

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ «ПРОМЕТЕЙ» ИМЕНИ И.В.  
ГОРЫНИНА НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА  
«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»  
(НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ЦНИИ КМ «ПРОМЕТЕЙ»)

---

УДК: 621.762.5; 621.318.1

на правах рукописи

ГРНТИ: 53.39; 45.09.29



*Жуков Антон Сергеевич*

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ  
СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ  
ФЕРРОМАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ  
СИСТЕМЫ Fe-Cr-Ni(-Co)  
ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НА ИХ ОСНОВЕ  
ЭЛЕМЕНТОВ НАВИГАЦИОННОЙ ТЕХНИКИ**

***Специальность:*** 2.6.17. Материаловедение (технические науки)

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный консультант:  
Кузнецов Павел Алексеевич  
доктор технических наук

*Санкт-Петербург*

2024

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b>	5
Глава 1. Состояние вопроса	15
1.1. Проблема создания элементов навигационных систем	15
1.2. Аддитивные технологии и их особенности	18
1.3. Получение порошков для аддитивных технологий	22
1.4. Селективное лазерное сплавление нержавеющей сталей и прецизионных сплавов	27
1.5. Постановка задачи	42
Глава 2. Материалы и методика эксперимента	47
2.1. Порошковые материалы для СЛС	47
2.2. Оборудование и исходные материалы для изготовления порошков прецизионных сплавов распылением расплава	49
2.3. Методы контроля химического состава	50
2.4. Метод лазерной дифракции	51
2.5. Метод определения текучести и насыпной плотности порошков	52
2.6. Оборудование для СЛС	52
2.7. Метод измерения плотности	55
2.8. Измерение механических свойств СЛС образцов	56
2.9. Измерение магнитных свойств	57
2.10. Термическая и термомагнитная обработка	59
2.11. Структурные исследования	62
Глава 3. Изготовление и исследование порошков прецизионных сплавов	64
3.1. Изготовление порошков прецизионных сплавов распылением расплава	64
3.2. Результаты определения химического состава порошков	67
3.3. Результаты определения гранулометрического состава порошков	68
3.4. Установление зависимостей удельной плотности и удельного расхода порошков от текучести и насыпной плотности	70

3.5. Определение оптимальных параметров СЛС, обеспечивающих минимальную пористость	74
Глава 4. Результаты исследования механических, магнитных свойств и микроструктуры аддитивных образцов исследуемых и модельных материалов	80
4.1. Структурные особенности и свойства аддитивных аустенитных сталей	81
4.2. Особенности сплавления несферических порошков на примере сплава ПЖРВ	91
4.3. Структурные особенности и свойства аддитивного магнитомягкого сплава 80НХС	98
4.4. Структурные особенности и свойства аддитивного магнитотвердого сплава 25Х15К(А)	109
4.5. Структурные особенности и свойства аддитивного магнитотвердого сплава ЮНДК	118
4.6. Исследование частиц, разлетающихся из пятна лазерного воздействия и оседающих в камере аддитивной установки	125
Глава 5. Разработка технологии изготовления изделий из прецизионных сплавов методом СЛС	137
5.1 Изготовление деталей из магнитотвердого сплава 25Х15КА	138
5.1.1 Разработка технологии изготовления порошков магнитотвердых сплавов распылением расплава	139
5.1.2 Усовершенствование технологии получения порошков	141
5.1.3 Изготовление и испытание аддитивных кольцевых постоянных магнитов из сплава 25Х15КА	147
5.2 Изготовление деталей из магнитомягкого сплава 80НХС	157
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ</b>	162
<b>ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ</b>	165
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ</b>	166
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ А</b>	183
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ Б</b>	194
<b>ПРИЛОЖЕНИЕ В</b>	204

ПРИЛОЖЕНИЕ Г	206
ПРИЛОЖЕНИЕ Д	209
ПРИЛОЖЕНИЕ Е	210

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность работы.** Конструкции магнитных навигационных систем постоянно усложняются. Детали из прецизионных магнитотвердых и магнитомягких сплавов играют существенную роль в таких устройствах и системах: служат источником, усилителем или фильтром основного сигнала, приводящего в действие всю систему, определяя ее точность и надежность, являются экранирующими элементами, обеспечивающими электромагнитную совместимость и корректную работу всей системы. Применение для их создания аддитивных технологий позволит сократить расходы на материалы за счет минимизации механообработки, оптимизировать производственный цикл, увеличить мощности и скорости производства. Например, в настоящее время постоянные магниты для гирокоординаторов изготавливаются литьем, а элементы экранирующих корпусов – вытачиванием из заготовок, полученных волочением. Однако при изготовлении деталей сложной геометрии из прецизионных сплавов возникает ряд проблем: сложность применения традиционных технологий для изготовления деталей с высокой степенью точности, большое количество отходов при малосерийном производстве уникальных изделий. Пористость, литейные дефекты (раковины, трещины), засоры либо риски от волочения при налипании металла на поверхность фильеры существенно снижают как механические, так и магнитные свойства. Также актуальна задача повышения прочности материалов для обеспечения эксплуатационной надежности деталей из ферромагнитных сплавов, которые подвергаются в составе изделия высоким кратковременным нагрузкам.

Согласно данным АО «Спецмагнит», потребность в кольцевых магнитах для гирокоординаторов оценивается в 10 000 штук в год. Традиционное литье не позволяет поддерживать такой темп производства. Изготовление деталей из ферромагнитных сплавов аддитивными методами позволит сократить сроки их производства в 1,5-3 раза, что особенно актуально в текущей геополитической

обстановке.

Хотя развитие систем автоматического управления требует применения малогабаритных прецизионных гироскопов относительно невысокой стоимости, до сих пор наибольшее применение находят роторные вибрационные трехстепенные гироскопы с внутренним упругим вращающимся кардановым подвесом – динамически настраиваемые гироскопы (ДНГ). На коротком временном интервале после начала вращения основания в инерциальном пространстве их режим работы аналогичен режиму работы свободного гироскопа. При этом сигналы с датчиков угла пропорциональны малым углам поворота основания, на котором установлен прибор. В таком режиме ДНГ может применяться, например, в качестве чувствительного элемента индикаторного гиросtabilизатора [1, 2].

Маховик является главным элементом ДНГ. Он закреплен на валу через внутренний подвес, который выполнен из магнитотвердого сплава и содержит два промежуточных кольца, так что такой двухколечный подвес представляет собой два параллельно работающих идентичных кардана, развернутых один относительно другого на  $90^\circ$  вокруг оси вала. Корпус ДНГ состоит из нескольких частей, выполненных из магнитомягкого материала, что обеспечивает защиту прибора от внешнего магнитного поля. Части корпуса соединяются лазерной сваркой.

Таким образом, в одном устройстве используются и выполняют важную роль два класса прецизионных сплавов.

С развитием аддитивных технологий появилась возможность изготавливать изделия сложной геометрии за один технологический цикл [3, 4, 5]. При этом селективное лазерное сплавление (СЛС) порошков металлов и сплавов является одним из наиболее распространенных аддитивных методов [6, 7].

В изделиях навигационной техники, работающих при высоких температурах и жестких условиях эксплуатации, использование сплавов с редкоземельными элементами, таких как Nd-Fe-B и Sm-Co, становится невозможным, поэтому здесь широкую нишу занимают материалы систем Fe-Cr-

Co и Fe-Ni, которые обладают хорошими магнитными свойствами и сохраняют их стабильность в широкой области температур. Хотя на сегодняшний день номенклатура выпускаемых для СЛС порошков, доступных к покупке, достаточно узка и, в основном, представлена сплавами на основе титана, нержавеющей стали и жаропрочными сплавами, существует известный [8, 9, 10] метод получения порошковых материалов, основанный на распылении расплава потоком инертного газа. Поэтому возможно получение порошков магнитотвердых и магнитомягких сплавов, пригодных для СЛС. Кроме того, во многих работах [11, 12, 13, 14] указано, что качество получаемого методом СЛС изделия зависит от качества применяемого металлического порошка. При этом другие факторы, оказывающие влияние на магнитные и механические свойства аддитивных прецизионных сплавов, до сих пор практически не изучены.

Поскольку метод распыления расплава не применялся ранее для получения порошков прецизионных сплавов фракции менее 80 мкм, при его использовании возможен низкий выход годной для СЛС фракции. Для решения этой проблемы перспективным представляется способ не отправлять в отходы крупный атомизированный порошок, а механически доизмельчить его без намолта до применяемой в методе СЛС фракции менее 80 мкм, повышая процент годного. Однако для его реализации необходимо создание установки для струйного измельчения порошков – струйной мельницы [15, 16].

Основное внимание в работе было обращено на изделия, широко востребованные в приборостроении и морской технике, а именно – на детали гироскопов из прецизионных сплавов, и на возможность заменить стандартную технологию изготовления на аддитивную – СЛС. Необходимость производства элементов конструкций гироскопов с повышенными магнитными свойствами (остаточной индукцией  $B_r$ , коэрцитивной силой по индукции  $H_{cb}$ , максимальным энергетическим произведением  $(BH)_{max}$ , магнитной проницаемостью  $\mu$ ) для АО «НПП «Исток» им. Шокина» (АО «Спецмагнит»), АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор», НПО «Высокоточные комплексы» (АО «КБП»), АО «Раменское приборостроительное конструкторское бюро» и др. обуславливает

актуальность разработки новой аддитивной технологии, при этом обеспечивая бездефектность и максимальное использование материала.

Таким образом, для изготовления аддитивных кольцевых постоянных магнитов из магнитотвердых сплавов 25X15КА и ЮНДК и аддитивных магнитоэкранирующих корпусов из сплава 80НХС для гироскопов с высокими свойствами и высоким коэффициентом использования материала перспективным представляется использовать технологию СЛС [7].

**Целью** работы является обеспечение требуемых характеристик элементов изделий навигационной техники заданной геометрической формы, изготовленных селективным лазерным сплавлением порошков прецизионных магнитотвердых и магнитомягких сплавов.

Для достижения поставленной цели были определены следующие **задачи**:

1. Выявление факторов, оказывающих влияние на магнитные и механические свойства прецизионных сплавов 80НХС, 25X15КА, ЮНДК, изготовленных методом селективного лазерного сплавления:

1.1. Гранулометрического состава на текучесть и насыпную плотность порошков.

1.2. Мощности и скорости сканирования лазерным лучом, определяющих пористость исследуемых сплавов 80НХС, 25X15КА, ЮНДК.

1.3. Структурных особенностей прецизионных аддитивных материалов после селективного лазерного сплавления.

2. Установление зависимости магнитных и механических свойств аддитивных ферромагнитных материалов от режимов сплавления.

3. Создание установки для струйного измельчения порошков магнитотвердых сплавов.

4. Разработка технологии, изготовление и испытание аддитивных кольцевых постоянных магнитов из сплава 25X15КА и аддитивных магнитоэкранирующих корпусов из сплава 80НХС для гироскопов.

**Объектом исследования** являлись:

- магнитомягкий сплав 80НХС системы Fe-Ni и магнитотвердые сплавы

25X15K и ЮНДК систем Fe-Cr-Co и Al-Ni-Cu-Co-Fe, соответственно;

- технически-чистое железо марки ПЖРВ для оптимизации технологии сплавления несферических порошков, к которым относятся, в т.ч., порошки некоторых магнитных сплавов;

- аустенитные стали 12X18H10T и 316L для выявления закономерностей между технологическими параметрами построения, получаемой структурой и свойствами образцов;

- элементы изделий навигационной техники, изготовленные методом СЛС из порошков сплавов 80НХС и 25X15КА.

### **Научная новизна работы:**

1. Получены экспериментальные зависимости пористости прецизионных сплавов 80НХС, 25X15K и ЮНДК, изготовленных селективным лазерным сплавлением, от гранулометрического состава сплавляемых порошков соответствующих марок и параметров энергозвложения. Показано, что в интервале энергозвложений от 0,23 до 0,37 Вт·с/мм достигается пористость менее 1 %, если 10 % частиц порошка имеют диаметр не более 12 мкм, 50 % частиц порошка имеют диаметр не более 37 мкм и 90 % частиц порошка имеют диаметр не более 77 мкм. При селективном лазерном сплавлении аустенитных сталей и ПЖРВ, у которых 50 % частиц порошка и 90 % частиц порошка имеют диаметр не более 30 мкм и 80 мкм, соответственно, пористость составляет не более 2 %, а интервал энергозвложений сужается и составляет от 0,30 до 0,35 Вт·с/мм.

2. Предложен метод повышения коэффициента использования порошка прецизионного сплава 25X15K за счет доизмельчения сферического порошка дисперсностью более 80 мкм и смешивания получаемого осколочного порошка дисперсностью менее 80 мкм со сферическим порошком дисперсностью менее 80 мкм. При лазерном сплавлении смеси сферического и осколочного порошков прецизионного сплава 25X15K дисперсностью менее 80 мкм, полученных газовым распылением расплава и струйным измельчением, соответственно, в соотношении от 1:1 до 1:4, пористость материала увеличивается не более чем в 2 раза по сравнению с лазерным сплавлением сферического порошка той же марки.

3. Показано, что термическая обработка позволяет укрупнить размер зерна аддитивных ферромагнитных сплавов. Для сплава 80НХС режим термической обработки с выдержкой 9 ч при температуре 1300 °С позволил получить средний размер зерна 300 мкм, что обеспечивает достижение максимальной магнитной проницаемости 35710 Гс/Э.

4. Установлено, что коэрцитивная сила  $H_c$  аддитивных ферромагнитных сплавов 80НХС, 25Х15КА и ПЖРВ выше, чем у аналогичных материалов, полученных литьем или деформационной обработкой (3,1 А/м вместо 1,8 А/м, 45 кА/м вместо 40 кА/м и 582 А/м вместо 95 А/м, соответственно), поскольку размер зерна в ферромагнитных сплавах, полученных методом селективного лазерного сплавления, оказывается на порядок меньше.

#### **Практическая значимость работы:**

1. Разработаны технологические инструкции на процесс получения экспериментальных образцов порошков магнитотвердых сплавов методом распыления расплава и методом струйного измельчения, что позволило впервые получить порошки магнитотвердых сплавов необходимой текучести и фракции менее 80 мкм, пригодные для СЛС.

2. Создана установка струйного измельчения порошков прецизионных сплавов 25Х15К и ЮНДК для получения порошков осколочной формы дисперсностью менее 80 мкм из сферических порошков дисперсностью более 80 мкм.

3. Разработана технологическая инструкция на процесс изготовления постоянных магнитов методом селективного лазерного сплавления. Разработан и освоен новый технологический процесс изготовления селективным лазерным сплавлением порошка сплава 25Х15КА магнитов кольцевой формы с минимальными допусками на механическую обработку, высокими магнитными и механическими свойствами (коэрцитивная сила по индукции 46,5 кА/м, индукция на полюсах 31 мТл, синусоидальная форма распределения магнитной индукции в контрольной системе с показателями ангармоничности  $K_2 = 2,85 \%$  и  $K_3 = 22,36 \%$  при установленных требованиях к данным коэффициентам не более 25 %,

твердость 482 МПа вместо 354 МПа и ударная вязкость 65 Дж/см<sup>2</sup> вместо 7,85 Дж/см<sup>2</sup>) и с исключением операции гомогенизационного отжига при термоманитной обработке, что подтверждено актом внедрения в производственную деятельность АО «Спецмагнит», Москва (приложение Д) и патентом на изобретение №2800905, дата приоритета 17 октября 2022 г.

4. Разработан и освоен новый технологический процесс изготовления селективным лазерным сплавлением порошка сплава 80НХС экранирующих корпусов гироскопов с минимальными допусками на механическую обработку, требуемыми магнитными свойствами и вакуумной плотностью  $1,2 \cdot 10^{-11}$  м<sup>3</sup>·Па/с, что подтверждено актом внедрения в производственную деятельность АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор», Санкт-Петербург (приложение Е), и патентом на изобретение №2822540, дата приоритета 7 августа 2023 г.

#### **Методы и методология исследования:**

Задачи, поставленные в работе, были решены путем определения свойств исходных порошковых материалов, механических и магнитных свойств сплавленных образцов аустенитных сталей, железа, прецизионных сплавов. Микроструктура аддитивных образцов исследована с использованием методов оптической металлографии, просвечивающей и растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного и рентгенофлуоресцентного анализа. Были применены технологии термической и термоманитной обработки.

Методологической основой исследования служили современные научные труды отечественных и зарубежных ученых в области материаловедения как традиционных, так и аддитивных материалов.

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

- Влияние фракционного состава порошка на текучесть и насыпную плотность, а также пористость исследуемого металлического материала после селективного лазерного сплавления;
- Влияние режимов сплавления на магнитные и механические свойства ферромагнитных материалов, полученных с использованием аддитивных технологий;

- Режимы термической обработки магнитомягкого сплава 80НХС и термомагнитной обработки магнитотвердого сплава 25Х15КА;
- Результаты испытаний элементов изделий навигационной техники заданной геометрической формы из прецизионных сплавов 80НХС и 25Х15КА.

**Личный вклад автора** в получении результатов, изложенных в работе:

- постановка задач;
- разработка планов и проведение экспериментов;
- статистическая обработка полученных экспериментальных данных;
- анализ и интерпретация полученных структур, результатов измерения механических и магнитных свойств;
- внедрение результатов работы в производственную деятельность АО «Спецмагнит» и АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор».

**Достоверность экспериментальных данных** работы подтверждается большой статистикой результатов испытаний изготовленных образцов с воспроизводимыми параметрами выполненных экспериментов и воспроизводимыми свойствами, использованием современных методов исследований и современного поверенного исследовательского и опытно-производственного оборудования.

