дисперсных структур. Стабилизация этих структур, а также оптимизация технологического процесса, в том числе адекватный подбор энергетических параметров лазера, является основой для получения бездефектного материала с высокими механическими характеристиками. Для того чтобы определить наиболее эффективные способы оптимизации, необходимо иметь ясное представление о процессах, происходящих "внутри" материала как в ходе синтеза, так и при последующих термообработках.

ВНУТРЕННЯЯ АРХИТЕКТУРА МАТЕРИАЛА И ЕЕ КОНТРОЛЬ

Эволюция структурных элементов как на микро-, так и на нано- уровне имеет ряд закономерностей. Например, структура для всех СЛС-материалов имеет определенную масштабную классификацию. Ванна расплава (фронт кристаллизации) – выявляется металлографически, ее кривизна и глубина зависят от теплоотвода, т.е. напрямую связаны с количеством закачиваемой энергии. На границе фронта растут столбчатые кристаллы, которые группируются в так называемые фрагменты. Внутри фрагмента все столбцы однонаправлены. В масштабе одного фрагмента в поперечном сечении структура имеет ячеистый вид (рис.3). Размер и равноосность ячеек также зависит от энергетического воздействия лазера в ходе СЛС.

Энергетические параметры лазера наряду с типом штриховки оказывают влияние на распределение напряжений, возникающих во время спекания материала, которое можно оценить по текстуре, т.е. взаимной ориентировке фрагментов [7, 8]. Применение последующей термообработки также изменяет текстурное состояние материала. Специальные методы изучения кристаллических материалов, к которым также относятся металлы, позволяют описать изменения состояния материала при различных воздействиях лазерного луча. Широко известный метод рентгеноструктурного анализа (РСА) позволяет оценить преобладающую ориентацию блоков, из которых состоит материал после сплавления путем построения распределения ориентаций в объеме кристалла (полюсные фигуры). Метод

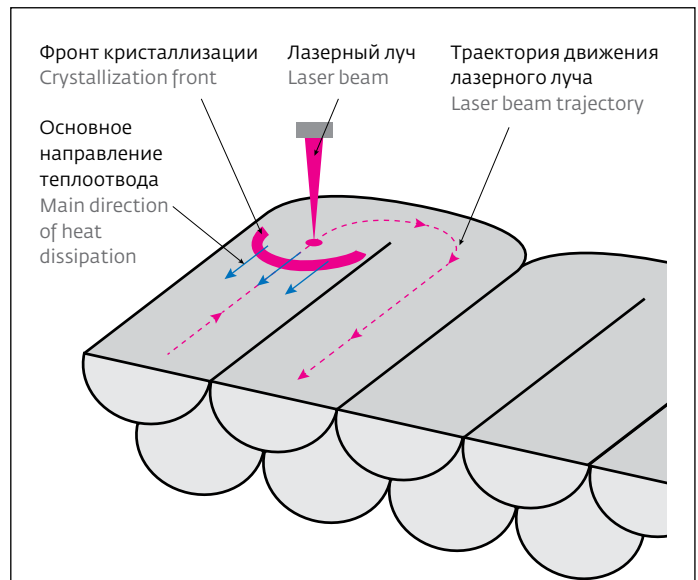


Рис.2. Схема процесса СЛС [6] и изображение ванн расплава
Fig. 2. Scheme of the SLS process [6] and molten pools

beam 50 μm in diameter occurred. In addition to the original powder, the quality of the resulting material is influenced by the laser beam scanning path. Depending on the geometry of the final product and the properties of the source material, several types of ruling are used: simple lined (solid unidirectional ruling), discrete diagonal (ruling by separate areas,

дифракции обратноотраженных электронов (EBSD – "electron back scattered diffraction) позволяет визуализировать относительное расположение элементов структуры при помощи цветокодировки. Приближение к одному из трех чистых цветов (красному, синему или зеленому) на изображении соответствует разворотам к основным направлениям кристаллической решетки отдельных блоков материала (рис.4). Сочетая эти методы, можно получить полную информацию о кристаллографических разориентировках в материале и оценить совершенство структуры (доля однонаправленных фрагментов, количество вновь зародившихся зерен, доля границ между блоками).

Еще более детальные исследования элементов структуры, такие как локальная взаимная ориентация фрагментов, состоящих из столбчатых кристаллов, пограничные зоны, виды образующихся фаз, а также распределение химических элементов в объеме столбчатых микрокристаллов (ячеек), проводятся с применением высоко разрешающих методов просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Метод с успехом зарекомендовал себя для решения задач, связанных с изучением наноразмерных объектов и позволяет изучать структуру материалов вплоть до атомного уровня (рис.5b). Явление дифракции и интерференции электронов как основа метода ПЭМ дает возможность получать изображения элементов кристаллической структуры в сверхвысоком разрешении (до 1Å). Так например, методами ПЭМ удалось установить, что границы столбчатых кристаллов внутри фрагментов декорированы карбидными прослойками и отдельными включениями дополнительных элементов. Подобные образования на границах ячеек сдерживают течение материала под нагрузкой, увеличивая эксплуатационные возможности материала. При этом в отличие от макроблоков, наблюдаемых выше, видимая кристаллографическая разориентировка субмикронных ячеек отсутствует (рис.5a).

