

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
Национальный исследовательский технологический университет
МИСИС

На правах рукописи

Каясова Анастасия Олеговна

СОЗДАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО
СПЛАВЛЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ МАРТЕНСИТНОСТАРЕЮЩИХ СТАЛЕЙ,
ЛЕГИРОВАННЫХ Ni-Co-Mo

Специальность 2.6.5
Порошковая металлургия и композиционные материалы

Диссертация
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
д-р техн.наук, профессор
Левашов Евгений Александрович

Москва, 2024

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	5
ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	
1.1. Мартенситно-стареющие стали (МСС)	11
1.1.1. Способы получения мартенситно-стареющих сталей	13
1.1.2. Порошковая металлургия как эффективная технология производства изделий из МСС типа ЧС	15
1.2. Изготовление изделий методами аддитивных технологий	19
1.2.1. Селективное лазерное сплавление (СЛС)	19
1.2.2. Технологические особенности процесса СЛС.....	21
1.2.3. Характерные дефекты и структурные особенности.....	22
1.3. Методы постобработки изделий, полученных методом СЛС	23
1.3.1. Горячее изостатическое прессование	23
1.3.2. Термическая обработка	24
ГЛАВА 2. ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	
2.1. Используемые порошковые материалы.....	30
2.2. Селективное лазерное сплавление	32
2.3. Горячее изостатическое прессование	35
2.4. Термическая обработка	35
2.5. Компьютерная томография.....	37
2.6. Приготовление металлографических шлифов	37
2.7. Оптическая микроскопия	37
2.8. Сканирующая микроскопия.....	38
2.9. Просвечивающая электронная микроскопия	38
2.10. Определение твердости, измерительное индентирование	38
2.11. Механические испытания	38
2.12. Ускоренные климатические испытания (УКИ)	38
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВ ИЗ СПЛАВОВ CL50 WS И ПР-03Н18К9М5ТЮ	
3.1 Параметрические исследования процесса СЛС.....	41

3.2 Анализ структурных особенностей СЛС-образцов, полученных по оптимальным режимам.....	50
3.3. Механические характеристики и физические свойства СЛС- образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ, полученных по оптимальным режимам	51
3.4. Выводы по главе	56
ГЛАВА 4. Эволюция структуры СЛС- образцов при горячем изостатическом прессовании и термической обработке.....	58
4.1 Структурные превращения, протекающие в СЛС-образцах из сплава CL50 WS в результате газостатирования и термической обработки	58
4.2 Структурные превращения, протекающие в СЛС-образцах из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ в результате газостатирования и термической обработки	60
4.3 Выводы по главе	66
ГЛАВА 5 Свойства порошковых МСС марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ, полученных методом СЛС и влияние на них постобработки	67
5.1 Статические испытания на растяжение при комнатной температуре....	67
5.2 Ускоренные климатические испытания	79
5.3. Выводы по главе	86
ГЛАВА 6. Изготовление методом СЛС опытных образцов изделий, согласно конструкторской документации	87
6.1 Разработка и внедрение технологических процессов сплавления и термообработки изделий из порошковых МСС. Изготовление опытных образцов деталей типа «Корпус.....	87
6.2 Разработка и внедрение технологической инструкции на изготовление деталей типа «Ключ», «Переходник» из порошковых МСС марок CL50 WS CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ. Изготовление опытных образцов деталей.....	90
6.3. Выводы по главе	91
Основные выводы и результаты работы.....	93
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	95
ПРИЛОЖЕНИЕ А	108
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	109
ПРИЛОЖЕНИЕ В	110

ПРИЛОЖЕНИЕ Г	111
ПРИЛОЖЕНИЕ Д	112
ПРИЛОЖЕНИЕ Е	113
ПРИЛОЖЕНИЕ Ж	114

Введение

Высокопрочная мартенситно-стареющая сталь (МСС) относится к группе высоколегированных марок стали с незначительным содержанием углерода. Легирование стали элементами, замещающими углерод, такими как никель, молибден, кобальт, позволяет повысить уровень механических свойств материала.

Мировым опытом применения и эксплуатации МСС показано, что они обладают высокой степенью надежности, технологичностью производства и другими преимуществами по сравнению с углеродсодержащими сталью. Небольшая твердость низкоуглеродистого мартенсита благоприятствует хорошей механической обрабатываемости и деформируемости в исходном и закаленном состоянии, а старение обеспечивает высокий уровень прочности, пластичности и остаточной деформации. Упрочняющая термообработка сложных по форме тонкостенных деталей сопровождается малым изменением линейных размеров, т.е. отсутствует коробление. Важнейшим преимуществом МСС перед другими классами высокопрочных материалов является сопротивление хрупкому разрушению.

МСС обладают сквозной прокаливаемостью от температуры аустенизации, т.е. образование мартенситной структуры гарантируется независимо от скорости охлаждения и размера сечения полуфабриката или детали. Такие стали хорошо деформируются без подогрева при листовой штамповке и ротационной вытяжке и ковке.

МСС применяют для изготовления ответственных деталей машин и механизмов, узлов рефрижераторных и криогенных установок, а также МСС успешно внедрены в производство изделий авиационной и космической техники.

Для производства сложнопрофильных изделий из МСС перспективным является применение технологии селективного лазерного сплавления (СЛС), которая существенно сокращает время изготовления изделия и расход материала. Интерес к применению технологии СЛС обусловлен не только

высоким комплексом физико-механических свойств, но и практически полным отсутствием изменения геометрической формы в процессе печати ввиду уникальной природы стали.

Наиболее апробируемыми и используемыми в производстве являются зарубежные МСС марок 18Ni300 и 1.2709. В отечественном сегменте исследований по применению МСС в технологии СЛС недостаточно. В связи с этим комплексные исследования по разработке и внедрению технологии СЛС из отечественной марки мартенситно-стареющей стали являются актуальными.

В настоящей работе проведены сравнительные исследования использования порошковых МСС марки CL50 WS (Германия) и ее отечественного аналога ПР-03Н18К9М5ТЮ (АО «Полема», Россия). Разработка технологии СЛС является многофакторной задачей, которая требует комплексного подхода к каждому составу сплава. Изделия, полученные методом СЛС, имеют структурные особенности, связанные со спецификой процесса послойного сплавления. В связи с тем, что для процесса СЛС характерно неполное сплавление частиц, присутствие структурных дефектов, остаточной пористости, микротрещин, приводящее к снижению механических и эксплуатационных свойств изделий, крайне важно проводить постобработку сочетанием горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки (ТО). Постобработка минимизирует остаточную пористость и дефекты структуры, обеспечивая мелкозернистую структуру стали с эффектом дисперсного упрочнения. При этом ТО (закалка с последующим старением) позволяет добиться высокого уровня физико-механических свойств.

Таким образом, создание технологии СЛС для получения ответственных сложнопрофильных деталей машин и механизмов включает в себя помимо оптимизации режимов сплавления еще и отработку последующих операций ГИП и ТО, для чего требуется анализ эволюции структуры и свойств материала на каждом технологическом переделе.

Актуальность диссертационной работы подтверждается выполнением её в соответствии с тематическими планами университета по проекту № 0718-2020-0034 государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

Целью работы являлось создание технологии селективного лазерного сплавления изделий из порошковых мартенситно-стареющих сталей, включающую в себя операции газостатической и термической постобработки.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Разработка технологии СЛС, обеспечивающей изготовление образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ с минимальным количеством дефектов.

2. Выявление особенностей формирования структуры сплавов в процессе сплавления и исследование анизотропии механических свойств образцов.

3. Исследование влияния постобработки (ГИП, ТО) на эволюцию структуры и физико-механические свойства СЛС-образцов из сплавов марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.

4. In-situ исследования влияния постобработки на структурно-фазовые превращения при нагреве и охлаждении СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в колонне просвечивающего электронного микроскопа.

5. Оценка влияния основных климатических факторов на эксплуатационно-технологические свойства СЛС-образцов путем проведения ускоренных климатических испытаний.

6. Разработка комплексной технологии, включающей СЛС и постобработку, и изготовление опытных образцов деталей типа «Ключ», «Переходник», «Корпус» из порошковых МСС марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ и проведение их испытаний.

7. Разработка и внедрение технологической документации на изготовление изделий из CL50 WS CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ. Проведение технико-экономического обоснования созданной технологии в сравнении со стандартным технологическим процессом производства изделий из МСС.

Научная новизна

1. С помощью *in-situ* исследований СЛС-образцов мартенситно-стареющих сталей в колонне просвечивающего электронного микроскопа установлено, что в интервале температур 700-900 °С происходит переход α -Fe \rightarrow γ -Fe и интенсивный рост аустенитной фазы, а при температуре закалки от 1100 °С - выделение α -Fe со стабилизацией мартенситной структуры.

2. Установлена взаимосвязь между параметрами селективного лазерного сплавления (мощность, скорость), постобработки и структурно-фазовым состоянием сталей, заключающаяся в том, что достигнутая однородная мартенситная структура с дисперсным упрочнением частицами избыточной фазы Ni_3Ti размером до 10 мкм и остаточной пористостью до 0,2 % для сплава CL50 WS и 0,1% для ПР-03Н18К9М5ТЮ обеспечивает высокие показатели прочности и пластичности: $\sigma_{\text{в}} = 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1600$ МПа, $\delta = 8$ %, $\psi = 24,9$ %, что превышает требования ОСТ 3-2600-83 ($\sigma_{\text{в}} = 1600$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1500$ МПа, $\delta = 8$ %, $\psi = 45\%$), предъявляемые к данным сплавам.

Практическая значимость

1. В депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС зарегистрировано ноу-хау № 36-732-2022 ОИС от 27.12.2022 «Создание селективного лазерного сплавления дисперсно-упрочненных мартенситно-стареющих сплавов и режимы термической обработки изделий с целью достижения высокого уровня механических свойств».

2. В АО Корпорация «МИТ» проведены климатические испытания, по результатам которых сделан вывод об отсутствии следов коррозии и ее влияния на механические свойства и эксплуатационно-технические характеристики изделий.

3. Разработаны и внедрены в АО «Корпорация «МИТ» типовые технологические процессы селективного лазерного сплавления и термической обработки изделий из стальных порошков марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ.

4. Введены в действие разработанные технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)». В соответствие с утвержденной конструкторской и технологической документацией в АО «Корпорация «МИТ» изготовлена опытные партии изделий типа «Ключ», «Переходник», «Корпус», которые прошли полный цикл приемо-сдаточных испытаний и приняты в эксплуатацию.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследования, значительным количеством экспериментальных данных (включая изготовление и испытания натурных изделий типа Ключ, Переходник и Корпус) и применением статических методов обработки результатов, а также сопоставлением полученных результатов с результатами других авторов.

Апробация работы

Основные результаты и положения работы докладывались и обсуждались на следующих научных конференциях: «XI-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2023», Конференции молодых специалистов в АО «Корпорация «МИТ», 15-й Международная научно-технической конференция «Новые материалы и технологии: Порошковая металлургия, композиционные

материалы, защитные покрытия, сварка», Минск, 14-16 сентября 2022, 12-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: Инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка» (Минск, 7–9 апреля 2021 г.), Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии (СМППТ-2021)» (г. Санкт-Петербург), Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов (Москва, 2021 г.)

Основные положения, выносимые на защиту

1. Взаимосвязь между параметрами процесса СЛС, структурой и механическими свойствами образцов из сплава CL50 WS и отечественного аналога ПР-03Н18К9М5ТЮ.

2. Влияние постобработки (ГИП, ТО) на эволюцию структурно-фазовых превращений и физико-механические свойства СЛС-образцов из сплавов марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.

3. Структурно-фазовые превращения, протекающие при нагреве сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в состоянии СЛС+ГИП+ТО.

4. Изготовленные по разработанной технологии из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ изделия «Ключ», «Переходник», «Корпус».

Публикации

По материалам диссертации имеется 9 публикаций, в том числе 3 статьи в журналах из перечня ВАК и входящих в базы RSCI, Scopus, Web of Science, 7 тезисов докладов в сборниках трудов международных конференций и 1 «Ноу-хай».

Объем и структура работы.

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, общих выводов, списка использованных источников и 7 приложений. Диссертация изложена на 115 странице, содержит 13 таблицы, 33 рисунков. Список использованной литературы содержит 120 источников.

ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1. Мартенситно-стареющие стали (МСС)

Достижение высокой конструктивной прочности изделия происходит за счет изготовления из материала, обладающего высоким уровнем прочности и сопротивлению хрупкому разрушению. В значительной степени этими требованиями обладают мартенситно-стареющие стали. МСС являются малоуглеродистыми ($\leq 0.03\% C$) сталью системы с упрочняющими добавками Mo, Co, Ti, Al (H18K9M5T, H18K8M5TЮ, H18K12M5T и др.- стали типа ЧС). Также распространены железохромоникелевые сплавы (10 - 13% Cr и 5 - 10% Ni) с добавками Mo, Co, Ti и Al (X12H10M2TЮ, X12H9K4MBT, 03X12K14H5M5T и др.), системы сплавов Fe с 12% Ni и дополнительным легированием Cu, Mn, V (H12M2Д2TЮ, 03H12X5M3, Н8Г4Ф3Д2 и др.), железоникелькобальтовый сплав (9 % X1 - 4 % Co) с добавками карбидообразующих элементов и содержанием C = 0,2 - 0,4 %. [1-4]

С точки зрения получения оптимальных физико-механических свойств, наибольшее значение имеют стали, содержащие 18-20 % Ni. [4]

Сплав Fe с 18% Ni в условиях равновесия полностью переходит в аустенитное состояние при минимальной температуре 638 °C, введение легирующих добавок повышает температуру образования аустенита до 733 °C. Для перехода всех растворимых структурных составляющих в аустенитное состояние и устранение микронапряжений необходима температура более 816 °C [4-5].

В связи с высоким содержанием легирующих элементов и практически отсутствием содержания углерода закалку можно осуществлять с охлаждением на воздухе без опасения образования немартенситных продуктов перехода аустенита.

Железоникелевый мартенсит отличается от мартенсита, образующегося при закалке Fe-C-сталей. Структура железоникелевого мартенсита представляет собой пространственно-центрированную кубическую решетку,

имеющую высокую вязкость, в отличие от железоуглеродистой стали, имеющей после закалки пространственно-центрированную тетрагональную кубическую решетку с повышенной хрупкостью [5].

Легирование добавками, приводящих к старению железоникелевого мартенсита, оказывает слабое влияние на прочностные и пластические свойства несостаренного мартенсита. Старение приводит к повышению прочностных свойств, за счет выделения упрочняющей фазы, предел прочности увеличивается вдвое по сравнению с закаленным состоянием. Старение происходит в диапазоне температур до 400-510 °C [6]. При нагреве стали выше температуры 510 °C происходит обратное превращение мартенсита в аустенит посредством сдвига. Такое превращение является стабильным и не переходит в мартенсит после охлаждения. Этот процесс нежелателен, так как аустенит снижает прочность стали. Он не поддается последующему старению и является более вязким, но менее прочным [6-8].

При температуре нагрева в диапазоне 400-450 °C наблюдается упрочнение сплавов и образование зон, обогащенных атомами легирующих элементов, которые служат зародышами выделяющихся фаз. Структура выделяющихся интерметаллидных фаз зависит от содержания никеля и легирующих добавок [9]. При старении Fe-Ni-Co-Mo-Ti образуются интерметаллиды Mo и Ti. В диапазоне температур выше 450-500 °C образуются частицы второй фазы, располагающиеся по линиям дислокаций. Выдержка при более высоких температурах приводит к укрупнению частиц и, как следствие, разупрочняет сплав [10-12].

Таким образом, упрочнение стали при нагреве обуславливается выделением в кристаллах мартенсита мелкодисперсных частиц - происходит дисперсионное твердение. Оптимальным сочетанием прочностных, пластических обладают сложнолегированные МСС, содержащие 17-19 % Ni, 7-9 % Co, 4-6 % Mo, 0,5-1 % Ti [12].

1.1.1. Способы получения мартенситно-стареющих сталей

Механические свойства МСС зависят от ее чистоты, содержания неметаллических включений и примесей внедрения N_2 , O_2 , H_2 . Поэтому выплавка стали должна осуществляться только в вакууме с применением очень чистой шихты.

1.1. Основные параметры технологий производства горячедеформированных полуфабрикатов.

1.1.1. Выплавка стали

Сталь выплавляют в вакуумно-индукционных печах с применением в качестве шихты чистого железа. Охлаждение слитков происходит после извлечения на воздухе. Вакуумно-дуговой переплав осуществляют в кристаллизаторах.

1.1.2. Ковка слитков на слябы или кованые заготовки

Слитки перед ковкой подвергают обдирке или зачистке до полного удаления поверхностных дефектов.

Нагрев слитков производится в газовых или электрических печах, температура нагрева под ковку (1180-1210) °C, продолжительность выдержки после прогрева 6-10 часов, температура начала ковки (1180-1150) °C, температура конца ковки не менее 800°C, охлаждение на воздухе. При необходимости подогрев проката производится на температуру (1000-1100) °C с выдержкой не более 30 мин.

1.1.3. Прокатка слябов на горячекатаные листы

Перед прокаткой слябы подвергают строжке или 100% зачистке всех поверхностей. Нагрев слябов производят в газовых или электрических печах, температура нагрева под прокатку (1150-1200) °C, выдержка после прогрева 1-3 часа, температура начала прокатки (1180°C), температура конца прокатки не 800°C, охлаждение на воздухе. При необходимости подогрева подката производится на температуру (1000-1100) °C с выдержкой не более 30 мин.

1.1.4. Изготовление поковок или сортового проката

Нагрев заготовок под ковку или прокатку производится в газовых или электрических печах, температура нагрева (1150-1200) °С, выдержка после прогрева 1-3 часа, температура конца деформации не менее 800°С, охлаждение на воздухе.

Закалка может одновременно сочетаться с процессом формообразования, в том числе с глубокой штамповкой листовых деталей, что основано на низкой температуре мартенситного превращения. Нагретые до температуры закалки заготовки, имеющие аустенитную структуру, могут подвергаться значительной пластической деформации в процессе штамповки или другом формоизменении при условии, что такая деформация будет проводиться выше M_h (выше 130°С). При этом мартенситная сталь будет вести себя как аустенитная. При охлаждении на воздухе после формоизменения до полного охлаждения произойдет мартенситное превращение.

1.2. Холодная прокатка листов

Сталь хорошо деформируется в холодном состоянии, допустимая степень деформации без промежуточной термообработки может достигать 80-90%. Для достижения максимальных значений показателя трещиностойкости степень деформации должна быть в пределах 30-60%. Для повышения пластичности листы нормализуют ((820±10) °С, выдержка 10-15 мин в атмосфере аргона).

1.3. Листовая штамповка

Сталь хорошо штампуется в холодном состоянии.

Рабочий коэффициент при однооперационной вытяжке следует выбирать в пределах $K = 0,5 \div 0,55$ в зависимости от исходной толщины материала. Материал не склонен к быстрому упрочнению и поэтому может выдержать 2 – 3 вытяжки без промежуточной нормализации.

1.4. Ротационная вытяжка

Сталь обладает высокой пластичностью, допустимая степень деформации без промежуточной термообработки за несколько проходов

ротационной вытяжки может достигать 80-90%. Для достижения максимальных значений показателя трещиностойкости степень деформации должна быть в пределах 30-60%.

1.5. Свариваемость

МСС типа ЧС обладает хорошей свариваемостью. Сварные соединения не склонны к образованию трещин. Сварка производится без предварительного и сопутствующего подогрева, не требуется высокий отпуск сварных соединений после сварки. Наиболее стабильные и высокие механические свойства сварных соединений толщиной до 4 мм обеспечиваются двухсторонней автоматической сваркой неплавящимся электродом в среде инертных газов, без разделки кромок, без присадочного металла, в специальных стапелях, с тщательной защитой металла сварочной ванны и обратной стороны шва инертным газом, на минимально необходимой для качественного формирования сварного шва погонной энергии. Сварные соединения после закалки от (820 ± 10) °С на воздухе и старения $(500-525) \pm 10$ °С с выдержкой 3-9 часов имеют предел прочности равный 0,9 от прочности основного металла.

Дополнительная раскатка сварных соединений повышает предел прочности до 0,95 от прочности основного металла [13-15].

1.1.2. Порошковая металлургия как эффективная технология производства изделий из МСС типа ЧС

Для получения МСС методами порошковой металлургии используется несколько способов. Одним из способов служит введение легирующих элементов в виде гидридов или галоидных соединений с последующим разложением при спекании, обеспечивающим более однородную структуру сплава, в отличие от введения элементов в виде отдельных металлических порошков. Отсутствие ликвации, высокая гомогенность сплавов и дисперсная структура получается при спекании распыленного порошка МСС.

Но наибольшее распространение получил способ, отличающийся простотой, дешевизной и возможностью получения стали практически любого состава - способ поликомпонентного легирования, заключающийся во введении легирующих компонентов в виде отдельных элементов или лигатур [16-18]. При правильно подобранном технологическом процессе поликомпонентного легирования, полученные спеченные МСС не уступают литым. При таком легировании используются смесители различного типа, из-за особенностей процесса даже для смесителей одного типа, но с разными технологическими характеристиками необходимо подбирать режимы смещивания, путем оценки однородности смеси. Для получения необходимого уровня механических свойств МСС при спекании не должно происходить диффузионное перераспределение легирующих элементов, т.е. должна сохраняться дискретность концентраций компонентом.

Для формования изделий и заготовок из МСС применяют горячее изостатическое прессование (ГИП), горячую прокатку, экструдирование или комбинацию этих методов. Наиболее распространенным способом получения заготовок из МСС является прессование в стальных пресс-формах при комнатной температуре и холодная прокатка порошков в лист [17]. Относительная плотность спеченных МСС различного химического состава выше плотности спеченного железа на 1,5-7 % при аналогичных режимах прессования и спекания. Концентрация молибдена и титана оказывает существенное влияние на относительную плотность, в отличие от кобальта. Взаимное влияние никеля и кобальта не изменяется от концентраций других легирующих элементов. Влияние элементов на относительную плотность обуславливается диффузионными процессами, определяющими уплотнение. Наличие титана активирует уплотнение из-за эвтектических составов в ряде твердых растворов, образующихся при спекании.

Спекание имеет важную роль при формировании высокого уровня физико-механических свойств порошковых МСС. Структура после спекания представляет собой однородный твердый раствор - безуглеродистый

мартенсит, отличающийся от литого только наличием пористости. Границы зерен мартенсита имеют зубчатое строение.

Изменения механических свойств МСС происходит за счет операции старения. При введении в состав титана старение мартенсита железоникелевых сталей происходит при температурах 350-650 °С [19]. Старение при температурах до 400 °С практически не приводит к увеличению свойств, при температуре выше 520 °С происходит снижение прочности, но увеличивается пластичность и ударная вязкость. После старения при 650 °С свойства становятся такими же, как и после спекания.

Упрочнение МСС в результате старения достигается путем выделения в матрице мартенсита равномерно-распределенных дисперсных интерметаллидных фаз из твердого раствора: $(\text{Fe}, \text{Ni}, \text{Co})_2 \text{Mo}$, Ni_3Ti , $\text{Ni}(\text{Ti}, \text{Al})$, $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ [18-20].

После нагрева 350-450 °С у всех МСС неизменна структура кристаллов мартенсита. При этих температурах происходит распад пересыщенного твердого раствора, сопровождающийся миграцией атомов легирующих компонентов к дислокациям, а также образование концентрационных неоднородностей.

В настоящее время одним из перспективных способов применения порошковых МСС для изготовления изделий является внедрение в производство методов аддитивных технологий, а именно селективное лазерное сплавление. Порошок МСС обладает низкой отражательной способностью и хорошей свариваемостью, что позволяет использовать его в технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) [20-21].

Метод СЛС чаще использовался для получения деталей из мартенситно-стареющей стали 18Ni300 (типа 01ХН18К9М5ТЮ) с обеспечением относительной плотности > 99% и механических свойств, практически совпадающих со свойствами деталей, изготовленных по традиционной технологии [22-24]. В то же время, в этих работах указано, что твердость и износостойкость мартенситно-стареющей стали 18Ni300,

полученной методом СЛС, были не очень высокими (после СЛС 340-350 HV, после дополнительной термообработки 520-580 HV). Для их улучшения было предложено [25] использовать плазменное азотирование с и без предварительной термообработки образцов после СЛС. Во всех случаях такой обработки наблюдался эффект улучшения, но наиболее хорошие результаты по твердости и износостойкости достигались при азотировании без предварительной термообработки (твердость HV_{0,5} для стали без азотирования после термообработки 540-570, а для азотированной 1000). В работах [26-27] показано, что механические свойства МС стали марки 18Ni300 (типа 01ХН18Л9М5ТЮ) в состоянии СЛС находятся в интервалах $\sigma_{0,2}=500-900$ МПа, $\sigma_b=800-1100$ МПа, $\delta=10-30\%$, $\psi=11-25\%$, а в состоянии СЛС+ТО (термическая обработка происходила в диапазоне температур 425-900°C) показатели равны $\sigma_{0,2}=370-1000$ МПа, $\sigma_b=700-1200$ МПа, $\delta=15-35\%$, $\psi=20-50\%$.

Исследователи [28] использовали мартенситно-стареющую сталь типа 01ХН18К9М5ТЮ для СЛС с дисперсностью ≈ 60 мкм после просеивания. Микроструктура и механические свойства полученных образцов были почти идентичны свойствам образцов, полученных с использованием первичного порошка МС стали: предел текучести 940 МПа, предел прочности при растяжении 1127 МПа, остаточное удлинение 11% и KCV 47,5 Дж.

В работе [29] была использована гибридная сталь с основой из литой CrMn-стали типа 17Х17Г16НСА и внешним слоем из МС стали типа 02Н18К9М5ТЮ, полученным методом СЛС. Использовался порошок МС стали с дисперсностью 15–53 мкм и приблизительно сферической формой частиц, полученный методом газового распыления. Было достигнуто хорошее соединение двух сталей без пор, включений или трещин в межфазной области толщиной около 130 мкм. Значение микротвердости межфазной области составляет ≈ 310 HV_{0,05}, что способствует сглаживанию при переходе механических свойств между CrMn-сталью с микротвердостью ≈ 280 HV_{0,05} и МС с микротвердостью ≈ 360 HV_{0,05}. Гибридная сталь по

сравнению с литой CrMn-сталью имела более высокий предел прочности при растяжении ≈ 986 МПа, а по сравнению с мартенситно-стареющей сталью - более высокое остаточное удлинение $\approx 25\%$.

1.2. Изготовление изделий методами аддитивных технологий

За последнее десятилетие аддитивные технологии нашли свое применение в производстве как один из самых перспективных и быстрых способов изготовление изделий из различных конструкционных материалов, позволяющий не только сократить затраты при использовании материала, но и существенно повысить выход годного при изготовлении сложноконтурных изделий. При производстве изделий сложной конфигурации по традиционным технологиям тратится большое количество времени и коэффициент использования материала снижается [30].

Основное развитие аддитивные технологии получили за счет быстроты наладки производственного процесса. Получение прототипа даже простой формы традиционными способами (литье, деформация, термообработка, механическая обработка) занимает от нескольких недель до нескольких месяцев. При этом необходимо учитывать большие затраты на изготовление требуемой технологической оснастки. При использовании же современных методов аддитивного производства в первую очередь требуется лишь наличие оборудования, позволяющего производить печать изделия, и открытого программного обеспечения, дающего возможность корректировки технологических параметров печати для подбора наиболее оптимального режима [31-33].

1.2.1. Селективное лазерное сплавление (СЛС)

Одним из распространенных способов изготовления изделий из металлических порошковых материалов методами аддитивных технологий является метод селективного лазерного сплавления. Сущность метода заключается в изготовлении изделия из металлического порошка посредством сплавления слоев материала лазерным лучом. На первом этапе подготовки к процессу сплавления происходит преобразование 3Д-модели

изделия в специальном программном обеспечении в управляющую программу (УП). Управляющая программа представляет собой файл, в котором к 3Д-модели добавляются поддерживающие структуры, а так же при необходимости технологические припуски, далее УП преобразуется в формат (stl.), считающийся установкой в виде слоев. Изготовление изделия происходит в камере установки на платформе построения, платформа построения, как правило, должна быть из такого же (иногда близкого) материала, как и само изготавливаемое изделие. Это необходимо с целью обеспечения хорошего сцепления изделия и плиты построения, что ведет к положительному итогу процесса сплавления. На платформу наносится слой порошкового материала при помощи подвижного блока-коутера. Далее лазерным лучом защитной среде происходит сканирование порошкового слоя. Движение лазерного луча происходит по траектории в соответствии с УП (рис.1). За счёт энергии лазерного излучения происходит расплавление порошкового материала и его последующая кристаллизация. Далее платформа опускается на высоту, соответствующую толщине одного слоя. После этого наносится новый слой порошка, и процесс повторяется. [34]



Рисунок 1- Внешний вид образцов в процессе построения методом
СЛС

1.2.2. Технологические особенности процесса СЛС

Основной задачей при разработке технологии СЛС является понимание того, как определить ключевые параметры процесса сплавления для обеспечения получения приемлемых механических свойств, необходимой микроструктуры, а также значительно снизить появление дефектов, таких как пористость, газовая пористость, трещины, пустоты, участки несплавлений, микроструктурные дефекты. Ключевыми параметрами процесса являются скорость (V) и мощность (P) лазерного излучения, а также толщина порошкового слоя (x) и расстояние между штрихами лазера (h). Совокупность влияния этих параметров оценивается через величину общего энерговклада E [Дж/мм³]. Энерговклад рассчитывается по формуле $E = P/(V \cdot x \cdot h)$.

Расстояние между штрихами лазера контролирует перекрытие между соседними ваннами расплава. Большое расстояние обеспечивает более быстрое изготовление, но также приводит к увеличению дефектов (пустот) за счет уменьшения перекрытия между соседними лазерными треками, если соразмерно не увеличивать мощность лазерного луча, и наоборот, при небольшом расстоянии между перекрытиями увеличивается время изготовления и приводит к переплаву, следовательно к избыточному поступлению тепла. Оптимальный размер перекрытия способствует значительному переплаву слоев материала, который обеспечит полное сплавление между отдельными слоями и минимизирует образование пустот. Увеличение расстояния между перекрытиями относительно лазерного луча и/или толщины порошкового слоя может требовать либо увеличения мощности лазера, либо уменьшения скорости сканирования, это необходимо также для минимизации вероятности образования несплавлений и пустот. Но увеличение избыточной тепловой энергии из-за переплава слоев может приводить к укрупнению микроструктуры материала и снижению механических свойств [35-37].

1.2.3. Характерные дефекты и структурные особенности

Качество получаемого изделия характеризуется шероховатостью поверхности. Наиболее подвержены снижению качества по уровню шероховатости - боковые поверхности, это возникает в связи с особенностью технологии СЛС- послойном сплавлении материала. С целью повышения качества поверхности используются различные методы обработки: механические (абразивные, пескоструйные и обработка резанием); химические (травление кислотами и поверхностное окисление); термические (плазменная обработка поверхности). Эти методы могут использоваться как отдельно, так и в совокупности.

В связи с особенностями технологии СЛС, в изготавливаемых изделиях появляются структурные дефекты. В процессе сплавления материал кристаллизуется в метастабильном состоянии и имеет термические напряжения, это связано с высокими температурными градиентами и высокими скоростями охлаждения. Помимо этого, в сплавленном материале возможно возникновение микропор и микротрещин, а так же неполное сплавление частиц [38-40].

С целью минимизации или полной ликвидации характерных СЛС-дефектов в изделиях принято проводить операции постобработки - термической обработки (ТО). Постобработка заключается:

1. Проведение отжига сразу после процесса сплавления. Изделия отжигают совместно с плитой построения для релаксации термических напряжений, что устраняет возможность коробления и трещинообразования в изделиях в процессе срезки с платформы построения.

2. ГИП позволяет устраниить структурные дефекты, снижающие эксплуатационные свойства изделий. В процессе ГИП происходит снижение остаточной пористости, обеспечивая однородную мелкозернистую структуру материала.

3. Термическая обработка для предания материалам необходимого уровня механических и эксплуатационных свойств. В зависимости от

материала ТО представляет собой разные операции, такие отжиг, закалка, старение.

С целью повышения надежности и степени ответственности виды постобработки могут варьироваться [41].

В процессе СЛС в связи с нагревом и остыванием верхних слоев материала возникают деформационные напряжения. Остывая, расплавленный слой будет сжиматься, но происходит ограничение усадки соседствующими холодными слоями материала. Из-за этого появляются сжимающие напряжения в середине изделия и растягивающие на поверхности. Это приводит к образованию трещин и короблению изделия.