**Апробация работы:**

Основные результаты диссертационной работы были представлены и обсуждены на 17 ведущих российских и международных конференциях:

- Юбилейной научно-технической конференции «СВЧ-электроника-2023», 25-26 мая 2023 г., г. Фрязино, организатор – АО «НПП «Исток» им. Шокина;
- XXIII Международной конференции по постоянным магнитам, 27-30 сентября 2022 г., г. Суздаль, организатор – МИСиС;
- XV Международной научно-технической конференции «Динамика систем, механизмов и машин», 9-11 ноября 2021 г., г. Омск, организатор – Омский государственный технический университет;
- Конференции «CAMSTech-2020», 31 июля 2020 г., г. Красноярск,

организатор – Красноярский краевой Дом науки и техники;

- Конференции «LANE 2020», 6-10 сентября 2020 г., г. Фюрт (ФРГ),  
организатор – Bayerisches Laserzentrum;

- XVI Международной школе-семинаре «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах», 7-12 сентября 2020 г., г. Барнаул, организатор – Алтайский государственный технический университет;

- Международной научной конференции «Far East Con 2020», 6-9 октября 2020 г., г. Владивосток, организатор – Дальневосточный федеральный университет;

- XIV Международной научно-технической конференции «Динамика систем, механизмов и машин», 10-12 ноября 2020 г., г. Омск, организатор – Омский государственный технический университет;

- Конференции «Materials Structure & Micromechanics of Fracture (MSMF9)», 25-28 июня 2019 г., г. Брно (Чехия), организатор – Brno University of Technology;

- Конференции «NOLAMP17», 27-29 августа 2019 г., г. Тронхейм (Норвегия), организатор – SINTEF;

- XV Российско-Китайском симпозиуме, 16-19 октября 2019 г., г. Сочи, организатор – Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН;

- XV Международной школе-семинаре «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах» 10-15 сентября 2018 г., г. Белокуриха (Алтайский край), организатор – Алтайский государственный технический университет;

- Международной научной конференции «Far East Con 2018», 2-4 октября 2018 г., г. Владивосток, организатор – Дальневосточный федеральный университет;

- Конференции «Автоматизация и энергосбережение машиностроительного и металлургического производств, технология и надежность машин, приборов и оборудования», 21 марта 2017 г., г. Вологда, организатор – Вологодский государственный университет;

- LVIII Международной конференции «Актуальные проблемы

прочности», 16-19 мая 2017 г., г. Пермь, организатор – Институт механики сплошных сред УрО РАН;

- Конференции «NOLAMP16», 22-24 августа 2017 г., г. Ольборг (Дания), организатор – Aalborg University;

- Конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», 7-10 ноября 2017 г., Москва, организатор – Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

и на других российских и международных конференциях.

### **Публикации:**

По теме диссертации опубликовано 17 научных работ, из них 9 статей в журналах, рекомендованных перечнем ВАК, 10 публикаций в изданиях, индексируемых в международных базах данных Scopus и Web of Science, 3 патента.

### **Структура и объем диссертации:**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы, 6 приложений. Текст изложен на 210 страницах машинописного текста, содержит 103 рисунка, 23 таблицы, список литературы включает 164 наименования.

## Глава 1. Состояние вопроса

### 1.1. Проблема создания элементов навигационных систем

Развитие навигационного приборостроения является одним из перспективных направлений техники. При этом происходит постоянная миниатюризация элементов приборов и оптимизация производственного цикла, повышается эффективность использования ресурсов, таким образом конструкции навигационных систем постоянно усложняются. Современное приборостроение активно развивает оптоволоконные, лазерные и твердотельные волновые гироскопы, но основными для сухопутного, наземного, морского и воздушного транспорта остаются ДНГ [17]. Применяемые для их изготовления прецизионные сплавы имеют особые магнитные свойства, обеспечивающие электромагнитную совместимость, точность и надежность.

Принцип действия ДНГ основан на вращении намагниченных колец из магнитотвердых сплавов вокруг своей оси и взаимодействии вектора их намагниченности с обмотками внутри гироскопа (рисунок 1.1а). Режимы работы ДНГ зависят от свойств магнитотвердых материалов, применяемых для изготовления колец, а устойчивость к воздействию внешних магнитных полей – от свойств магнитомягких материалов, применяемых при изготовлении корпусов (рисунок 1.1б).

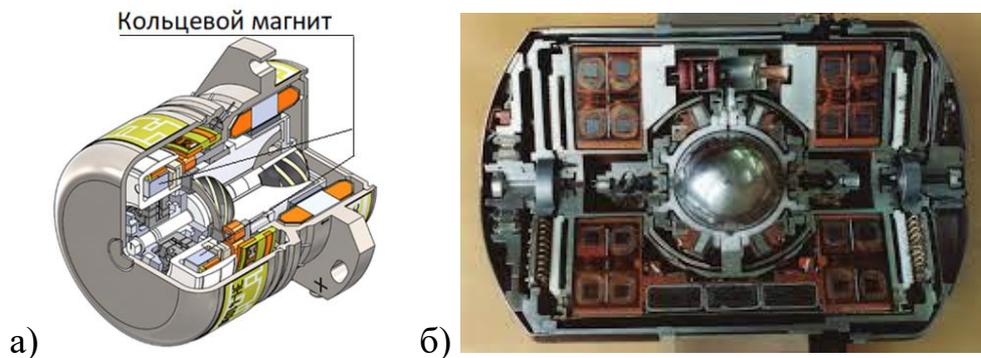


Рисунок 1.1 – Расположение кольцевого магнита в гироскопе – а) и экранирующий корпус-сфера из магнитомягкого сплава – б)

Основными характеристиками магнитотвердого материала являются: остаточная индукция  $B_r$ , коэрцитивная сила по индукции  $H_{cb}$  и максимальное энергетическое произведение  $(BH)_{max}$  (рисунок 1.2). К кольцевым магнитам предъявляются жесткие требования, особенно в части проведения контроля сплошности и в части соблюдения допусков на размеры и шероховатость поверхности. Изменение положения летящего объекта в пространстве регистрируется по изменению индукции катушек, расположенных вокруг быстровращающегося кольцевого магнита, поэтому в перечень требований к готовому магниту наряду с величиной индукции на полюсах  $B_{II}$  входят жесткие ограничения на ангармоничность результирующего магнитного поля.

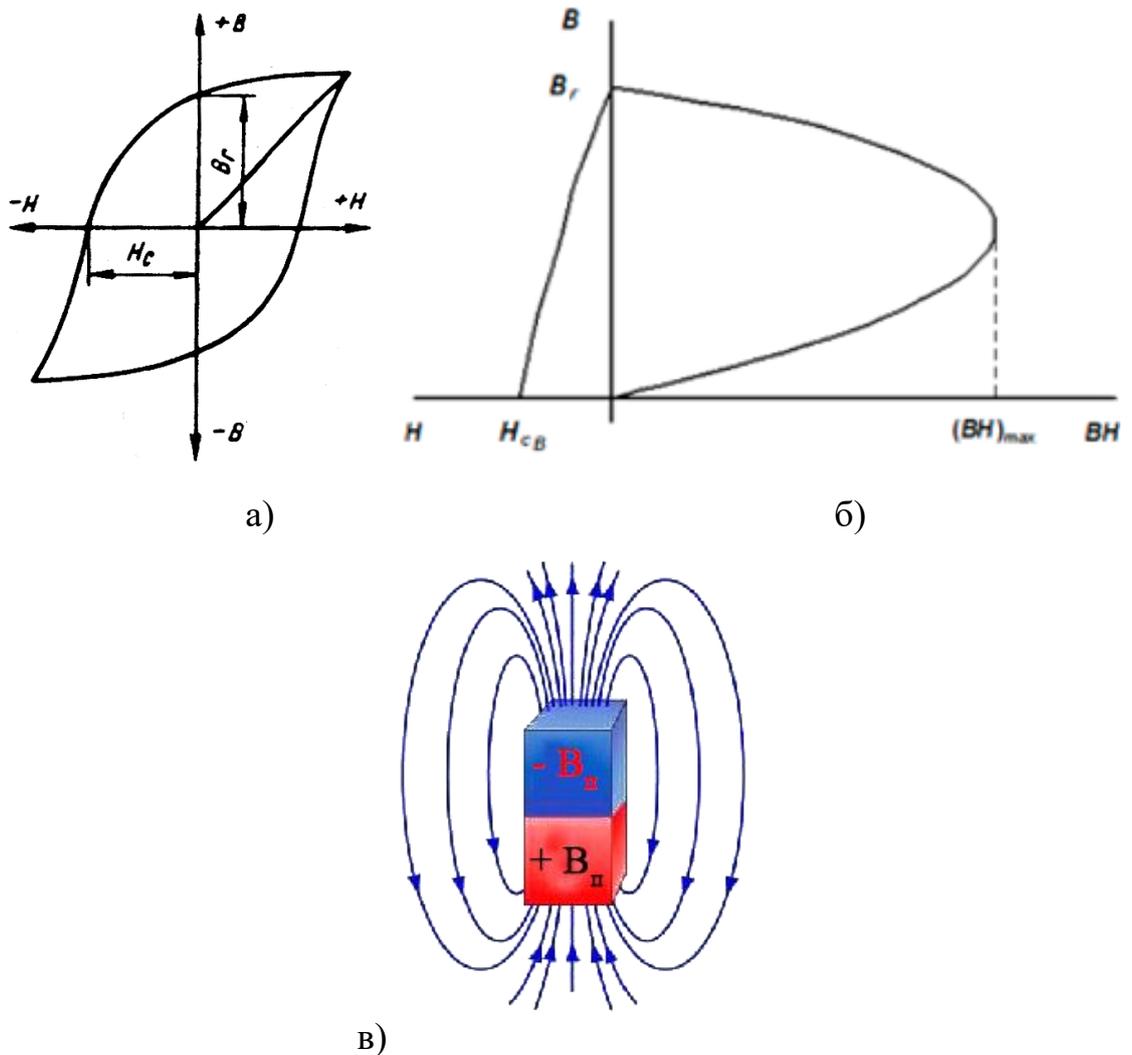


Рисунок 1.2 – Типичная петля гистерезиса магнитотвердого сплава – а), определение  $(BH)_{max}$  – б), линии магнитного поля на полюсах – в)

Магнитное экранирование осуществляется за счет замыкания силовых линий магнитного поля в толще материала корпуса, коэффициент экранирования зависит от магнитной проницаемости материала экрана и от его геометрических параметров (рисунок 1.3). Материал экрана должен сохранять работоспособность в жестких условиях эксплуатации: быть нечувствительным к механическим и динамическим воздействиям, деформациям, вибрациям, работать в широком диапазоне температур (от температур крайнего севера до температур свыше  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  при комплексных климатических воздействиях).

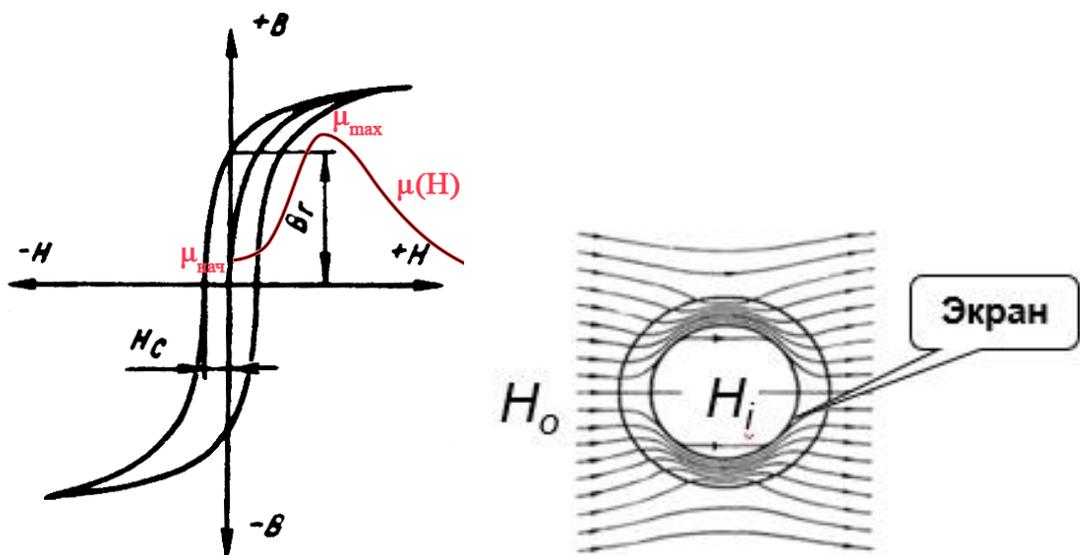


Рисунок 1.3 – Типичная петля гистерезиса магнитомягкого сплава и принцип экранирования

Наиболее широко используемым материалом для корпусов гироскопов является прецизионный сплав 80НХС. Однако изготовление корпусов сложной конструкции из данного сплава традиционными методами (деформационная обработка) имеет ряд проблем: длительная и трудозатратная механическая обработка деталей с высокой степенью точности, большое количество отходов дорогостоящих металлов при малосерийном производстве уникальных изделий, деградация структурно чувствительных свойств при механических воздействиях, низкая производительность.

Что касается используемых материалов роторов, то наиболее часто применяется сплав системы Fe-Co-V (Викаллой). Другими материалами, которые

могут применяться в гироскопических двигателях, являются сплавы систем Cu-Ni-Fe, Fe-Mo, Co-W-Mo. Однако, все указанные материалы содержат большое количество дорогостоящих элементов, обладают низкой технологичностью и не позволяют создавать детали сложной конфигурации. В связи с миниатюризацией и усложнением конструкций ДНГ возрастают требования к рабочим характеристикам, поэтому представляют интерес магнитотвердый сплав 25X15КА системы Fe-Cr-Co, способный обеспечить оптимальные значения индукции и коэрцитивной силы при повышенных механических характеристиках относительно других сплавов, а также сплав ЮНДК системы Al-Ni-Cu-Co-Fe, обладающий высокой коррозионной стойкостью и работающий при высокой температуре – до 450 °С. Сплавы указанных систем устойчивы к изменениям температуры и другим внешним воздействиям, что обеспечивает их долговечность и надежность, а актуальность их использования обоснована возможностью упрощения технологии получения деталей (в том числе миниатюрных) за счет применения порошковой металлургии и режимов термического воздействия.

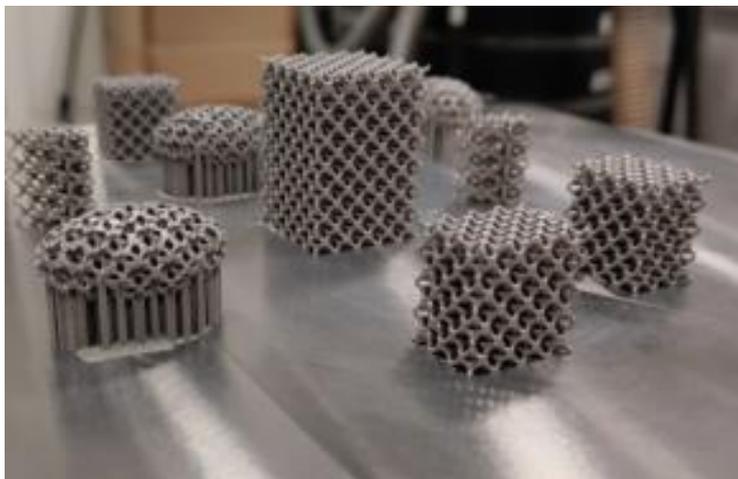
Перспективность порошковой металлургии для разработки магнитотвердых материалов подтверждена многочисленными результатами исследований [18, 19]. Основная проблема получения магнитотвердых материалов данным методом – их концентрационная неоднородность. Повышение технологичности и качества изделий из магнитотвердых и магнитомягких сплавов возможно при использовании технологии СЛС, обеспечивающей получение материалов без внутренних дефектов из металлических порошков. Кроме того, использование новых технологий производства изделий из магнитотвердых и магнитомягких сплавов, к которым следует отнести аддитивные технологии, может позволить существенно повысить объемы их выпуска.

## **1.2. Аддитивные технологии и их особенности**

Аддитивные технологии (англ. Additive Manufacturing) на сегодняшний день являются современным и перспективным способом производства изделий,

который получил широкое применение во многих областях науки и техники [6, 7, 20, 21, 22]. Если в большинстве традиционных методов изготовления детали с заготовки удаляется лишний материал, то при аддитивных технологиях происходит послойное добавление материала с использованием различных технологических методов и устройств [23]. При использовании аддитивных технологий все стадии изготовления изделия находятся в единой технологической цепи, в которой каждая технологическая операция выполняется в цифровых САПР-системах.

Следует отметить, что одно из главных преимуществ аддитивных технологий по сравнению с традиционными заключается в возможности изготовления детали практически любой конфигурации, со сложной внутренней геометрией, формирование которой традиционными способами зачастую просто невозможно (рисунок 1.4а). Кроме того, необходимо отметить возможность создавать изделие практически сразу в размер, без необходимости длительной постобработки либо сборки из множества отдельных деталей (рисунок 1.4б), что позволяет существенно сократить количество технологических операций.



а)



б)

Рисунок 1.4 – Аугменты [24] – а) и цельное топливное сопло двигателя CFM Leap [25], изготовленные по аддитивной технологии – б). Аддитивное сопло заменило процесс сборки из 20 отдельных компонентов и на 25% снизило вес изделия [25]

При этом исследования, проведенные отечественными и зарубежными авторами [26, 27, 28, 29, 30], позволили установить, что при применении аддитивных технологий изготовления образцов из известных сплавов механические свойства отличаются в сравнении с традиционными методами производства этих же материалов. Это связано с рядом особенностей затвердевания и кристаллизации материала при сплавлении, что приводит, в частности, к увеличению прочности, твердости, снижению пластичности и вязкости, и эти свойства могут варьироваться в широких пределах за счет режимов получения.

Одной из наиболее распространенных аддитивных технологий изготовления изделий из металлических материалов является технология СЛС, схема реализации которой представлена на рисунке 1.5.

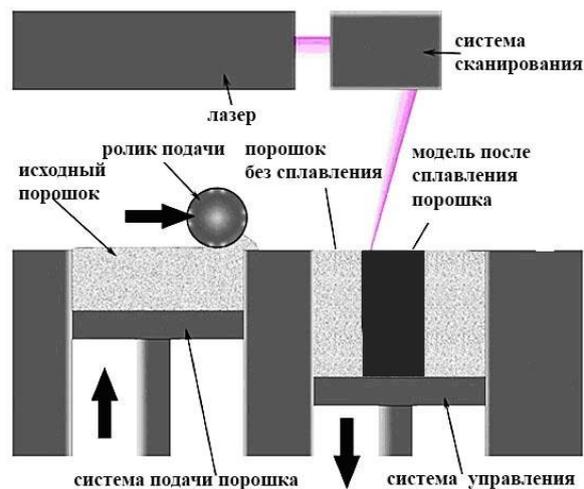


Рисунок 1.5 – Принципиальная схема реализации процесса СЛС

Суть технологического метода заключается в поочередном формировании слоев изделия из металлического порошка на платформе. Сначала бункер с порошком поднимается на заданную величину шага построения. С помощью ролика или специального ножа (керамического или металлического) на поверхность рабочей платформы из бункера наносится ровный слой порошкового материала заданной толщины. Затем выборочно (т.е. селективно) порошок в сформированном слое подвергается воздействию лазера через систему зеркал в соответствии с текущим сечением исходной 3D-модели, в пятне воздействия

лазера образуется ванна расплава. После завершения обработки лазером платформа опускается на величину шага построения, а бункер с порошком на такую же величину поднимается, на платформу описанным способом наносится следующий слой. Процесс повторяется до полного построения модели. Излишки порошка удаляются в приемный бункер и могут использоваться повторно при построении другого изделия.