Применение рентгеноспектрального микроанализа совместно с получением изображений структуры в ПЭМ позволило установить, что в объеме столбчатого кристаллита присутствуют микронеоднородности по основным легирующим элементам сплава. Граница ячеек обогащена хромом, титаном, вольфрамом и молибденом, которые входят в состав основных карбидов, а в объеме ячеек наблюдается неоднородное распределение алюминия, как наиболее подвижного элемента среди перечисленных (рис.6).

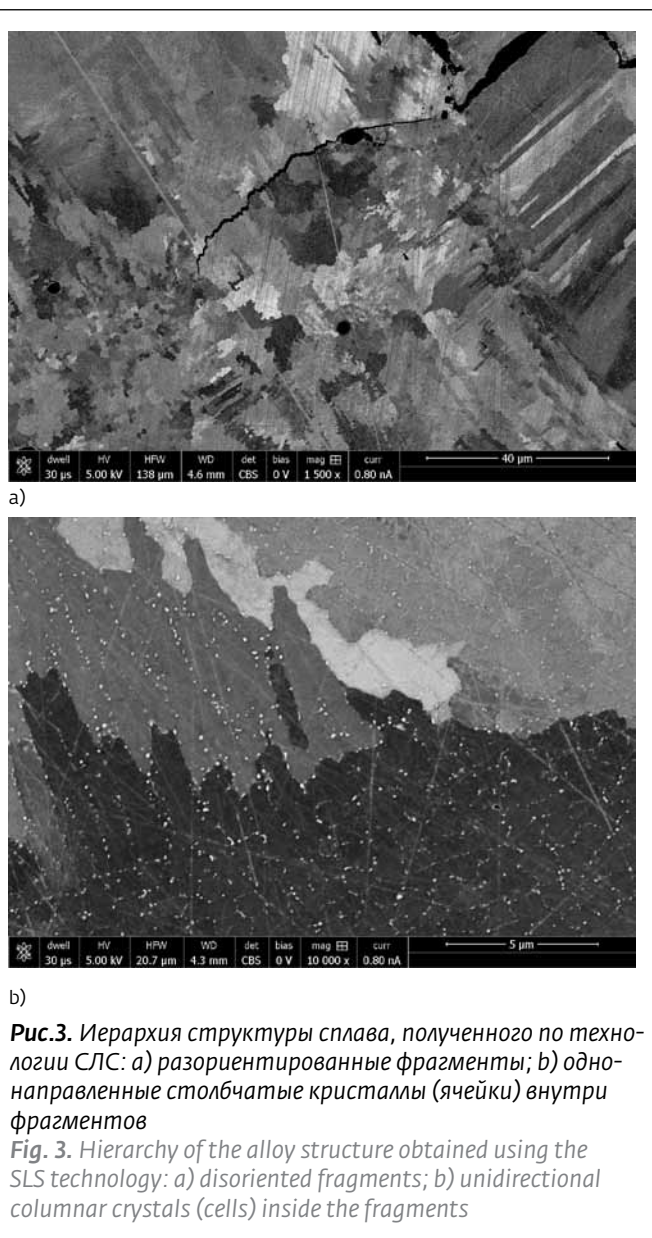


Рис.3. Иерархия структуры сплава, полученного по технологии СЛС: а) разориентированные фрагменты; б) однонаправленные столбчатые кристаллы (ячейки) внутри фрагментов

Fig. 3. Hierarchy of the alloy structure obtained using the SLS technology: а) disoriented fragments; б) unidirectional columnar crystals (cells) inside the fragments

the direction of tracks is the same) and unloading (checkered) ruling, "meanders". The sintering of the powder material takes place in the form of a track (tracks) having the form of a semicircle in the plane perpendicular to the construction plane, which is the crystallization front or the molten pool (Fig. 2).

As the sample is formed by the 3D printing method, ultra-rapid heating of local regions occurs, followed by uneven cooling of the fused layers. This leads to the formation of non-equilibrium disperse structures. Stabilization of these structures, as well as optimization of the technological process, including an adequate selection of the laser energy parameters, is the basis for obtaining a defect-free material with high mechanical characteristics. In

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ В ПРОЦЕССЕ СЛС И ПОСЛЕДУЮЩЕГО ОТЖИГА

Говоря о структурообразовании материалов, упрочняемых дисперсными неравновесными частицами γ' -фазы такого сплава, как например ЖС6К-ВИ, нельзя не остановиться на особенностях фазовых превращений непосредственно в ходе послойного синтеза с характерными нагревами прилежащих к зоне воздействия лазера слоев, а также после последующей термообработки [9-11]. В ходе исследований, проведенных методом ПЭМ на образцах, полученных при различных режимах СЛС, удалось обнаружить очень дисперсный распад с выделением γ' -фазы. Ее размер несколько варьируется в зависимости от режима СЛС, а также неравномерен по объему ячейки, что подтверждает данные рентгеноспектрального микроанализа.

