Особенности градиентного материала на основе нержавеющей хромоникелевой стали и сплава X20H80, изготовленного методом электронно-лучевой 3D-печати

© 2021

Москвина Валентина Александровна^{*1,3}, младший научный сотрудник, аспирант *Мельников Евгений Васильевич*^{1,4}, младший научный сотрудник *Загибалова Елена Андреевна*^{1,2,5}, инженер, студент

¹Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск (Россия)

*E-mail: valya_moskvina@mail.ru

³ORCID: <u>https://orcid.org/0000-0002-6128-484X</u> ⁴ORCID: <u>https://orcid.org/0000-0001-8238-6055</u> ⁵ORCID: <u>https://orcid.org/0000-0002-2079-7198</u>

Аннотация: Основная проблема аддитивно изготовленных хромоникелевых аустенитных нержавеющих сталей, затрудняющая их использование и отличающая их от литых однофазных аналогов, – формирование двухфазной γ-аустенит/δ-феррит дендритной микроструктуры. Причинами формирования двухфазной структуры являются неравновесные условия кристаллизации, сложная термическая история и обеднение расплава по аустенитообразующим элементам (никелю и марганцу). Поэтому дополнительное легирование никелем при аддитивном производстве сталей может стабилизировать аустенитную структуру в заготовке. В работе с использованием электроннолучевого аддитивного производства с одновременной подачей двух проволок из аустенитной нержавеющей стали Fe-18,2Cr-9,5Ni-1,1Mn-0,7Ti-0,5Si-0,08С масс. % (АНС 08Х18Н10Т) и сплава 77,7Ni-19,6Cr-1,8Si-0,5Fe-0,4Zr масс. % (нихром, Х20Н80) были получены две градиентные заготовки с использованием различных стратегий подачи проволоки (первая стратегия – 4 слоя АНС/1 слой X20H80; вторая стратегия – 1 слой АНС/1 слой из смеси 80 % АНС + 20 % сплава Х20Н80). Установлено, что добавление нихрома в процессе электронно-лучевого аддитивного производства АНС 08X18H10T подавляет образование в ней δ-феррита и способствует стабилизации аустенитной фазы за счет легирования никелем. Добавление нихрома через последовательно нанесенные 4 слоя АНС приводит к неоднородности структуры и химического состава в заготовке, низкой пластичности и преждевременному разрушению образцов при испытаниях на одноосное растяжение. Последовательное чередование слоев из АНС и из смеси проволок АНС + сплав Х20Н80 способствует равномерному перемешиванию компонент двух проволок и формированию более однородной структуры в градиентной заготовке, что приводит к увеличению пластичности образцов без преждевременного разрушения при механических испытаниях.

Ключевые слова: аддитивные технологии; нержавеющая сталь; нихром; градиентный материал; одноосное растяжение; сканирующая электронная микроскопия; пластическая деформация.

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема № FWRW-2019-0030. Исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

Авторы благодарны д.ф.-м.н. Е.Г. Астафуровой, к.ф.-м.н. С.В. Астафурову, В.Е. Рубцову, С.Ю. Никонову, М.Ю. Панченко и К.А. Реуновой за помощь в проведении экспериментальных работ и полезные дискуссии.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Москвина В.А., Мельников Е.В., Загибалова Е.А. Особенности градиентного материала на основе нержавеющей хромоникелевой стали и сплава X20H80, изготовленного методом электронно-лучевой 3D-печати // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021. № 3. С. 57–66. DOI: 10.18323/2073-5073-2021-3-57-66.

введение

Аддитивное производство (АП) открывает множество возможностей для проектирования деталей различных форм и размеров [1], управления составом материала и скоростью изготовления изделий [2; 3], превосходя в этом отношении возможности традиционного литейного производства [3; 4]. С развитием методов АП ассортимент металлических материалов, пригодных для аддитивного производства, расширился и включает различные типы сталей, сплавы на основе железа, титана, никеля, алюминия, магния, меди и других материалов, согласно обзорным работам [5–7]. Низколегированные и высоколегированные стали являются основными конструкционными сплавами для промышленности, поэтому получение целостного представления о взаимосвязи микроструктуры, свойств, способа аддитивного производства и посттермических обработок аддитивно изготовленных аустенитных нержавеющих сталей представляет научный и практический интерес, как показано в работах [5–7]. Одной из основных проблем аддитивного производства аустенитных нержавеющих сталей (АНС) на хромоникелевой основе является формирование двухфазной γ-аустенит/δ-феррит дендритной микроструктуры в получаемых заготовках. Это отличает АНС, полученные методами АП, от литых аналогов с однофазной гомогенной структурой и ограничивает использование получаемых заготовок непосредственно после производства. Для формирования гомогенной однофазной структуры в заготовках, получаемых аддитивными методами, используют постпроизводственные термические обработки [8–10], изменяют состав исходного сырья (используют легирование Мо, Nb, Cu) [11; 12] или улучшают технологический режим производства заготовки [13; 14]. Эти подходы частично снижают содержание δ-феррита в аддитивно изготовленных хромоникелевых сталях, но могут способствовать образованию частиц [11; 12] или σ-фазы [13].