Особенностью технологии СЛС является наличие и взаимодействие участков твердой и жидких фаз в пятне воздействия лазера в течение короткого времени, т.е. создаются условия термодинамической неравновесности. Можно сказать, что в процессе СЛС изделия подвергаются термообработке, вызванной зоной теплового влияния на каждый предыдущий слой от сплавления последующих слоев (рисунок 1.6) [31, 32]. Под действием лазерного луча происходит квазипериодическое расплавление и кристаллизация материала, при этом затвердевание структур начинается от мест с минимальной свободной энергией [33].

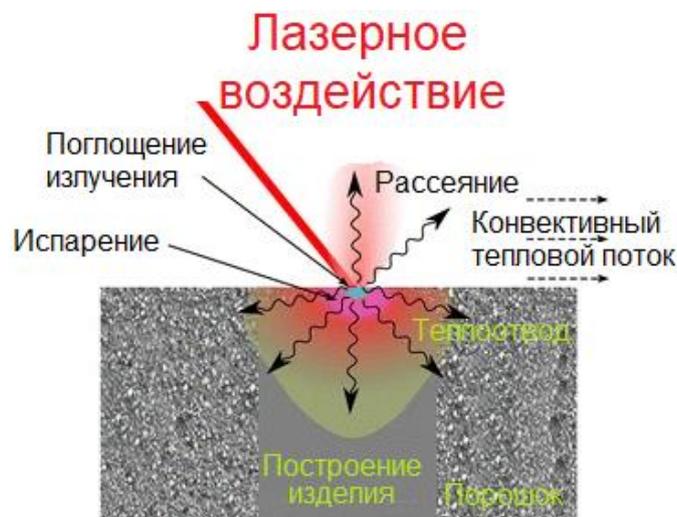


Рисунок 1.6 – Тепловые потоки при формировании ванны расплава и затвердевании в процессе СЛС [32]

Высокие температурные градиенты и быстрые скорости охлаждения приводят к формированию структуры материала, отличной от таковой, полученной традиционными металлургическими технологиями, часто присутствуют остаточные напряжения, которые деформируют готовое изделие

[34, 35] или вызывают растрескивание [31]. Для снижения дефектности аддитивного изделия необходимо правильно подобрать технологические параметры СЛС. Недостаточная мощность лазера приводит к увеличению пористости типа “непровар” [36, 37] (рисунок 1.7а), в то время как избыточная мощность может вызвать появление сквозных пор [38, 39] (рисунок 1.7б).

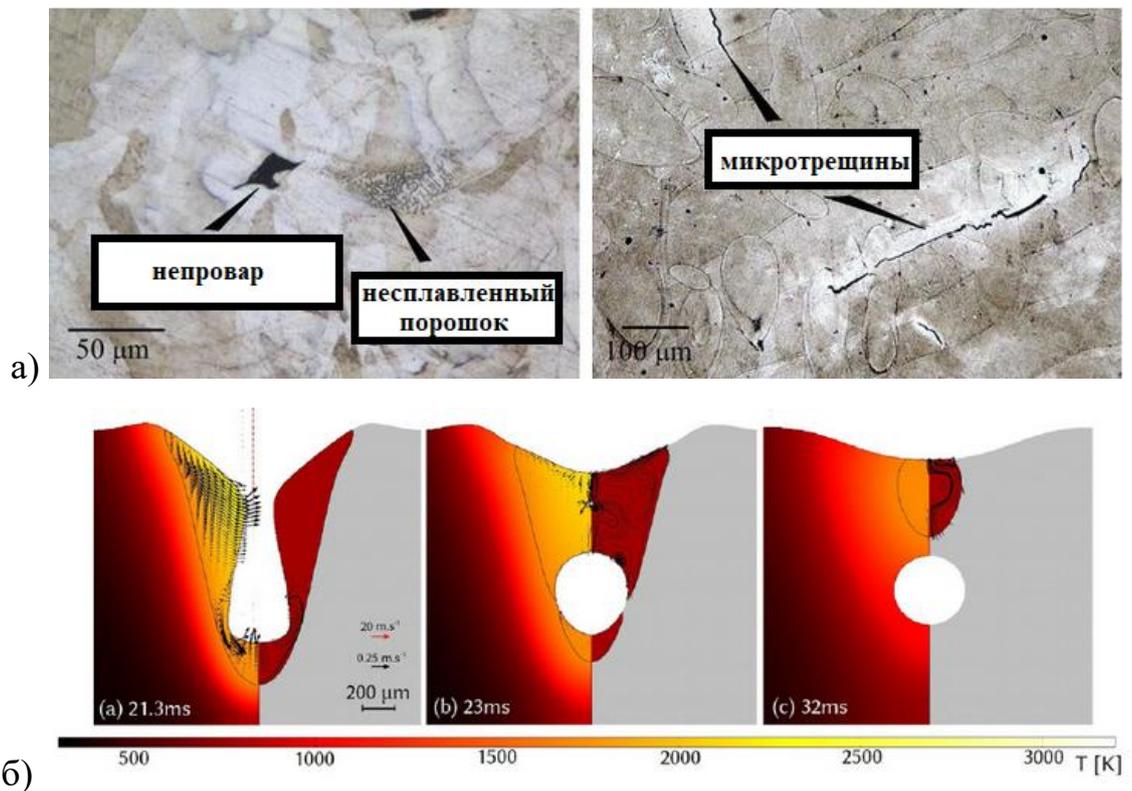


Рисунок 1.7 – Пример поры типа “непровар” и ее негативное влияние на структуру– а) и образование сквозных пор – б)

Таким образом, для получения удовлетворительных механических свойств необходимо установить влияние параметров сплавления (мощности и скорости сканирования лазерным лучом) на пористость получаемого изделия и подобрать оптимальные параметры.

### 1.3. Получение порошков для аддитивных технологий

Считается [40, 41, 42], что промышленное применение аддитивных технологий сдерживается тем, что для их реализации необходимо иметь исходные порошковые материалы с жестко заданными характеристиками:

1. Околосферическая форма частиц порошка. Считается [43], что такая форма обеспечивает текучесть порошковой композиции и позволяет формировать одинаковые по толщине и пористости слои порошка.

2. Распределение частиц порошка по размерам (фракционный состав). Состав определяет насыпную плотность, от которой зависит количество подводимой энергии для сплавления порошка.

3. Высокая степень химической чистоты металла порошка от примесей и окислов.

В работах [11, 12, 13, 14] указано, что именно качество исходного порошка оказывает значительное влияние на свойства получаемого СЛС-материала. Кроме того, на сегодняшний день номенклатура порошков, доступных к покупке, достаточно узка и, в основном, представляет распространенные материалы, такие как титан и некоторые марки сталей; крупные производители порошков пока еще не видят коммерческих перспектив в производстве порошков прецизионных сплавов. Хотя на данный момент существуют патенты на способы получения порошков прецизионных сплавов такие, как [44, 45], однако получаемые порошки не пригодны для технологии СЛС. Порошки магнитотвердых сплавов 25Х15К и ЮНДК, а также магнитомягкого сплава 80НХС, которые исследовались в работе, отсутствуют в продаже в РФ и за рубежом. Таким образом, существует проблема получения порошков прецизионных сплавов для СЛС, актуальной видится задача их самостоятельного изготовления.

Основным методом получения порошков для СЛС на сегодняшний день является физико-механический метод газового распыления и грануляции жидких металлов [8, 9, 10]. Сущность метода заключается в нарушении сплошности потока жидкого металла под действием источников внешних возмущений. Распад струи жидкости – сложный физический процесс, основную роль в нем играют аэродинамические силы, определяемые, в первую очередь, относительной скоростью перемещения диспергирующего вещества и его плотностью. Этим силам в начальной стадии противостоят силы поверхностного натяжения и вязкость расплава, которые удерживают струю диспергируемого материала от

распада. Механизм диспергирования струи жидкости заключается в ее последовательном дроблении сначала на первичные капли, а затем – в дроблении этих капель на вторичные, более мелкие частицы [10, 46, 47]. Процессы, которые протекают при диспергировании расплавов во время взаимодействия газового потока с расплавом и взаимодействия отдельных капель, определяют конечные характеристики порошков: гранулометрический состав и форму частиц.

Схема установки газового распыления представлена на рисунке 1.8.

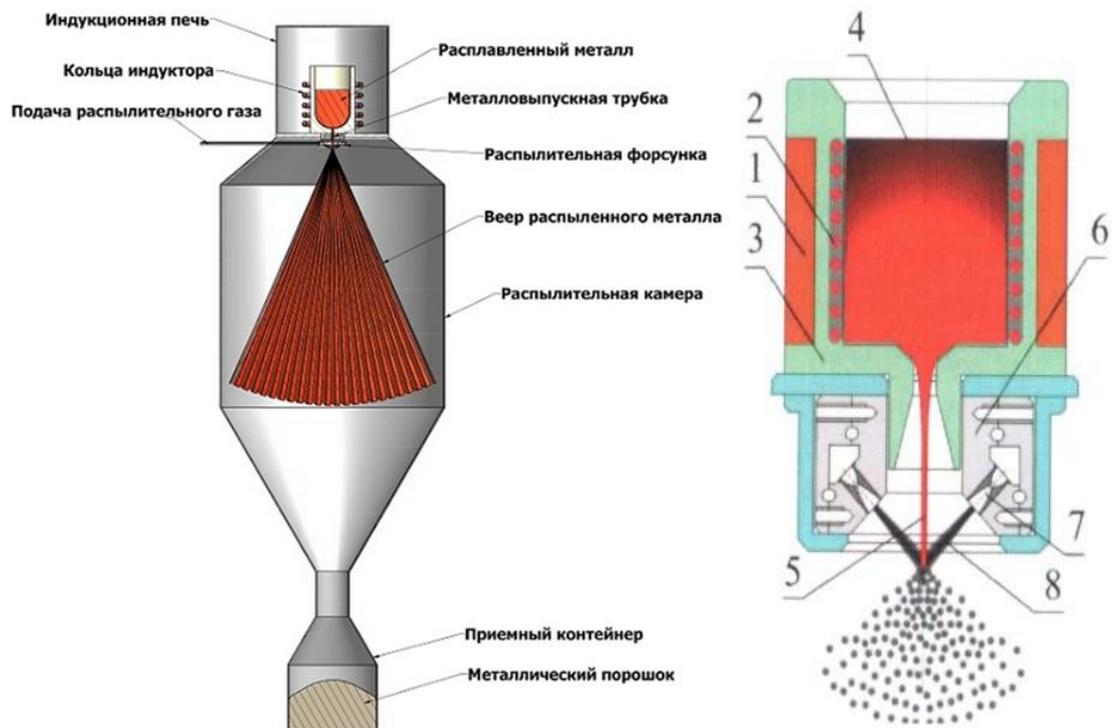


Рисунок 1.8 – Схема процесса получения порошка методом газового распыления: 1 – концентраторы магнитного поля; 2 – индуктор; 3 – плавильный блок; 4 – металл; 5 – струя расплава; 6 – форсуночное устройство; 7 – сопло; 8 – поток газа

Процесс получения порошка, в общем случае, выглядит следующим образом: после загрузки заготовок в тигель в плавильной камере, камера закрывается и система вакуумируется. Затем плавильная камера и колонна распыления заполняется инертным газом. Заготовки плавятся за счет индукционного нагрева, после чего расплавленный металл через соединительную трубку в дне тигля попадает на распылительную форсунку, где струя металла

разбивается сверхзвуковыми струями газа. В качестве распыляющего газа могут использоваться воздух, азот, аргон или другие инертные газы. Проходя через распылительную колонну частицы металла охлаждаются, застывают и основная фракция собирается в приемном бункере в нижней части колонны. Более мелкая фракция собирается в дополнительном циклонном сепараторе. Окончательная очистка рабочего газа производится с помощью фильтров. Для дальнейшей расфасовки продукта приемный бункер изолируется шаровым клапаном и отсоединяется от колонны.

В большинстве экспериментальных исследований, описанных в литературе [8, 9, 10, 46, 48], производились попытки выявить зависимости конечных размеров частиц от параметров распыления, приводится эмпирическая формула (1.1) для определения размеров частиц порошка в зависимости от параметров распыления:

$$d_{\text{ч}} = 585 / W_{\Gamma} (\sigma / \rho)^{0,5} + 597 \left( v / (\sigma / \rho)^{0,5} \right)^{0,45} \cdot 10^3 G_{\text{м}} / G_{\Gamma}, \quad (1.1)$$

где  $d_{\text{ч}}$  – характерный размер частиц,  $W_{\Gamma}$ ,  $G_{\Gamma}$  – скорость газового потока и расход распыляющего газа,  $G_{\text{м}}$  – расход расплава,  $\sigma$ ,  $v$ ,  $\rho$  – соответственно поверхностная энергия, вязкость и плотность расплава.

Ряд исследователей [47, 49, 50] считают, что основными параметрами, определяющими средний размер и форму порошка при газовом распылении, являются мощность и температура газового потока, диаметр струи, вязкость и поверхностное натяжение расплава:

$$d_{\text{ч}} = f(N, T, d_{\text{с}}, \mu, \sigma, Q, v, \dots), \quad (1.2)$$

где  $d_{\text{ч}}$  – диаметр частицы порошка;  $N$  и  $T$  – мощность и температура газового потока;  $d_{\text{с}}$  – диаметр струи;  $\mu$  и  $\sigma$  – динамическая вязкость и поверхностное натяжение металла расплава, соответственно;  $Q$  – расход газа;  $v$  – скорость истечения газа из сопла.

Известен [51] альтернативный способ получения порошка распылением водой, который во многом отличается от распыления газом. Его наиболее

существенными отличительными чертами являются: высокая плотность энергоносителя (вода примерно в 1000 раз плотнее газа), интенсивное охлаждение капель расплава, образование значительного количества пара в зоне непосредственного контакта воды с расплавом. Высокая плотность воды обеспечивает сохранение высоких скоростей энергоносителя на больших расстояниях от среза сопла, чем в случаях использования газовых потоков. Это позволяет в широких пределах изменять взаимное расположение струй расплава и воды, облегчая конструирование и удешевляя устройства для распыления [52]. Существенным недостатком является то, что получаемый таким образом порошок обладает высокой пористостью и имеет несферическую форму.

Также большой интерес представляет способ получения порошков струйным измельчением с помощью специальной установки – струйной мельницы, т.е. сухим способом. Измельчение происходит при столкновении частиц о частицы в псевдооживленном слое (аэрозоле) потоками воздуха или газа высокого давления [15, 16].

Принцип работы установки струйного измельчения представлен на схеме, рисунок 1.9, и описан в литературе [15]. Измельчаемый продукт подается через шлюзовую питатель в патрубков, расположенный выше уровня сопел. Псевдооживленный слой материала формируется в основании камеры измельчения под действием газовых потоков, поступающих из измельчающих сопел. Частицы из слоя вовлекаются в поток, ускоряясь им в направлении центра камеры. Измельчение происходит за счет соударения частиц в газовом потоке, а также в центре камеры. Разреженный измельчающий газ вместе с частицами поднимается вверх к классифицирующему ротору, который приводится в движение клиноремной передачей и электродвигателем, управляемым частотным преобразователем. Крупные частицы отлетают от классифицирующего ротора и возвращаются в псевдооживленный слой. Тонкие частицы вместе с потоком измельчающего газа покидают мельницу через выход тонкого продукта, далее продукт отделяют от газа в циклоне и фильтре. Ключевым элементом установки является измельчающее сопло Лавая, которое формирует

измельчающие газовые потоки, обеспечивающие требуемую дисперсность и производительность.

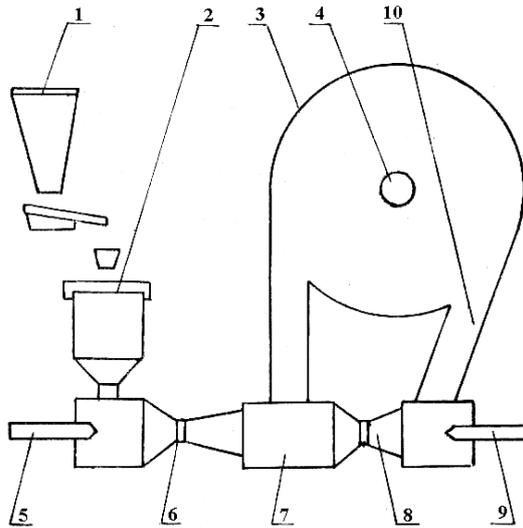


Рисунок 1.9 – Схема струйной мельницы: 1 – дозатор; 2 – бункер; 3 – сепарационная камера; 4 – выпускное отверстие; 5, 9 – сопла; 6, 8 – инжекторы; 7 – помольная камера; 10 – рукав возврата крупных частиц материала

Таким образом, для получения осколочных порошков магнитотвердых сплавов необходимо разработать и создать установку струйного измельчения, провести исследования процессов струйного измельчения и распыления расплава, определить оптимальные параметры получения осколочных и сферических порошков, пригодных для применения в СЛС, а также их смесей, оценить влияние фактора гранулометрического состава и формы частиц на текучесть и насыпную плотность порошков.

#### **1.4. Селективное лазерное сплавление нержавеющей сталей и прецизионных сплавов**

Ввиду широкого распространения коррозионностойких аустенитных сталей в различных отраслях промышленности исследования возможности изготовления изделий новыми технологиями, в т.ч. аддитивными, чаще всего проводились в этой области [20, 53]. Отсутствие фазовых превращений в аустенитных сталях

делает их отличным модельным материалом для отработки режимов сплавления и изучения особенностей структуры и свойств аддитивных образцов.

Так, в работе [54] был поставлен эксперимент по исследованию влияния скорости лазерного сканирования и размера пятна сканирования на точность изготовления и свойства прямоугольных образцов из стали 316L (рисунок 1.10).