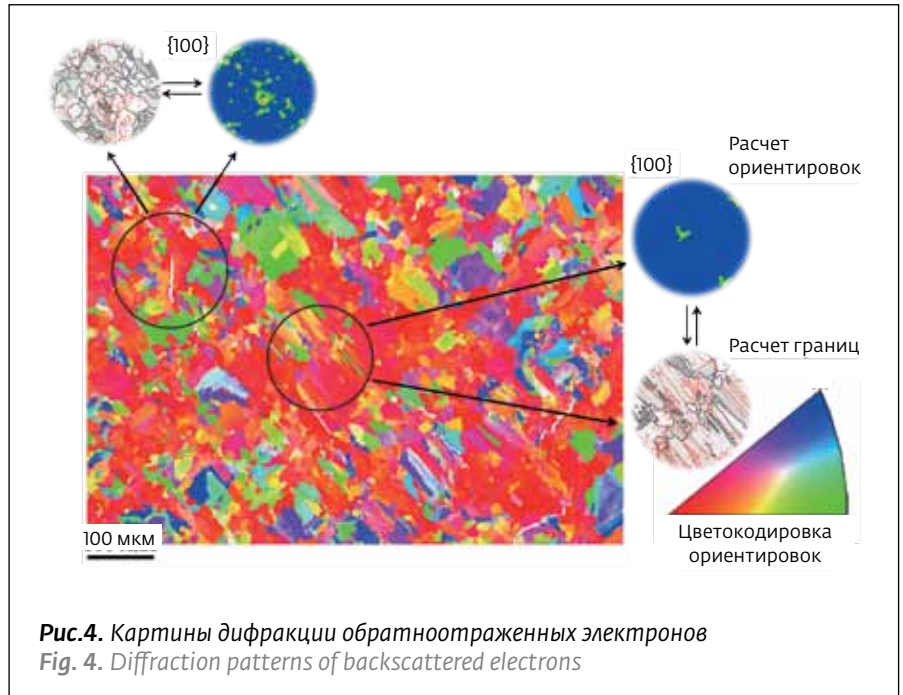


Рис.4. Картины дифракции обратноотраженных электронов
Fig. 4. Diffraction patterns of backscattered electrons

order to determine the most effective optimization methods, it is necessary to have a clear idea of the processes that take place "inside" the material, both during synthesis and subsequent heat treatments.