Высокотемпературный б-феррит образуется в структуре АП-заготовок из хромоникелевых сталей по нескольким причинам: 1) неравновесные условия кристаллизации; 2) многоцикловая (нагрев→охлаждение-нагрев) термическая история, в т. ч. высокая скорость охлаждения наплавленных слоев; 3) обеднение состава материала по аустенитообразующим элементам (Ni, Mn) во время АП по сравнению с составом исходного сырья [5; 7; 15]. Основными легирующими элементами замещения в АНС являются никель и хром. Никель упрочняет твердый раствор, стабилизует аустенитную структуру и повышает пластичность, а хром обеспечивает коррозионную стойкость и является стабилизатором ферритной фазы. Поддерживая определенную концентрацию этих элементов в Fe-Cr-Ni системе, можно регулировать различные механизмы кристаллизации АНС благодаря изменению соотношения хромового и никелевого эквивалентов Cr_{eq}/Ni_{eq} [16; 17]. В случае аддитивного производства АНС этого можно добиться, используя сырье с избыточным содержанием никеля или дополнительно подавая никель/никелевый сплав в ванну расплава с использованием двух податчиков проволоки (сырья) при изготовлении заготовки. Существует ограниченное количество работ по созданию градиентных по химическому составу АП-заготовок, получаемых при добавлении сплавов на основе Ni [18: 19] или сплавов системы Fe-Cr-Ni [20-22] при аддитивном производстве АНС. Результаты исследований [18-20] свидетельствуют о стабилизации аустенитной структуры нержавеющих сталей при избыточном содержании или добавлении никеля в процессе аддитивного изготовления. Например, в работе [19] при смешении порошков чистого никеля и нержавеющей стали в различных пропорциях получили градиентные заготовки с использованием технологии аддитивного послойного лазерного плавления. Авторы показали, что увеличение содержания Ni_x (x=3, 6, 9 масс. %) в AISI 304 АНС стабилизирует аустенитную структуру и изменяет механизм кристаллизации заготовки.

Цель исследования – установление фазового состава, микроструктуры, механических свойств и особенностей развития пластической деформации в градиентных материалах, полученных методом электронно-лучевого проволочного аддитивного производства, в зависимости от последовательности наплавления слоев из аустенитной нержавеющей стали 08Х18Н10Т и сплава Х20Н80.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для изготовления градиентных заготовок в виде стенок с размерами 110×25×5 мм использовали лабораторную установку для электронно-лучевого аддитивного производства (ЭЛАП). В качестве сырья для ЭЛАП использовали проволоки промышленного производства диаметром 1,2 мм с разным химическим составом: Fe-18,2Cr-9,5Ni-1,1Mn-0,7Ti-0,5Si-0,08С масс. % (АНС 08X18H10T) и 77,7Ni-19,6Cr-1,8Si-0,5Fe-0,4Zr масс. % (сплав Х20Н80). При ЭЛАП применяли следующие технологические параметры: ток пучка I=43 мA, ускоряющее напряжение U=30 кВ, скорость подачи проволоки V_w =3,6 мм/с, развертка луча в форме эллипса размером 3×4 мм, частота развертки 1 кГц. Процесс ЭЛАП происходил в вакуумной камере при давлении 1×10^{-3} Па. Подложка представляла собой пластину из нержавеющей стали с размерами 160×25×5 мм, и в процессе наплавления она принудительно не охлаждалась. При послойном наплавлении градиентных заготовок использовали одновременно два устройства подачи проволоки, что позволило формировать градиентные заготовки без остановки процесса ЭЛАП. Схема формирования градиентных заготовок (стенок) из аустенитной нержавеющей стали 08Х18Н10Т и нихрома при электронно-лучевом аддитивном производстве приведена на рис. 1. Послойное наплавление каждой заготовки начинали с одного прохода электронным пучком без подачи проволоки для очищения поверхности подложки от оксидов и формирования ванны расплава. Затем подавали стальную проволоку и формировали первые 5 стальных слоев в каждой заготовке для того, чтобы исключить влияние материала подложки на состав получаемой заготовки. В первой заготовке (рис. 1 а) последующие слои наносили в порядке чередования 4 слоя АНС проволоки и 1 слой нихрома. Эту последовательность повторяли до получения 25 слоев градиентного материала (далее по тексту эта стратегия роста заготовки обозначена как «4-АНС/1-Х20Н80»). Во второй заготовке (рис. 1 b) 25 слоев градиентного материала были получены при последовательном чередовании 1 слоя АНС и 1 слоя из смеси (С) проволок: 80% АНС+20% Х20Н80 (далее по тексту эта стратегия обозначена как «1-АНС/1-С»). В процессе ЭЛАП два податчика проволоки не только обеспечивали непрерывное осаждение проволок разного состава с чередованием слоев в первой заготовке, но и за счет разных скоростей подачи проволоки поддерживали постоянное соотношение состава слоев из 80 % АНС + 20 % Х20Н80 при изготовлении второй заготовки. Таким образом, с использованием различных стратегий роста были сформированы две градиентные стенки из 30 параллельных слоев каждая.

Для исследования микроструктуры и фазового состава из градиентных заготовок вырезали образцы размером 1×25×5 мм в поперечном сечении стенок. Для установления влияния схемы чередования слоев в стенках на их механические свойства вырезали плоские образцы в виде двойных лопаток вдоль направления роста заготовок (поперек слоев). Ориентация лопаток для растяжения относительно направления роста стенок показана на рис. 1 красными пунктирными линиями, рабочие части образцов всегда находились в зоне градиентного материала и не захватывали область подложки или переходной области между подложкой и градиентным материалом. После резки все образцы шлифовали на абразивных бумагах разной зернистости



Рис. 1. Схемы формирования градиентных заготовок (стенок) из аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T и сплава X20H80 при электронно-лучевом аддитивном производстве:

а – стенка «4-АНС/1-Х20Н80»; **b** – стенка «1-АНС/1-С».

Красная пунктирная линия указывает на ориентацию образцов для растяжения по отношению к направлению роста

Fig. 1. Diagrams of formation of gradient billets (walls) from austenitic stainless steel 08Cr18Ni10Ti

and Cr20Ni80 alloy during electron-beam additive production: **a** – "4-SS/1-Cr20Ni80" wall; **b** – "1-SS/1-Mixture" wall.