Существует несколько видов технологических приемов устранения данных дефектов:

1. Для снижения градиента температур и постепенного охлаждения материала используется платформы подогрева, которые поддерживают заданную температуру в течение всего процесса, как правило температура платформы составляет порядка 200 °C - температура низкого отжига.

2. Минимизация растягивающих напряжений за счет расположения изделия в пространстве камеры построения таким образом, чтобы снизить площадь прохода лазера внутри контура сплавляемого слоя изделия.

3. Использование технологических поддержек не только как фиксацию изделия на платформе построения, но и с целью отвода тепла от поверхности детали к плате.

4. Применение “шахматной” стратегии сплавления, т.е. уменьшение длины прохода лазерного луча [42-45].

1.3. Методы постобработки изделий, полученных методом СЛС

1.3.1. Горячее изостатическое прессование

Внедрение в технологическую цепочку изготовления изделий по технологии СЛС горячего изостатического прессования является общепринятым мировым стандартом повышения надежности и эксплуатационных свойств сплавленного материала [46]. Методом ГИП не

только снимают термические напряжения, сформировавшиеся в процессе изготовления, но и гомогенизируют микроструктуру, повышают плотность. Все это удается достичь, минуя сложный этап проектирования и изготовления оболочки, так называемым безоболочечным методом, что удешевляет процесс постобработки и сокращает подготовительный цикл [47-48].

К основным достоинствам метода ГИП относят: возможность улучшить служебные свойства получаемых материалов, заготовок и изделий и возможность варьирования параметров обработки (давления, температуры, времени). Процесс ГИП представляет собой нагрев до температур закалки материала и выдержки при повышенном давлении в течение времени [49]

1.3.2. Термическая обработка

Основной целью термической обработки служит достижение материалом необходимого уровня свойств путем изменения его структуры.

Процесс ТО заключается в нагреве материала до определенной температуры и последующее охлаждение, в процессе которого происходит желаемое изменение строения металла. Чтобы вызвать необходимое изменение свойств материала, требуется, чтобы в сплаве при нагреве, выдержке и/или охлаждении произошли изменения, обусловленные фазовыми изменениями структуры. Изменение свойств материала должно быть остаточным [50].

Термическая обработка МСС заключается в проведении закалки и последующего старения.

В зарубежных источниках изучалось влияние термической обработки на дисперсионное твердение и механические свойства СЛС - образцов в диапазоне температур старения, равном 450-500°C. В работе [51] исследовалось влияние термической обработки при более низком температурном интервале 250-550°C на структуру и механические свойства образов, полученных методом СЛС. Так же было проведено исследование по влиянию предварительной закалки при $T = 820^{\circ}\text{C}$ и $T = 940^{\circ}\text{C}$. В качестве

материала использовалась мартенситно-стареющая сталь 1.2709 (типа 01ХН18К9М5ТЮ). На практике обычно требуется, чтобы изделия, изготовленные по аддитивных технологиям, имели такой же показатель (или выше) механических свойств, как и при традиционном производстве. Микроструктура образцов после процесса СЛС оказалась ячеистой с мелкими частицами остаточного аустенита [51].

Микроструктура образцов при термообработке $T = 250^{\circ}\text{C}$ оказалась похожей на исходную микроструктуру, состоящую из равноосных и удлиненных частиц [51]. После длительного старения при $T = 500\text{--}550^{\circ}\text{C}$ границы зерен утолщались, так как происходил рост ревертированного аустенита. В образцах состаренных при $T = 550^{\circ}\text{C}$ при $t = 6$ часов была обнаружена сегрегация никеля, что свидетельствует о трансформации Ni_3Mo в равновесную фазу Fe-Mo [52].

Закалка при температуре $T = 820^{\circ}\text{C}$ устранила остаточные напряжения, вызванные технологией изготовления, и некоторую химическую неоднородность. Так же отжиг привел к диспергированию очень мелких выделений в матрице (Ni_3Ti). Подобная структура была также обнаружена на образцах, состаренных при $T = 250^{\circ}\text{C}$ при $t = 6$ часов. Значительные изменения произошли при более высокой температуре старения $T = 550^{\circ}\text{C}$ при $t = 6$ часов. Границы зерен, которые почти исчезли при закалке $T = 820^{\circ}\text{C}$, вновь стали хорошо видны. Образцы, закаленные при $T = 940^{\circ}\text{C}$, не имели следов ячеистой структуры, поскольку выдержка при высокой температуре способствовала равномерному распределению легирующих элементов, снятию большей части остаточных напряжений и формированию типичной реечной структуры после охлаждения. В микроструктуре было обнаружено значительно меньшее количество дисперсных частиц. Границы раздела стали фактически невидимы за счет интенсивного выделения и образования аустенита. Такая же микроструктура

наблюдалась и у стали, изготовленной традиционным способом при закалке $T = 940^{\circ}\text{C}$ [51].

Закалка при $T = 820^{\circ}\text{C}$ привела к падению предела текучести, к увеличению предела прочности и повышению удлинения образцов. Закалка при $T = 940^{\circ}\text{C}$ привела к снижению предела прочности и предела текучести при удлинении 22 %. Твердость после закалки уменьшалась, наименьшую твердость показала закалка при $T = 940^{\circ}\text{C}$ [51-52].

В состаренных образцах прочность увеличивалась при каждой из температур ($T = 250^{\circ}\text{C}$ и $T = 550^{\circ}\text{C}$) с выдержкой от 0 до 6 часов [53]. Резкое увеличение прочности и твердости при $T = 350^{\circ}\text{C}$ означало, что дисперсионное твердение происходит при более низких температурах. При старении $T = 550^{\circ}\text{C}$ у всех образцов уменьшалась прочность с увеличением времени. Наибольшее количество аустенита было отмечено в образце, полученном по стандартной технологии, в котором так же происходило падение прочностных характеристик [53].

Таким образом, исходное состояние образцов влияет на микроструктуру и механические свойства материала. При температурах закалки СЛС-образцы имели структуру стали, полученной традиционной технологией. Прочность у всех исследуемых образцов повышалась при температурах старения до 500°C . При старении $T = 550^{\circ}\text{C}$ происходит перестаривание и увеличение аустенита, приводящее к падению прочностных свойств [53].

В работе [54] из МСС марки FeCo15Cr14Ni4Mo3 методом СЛС были получены образцы, проанализированы структура и механические свойства стали в исходном состоянии и после старения. В оптимизированных условиях старения была получена СЛС-сталь с пределом прочности при растяжении 1484 ± 6 МПа и пределом текучести 1376 ± 4 МПа.

В работе [55] была исследована МСС с высоким содержанием молибдена - 15%. Сталь подвергали старению при температуре 530°C для

инициации дисперсионного упрочнения. Анализ показал, что до и после старения фазовый состав стали оставался неизменным и сохранял мартенситную структуру. Старение способствовало твердорастворному превращению с выделением избыточной фазы в виде наноразмерных дисперсных частиц Fe_2Mo . МСС продемонстрировала исключительные механические свойства: предел прочности достигал 1978 ± 38 МПа, а относительное удлинение составило 7,36 %.

Прочность данного класса сталей можно повысить путем термообработки при температуре 480–500 °C в течение нескольких часов. В зависимости от системы легирования при старении внутри мартенситной матрицы могут выделяться упрочняющие фазы Ni_3Mo , Ni_3Ti , Ni_3Al , Fe_2Mo , которые блокируют движение дислокаций по механизму Орована [53]. За счет послойного сплавления материала при СЛС сталь подвергается циклическому повторному нагреву. Это приводит к образованию затвердевающих выделений [54]. Было показано, что ТО улучшает механические свойства стали, и необходимые свойства можно получить, подобрав соответствующие режимы ТО. Например, в работе [55] проанализировали влияние старения при 490 °C в течение 6 ч и закалки после выдержки при 840 °C в течение 1 часа на микроструктуру и механические свойства стали 18Н300. По сравнению с образцами, подвергшимся старению после СЛС, после закалки + старения они имели более высокую прочность и твердость, но меньшее удлинение при разрыве.

В работе [56] был изучен уровень механических свойств стали М300, полученной методом СЛС, было установлено увеличение прочности с потерей пластичности после термообработки. Кемпен и др. [57] изучали влияние параметров процесса (толщины слоя и скорости сканирования) и различных методов старения на микроструктурные и механические свойства стали М300. Было обнаружено, что удлинение до разрушения уменьшилось с 13% до 2%. Ю. Бай и др. [59] изучали влияние параметров процесса и эволюцию механических свойств мартенситостареющей стали, полученной

СЛС. Было замечено, что СЛС-сталь показала относительно более низкую пластичность и ударную вязкость, чем значения, наблюдаемые у деформируемой стали. После термообработки было замечено снижение пластичности. Казати и др. [60] изучали старение и механическое поведение мартенситностареющей стали и обнаружили, что микроструктура готового образца демонстрирует ячеистую структуру. Менегетти и др. [61] исследовали влияние ориентации образцов (0° и 90°) на свойства мартенситностареющей стали. Результаты испытаний на растяжение показали отсутствие изменений в механических свойствах образцов, построенных с ориентацией 0° и 90° , как в исходном, так и в состаренном состоянии. Из приведенной выше литературы видно, что пластичность резко снижается с увеличением прочности после термообработки мартенситностареющих сталей.

Таким образом, высокие физико-механические свойства и технологичность по сравнению со сталью других классов позволяют использовать МСС для изготовления ответственных изделий. Развитие производства за счет внедрения в производственный процесс методов аддитивных технологий, а именно СЛС, расширяет возможности изготовления изделий сложной конфигурации, которые традиционными способами изготавливается за несколько циклов механической обработки, которые требуют дополнительных затрат.

Интерес к применению МСС в технологии СЛС обусловлен не только высоким комплексом физико-механических свойств, но и практически полным отсутствием поводок в процессе печати ввиду уникальной природы стали.

На основании анализа литературных источников можно выделить следующую цель работы - создание технологии селективного лазерного сплавления изделий из порошковых мартенситностареющих сталей, включающую в себя операции газостатической и термической обработки.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Разработка технологии СЛС, обеспечивающей изготовление образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ с минимальным количеством дефектов.
2. Выявление особенностей формирования структуры сплавов в процессе сплавления и исследование анизотропии механических свойств образцов.
3. Исследование влияния постобработки (ГИП, закалка, старение) на эволюцию структуры и физико-механические свойства СЛС-образцов из сплавов марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.
4. In-situ исследования влияния постобработки на структурно-фазовые превращения при нагреве в колонне просвечивающего электронного микроскопа СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.
5. Оценка влияния основных климатических факторов на эксплуатационно-технологические свойства СЛС-образцов путем проведения ускоренных климатических испытаний.
6. Изготовление по разработанной технологии опытных образцов деталей типа «Ключ», «Переходник», «Корпус» из порошковых МСС марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ и проведение их испытаний.
7. Разработка и внедрение технологической документации на изготовление изделий из CL50 WS CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ. Проведение технико-экономического обоснования созданной технологии в сравнении со стандартным технологическим процессом производства изделий из МСС.

ГЛАВА 2. ИСХОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1. Используемые порошковые материалы

В качестве исходных порошковых материалов в работе использовались высокопрочные мартенситно-стареющие стали марок CL50 WS (Германия) и ПР-03Н18К9М5ТЮ (Россия, АО “Полема”), сплавы являются аналогами стали марки ЧС4. Порошковые материалы были получены методом газовой атомизации - распылением расплава аргоном. Химический состав сплавов представлен в таблицах 1 и 2. Данные в таблицах выражены в массовых процентах (% масс.).

Таблица 1 - Химический состав порошка марки CL50 WS

Fe	Mo	Ni	Ti	Co	C	Al	O	N
основа	5,0	19,0	0,9	10,0	0,03	0,15	0,146	0,021

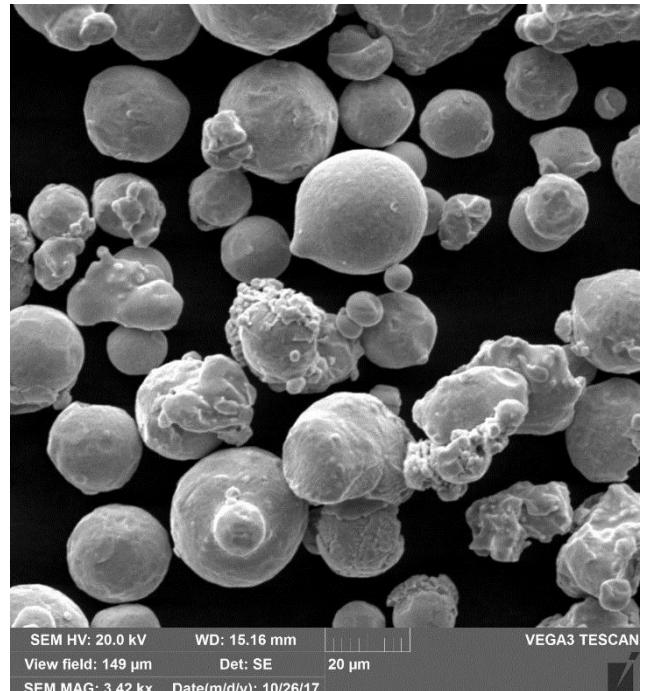
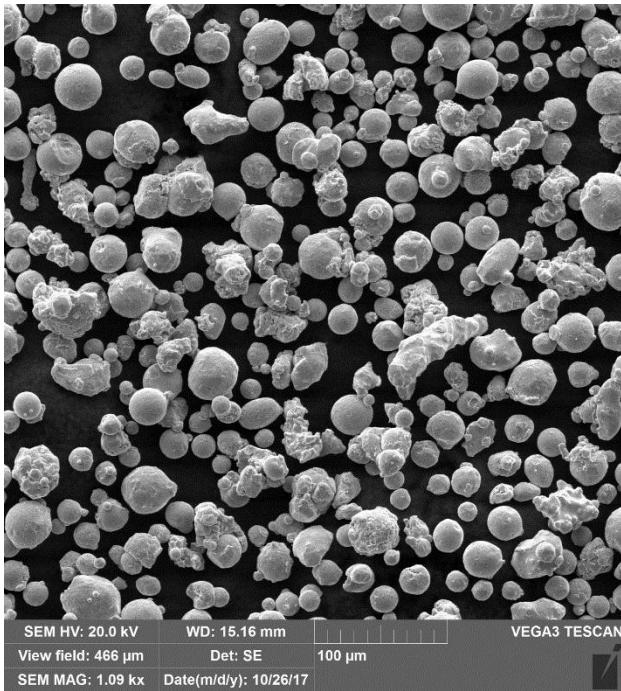
Таблица 2 - Химический состав порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ

Fe	Mo	Ni	Ti	Co	C	Al	O	N
основа	5,02	18,2	1,08	9,03	0,02	0,12	0,017	0,003

В таблице 3 представлены основные характеристики порошковых материалов, такие как фракционных состав, гранулометрический состав, насыпная плотность, текучесть. Внешний вид и микроструктура представлена на рисунках 2 - 3. В порошке присутствовали отдельные частицы неправильной формы размером до 50 мкм (CL50 WS, рис.2. а,б) и до 65 (ПР-03Н18К9М5ТЮ, рис.2. в,г) мкм (частицы несферичны). На гранулах порошка обоих марок наблюдаются сателлиты, что видно на рис.2. Микроструктура порошков представлена мелкими дендритами, закрытые газовые микропоры не обнаружены (рис. 3).

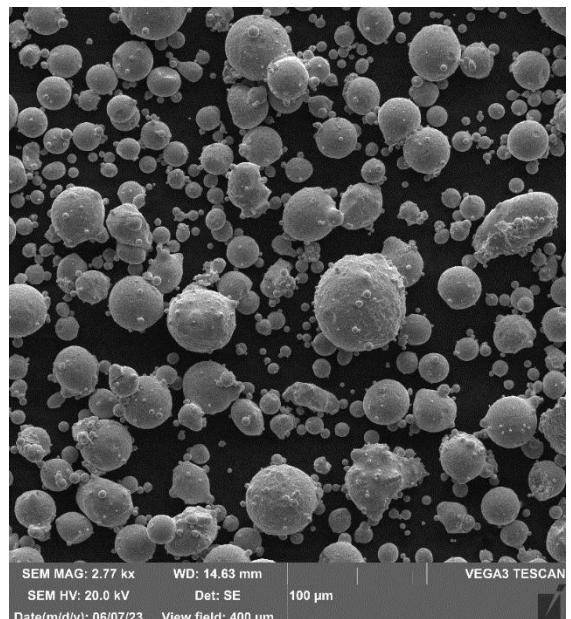
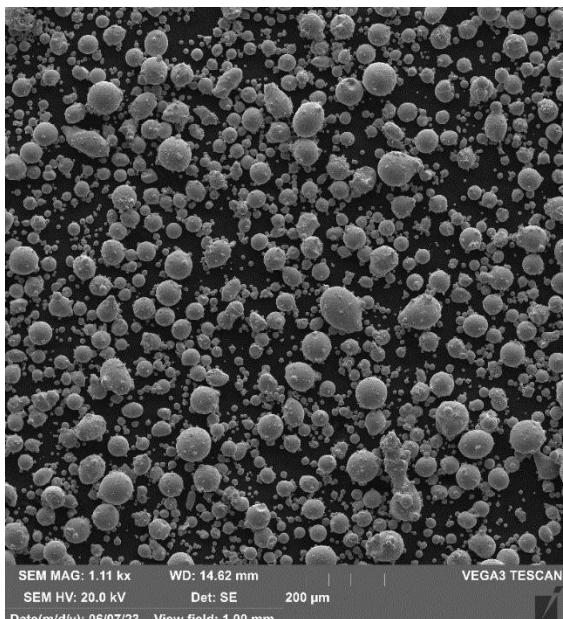
Таблица 3 - Характеристики порошковых материалов

Сплав	Фракция, мкм	Гранулометрический состав, %			Насыпная плотность, г/см ³	Текучесть, с
		d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀		
CL50 WS	5 - 45	17,7	29,4	48,0	4,544	13,0
ПР-03Н18К9М5ТЮ	10 - 63	18,6	43,2	72,9	4,378	12,3



a)

б)



в)

г)

Рисунок 2 - Внешний вид частиц порошка марок CL50 WS (а,б) и ПР-03Н18К9М5ТЮ (в,г)

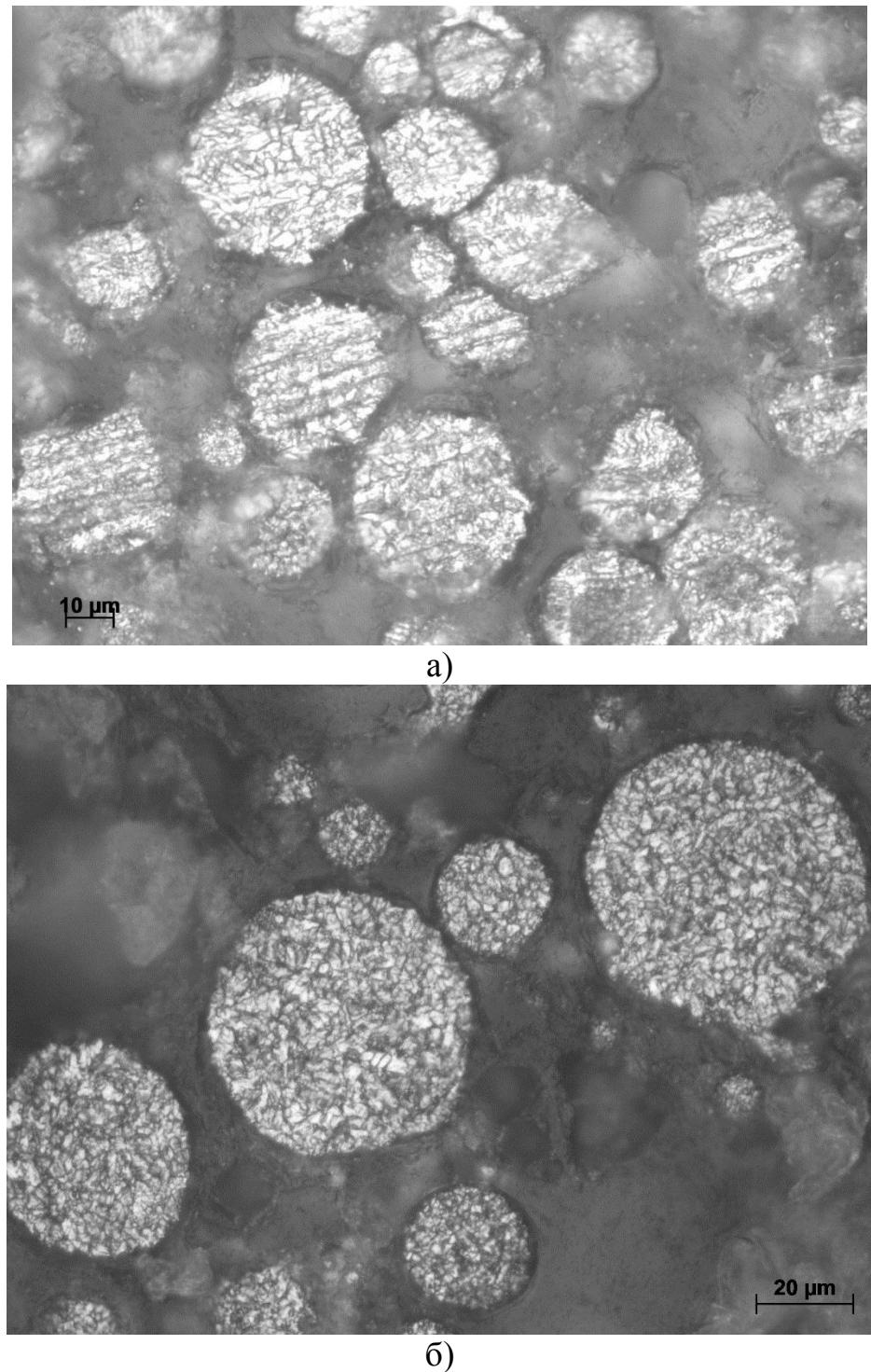


Рисунок 3- Фотографии микроструктуры частиц порошка марок CL50 WS (а) и ПР-03H18K9M5TЮ (б)

2.2. Селективное лазерное сплавление

Отработку режимов СЛС для сплава сплавов проводили в среде аргона на промышленном 3D-принтере, оснащенном иттербьевым волоконным лазером мощностью 400 Вт с диаметром лазерного пятна 50 мкм и платформой построения 245×245 мм. Подогрев платформы построения

составлял 200 °С. Основными варьируемыми параметрами являлись мощность лазера, скорость сканирования, ширина штриховки оставалась неизменной, так как 3D-принтер обладает особой стохастической стратегией сканирования, позволяющей снизить напряжения в материале. Сегменты внутри «островков» прожигаются подряд, в одном направлении. «Островки» прожигаются в случайном порядке с целью сбалансировать остаточные напряжения. После того, как лазер прожигает «островок» происходит сканирование внешнего контура для улучшения качества поверхности изделия. Для каждого последующего слоя происходит смещение «островка» на 1 мм по X и Y, чтобы избежать дефектов из-за перекрытия границ «островков». На рисунке 4 представлена стратегия сканирования.

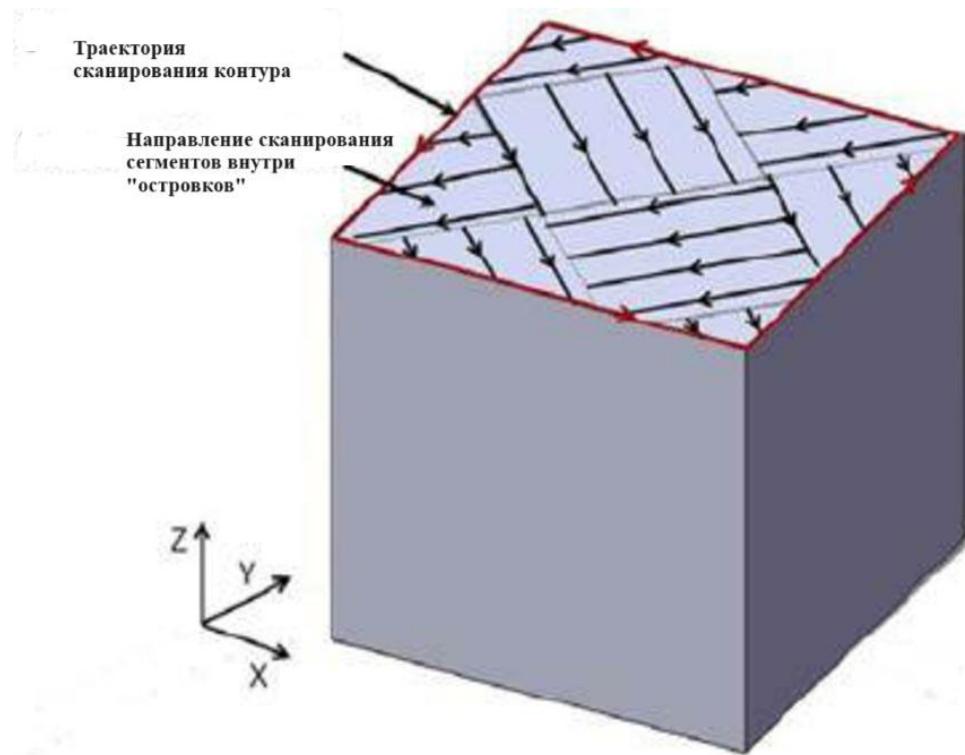


Рисунок 4- Схематичное представление сканирования в виде
“островка”

В ходе параметрических исследований варьировались скорость сканирования от 600 до 615 мм/с и мощность от 160 до 200 Вт при неизменной толщине порошкового слоя 0,03 мм и диаметре лазерного пятна 0,05 мм, режимы сплавления соответственно 1.1 - 9.3 (таблица 4).

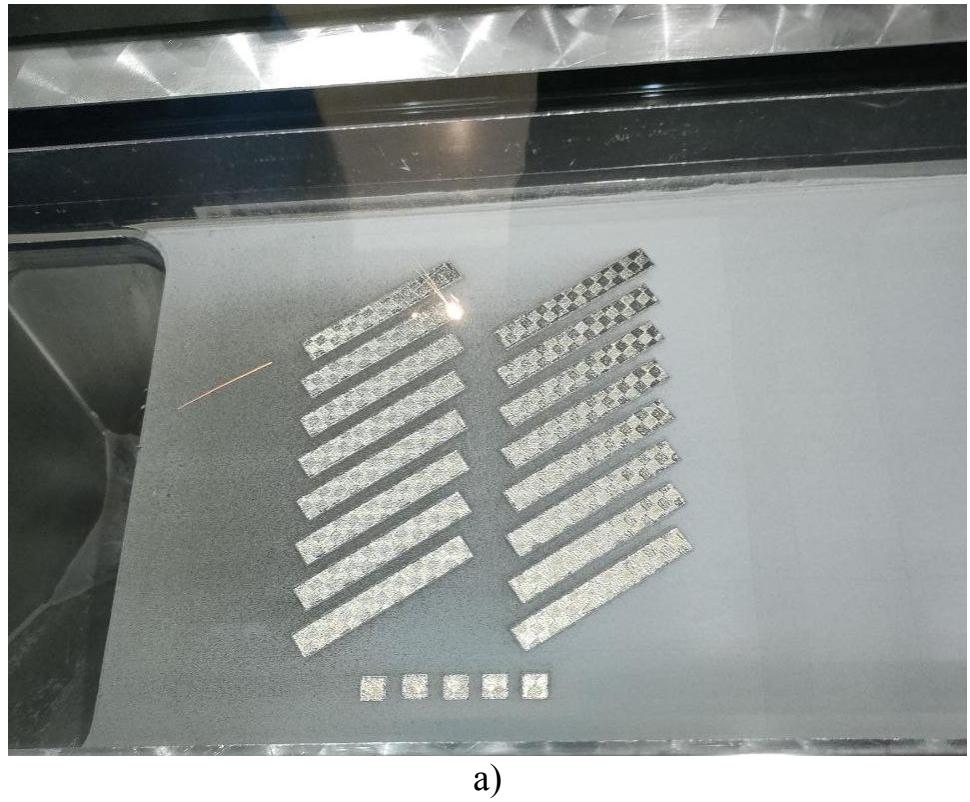
Таблица 4 - Параметры СЛС при разработке режима сплавления для сплавов CL50 WS и ПР-03Н-18К9М5ТЮ

Параметры СЛС	Интервалы режимов параметрических исследований								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Мощность, Вт	160	165	170	175	180	185	190	195	200
Скорость, мм/с					600, 610, 615				
Интервал сканирования, мм					0,05				
Толщина слоя, мм					0,03				

Совокупность влияния технологических параметров на структуру СЛС-образцов оценивали через величину общего энерговклада:

$$E = \frac{P}{v \times x \times h}, \text{Дж/мм}^3$$

Экспериментальные образцы представляли собой прямоугольные призмы размером 10x10x10 мм и 12x12x80 мм (рис.5).



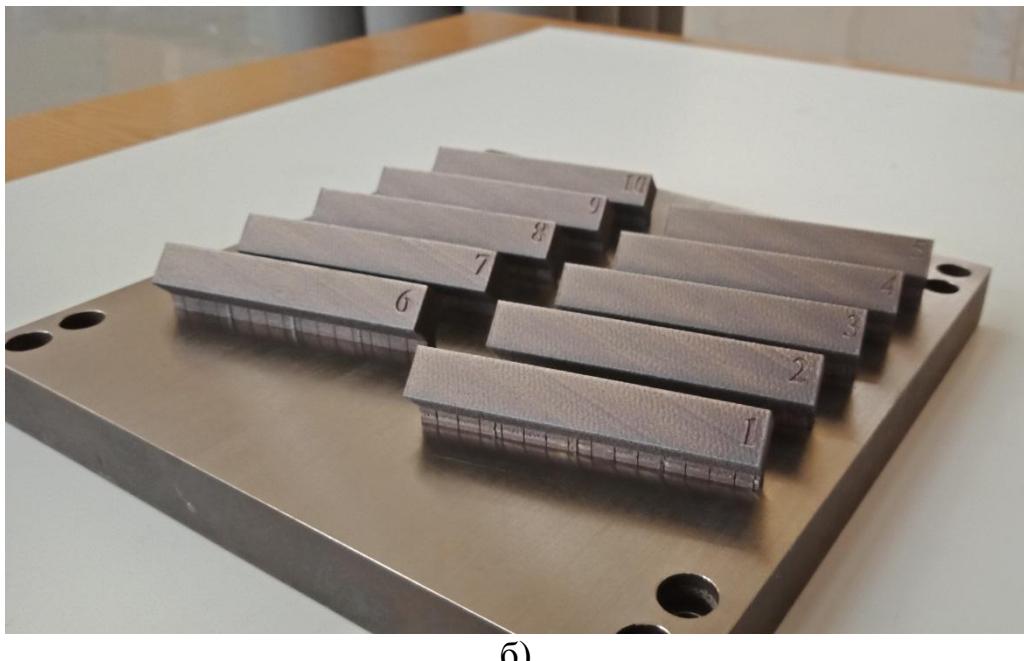


Рисунок 5 - Внешний вид экспериментальных образцов в процессе СЛС (а) и после сплавления (б)

Для определения оптимального режима СЛС на втором этапе исследований определялась пористость образцов, а также проводились механические испытания и анализ изломов.

2.3. Горячее изостатическое прессование

Горячее изостатическое прессование (ГИП) для СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н-18К9М5ТЮ проводили на газостате HIRP 10/26-200-2000 (ABRA AG, Швейцария). В случае сплава CL50 WS процесс осуществлялся при 920 °C, а для сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ – при четырех температурах: 920 °C (ГИП А), 1000 °C (ГИП Б), 1100 °C (ГИП В), 1140 °C (ГИП Г). После ГИП измеряли пористость, параметры структуры и механические свойства.

2.4. Термическая обработка

В ходе исследований эволюции структуры и получения оптимальных показателей механических свойств, а именно прочности и пластичности, проводился подбор режимов термообработки, представляющей собой закалку с последующим старением. Термообработка проводилась в камерной печи с защитной атмосферой ПКМ 4,8,2,5 (Россия).

Экспериментальные образцы из МСС марки CL50 WS термообрабатывались по режимам, представленным в таблице 5.

Таблица 5 - Режимы термической обработки образцов стали CL50 WS

№ Режима	Отжиг, °C	Среда охлаждения	Закалка, °C	Среда охлаждения	Старение, °C	Среда охлаждения
A	540	печь	-	-	-	-
Б1-Б3	540	печь	-	-	480-520	печь
В	540	печь	840	воздух	-	-
Г1-Г3	-	-	920	воздух	480-580	печь

Для МСС марки ПР-03Н18К9М5ТЮ параметры режимов термообработки представлены в таблице 6.