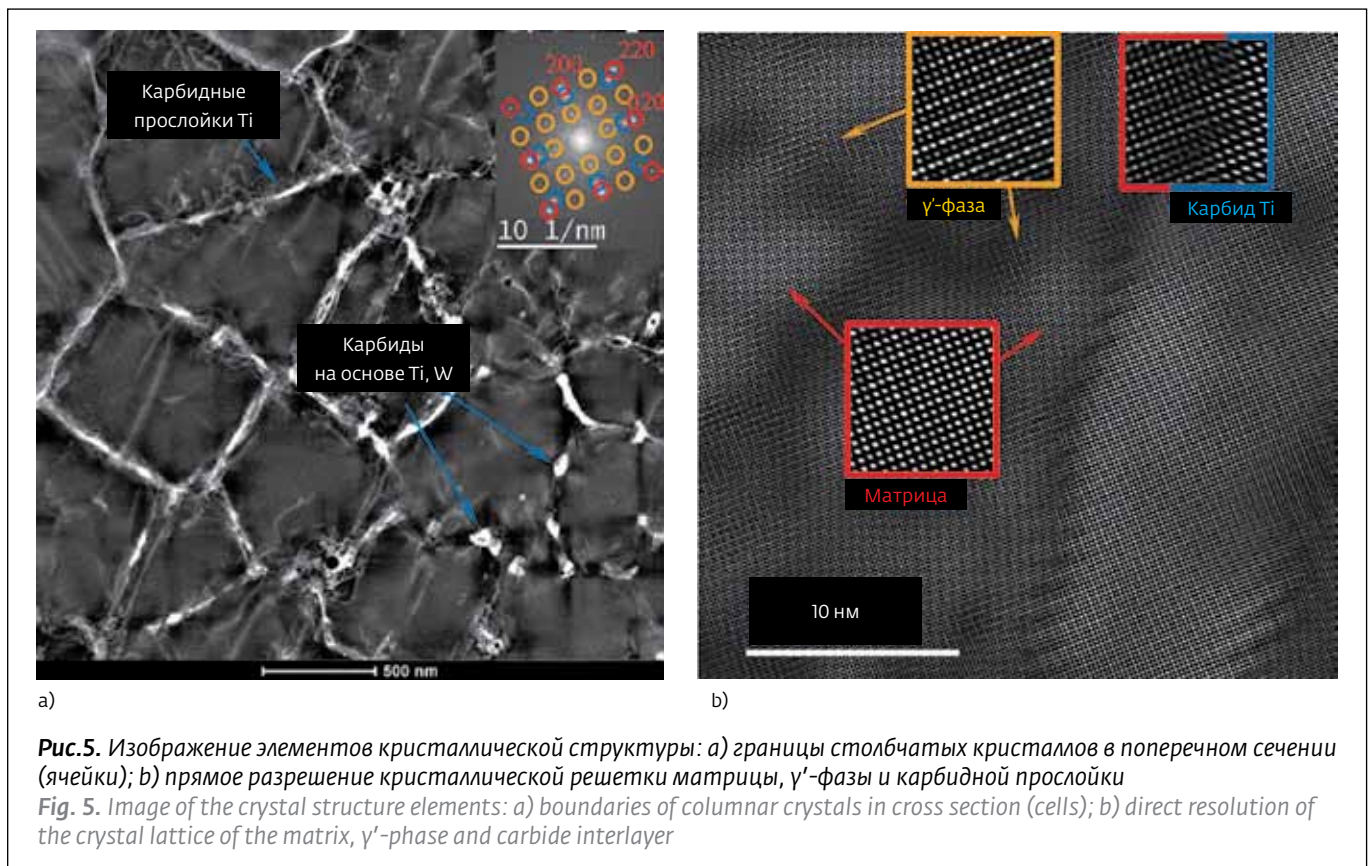


Рис.5. Изображение элементов кристаллической структуры: а) границы столбчатых кристаллов в поперечном сечении (ячейки); б) прямое разрешение кристаллической решетки матрицы, γ' -фазы и карбидной прослойки
Fig. 5. Image of the crystal structure elements: a) boundaries of columnar crystals in cross section (cells); b) direct resolution of the crystal lattice of the matrix, γ' -phase and carbide interlayer

Для литейных жаропрочных никелевых сплавов, вообще говоря, принято применять термическую обработку (отжиг). Это оправдано тем, что система находится в неравновесном состоянии (т.е. распад с выделением упрочняющей фазы прошел не до конца, и существует вероятность того, что это произойдет в процессе эксплуатации). Это весьма нежелательно, поскольку может привести к неконтролируемому изменению свойств материала. При проведении стандартной термообработки материала, полученного по технологии СЛС, оказалось, что структура, а именно γ' -фаза, имеет неоднородный характер выделения и несовершенную форму. Это говорит о том, что температуры полного растворения γ' -фазы для СЛС-материала и классического жаропрочного сплава различны. Для установления температур растворения и выделения фаз, другими словами температур фазовых превращений, был проведен дифференциально-термический анализ. Была установлена температура полного растворения фазы и температура начала плавления сплава. Температура термической обработки по режиму выбрана из интервала между этими двумя значениями температур. Она несколько отличается от стандартной температуры классического сплава, что позволяет получить однородную структуру СЛС-материала, содержащую кубоидную γ' -фазу без видимых процессов коагуляции (объединения частиц между собой) (рис.7).

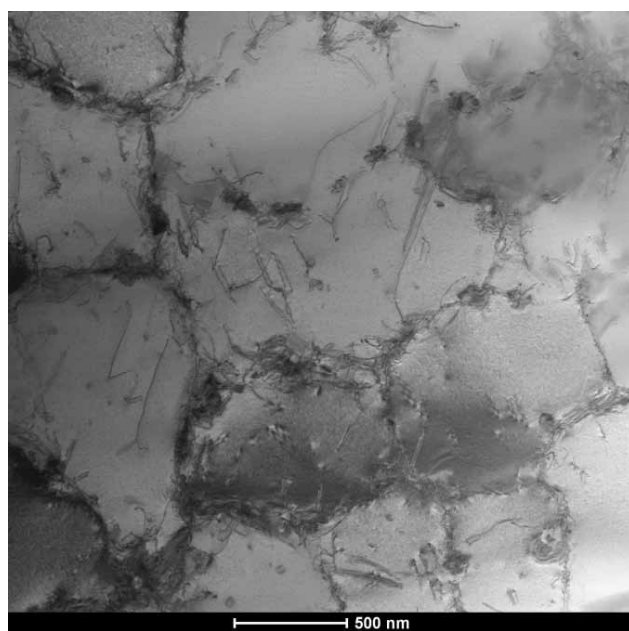
"ЗАЛЕЧИВАНИЕ" НЕСОВЕРШЕНСТВ ПОСЛЕ СИНТЕЗА

В ходе термообработки ячеистая структура преобразуется в однородную γ/γ' -структуру, но характер распределения карбидов повторяет форму исходных ячеек, образуя регулярную "каркасную" структуру. Таким образом, сетки из дисперсных карбидов в основном округлой формы совместно с частицами γ' -фазы образуют уникальную структуру, которая при высокой прочности имеет все основания оставаться весьма пластичной.