Red dotted line indicates the orientation of specimens for tension toward the growth direction

и электролитически полировали в растворе 25 г Cr₂O₃ + 210 мл Н₃РО₄. После полировки рабочая часть лопаток имела размеры 12×2,7×1,2 мм. Тесты на статическое одноосное растяжение до разрыва проводили на электромеханической установке LFM-125 (Walter + Bai AG) с начальной скоростью деформации 5×10⁻⁴ с⁻¹ при комнатной температуре. Для выявления особенностей развития пластической деформации в ЭЛАП-образцах часть образцов деформировали до є≈10 % с последующей разгрузкой. Микроструктуру градиентного материала в поперечном сечении заготовки и боковые поверхности аддитивно изготовленных образцов, подвергнутых растяжению, исследовали на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Zeiss Leo Evo 50 в режиме обратнорассеянных и вторичных электронов. Объемное содержание δ-феррита в поперечном сечении ЭЛАП-образцов измеряли с помощью универсального вихретокового прибора МВП-2М с шагом измерения 2 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Микроструктура и фазовый состав градиентных заготовок

В результате ЭЛАП, независимо от последовательности чередования слоев, в заготовках была сформирована макроскопически слоистая структура. В нижней части обеих градиентных стенок (в переходной зоне между градиентным материалом и подложкой) микроструктура типична для аддитивно изготовленных Fe-Cr-Ni сталей [9; 12; 15]. В этой области формируется двухфазная γ + δ дендритная микроструктура в результате неравновесных условий кристаллизации, циклического нагрева и охлаждения в процессе послойного нанесения материала и снижения концентрации аустенитообразующих элементов (Ni, Mn) по мере роста заго-

товки. Вытянутые зерна аустенита размером от 100 мкм до 1 мм содержат колонии дендритов δ -феррита размером 0,5–1,5 мкм (в ширину), которые ориентированы вдоль направления роста заготовки. Механизм кристаллизации и условия образования двухфазной структуры при аддитивном изготовлении АНС подробно описаны в работах [2; 5; 6].

В градиентной части заготовки, изготовленной с последовательностью роста «4-АНС/1-Х20Н80», наблюдается макроскопически слоистая структура с различной шириной слоев, выраженными границами между ними и разной морфологией дендритов в слоях. Добавление нихрома способствует формированию однофазной структуры аустенита (у-Fe) в такой заготовке. Обогащение никелем обеспечивает стабилизацию аустенитной фазы в областях между слоями нихрома за счет перемешивания компонентов проволок разного состава в ванне расплава, которая всегда затрагивает нижележащие слои. После кристаллизации никель также диффундирует (в твердой фазе) в окружающие слои при многократном нагреве заготовки в процессе ЭЛАП [18]. Слои, соответствующие подаче проволоки из сплава Х20Н80, имеют крупные вытянутые зерна ү-фазы с ячеистыми дендритами. Для этих областей с максимальной концентрацией Ni характерно большое количество вторичных фаз, обогащенных по Ni и Cr [18] (интерметаллиды Fe-Cr-Ni), и карбидов циркония (из-за присутствия Zr в составе промышленной проволоки, используемой для ЭЛАП). Наблюдаются и узкие слои АНС с неравноосными крупными зернами и ячеистыми дендритами внутри них, феррит в таких прослойках не формируется, т. е. они также оказываются обогащены никелем относительно состава используемой для ЭЛАП проволоки АНС 08Х18Н10Т. В этой заготовке добавление нихромового сплава через последовательно нанесенные 4 слоя стальной проволоки не обеспечивает полного перемешивания АНС и нихрома, и формирование макроскопически однородной по составу и морфологии структуры не происходит. Но, тем не менее, использование такой стратегии аддитивного производства заготовки подавляет образование в ней δ-феррита.

Градиентный материал, полученный с использованием стратегии роста «1-АНС/1-С», на макроскопическом уровне имеет более однородную структуру. В материале формируются крупные столбчатые зерна аустенита с размером от 100 мкм до 1 мм в поперечном сечении. Они вытянуты на несколько миллиметров вдоль направления роста заготовки и имеют ячеистое дендритное строение. Элементный состав градиентного материала соответствует составу проволоки АНС, используемой для аддитивного роста, но количественное содержание хрома и никеля в нем выше - Fe-(18-20)Cr-(16-17)Ni-0,6Mn-0,5Ti-0,7Si (масс. %). Равномерное распределение и перемешивание компонент нихрома и стальной проволоки при такой стратегии АП способствует повышению концентрации никеля в 2 раза (по сравнению с исходным составом АНС), стабилизирует аустенитную структуру в градиентной ЭЛАП-заготовке и способствует формированию более однородной структуры по сравнению с градиентной стенкой «4-АНС/1-Х20Н80» (на микроскопическом и макроскопическом уровнях). В структуре таких образцов также наблюдаются крупные карбиды циркония, но они однородно распределены по объему заготовки.

Результаты измерения объемного содержания δ-феррита в градиентных стенках «4-АНС/1-Х20Н80» и «1-АНС/1-С» согласуются с данными анализа микроструктуры. Для обоих типов полученных при ЭЛАП градиентных стенок профили распределения объемной доли δ-феррита по высоте заготовки близки. В нижних частях заготовок с двухфазной областью АНС (первые 5-8 слоев) содержание б-феррита составляет 6-15 %. После полмешивания нихрома в оба типа заготовок объемная доля б-феррита по высоте заготовок постепенно снижается до нуля на расстоянии от подложки ≈8 мм. Таким образом, магнитофазовый анализ подтвердил данные микроструктурных исследований о подавлении формирования ферромагнитной δ-фазы в стальных заготовках, полученных при комбинировании проволок АНС и нихрома.

Механические свойства и закономерности пластической деформации градиентных заготовок

На рис. 2 приведены диаграммы растяжения исследуемых ЭЛАП-образцов в инженерных и истинных координатах. Для аддитивно изготовленной стенки «1-АНС/1-С» характерно типичное для ГЦК-сплавов деформационное поведение, кривая течения имеет стадийность, аналогичную литым АНС [23–25]. Образцы имеют высокую пластичность, значение удлинения до разрушения (δ) достигает 54 %, но их прочностные свойства ниже, чем у литой АНС 12Х18Н10Т после закалки на аустенит (предел текучести $\sigma_{0,2}$ =148±2 МПа, предел прочности σ_{e} =376±5 МПа для стали, полученной аддитивным методом, $\sigma_{0,2}$ =170 МПа и σ_{e} =540 МПа для стали, полученной традиционным литьем) [25]. Для образцов градиентной стенки «4-АНС/1-Х20Н80» напряжения течения при деформации выше, чем для образцов стенки «1-AHC/1-С». Величина их предела текучести $\sigma_{0,2}$ =157±2 МПа ближе к значениям для АНС, полученной традиционными методами, но пластичность таких образцов очень низкая – δ =12 % (рис. 2 a, 2 b).