Таблица 6 - Режимы термической обработки для материала МСС марки ПР-03Н18К9М5ТЮ

№ Режима	Закалка, °C	Среда охлаждения	Старение, °C	Среда охлаждения
1.1-1.10	920	воздух	480-620	печь
2.1-2.5	920	воздух	300-400	воздух
Двойная закалка				
3	920	воздух	500	печь
	820			
Тройная закалка				
4.1-4.2	920	вода	380-395	воздух
5.1-5.2	1000	воздух	380	воздух
		масло		

6.1-6.10	1100	воздух	380-570	воздух
----------	------	--------	---------	--------

2.5. Компьютерная томография

Контроль внутренних дефектов сплавленного материала производился при помощи компьютерной томографии в системе XTH450 LC (Nikon Metrology, Япония), расчет пористости проводился также при помощи томографии в программном обеспечении VGSTUDIO MAX 3.1

Съемка детали осуществлялась при следующем режиме: напряжение – 340 кВ; ток – 120 мкА; размер вокселя – 0.1 мм^3 ; время съемки – 30 мин.

2.6. Приготовление металлографических шлифов

Образцы для металлографических шлифов заливали смесью Technovit 4006 (Россия) в пропорции порошок: загуститель: 2:1. Изготовление шлифа проводится на двухдисковой шлифовально-полировальной машине с механическим приспособлением для подачи образцов ЛАТ25-С3 с использованием шлифовальной бумаги из карбида кремния зернистостью Р180, Р600, Р800, Р1200, Р4000. Полирование проводилось на полировальном сукне с использованием смеси, состоящей из алмазной суспензии (3 мкм) и лубриканта. После полирования шлиф промывался водой и высушивался на фильтровальной бумаге.

Травление осуществлялось смесью FeCl_2 (200 мл) + HNO_3 (300 мл) + H_2O (100 мл), время реакции 20 секунд.

2.7. Оптическая микроскопия

Исследования микроструктуры образцов проводили методом оптической микроскопии (ОМ) при помощи программного обеспечения анализатор фрагментов микроструктуры твердых тел «SIAMS 800», на базе оптического микроскопа Axio Vert A1.MAT (Германия). Выявление дефектов структуры (поры, трещины, несплавления) осуществлялось на шлифах без травления. Исследование зеренной макроструктуры производилось на шлифах после травления.

2.8. Сканирующая микроскопия

Исследования микроструктуры и фрактография проводились методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Фрактографический анализ изломов выполнен на сканирующем электронном микроскопе VEGA3TESCAN (Чехия), а исследование микроструктуры - на сканирующем электронном микроскопе S-3400 (Hitachi, Япония)

2.9. Просвечивающая электронная микроскопия

Для исследования тонкой структуры образцов при высоком разрешении использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEM-2100 (Япония). Ламели для ПЭМ получали с помощью механического утонения и последующего ионно-лучевого травления на установке PIPS II (Gatan, США).

2.10. Определение твердости, измерительное индентирование

Твердость материала в состояниях СЛС, ГИП, ТО определяли методом Роквелла по ГОСТ 9013-59 на твердомере ТК-2М (Россия).

Твердость (Н, ГПа), модуль упругости (Е, ГПа) и степень упругого восстановления (R, %) определялся методом измерительного индентирования с помощью нанотвердомера Nano-Hardness Tester (CSM Instruments, Швейцария) при нагрузке на индентор Берковича 20 мН. Обсчёт кривых «нагружение-снятие нагрузки» проводился по методу Оливера-Фарра

2.11. Механические испытания

Для оценки механических свойств из заготовок вырезали цилиндрические образцы для испытаний на растяжение с диаметром рабочей части 5 мм (ГОСТ 1497-84, тип III, №7). Испытания проводили на установке «Shimadzu 100kN» (Япония), на которой определяли условный предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_b), относительное удлинение (δ) и относительное сужение (ψ).

2.12. Ускоренные климатические испытания (УКИ)

Ускоренные климатические испытания представляли собой имитацию воздействия климатических факторов в течение 3х лет в условиях

изготовления и 20 лет в условиях эксплуатации материала. Основной задачей было оценить влияние основных климатических факторов на эксплуатационно-технические характеристики. УКИ проводились в термокамерах ILKA TV (Германия), обеспечивающих поддержание заданных условий с предельно допустимой погрешностью по температуре $\pm 3^{\circ}\text{C}$ и по относительной влажности воздуха $\pm 4\%$. В таблице 6 приведены режимы испытаний и последовательность проведения работ.

Таблица 6 - Последовательность проведения работ и режимы УКИ

№	Режимы испытаний			Кол-во переходов	Имитируемый срок, годы
	Температура, $^{\circ}\text{C}$	Относительная влажность, %	Время выдержки, час		
Испытания на воздействие сезонных перепадов температуры (в условиях неотапливаемого хранилища при изготовлении в течение 0,5 года)					
1	- 50	Не контр.	4	1	0,5
	15÷25	Не контр.	4		
	50	Не контр.	4		
Испытания на воздействие суточных перепадов температуры (в условиях неотапливаемого хранилища при изготовлении в течение 0,5 года)					
2	- 15	Не контр.	4	63	0,5
	15÷25	96	4		
Испытания на старение					
3	80	Не контр.	720	-	3

4	После проведения испытаний на старение провести осушку матчасти ветошью, сухим воздухом				
5	Испытание на старение				
	80	Не контр.	5280	-	23

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВ ИЗ СПЛАВОВ CL50 WS И ПР-03Н18К9М5ТЮ

3.1 Параметрические исследования процесса СЛС

В результате проводимых исследований, изготовленных образцов размером 10x10x10 из МСС на различных режимах сплавления установлено формирование внутренних дефектов, таких как единичные и протяженные трещины, участки несплавлений, множественная и единичная пористость. Наличие таких дефектов как трещины и большие участки несплавлений являются критическими и уменьшают надежность изделия, так как их невозможно устранить операциями постобработки, а именно ГИП.

На практике, как правило, в процессе СЛС происходит формирование нескольких видов дефектов, например, небольшие участки несплавлений и единичная пористость, единичные трещины и локальные несплавления и т.д. Кроме того, один и тот же дефект может обладать разной степенью выраженности и распределения в объеме изделия.

Основная задача параметрических исследований процесса СЛС для МСС состоит в выявлении режима, обеспечивающего наименьшее количество некритических дефектов, а именно, наличие объемной пористости в изделиях не более 1 %. На рисунке 6 приведена гистограмма, показывающая величину энерговклада при изменяющихся параметрах скорости сканирования и мощности лазерного излучения, а также значения пористости материала. Цветовое обозначение показывает: красный – пористость более 1 % и/или наличие участков несплавления, трещины; желтый – пористость менее 1 %, но наличие участков несплавлений и/или трещины; зеленый – единичные поры, отсутствие участков несплавления и трещин.

Мощность лазера Р, Вт	Скорость сканирования V, мм/с		
	600	610	615
160	<u>1.1</u> 59,3	<u>1.2</u> 58,3	<u>1.3</u> 57,8
165	<u>2.1</u> 61,1	<u>2.2</u> 60,1	<u>2.3</u> 59,6
170	<u>3.1</u> 63,0	<u>3.2</u> 61,9	<u>3.3</u> 61,4
175	<u>4.1</u> 64,8	<u>4.2</u> 63,8	<u>4.3</u> 63,2
180	<u>5.1</u> 66,7	<u>5.2</u> 65,6	<u>5.3</u> 65,0
185	<u>6.1</u> 68,5	<u>6.2</u> 67,4	<u>6.3</u> 66,8
190	<u>7.1</u> 70,4	<u>7.2</u> 69,2	<u>7.3</u> 68,7
195	<u>8.1</u> 72,2	<u>8.2</u> 71,0	<u>8.3</u> 70,5
200	<u>9.1</u> 74,1	<u>9.2</u> 72,9	<u>9.3</u> 72,3

Рисунок 6 - Матрица параметрических исследований процесса СЛС, в которой приведены обозначения режимов СЛС и значения энерговклада, а также цветовое обозначение характера дефектов

Установлено, что при мощностях в диапазоне 160-175 Вт во всем спектре исследований скоростей сканирования процесса СЛС при использовании порошков CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в микроструктуре образуются цепочки несплавлений и пор. Это свидетельствует о недостаточном количестве подводимой энергии, необходимой для сплавления порошковых частиц и образования связи между слоями. Режимы СЛС в диапазоне мощности 190-200 Вт показали отсутствие несплавлений, концентрацию объемной пористости менее 1 %, но увеличение подводимой энергии привело к образованию трещин в объеме материала. Кроме того, режимы с близкими энерговкладами в диапазоне 180-185 Вт имели наименьшее количество дефектов, представляющих собой пористость в объеме от 0.2 - 0.8 %.

На основании полученных первичных результатов, можно сделать вывод о том, что величина общего энерговклада не является основным показателем процесса сплавления, объективно отражающим влияние остальных параметров процесса на качество сплавленного материала.

На втором этапе параметрических исследований процесса СЛС из порошков двух марок МСС были изготовлены прямоугольные призмы, размером 12x12x80 в положении 0° (XY) относительно платформы построения, для механических испытаний на растяжение по выбранным режимам, показавшим наилучшие результаты: 5.1, 5.2, 5.3, 6.1, 6.2, внешний вид представлен на рисунке 7.



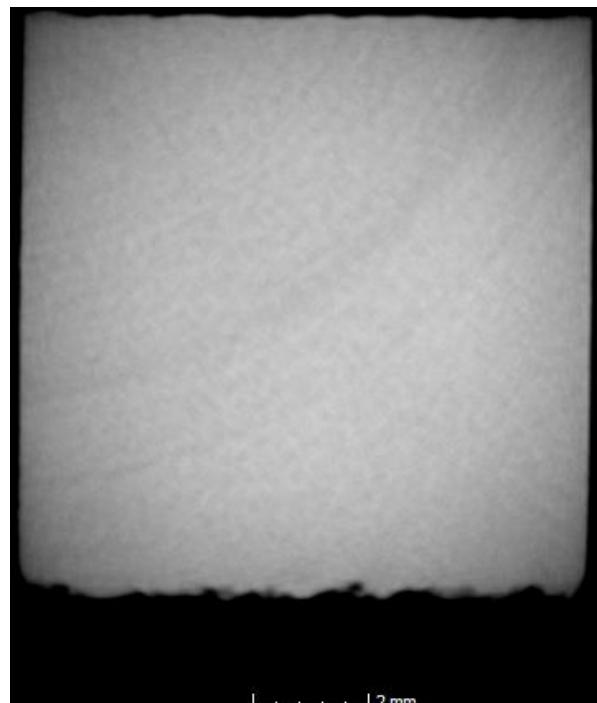
Рисунок 7 – Внешний вид СЛС-образцов, изготовленных по режимам № 5.1, 5.2, 5.3, 6.1, 6.2

На рисунке 8 представлены изображения компьютерной томографии образцов в поперечном сечении (плоскость ZY относительно платформы

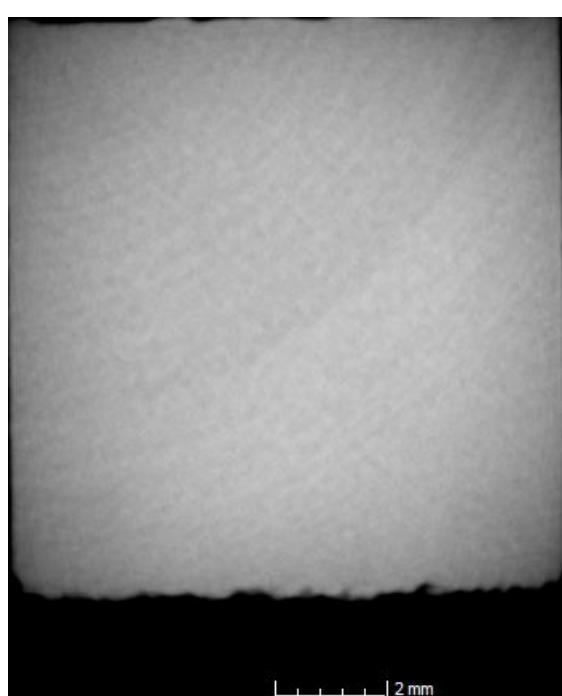
построения). Томография показала отсутствие несплошностей, а именно трещин, участков несплавлений и множественных скоплений пор.



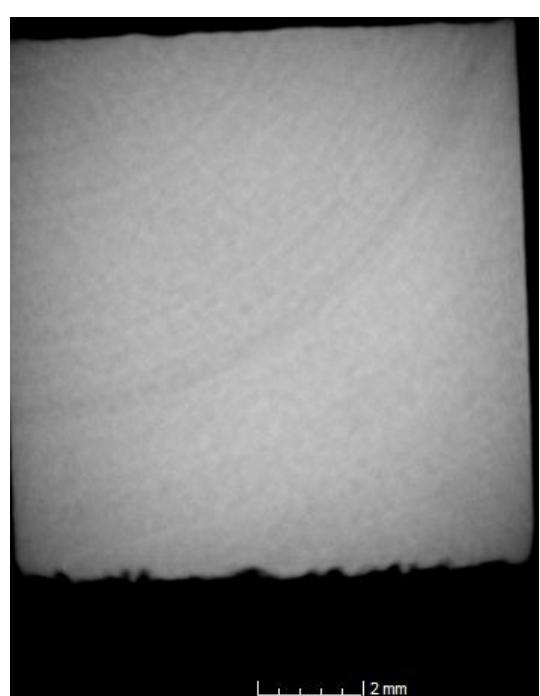
a)



б)



в)



г)



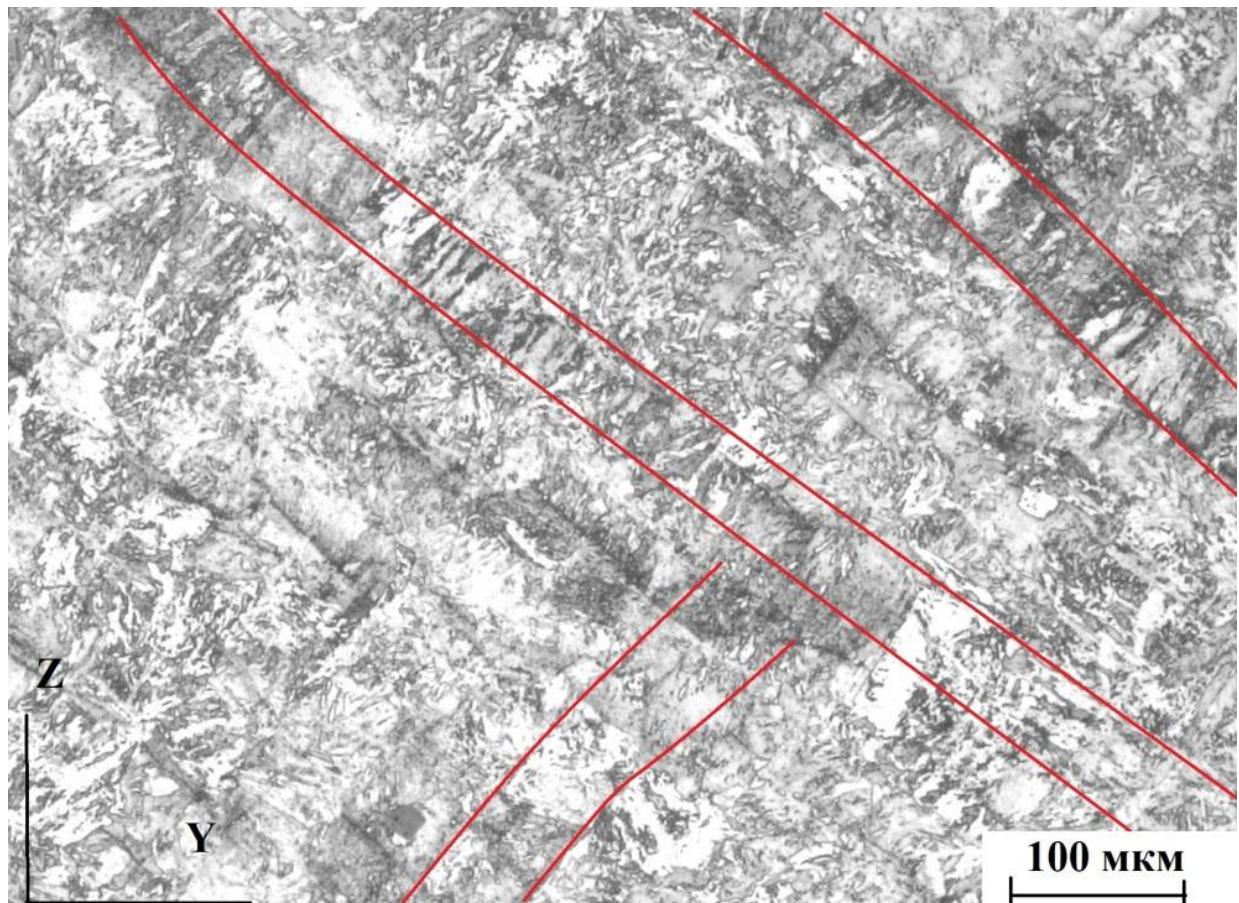
д)

Рисунок 8 - Компьютерная томография СЛС-образцов, изготовленных по режимам: а) 5.1; б) 5.2; в) 5.3; г) 6.1; д) 6.2

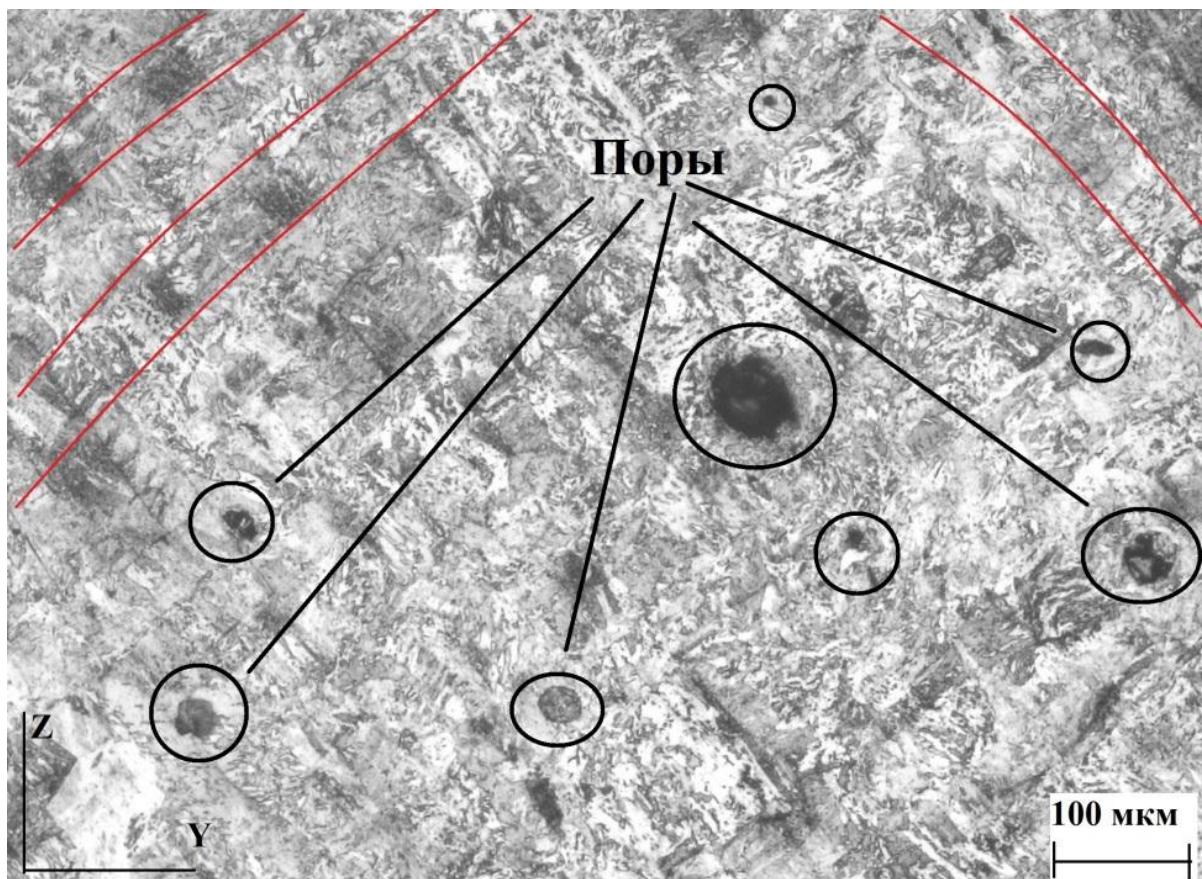
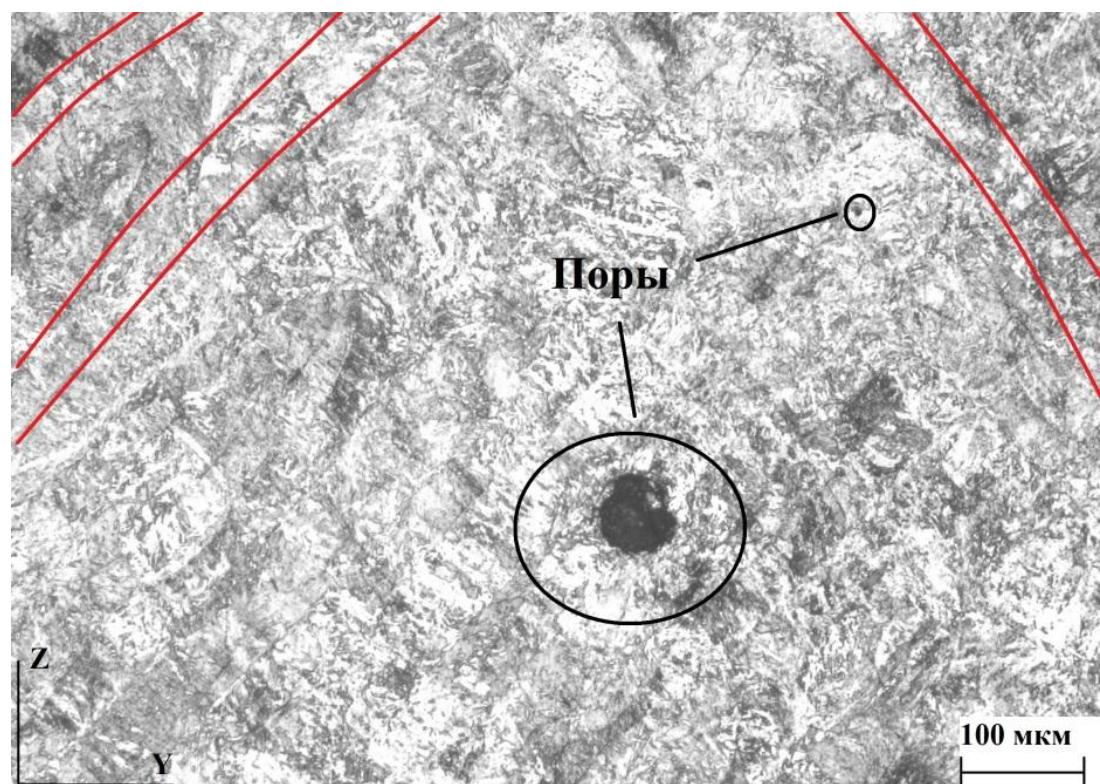
На рисунке 9 представлены макроструктуры поперечных сечений (плоскость ZY) образцов, полученных по режимам 5.1, 5.2, 5.3, 6.1, 6.2. Структура всех образцов имеет схожее строение, поскольку образцы изготовлены по режимам, энерговклады которых имеют близкие значения при идентичной стратегии сплавления. Структура представлена зернами, ориентированными по оси Z (красные линии на рисунке 9), образование зерен происходило за ходом лазерного луча в соответствии со стратегией сканирования.

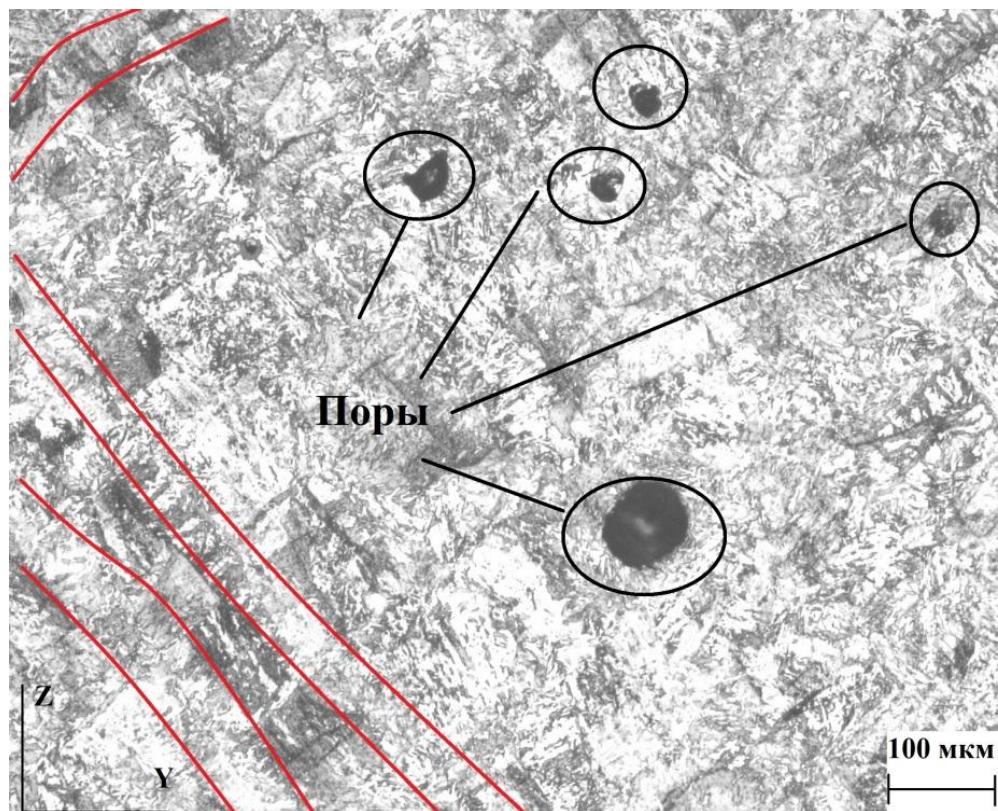
Во всех образцах присутствуют единичные поры различных размеров и морфологии, несплавления отсутствуют. Однако в образце, изготовленном по режиму 6.2, обнаружены трещины. В таблице 7 представлен анализ дефектов. По результатам исследований выявлено, что наилучшим режимом,

обеспечивающим минимальное значение остаточной пористости при отсутствии протяженных несплавлений, трещин, является № 5.1

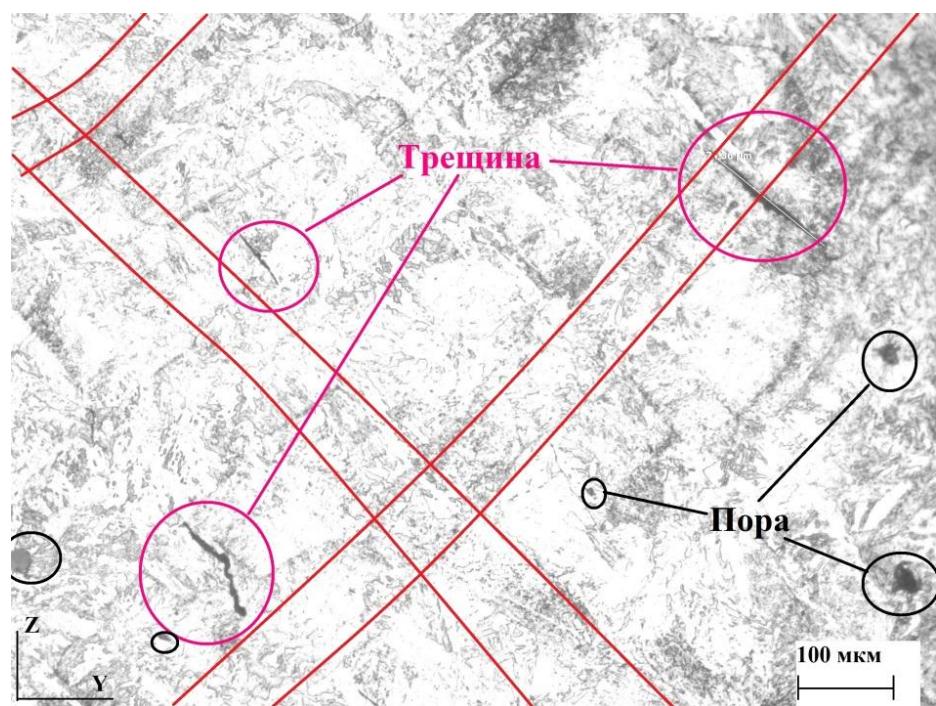


a) x 100

б) $\times 100$ в) $\times 100$



г) x 100



д) x 100

Рисунок 9 - Макроструктура СЛС-образцов, изготовленных по
режимам: а) 5.1; б) 5.2; в) 5.3; г) 6.1; д) 6.2

Таблица 7 – Результаты структурного анализа СЛС-образцов из порошка ПР-03Н18К9М5ТЮ

Номер режима	Пористость, %	Структурные дефекты
5.1	0,35	единичная пористость, размер пор до 40 мкм
5.2	0,55	множественная пористость размером до 65 мкм
5.3	0,51	единичная пористость, размер пор до 70 мкм
6.1	0,63	множественная пористость размером до 80 мкм
6.2	0,46	- множественная пористость размером до 74 мкм; - трещины, размером до 78 мкм

На основании полученных данных можно сделать вывод, что увеличение площади сплавляемых поверхностей, вследствие увеличения геометрических размеров образцов и усложнения процессов термических взаимодействий при СЛС, приводит к росту концентрации структурных дефектов в объеме материала.

В таблице 8 представлены результаты механических испытаний на растяжение СЛС-образцов, полученных по исследуемым режимам. СЛС-образцы, изготовленные по режиму 5.1, показали наилучшие прочностные характеристики. Это объясняется наименьшей концентрацией структурных дефектов, которые снижают прочностные и пластические свойства.

Таблица 8 – Механические свойства СЛС-образцов, полученных из порошка ПР-03Н18К9М5ТЮ

№ режима	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	$\psi, \%$

5.1	1035	1292	14,0	45,7
5.2	1020	1287	15,8	48,2
5.3	1015	1282	12,7	32,2
6.1	1015	1288	13,1	40,3
6.2	1019	1289	15,7	54,9

На основании проведенных параметрических исследований для дальнейших исследований эволюции структур СЛС-образцов при ГИП и ТО в качестве рабочего выбран режим 5.1.

3.2 Анализ структурных особенностей СЛС-образцов, полученных по оптимальным режимам на примере порошка CL50 WS

После процесса СЛС структура материала представляет собой аустенит с выделением мартенсита, поскольку в процессе СЛС происходит нагрев и быстрое охлаждение слоев сплавленного материала. Последнее приводит к закаливанию и образованию мартенситной структуры. На рисунке 10 представлена структура СЛС-образца после процесса сплавления. В структуре обнаружены единичные микропоры размером до 10 мкм, структурных дефектов в виде трещин и непроплавленных участков не обнаружено. Отчетливо видны границы ванн расплава (красные линии), имеющие дугообразную форму, преимущественно ориентированные перпендикулярно плите построения. Формирование такого типа структуры является типичным для технологии СЛС и связано с наличием преимущественного направления теплопередачи, реализуемой за счет высокой теплопроводности плиты построения и сплавленного материала. Теплопередача в других направлениях подавлена, так как теплопроводность порошковой и газовой сред существенно меньше теплопроводности компактного металлического материала.