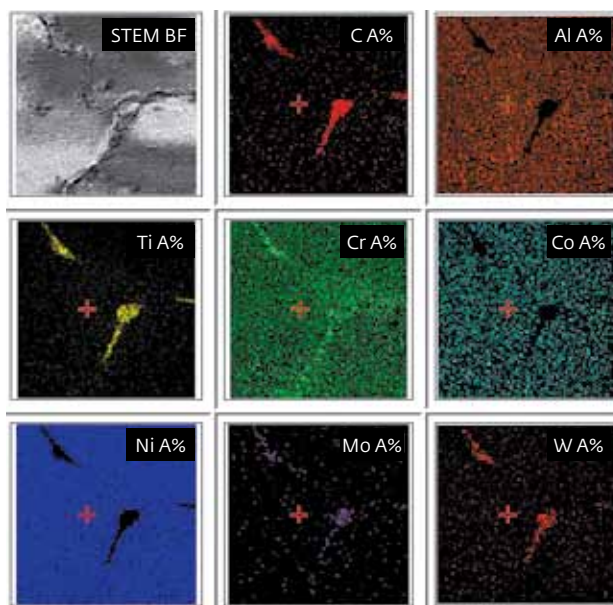
Комплекс исследований, описанный выше, применялся к образцам, синтезированным с применением различных параметров лазера. В итоге удалось установить, что с уменьшением количества закачиваемой в материал энергии и при применении максимально разгрузочных типов штриховки уменьшается объемная доля трещин в материале, они становятся уже. Кроме того, отмечен тот факт, что в ходе отжига часть трещин затягивается, следуя диффузионным законам, а увеличение времени отжига интенсифицирует этот процесс (рис.8).

MATERIAL INTERNAL ARCHITECTURE AND ITS CONTROL

The evolution of structural elements on both micro- and nano-level has a number of regularities. For example, the structure for all SLS materials has a certain scale



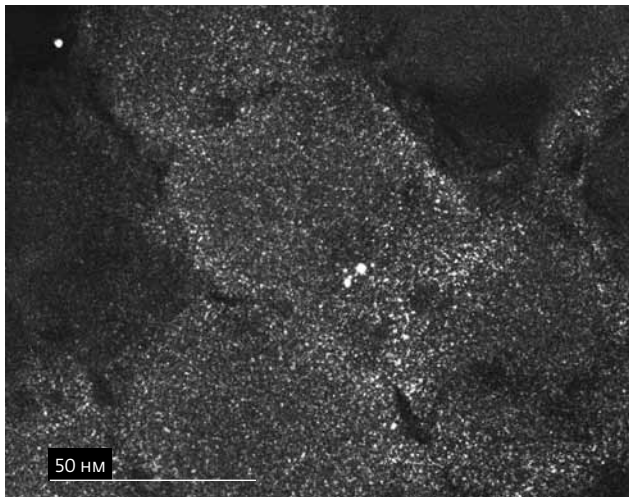
a)



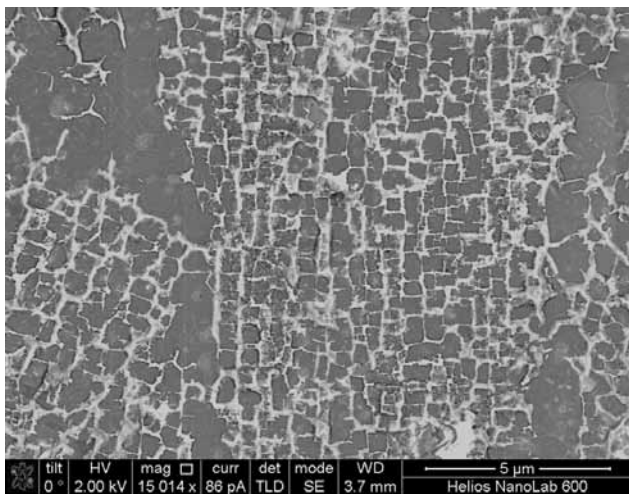
b)

Рис.6. Рентгеноспектральный микроанализ: а) изображение ячеистой структуры; б) карта распределения элементов вблизи границы ячейки