Коэффициенты деформационного упрочнения (КДУ) отличаются для ЭЛАП-образцов, полученных с использованием разных комбинаций проволок (рис. 2). Для образцов «4-АНС/1-Х20Н80» значения КДУ выше θ=dσ/dε=840-1760 МПа, чем для образцов, полученных с использованием режима «1-АНС/1-С» (0=680-1280 МПа). Для последних на зависимости $d\sigma/d\epsilon(\epsilon)$ наблюдается протяженная стадия линейного упрочнения, которая не выявляется для образцов «4-АНС/1-Х20Н80» из-за их преждевременного разрушения (рис. 2 с). На кривых течения, представленных в логарифмических координатах $ln(\sigma)(ln(\varepsilon))$, для обоих типов образцов можно выделить две стадии с различными показателями упрочнения (n), которые свидетельствуют о смене механизмов деформации и/или изменении типа дислокационной структуры в образцах в процессе пластической деформации (рис. 2 d). Сопоставление данных на рис. 2 d указывает на близкую стадийность и свидетельствует об общности закономерностей пластического течения в двух типах образцов. Показатели *п* для обеих стадий и степень деформации, при которой происходит переход ко второй стадии пластической деформации, различаются не принципиально для исследуемых образцов, но для стали, полученной по стратегии «1-АНС/1-С», они все-таки выше.

СЭМ-изображения боковых поверхностей ЭЛАПобразцов, деформированных до ε =10 % и до разрушения, представлены на рис. 3 и рис. 4 соответственно.

Деформированные до 10 % ЭЛАП-образцы характеризуются неоднородным рельефом на боковой поверхности, на которой видны вытянутые по направлению оси растяжения крупные зерна аустенита. Внутри зерен видны следы множественного скольжения, а также микро- и макрополосы деформации (рис. 3). Образование полос скольжения и локализация деформации ЭЛАП-образцов происходит так же, как и у крупнокристаллических или монокристаллических АНС с планарной дислокационной структурой [23; 25] (рис. 3 d). Макроскопическая и микроскопическая неоднородность структуры образцов «4-АНС/1-Х20Н80» вызывает формирование микроскопических трещин вдоль границ зерен, этому способствует большое количество зернограничных вторичных фаз (рис. 3 а, 3 с). Образцы «1-АНС/1-С» деформируются более однородно (рис. 3 b, 3 d), при є=10 % не происходит формирования микроскопических трещин вдоль границ аустенитных зерен.

С точки зрения макроскопической деформации при растяжении до разрушения рабочая часть образцов «1-AHC/1-С» деформировалась более равномерно по сравнению с образцами «4-AHC/1-X20H80» (рис. 4 а, 4 b). На боковой поверхности разрушенных образцов «1-AHC/1-С» деформационный рельеф однородный и видны вытянутые вдоль оси растяжения отдельные «столбчатые» зерна, целостность которых не нарушалась в процессе деформации (рис. 4 b). Однако происходит растрескивание образцов вдоль границ зерен



Puc. 2. Кривые течения в инженерных (a) и истинных (b) координатах,
зависимость коэффициента деформационного упрочнения от степени деформации (c)
и истинные кривые течения в логарифмических координатах (d)
для исследуемых ЭЛАП-образцов при растяжении
Fig. 2. Flow curves in engineering (a) and true (b) coordinates,
the dependence of the strain-hardening coefficient on the true strain (c)
and true flow curves in logarithmic coordinates (d) for the EBAM-specimens under the tensile tests

с вторичными фазами (рис. 4 d). Трещины вдоль границ столбчатых зерен возникают на поздних стадиях развития пластической деформации, но они не вызывают преждевременного разрушения образцов. Эти факторы обеспечивают высокую пластичность образцов из заготовки «1-AHC/1-С».

В образцах «4-АНС/1-Х20Н80», деформированных до разрушения, деформационный рельеф макроскопически неоднородный по всей рабочей части (рис. 4 а). Это связано с макроскопически неоднородной, слоистой структурой, формируемой в них и описанной выше. Многочисленные микроскопические трещины в образце «4-АНС/1-Х20Н80» распространяются вдоль границ столбчатых аустенитных зерен (рис. 4 с) и вдоль границ отдельных слоев заготовки (стрелки на рис. 4 а). Такое интенсивное растрескивание приводит к преждевременному разрушению образцов из заготовки «4-АНС/1-Х20Н80».

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Независимо от стратегии чередования слоев из аустенитной нержавеющей стали 08Х18Н10Т и сплава Х20Н80 в заготовках, добавление нихрома в процессе электронно-лучевого аддитивного производства нержавеющей стали 08Х18Н10Т способствует стабилизации аустенитной фазы за счет легирования никелем и подавляет образование ферритной фазы в заготовках.

Образцы из заготовки, полученной при электроннолучевом аддитивном производстве со стратегией чередования 1 слоя сплава X20H80 через 4 слоя АНС проволоки («4-AHC/1-X20H80») обладают низкой пластичностью ($\delta \approx 12$ %) и характеризуются преждевременным разрушением из-за образования трещин вдоль границ зерен и между отдельными слоями при растяжении образцов. При применении стратегии наплавления «1-AHC/1-80 % AHC + 20 % X20H80» при аддитивном производстве полученные образцы обладают высокой пластичностью ($\delta \approx 54$ %) и близкой к литым



 Puc. 3. СЭМ-изображения боковых поверхностей ЭЛАП-образцов «4-АНС/1-Х20Н80» (a, c) и «1-АНС/1-С» (b, d) после 10 % деформации растяжением.
СЭМ-изображения получены в режиме обратнорассеянных электронов Fig. 3. SEM-images of side surfaces of the "4-SS/1-Cr20Ni80" (a, c) and "1-SS/1-Mixture" (b, d) EBAM-specimens after 10 % tensile deformation. SEM-images are produced in the back-scattered electron mode

аустенитным нержавеющим сталям стадийностью пластического течения при растяжении.