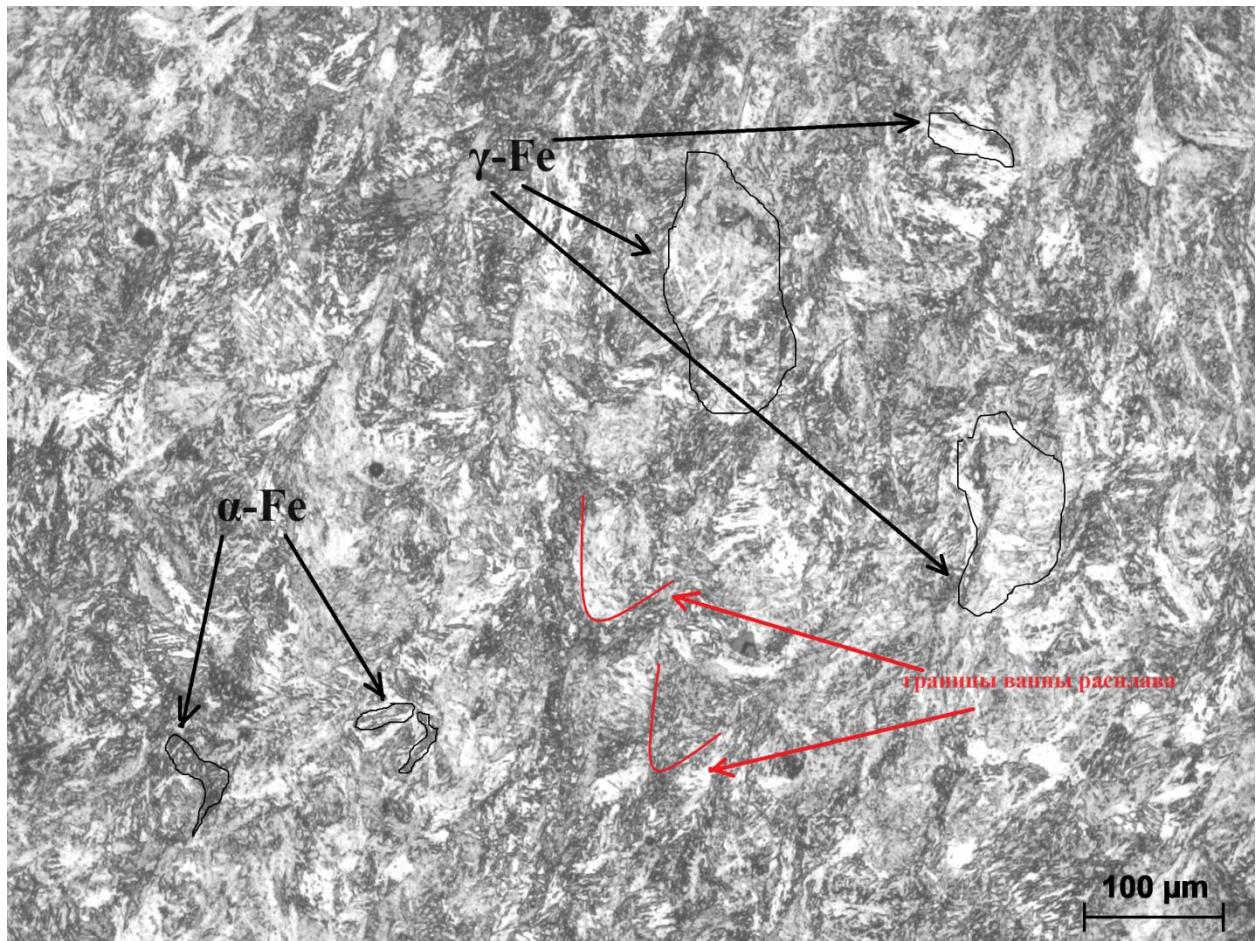
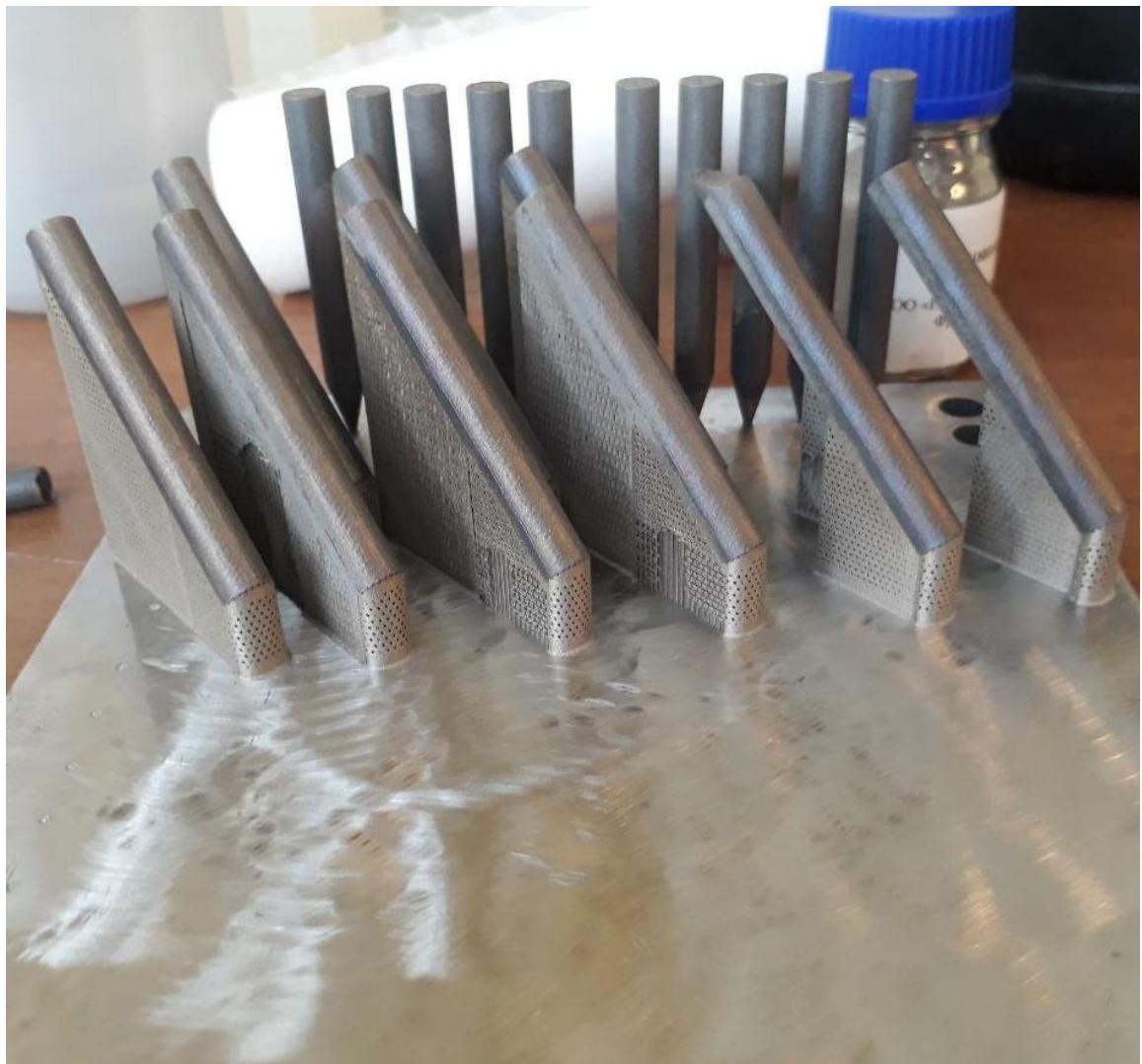


Рисунок 10 – Микроструктура СЛС-образца, изготовленного из порошка CL50 WS на оптимальном режиме № 5.1

3.3. Механические характеристики и физические свойства СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ, полученных по оптимальным режимам

Для исследований механических свойств по режиму № 5.1 получены экспериментальные СЛС-образцы с различной ориентацией по отношению к платформе построения (0^0 , 45^0 , 90^0). Внешний вид образцов, построенных из отечественного порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ, представлен на рисунке 11.



a)



б)

Рисунок 11 – Внешний вид экспериментальных образцов из МСС марки ПР-03Н18К9М5ТЮ с различной ориентацией на плите построения: а) 45° и 90° ; б) 0°

Результаты механических испытаний СЛС-образов, изготовленных на оптимальном режиме для сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ, в зависимости от направления построения представлены в таблице 9. Механические свойства (прочностные и пластические характеристики) для обоих сплавов, изготовленных на отобранном при параметрических исследованиях режиме, имеют высокие значения. Поэтому данный режим выбран для дальнейшего применения в технологии СЛС. Из представленных данных видно, что угол построения не влияет на твердость материала после СЛС, так как значительных структурных изменений не происходит в зависимости от ориентации образцов. Анализ данных механических испытаний показывает, что уровень свойств остается на одинаковом уровне

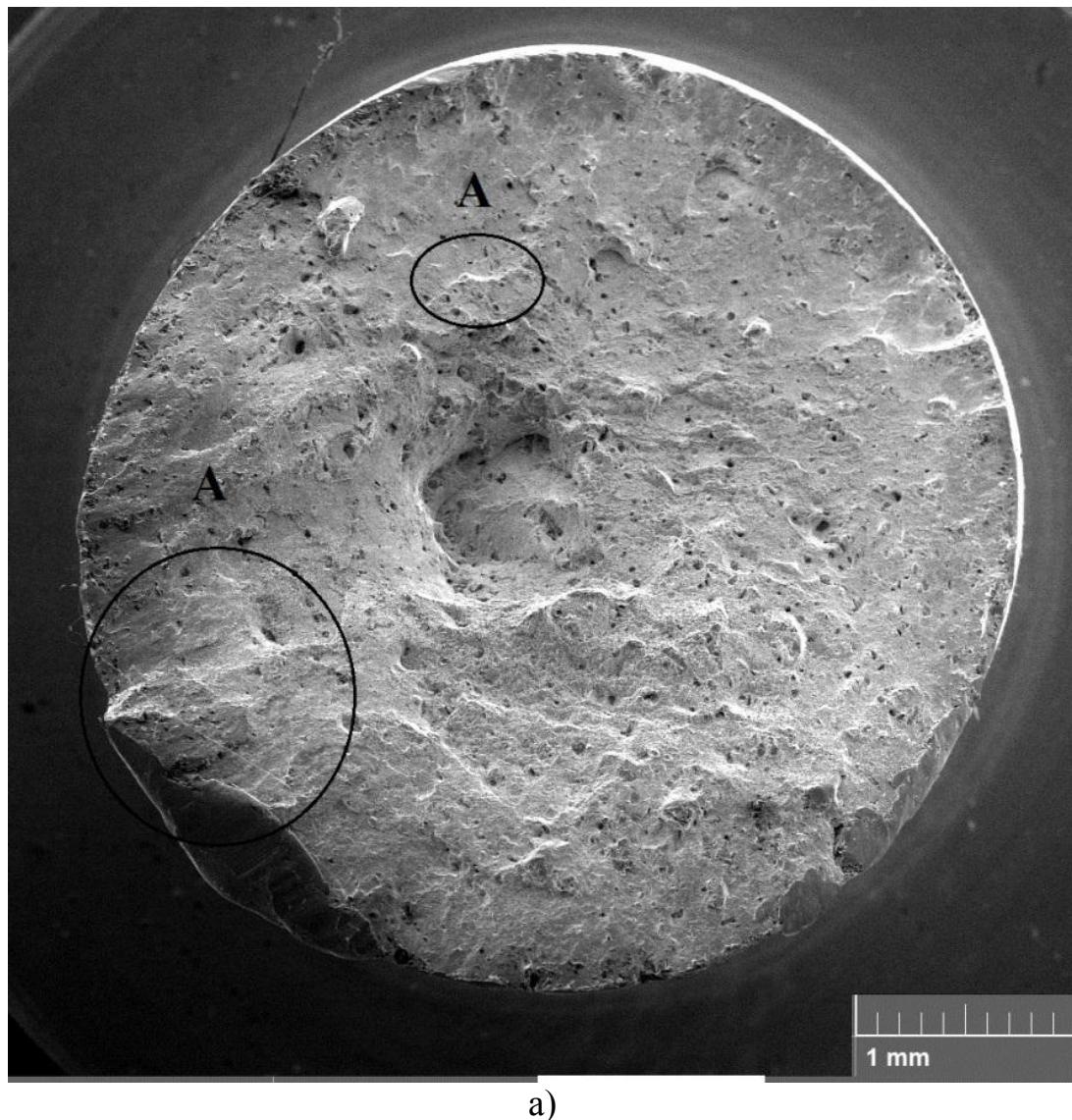
как для сплава CL50 WS, так и для ПР-03Н18К9М5ТЮ, независимо от направления построения.

Таблица 9 – Механические свойства СЛС-образцов из сплавов CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в зависимости от направления построения

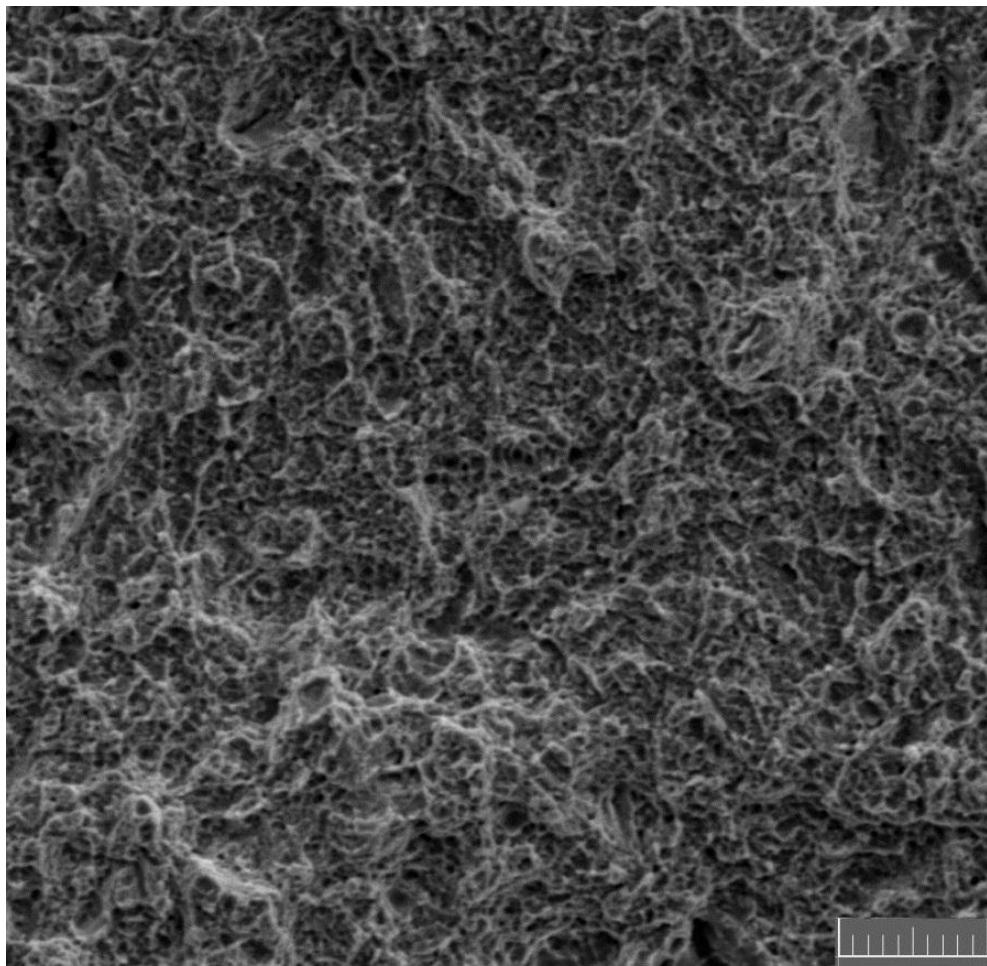
Угол построения	Материал	Механические свойства				
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	HRC
0°	CL50 WS	948±20	1099±10	12,8±1,7	58,9±6,5	41±3
	ПР-03Н18К9М5ТЮ	1070±35	1300±20	14,9±2,5	37,4±5	40±2
45°	CL50 WS	938±35	1060±15	13,8±2	55,6±6,7	41±3
	ПР-03Н18К9М5ТЮ	1062±20	1257±25	13,5±2,3	35,1±4,2	40±2
90°	CL50 WS	941±20	1079±15	13,8±2,5	58,6±6,2	41±3
	ПР-03Н18К9М5ТЮ	1065±25	1297±30	14,5±2,7	35,3±4,3	40±2

На рисунке 12 представлены фрактограммы изломов после испытаний на растяжение. Видно, что имеются участки хрупкого и вязкого разрушения, что свидетельствует о смешанном характере разрушения. На рисунке 12а представлен общий вид излома, на котором можно выделить фасетки скола (участок «А»), характерные для хрупкого разрушения, а на рисунке 12б - участок вязко-ямочного излома, характерный для вязкого разрушения. Можно предположить, что хрупкое (межзеренное) разрушение происходит по границам колоний столбчатых дендритов, ориентированных перпендикулярно направлению приложения нагрузки при растяжении. В колониях столбчатых дендритов, расположенных в направлении приложения

нагрузки или под небольшим углом к нему, реализуется механизм пластического течения с образованием микропустот и ямочных дефектов.



a)



б)

Рисунок 12 - Поверхность излома СЛС-образца из МСС марки ПР-03H18K9M5TЮ после испытаний на растяжение

3.4. Выводы по главе

1. Установлены оптимальные значения скорости и мощности сканирования, позволившие получить методом СЛС материал из сплавов CL50 WS, ПР-03H18K9M5TЮ с пористостью не более 0,2%, при отсутствии несплавлений, трещин, с пределом прочности (σ_b) до 1300 МПа, пределом текучести ($\sigma_{0,2}$) - 1070 МПа, относительным сужением (δ) и удлинением (ψ) - не менее 14,9 % и 45,7 %, соответственно.

2. Ориентация СЛС-образцов относительно платформы построения в интервале от 0^0 до 90^0 не оказала заметного влияния на значения прочности, пластичности и твердости, так как значительных структурных

изменений не происходит. Разрушение образцов происходит по смешанному механизму отрыва и среза.

ГЛАВА 4. Эволюция структуры СЛС-образцов при горячем изостатическом прессовании (ГИП) и термической обработке (ТО)

4.1 Структурные превращения, протекающие в СЛС-образцах из сплава CL50 WS в результате газостатирования и термической обработки

Микроструктура СЛС-образцов после ГИП имеет высокую структурную однородность. Типичная субзереная структура отсутствует, что свидетельствует о завершении в результате ГИП процесса рекристаллизации зерен. За счет снижения концентрации структурных дефектов и остаточной пористости в результате постобработки происходит увеличение прочностных и пластических свойств материала

Для сплава CL50 WS обработка ГИП позволила уменьшить остаточную пористость с 0,43 до 0.20%. На рисунке 13 представлена микроструктура СЛС-образца из CL50 WS после ГИП. Концентрационное расслоение пересыщенного твердого раствора с выделением упрочняющей фазы происходит в процессе старения, и структура представляет собой смесь двух фаз α -Fe (темные иглы) и γ -Fe (светлые участки структуры).

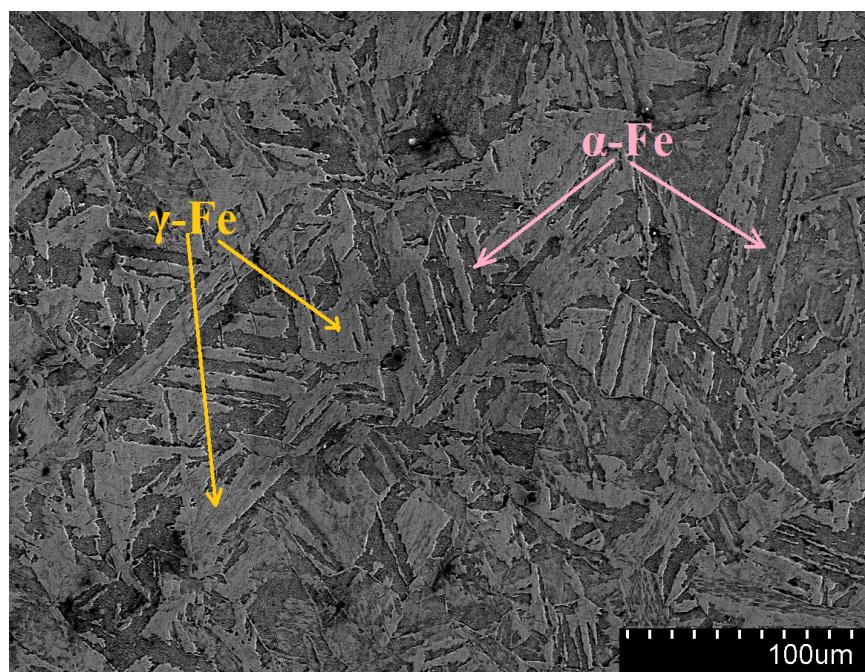
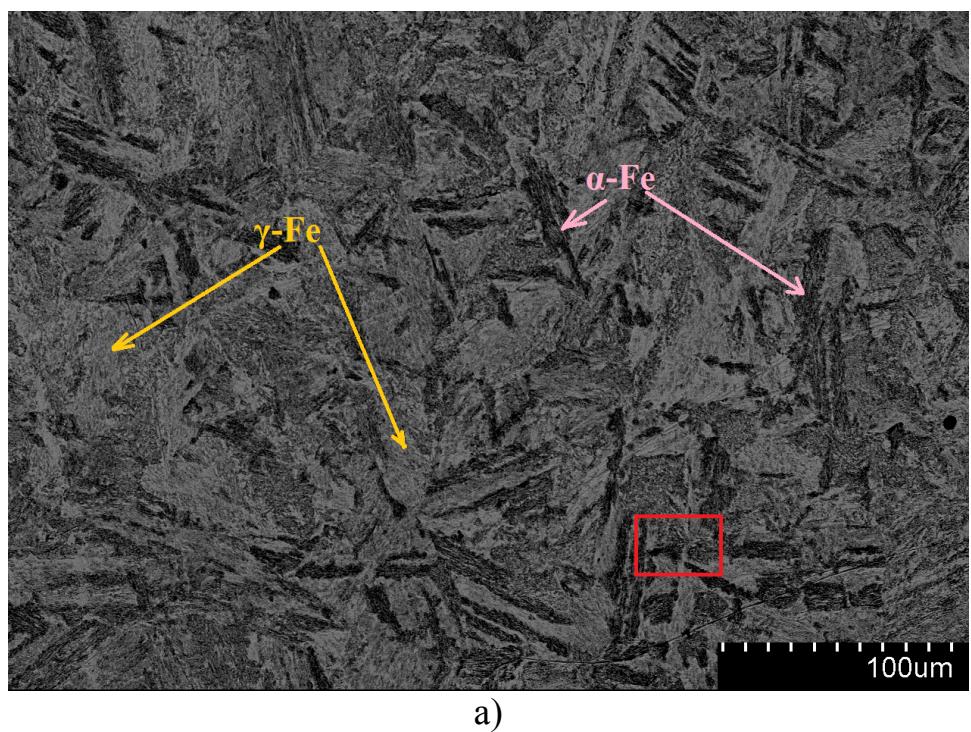
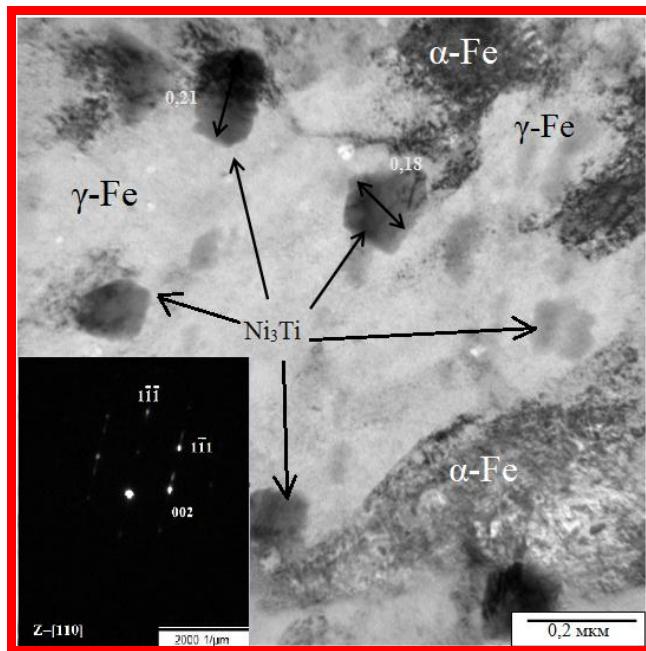


Рисунок 13 – СЭМ-изображение микроструктуры сплава CL50 WS в состоянии СЛС+ГИП.

Термообработка, представляющая собой закалку с последующим старением после газостатирования, приводит к образованию равномерной мартенситной структуры с незначительным содержанием остаточного аустенита (γ -Fe) (рис.14). В результате «мартенситного» старения легирующие элементы образуют пластичную матричную фазу – мартенсит замещения, армированный дисперсными высокопрочными равномерно распределенными выделениями избыточной интерметаллидной фазы Ni_3Ti со средним размером кристаллитов 10 мкм. Исследования тонкой структуры СЛС образцов методом ПЭМ выявили в междендритном пространстве зерна фазы Ni_3Ti . В результате расчета параметров кристаллических решеток частиц по Фурье трансформациям определены параметры ОЦК решетки $a = 0,210\text{--}0,247 \text{ \AA}$ при табличных значениях $a = 0,289\text{--}0,607 \text{ \AA}$. Для данного типа стали характерно образование двойников. Незначительное отклонение параметров кристаллических решеток выявленных фаз от табличных значений связано с растворением в них легирующих и примесных элементов.





б)

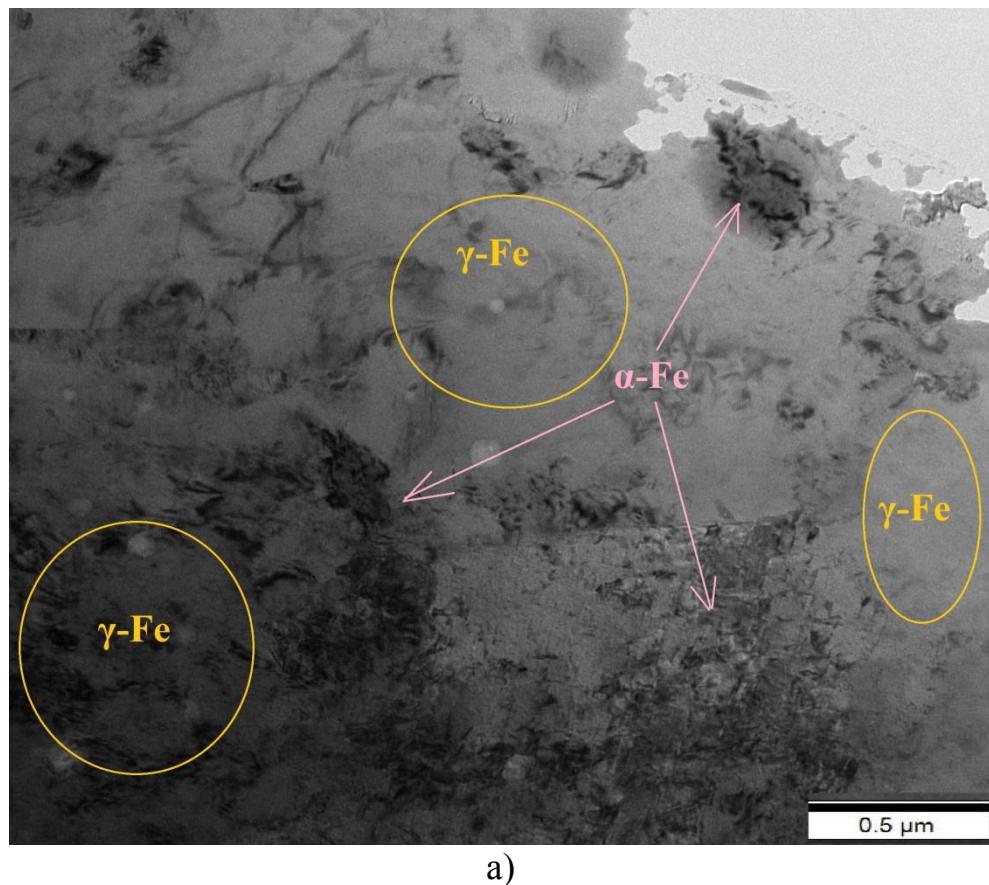
Рисунок 14 - Микроструктура СЛС-образцов из сплава CL50 WS в состоянии ГИП+ТО: СЭМ-изображение (а) с выделенным красным квадратом участка изготовления фольги для ПЭМ; ПЭМ-изображение с частицами фазы Ni_3Ti (б) и соответствующая им электронограмма

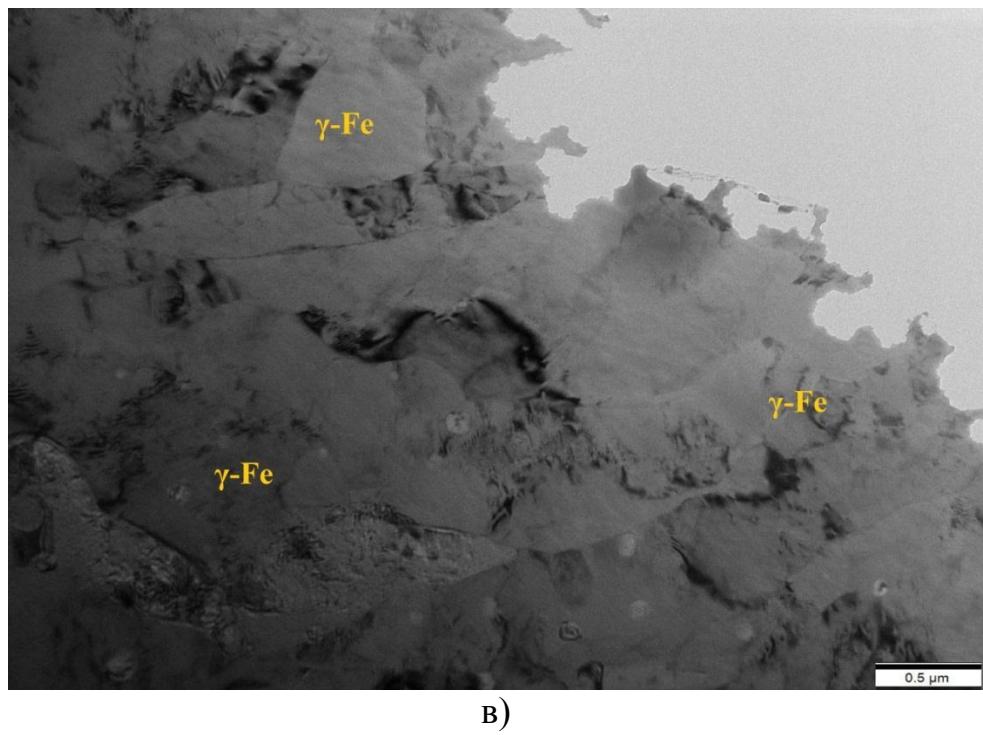
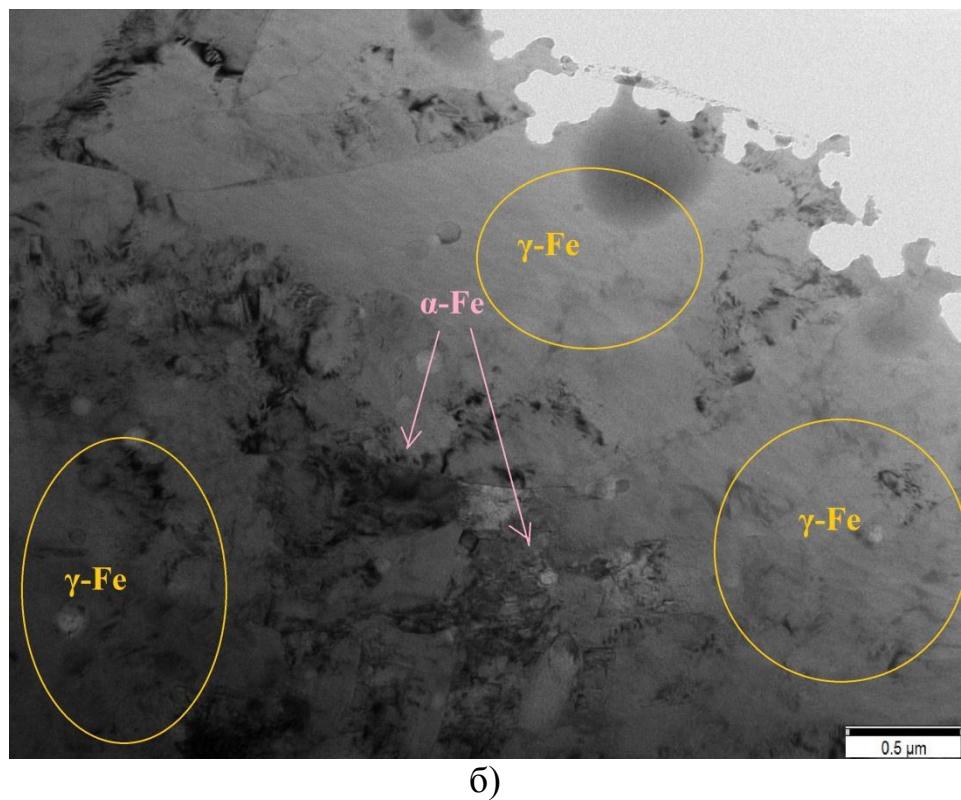
4.2 Структурные превращения, протекающие в СЛС-образцах из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ в результате газостатирования и термической обработки

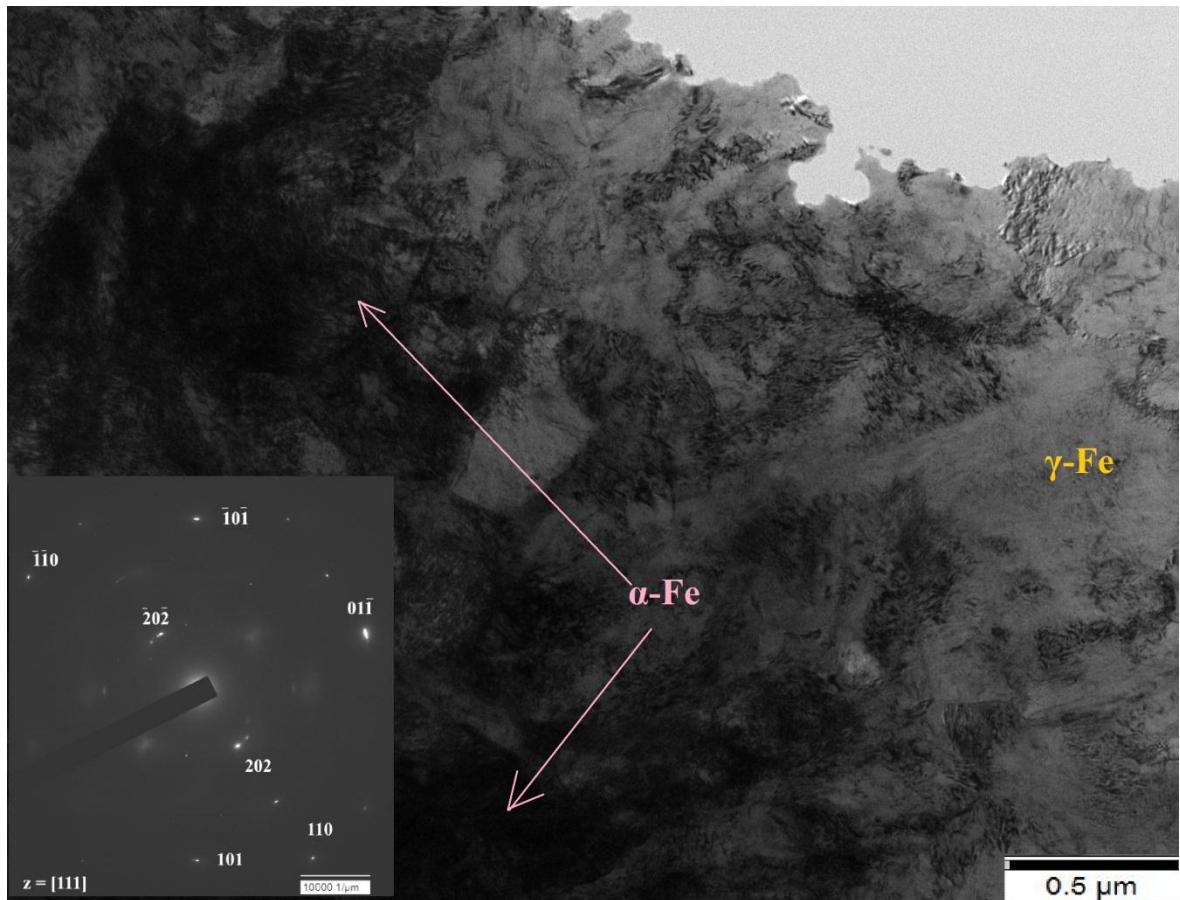
ГИП-обработка для сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ позволила снизить остаточную пористость с 0,6 % до 0,37 % (режим ГИП А), до 0,2% (ГИП Б), до 0,1% (ГИП В), 0,46 % (ГИП Г). Микроструктура после ГИП аналогична сплаву CL50 WS.