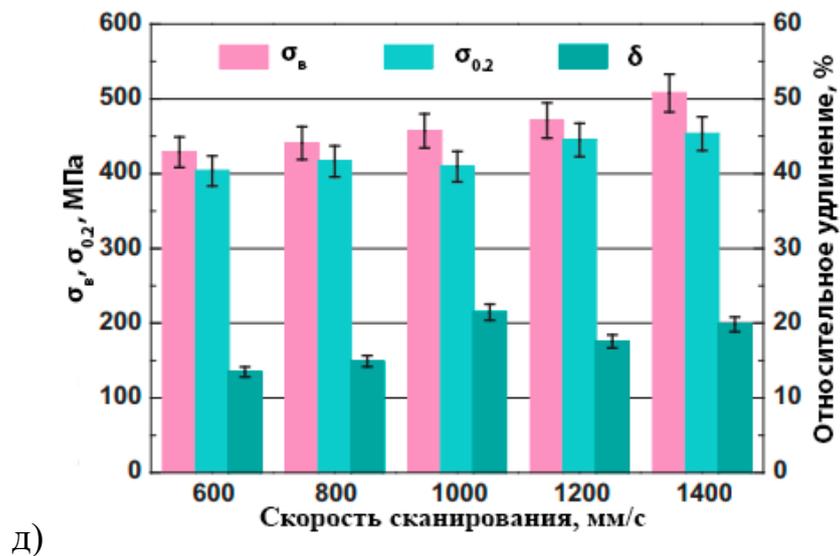
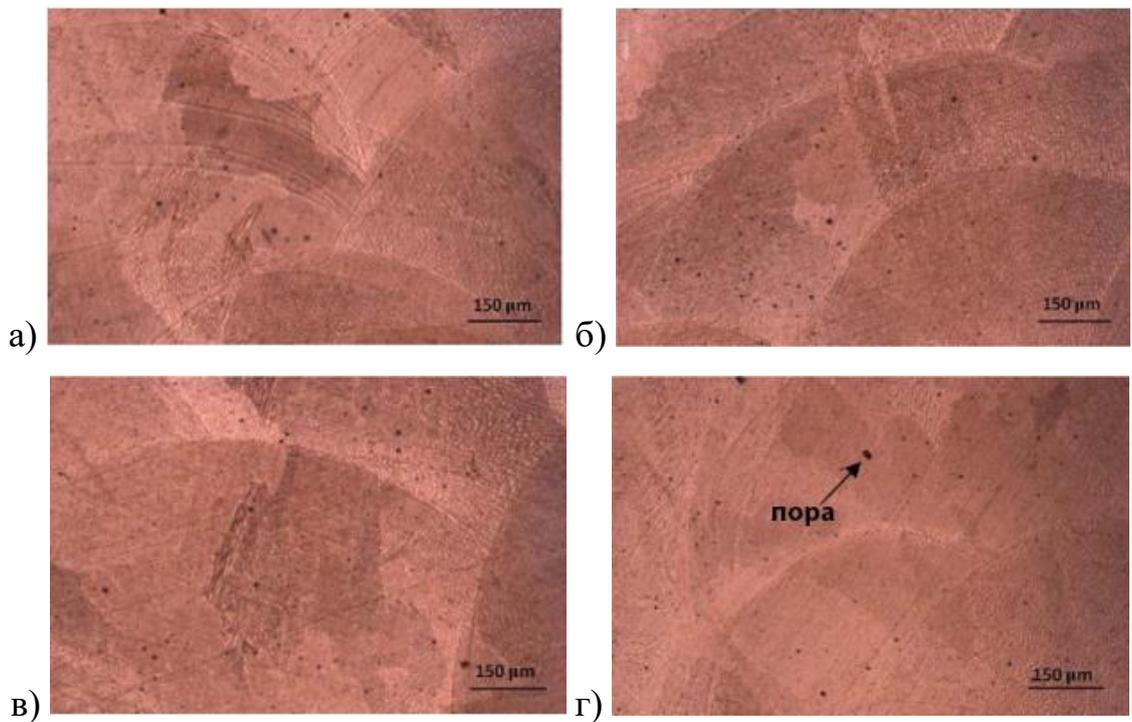


Рисунок 1.10 – Структуры образцов, полученных при скорости сканирования 800 мм/мин – а), 1000 мм/мин – б), 1200 мм/мин – в), 1400 мм/мин – г), а также зависимость механических свойств образцов от скорости сканирования – д) [54]

Результаты исследований показали, что при увеличении скорости сканирования с одновременным увеличением мощности лазерного излучения, а также обязательной смене направлений сканирования на каждом сплавленном слое, становится возможным получить образец с высокой точностью относительно заданной 3D-модели. При скорости сканирования 1400 мм/мин и малом лазерном сканирующем пятне образцы показали однородную кристаллическую микроструктуру с наилучшими показателями прочностных свойств. Однако временное сопротивление таких образцов имеет более низкие значения по сравнению с образцами, полученными традиционными методами, – около 400 МПа, что требует дальнейшей отработки режимов аддитивного производства.

Аналогичные исследования проведены в работе [55], в которой также изучались прямоугольные образцы, изготовленные с применением различных параметров технологического процесса, а также их структура и механические свойства. Было показано, что наибольшее влияние на структуру, механические свойства и размерную точность получаемых деталей оказывают именно мощность лазерного излучения и скорость сканирования. Надо отметить, что при любых параметрах сплавления структура аддитивной аустенитной стали представляла собой тонкие дендриты, растущие перпендикулярно подложке, с довольно равномерным составом, но при наличии явной анизотропии (рисунок 1.11).

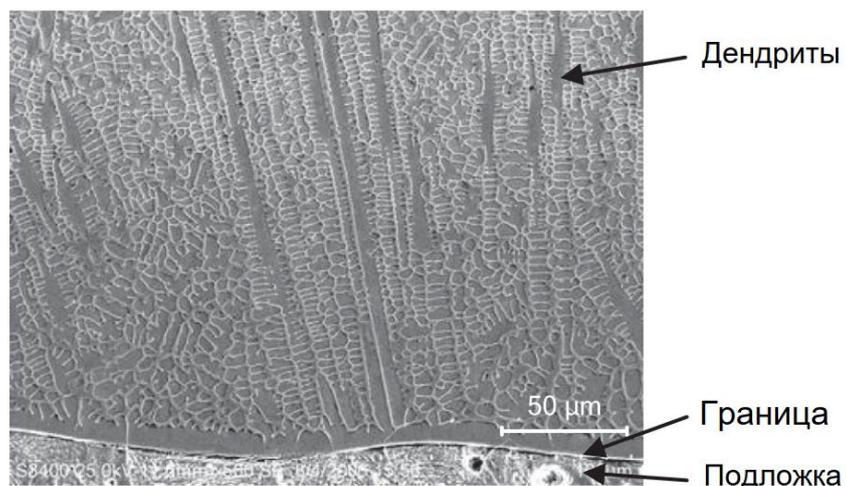


Рисунок 1.11 – Металлография аустенитной стали в зоне сплавления

Исследователи делают вывод о том, что образование дендритной структуры связано со скоростью затвердевания каждого последующего слоя и образованием температурного градиента между слоями. При увеличении скорости охлаждения происходит уменьшение первичного дендритного расстояния с образованием более тонких дендритов и последующим затруднением их роста. Кроме того, при большой скорости затвердевания расплава происходит однородное распределение химических элементов в материале, что приводит к отсутствию видимых сегрегаций между дендритами, а также к повышению прочностных характеристик и твердости материала.

Повышенные прочностные свойства аддитивных сталей исследовались в нескольких работах [56, 57, 58]. Так, в работе [56] авторы исследовали тонкую фольгу, полученную методом электрохимического утонения стали 316L, изготовленной СЛС (рисунок 1.12). Ими были обнаружены включения как вытянутой, так и глобулярной морфологии, которые выстраиваются в линии, расстояние между которыми составляет порядка 100 мкм.

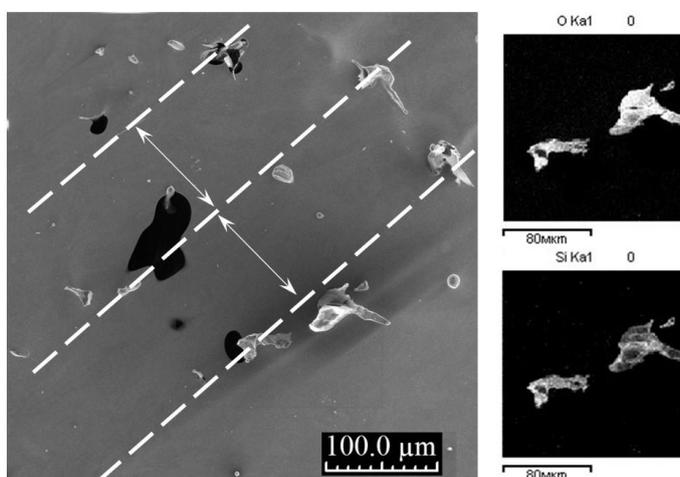


Рисунок 1.12 – РЭМ-изображение поверхности фольги, полученной методом электрохимического утонения аддитивной стали 316L с EDS-картами некоторых элементов [56]

Результаты рентгеноструктурного анализа (рисунок 1.13) и микроструктурных исследований шлифа аддитивного образца (рисунок 1.14), позволили классифицировать эти включения как оксиды шпинельного типа

$MnCr_2O_4$  и силикат марганца. Авторы работы [56] утверждают, что кремний, хром и марганец вследствие высокого сродства к кислороду окисляются на поверхности ванны расплава, взаимодействуя с остаточным кислородом в камере построения, либо с кислородом, сорбированным поверхностью порошка. Наблюдаемые включения снижают сопротивление разрушению при ударном нагружении, а их вытянутая форма и расположение могли обуславливать анизотропию механических свойств аддитивных сталей. Исследование тонкой фольги из аддитивной стали методами ПЭМ, проведенные в той же работе [56], подтвердило сложную сетчатую и столбчатую структуру материала.

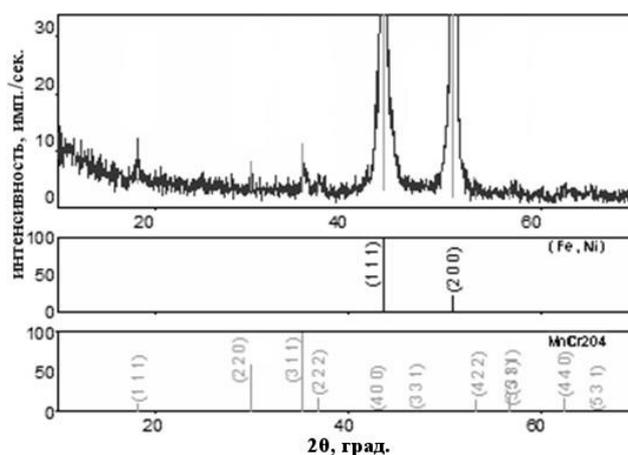


Рисунок 1.13 – Участок рентгенограммы аддитивной стали 316L в плоскости сканирования [56]. На нижних двух шкалах отмечены места пиков, соответствующих аустениту и оксиду шпинельного типа  $MnCr_2O_4$

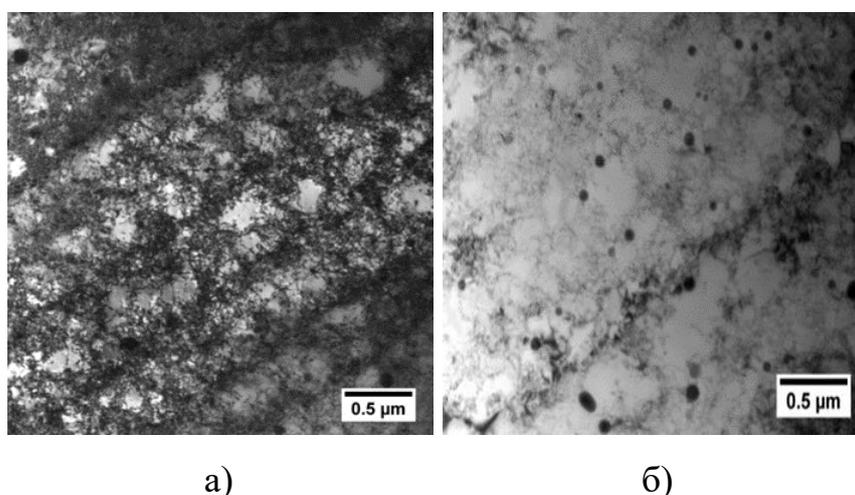


Рисунок 1.14 – Линии повышенной дислокационной плотности – а) и сферические оксидные частицы – б) в аддитивной стали [56]

Были обнаружены зерна  $\gamma$ -фазы с регулярными полосами повышенной дислокационной плотности внутри них (плотность дислокаций на границах ячеек  $2,8 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ , а внутри ячеек встречаются либо отдельные дислокации, либо скопления плотностью до  $1,1 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ), мелкие равномерно распределенные сферические частицы со средним размером 70 нм, отдельные относительно крупные сферические частицы с размерами до 500 нм.

Авторы провели расчет вкладов в упрочнение от дислокаций  $\sigma_D$  и от дисперсных частиц (включений)  $\sigma_C$  согласно [59] по формулам (1.3) и (1.4), соответственно.

$$\sigma_D = \alpha_D \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_D}, \quad (1.3)$$

где  $\alpha_D$  – коэффициент, учитывающий особенности междислокационного взаимодействия (для аустенитных сталей от 0,7 до 0,9),  $G$  – модуль сдвига (для исследуемой стали, согласно [60], составляет  $7,7 \times 10^4$  МПа),  $b$  – вектор Бюргерса (для аустенитных сталей 0,26 нм [61]),  $\rho_D$  – плотность дислокаций.

$$\sigma_C = G \cdot b / (\lambda - d), \quad (1.4)$$

где  $d$  – диаметр дисперсных частиц,  $\lambda$  – среднее расстояние между частицами, определяемое по формуле (1.5).

$$\lambda = 1 / \sqrt[3]{\rho_C}, \quad (1.5)$$

где  $\rho_C$  – объемная плотность распределения частиц.

Суммарный вклад от дислокаций и частиц  $\sigma_\Sigma$  был вычислен по формуле (1.6):

$$\sigma_\Sigma = \sqrt{\sigma_D^2 + \sigma_C^2}. \quad (1.6)$$

Таким образом, согласно [56],  $\sigma_D$  составляет 200 МПа,  $\sigma_C$  – 80 МПа,  $\sigma_\Sigma$  – 220 МПа. Низкие значения ударной вязкости (КСУ) СЛС-стали авторы работы [56] объяснили наличием крупных оксидных включений, по которым идет развитие трещины. Однако, они недостаточно раскрыли механизм появления включений в аддитивных сталях, выдвинув гипотетические предположения. Поэтому механизмы образования упрочняющих фаз в виде сложных оксидов и

силицидов требуют подробного изучения.

Также имеются [62] фундаментальные исследования развития зеренной структуры аддитивной нержавеющей стали 316L с дополнительным проведением конечно-элементного анализа с целью прогнозирования роста зерен. В экспериментальных условиях были изучены зависимости размера и ориентации растущих дендритов от скорости лазерного сканирования. Параллельно был проведен и аналитический расчет тех же параметров структуры металла. Установлено, что быстрое затвердевание, обеспечиваемое высокой скоростью лазерного сканирования, приводит к образованию субмикронных зерен в затвердевшей микроструктуре металла, а также вызывает увеличение первичного расстояния между дендритами. Также было показано, что размер зерна и уровень плотности структуры, зависящие от выбранных параметров аддитивного процесса, существенно влияют на механические свойства материала. Однако авторам так и не удалось достичь оптимальных параметров сплавления, обеспечивающих низкую пористость, сопоставимую с образцами, полученными традиционными металлургическими методами, что видно на рисунке 1.15.

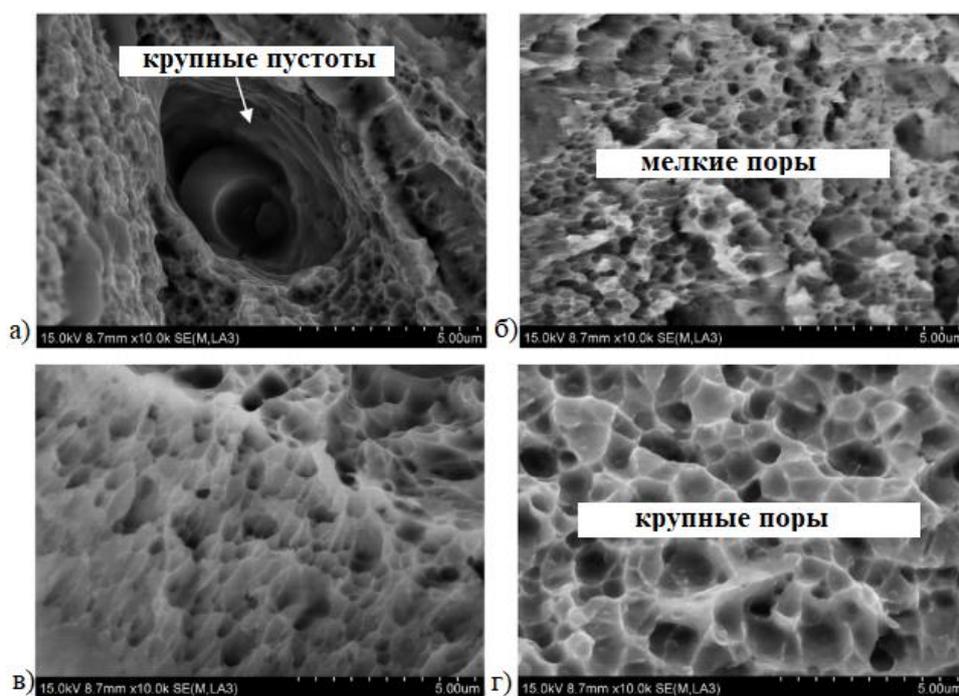


Рисунок 1.15 – Структуры образцов, полученных при энергиях 104 Дж/мм<sup>3</sup> – а), 125 Дж/мм<sup>3</sup> – б), 156 Дж/мм<sup>3</sup> – в), 178 Дж/мм<sup>3</sup> – г) [62]

В работе [63] поставлен довольно сложный эксперимент с использованием микротомографии синхротронного излучения для измерения трехмерного объема пор в образцах аддитивной нержавеющей стали 316L, их распределения и морфологии на микрометровом масштабе при приложении растягивающей нагрузки. Данная работа показала, что аддитивные образцы, имеющие в своем объеме после построения большие неоднородные поры, разрушались с зарождением трещин именно на месте существующих пор (рисунок 1.16).