Приведенные выше различия в пластических характеристиках ЭЛАП-образцов связаны с макроскопической неоднородностью структуры, сформированной при аддитивном изготовлении с разной стратегией добавления нихрома к нержавеющей стали в градиентных заготовках. При аддитивном изготовлении более однородная структура и химический состав в ЭЛАП-заготовке «1-АНС/1-С» обеспечены более высокой степенью смешивания нихрома с аустенитной нержавеющей сталью. Наряду со стабилизацией аустенитной структуры, это обеспечивает высокие пластические свойства образцов. Напротив, при низкой степени смешивания нихрома со стальной проволокой в стенке «4-АНС/1-Х20Н80» образование отдельных макроскопических прослоек материала с разным химическим составом сопровождается преждевременным разрушением образцов.

Результаты магнитофазового анализа показали, что в процессе пластического течения в образцах «4-AHC/1-X20H80» и «1-AHC/1-С» не образуется деформационного α'-мартенсита, характерного для деформации стали 12Х18Н10Т, полученной традиционными литьем и термообработками [25]. Это вызвано стабилизацией аустенитной фазы за счет повышенного содержания никеля в заготовках, полученных аддитивным методом. Стадийность пластического течения полученных таким методом сталей и увеличение коэффициента упрочнения не обусловлены деформационным $\gamma \rightarrow \alpha'$ фазовым переходом, а вызваны, вероятно, изменениями дислокационной структуры в процессе пластической деформации ЭЛАП-образцов.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе с использованием электронно-лучевого аддитивного производства с двухпроволочной подачей в зависимости от последовательности наплавления слоев из аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T и сплава X20H80 были получены две градиентные заготовки. Установлено, что добавление нихрома в процессе электронно-лучевого аддитивного производства аустенитной нержавеющей стали (АНС) 08X18H10T подавляет образование в ней δ-феррита, присущего аддитивно изготовленным АНС, и способствует стабилизации



Рис. 4. СЭМ-изображения боковых поверхностей ЭЛАП-образцов «4-АНС/1-Х20Н80» (**a**, **c**) и «1-АНС/1-С» (**b**, **d**) после растяжения до разрушения вблизи области разрыва. СЭМ-изображения получены в режиме вторичных электронов **Fig. 4.** SEM-images of side surfaces of the "4-ASS/1-H20Ni80" (**a**, **c**) and "1-SS/1-Mixture" (**b**, **d**) EBAM-specimens after tension until the fracture near the rupture area. SEM-images are produced in the secondary electron mode

аустенитной фазы за счет легирования никелем независимо от стратегии чередования слоев из АНС и нихрома в заготовках. Экспериментально установлено, что структура, механические свойства и особенности развития пластической деформации образцов существенно зависят от стратегии чередования слоев из аустенитной нержавеющей стали 08X18H10T и нихрома при электронно-лучевом аддитивном производстве градиентных заготовок.

В аддитивно изготовленной заготовке стратегия наплавления «4-АНС/1-Х20Н80» не обеспечивает полного перемешивания проволок АНС и сплава Х20Н80 и формирования макроскопически однородной по химическому составу и морфологии структуры. В таких заготовках неоднородность структуры приводит к образованию трещин вдоль границ зерен и между отдельными слоями и сопровождается низкой пластичностью (δ≈12 %) и преждевременным разрушением образцов при растяжении.

Применение стратегии наплавления «1-АНС/1-80 % АНС + 20 % X20H80» при аддитивном производстве приводит к равномерному распределению и перемешиванию компонент нихрома со стальной проволокой,

 руктуры. В таких і приводит к обраи между отдельой пластичностью
Јournal of Materials Engineering and Performance. 2014. Vol. 23. № 6. Р. 1917–1928. DOI: <u>10.1007/s11665-</u> <u>014-0958-г</u>.
Li N., Huang S., Zhang G., Qin R., Liu W., Xiong H.,

растяжении.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

DOI: 10.1051/meca/2012003.

 Li N., Huang S., Zhang G., Qin R., Liu W., Xiong H., Shi G., Blackburn J. Progress in Additive Manufacturing on New Materials // Journal of Materials Science and Technology. 2019. Vol. 35. № 2. P. 242–269. DOI: <u>10.1016/j.jmst.2018.09.002</u>.

формированию более однородной структуры и химиче-

ского состава в градиентной заготовке. Наряду со ста-

билизацией аустенитной структуры, это обеспечивает

высокую пластичность образцов (б≈54 %) и близкую

к литым АНС стадийность пластического течения при

1. Vayre B., Vignat F., Villeneuve F. Metallic additive

2. Frazier W.E. Metal Additive Manufacturing: A Review //

manufacturing: state-of-the-art review and prospects //

Mechanics and Industry. 2012. Vol. 13. № 2. P. 89–96.

4. Utela B., Storti D., Anderson R., Ganter M. A review of process development steps for new material systems in

three dimensional printing (3DP) // Journal of Manufacturing Processes. 2008. Vol. 10. № 2. P. 96–104. DOI: <u>10.1016/j.jmapro.2009.03.002</u>.