In situ исследования тонкой структуры СЛС- образцов в состоянии ГИП+ТО с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ПЭМ) при нагреве и охлаждении ламели позволили проследить за изменениями, происходящими в структуре МСС. Установлено, что при нагреве в диапазоне температур 700-900 °С происходит интенсивный рост аустенитной фазы и обратный переход из $\alpha\text{-Fe}$ в $\gamma\text{-Fe}$ (рис.15 а, б, в).

Данный переход является нежелательным, так как образование аустенита приводит к потере прочности материала. Однако при температуре 1100 °C происходит выделение α -Fe и стабилизация мартенситной структуры. На электронограмме обозначены пятна мартенситной матрицы (наиболее яркие отклики) и пятна аустенитной фазы (рис.15 г).



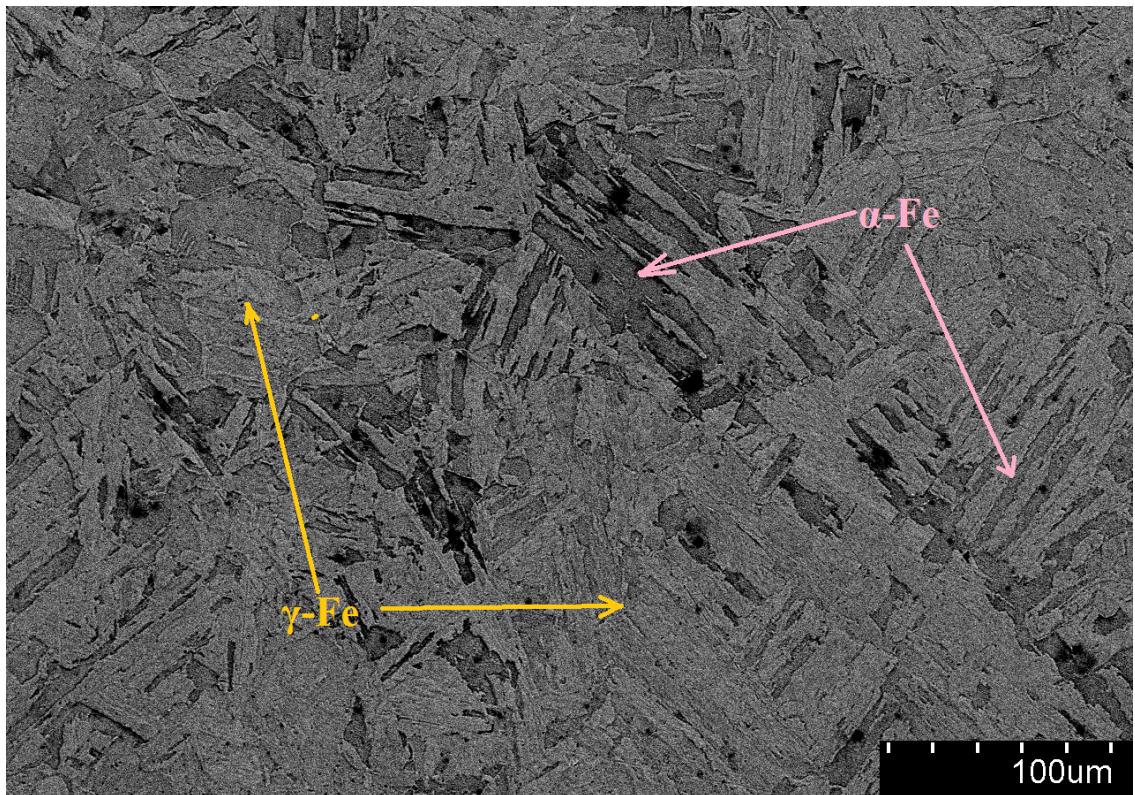




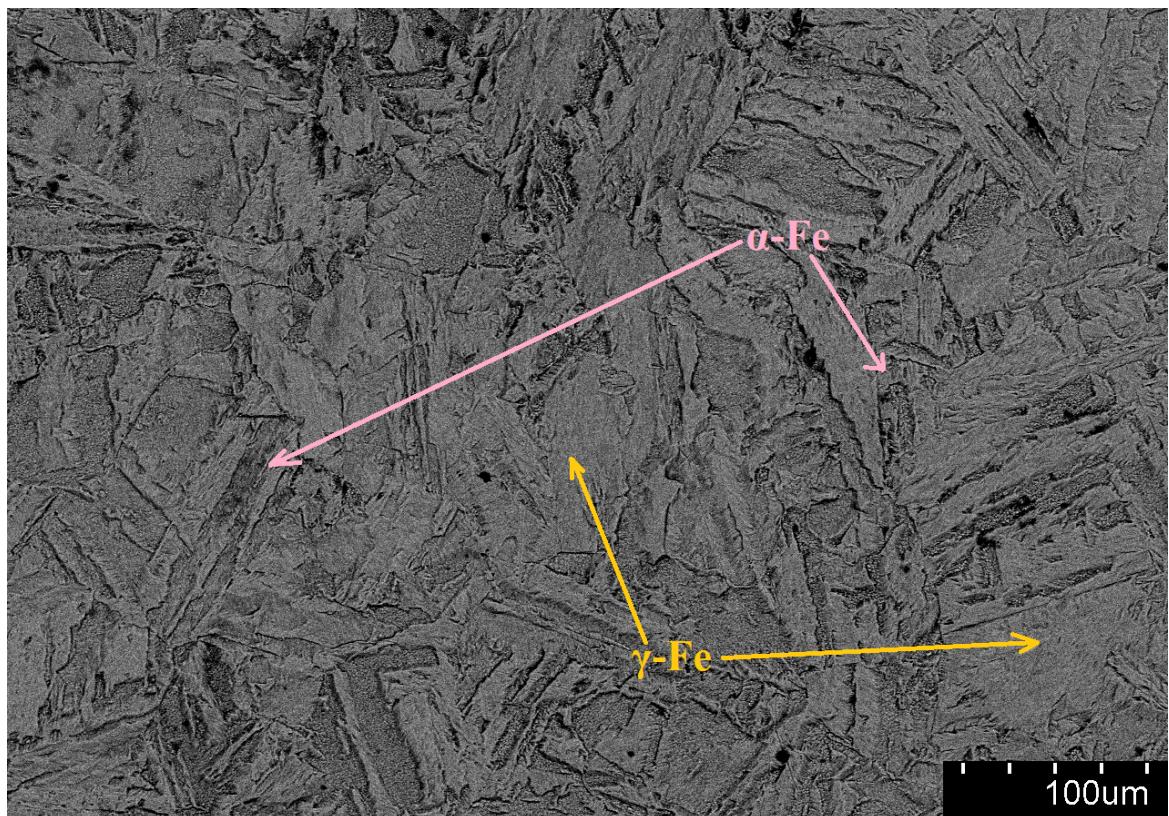
г)

Рисунок 15 - ПЭМ-изображения структурных изменений при in situ нагреве фольги до температуры: а) 700 °C; б) 800 °C; в) 900 °C; г) 1100°C и электронограмма зерна α -Fe

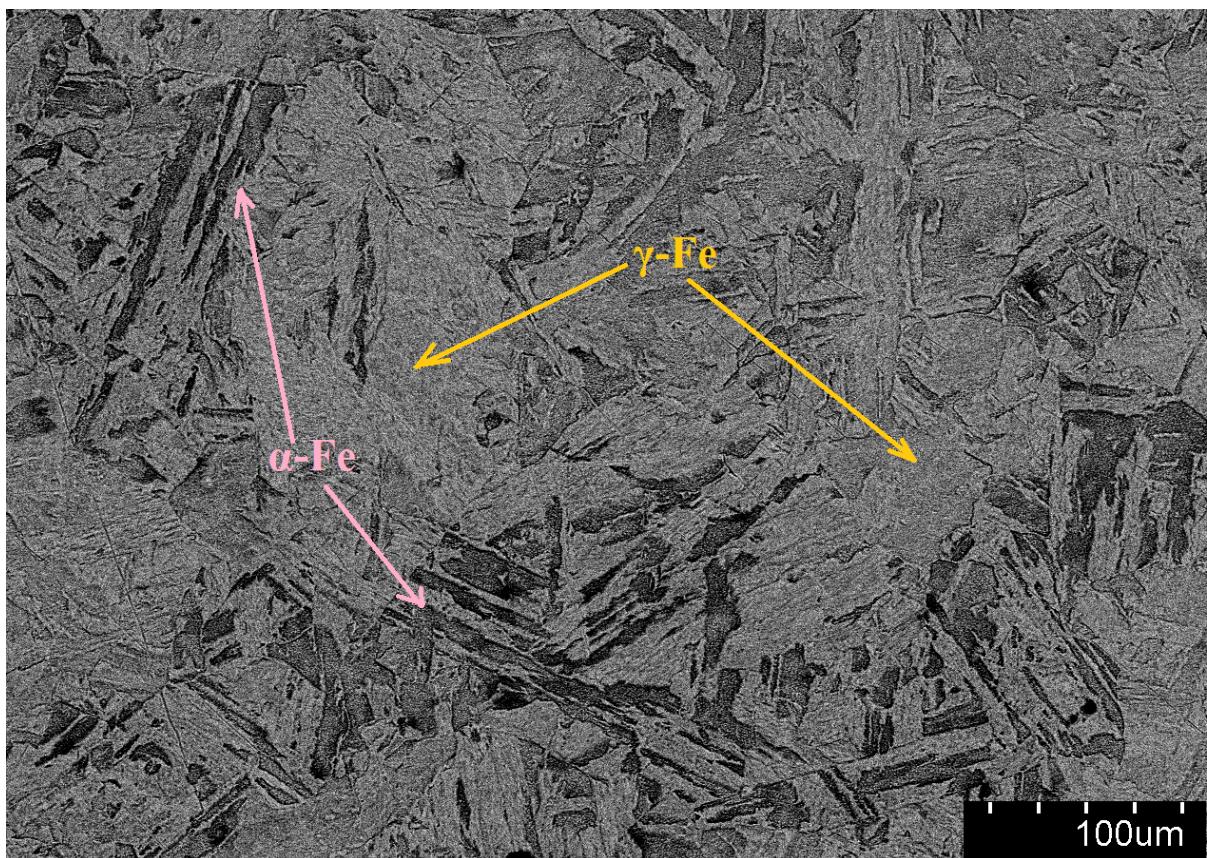
На рисунке 16 представлены микроструктуры СЛС-образцов после обработки: а) ГИП А + ТО по режиму № 6.3 С; б) ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; в) ГИП В + ТО по режиму № 6.3; г) ГИП Г + ТО по режиму № 6.3. Светлыми участками выделены фазы γ -Fe, темными - иглы α -Fe. Структура характеризуется четко выраженнымными границами зерен. В состоянии СЛС+ГИП+ТО структура сплава ПР-03Н18К98М5ТЮ имеет более равновесную мартенситную структуру, в отличие от сплава CL50 WS



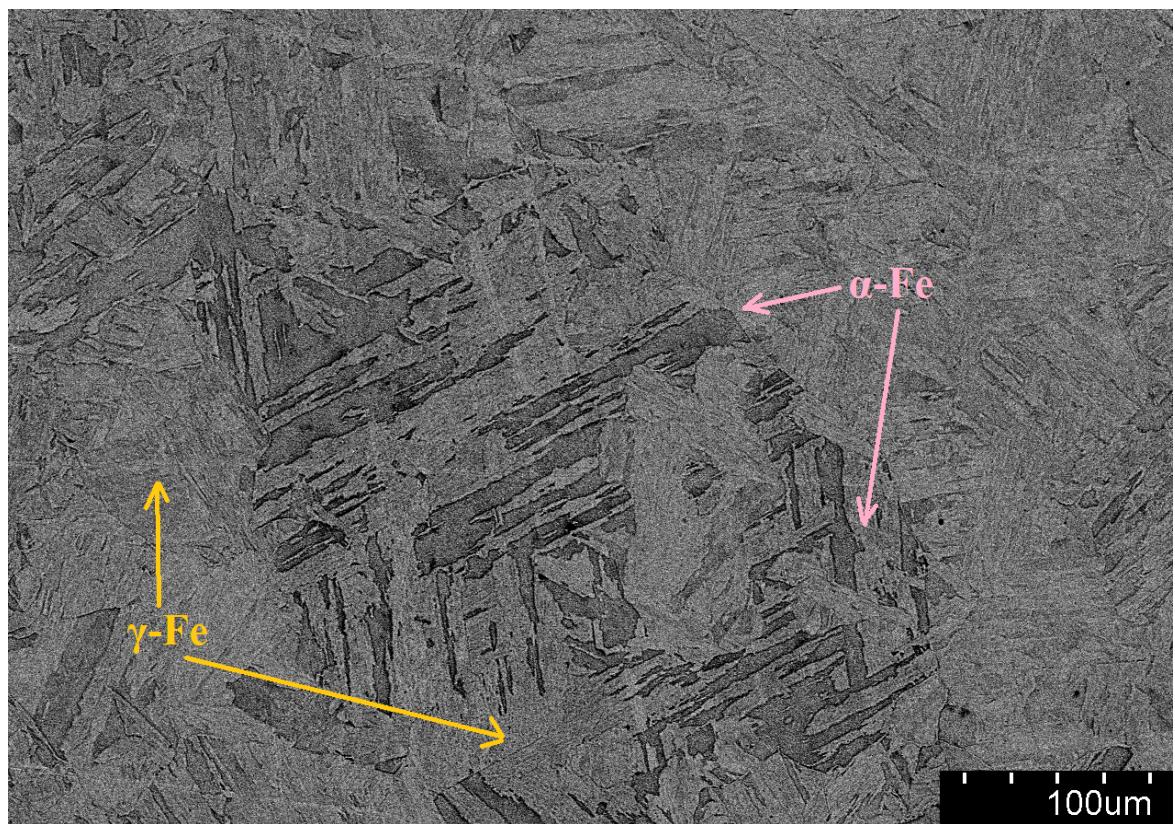
a)



b)



б)



г)

Рисунок 16 - СЭМ- изображения микроструктуры СЛС-образцов после обработки:

а) ГИП А + ТО по режиму № 6.3 С; б) ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; в) ГИП В + ТО по режиму № 6.3; г) ГИП Г + ТО по режиму № 6.3

4.3 Выводы по главе

1. Найдены оптимальные режимы горячего изостатического прессование (ГИП) и последующей термической обработки (закалка, старение), обеспечивающие снижение пористости СЛС- изделий из сплава CL50 WS в 2 раза (до 0,2 %) и сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ - в 6 раз (до 0.1%).

2. С помощью *in-situ* исследований СЛС-образцов мартенситно-стареющих сталей в колонне просвечивающего электронного микроскопа установлено, что в интервале температур 700-900 °С происходит переход α -Fe \rightarrow γ -Fe и интенсивный рост аустенитной фазы, а при температуре закалки от 1100 °С - выделение α -Fe со стабилизацией мартенситной структуры.

3. Установлено, что в процессе ГИП происходит рекристаллизация субзеренной структуры СЛС- образцов мартенситно-стареющей стали с формированием однородной структуры. В результате старения легирующие элементы образуют пластичную матричную фазу мартенсита замещения, дисперсно-упрочненную выделениями избыточной фазы Ni_3Ti

ГЛАВА 5. Свойства порошковых МСС марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ, полученных методом СЛС и влияние на них постобработки

5.1 Статические испытания на растяжение при комнатной температуре

Изучено влияние различных режимов ТО на механические свойства СЛС-образцов. Основным технологическим преимуществом МСС является возможность посредством корректировки режимов старения получить высокую прочность наряду с высокой пластичностью. В таблице 10 представлены механические свойства при комнатной температуре СЛС-образцов из сплава CL50 WS при различных режимах ТО, позволяющие получить оптимальные показатели прочностных и пластических свойств.

Таблица 10 - Механические свойства СЛС-образцов из сплава CL50 WS при различных режимах ТО.

Режим постобработки	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %
СЛС+ТО по режиму № Г3	1550	1690	8,0	20,0
СЛС+ГИП	950	1100	13,0	59,0
СЛС+ГИП +ТО по режиму № Г3	1500	1650	10,0	24,0

Анализ механических испытаний образцов в состоянии ГИП+ТО показал увеличение предела текучести на 58 % и предела прочности на 50 % относительно состояния СЛС+ГИП. Таким образом, режимы термообработки обеспечивают высокие показатели прочности и пластичности. На рисунке 17 приведены деформационные кривые при одноосном растяжении образцов в состоянии СЛС+ГИП+ТО, СЛС+ТО, СЛС+ГИП.

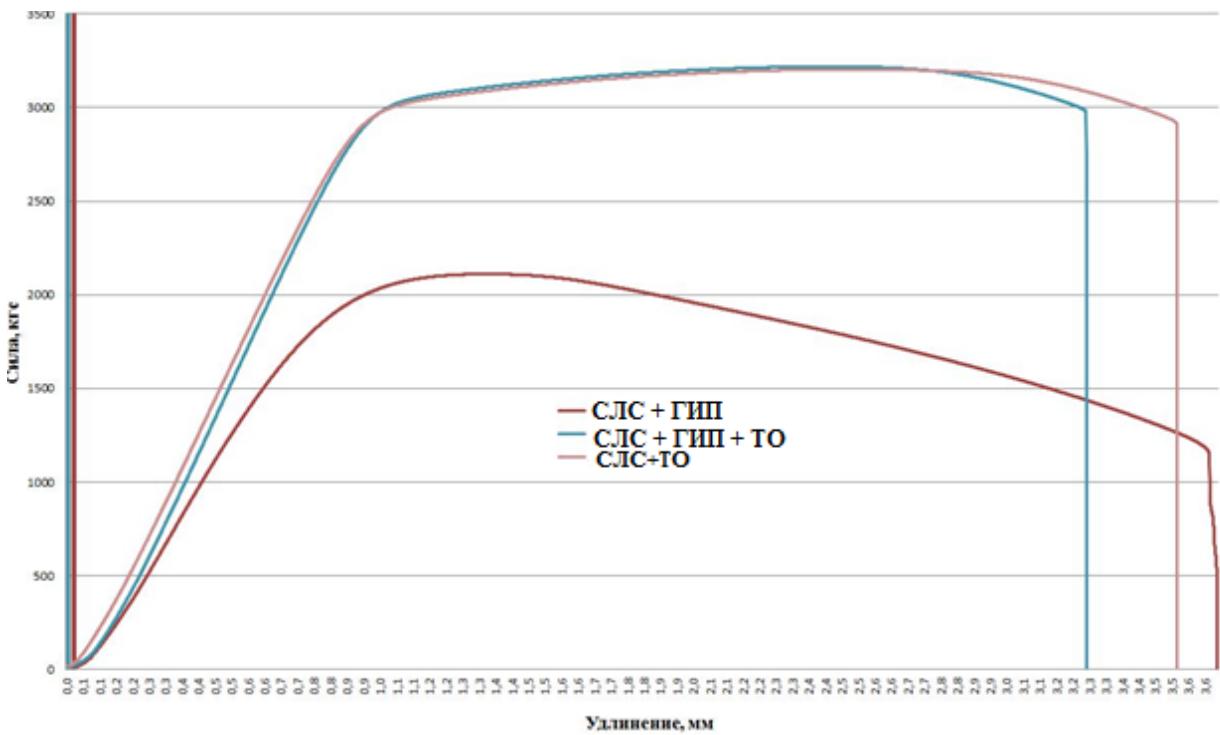


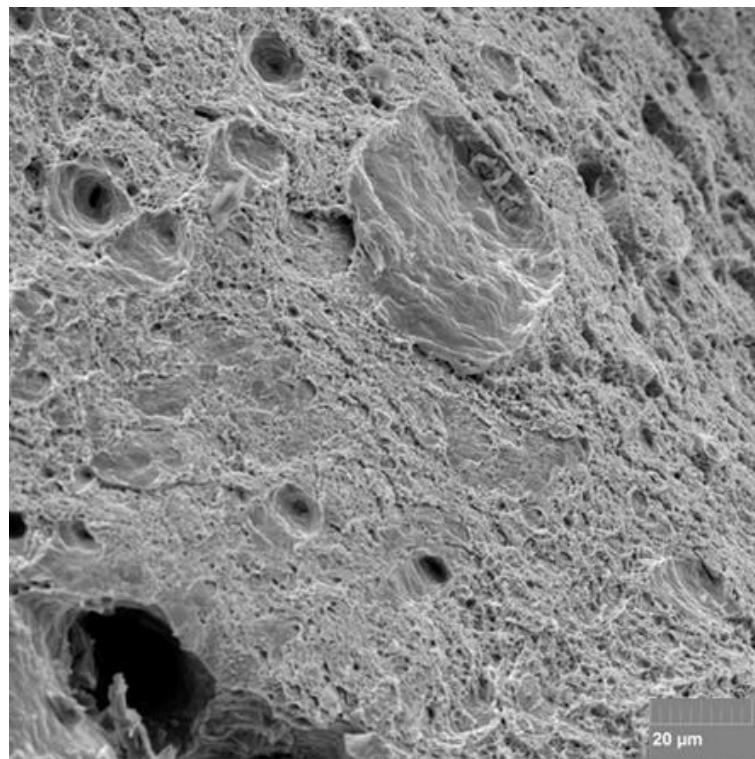
Рисунок 17 - Деформационные кривые при одноосном растяжении образцов из МС стали CL50 WS в зависимости от вида постобработки

Образцы из стали марки CL50 WS, прошедшие постобработку по режимам ГИП + ТО и СЛС + ТО, характеризуются равномерным участком пластической деформации и высокими показателями прочности и пластичности.

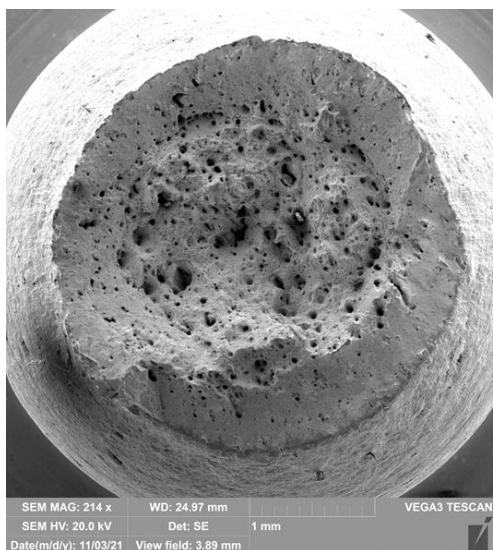
Заметное увеличение прочности и пластичности также получено у образцов в состоянии СЛС+ГИП ($\psi=58,9\%$). Полученные значения относительного сужения превосходят значение для данной стали в состоянии горячекатаного и кованого прутка, согласно ТУ 14-1-811-73 ($\psi=40\%$).

Фрактографический анализ показал, что образцы из МСС марки CL50 WS разрушались с образованием шейки, т.е. превалировала пластическая составляющая деформации, и разрушение протекало с поверхности. Вначале происходил вязкий срез, приводящий к отрыву. Излом макропластичный, образован по механизму среза. Микромеханизм разрушения – вязкий ямочный. Подобный характер разрушения типичен для мартенситно-

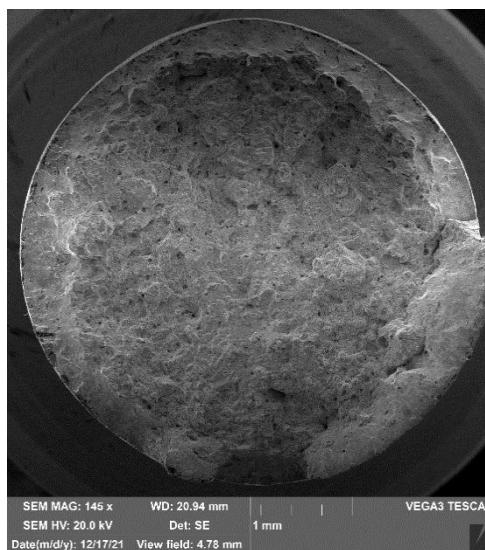
стареющих сталей, независимо от способа получения. На рисунке 18 представлен микромеханизм (а) и внешний вид изломов (б, в, г).



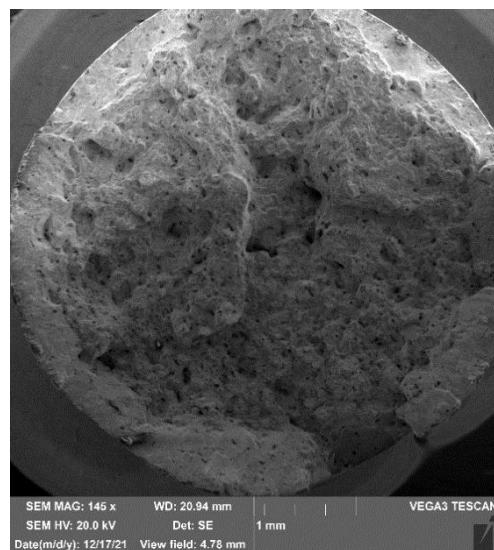
а)



б)



в)



г)

Рисунок 18 - Внешний вид изломов образцов из МСС марки CL50 WS:

а) микромеханизм; б) после ГИП; в) ГИП+ТО (закалка +старение); г)
ГИП + ТО (старение)

В связи с тем, что сплав ПР-03Н18К9М5ТЮ имеет наибольшую концентрацию легирующих элементов, чем CL50 WS, то происходит сдвиг температурных режимов, необходимых для получения удовлетворительных механических свойств. Особенное влияние имеет концентрация Ti и Mo в химическом составе, которая сдвигает температурную область термической обработки (старения) в диапазон 350-650°C, хотя, согласно ТУ АДИ 513-2011, упрочняющую ТО для МСС следует проводить при температуре старения 480-510 °С. В связи с этим режимы ТО и ГИП для сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ требовали корректировки по сравнению с CL50 WS.

В таблице 11 представлены механические свойства материала из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ при комнатной температуре.

Таблица 11 - Механические свойства СЛС-образцов из МСС марки ПР-03Н18К9М5ТЮ, прошедших термообработку

Режим ТО	Угол постро- ения	Механические характеристики				
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	HRC
ТО по режиму № 2.5	0°	1510±50	1660±50	11,0±1,5	22,0±7	48±2
	90°	1530±50	1670±50	7,0±2,5	18,0±8	
ТО по режиму № 6.3	0°	1540±50	1730±10	7,0±1,6	11,0±5,6	48,5±1
	90°	1530±50	1710±10	6,0±2,7	15,0±7	
ГИП А + ТО по режиму № 6.3	0°	1380±50	1570±50	11,0±2	37,0±4	44±1
	45°	1390±50	1550±50	8,0±2,5	25,0±4,6	
	90°	1390±50	1570±50	8,0±2	27,0±5	
ГИП Б + ТО по режиму	0°	1390±50	1590±50	10,0±2,5	32,0±6,3	45±2
	45°	1330±50	1520±50	12,0±2,7	46,0±6	
	90°	1420±50	1610±50	11,0±2,5	44,0±6,8	

№ 6.3						
ГИП В + ТО по режиму № 6.3	0°	1600±50	1790±50	8,0±3,1	25,0±7,1	49±2
	45°	1510±50	1720±50	11,0±3	37,0±6,5	
	90°	1540±50	1700±50	10,0±2,8	43,0±6,7	
ГИП Г+ ТО по режиму № 6.3	0°	1430±50	1640±50	10,5±3,2	31,0±7	47±2
	45°	1410±50	1590±50	13,0±2,9	49,0±6,7	
	90°	1530±50	1710±50	11,0±2,7	39,0±5,9	

Результаты механических испытаний показали, что ТО (без использования ГИП) приводит к увеличению показателей прочности, поскольку в процессе старения происходит выделение дисперсных частиц Ni_3Ti в пластичной матрице безуглеродистого мартенсита, а также происходит распад пересыщенного твердого раствора, сопровождающийся миграцией атомов легирующих элементов к дислокациям. Механические свойства сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ превышают показатели сплава CL50 WS, что обусловлено наибольшим содержанием легирующих элементов, поскольку с увеличением содержания титана повышается степень упрочнения при старении. Упрочнению также способствует наличие в стали добавки кобальта.

Комплексная обработка ГИП+ТО позволила достичь максимального уровня прочности, наряду с высокими показателями относительного удлинения и сужения. Из таблицы 11 следует, что механические свойства материала, изготовленного в направлениях 0°, 45°, 90° относительно платформы построения, находятся на одинаковом уровне, что свидетельствует об отсутствии выраженной анизотропии материала.