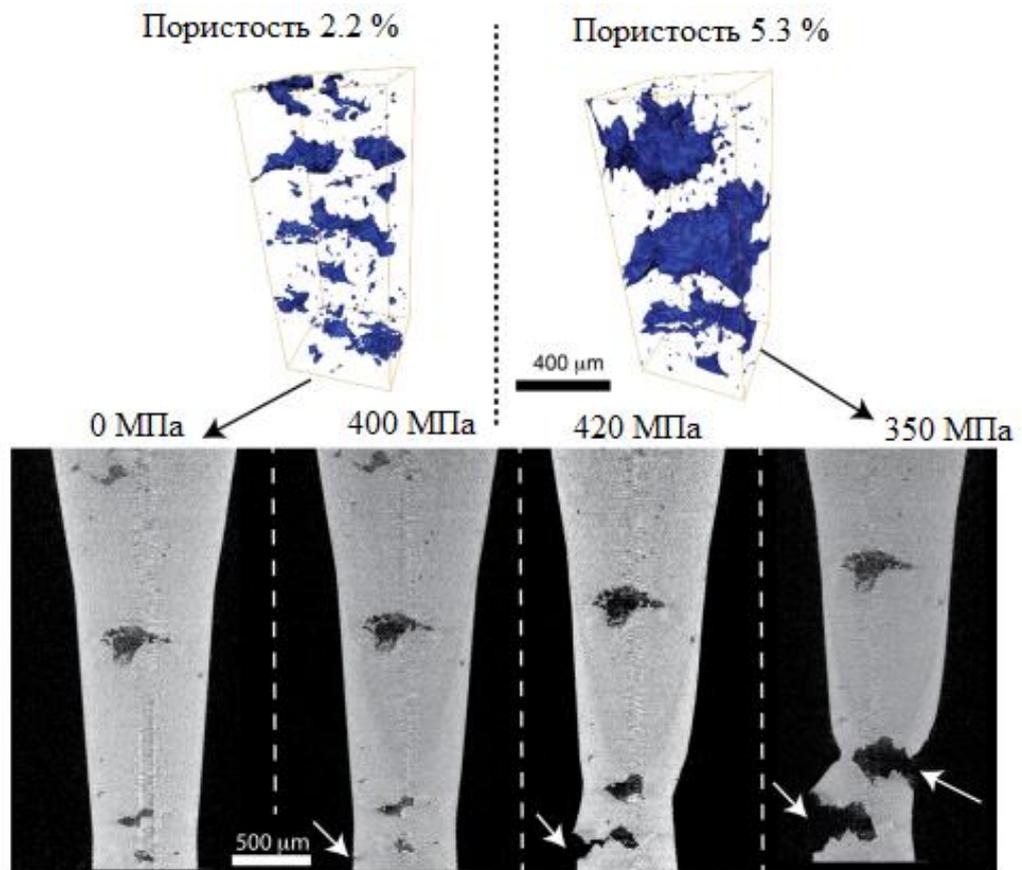


Рисунок 1.16 – Разрушение пористых образцов аддитивной стали 316L [63]

Исследования термообработанных образцов, в которых наблюдалась небольшая пористость, случайным образом распределенная по объему образца, показали механизмы разрушения при растягивающих нагрузках, аналогичные ковальному металлу. Поэтому важной задачей при получении изделий СЛС является снижение пористости.

Таким образом, широкомасштабные исследования [54, 55, 62, 63], включающие в себя подбор технологических параметров СЛС (мощность

лазерного излучения, скорость сканирования, толщина слоя), а иногда подбор последующей термической постобработки образцов [64], полученных аддитивными технологиями, показали необходимость установления зависимости пористости полученного металла от технологических параметров, поскольку пористость оказывает влияние на механические характеристики материала.

Необходимо отметить, что в случае с технологией СЛС, многие исследования [65, 66, 67] показывают наличие анизотропии структуры, а, следовательно, и свойств материала деталей. Механические свойства образцов сталей, измеренные по направлению построения, в  $1,5 \div 2$  раза меньше, чем свойства, измеренные поперек направления построения. В работе [66] полученная микроструктура характеризуется чрезвычайно высокой степенью анизотропии и представлена грубыми удлинёнными зёрнами и текстурой  $\langle 001 \rangle$  в зависимости от направления построения.

Тем не менее, в работе [65] было показано, что несмотря на анизотропию в нержавеющей аустенитных сталях, технология СЛС позволяет получить качественные изделия, но параметры технологического процесса изготовления деталей вносят существенный вклад в механические свойства. Кроме того, показано, что технологические параметры должны обязательно варьироваться в зависимости от вида используемого материала. Вместе с тем представляется целесообразным провести исследования по влиянию термической обработки на структуру и свойства сталей и сплавов.

Традиционные литые магниты ввиду особенностей технологии изготовления часто имеют внутренние дефекты: раковины, трещины (рисунок 1.17), и такие изделия приходится отбраковывать. Однако, ранее не существовало технологии, которая позволила бы избавиться от внутренних (раковины, трещины) и поверхностных (засоры) дефектов и при этом обеспечить магнитные свойства на уровне традиционных литых магнитов. В отечественной и зарубежной литературе только с 2015 года стали появляться отдельные публикации о результатах исследований прецизионных материалов, полученных аддитивными технологиями [68, 69, 70, 71, 72, 73, 74].

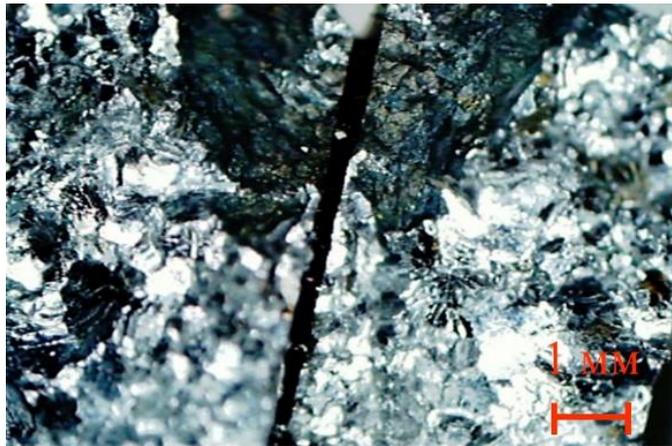


Рисунок 1.17 – Пример структурных дефектов литого магнита: литейная трещина (магнит, полученный литьем в оболочковую форму)

При аддитивном изготовлении деталей из прецизионных сплавов возникает ряд дополнительных проблем. Магнитные материалы являются функциональными материалами, которые помимо удовлетворительных механических свойств должны обладать высоким уровнем магнитных гистерезисных свойств, которые еще более чувствительны к структуре, чем механические, и очень чувствительны к любым внешним воздействиям. При этом на данный момент основная часть имеющихся работ посвящена непосредственно способам получения готовых изделий с заданной геометрической формой, а основными свойствами, которым уделяется наибольшее внимание, остаются механические [75, 76, 77]. Тем не менее, уже сейчас использование аддитивных технологий для получения функциональных магнитных материалов активно развивается, и не только благодаря большому потенциалу научных знаний, но и новым практическим возможностям в этом направлении в [68, 78].

Селективное лазерное сплавление является неравновесным методом изготовления материалов. В работах [73, 79] к основным факторам, оказывающим влияние на качество получаемого СЛС магнита, отнесены параметры построения, которые определяют пористость образца, трещинообразование, остаточные напряжения, зеренную структуру, кристаллографическую текстуру. Дефекты, остаточные напряжения и границы зерен действуют как концентраторы, препятствующие движению доменной стенки [80] и, в конечном итоге,

увеличивают потери на перемагничивание сплавов, снижая их магнитную проницаемость. Согласно работам [71, 75, 81, 82], аддитивные методы изготовления приводят к получению в магнитных материалах больших на один-два порядка значений коэрцитивной силы. В работе [83] показана возможность стабилизации магнитных свойств при помощи термической обработки. В работе [84] отмечена столбчатая зеренная структура получаемых образцов и удлинение зерен при увеличении вводимой энергии. Тем самым показана возможность производства зерно-ориентированных изделий аддитивным способом.

Опубликованы и другие работы [85, 86] по исследованию аддитивных образцов прецизионных сплавов, в которых показана перспективность этого направления, а также указана необходимость исследовать изменения свойств сплавов, получаемых методами аддитивных технологий. В них отмечается, что режимы построения оказывают влияние на пористость, распределение химических элементов (кислород, азот), распределение зерен по размерам и их кристаллографическую ориентацию, что наводит на мысль о необходимости изучения возможности применения аддитивных технологий именно для производства магнитных материалов с заданными свойствами.

Из магнитомягких сплавов наибольший интерес представляют сплавы с наивысшими значениями магнитной проницаемости, такие как 50Н, 79НМ, 80НХС, 81НМА. Такие сплавы обладают высокой начальной (от 20000 до 200000) и максимальной (от 100000 до 1000000) проницаемостью и малой коэрцитивной силой (порядка  $4,1 \div 0,2$  А/м). Магнитомягкие сплавы используются в сердечниках малогабаритных трансформаторов, дросселях, реле, дефектоскопах, головках аппаратуры магнитной записи, для изготовления магнитных экранов [87]. Традиционно заготовки из магнитомягких сплавов изготавливаются в виде листов толщиной от нескольких десятков микрон до нескольких миллиметров. Их производство включает в себя множество этапов: выплавка сплавов, изготовление форм для литья, моделей и вставок, литье и последующая сложная механическая обработка. Такой технологический подход применим для массового производства типичных деталей. Однако, когда возникает необходимость в изготовлении

уникальных изделий со сложной геометрией [88], а также необходимость сокращения отходов, необходимо применять новые методы и подходы, отличающиеся от стандартных.

В других работах также отмечается перспективность аддитивных методов для изготовления магнитных компонентов сложной геометрической формы. Например, в работе [71] была применена технология лазерной наплавки для изготовления изделий из пермаллоев на основе сплавов систем Fe-Ni, Ni-Fe-V и Ni-Fe-Mo. При этом показано, что коэрцитивная сила сплавов составляет более 400 А/м, что намного больше, чем для традиционных магнитомягких сплавов. Селективное лазерное сплавление с меньшей мощностью применялось для получения пермаллоев Fe-80% Ni [81] и Fe-30% Ni [82]. Коэрцитивная сила в данном случае составляла уже около 100 А/м, но при некоторых режимах построения все равно составляла до 2000 А/м, что требует дополнительных усилий для ее уменьшения, поскольку, например, в работах [89, 90] традиционным литьем были достигнуты лучшие магнитные характеристики для так называемых металлических стекол. При рассмотрении аддитивных технологий по отношению к магнитомягким сплавам очень важно не только добиться соответствующих магнитных свойств, изменяя технологические режимы, но и понимания основных фундаментальных механизмов формирования свойств при лазерном плавлении и последующем затвердевании. В работе [83] для сплава 50Н, полученного методом СЛС, достигнуты показатели максимальной магнитной проницаемости и коэрцитивной силы около 1000 Гс/Э и 200 А/м, соответственно. Было отмечено, что после СЛС получается стабильная поликристаллическая структура, что обеспечивает стабильные значения магнитных свойств (магнитная проницаемость и коэрцитивная сила), но эти свойства все равно хуже свойств традиционных магнитомягких сплавов. Последующая ТО привела к некоторому снижению коэрцитивной силы и увеличению магнитной проницаемости из-за частичной релаксации напряжений, однако изменение температуры тепловой обработки в небольшом диапазоне в связи с ограниченными техническими возможностями все же не позволило

получить удовлетворительный результат, тем не менее технология СЛС в работе [83] представляется как многообещающий способ производства магнитомягких сплавов с конкурентными характеристиками. С другой стороны, отмечено, что все еще есть много вопросов, касающихся фундаментальных механизмов формирования магнитных свойств в процессе СЛС, которые должны быть решены в будущем.

МТМ применяются для изготовления постоянных магнитов, используемых в активной части роторов гистерезисных электродвигателей в системах наведения (магнитные гироскопы).

Научные исследования основных МТМ на данный момент сосредоточены на сплавах системы Nd-Fe-B как наиболее коммерчески реализуемых [91, 92] – сырье для таких магнитов в большом количестве выпускается в КНР. Общий подход к производству аддитивных магнитов Nd-Fe-B включает использование органических и неорганических связующих, как и в традиционных методах порошковой металлургии магнитов, что удешевляет готовое изделие. Одна из первых попыток исследовать послойное выращивание МТМ была представлена в работе [93], авторы которой получили магнит  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  с формой, близкой к изначально заданной, сопоставимый по свойствам с традиционными литыми магнитами. Используя процесс 3D-печати, подобной струйной печати, авторы получили слоистую структуру частиц Nd-Fe-B в связующем. При этом плотность магнитов со связующим соответствовала 46 % плотности фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  именно из-за присутствия в композиции полимера. Во время печати не происходит направленной ориентации структуры, и были получены магнитные свойства, соответствующие изотропному состоянию: остаточная индукция  $B_r$  составляла всего 0,31 Тл, что также объясняется наличием немагнитной фазы. С другой стороны, собственная коэрцитивная сила  $H_c$  образцов составила порядка 750 кА/м, что соответствует таковой для спрессованного порошка ( $692 \div 748$  кА/м), следовательно, этот способ не оказал негативного воздействия на изменение  $H_c$ . Также не происходит значительных изменений морфологии магнитного материала, вероятно, вследствие невысокой температуры обработки в сочетании с

отсутствием химической реакции между матрицей и наполнителем или матрицей и окружающей средой, в частности, при окислении.

В работе [94] показано применение нового метода аддитивных технологий для получения магнитов со стандартным соотношением наполнителя Nd-Fe-B – 65 об. % и 35 об. % органического связующего. Плотность магнита в данном случае была увеличена по сравнению с ранее описанным случаем до 64 % от плотности фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , магнитные свойства составили  $B_r = 0.51$  Тл,  $H_c = 688,4$  кА/м,  $(BH)_{\max} = 43,49$  кДж/м<sup>3</sup>. Также в работе [95] применялась постобработка в магнитном поле, приводящая к вращению магнитных частиц в полимерной матрице с расположением их вдоль направления магнитного поля, что позволяет повысить остаточную намагниченность практически в 2 раза и, соответственно, увеличить  $(BH)_{\max}$ .

Таким образом, основную часть производимых с помощью аддитивных технологий магнитов составляют магниты с органическими и неорганическими связующими [96, 97, 98]. Однако развиваются также и направления без использования связующих, поскольку неравновесное формирование материала также может привести к улучшению  $B_r$  и, следовательно,  $(BH)_{\max}$ . В работе [99] для получения постоянного магнита на основе Nd-Fe-B с добавлением Zr, Pr, Ti и Co использовался метод СЛС в атмосфере аргона. При максимальной мощности лазера 120 Вт и толщине слоя порядка 20 мкм были изготовлены магниты со следующими свойствами:  $B_r = 0,59$  Тл,  $H_c = 695$  кА/м и  $(BH)_{\max} = 45$  кДж/м<sup>3</sup>. Сложность геометрической формы полученного в работе [99] изделия (рисунок 1.18) показывает потенциал СЛС для получения магнитных материалов. В полученных образцах средний размер зерна составлял порядка 1 мкм, что положительно сказалось на значении  $H_c$ , приблизившейся к монодоменному пределу фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  (~0,3 мкм). Кроме того, малый размер частиц может компенсировать наличие пористости (плотность магнита была порядка 92 %), т.к. большая пористость может способствовать перемагничиванию доменов и снижать  $H_c$ . Благодаря быстрому охлаждению, обеспечиваемому лазерным воздействием (достижение высокой скорости охлаждения микроскопической ванны расплава

имеет основополагающее значение для прямой кристаллизации магнитной фазы, а также для получения малого размера зерна), в образцах также было обнаружено  $\alpha$ -Fe. Тем не менее, его влияние на размагничивание магнита незначительно по сравнению с промышленно производимыми методами традиционной порошковой металлургии магнитами. Кроме того, его можно устранить посредством термической обработки, при которой протекает перитектическая реакция с избытком редкоземельных элементов.



Рисунок 1.18 – Фотография напечатанных магнитов сложной формы. У магнитов есть внутренний канал охлаждения, дающий функциональные преимущества перед обычными постоянными магнитами [99]

Оценка потенциала применения аддитивных технологий для магнитотвердых и магнитомягких сплавов других систем до сих пор находится на начальном уровне. В работе [100] исследовалась переработка частиц Sm-Co для получения нитей для последующего производства магнитов со связующим. Порошки (до 20 об. %) смешивали с PLA-пластиком для экструзии при 433 К. Наблюдалась однородность магнитных свойств нити (за исключением их начального сечения). Также было показано, что отсутствовала существенная деградация магнитных характеристик в зависимости от параметров экструзии, что согласуется с результатами, наблюдаемыми для Nd-Fe-B.

Что касается магнитов на основе сплавов системы Al-Ni-Cu-Co-Fe, в работе [101] исследовано использование аддитивной технологии для производства

изделий без использования связующего. При этом  $B_r$  может быть примерно на 15 % ниже, чем у направленно кристаллизованной отливки из сплава Alnico 9 (анизотропный), тогда как  $H_c$  может соответствовать спеченным образцам. Микроструктура напечатанного магнита Alnico также является кристаллографически изотропной. Также стоит упомянуть работы в направлении более экзотических металлических систем, таких как Mn-Al-C. В работе [102] использовались частицы Mn-Al-C, полученные распылением в газовой фазе, с добавлением полимеров для изготовления композиционных постоянных магнитов и экструдированных нитей. Был получен максимальный коэффициент заполнения свыше 70 % для композитов или нитей, при этом кривые гистерезиса иллюстрируют изотропный характер образцов без деградации свойств после обработки.

В работе [103] отмечен немаловажный вопрос несоответствия структур аддитивных магнитов результатам предварительного моделирования, основанного на поведении традиционных литых магнитов. Однако и ее авторами был отмечен потенциал аддитивных технологий получения магнитных материалов.