- Bajaj P., Hariharan A., Kini A., Kürnsteiner P., Raabe D., Jägle E.A. Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties // Materials Science and Engineering: A. 2020. Vol. 772. Article number 138633. DOI: <u>10.1016/j.msea.2019.138633</u>.
- Herzog D., Seyda V., Wycisk E., Emmelmann C. Additive manufacturing of metals // Acta Materialia. 2016. Vol. 117. P. 371–392. DOI: <u>10.1016/j.actamat.2016</u>. <u>07.019</u>.
- Gorsse S., Hutchinson C., Goune M., Banerjee R. Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys // Science and Technology of Advanced Materials. 2017. Vol. 18. № 1. P. 584–610. DOI: 10.1080/14686996.2017.1361305.
- Chen N., Ma G., Zhu W., Godfrey A., Shen Z., Wu G., Huang X. Enhancement of an additive-manufactured austenitic stainless steel by post-manufacture heattreatment // Materials Science and Engineering: A. 2019. Vol. 759. P. 65–69. DOI: <u>10.1016/j.msea.2019</u>. <u>04.111</u>.
- Astafurova E.G., Panchenko M.Yu., Moskvina V.A., Maier G.G., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Fortuna A.S., Reunova K.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Microstructure and grain growth inhomogeneity in austenitic steel produced by wire-feed electron beam melting: The effect of post-building solid-solution treatment // Journal of Materials Science. 2020. Vol. 55. № 22. P. 9211–9224. DOI: 10.1007/s10853-020-04424-w.
- Chen X., Li J., Cheng X., Wang H., Huang Zh. Effect of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel 316L using arc additive manufacturing // Materials Science and Engineering: A. 2018. Vol. 715. P. 307–314. DOI: <u>10.</u> 1016/j.msea.2017.10.002.
- 11. Cristobal M., San-Martin D., Capdevila C., Jiménez J.A., Milenkovic S. Rapid fabrication and characterization of AISI 304 stainless steels modified with Cu additions by additive alloy melting (ADAM) // Journal of Materials Research and Technology. 2018. Vol. 7. № 4. P. 450– 460. DOI: <u>10.1016/j.jmrt.2017.12.001</u>.
- 12. Panchenko M.Yu., Astafurova E.G., Moskvina V.A., Maier G.G., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Reunova K.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. The effect of niobium on microstructure and mechanical properties of austenitic CrNi steel produced by wire-feed electron beam additive manufacturing // Nanoscience and Technology. 2020. Vol. 11. № 2. P. 109–118. DOI: <u>10.1615/</u> <u>NanoSciTechnolIntJ.2020033953</u>.
- 13. Yadollahi A., Shamsaei N., Thompson S.M., Seely D.W. Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel // Materials Science and Engineering: A. 2015. Vol. 644. P. 171–183. DOI: <u>10.1016/j.msea.2015.07.056</u>.
- 14. Wang Z., Palmer T.A., Beese A.M. Effect of processing parameters on microstructure and tensile properties of austenitic stainless steel 304L made by directed energy deposition additive manufacturing // Acta Materialia.

2016. Vol. 110. P. 226–235. DOI: <u>10.1016/j.actamat.</u> <u>2016.03.019</u>.

- 15. Melnikov E.V., Astafurova E.G., Astafurov S.V., Maier G.G., Moskvina V.A., Panchenko M.Yu., Fortuna S.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Anisotropy of the tensile properties in austenitic stainless steel obtained by wire-feed electron beam additive growth // Letters on Materials. 2019. Vol. 9. № 4. P. 460–464. DOI: 10.22226/2410-3535-2019-4-460-464.
- 16. Suuatala N., Takalo T., Moisio T. The relationship between solidification and microstructure in austenitic and austenitic-ferritic stainless steel welds // Metallurgical Transactions A. 1979. Vol. 10. № 4. P. 512–514. DOI: <u>10.1007/BF02697081</u>.
- Elmer J.W., Allen S.M., Eagar T.W. Microstructural development during solidification of stainless steel alloys // Metallurgical Transactions A. 1989. Vol. 20. № 10. P. 2117–2131. DOI: 10.1007/BF02650298.
- 18. Moskvina V.A., Melnikov E.V., Panchenko M.Yu., Maier G.G., Reunova K.A., Astafurov S.V., Kolubaev E.A., Astafurova E.G. Stabilization of austenitic structure in transition zone of "austenitic stainless steel/NiCr alloy" joint fabricated by wire-feed electron beam melting // Materials Letters. 2020. Vol. 277. Article number 128321. DOI: <u>10.1016/j.matlet.2020.</u> <u>128321</u>.
- Zhang H., Zhang C.H., Wang Q., Wu C.L., Zhang S., Chen J., Abdullah A.O. Effect of Ni content on stainless steel fabricated by laser melting deposition // Optics and Laser Technology. 2018. Vol. 101. P. 363–371. DOI: <u>10.1016/j.optlastec.2017.11.032</u>.
- 20. Li W., Chen X., Yan L., Zhang J., Zhang X., Liou F. Additive manufacturing of a new Fe-Cr-Ni alloy with gradually changing compositions with elemental powder mixes and thermodynamic calculation // International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2017. Vol. 95. № 1-4. P. 1013–1023. DOI: 10.1007/s00170-017-1302-1.
- Eliseeva O.V., Kirk T., Samimi P., Malak R., Arróyave R., Elwany A., Karaman I. Functionally Graded Materials through robotics-inspired path planning // Materials and Design. 2019. Vol. 182. Article number 107975. DOI: <u>10.1016/j.matdes.2019.107975</u>.
- 22. Hinojos A., Mireles J., Reichardt A., Frigola P., Hosemann P., Murr L.E., Wicker R.B. Joining of Inconel 718 and 316 stainless steel using electron beam melting additive manufacturing technology // Materials and Design. 2016. Vol. 94. P. 17–27. DOI: <u>10.1016/</u> j.matdes.2016.01.041.
- 23. Киреева И.В. Механизмы деформации и разрушения монокристаллов высокоазотистых аустенитных нержавеющих сталей : дис. ... канд. физ.-мат. наук. Томск, 1994. 277 с.
- 24. Odnobokova M., Belyakov A., Enikeev N., Molodov D. A., Kaibyshev R. Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling // Materials Science and Engineering: A. 2017. Vol. 689. P. 370–383. DOI: <u>10.1016/j.msea.2017.02.073</u>.
- 25. Астафурова Е.Г., Мельников Е.В., Астафуров С.В., Раточка И.В., Мишин И.П., Майер Г.Г., Москвина В.А., Захаров Г.Н., Смирнов А.И., Батаев В.А. Закономерности водородного охрупчивания аусте-

нитных нержавеющих сталей с ультрамелкозернистой структурой разной морфологии // Физическая мезомеханика. 2018. Т. 21. № 2. С. 103–117.