Влияние постобработки можно проследить на кривых измерительного индентирования (рис.19, табл.12). Видно, что значения твердости (H), модуля упругости (E) возрастают от $H = 4,6$ ГПа и $E = 194$ ГПа для образца в состоянии ГИП до значений $H = 8,5$ ГПа, $E = 256$ ГПа для образца ГИП +ТО.

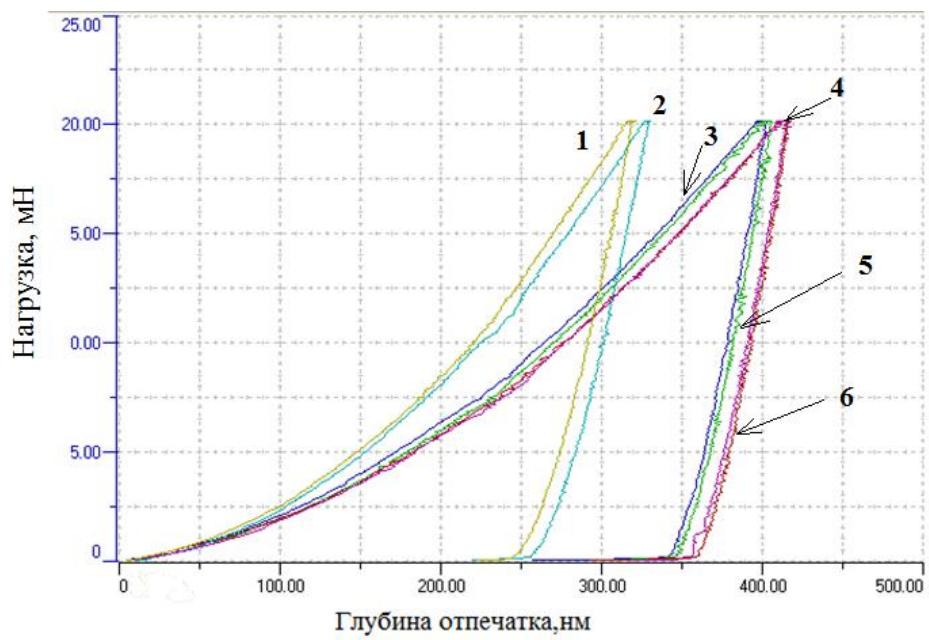


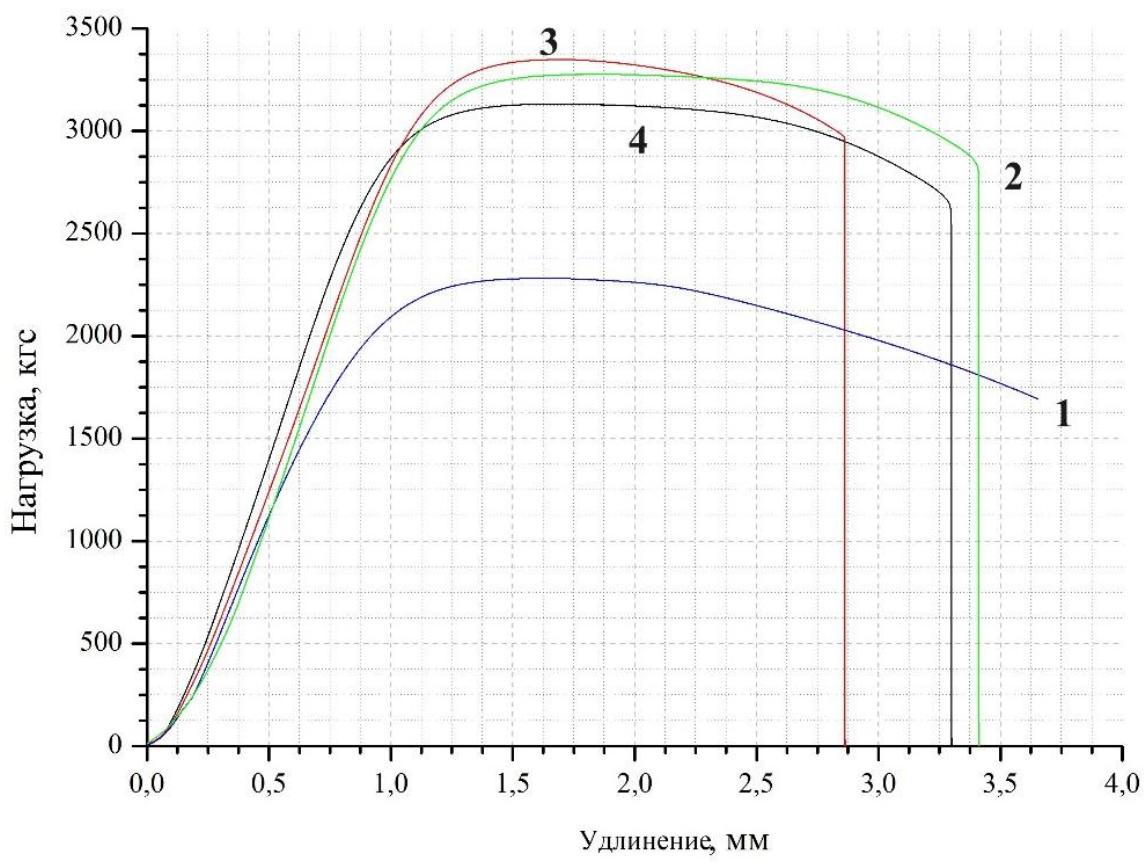
Рисунок 19 - Кривые индентирования СЛС-образцов из сплава марки ПР-03Н18К9М5ТЮ, подвергнутых постобработке по режимам: 1) ГИП А + ТО по режиму № 6.3; 2) ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; 3) ГИП А; 4) ГИП Г; 5) ГИП Б; 6) ГИП В

Таблица 12 - Значения твердости (Н), модуля упругости (Е) и глубины отпечатка (h_p) СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ, подвергнутых постобработке по различным режимам

Состояние образца	Н, ГПа	Е, ГПа	h_p , нм
ГИП А	5,1	209	340
ГИП Б	4,8	203	342
ГИП В	4,6	195	357
ГИП Г	4,7	196	350
ГИП А + ТО по режиму № 6.3	8,0	240	245
ГИП В + ТО по режиму № 6.3	8,5	256	256

За счет снижения концентрации структурных дефектов и остаточной пористости в результате постобработки происходит увеличение прочностных и пластических свойств материала. Сочетание ГИП, закалки и старения обеспечило оптимальные показатели прочности и пластичности.

На рисунке 20 представлены деформационные кривые при одноосном растяжении образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ в положениях 0°, 45°, 90°, подвергшихся разным режимам постобработки. Из диаграммы разрушений видно, что образцы обладают высоким показателем пластических и прочностных свойств, а также характеризуются равномерным участком пластической деформации. На основании проведенных исследований сделан вывод, что в результате постобработки по режиму ГИП В + ТО достигается наилучшее сочетание пластических и прочностных свойств.



a)

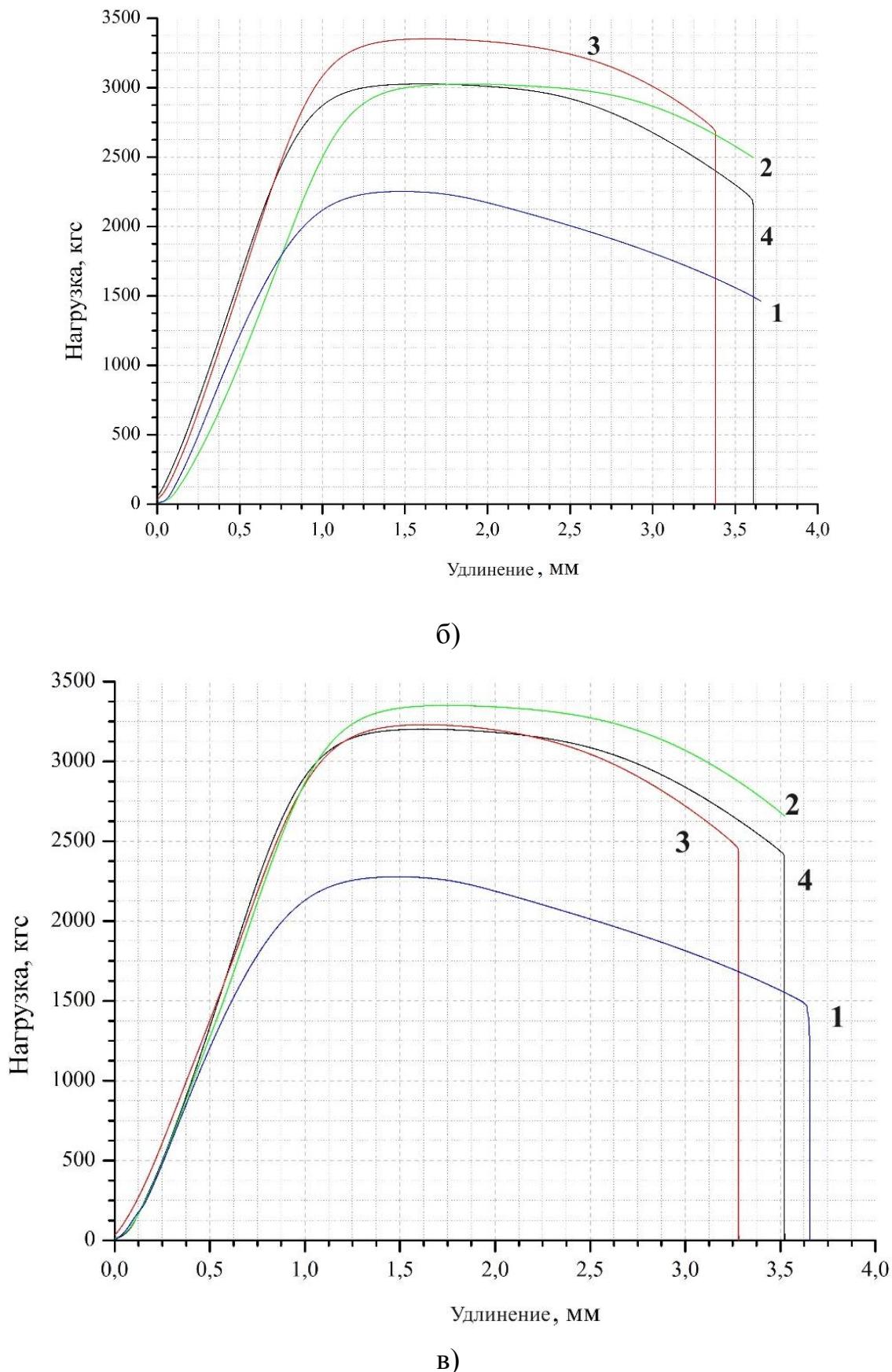
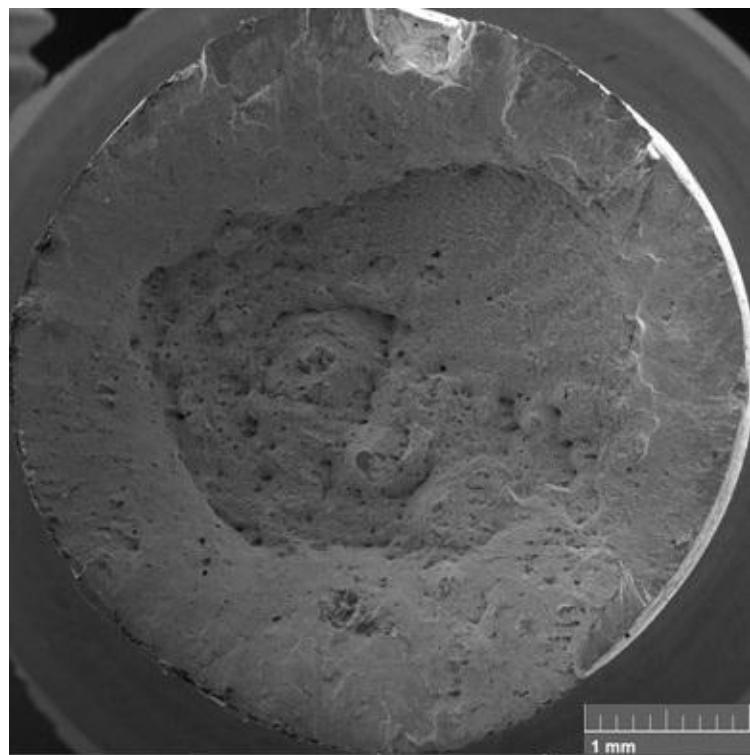


Рисунок 20- Деформационные кривые при одноосном растяжении образцов:
а – 0°, б – 45°, в - 90°

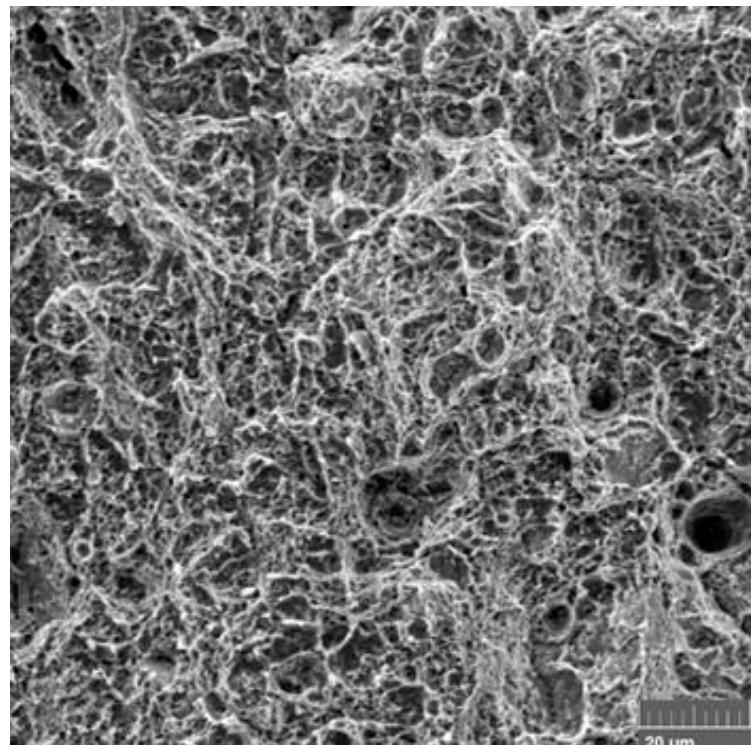
1 – ГИП А + ТО по режиму № 6.3; 2 – ГИП Б + ТО по режиму № 6.3; 3 – ГИП В + ТО по режиму № 6.3; 4 – ГИП Г + ТО по режиму № 6.3

Характер изломов и микромеханизм разрушения СЛС-образцов из сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ представлены на рисунках 21-24. Видно, что разрушение проходит по вязко-ямочному механизму путем среза и отрыва, с образованием изломов смешанного типа. На поверхности некоторых изломов обнаружены поры размером до 50 мкм.

У образца в состоянии ГИП А + ТО по режиму № 6.3 излом неоднородный, видны области как хрупкого, так и вязкого разрушения, а также микропоры. Для вязкого излома характерно наличие участков с развитым микрорельефом, представленным ямками и гребнями. Излом образца в состоянии ГИП В + ТО по режиму № 6.3 характеризуется однородной поверхностью вязкого внутрезёренного разрушения с выраженным признаками пластической деформации. Микрорельеф состоит из равноосных ямок размером 5–10 мкм и в отличие от образца в состоянии ГИП А + ТО по режиму № 6.3 в нем отсутствуют элементы хрупкого разрушения.



a)

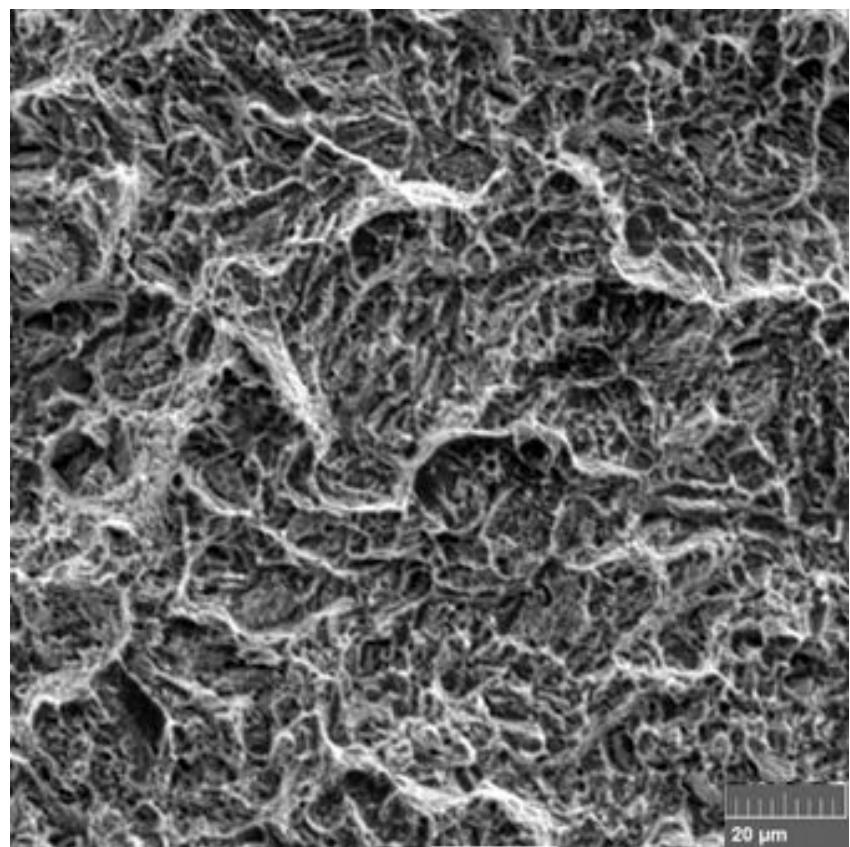


б)

Рисунок 21 - Образец в состоянии ГИПА + ТО по режиму № 6.3:
а - внешний вид излома образца; б - микромеханизм
разрушения.



а)

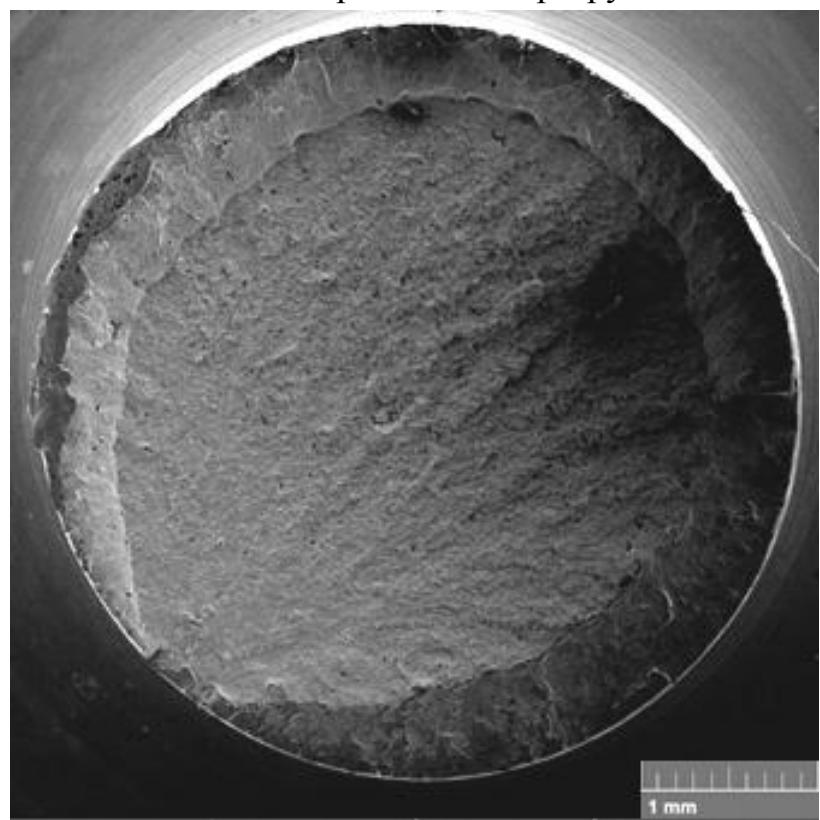


б)

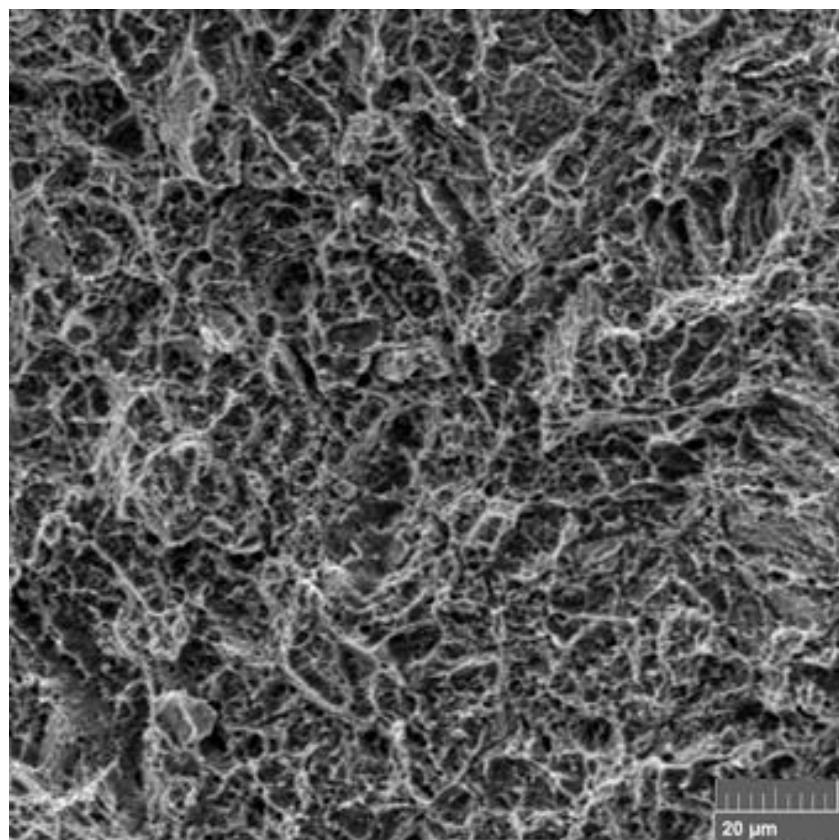
Рисунок 22 - Образец в состоянии ГИП Б + ТО:

а - внешний вид излома образца;

б - микромеханизм разрушения.



а)

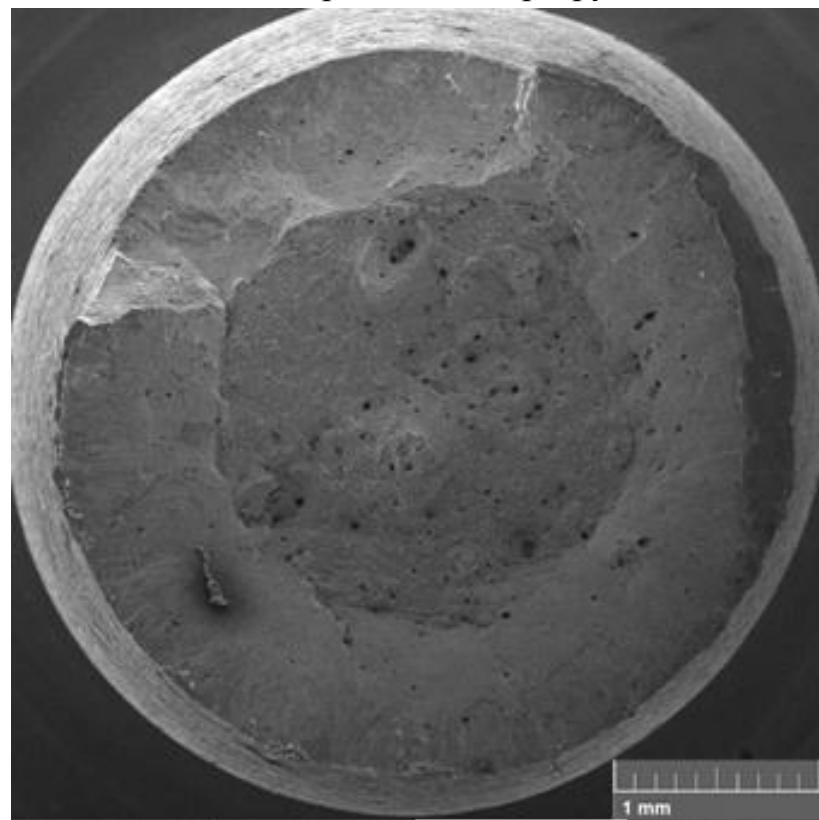


б)

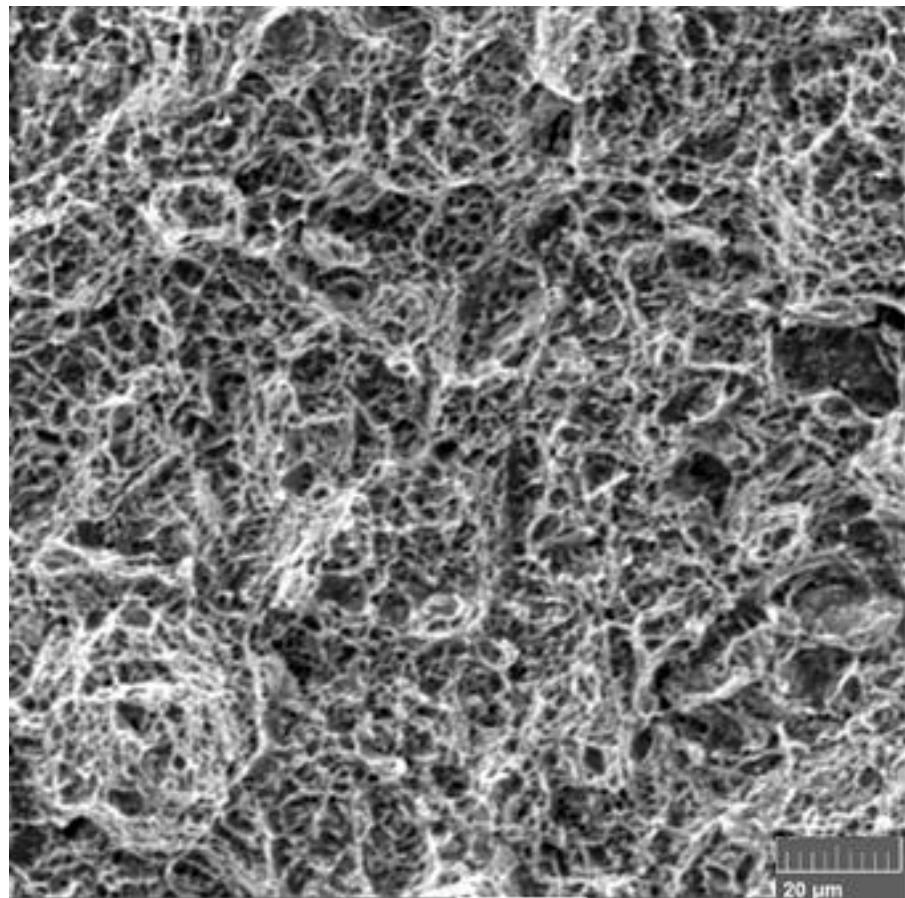
Рисунок 23 - Образец в состоянии ГИП В + ТО

а - внешний вид излома образца;

б - микромеханизм разрушения.



а)



б)

Рисунок 24 - Образец в состоянии ГИП Г + ТО по режиму № 6.3

а - внешний вид излома образца;
б - микромеханизм разрушения.

На основании исследований по оптимизации режимов СЛС и постобработки был разработан способ селективного лазерного сплавления дисперсно-упрочненных мартенситно-стареющих сплавов и режимы термической обработки изделий с целью достижения высокого уровня механических свойств. Данное ноу-хау зарегистрировано в депозитарии ноу-хау НИТУ МИСИС № 36-732-2022 ОИС от 27 декабря 2022 года, номер государственного учета РИД 623011100337-5 (Приложение А).

5.2 Ускоренные климатические испытания

Оценка влияния основных климатических факторов на эксплуатационно-технические характеристики заключается в проведении

ускоренных климатических испытаний (УКИ) (приложение Б). УКИ представляли собой имитацию воздействия климатических факторов в течении 3х лет в условиях изготовления и 20 лет в условиях эксплуатации материала при температуре от -50 до 80 °С и влажности до 96 %.

Испытания проводятся в камерах, обеспечивающих поддержание заданных условий с предельно допустимой погрешностью по температуре $\pm 3^{\circ}\text{C}$ и по относительной влажности воздуха $\pm 4 \%$.

Внешний вид образцов до и после УКИ представлен на рисунках 25-26 соответственно.



Рисунок 25 - Внешний вид поверхности образцов до проведения УКИ

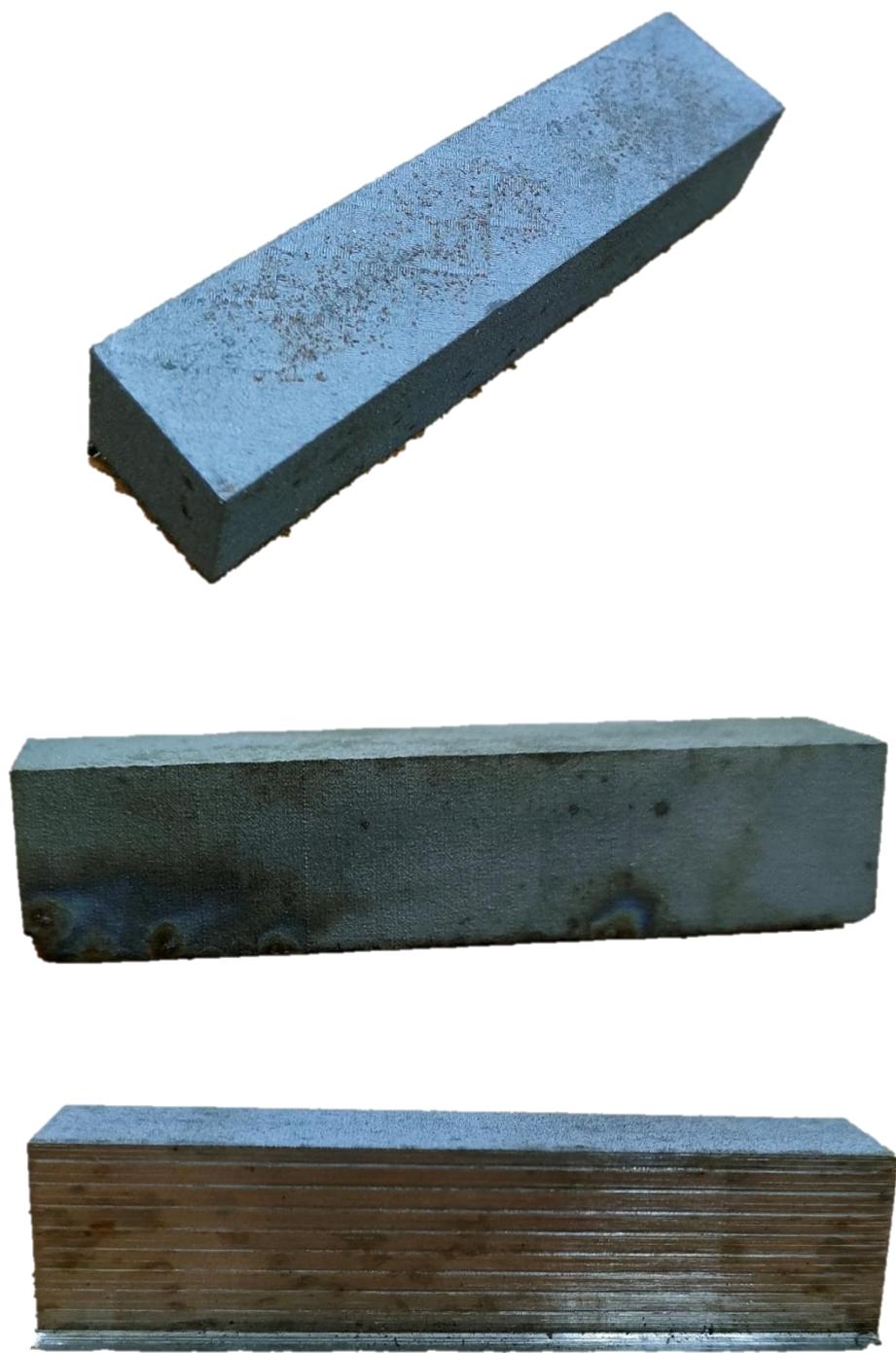


Рисунок 26 - Внешний вид поверхности образцов после проведения УКИ

Мартенситно-стареющая сталь марки CL50 WS не содержит в своем составе хрома, поэтому не обладает коррозионной стойкостью. Коррозионная стойкость стали находится на уровне среднелегированной конструкционной стали типа СН. В связи с этим после имитации воздействия климатических

факторов на поверхностях образцов появились продукты коррозии в виде пятен, что видно на рисунке 26.