Таким образом, перечисленные в главе 1 работы показывают, что аддитивно-изготовленная деталь обладает особой микроструктурой и физико-механическими свойствами, отличными от таковых у изделий, полученных другими металлургическими технологиями. Диссертационное исследование дает представление о возможном аддитивном способе получения магнитных материалов со свойствами, не уступающими традиционным.

## **1.5. Постановка задачи**

Обеспечение требуемых характеристик элементов изделий навигационной техники заданной геометрической формы, изготовленных из прецизионных сплавов, возможно путем применения новых технологических методов – аддитивных. Это позволит сократить сроки производства новых деталей и изделий в 1,5÷3 раза, избавиться от большого количества отходов при

малосерийном производстве уникальных изделий, а также снизить пористость и избежать появления присущих литейным технологиям дефектов (раковин, трещин). Кроме того, аддитивные технологии позволяют получать изделия сложной формы с высокой степенью точности. Также можно ожидать повышения прочностных свойств при сохранении уровня магнитных.

Таким образом, можно выделить следующие недостатки традиционных металлургических технологий, применяемых для получения прецизионных сплавов:

- Необходимость изготовления литейных форм;
- Образование внутренних (раковины, трещины) и поверхностных (засоры) дефектов, которые могут быть обнаружены только в процессе испытания готового изделия;
- Существенная часть материала отправляется в отходы.

Аддитивные технологии, в частности СЛС, обладают следующими преимуществами:

- Возможность изготовления изделий сложной геометрии, что недоступно для других методов;
- Отсутствие крупных литейных дефектов, засоров;
- Обеспечение другого комплекса механических свойств по сравнению с литьем.

В аддитивном методе СЛС возможно достижение приемлемой пористости не более 2 % за счет оптимизации параметров сплавления и параметров порошков.

Следует еще раз отметить, что в отечественной и зарубежной литературе только с 2015 года стали появляться отдельные публикации о результатах исследований сплавов прецизионного класса, полученных аддитивными технологиями. Поэтому использование аддитивных технологий для получения ферромагнитных материалов перспективно благодаря большому потенциалу научных знаний и новым практическим возможностям в производстве

компонентов навигационной техники.

Однако нерешенными остаются следующие вопросы:

Необходимо правильно подобрать технологические режимы СЛС, чтобы проследить влияние механических воздействий на деградацию структурно-чувствительных свойств прецизионных сплавов, а также повысить прочность для обеспечения эксплуатационной надежности деталей, которые подвергаются в составе изделия высоким кратковременным нагрузкам. Для этого необходимо исследовать влияние мощности и скорости сканирования лазерным лучом на пористость исследуемых сплавов 80НХС, 25Х15КА, ЮНДК, чтобы по результатам исследований построить зависимости магнитных и механических свойств аддитивных ферромагнитных материалов от режимов сплавления. Поскольку свойства материала определяются его структурой, необходимо исследовать структурные особенности аддитивных прецизионных материалов.

Кроме того, исходные порошки для СЛС должны иметь жестко заданные характеристики, поскольку качество исходного сырья оказывает значительное влияние на свойства получаемого СЛС-материала. Поэтому важно оценить влияние гранулометрического состава и формы частиц на текучесть и насыпную плотность порошков.

На сегодняшний день номенклатура порошков, доступных к покупке, достаточно узка и, в основном, представляет распространенные материалы, такие как титан и некоторые марки сталей; крупные производители порошков пока еще не видят коммерческих перспектив в производстве порошков прецизионных сплавов. Предлагаемый в работе подход: самостоятельное изготовление исходных материалов – порошков прецизионных сплавов – из слитков либо обрезков распылением расплава. При изготовлении порошков магнитотвердых сплавов распылением расплава невозможно получить выход годной для СЛС фракции менее 80 мкм более 75 % ввиду ограничения технологических возможностей атомизаторов, поэтому для достижения максимального процента выхода годного необходимо разработать новые технологические процессы изготовления порошков струйным измельчением. Представляется возможным использование

смесей сферических и осколочных порошков фракции менее 80 мкм. Таким образом, при изготовлении порошков осколочной формы дисперсностью менее 80 мкм из сферических порошков дисперсностью более 80 мкм в технологической цепочке используется до 96 % порошка.

Результаты испытаний готовых аддитивных изделий должны показать реальную возможность изготовления деталей гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС и магнитов кольцевой формы из магнитотвердого сплава 25Х15КА с минимальными допусками на механическую обработку новым методом селективного лазерного сплавления в интересах АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» и АО «Спецмагнит», соответственно. Высокая технологичность и бездефектность изделий из прецизионных СЛС-сплавов позволит обеспечить их внедрение в производство.

Целью работы является обеспечение требуемых характеристик элементов изделий навигационной техники заданной геометрической формы, изготовленных селективным лазерным сплавлением порошков прецизионных магнитотвердых и магнитомягких сплавов.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Определить факторы, оказывающие влияние на магнитные и механические свойства прецизионных сплавов 80НХС, 25Х15КА, ЮНДК, изготовленных методом СЛС:

- 1.1. Гранулометрического состава на текучесть и насыпную плотность порошков;

- 1.2. Мощности и скорости сканирования лазерным лучом, определяющих пористость исследуемых сплавов 80НХС, 25Х15КА, ЮНДК;

- 1.3. Структурных особенностей прецизионных аддитивных материалов после селективного лазерного сплавления.

2. Установление зависимости магнитных и механических свойств аддитивных ферромагнитных материалов от режимов сплавления.

3. Создание установки для струйного измельчения порошков магнитотвердых сплавов.

4. Разработка технологии, изготовление и испытание аддитивных кольцевых постоянных магнитов из сплава 25X15КА и аддитивных магнитоэкранирующих корпусов из сплава 80НХС для гироскопов.

## Глава 2. Материалы и методика эксперимента

В главе описаны использованные методики измерений исходных порошковых материалов и образцов, изготовленных СЛС, даны характеристики использованного измерительного и технологического оборудования, приведена номенклатура рассматриваемых материалов, указаны способы их получения и особенности применения. Предложен комплекс исследований и испытаний как исходного порошкового сырья разных классов материалов, так и аддитивных образцов, изготовленных из них технологией СЛС. Приведены общие принципы технологии СЛС, обоснован выбор технологического оборудования. Подобрано оборудование для проведения термической, в т.ч. термомагнитной, обработки прецизионных сплавов.

### 2.1. Порошковые материалы для СЛС

В качестве модельного материала для исследований выбраны порошки аустенитных нержавеющей сталей, т.к. они наиболее доступны и типы их кристаллических решеток совпадают с решеткой сплава 80НХС. Модельный несферический порошок ПЖРВ, полученный термической обработкой сферического порошка чугуна в водородной печи, представляет большой интерес для исследования свойств и особенностей сплавления несферических порошков. Кроме того, дешевый порошок ПЖРВ имеет тип решетки как у исследуемых магнитотвердых сплавов и может заменить их в некоторых экспериментах. На рисунке 2.1 представлены фотографии всех порошков сторонних производителей. Перечень используемых порошковых материалов представлен в таблице 2.1. Порошки магнитомягкого сплава 80НХС, магнитотвердых сплавов 25Х15К и ЮНДК, отсутствующие в свободной продаже, были изготовлены самостоятельно, о чем подробнее рассказано в главе 3. Выбранный набор порошков позволит провести исследования для установления закономерностей влияния гранулометрического состава на насыпную плотность и текучесть порошков.

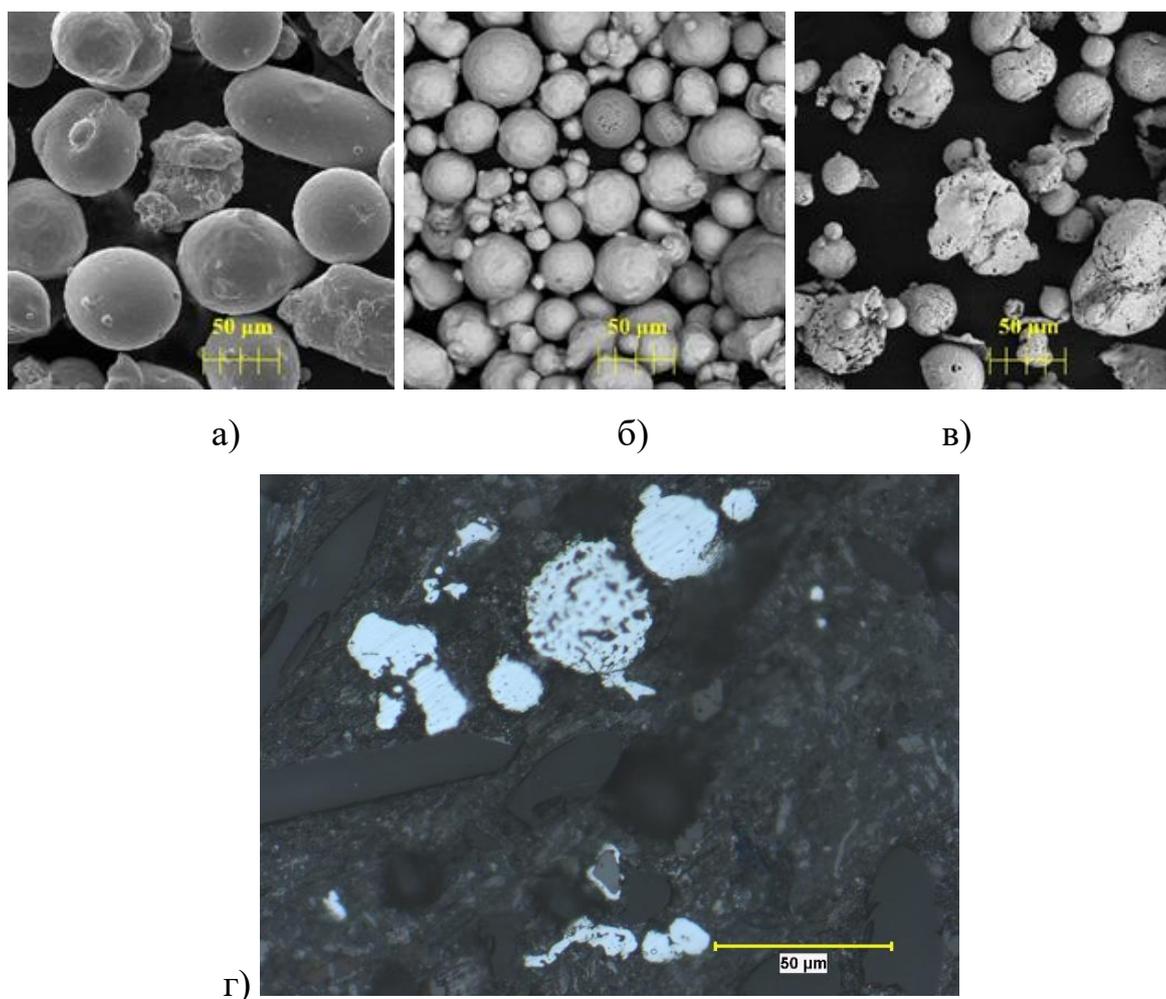


Рисунок 2.1 – Внешний вид порошков: 12X18H10T – а); 316L – б); ПЖРВ – в) и структура порошка ПЖРВ – г)

Таблица 2.1 – Перечень использованных порошков

Решетка	Марка материала		Изготовитель
Исследуемые материалы			
$\gamma$ -Fe (-Ni)	Магнитомягкий сплав	80НХС	ЦНИИ КМ «Прометей»
$\alpha$ -Fe (-Co)	Магнитотвердые сплавы	25X15К	ЦНИИ КМ «Прометей»
$\alpha$ -Fe (-Co)		ЮНДК	ЦНИИ КМ «Прометей»
Модельные материалы			
$\gamma$ -Fe	Аустенитные стали	12X18H10T	АО «Полема», ОЗ «Микрон», ООО «НПО «Центротех»
$\gamma$ -Fe		316L (03X17H14M3)	Höganäs AB, ОЗ «Микрон»
$\alpha$ -Fe	Магнитомягкий сплав	ПЖРВ	ПАО «Северсталь»

По структуре (рисунок 2.1г) порошка ПЖРВ можно заключить, что он обладает внутренней пористостью. Его поверхность сильно развитая и несферическая, что связано с особенностями получения данного порошка. Порошки нержавеющей стали обладают сфероидальной формой и по этому параметру удовлетворяют требованиям, предъявляемым производителями установок СЛС. На поверхности всех порошков обнаружены мелкие частицы в виде сателлитов, что является закономерным для процесса газового распыления расплава.

## **2.2. Оборудование и исходные материалы для изготовления порошков прецизионных сплавов распылением расплава**

Порошки магнитомягкого сплава 80НХС и магнитотвердых сплавов 25Х15К, ЮНДК были изготовлены известным [10, 48, 104] методом атомизации расплава на установке HERMIGA 75/3VI (рисунок 2.2а) с индукционным нагревом тигля – на выходе были получены сферические порошки. Данный метод был выбран для изготовления порошков прецизионных сплавов, поскольку получаемые характеристики (высокая сферичность, гранулометрический состав) качественно превосходят характеристики порошков, полученных другими известными методами [105]. Схема работы установки представлена в разделе 1.3 на рисунке 1.8. Исходные заготовки для атомизации (рисунки 2.2б и 2.2в) были предоставлены: сплав 80НХС – АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» (Санкт-Петербург), магнитотвердые сплавы – АО «Спецмагнит» (Москва).

Параметры получения сферических порошков прецизионных сплавов подбирались экспериментально, при этом основным критерием являлся максимальный процент выхода годной для СЛС фракции менее 80 мкм. Атомизатор плавил исходные металлические заготовки, распылялся расплав, после чего производился сбор готового порошка всех фракций. Выделение требуемой фракции менее 80 мкм производилось ситовым методом на вибростенде. После прохода через систему сит порошок фракции более 80 мкм собирался в отдельную емкость, а порошок фракции менее 80 мкм использовался

для проведения исследований.



а)

б)



в)

Рисунок 2.2 – Установка получения порошков методом распыления расплава HERMIGA 75/3IV – а) и исходные заготовки сплавов для распыления: 80HXC – б), 25X15K и ЮНДК – в)

### 2.3. Методы контроля химического состава

Определение химического состава порошков и сплавленных образцов проводилось несколькими методами. Обобщенное исследование элементного химического состава проводилось рентгенофлуоресцентным методом [106, 107] на установке Thermo Niton XL3t. Данный анализатор с геометрически оптимизированным дрейфовым кремниевым детектором большой площади обеспечивает сверхбыстрое одновременное определение с лабораторной

точностью элементов от Mg до U. А также прямое, без применения дополнительных принадлежностей, определение легких элементов (Mg, Al, Si, P, S) в сплавах металлов. Он позволяет производить точечные прицельные измерения отдельных участков образцов, вкраплений, участков металлизации, сварных швов. Диаметр пятна измерения составляет 3 мм. Также проводился поэлементный анализ химического состава методом «мокрая химия» [108] (в настоящее время данный термин применяется для группового обозначения различных методов аналитической химии, направленных на изучение материалов, неотъемлемой частью которых является использование растворов на одной из стадий процесса; он хорошо подходит для изучения металлических порошковых материалов). Кроме того, был проведен контроль элементного состава с помощью рентгеновского энергодисперсионного спектрометра INCA X-Max-50, установленного на микроскоп Tescan Vega II-LM [109]. Определение массовых долей кислорода, азота, углерода и серы проводилось абсорбционным методом с использованием комплекса анализаторов LECO. Азот был измерен ячейкой теплопроводности, кислород – инфракрасной адсорбцией, углерод и сера – путем инфракрасного поглощения.

#### **2.4. Метод лазерной дифракции**

Гранулометрический состав порошков исследовался методом лазерной дифракции с использованием приближения Фраунгофера [110, 111], т.е. по интенсивности света, рассеянного частицами, которая зависит от их размеров и оптических характеристик. Измерения проводились на установке Malvern Mastersizer 2000.

В методе лазерной дифракции свет, рассеянный частицами на различные углы, регистрируется многоэлементным фоточувствительным детектором. Регистрируемая дифракционная картина (пространственное распределение) называется индикатрисой (диаграммой) рассеяния образца. На основании измеренного распределения интенсивности осуществляется восстановление функции распределения частиц по размерам. Поскольку в зоне измерения

анализатора во время измерения находятся тысячи частиц, можно говорить о высокой статистической значимости получаемых результатов. Метод чувствителен к объему частицы, поэтому диаметры частиц вычисляются на основании измеренного объема частиц в предположении сфер эквивалентного объема.

Установка Malvern Mastersizer 2000 состоит из оптического модуля, двух модулей диспергирования (Hydro S и Scirocco 2000) и персонального компьютера с программным обеспечением для обработки результатов. Измерение размера частиц проводится в рабочем диапазоне от 20 до  $2 \cdot 10^6$  нм.

## 2.5. Метод определения текучести и насыпной плотности порошков

Текучесть порошка определялась с помощью воронки Холла с диаметром отверстия 2,5 мм по ГОСТ 20899-98 [112], насыпная плотность – по ГОСТ 19440-94 [113] с использованием метода воронки. Воронка Холла, представленная на рисунке 2.3, была изготовлена под заказ по чертежам из ГОСТ [112] на ООО «Невский инструментальный завод».

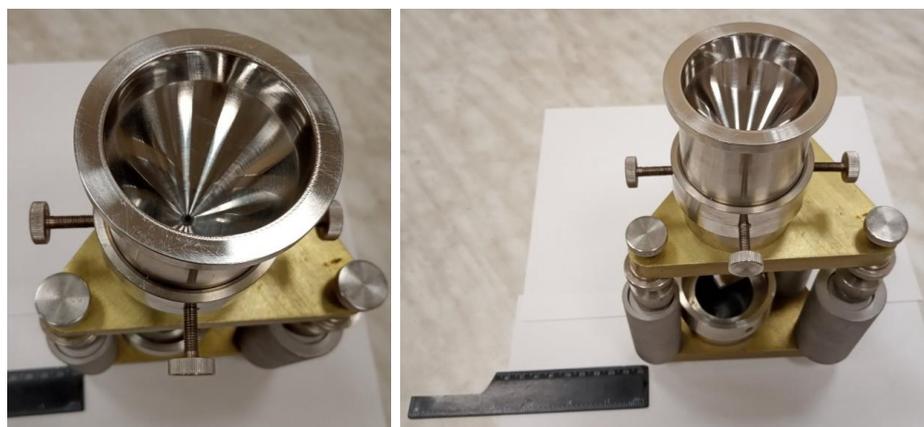


Рисунок 2.3 – Воронка Холла, использованная для проведения измерений

## 2.6. Оборудование для СЛС

Изготовление опытных образцов из металлических порошков проводилось методом СЛС с использованием установок EOSINT M270 (EOS GmbH, Германия) и Russian SLM FACTORY, общий вид которых представлен на рисунке 2.4.