REFERENCES

- Vayre B., Vignat F., Villeneuve F. Metallic additive manufacturing: state-of-the-art review and prospects. *Mechanics and Industry*, 2012, vol. 13, no. 2, pp. 89– 96. DOI: <u>10.1051/meca/2012003</u>.
- Frazier W.E. Metal Additive Manufacturing: A Review. Journal of Materials Engineering and Performance, 2014, vol. 23, no. 6, pp. 1917–1928. DOI: <u>10.1007/</u> <u>s11665-014-0958-z</u>.
- Li N., Huang S., Zhang G., Qin R., Liu W., Xiong H., Shi G., Blackburn J. Progress in Additive Manufacturing on New Materials. *Journal of Materials Science and Technology*, 2019, vol. 35, no. 2, pp. 242–269. DOI: <u>10.1016/j.jmst.2018.09.002</u>.
- Utela B., Storti D., Anderson R., Ganter M. A review of process development steps for new material systems in three dimensional printing (3DP). *Journal of Manufacturing Processes*, 2008, vol. 10, no. 2, pp. 96–104. DOI: <u>10.1016/j.jmapro.2009.03.002</u>.
- Bajaj P., Hariharan A., Kini A., Kürnsteiner P., Raabe D., Jägle E.A. Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 772, article number 138633. DOI: <u>10.1016/j.msea.2019.138633</u>.
- Herzog D., Seyda V., Wycisk E., Emmelmann C. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 2016, vol. 117, pp. 371–392. DOI: <u>10.1016/j.actamat.2016</u>. 07.019.
- Gorsse S., Hutchinson C., Goune M., Banerjee R. Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2017, vol. 18, no. 1, pp. 584–610. DOI: <u>10.1080/14686996.2017.1361305</u>.
- Chen N., Ma G., Zhu W., Godfrey A., Shen Z., Wu G., Huang X. Enhancement of an additive-manufactured austenitic stainless steel by post-manufacture heattreatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 759, pp. 65–69. DOI: <u>10.1016/j.msea.2019.04.111</u>.
- Astafurova E.G., Panchenko M.Yu., Moskvina V.A., Maier G.G., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Fortuna A.S., Reunova K.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Microstructure and grain growth inhomogeneity in austenitic steel produced by wire-feed electron beam melting: The effect of post-building solid-solution treatment. *Journal of Materials Science*, 2020, vol. 55, no. 22, pp. 9211–9224. DOI: <u>10.1007/s10853-020-</u> 04424-w.
- Chen X., Li J., Cheng X., Wang H., Huang Zh. Effect of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel 316L using arc additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 715, pp. 307–314. DOI: <u>10.</u> <u>1016/j.msea.2017.10.002</u>.
- Cristobal M., San-Martin D., Capdevila C., Jiménez J.A., Milenkovic S. Rapid fabrication and characterization of AISI 304 stainless steels modified with Cu additions by additive alloy melting (ADAM). *Journal of*

Materials Research and Technology, 2018, vol. 7, no. 4, pp. 450–460. DOI: <u>10.1016/j.jmrt.2017.12.001</u>.

- 12. Panchenko M.Yu., Astafurova E.G., Moskvina V.A., Maier G.G., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Reunova K.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. The effect of niobium on microstructure and mechanical properties of austenitic CrNi steel produced by wire-feed electron beam additive manufacturing. *Nanoscience and Technology*, 2020, vol. 11, no. 2, pp. 109–118. DOI: <u>10.</u> <u>1615/NanoSciTechnolIntJ.2020033953</u>.
- Yadollahi A., Shamsaei N., Thompson S.M., Seely D.W. Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel. *Materials Science* and Engineering: A, 2015, vol. 644, pp. 171–183. DOI: <u>10.1016/j.msea.2015.07.056</u>.
- Wang Z., Palmer T.A., Beese A.M. Effect of processing parameters on microstructure and tensile properties of austenitic stainless steel 304L made by directed energy deposition additive manufacturing. *Acta Materialia*, 2016, vol. 110, pp. 226–235. DOI: <u>10.1016/j.actamat.</u> <u>2016.03.019</u>.
- 15. Melnikov E.V., Astafurova E.G., Astafurov S.V., Maier G.G., Moskvina V.A., Panchenko M.Yu., Fortuna S.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Anisotropy of the tensile properties in austenitic stainless steel obtained by wire-feed electron beam additive growth. *Letters on Materials*, 2019, vol. 9, no. 4, pp. 460–464. DOI: <u>10.22226/2410-3535-2019-4-460-464</u>.
- 16. Suuatala N., Takalo T., Moisio T. The relationship between solidification and microstructure in austenitic and austenitic-ferritic stainless steel welds. *Metallurgical Transactions A*, 1979, vol. 10, no. 4, pp. 512–514. DOI: <u>10.1007/BF02697081</u>.
- Elmer J.W., Allen S.M., Eagar T.W. Microstructural development during solidification of stainless steel alloys. *Metallurgical Transactions A*, 1989, vol. 20, no. 10, pp. 2117–2131. DOI: <u>10.1007/BF02650298</u>.
- 18. Moskvina V.A., Melnikov E.V., Panchenko M.Yu., Maier G.G., Reunova K.A., Astafurov S.V., Kolubaev E.A., Astafurova E.G. Stabilization of austenitic structure in transition zone of "austenitic stainless steel/NiCr alloy" joint fabricated by wire-feed electron beam melting. *Materials Letters*, 2020, vol. 277, article number 128321. DOI: <u>10.1016/j.matlet.2020.128321</u>.
- 19. Zhang H., Zhang C.H., Wang Q., Wu C.L., Zhang S., Chen J., Abdullah A.O. Effect of Ni content on stainless steel fabricated by laser melting deposition. *Optics and Laser Technology*, 2018, vol. 101, pp. 363–371. DOI: <u>10.1016/j.optlastec.2017.11.032</u>.
- 20. Li W., Chen X., Yan L., Zhang J., Zhang X., Liou F. Additive manufacturing of a new Fe-Cr-Ni alloy with gradually changing compositions with elemental powder mixes and thermodynamic calculation. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017, vol. 95, no. 1-4, pp. 1013–1023. DOI: <u>10.1007/s00170-017-1302-1</u>.
- 21. Eliseeva O.V., Kirk T., Samimi P., Malak R., Arróyave R., Elwany A., Karaman I. Functionally Graded Materials through robotics-inspired path planning. *Materials and Design*, 2019, vol. 182, article number 107975. DOI: <u>10.1016/j.matdes.2019.107975</u>.