Для оценки эксплуатационно-технических характеристик сплавленного материала после УКИ были проведены механические испытания на растяжение. В таблице 13 представлены механические свойства материала до и после проведения УКИ.

Таблица 13 – Механические свойства СЛС-образцов из стали CL50 WS

Состояние образца	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %
СЛС+ГИП+ТО по режиму № Г3	1550	1690	9,3	23,0
СЛС+ГИП+ТО по режиму № Г3+УКИ	1510	1660	11,3	20,8

Результаты механических испытаний показали, что после проведения УКИ уровень механических свойств остался неизменным. Таким образом, внешние воздействия климатических факторов не оказывают влияние на эксплуатационно-технические характеристики.

Фрактографический анализ показал, что образцы разрушались с образованием шейки, т.е. превалировала пластическая составляющая деформации, и разрушение протекало с поверхности. Первоначально происходил вязкий срез, приводящий к отрыву. Излом макропластичный, образован по механизму среза. Микромеханизм разрушения – вязкий ямочный. На рисунках 27-28 представлены микромеханизм (а, б) и внешний вид изломов (а, б) образцов СЛС и СЛС+ТО после проведения УКИ. В изломах имеются множественные поры размером до ~ 50 мкм.

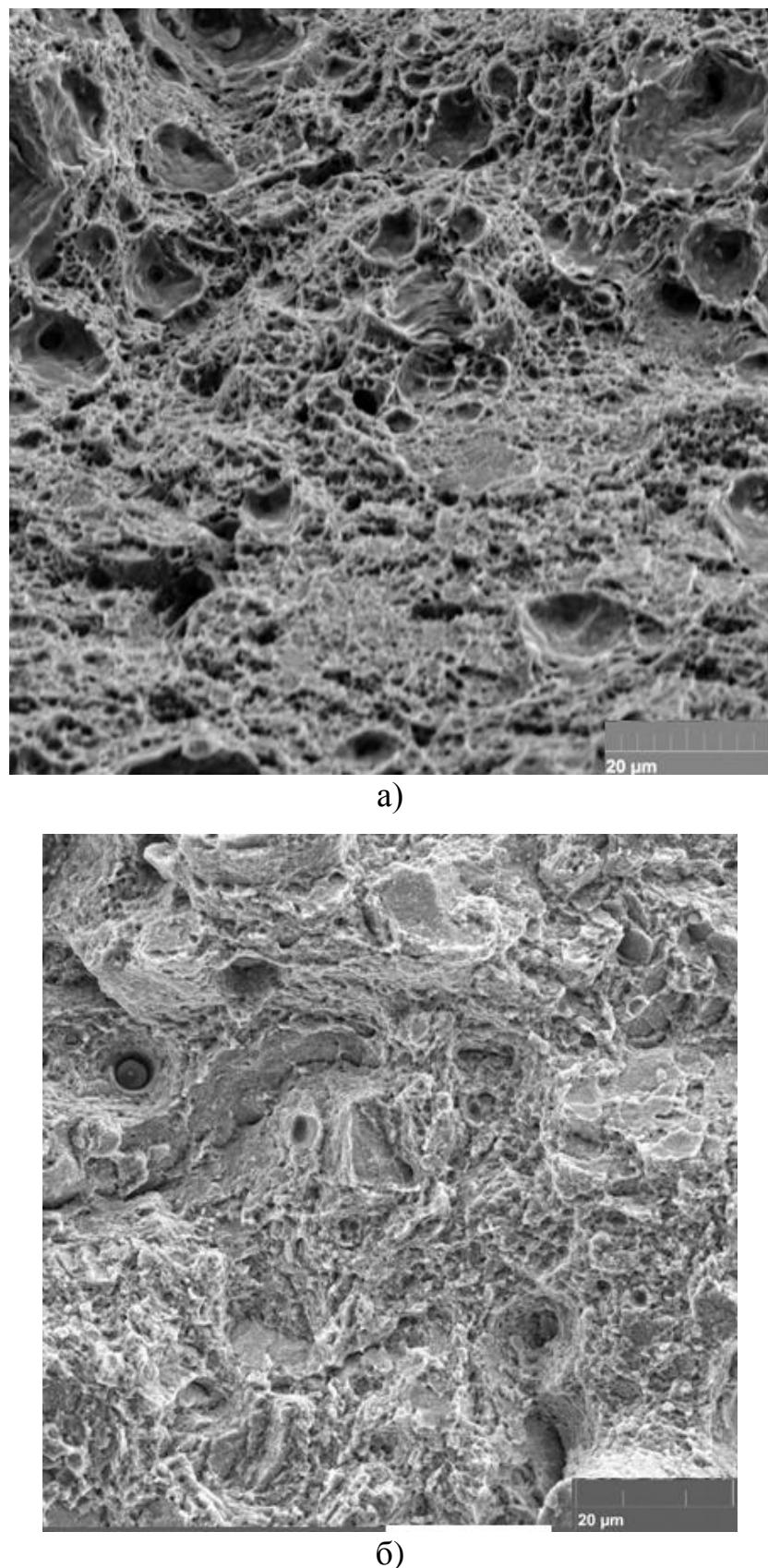


Рисунок 27 - Микрорельеф изломов образцов из MCC CL50 WS после УКИ: а) образец СЛС; б) образец СЛС+ГИП+ТО по режиму № Г3+УКИ

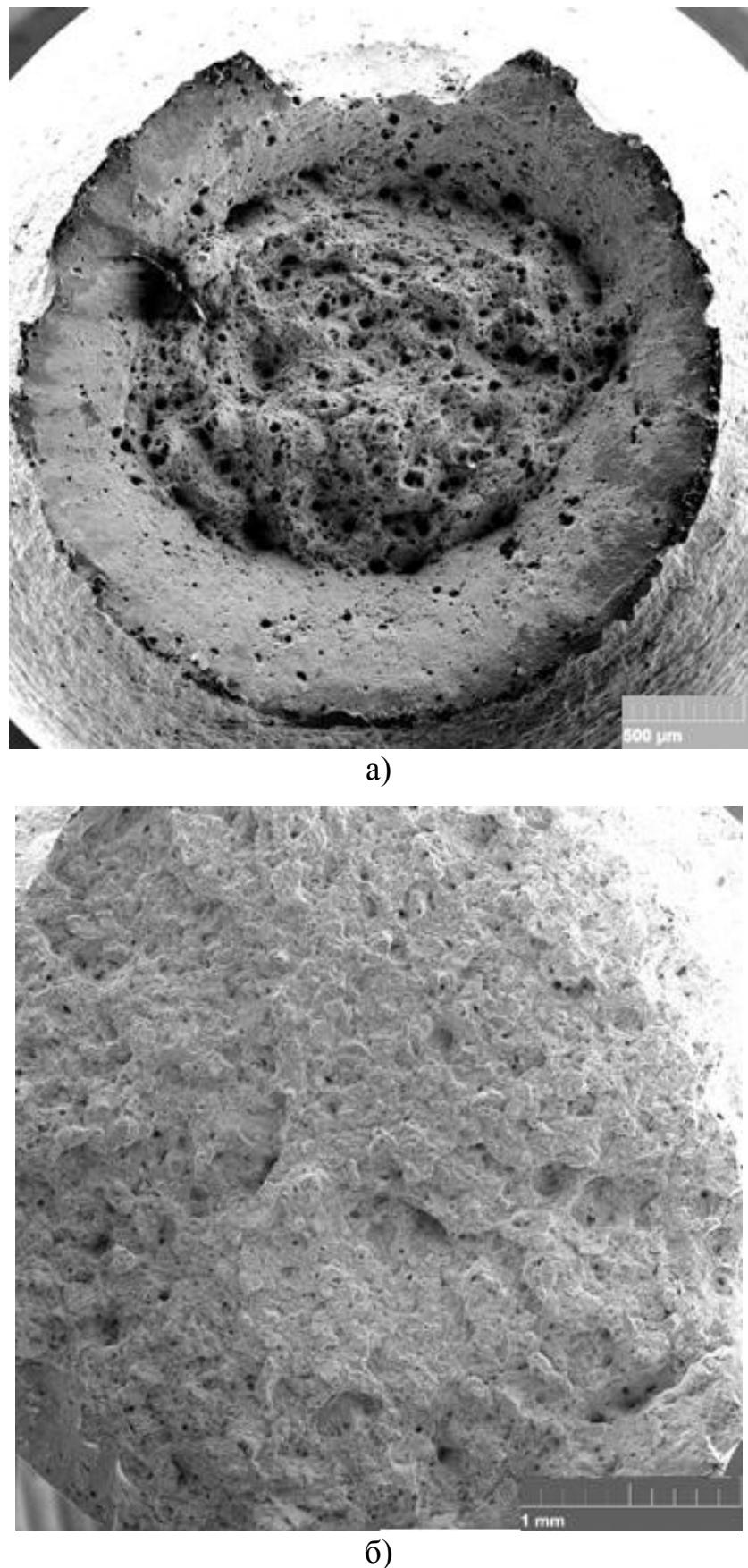


Рисунок 28 - Вид изломов образцов из МСС CL50 WS после УКИ:
а) образец СЛС+УКИ; б) образец СЛС+ГИП+ТО по режиму № Г3+УКИ

Микроструктура образцов в состояниях СЛС и СЛС+ГИП+ТО по режиму № Г3 после проведения УКИ представлена на рисунках 29-30, соответственно.

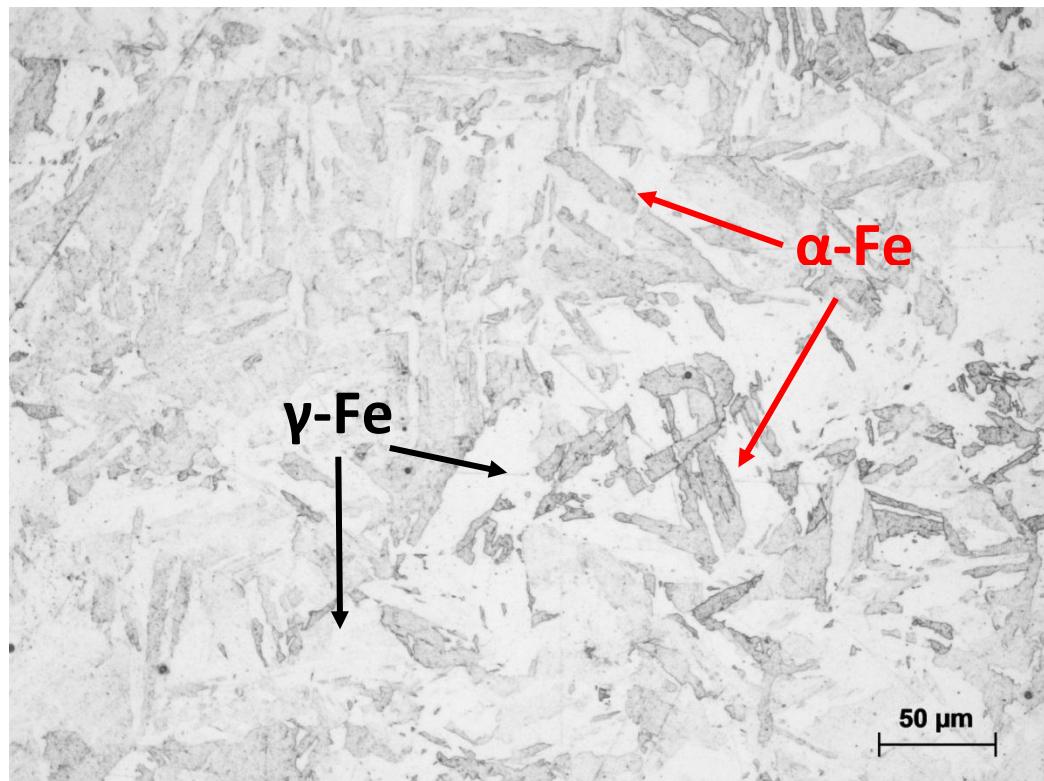


Рисунок 29 - Микроструктура материала образца СЛС после УКИ

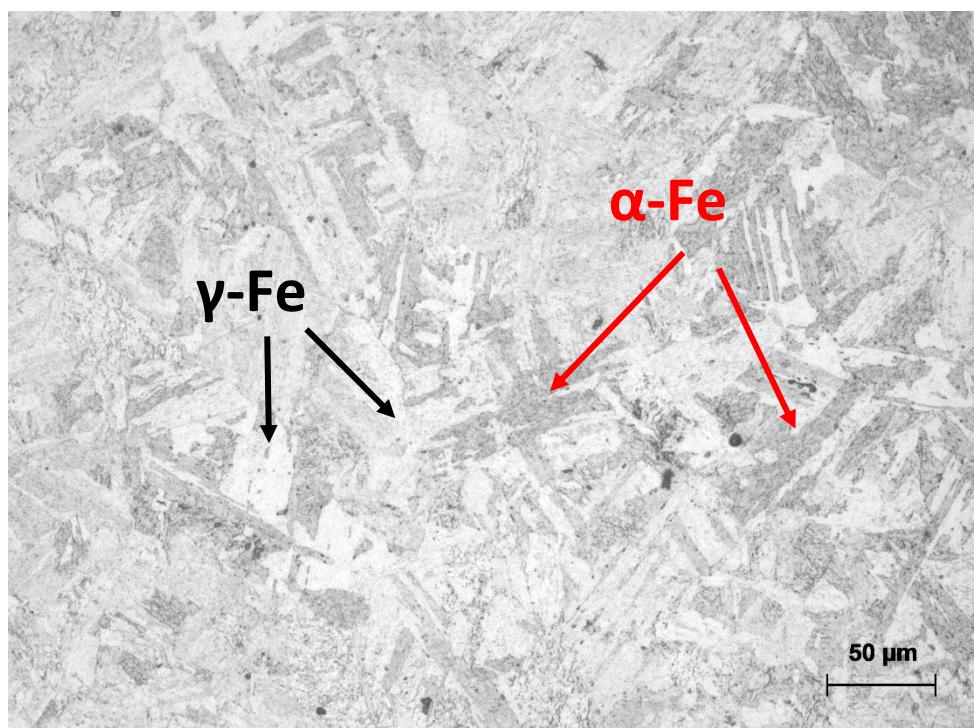


Рисунок 30 - Микроструктура образцов из CL50 WS в состоянии СЛС+ГИП+ТО по режиму № Г3 после УКИ

Видно, что образцы имеют равномерную мартенситную структуру, и климатические факторы не оказали существенного влияния на эксплуатационно-технические характеристики, механические свойства остались на уровне исходных образцов. Продукты коррозии в виде пятен, появившиеся на поверхности после УКИ, не уходят в глубь материала, а легко удаляются посредством механической обработки. Межкристаллитная коррозия отсутствует, а изломы имеют вязкий характер.

5.3. Выводы по главе

1. Найдены оптимальные режимы горячего изостатического прессование (ГИП) и последующей термической обработки (закалка, старение), обеспечивающие снижение пористости СЛС- изделий из сплава CL50 WS в 2 раза (до 0,2 %) и сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ - в 6 раз (до 0.1%), при достижении рекордного уровня механических свойств: $\sigma_b = 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1603$ МПа, $\delta = 7,9$, $\psi = 24,9$, твердость $H = 8$ ГПа, модуль упругости $E = 243$ ГПа. Разрушение образцов проходило путем среза и отрыва по вязко-ямочному механизму с образованием изломов смешанного типа.

2. Климатические факторы не оказывают существенного влияния на эксплуатационно-технические характеристики, так как механические свойства остались на том же уровне, что и у образцов до проведения УКИ. Продукты коррозии в виде пятен, появившиеся на поверхности после УКИ, не уходят вглубь образцов и удаляются посредством механической обработки. Межкристаллитная коррозия не обнаружена.

ГЛАВА 6. Изготовление методом СЛС опытных образцов изделий, согласно конструкторской документации

6.1 Разработка и внедрение технологических процессов сплавления и термообработки изделий из порошковых МСС. Изготовление опытных образцов деталей типа «Корпус».

По результатам проведенных исследований разработана технология селективного лазерного сплавления изделий из мартенситно-стареющей стали марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ в сочетании с постобработкой, представляющей собой ГИП и ТО (закалка и старение).

По разработанному в работе технологическому процессу АВС 01265.00010К от 16.01.23 г. (приложение В) и АВС 01250.00065К от 22.01.24 г. (приложение Г) из отечественного сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ изготовлено изделие типа «Корпус». Внешний вид детали и образцов-свидетелей представлен на рисунке 31.

В соответствии с разработанными техническими условиями ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)» от 01.05. 2024 г. (приложение Д) в одном технологическом цикле с деталью изготовлены образцы-свидетели для подтверждения механических характеристик материала. Для достижения требуемых механических свойств изделие и образцы-свидетели подвергали комбинированной (ГИП+ТО) постобработке по оптимальным режимам, экспериментально установленным в предыдущих разделах работы.

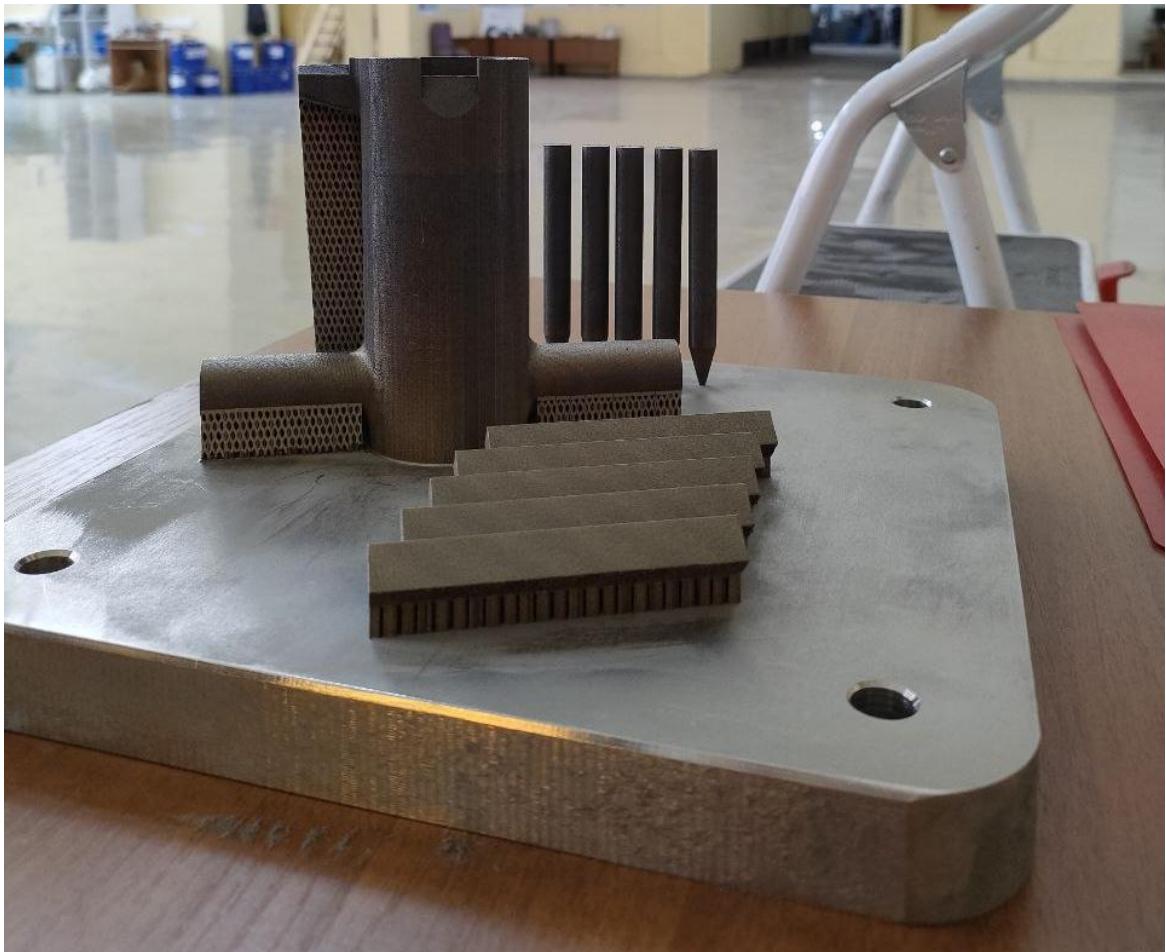


Рисунок 31 - Внешний вид изделия «Корпус», изготовленного по разработанной технологии СЛС в соответствие с АВС 01265.00010К и АВС 01250.00065К

На рисунке 32 представлены результаты компьютерной томографии для детали типа «Корпус». Установлено отсутствие в объеме полученных заготовок дефектов (несплошности структуры в виде микротрещин и пор) размером более 30 мкм.

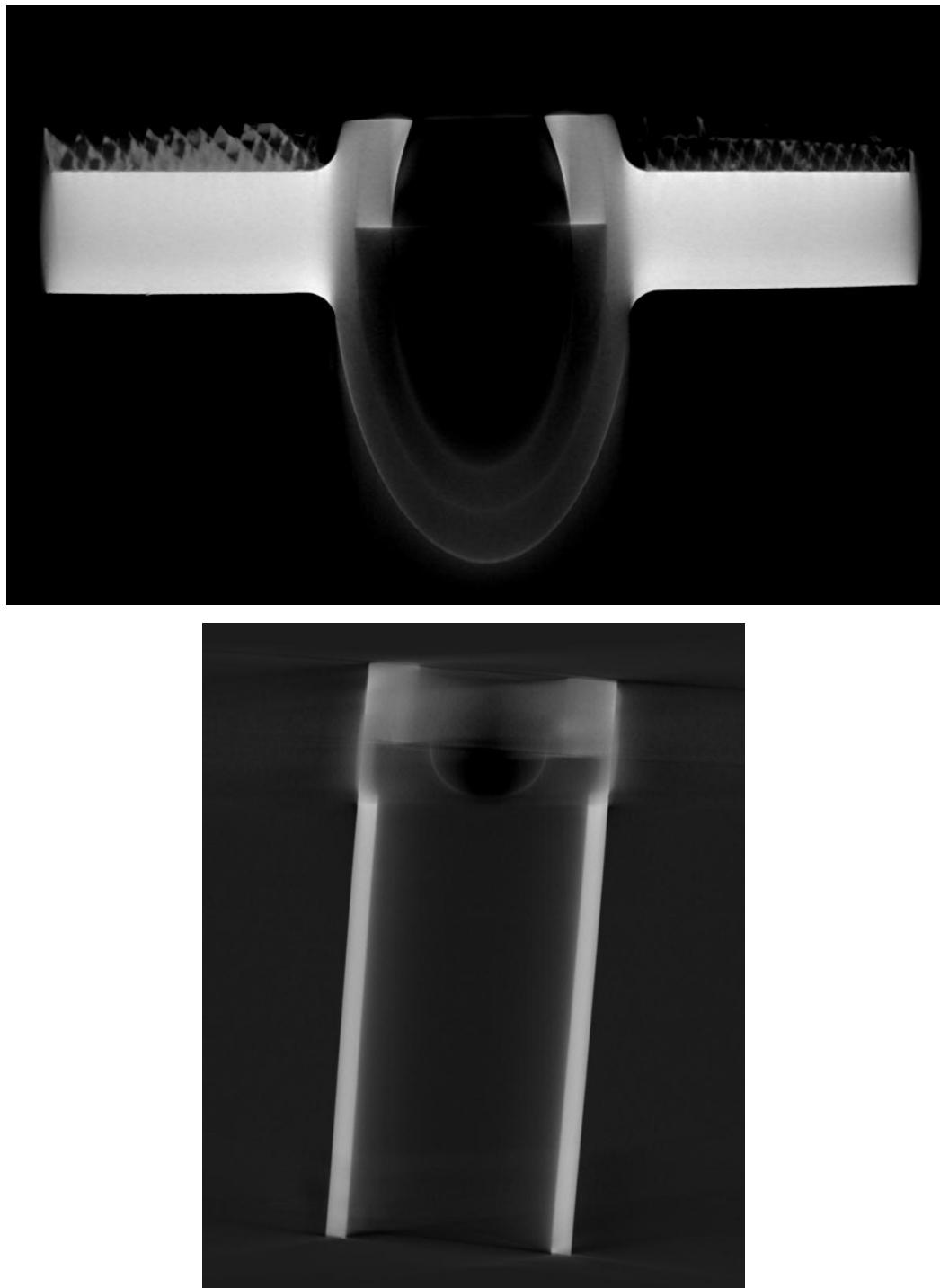


Рисунок 32 – Результат компьютерной томографии изделия «Корпус»

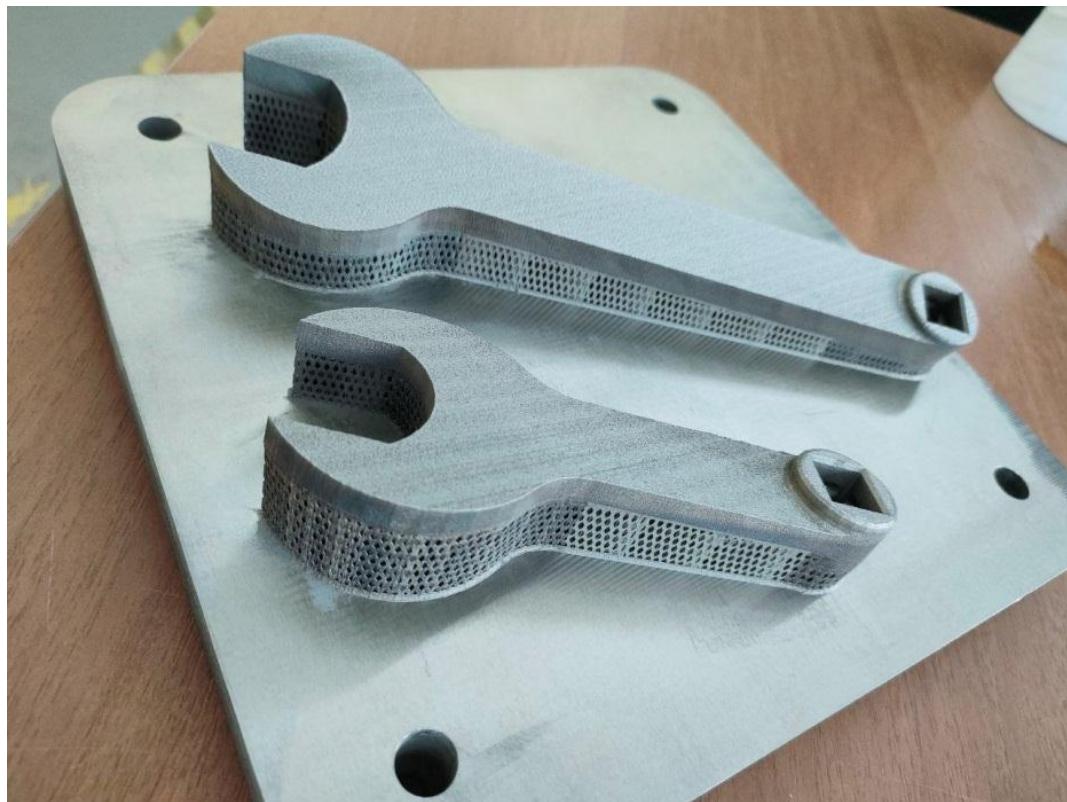
6.2 Разработка и внедрение технологической инструкции на изготовление деталей типа «Ключ», «Переходник» из порошковых МСС марок CL50 WS CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ. Изготовление опытных образцов деталей.

По разработанной технологической инструкции АВС 25.000.00089К от 22.05.23 г. (приложение Е) была изготовлена опытная партия изделий типа «Ключ» и «Переходник» из сплавов CL50WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.

Данные изделия имеют различные варианты исполнения, и используются при проведении сборочных работ. Внешний вид изделий представлен на рисунке 33.



a)



б)

Рисунок 33 - Внешний вид конечных изделий, изготовленных по разработанной технологии СЛС: а) «Переходник»; б) «Ключ»;

В результате успешных приемо-сдаточных испытаний, изготовленных изделий, созданная в диссертационной работе техническая документация была внедрена в АО «Корпорация «МИТ» (Приложение Ж).

6.3. Выводы по главе

1. Созданный в работе технологический процесс прошел апробацию. В АО Корпорация «МИТ» внедрена нижеследующая документация:

- Типовой технологический процесс синтезирования изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;
- Технологическая инструкция на изготовление изделий типа «Переходник» из стального порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ (CL50 WS) методом СЛС);

- Типовой технологический процесс термической обработки изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС);
- Технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)».

2. В АО «Корпорация «МИТ» осуществлено изготовление изделий типа «Ключ», «Переходник», «Корпус», которые прошли полный цикл приемо-сдаточных испытаний и приняты в эксплуатацию.

Основные выводы и результаты работы

1. Установлены оптимальные значения скорости и мощности сканирования, позволившие получить методом СЛС материал из сплавов CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ с пористостью не более 0,2%, при отсутствии несплавлений, трещин, с пределом прочности (σ_b) до 1300 МПа, пределом текучести ($\sigma_{0,2}$) - 1070 МПа, относительным сужением (δ) и удлинением (ψ) - не менее 14,9 % и 45,7 %, соответственно.

2. Ориентация СЛС-образцов относительно платформы построения в интервале от 0^0 до 90^0 не оказала заметного влияния на значения прочности, пластичности и твердости, так как значительных структурных изменений не происходит. Разрушение образцов происходит по смешанному механизму отрыва и среза.

3. С помощью *in-situ* исследований СЛС-образцов мартенситно-стареющих сталей в колонне просвечивающего электронного микроскопа установлено, что в интервале температур 700-900 °С происходит переход α -Fe \rightarrow γ -Fe и интенсивный рост аустенитной фазы, а при температуре закалки от 1100 °С - выделение α -Fe со стабилизацией мартенситной структуры.

4. Установлено, что в процессе ГИП происходит рекристаллизация субзеренной структуры СЛС-образцов мартенситно-стареющей стали с формированием однородной структуры. В результате старения легирующие элементы образуют пластичную матричную фазу мартенсита замещения, дисперсно-упрочненную выделениями избыточной фазы Ni_3Ti .

5. Найдены оптимальные режимы постобработки (ГИП и ТО), обеспечивающие снижение пористости СЛС-изделий из сплава CL50 WS в 2 раза (до 0,2 %) и сплава ПР-03Н18К9М5ТЮ - в 6 раз (до 0,1%), при достижении рекордного уровня механических свойств: $\sigma_b = 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1603$ МПа, $\delta = 7,9$, $\psi = 24,9$, твердость Н = 8 ГПа, модуль упругости $E = 243$ ГПа. Разрушение образцов проходило путем среза и отрыва по вязко-ямочному механизму с формированием изломов смешанного типа.

6. Климатические факторы не оказали существенного влияния на эксплуатационно-технические и механические свойства СЛС-образцов. Продукты коррозии в виде пятен на поверхности, образовавшиеся в результате ускоренных климатических испытаний, не уходят вглубь образцов и легко удаляются посредством механической обработки. Межкристаллитная коррозия не обнаружена.

7. В АО Корпорация «МИТ» была внедрена нижеследующая разработанная технологическая документация:

- Типовой технологический процесс синтезирования изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;
- Технологическая инструкция на изготовление изделий типа «Переходник» из стального порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ (CL50 WS) методом СЛС;
- Типовой технологический процесс термической обработки изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;
- Технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)».