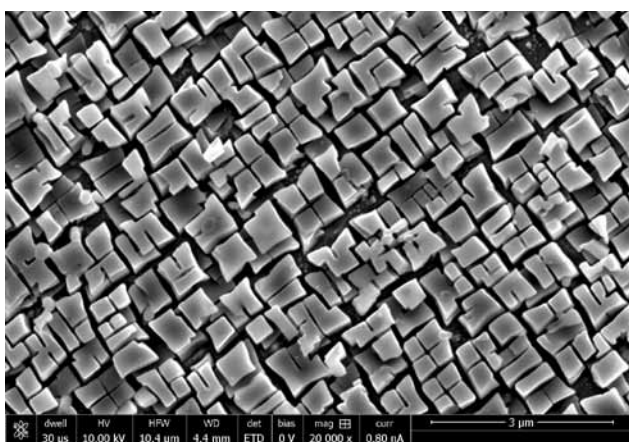
Fig. 6. X-ray spectral microanalysis: a) image of cellular structure; b) distribution map of elements near the cell boundary



a)



b)



c)

Рис.7. Морфология γ' -фазы: а) в состоянии после СЛС; б) неоптимизированный режим термической обработки; в) оптимизированный режим
Fig. 7. Morphology of γ' -phase: a) after SLS; b) non-optimized mode of heat treatment; c) optimized mode

classification. The molten pool (crystallization front) is detected metallographically, its curvature and depth depend on the heat sink, i.e., directly related to the amount of energy injected. The columnar crystals grow on the front border, which are grouped in so-called fragments. Within the fragment, all columns are unidirectional. To scale of one fragment in the cross section, the structure is cellular (Fig. 3). The size and the equiaxity of the cells also depend on the energy impact of the laser during the SLS.

The energy parameters of the laser, along with the type of ruling, affect the distribution of stresses arising during the sintering of the material, which can be estimated by texture, i.e., mutual orientation of fragments [7, 8]. The use of subsequent heat treatment also changes the material texture condition. Special methods for studying crystalline materials, which also include metals, allow us to describe the changes in the state of a material under various laser beam effects. The widely known method of X-ray structural analysis (X-ray diffraction method) makes it possible to evaluate the prevailing orientation of the blocks, constituting the material after sintering by constructing the orientation distribution in the crystal volume (pole figures). The method of electron back scattered diffraction (EBSD), allows us to visualize the relative arrangement of structural elements by means of color coding. Approach to one of the three pure colors (red, blue or green) in the image corresponds to the turns to the main directions of the crystal lattice of individual material blocks (Fig. 4). By combining these methods, one can obtain complete information about the crystallographic misorientations in the material and assess the perfection of the structure (the fraction of unidirectional fragments, the number of newly born grains, and the fraction of boundaries between the blocks).

Even more detailed studies of structural elements, such as local mutual orientation of fragments consisting of columnar crystals, boundary zones, types of phases formed, and the distribution of chemical elements in the volume of columnar microcrystals (cells) are carried out using high-resolution transmission electron microscopy (TEM). The method has successfully proved itself for solving problems related to the study of nanoscale objects, and allows us to study the structure of materials down to the atomic level (Fig. 5b). The phenomenon of diffraction and electron interference, as the basis of the TEM method, makes it possible to obtain images of the elements of the crystal structure in ultrahigh resolution (up to 1 Å). For example, using TEM methods, it was possible to establish that the boundaries of columnar crystals inside the fragments are decorated with carbide interlayers and separate

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Резюмируя все вышесказанное, можно сделать следующие выводы:

- для СЛС-материала характерна ячеистая структура, ячейками являются поперечные сечения столбчатых кристаллов;
- при отсутствии разориентировок между ячейками внутри фрагментов границами столбчатых кристаллов являются образования, содержащие карбиды преимущественно на основе Ti, интерметаллидные фазы, в состав которых входят Cr и Al, а также дислокационные скопления вблизи включений;
- материалу с наименьшей объемной долей трещин соответствует структура с равноосной ячейкой, размером менее микрона, граница которой определена дисперсными включениями карбидных и интерметаллидных фаз. В объеме такой ячейки неоднородности

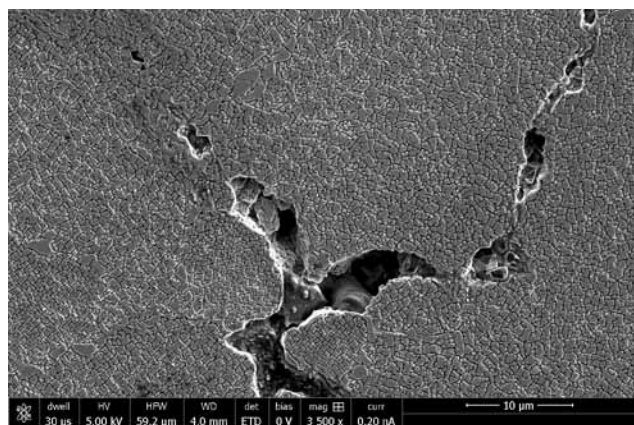
inclusions of additional elements. Such formations on the boundaries of cells restrain the flow of material under load, increasing the operational capabilities of the material. Furthermore, unlike the macroblocks observed above, there is no visible crystallographic misorientation of submicron cells (Fig. 5a).