- 22. Hinojos A., Mireles J., Reichardt A., Frigola P., Hosemann P., Murr L.E., Wicker R.B. Joining of Inconel 718 and 316 stainless steel using electron beam melting additive manufacturing technology. Materials and Design, 2016, vol. 94, pp. 17-27. DOI: 10.1016/ j.matdes.2016.01.041.
- 23. Kireeva I.V. Mekhanizmy deformatsii i razrusheniya monokristallov vysokoazotistykh austenitnykh nerzhaveyushchikh staley. Dis. kand fiz.-mat. nauk [Mechanisms of deformation and fracture of single crystals of high-nitrogen austenitic stainless steels]. Tomsk, 1994. 277 p.
- 24. Odnobokova M., Belyakov A., Enikeev N., Molodov D. A., Kaibyshev R. Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling. Materials Science and Engineering: A, 2017, vol. 689, pp. 370-383. DOI: 10.1016/j.msea.2017.02.073.
- 25. Astafurova E.G., Melnikov E.V., Astafurov S.V., Ratochka I.V., Mishin I.P., Mayer G.G., Moskvina V.A., Zakharov G.N., Smirnov A.I., Bataev V.A. Hydrogen embrittlement effects on austenitic stainless steels with ultrafine-grained structure of different morphology. Fizicheskaya mezomekhanika, 2018, vol. 21, no. 2, pp. 103–117.

Characteristics of a gradient material based on chromium-nickel stainless steel and Cr20Ni80 alloy produced by electron-beam 3D-printing

© 2021

Valentina A. Moskvina*^{1,3}, junior researcher, postgraduate student

Evgeny V. Melnikov^{1,4}, junior researcher *Elena A. Zagibalova*^{1,2,5}, engineer, student

¹Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia) ²National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk (Russia)

*E-mail: valya_moskvina@mail.ru

³ORCID: <u>https://orcid.org/0000-0002-6128-484X</u> ⁴ORCID: <u>https://orcid.org/0000</u>-0001-8238-6055 ⁵ORCID: <u>https://orcid.org/0000-0002-2079-7198</u>

Abstract: The main problem of additively manufactured chromium-nickel austenitic stainless steels is the formation of a two-phase γ -austenite/ δ -ferrite dendritic microstructure, which complicates their use and distinguishes them from cast single-phase analogs. The reasons for the formation of a two-phase structure are nonequilibrium solidification conditions, complex thermal history, and melt depletion by austenite-forming elements (nickel and manganese). Therefore, additional nickel alloying under the additive manufacturing of steels can stabilize the austenitic structure in them. In this work, the authors used electron-beam additive production with simultaneous feeding of two wires from austenitic stainless steel Fe-18.2Cr-9.5Ni-1.1Mn-0.7Ti-0.5Si-0.08C wt.% (SS, Cr18Ni10Ti) and alloy 77.7Ni-19.6Cr-1.8Si-0.5Fe-0.4Zr wt.% (Ni-Cr alloy, Cr20Ni80) to obtain two gradient billets. The authors used two wire-feeding strategies (the first one is four layers of SS/one layer of Cr20Ni80; the second one is one layer of SS/one layer of a mixture 80 % SS + 20 % Cr20Ni80). The study identified that the Ni-Cr alloying in the process of electron-beam additive production of SS billets suppressed δ -ferrite formation and contributes to the stabilization of the austenite phase. The deposition of Ni-Cr alloy next to the four layers of SS leads to inhomogeneity of the structure and chemical composition in the billet, low plasticity, and premature failure of these specimens during tensile tests. The sequential alternation of pure SS layers with those of a mixture of wires (80 % SS + 20 % Cr20Ni80) promotes the uniform mixing of two wires components and the formation of a more homogeneous structure in the gradient billet, which leads to an increase in the ductility of the specimens during mechanical tests.

Keywords: additive technologies; stainless steel; Ni-Cr alloy; gradient material; uniaxial tension; scanning electron microscopy; plastic deformation.

Acknowledgments: The work was performed according to the Government research assignment for ISPMS SB RAS, project FWRW-2019-0030.

The research was conducted on the equipment of the Core Facility Center "Nanotech" of ISPMS SB RAS.

The authors express their gratitude to the Doctor of Sciences (Physics and Mathematics) E.G. Astafurova, PhDs (Physics and Mathematics) S.V. Astafurov, V.E. Rubtsov, S.Yu. Nikonov, M.Yu. Panchenko, and K.A. Reunova for their help in conducting experimental works and useful discussions.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13-17, 2021.

For citation: Moskvina V.A., Melnikov E.V., Zagibalova E.A. Characteristics of a gradient material based on chromium-nickel stainless steel and Cr20Ni80 alloy produced by electron-beam 3D-printing. Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta, 2021, no. 3, pp. 57-66. DOI: 10.18323/2073-5073-2021-3-57-66.