а)

б)

Рисунок 2.4 – Внешний вид установки EOSINT M270 – а) и Russian SLM FACTORY – б)

Установка Russian SLM FACTORY собрана из модулей в ООО «Эксклюзивные Решения» на базе ЭКД № 3058.00.00.00, разработанной НИЦ «Курчатовский институт – ЦНИИ КМ «Прометей» (рисунок 2.5 и приложение А).

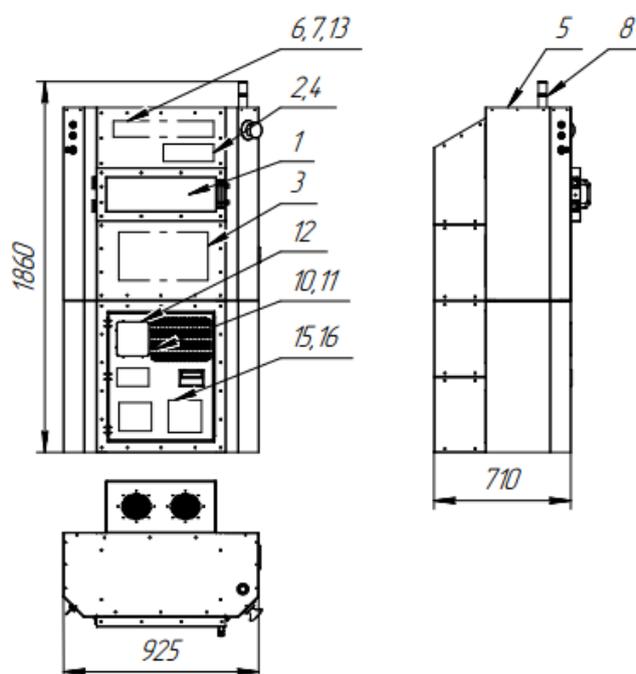


Рисунок 2.5 – Схема сборки установки лазерного сплавления Russian SLM FACTORY

В качестве сканатора для установки была предложена сканирующая головка LScanH-15-1,06 (2), в качестве коллиматора – коллиматорная головка D30-F100

WC (4), в качестве лазерного источника – иттербиевый волоконный лазер ЛК-300 (13). Диаметр рабочего стола (1) составляет 150 мм. В состав установки также входят: плата управления интерфейсами iBoard (3), каркас и внешние панели (5), плата управления лазером и сканирующей головкой LaserLink (6), плата защиты сканирующей головки (7), сигнальная мачта (8), активный фильтр (10), сменный блок фильтра (11), управляющий компьютер (12), плата для коммутации линий питания (15), блок питания (16). Установка была разработана для импортозамещения установки EOSINT M270 и работы с металлическими порошками магнитотвердых сплавов.

Основные характеристики установок EOSINT M270 и Russian SLM FACTORY представлены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Основные характеристики установок СЛС

Характеристика	EOSINT M270	Russian SLM FACTORY
рекомендуемый фракционный состав порошков	20-80 мкм	до 120 мкм
объем построения	250 × 250 × 215 мм	Ø 170 мм х 140 мм
толщина слоя	20 или 40 мкм	20-75 мкм
скорость сканирования	до 7000 мм/с	до 12500 мм/с
мощность лазера	до 200 Вт	до 300 Вт
длина волны лазера	1064 нм	1064 нм
атмосфера	азот	аргон

В обеих установках выращивание происходит на специальной платформе. Порошок подается из питающего контейнера и с помощью специального лезвия тонким слоем (40 мкм) распределяется по поверхности платформы. Лазерный луч, скользя по поверхности порошка, обводит контур первого слоя будущей модели, а затем сканирует пространство внутри него по заданному алгоритму. В результате

воздействия лазерного излучения частицы порошка расплавляются, а после ухода лазерного луча затвердевают, образуя сплавленную структуру. После этого контейнер с порошком поднимается на 40-80 мкм, а платформа, где строится изделие, опускается на 40 мкм (предельный размер порошка 80 мкм определяется не только толщиной слоя, но и его усадкой). Таким образом, в данном методе металлический материал претерпевает два превращения: из твердого – в жидкое, и снова в твердое. При этом в процессе построения изделие постепенно погружается в неиспользованный в рамках слоя металлический порошок, тем самым имеют место сложные процессы теплопереноса. Сплавление металлического порошка на установке EOSINT M270 происходит в рабочей камере в атмосфере азота с содержанием кислорода не более 0,5 %. Производство азота происходит посредством мембранного разделения воздуха. Время откачки составляет около 10 минут. Сплавление на установке Russian SLM FACTORY происходит в атмосфере аргона, который подается из баллонов. Принципиальная схема установок практически идентична (раздел 1.2 рисунок 1.5), за исключением того, что в немецкой установке используется керамическое лезвие, а в российской – силиконовое. У того и другого решения есть свои преимущества и недостатки: керамика обеспечивает большую точность построения слоя, силикон намного меньше воздействует ударными нагрузками на изделие.

## 2.7. Метод измерения плотности

Измерения плотности проводились методом гидростатического взвешивания [114] на лабораторных весах Mettler Toledo XP204S. Калибровка весов проходит автоматически с помощью встроенной гири, среднее время стабилизации составляет 2 с. Согласно нормативной документации [115], весы относятся к I-му классу точности.

Расчет плотности производится по формуле (2.1):

$$\rho_{об} = \frac{\rho_B \cdot m_1}{m_1 - m_2}, \quad (2.1)$$

где  $m_1$  – масса образца, взвешенного в воздухе,  $m_2$  – масса образца,

взвешенного в воде,  $\rho_в$  – плотность воды.

Дискретность измерений составляет 0,2 мг. Все данные автоматически протоколируются и сохраняются в электронный архив.

## 2.8. Измерение механических свойств СЛС образцов

Прочностные характеристики (предел текучести  $\sigma_{0,2}$ , временное сопротивление  $\sigma_в$ , относительное удлинение после разрыва  $\delta$ , относительное сужение после разрыва  $\psi$ ) исследуемых материалов определялись на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z100 с максимальной нагрузкой 100 кН в соответствии с ГОСТ 1497-84 [116] при комнатной температуре.

В состав испытательной машины входят:

- станина, на которую смонтирован электрогидравлический привод, служащий для создания усилия на испытуемый образец;
- маятниковый силоизмеритель, предназначенный для регистрации усилия, приводящего к деформированию образца.

Для проведения испытаний выбраны пропорциональные пятикратные цилиндрические образцы диаметром в рабочей части 5 мм (тип 7 в соответствии с [116]). Форма и размеры головок и переходных частей цилиндрических образцов были продиктованы способом крепления образцов в захватах испытательной машины, чтобы избежать проскальзывания образцов в захватах, смятия опорных поверхностей, деформации головок и разрушения образца в местах перехода от рабочей части к головкам и в головках. Управление испытаниями, обработка результатов и формирование электронного отчета производилось в автоматическом режиме с помощью программного обеспечения TestExpert.

Испытания на ударный изгиб проводились с помощью маятникового копра «Metrocom» по методу Шарпи согласно ГОСТ 9454-78 [117] при комнатной температуре. Энергия разрушения определялась по разнице между фиксированным углом положения маятника и углом возврата после удара об

исследуемый образец. Характеристики установки: масса молота 20,2 кг, максимальная энергия удара 300 Дж, точность измерения  $\pm 0,5$  %, скорость удара от 3,5 до 5 м/с, автовозврат в исходное положение, цифровая система отображения энергии удара. Для испытаний изготавливались образцы тип 1 с U-образным надрезом (КСУ) в соответствии с [117], надрез вырабатывался вместе с образцом.

Сжатие образцов выполнялось при комнатной температуре по ГОСТ 25.503-97 [118] на универсальной испытательной машине Instron-5585Н с максимальным сжимающим усилием 200 кН. Образец устанавливался между параллельными плитами испытательной машины и постепенно нагружался непрерывно возрастающей силой  $P$ . Результаты испытания на сжатие были представлены в виде диаграммы сжатия, построенной в координатах «сила сжатия  $P$  – абсолютное укорочение  $\Delta l$ ».

## 2.9. Измерение магнитных свойств

Измерения магнитных свойств магнитомягких материалов производились на установке МК-3Э Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт – ЦНИИ КМ «Прометей» (рисунок 2.6) методом перемагничивания образца по петле гистерезиса и намагничивания по основной кривой намагничивания в постоянном поле по задаваемому режиму.



Рисунок 2.6 – Внешний вид установки МК-3Э

Относительная погрешность измерений составляла: для измерения точек магнитной петли гистерезиса и основной кривой намагничивания по индукции  $+1,5$  %, по напряженности магнитного поля  $+2$  %; измерения остаточной

индукции  $B_r$  +2 %; измерения коэрцитивной силы по индукции  $H_{cb}$  +2 %; измерения магнитной проницаемости  $\mu$  +5 %.

Измерение магнитной индукции и напряженности поля в точках петли гистерезиса и кривой намагничивания посредством коммутации намагничивающего поля проводилось согласно ГОСТ 8.377-80 [119]. Основными определяемыми характеристиками являются максимальная магнитная проницаемость  $\mu_{max}$ , начальная магнитная проницаемость  $\mu_0$  и коэрцитивная сила  $H_c$  (А/м), также можно определить индукцию насыщения  $B_s$  и остаточную индукцию  $B_r$ .

Магнитные свойства магнитотвердых материалов 25Х15К и ЮНДК определялись на АО «Спецмагнит» с помощью гистерезисграфов ЭМ8-6 и МН-50 (рисунок 2.7), которые работают в режиме перемагничивания квазистатическим магнитным полем в замкнутой магнитной цепи.

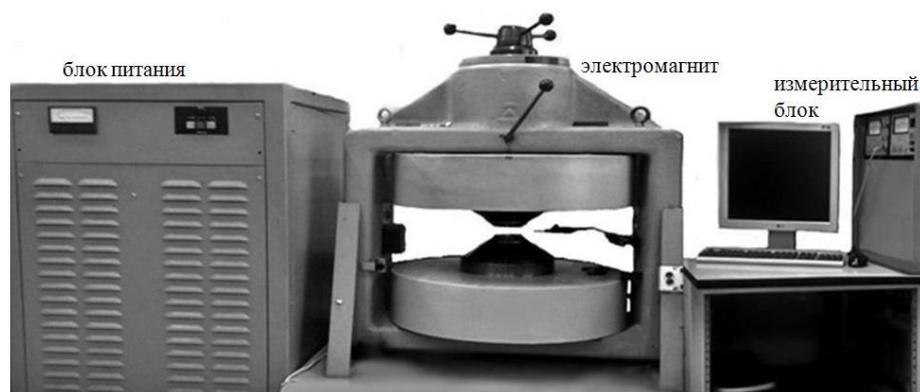


Рисунок 2.7 – Внешний вид гистерезисграфа МН-50

Перед измерениями образцы подвергаются шлифованию по торцам. Образцы намагничивались в замкнутом магнитном потоке в поле до 2500 кА/м. Пределы допускаемой относительной погрешности измерений магнитной индукции и намагниченности, а также коэрцитивной силы составляли  $\pm 1$  %. Сигналы с датчика Холла и измерительной катушки позволили построить петлю гистерезиса и рассчитать цифровым способом следующие характеристики образцов: коэрцитивную силу по индукции  $H_{cb}$  (кА/м) и намагниченности  $H_{cm}$  (кА/м), остаточную индукцию  $B_r$  (мТл), энергетическое произведение  $(BH)_{max}$  (кДж/м<sup>3</sup>).

## 2.10. Термическая и термомагнитная обработка

Для получения магнитных свойств сплавов проводится ТО (ПЖРВ и 80НХС) либо ТМО (25Х15К и ЮНДК). После проведения ТМО к обозначению сплава 25Х15К в конце добавляют символ «А», обозначающий магнитную анизотропию.

Отжиг образцов из магнитомягких сплавов проводился с помощью вакуумной печи Nabertherm VHT 8/22 GR, внешний вид которой представлен на рисунке 2.8а. Печь поддерживает рабочий температурный режим до 2200 °С. Вакуум обеспечивается за счет форвакуумного насоса, предел поддерживаемого давления  $1 \cdot 10^{-2}$  мбар. ТМО образцов магнитотвердых сплавов проводилась на базе АО «Спецмагнит» согласно режимам, указанным в соответствующих ГОСТ [120, 121]. К ключевым факторам, оказывающим влияние на гистерезисные магнитные свойства сплавов 25Х15КА и ЮНДК, относят температуру под закалку и скорость охлаждения  $V_I$  с температуры под закалку до температурного интервала 640-620 °С для 25Х15КА и 400-420 °С для ЮНДК.



Рисунок 2.8 – Печи Nabertherm VHT 8/22 GR – а) и камерная – б)

Первоначальным этапом в ТМО сплава 25Х15КА, согласно [120], является закалка в камерной печи (рисунок 2.8б). Камера нагрева печи образована кладкой из огнеупоров, нагрев производится шестью спиральными нагревателями, закрепленными в углах камеры, максимальная температура нагрева составляет

1350 °С. Температура и время выдержки при закалке сплава 25Х15КА: 1180 °С в течение 40 мин, после чего образцы извлекаются из печи и закаливаются в воде. Далее каленые образцы упаковываются в никелевую коробку согласно установленной методике [122] (рисунок 2.9а). Остывшие образцы, без вынимания из никелевой коробки, помещаются в печь на предварительный подогрев 750 °С и выдерживаются при этой температуре 1,5 ч. Далее в печи наводится внешнее магнитное поле, проводится термомагнитная обработка образцов по режиму согласно [120]: выдержка в магнитном поле при температуре 640 °С в течение 1 ч, остывание 20 мин до температуры 620 °С и выдержка в магнитном поле в течение 1 ч. Заключительным этапом ТМО является отпуск, при котором образцы находятся в печи при температуре 600 °С и выдерживаются 2 ч, далее следует охлаждение с 600 °С до 580 °С за 20 мин и выдержка в течение 3 ч, далее охлаждение с 580 °С до 560 °С за 20 мин и выдержка в течение 4 ч, далее охлаждение с 560 °С до 540 °С за 20 мин и выдержка в течение 6 ч. Процесс отпуска проводится в отпускной печи без прикладывания магнитного поля. После окончания полного режима, остывание заготовок до комнатной температуры осуществляется вместе с печью. Схема ТМО сплава 25Х15КА представлена на рисунке 2.9б.

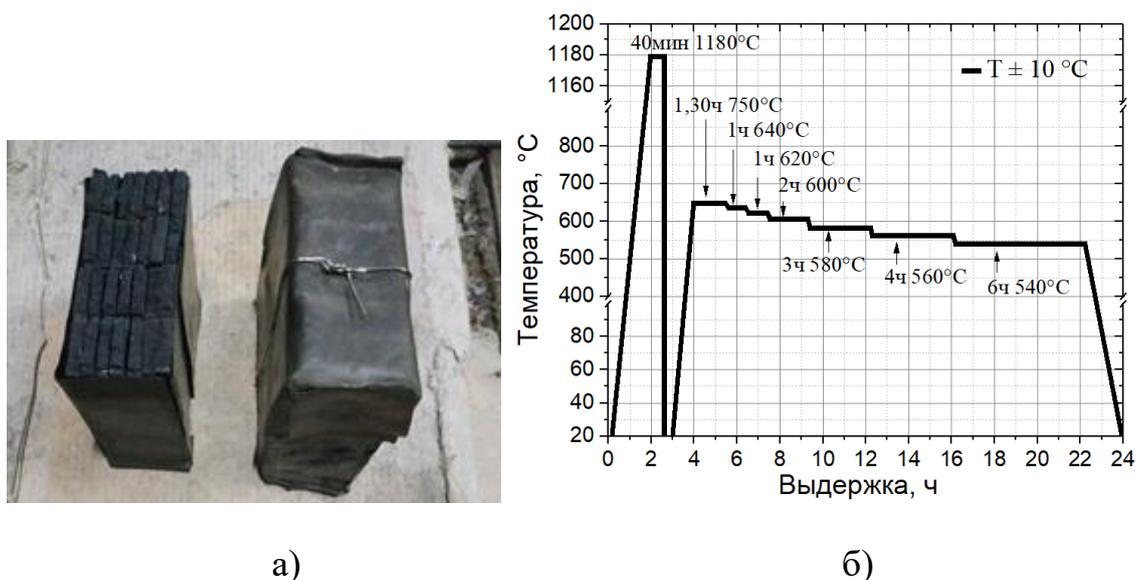
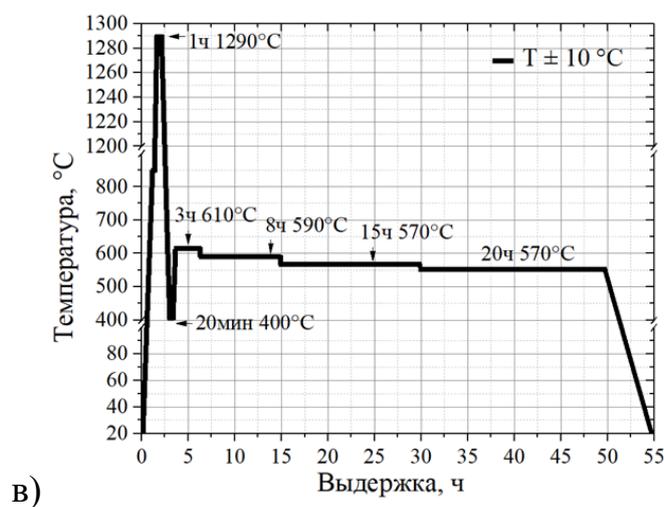


Рисунок 2.9 – Упаковка образцов из сплава 25Х15К в никелевую коробку – а) и режим ТМО сплава 25Х15КА – б)



а)

б)



в)

Рисунок 2.10 – Упаковка образцов из сплава ЮНДК в никелевую ленту – а), катушки электромагнита с обрабатываемыми образцами ЮНДК – б) и режим ТМО сплава ЮНДК – в)

Первоначальным этапом ТМО сплава ЮНДК является упаковка в никелевую ленту согласно методике [122] для удержания в определенном положении образцов и равномерного распределения температур между ними. Способ упаковки представлен на рисунке 2.10а. Далее упакованные заготовки загружаются в высокотемпературную печь на температуру 1290 °C и выдерживаются 60 мин. ТМО сплава ЮНДК, согласно [121], заключается в охлаждении с критической скоростью под действием приложенного магнитного поля. Упакованные образцы после выдержки ставятся на электромагнит (рисунок 2.10б), где остывают до температуры 400 °C. Бока упаковки на

электромагните утепляются асбестом толщиной 2 мм для обеспечения полного процесса структурных и фазовых превращений внутри образцов. По истечении 20 мин остывания на электромагните, образцы отправляются на отпуск в предварительно прогретую до 400 °С печь. Режим отпуска: 610 °С – выдержка в течение 3 ч, 590 °С – выдержка в течение 8 ч, 570 °С – выдержка в течение 15 ч, 550 °С – выдержка в течение 20 ч. Далее проводится остывание с печью до комнатной температуры. Схема ТМО сплава ЮНДК представлена на рисунке 2.10в.