The use of X-ray spectral microanalysis together with obtaining TEM images of the structure allowed us to establish that microheterogeneity of major alloying elements of the alloy are found within the scope of the columnar crystallites. The cell boundary is enriched in chromium, titanium, tungsten and molybdenum, which are part of the main carbides, and the heterogeneous distribution of aluminum is observed in the cell volume as the most mobile element among the listed ones (Fig. 6).

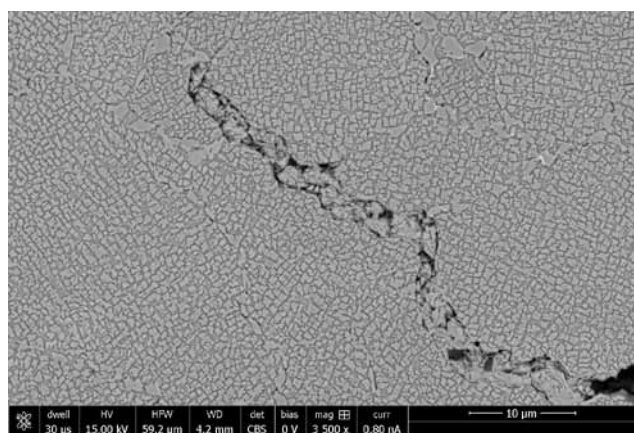
EVOLUTION OF THE STRUCTURE IN THE PROCESS OF SLS AND SUBSEQUENT ANNEALING

Talking about structure formation of the materials, hardened by dispersed non-equilibrium particles of γ' -phase of such alloy, as ZhS6K-VI, one cannot help but mention the features of phase transformations directly in the course of layer-by-layer synthesis with characteristic heating of the layers adjacent to the laser impact zone and also after the subsequent heat treatment [9–11]. In the course of the studies carried out by TEM method, very dispersed decomposition with the isolation of γ' -phase was observed on the samples obtained under various SLS modes. Its size varies somewhat depending on the SLS mode, and also uneven in the volume of the cell, which confirms the data of X-ray spectral microanalysis.

In general, it is customary to use heat treatment (annealing) for foundry heat-resistant nickel alloys. This is justified by the fact that the system is non-equilibrium (i.e., the decomposition with the release of the strengthening phase has not been completed, and it is likely that this will happen during operation, which is highly undesirable, since it can lead to an uncontrolled change in material properties). By applying the standard heat treatment to the material obtained using the SLS technology, it turned out that the structure, namely γ' -phase, has an inhomogeneous character of isolation and imperfect shape. This indicates that the temperatures of complete dissolution of γ' -phase for the SLS material and classical heat-resistant alloy are different. To determine the temperature of phase dissolution and isolation, or temperatures of phase transitions in other words, differential-thermal analysis was conducted. The temperature of complete dissolution phase and



a)



b)

Рис.8. "Залечивание" трещин в процессе вакуумной термической обработки: а) 4ч; б) 8ч

Fig. 8. "Healing" of cracks in the process of vacuum heat treatment: a) 4 h; b) 8 h



по γ' -образующим элементам Ti и Al – минимальны, распределение частиц γ' -фазы в объеме однородно;

- для стабилизации структуры жаропрочных никелевых сплавов, полученных по СЛС-технологии, необходима термическая обработка, которая производится в области температур гомогенизации сплава (отжиг). Особенностью СЛС материала является то, что при этом сохраняется исходная карбидная структура, которая характеризуется относительно равномерным распределением мелкодисперсных частиц в объеме материала. В результате частицы карбидов при термообработке становятся подложкой для формирования частиц упрочняющей γ' -фазы, создавая оригинальную внутреннюю архитектуру сплава, которая, в свою очередь, определяет уникальный комплекс свойств синтезированного материала. Кроме того, дополнительным эффектом финального отжига материала является диффузионное "залечивание" части трещин;
- особое внимание при оптимизации энергетических параметров лазера необходимо обратить на корреляцию между количеством

alloy melting start temperature was established. The heat treatment according to the mode was chosen based on the interval between these two temperatures, and differs somewhat from the standard temperature of the classical alloy and makes it possible to obtain a homogeneous structure of the SLS material containing cuboidal γ' -phase without visible coagulation processes (particle aggregation) (Fig. 7).

"HEALING" IMPERFECTIONS AFTER SYNTHESIS

During heat treatment, the cellular structure is transformed into a homogeneous γ/γ' -structure, but the nature of the carbide distribution repeats the shape of the original cells, forming a regular "skeleton" structure. Thus, meshes of dispersed carbides of basically round shape together with γ' -phase particles form a unique structure, which, while possessing high strength, has all the grounds to remain highly plastic.