8. В АО «Корпорация «МИТ» осуществлено изготовление изделий типа «Ключ», «Переходник», «Корпус», которые прошли полный цикл приемо-сдаточных испытаний и приняты в эксплуатацию.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Потак Я.М. Высокопрочные стали. Серия «Успехи современного материаловедения». М., «Металлургия», 1972, с.208
2. Перкас М.Д., Кардонский В.М. Высокопрочные мартенситно-стареющие стали. М., «Металлургия», 1970, с. 223
3. Анциферов В.Н., Акименко В.Б., // Порошковые легированные стали. М., «Металлургия», 1991, с. 309
4. Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей. М.: «Металлургия», 1982. – 182 с.
5. Панов В.С., Чурилин А.М. Технология и свойства спеченных твердых сплавов и изделий из них: учеб. для вузов. – М.: МИСиС, 2001. – 426 с.
6. Бабич Б.Н. Металлические порошки и порошковые материалы . – М.: Экомет, 2005. – 520 с.
7. В.С. Раковский, А.Ф. Силаев, В.И. Ходкин, О.Х. Фаткуллин. Порошковая металлургия жаропрочных сплавов и тугоплавких металлов. – М.: Металлургия, 1974. – 184 с.
8. Либенсон Г.А., Лопатин В.Ю., Комарницкий Г.В. Производство металлических порошков. Т. 1. Формование и спекание порошков: учеб. для вузов. – М.: МИСИС, 2001.
9. В.Б. Акименко, И.А. Гуляев, О.Ю. Калашникова, М.А. Секачев, В.А. Гаврилов, С.А. Гаврилов . Железные и легированные порошки в России – промышленные технологии и перспективные разработки. Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка. 2011 г. Ч. 1. ред. кол.: П.А. Витязь [и др.]. – Минск: ГНУ «Институт порошковой металлургии», 2011. – С. 60–65.
10. Оглезнева С.А. Материаловедение и технологии современных и перспективных материалов: учеб. пособие. – Пермь: Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2012. – 307 с

11.Ильющенко А.Ф., Савич В.В. Порошковая металлургия – одна из первых аддитивных технологий. Аддитивные технологии, материал и конструкции: материалы науч.-тех. конф. (Гродно, 5–6 октября 2016 г.). нНац. акад. наук Беларуси [и др.]; редколл.: А.И. Свириденок (гл. ред.) [и др.]. – Гродно: ГрГУ, 2016. – С. 20–30.

12.Шарихин В.Б. Структура и свойства мартенситностареющих сталей, подверженных замедленному разрушению : дис. ... канд. тех. Наук / Шарихин В.Б. – Минск., 2002. – 158 с.

13.Ложкин В.С. Структура и механические свойства многослойных материалов, полученных сваркой взрывом тонколистовых пластин из мартенсито-стареющей, хромоникелевой аустенитной и низкоуглеродистой сталей : дис. ... канд. тех. наук / Ложкин В.С. – Новосибирск., 2014. – 198 с.

14.Бодянко М.Н. Метод оценки разнозернистости однофазных сплавов / М.Н. Бодянко, Е.Я. Лезинская, В.П. Касичев // Известия АН БССР. Серия физ.-техн.-наук. – 1974. – №2. – С. 22-27.

15.Лаев К.А. Влияние легирования и термической обработки на структуру и свойства коррозионностойких высокохромистых сталей мартенситного и супер мартенситного классов для изготовления труб нефтегазового сортамента : дис. канд. тех. наук / К.А. Лаев. – Челябинск – 142 с.

16.Перкас М.Д. Структура, свойства и области применения высокопрочных мартенситностареющих сталей / М.Д. Перкас // МиТОМ. – 1985. – № 5. – С. 23-31.

17.Giorgia Lugi, Eleonora Bettini, Faraz Deirmina, Riccardo Casati, Microstructural and mechanical properties of a novel cobalt and titanium free maraging steel for laser powder bed fusion,Journal of Materials Research and Technology,Volume 30,2024,Pages 1269-1278,ISSN 2238 7854, <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.03.088>

18.Jonghyun Jeong, Gun Woo No, Hyo Ju Bae, Sang Kyu Yoo, In-Chul Choi, Hyoung Seop Kim, Jae Bok Seol, Jung Gi Kim, Mechanical properties of lamellar-

structured 18Ni300 maraging steel manufactured via directed energy deposition, Materials Science and Engineering: A, Volume 892, 2024, 146031,ISSN 0921-5093, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.146031>

19.Масленков С.Б., Масленкова Е.А. Стали и сплавы для высоких температур. Т. 1. – М.: Металлургия, 1991, 383 с.

20.Лашко Н.Ф., Заславская Л.В., Козлова М.Н. и др. Физико-химический фазовый анализ сталей и сплавов. – М.: Металлургия, 1978. – 336 с.

21.Ullah R., Akmal J. S. Anisotropy of additively manufactured 18Ni300 maraging steel: threads and surface characteristics // Procedia CIRP 93, 2020. P. 68-78

22.Kucerova L., Zetkova I., Jenicek S., Burdova K. Hybrid parts produced by deposition of 18Ni300 maraging steel via selective laser melting on forged and heat treated advanced high strength steel // Additive Manufacturing 32, 2020. P. 100-111

23.Sun H., Chu X., Liu Z., Gisele A., Zou Y. Selective Laser Melting of Maraging Steels Using Recycled Powders: A Comprehensive Microstructural and Mechanical Investigation // Metallurgical and Materials Transactions: A, 2021. Vol. 52. Is. 5. № 10.1007/s11661-021-06180-1.

24.Bai Y., Zhao C., Zhang Y., Wang H. Microstructure and mechanical properties of additively manufactured multi-material component with maraging steel on CrMn steel // Materials Science and Engineering: A, 2021. Vol.140630 № .802

25.Ludmila Kucerova, Karolina Burdova. Effect of solution annealing and precipitation hardening at 250°C - 550°C on microstructure and mechanical properties of additively manufactured 1.2709 maraging steel // Materials Science and Engineering: A, 2021. Vol.141195 № .814

26.C. Tan, K. Zhou, W. Ma, P. Zhang, M. Liu, T. Kuang, Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel, // Mater. Des. 134 (2017) 23–34

27. E. Jägle, Z. Sheng, P. Kürnsteiner, S. Ocylok, A. Weisheit, D. Raabe, Comparison of maraging steel micro- and nanostructure produced conventionally and by laser additive manufacturing, *Materials* 10 (2017) 1–15
28. H. Mayer, R. Schuller, M. Fitzka, D. Tran, B. Pennings, Very high cycle fatigue of nitrided 18Ni maraging steel sheet, *Int. J. Fatig.* 64 (2014) 140–146
29. S. Yin, C. Chen, X. Yan, X. Feng, R. Jenkins, P. O'Reilly, M. Liu, H. Li, R. Lupoi, The influence of aging temperature and aging time on the mechanical and tribological properties of selective laser melted maraging 18Ni-300 steel, *Addit. Manuf.* 22 (2018) 592–600
30. M.N. Rao, Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels, *Int. J. Math. Res.* 97 (2006) 1594–1607
31. F.F. Conde, J.D. Escobar, J.P. Oliveira, A.L. Jardini, W.W. Bose Filho, J.A. Avila, Austenite reversion kinetics and stability during tempering of an additively manufactured maraging 300 steel, *Addit. Manuf.* 29 (2019), 100804
32. T.Z. Xu, S. Zhang, Y. Du, C.L. Wu, C.H. Zhang, X.Y. Sun, H.T. Chen, J. Chen. Development and characterization of a novel maraging steel fabricated by laser additive manufacturing // *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 891, 2024, 145975, ISSN 0921-5093, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145975>
33. A.P. Mouritz, 11 - Steels for aircraft structures, in: A.P. Mouritz (Ed.), *Introduction to Aerospace Materials*, Woodhead Publishing, 2012: pp. 232–250. <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857095152.232>
34. P. Kürnsteiner, M.B. Wilms, A. Weisheit, P. Barriobero-Vila, E.A. Jägle, D. Raabe. Massive nanoprecipitation in an Fe-19Ni-xAl maraging steel triggered by the intrinsic heat treatment during laser metal deposition//*Acta Mater.*,
35. Tan, K. Zhou, W. Ma, P. Zhang, M. Liu, T. Kuang. Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel // *Mater Des.*, 134 (2017), pp. 23-34, 10.1016/J.MATDES.2017.08.026
36. Aleksander Karolczuk, Andrzej Kurek, Michał Böhm, Szymon Derda, Mariusz Prażmowski, Krzysztof Kluger, Krzysztof Żak, Łukasz Pejkowski, Jan

Seyda. Heterogeneous effect of aging temperature on the fatigue life of additively manufactured thin-walled 18Ni300 maraging steel tubular specimen // Materials & Design, Vol.237, 2024, 112561, ISSN 0264-1275, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.112561>

37.Jonghyun Jeong, Gun Woo No, Hyo Ju Bae, Sang Kyu Yoo, In-Chul Choi, Hyoung Seop Kim, Jae Bok Seol, Jung Gi Kim. Mechanical properties of lamellar-structured 18Ni300 maraging steel manufactured via directed energy deposition // Materials Science and Engineering: A, Vol. 892, 2024, 146031, ISSN 0921-5093, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.146031>

38.W. Sha, Z. Guo, E.A. Wilson, Modeling the evolution of microstructure during the processing of maraging steels, JOM 56 (2004) 62–66,

39.O. Moshka, M. Pinkas, E. Brosh, V. Ezersky, L. Meshi, Addressing the issue of precipitates in maraging steels - unambiguous answer, Mater. Sci. Eng. A 638 (2015) 232–239

40.Zhonghui Cheng, Shengzhi Sun, Xi Du, Qing Tang, Jinguang Shi, Xiaofeng Liu, Qiu Jianrong. Microstructural evolution of a FeCo15Cr14Ni4Mo3 maraging steel with high ductility prepared by selective laser melting. Materials Today Communications, Vol. 31, 2022, 103243, ISSN 2352-49

41.69 Самаров В.Н., Аношкин Н.Ф. Разработка технологии ГИП деталей сложной формы из гранулированных материалов // Перспективные технологии легких и специальных сплавов – М.: Физматлит, 2006, с. 103-112.

42.70 Yoon S.-H., Choi Ch.-H., Kim J. HIP Activities for Turbopump Components of Korea Space Launch Vehicle // Robore Iuventutis// Materials Research Proceedings, 2019, Vol. 10, pp 79-84. <http://dx.doi.org/10.21741/9781644900031-11>

43.71 Самаров V., Barre C., Seliverstov D. Net Shape HIP for complex shape PM parts as a cost efficient industrial technology // Proceedings of the International Conference on Hot Isostatic Pressing, Paris, 2005, pp. 48-52.

44.72 Разуваев Е.И., Бубнов М.В., Бакрадзе М.М., Сидоров С.А. ГИП и деформация гранулированных жаропрочных никелевых сплавов. Авиационные

материалы и технологии. 2016. № S1 (43). С. 80-86. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-80-86

45.73 Bassini E., Vola V., Lorusso M., Ghisleni R., Lombardi M., Biamino S., Ugues D., Vallillo G., Picqué B. Net shape HIPping of Ni-superalloy: Study of the interface between the capsule and the alloy // Materials Science and Engineering: A, 2017, Vol. 695, pp. 55-65. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.016>

46.74 Гарифов Г.С. Отечественные гранулированные материалы для газотурбинных технологий // Технология легких сплавов. 2018. № 4. С. 24-27.

47.75 Bai Q., Lin J., Tian G., Zou J., Dean TA. Review and Analysis of Powder Prior Boundary (PPB) Formation in Powder Metallurgy Processes for Nickel-based Super Alloys. Journal of Powder Metallurgy & Mining. 2015. Vol. 4. Is. 1. 1000127. doi: 10.4172/2168-9806.1000127

48.76 Akhtar W., Sun J., Sun P., Chen W., Saleem Z. Tool wear mechanisms in the machining of Nickel based super-alloys: A review. Frontiers of Mechanical Engineering. 2004. Vol. 9. P. 106–119. <https://doi.org/10.1007/s11465-014-0301-2>

49.77 Ezugwu E.O., Bonney J., Yamane Y. An overview of the machinability of aeroengine alloys. Journal of Materials Processing Technology. 2003. Vol. 134. Is. 2. P. 233-253. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)01042-7](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)01042-7)

50.Довбыш В., Казимирчук К. Аддитивные технологии в российской промышленности // Конструктор. Машиностроитель - 12.05.2012

51.Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении // Издательство политехнического университета -Санкт-Петербург, 2013.

52.Ross F. Housholder (Pat. USA № 4,247,508) - Molding Process -1981

53.Mueller B. "Additive Manufacturing Technologies – Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing"// Assembly Automation, 2012. Vol.32. №2

54.Лебёдкин И.Ф., Молотков А.А., Третьякова О.Н. Разработка промышленной технологии селективного лазерного сплавления // Прикладная физика. 2020. № 3. С. 83-89.

55. Sásik R., Bašt'ovanský R., Hoč M., Madaj R., Spišák P. The Comparison of Selected Strength Indicators of Manufactured Prototypes Produced by Metal Additive Manufacturing (3D Printing) System // Lecture Notes in Mechanical Engineering, 2020. V. 235309. P. 501 – 508.

56. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России. - М.: ВИАМ, 2015. - 557 с.

57. Ильющенко А.Ф., Савич В.В. Порошковая металлургия – одна из первых аддитивных технологий // Аддитивные технологии, материал и конструкции: материалы науч.-тех. конф. (Гродно, 5–6 10 октября 2016 г.) / Нац. акад. наук Беларуси [и др.]; редколл.: А.И. Свириденок (гл. ред.) [и др.]. – Гродно: ГрГУ, 2016. – С. 20–30

58. Зленко, М. А. Аддитивные технологии в машиностроении / М. А. Зленко, А. А. Попович, И. Н. Мутылина. – СПб. : Изд-во политехн. ун-та, 2013. – 221 с.

59. Довбыш, В. М. Аддитивные технологии и изделия из металла / В. М. Довбыш, П. В. Забеднов, М. А. Зленко // Библиотечка литейщика. – 2014. – № 9. – С. 14–71.

60. Зленко М. А. Аддитивные технологии в машиностроении / М. В. Нагайцев, В. М. Довбыш // Пособие для инженеров. – М. : ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ», 2015. – 220 с.

61. Neikov O., Naboychenko S., Mourachova I. et al. Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: Technologies and Applications. – Elsevier, 2009. – p. 634. 84

62. Kassym K., Perveen A. Atomization processes of metal powders for 3D printing. Materials Today: Proceedings. Volume 26, Part 2, 2020, Pages 1727-1733 85

63. Sutton A.T., Kriewall C.S., Leu M.C., Newkirk J.W. Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes // Virtual and Physical Prototyping, 2017, Vol. 12, Iss. 1, pp. 3-29.

64. Ahsan M.N., Pinkerton A.J., Moat R.J., Shackleton J. A comparative study of laser direct metal deposition characteristics using gas and plasma-atomized Ti-6Al-4V powders // Materials Science and Engineering, 2011, Vol. 528, pp. 7648-7657.
65. Ahsan M.N., Pinkerton A.J., Ali L. A comparison of laser additive manufacturing using gas and plasma-atomized Ti-6Al-4V powders // Innovative Developments in Virtual and Physical Prototyping / Proceedings of the 5th International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, Leiria, Portugal, 28 September - 1 October, 2011, pp. 625-633
66. Падалко А.Г. Практика горячего изостатического прессования неорганических материалов. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 267 с.
67. A. Kanyilmaz, A.G. Demir, M. Chierici, F. Berto, L. Gardner, S.Y. Kandukuri, P. Kassabian, T. Kinoshita, A. Laurenti, I. Paoletti, A. du Plessis, S.M.J. Razavi, Role of metal 3D printing to increase quality and resource-efficiency in the construction sector, *Addit Manuf.* 50 (2022), 102541, <https://doi.org/10.1016/J.addma.2022.102541>.
68. F. Habiby, A. ul Haq, A.Q. Khan, The properties and applications of 18% nickel maraging steels, *Mater. Technol.* 9 (1994) 246–252, <https://doi.org/10.1080/09507039408200001>
69. J. Kang, H. Shangguan, C. Deng, Y. Hu, J. Yi, X. Wang, X. Zhang, T. Huang, Additive manufacturing-driven mold design for castings, *Addit Manuf.* 22 (2018) 472–478, <https://doi.org/10.1016/J.addma.2018.04.037>.
70. T. Allam, K.G. Pradeep, P. Kühnen, A. Marshal, J.H. Schleifenbaum, C. Haase, Tailoring the nanostructure of laser powder bed fusion additively manufactured maraging steel, *Addit Manuf.* 36 (2020), <https://doi.org/10.1016/J.addma.2020.101364>.
71. B. Mooney, K.I. Kourousis, R. Raghavendra, Plastic anisotropy of additively manufactured maraging steel: influence of the build orientation and heat treatments, *Addit Manuf.* 25 (2019) 19–31, <https://doi.org/10.1016/J.addma.2019.07.001>.
72. Ahmad, S. Shao, M. Seifi, N. Shamsaei, Additively manufactured IN718 in thin wall and narrow flow channel geometries: effects of post-processing and wall thickness on tensile and fatigue behaviors, *Addit Manuf.* 60 (2022), <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103264>

73.C.H. Yu, A. Leicht, R.L. Peng, J. Moverare, Low cycle fatigue of additively manufactured thin-walled stainless steel 316L, *Mater. Sci. Eng. A* 821 (2021), 141598, <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2021.141598>.

74.S.M.J. Razavi, B. Van Hooreweder, F. Berto, Effect of build thickness and geometry on quasi-static and fatigue behavior of Ti-6Al-4V produced by electron beam melting, *Addit. Manuf.* 36 (2020), 101426, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2020.101426>.

75.Dzugan, M. Seifi, R. Prochazka, M. Rund, P. Podany, P. Konopik, J.J. Lewandowski, Effects of thickness and orientation on the small scale fracture behaviour of additively manufactured Ti-6Al-4V, *Mater Charact.* 143 (2018) 94–109, <https://doi.org/10.1016/J.MATCHAR.2018.04.003>.

76.A. Gatto, E. Bassoli, L. Denti, Repercussions of powder contamination on the fatigue life of additive manufactured maraging steel, *Addit. Manuf.* 24 (2018) 13–19, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.09.004>.

77.A.P. Mouritz, 11 - Steels for aircraft structures, in: A.P. Mouritz (Ed.), *Introduction to Aerospace Materials*, Woodhead Publishing, 2012: pp. 232–250. <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857095152.232>.

78.P. Kürnsteiner, M.B. Wilms, A. Weisheit, P. Barriobero-Vila, E.A. Jägle, D. Raabe, Massive nanoprecipitation in an Fe-19Ni-xAl maraging steel triggered by the intrinsic heat treatment during laser metal deposition, *Acta Mater.* 129 (2017) 52–60, <https://doi.org/10.1016/J.ACTAMAT.2017.02.069>.

79.C. Tan, K. Zhou, W. Ma, P. Zhang, M. Liu, T. Kuang, Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel, *Mater Des.* 134 (2017) 23–34, <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2017.08.026>.

80.J. Mutua, S. Nakata, T. Onda, Z.C. Chen, Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel, *Mater Des.* 139 (2018) 486–497, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.042>.

81.P.L.L. Santos, J.A. Avila, E.B. da Fonseca, A.H.G. Gabriel, A.L. Jardini, E.S.N. Lopes, Plane-strain fracture toughness of thin additively manufactured maraging steel samples, *Addit Manuf.* 49 (2022) <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102509>.

82.X. Mei, Y. Yan, H. Fu, X. Gao, S. Huang, L. Qiao, Effect of aging temperature on microstructure evolution and strengthening behavior of L-PBF 18Ni(300) maraging steel, *Addit Manuf.* 58 (2022), 103071, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2022.103071>.

83.S. Afkhami, M. Dabiri, S.H. Alavi, T. Björk, A. Salminen, Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting, *Int J Fatigue.* 122 (2019) 72–83, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.12.029>.

84.D. Croccolo, M. De Agostinis, S. Fini, G. Olmi, F. Robusto, S. Ć. Kostić, A. Vranić, N. Bogojević, Fatigue response of as-built DMLS maraging steel and effects of aging, machining, and peening treatments, *Metals (Basel).* 8 (2018), <https://doi.org/10.3390/met8070505>.

85.N. Raju, D.W. Rosen, Fatigue Properties of 3D Printed Maraging Steel, in: Solid Freeform Fabrication 2021: Proceedings of the 32nd Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium – An Additive Manufacturing Conference, University of Texas at Austin, 2021.

86.J. Doh, N. Raju, N. Raghavan, D.W. Rosen, S. Kim, Bayesian inference-based decision of fatigue life model for metal additive manufacturing considering effects of build orientation and post-processing, *Int J Fatigue.* 155 (2022), 106535, <https://doi.org/10.1016/J.IJFATIGUE.2021.106535>.

87.G. Meneghetti, D. Rigon, D. Cozzi, W. Waldhauser, M. Dabal`a, Influence of build orientation on static and axial fatigue properties of maraging steel specimens produced by additive manufacturing, in, *Procedia Structural Integrity*, Elsevier B.V. (2017) 149–157, <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2017.11.072>.

88.D. Rigon, G. Meneghetti, M. Görtler, D. Cozzi, W. Waldhauser, M. Dabal`a, Influence of defects on axial fatigue strength of maraging steel specimens

produced by additive manufacturing, in: MATEC Web of Conferences, EDP Sciences, 2018. <https://doi.org/10.1051/matecconf/201816502005>.

89. L.M.S. Santos, L.P. Borrego, J.A.M. Ferreira, J. de Jesus, J.D. Costa, C. Capela, Effect of heat treatment on the fatigue crack growth behaviour in additive manufactured AISI 18Ni300 steel, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 102 (2019) 10–15, <https://doi.org/10.1016/J.TAFMEC.2019.04.005>.

90. T. Tezel, V. Kovan, Heat treatment effect on fatigue behavior of 3D-printed maraging steels, *Rapid Prototyp J.* 28 (2022) 175–184, <https://doi.org/10.1108/RPJ-03-2021-0069>.

91. F. Deirmina, P.A. Davies, R. Casati, Effects of powder atomization route and postprocessing thermal treatments on the mechanical properties and fatigue resistance of additively manufactured 18Ni300 maraging steel, *Adv Eng Mater.* 24 (2022), <https://doi.org/10.1002/adem.202101011>

92. G. Meneghetti, D. Rigon, C. Gennari, An analysis of defects influence on axial fatigue strength of maraging steel specimens produced by additive manufacturing, *Int J Fatigue.* 118 (2019) 54–64, <https://doi.org/10.1016/J.IJFATIGUE.2018.08.034>.

93. J. Lifton, T. Liu, An adaptive thresholding algorithm for porosity measurement of additively manufactured metal test samples via X-ray computed tomography, *Addit Manuf.* 39 (2021), 101899, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2021.101899>.

94. F.H. Kim, S.P. Moylan, E.J. Garboczi, J.A. Slotwinski, Investigation of pore structure in cobalt chrome additively manufactured parts using X-ray computed tomography and three-dimensional image analysis, *Addit Manuf.* 17 (2017) 23–38, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2017.06.011>.

95. A. du Plessis, Effects of process parameters on porosity in laser powder bed fusion revealed by X-ray tomography, *Addit Manuf.* 30 (2019), 100871, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2019.100871>.

96. J. Kohout, S. Vechet, A new function for fatigue curves characterization and its multiple merits, *Int J Fatigue.* 23 (2001) 175–183, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2005.07.023>.

97.J.A.F.O. Correia, P. Raposo, M. Muniz-Calvente, S. Blas' on, G. Lesiuk, A.M.P. De Jesus, P.M.G.P. Moreira, R.A.B. Calçada, A.F. Canteli, A generalization of the fatigue Kohout-V'echet model for several fatigue damage parameters, *Eng Fract Mech.* 185 (2017) 284–300, <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.06.009>.

98.L.P. Swiler, M. Gulian, A.L. Frankel, C. Safta, J.D. Jakeman, A survey of constrained gaussian process regression: approaches and implementation challenges, *Journal of Machine Learning for Modeling and Computing.* 1 (2020) 119–156, <https://doi.org/10.1615/jmachlearnmodelcomput.2020035155>.

99.R.N. Saunders, K. Teferra, A. Elwany, J.G. Michopoulos, D. Lagoudas, Metal AM process-structure-property relational linkages using Gaussian process surrogates, *Addit Manuf.* 62 (2023), 103398, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2023.103398>.

100. A. Karolczuk, M. Sło'nski, Application of the Gaussian process for fatigue life prediction under multiaxial loading, *Mech Syst Signal Process.* 167 (2022), 108599, <https://doi.org/10.1016/j.ymssp.2021.108599>.

101. C. Elangswaran, A. Cutolo, S. Gallas, T.D. Dinh, N. Lammens, H. Erdelyi, M. Schulz, G.K. Muralidharan, L. Thijs, T. Craeghs, E. De Bruycker, K. Vanden Boer, S. Clijsters, J. Peirs, W. Desmet, W. Van Paepeghem, B. Van Hooreweder, Predicting fatigue life of metal LPBF components by combining a large fatigue database for different sample conditions with novel simulation strategies, *Addit Manuf.* 50 (2022), 102570, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2021.102570>.

102. A. Karolczuk, Y. Liu, K. Kluger, S. Derda, D. Skibicki, Ł. Pejkowski, Physicsconstrained Gaussian process for life prediction under in-phase multiaxial cyclic loading with superposed static components, *Int J Fatigue.* 175 (2023), 107776, <https://doi.org/10.1016/J.IJFATIGUE.2023.107776>.

103. S. Yin, C. Chen, X. Yan, X. Feng, R. Jenkins, P. O'Reilly, M. Liu, H. Li, R. Lupoi, The influence of aging temperature and aging time on the mechanical and tribological properties of selective laser melted maraging 18Ni-300 steel, *Addit Manuf.* 22 (2018) 592–600, <https://doi.org/10.1016/J.ADDMA.2018.06.005>.

104. J. Damon, T. Hanemann, S. Dietrich, G. Graf, K.H. Lang, V. Schulze, Orientation dependent fatigue performance and mechanisms of selective laser melted maraging steel X3NiCoMoTi18-9-5, *Int J Fatigue.* 127 (2019) 395–402, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.06.025>.
105. R. Branco, J.D. Costa, J.A. Martins Ferreira, C. Capela, F.V. Antunes, W. Macek, Multiaxial fatigue behaviour of maraging steel produced by selective laser melting, *Mater Des.* 201 (2021), 109469, <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2021.109469>.
106. A.S. Cruces, R. Branco, L.P. Borrego, P. Lopez-Crespo, Energy-based critical plane fatigue methods applied to additively manufactured 18Ni300 steel, *Int J Fatigue.* 170 (2023), 107548 <https://doi.org/10.1016/J.IJFATIGUE.2023.107548>.
107. Y. Murakami, T. Takagi, K. Wada, H. Matsunaga, Essential structure of S-N curve: prediction of fatigue life and fatigue limit of defective materials and nature of scatter, *Int J Fatigue.* 146 (2021), 106138, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.106138>.
108. A. Fatemi, R. Molaei, J. Simsiriwong, N. Sanaei, J. Pegues, B. Torries, N. Phan, N. Shamsaei, Fatigue behaviour of additive manufactured materials: an overview of some recent experimental studies on Ti-6Al-4V considering various processing and loading direction effects, *Fatigue Fract Eng Mater Struct.* 42 (2019) 991–1009, <https://doi.org/10.1111/ffe.13000>.
109. M. Yuan, L. Nyborg, C. Oikonomou, Y. Fan, L. Liu, Y. Cao, Time and temperature dependent softening of a novel maraging steel fabricated by laser metal deposition, *Mater Des.* 224 (2022), 111393, <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2022.111393>.

ПРИЛОЖЕНИЕ А



**СВИДЕТЕЛЬСТВО
О РЕГИСТРАЦИИ НОУ-ХАУ**

На основании «Положения о правовой охране секретов производства (ноу-хая) НИТУ «МИСиС», утвержденного ректором «15» декабря 2015 г., проведена регистрация секрета производства (ноу-хая), созданного в ходе выполнения Государственного задания по проект № 0718-2020-0034 от 01.01.2020 г.:

Способ селективного лазерного сплавления дисперсно-упрочненных мартенситно-стареющих сплавов и режимы термической обработки изделий с целью достижения высокого уровня механических свойств

Правообладатель: **федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»**

Авторы: **Левашов Евгений Александрович,
Каясова Анастасия Олеговна**

Зарегистрировано в Депозитарии ноу-хая НИТУ «МИСиС»
№ 36-732-2022 ОИС от « 27» декабря 2022 г



Проректор по науке и инновациям

 /M.P. Филонов/

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Акционерное общество
«Корпорация «МОСКОВСКИЙ ИНСТИТУТ ТЕПЛОТЕХНИКИ»
 (АО «Корпорация «МИТ»)

УТВЕРЖДАЮ

Главный инженер – первый заместитель
 генерального директора
 АО «Корпорация «МИТ»



АКТ № 35/48-404

проведения ускоренных климатических испытаний образцов, изготовленных
 методом селективного лазерного сплавления из высокопрочной мартенситно-
 стареющей стали марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ

В соответствие с типовой программой ускоренных климатических испытаний (УКИ) ХИ 11-87 проведена имитация воздействия климатических факторов в течении 3х лет в условиях изготовления и 20 лет в условиях эксплуатации материала, с целью оценки влияния основных климатических факторов на эксплуатационно-технические характеристики.

Объект испытаний: образцы, синтезированные из высокопрочной стали марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ, размером 10x10x75.

Результаты в приложении 1.

Заместитель генерального конструктора-
 начальник отделения-главный технолог

С.Ю. Ухолкин

Заместитель начальника отделения и
 главного технолога-начальник отдела 78

М.В. Геров

ПРИЛОЖЕНИЕ В

			ГОСТ 3.1105-2011 Форма 2			
Лист						
Взам						
Подп						
			ABC 01265.00010K	16	1	
			ABC 01265.00010			
Изделия из стального порошка марки CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом селективного лазерного сплавления (SL)						
УТВЕРЖДАЮ Главный инженер  S.E. Шамшурин -16.01.23						
КОМПЛЕКТ ДОКУМЕНТОВ на типовой технологический процесс синтезирования изделий из стального порошка марки CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом селективного лазерного сплавления (SL)						
Врио главного технолога Начальник отдела 78 Инженер-технолог 3 кат отд. 78  С.Ю. Ухолкин  М.В. Геров  А.О. Каясова						
Акт внедрения № 31/01-23 от 16.01.23						
ТЛ	Титульный лист					+

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

ПРИЛОЖЕНИЕ Д

PA 1

ПИЯ

ЭКЗ. № 2

Акционерное общество
«Корпорация «МОСКОВСКИЙ ИНСТИТУТ ТЕПЛОТЕХНИКИ»
(АО «Корпорация «МИТ»)

ОКПД 2 24.10.14

OKC 77,160

УТВЕРЖДАЮ

Главный инженер – первый заместитель
генерального директора
АО «Корпорация «МИТ»

С.Е. Шамшурин

«24»

2024 г.

МАТЕРИАЛ, СИНТЕЗИРУЕМЫЙ ПО ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ (СЛС) ИЗ СТАЛИ МАРКИ 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)

Технические условия
ТУ 24.10.14-003-07501248-2024
(введены впервые)

Дата введения в действие - 2024-05-01

Разработано АО «Корпорация «МИТ»:

Заместитель генерального
конструктора – начальник
отделения – главный техн.

С.Ю. Ухолкин

Заместитель начальника
отделения и главного технолога
– начальник отдела

М.В. Геров

Начальник отдела –
главный метролог

М.А. Хабаров

Начальник отдела анализа и
исследования материалов

И.Е. Кирьянов

Инженер-технолог 2 кат.

А.О. Каясова

ПРИЛОЖЕНИЕ Е

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж

ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО



Березовая аллея, д. 10, Москва, Россия, 127273
 Телефон: 113160, 114270 КРУЧА
 Телефон: (499) 907-37-74, Телефакс: (499) 907-37-29 ;
 E-mail: mitemall@umail.ru

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального
 конструктора-начальник
 отделения-главный технолог



Акт
об использовании результатов диссертационной работы Каясовой А.О.
«Создание технологии селективного лазерного сплавления изделий из
марганситностареющих сталей, легированных Ni-Co-Mo»

Настоящим актом подтверждается, что в период с 25.03.2022 по 31.05.2024 по разработанной в диссертационной работе Каясовой А.О. технологии селективного лазерного сплавления и термической обработки в АО «Корпорация «МИТ» была изготовлена опытные партии изделий типа «Ключ», «Переходник», «Корпус» из марганситностареющей стали марок CL50 WS и ПР-03Н18К9М5ТЮ.

Изделия прошли полный цикл приемо-сдаточных испытаний и приняты в эксплуатацию.

Так же на основании полученных в диссертационной работе результатов в АО «Корпорация «МИТ» был выпущен ряд технологической документации:

- Типовой технологический процесс синтезирования изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;

- Технологическая инструкция на изготовление изделий типа «Переходник» из стального порошка марки ПР-03Н18К9М5ТЮ (CL50 WS) методом СЛС;
- Типовой технологический процесс термической обработки изделий из стального порошка марок CL50 WS, ПР-03Н18К9М5ТЮ методом СЛС;
- Технические условия ТУ 24.10.14-003-07501248-2024 «Материал синтезируемый по технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали марки 03Н18К9М5ТЮ (ЧС4)».

Заместитель начальника отделения и
главного технолога-начальник отдела

Начальник лаборатории



М.В. Геров



В.А. Жданов