Complex studies described above, were applied to the samples synthesized using different laser parameters. As a result, it was possible to establish that with a decrease in the amount of energy pumped into the material and when using the most unloading types of ruling, the volume fraction of cracks in the material



подведенной к материалу энергии, кристаллографической текстурой, долей высокоугловых границ и удельным количеством трещин в материале. Чем больше подведено энергии, тем выше термические напряжения, которые релаксируют путем образования трещин, и острее кристаллографическая текстура. Таким образом, текстурное состояние материала является структурно чувствительным параметром для оценки трещиностойкости материала.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Horn T.J., Harrysson O.L.A.** Overview of current additive manufacturing technologies and selected applications. – Science Progress, 2015, v. 95, Issue 3, p. 255+
2. **Y.J. Liu, S.J. Li, H.L. Wang, W.T. Hou, Y.L. Hao, R. Yang, T.B. Sercombe, L.C. Zhang** Microstructure, defects and mechanical behavior of beta-type titanium porous structures manufactured by electron beam melting and selective laser melting. – Acta Materialia, 2016, v.113, p.56–67.
3. **Харанжевский Е.И., Ипатов А.Г.** Структура и топография поверхностных слоев, полученных лазерным высокоскоростным спеканием порошков Fe-C-Ni, Fe-C-Cu. – Вестник удмуртского университета. Сер. "Физика и химия", 2010, № 4–1, с. 74–83.
4. **Кривилев М.Д., Харанжевский Е.В., Гордеев Г.А., Анкудинов В.Е.** Управление лазерным спеканием металлических порошковых смесей – Управление большими системами, 2010, вып. 31, с. 299–322.
5. **Евгенов А.Г., Лукина Е.А.** Особенности структуры жаропрочных сплавов на основе никеля, полученных методом селективного лазерного сплавления. – Вопросы материаловедения (в печати).
6. **Довбыш В.М., Забеднов П.В., Зленко М.А.** Аддитивные технологии и изделия из металла. – ГНЦ РФ ФГУП "НАМИ". URL: <http://www.nami.ru> (дата обращения: 10.10.2016).
7. **Неруш С.В., Евгенов А.Г., Ермолаев А.С., Рогалев А.М.** Исследование мелкодисперсного металлического порошка жаропрочного сплава на никелевой основе для лазерной LMD наплавки. – Вопросы материаловедения, 2013, № 4, с. 98–107.
8. **Сүфияров В.Ш., Попович А.А., Борисов Е.В., Полозов И.А.** Селективное лазерное плавление жаропрочного никелевого сплава. – Цветные металлы, 2015, № 1, с. 79–83.
9. **Гришаев Р.В., Мирзаде Ф.Х., Хоменко М.Д.** Моделирование фазовых переходов при селективном лазерном спекании методом инъекции порошков. – Перспективные материалы, 2013, № 14, с. 241–248.
10. **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.
11. **Parry L., Ashcroft I.A., Wildman R.D.** Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation. – Additive Manufacturing, 2016, v.12, p. 1–15.

decreases, they become narrower. Furthermore, it was noted that during the annealing, a part of the cracks is tightened following diffusion laws, and the increase in the annealing time intensifies this process (Fig. 8).

CONCLUSION

Summarizing all of the above, we can draw the following conclusions:

- SLS material is characterized by the cellular structure, the cells are the cross sections of columnar crystals,
- in the absence of misorientations between the cells within the fragments, the boundaries of columnar crystals are formations containing carbides predominantly based on Ti, intermetallide phases, which include Cr and Al, as well as dislocation clusters in the vicinity of inclusions,
- the material with the least volume fraction of cracks corresponds to a structure with an equiaxial cell less than a micron in size, the boundary of which is determined by the dispersed inclusions of carbide and intermetallic phases. In the volume of such a cell, the inhomogeneities with respect to γ' -forming elements of Ti and Al are minimal, the distribution of the particles of γ' -phase in the volume is homogeneous,
- to stabilize the structure of high-temperature nickel alloys obtained by the SLS technology, heat treatment is required which is performed in the area of alloy homogenization temperatures (annealing). The peculiarity of the SLS material is that at the same time the original carbide structure is kept, which is characterized by a relatively even distribution of fine particles in the material volume. As a result, carbide particles, when heat treated, become a substrate for the formation of particles of hardening γ' -phase, creating an original internal architecture of the alloy, which in turn determines the unique complex of properties of the synthesized material. Furthermore, the additional effect of the final annealing of the material is the diffusion "healing" of a part of cracks,
- special attention in optimizing the laser energy parameters should be paid to the correlation between the amount of the energy supplied into the material, crystallographic texture, high-angle boundaries and the specific number of cracks in the material. The more energy is supplied, the higher are the thermal stresses, relaxed by the formation of cracks, and the sharper is the crystallographic texture. Thus, the texture condition of the material is a structurally sensitive parameter for assessing the fracture toughness of the material.