### **2.11. Структурные исследования**

Структура СЛС нержавеющей сталей и сплава 80НХС выявлена химическим травлением шлифов в 10 % водном растворе щавелевой кислоты, ПЖРВ – травлением в 4 % спиртовом растворе азотной кислоты. Травление шлифов магнитотвердых сплавов осуществлялось сложными составами: 10 мл  $\text{HNO}_3$  + 20 мл  $\text{HCl}$  + 30 мл глицерина и 20 мл  $\text{H}_2\text{O}$  + 20 мл  $\text{HCl}$  + 5 г  $\text{CuSO}_4$ . Шлифы после травления исследовались методами металлографии с применением светового микроскопа и РЭМ.

Кроме того, проводились исследования тонкой структуры на ПЭМ Теспаі G2 30 S-TWIN с ускоряющим напряжением 200 кВ, с помощью которого определялись ключевые структурные параметры: количество и морфология отдельных структурных фаз, размеры, плотность и элементный состав включений. Для ПЭМ из аддитивного и литого образцов сфокусированным ионным лучом изготовлены кросс-секции размером 6x10 мкм и толщиной 0,2 мкм.

### **ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 2**

Выбран и обоснован перечень исследуемых материалов, указаны способы их получения и особенности применения. Предложен комплекс исследований и испытаний как исходного порошкового сырья разных классов материалов, так и аддитивных образцов, изготовленных из них технологией СЛС. Приведены общие принципы технологии СЛС, обоснован выбор технологического оборудования.

Подобрано оборудование для проведения термической, в т.ч. термомагнитной, обработки прецизионных сплавов. Перечисленные методы испытаний, а также выбранное технологическое оборудование позволяют выполнить поставленные цели и решить задачи диссертационной работы и обеспечить высокую достоверность полученных результатов.

## **Глава 3. Изготовление и исследование порошков прецизионных сплавов**

В главе приведены результаты исследований металлических порошковых материалов, применяемых для СЛС объемных образцов. Проведены исследования гранулометрического состава, текучести и насыпной плотности и предприняты попытки установить закономерности между этими величинами.

Показано, что, изменяя параметры газового распыления, представляется возможным изменять выход годного получаемых порошков прецизионных сплавов. Рассмотрено влияние технологических параметров процесса распыления расплава на свойства получаемых экспериментальных образцов порошков прецизионных сплавов и максимальный выход годного для СЛС порошка.

Получены зависимости пористости изготовленных образцов от подводимого к сплавляемому порошковому слою энерговложения лазерного излучения. Показано, что при таком исследовании представляется возможным определить диапазон технологических режимов изготовления образцов методом СЛС, обеспечивающий минимальную пористость.

### **3.1. Изготовление порошков прецизионных сплавов распылением расплава**

Как было отмечено в разделе 1.3, при газовой атомизации расплава основными параметрами, оказывающими влияние на гранулометрический состав и форму получаемых порошков прецизионных сплавов, являются следующие: давление газа на форсунке, температура перегрева и время выдержки при этой температуре (как производные вязкости и поверхностного натяжения расплава), давление в камере с индукционной печью. Температурные параметры процесса устанавливались исходя из температуры плавления исследуемых материалов, а остальные параметры выбирались исходя из технологических возможностей установки. Было оценено влияние каждого параметра процесса распыления на

выход годного для СЛС порошка требуемого гранулометрического состава (меньше 80 мкм), результаты опробования приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Исследуемые технологические параметры процесса распыления расплава

Сплав	$T_{нг}$ °C	$O_2$ ppm	$P_{кам.}$ бар	$P_{расп.}$ бар	$T_{расп.}$ °C	$t_{расп.}$ с	$t_{перегр.}$ мин	ВЫХОД ГОДНОГО, %
80НХС $T_{плавления}$ 1425 °C	1000	160	0,15	30	1580	72	15	80
	1000	160	0,20	40	1560	123	10	89
	1000	160	0,25	50	1580	105	10	93
	1000	170	0,25	50	1510	110	10	87
	1000	170	0,25	50	1560	116	10	89
25X15K $T_{плавления}$ 1510 °C	1000	100	0,15	50	1600	90	10	60
	1000	300	0,25	50	1600	170	0	67
	1000	340	0,25	30	1600	105	10	73
	1000	340	0,25	50	1510	80	10	71
	1000	340	0,25	50	1600	45	10	75
ЮНДК $T_{плавления}$ 1430 °C	1000	100	0,25	50	1430	94	10	60
	1000	300	0,15	50	1530	97	10	64
	1000	300	0,25	30	1530	103	10	73
	1000	300	0,25	50	1530	140	0	73
	1000	340	0,25	50	1530	83	10	75

\* $T_{нг}$  – температура напуска газа в камеру с индукционной печью;  $O_2$  – содержание кислорода в распыляющем газе;  $P_{кам.}$  – давление в камере с индукционной печью;  $P_{расп.}$  – давление распыляющего газа на форсунке;  $T_{расп.}$  – температура расплава, при которой проходил процесс распыления;  $t_{расп.}$  – время распыления;  $t_{перегр.}$  – время перегрева расплава.

Обобщая и анализируя литературные данные и полученные результаты из таблицы 3.1, можно сделать следующие выводы:

- оптимальной является температура на 150-200 °C выше точки плавления металла, снижение температуры расплава влечет за собой снижение выхода

мелких фракций порошка и уменьшение доли частиц, имеющих сферическую форму в связи с увеличением вязкости и поверхностного натяжения металлического расплава;

- создание в камере индуктора максимального возможного по требованиям эксплуатации установки давления 0,25 бар приводит к увеличению выхода частиц порошка с дисперсностью меньше 80 мкм;

- в процессе работы установки уровень расплавленного металла постоянно уменьшается, что влечет за собой изменение размеров получаемых частиц порошка; нивелировать этот фактор можно за счет создания избыточного давления в камере с индуктором, где располагается тигель с расплавом.

Оптимальные параметры процесса распыления расплава для прецизионных сплавов выбирались исходя из максимального выхода годной фракции и представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Оптимальные параметры процесса распыления прецизионных сплавов

Сплав	T <sub>нг</sub> , °C	O <sub>2</sub> , ppm	P <sub>камера</sub> , бар	P <sub>расп.</sub> , бар	T <sub>расп.</sub> , °C	t <sub>перегр.</sub> , мин	ВЫХОД годного, %
25X15K	1000	340	0,25	50	1600	10	75
ЮНДК	1000	300	0,25	50	1530	10	75
80НХС	1000	160	0,25	50	1580	10	93

Были наработаны партии по 20 кг порошков прецизионных сплавов каждой марки, из которых сплавлением изготавливались образцы для измерения пористости, магнитных и механических свойств, а также для проведения структурных исследований.

На рисунке 3.1 представлен внешний вид порошков фракции менее 80 мкм, полученных атомизацией по режимам таблицы 3.2. Все изготовленные порошки обладают сфероидальной формой и по этому параметру удовлетворяют

требованиям, предъявляемым производителями установок СЛС. На поверхности всех порошков обнаружены мелкие частицы в виде сателлитов, что является закономерным для процесса газового распыления расплава.

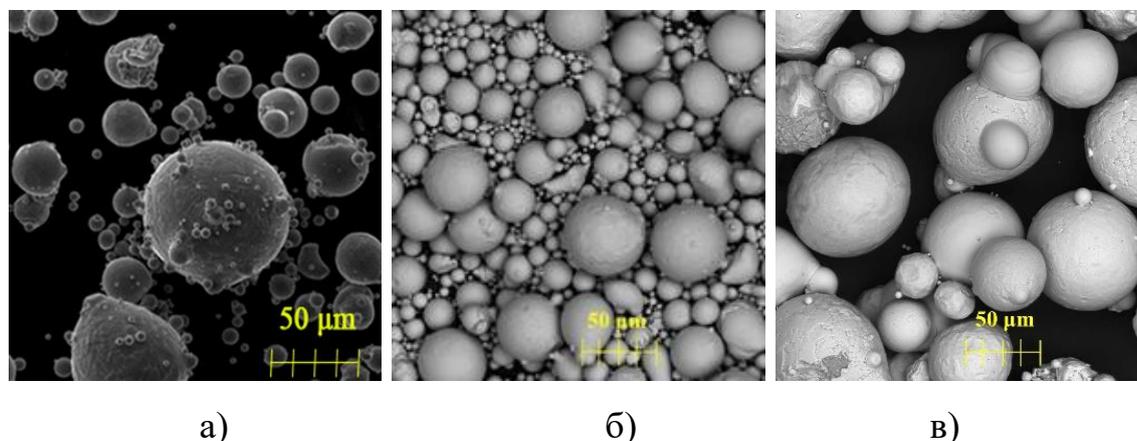


Рисунок 3.1 – Изображения порошков 80НХС – а); 25Х15К – б); ЮНДК – в)

Таким образом, выбранные параметры распыления порошка магнитомягкого сплава 80НХС позволили получить выход годной фракции менее 80 мкм на уровне 93 %. Для порошков магнитотвердых сплавов был достигнут выход годной для СЛС фракции менее 80 мкм до 75 %, и его невозможно было увеличить ввиду ограничения технологических возможностей установки HERMIGA 75/3IV (невозможно повысить давление распыляющего газа на форсунке выше максимального). Пути преодоления этого ограничения будут представлены в разделе 5.1.2.

### 3.2. Результаты определения химического состава порошков

В таблице 3.3 представлены результаты определения С, N, O, S во всех исследуемых порошках, измеренные абсорбционным методом. По данным анализа, в частицах порошка ПЖРВ зафиксировано содержание легких химических элементов: 0,018 % углерода, 0,001% азота, 0,006 % серы и 0,220 % кислорода. Большое содержание кислорода объясняется большим количеством пор (раздел 2.1 рисунок 2.1г), в которых он может быть накоплен при изготовлении порошка. Результаты анализа, полученные с помощью рентгеновского энергодисперсионного спектрометра INCA X-Max-50,

установленного на микроскоп Tescan Vega II-LM, указали на присутствие кремния и марганца в концентрациях, типичных для технического железа.

Таблица 3.3 – Содержание С, N, O, S в исследуемых порошках

Порошок	С	S	O	N
12X18H10T	0,120	0,009	0,089	0,008
316L	0,025	0,005	0,116	0,065
ПЖРВ	0,018	0,006	0,220	0,001
80НХС	0,010	0,001	0,009	0,001
25X15К	0,040	0,012	0,050	0,080
ЮНДК	0,020	0,150	0,041	0,031

Усредненные результаты измерений химического состава представлены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Химический состав порошков

Марка	Основные легирующие элементы, вес. %												
	С	Cr	Co	Ni	Mo	Ti	Cu	Al	Mn	Nb	V	Si	Fe
316L	0,03	16,8		13,3	2,6		0,2		1,5				ост.
12X18H10T	0,12	17,2		10,6	0,2	0,7	0,7		0,8			0,8	ост.
80НХС		3,0		80,1		0,2	0,2	0,2	0,9				15,0
ЮНДК			23,7	12,7		0,5	3,5	7,6		0,3			ост.
25X15К		24,4	15,3					0,7	0,2	1,2	1,0	0,6	ост.
ПЖРВ									0,1			0,1	99,8

Таким образом, можно сделать вывод, что все изготовленные порошки и порошки сторонних производителей по химическому составу соответствуют своим маркам, указанным в соответствующих ГОСТ [120, 121, 123, 124, 125].

### 3.3. Результаты определения гранулометрического состава порошков

Распределение гранулометрического состава порошков представлено на рисунке 3.2. Основные квантили распределения гранулометрического состава порошков, определяющие его качество, приведены в таблице 3.5.

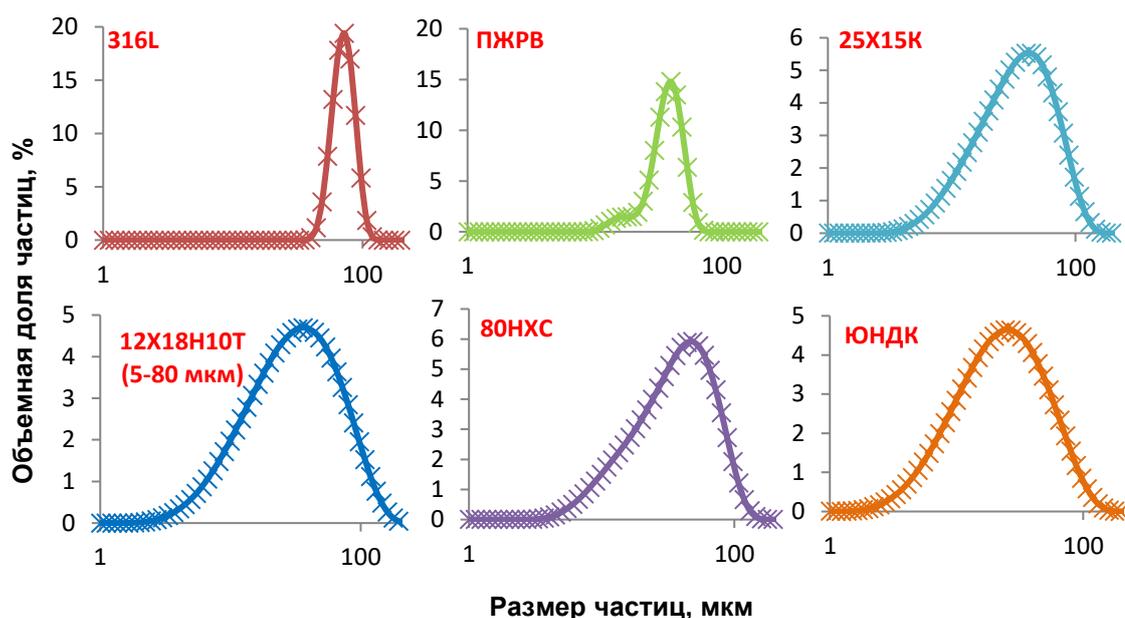


Рисунок 3.2 – Гранулометрический состав исследуемых порошков. Марка 12Х18Н10Т представлена порошком АО «Полема» (5-80 мкм)

Таблица 3.5 – Гранулометрический состав порошков

Порошок	$d_{0,1}$	$d_{0,5}$	$d_{0,9}$
316L	54,5	71,1	91,2
12Х18Н10Т (5-80 мкм)	9,7	30,9	80,4
12Х18Н10Т (10-63 мкм)	24,0	36,0	54,0
12Х18Н10Т (20-60 мкм)	32,0	44,0	61,0
12Х18Н10Т (63-150 мкм)	75,0	104,0	143,0
12Х18Н10Т (150-450 мкм)	174,0	250,0	360,0
12Х18Н10Т (40-80 мкм)	48,9	63,9	82,3
ПЖРВ	22,1	40,1	90,5
80НХС	12,4	36,9	77,1
25Х15К	6,4	19,9	52,8
ЮНДК	7,1	22,4	60,3

\* $d_{0,1}$  = xx говорит о том, что 10% частиц порошка имеют диаметр не больше xx мкм;  $d_{0,5}$  = yy говорит о том, что 50% частиц порошка имеют диаметр не больше yy мкм;  $d_{0,9}$  = zz говорит о том, что 90% частиц порошка имеют диаметр не больше zz мкм. Значения в мкм определяются по ЭДО.

Анализ полученных результатов показал:

- изготовленные по режиму распыления расплава для максимального выхода годного порошки магнитотвердых сплавов представляют собой полидисперсные смеси, где 90 % частиц имеют размер не больше 52,8 мкм (25X15K) и 60,3 мкм (ЮНДК);
- порошки магнитомягкого сплава 80НХС несколько крупнее при тех же режимах получения, чем порошки магнитотвердых сплавов, но их выход годного намного выше и составляет 93 %;
- дисперсность всех изготовленных порошков определяется методами и режимами получения, оказывающими решающее влияние на ход технологических процессов;
- порошок стали 316L обладает более крупным и узким фракционным составом, чем порошок стали 12X18Н10Т, что должно отрицательно сказываться на его текучести и сплавлении; кроме того, в порошке 12X18Н10Т присутствует большое количество частиц мелкой фракции;
- порошок ПЖРВ, несмотря на предоставленные производителем ПАО «Северсталь» данные о расसेве, имеет в своем составе некоторое количество частиц более 80 мкм, что при сплавлении может оказывать негативное влияние на свойства получаемых образцов.

Выдвинуто предположение, что чем шире фракционный состав сплавляемых порошков, тем ниже пористость получаемых из них образцов при увеличении энергозатрат, что нашло свое подтверждение в результатах исследований, изложенных в разделе 3.5.

### **3.4. Установление зависимостей удельной плотности и удельного расхода порошков от текучести и насыпной плотности**

Из литературных данных известно [126], что форма частиц порошка оказывает влияние на насыпную плотность. Кроме того, текучесть порошка должна зависеть от плотности, гранулометрического состава, формы и состояния поверхности частиц. Поскольку для качественного сплавления необходимо

обеспечить максимальную упаковку порошка в зоне воздействия лазера, эти характеристики представляются крайне важными. Результаты измерений текучести и насыпной плотности порошков всех марок по ГОСТ [112, 113] сведены в таблицу 3.6.

Таблица 3.6 – Текучесть и насыпная плотность порошков различного фракционного состава

Порошок	Объем навески 50 г, см <sup>3</sup>	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Текучесть, 50 г за с	Насыпная плотность, г/см <sup>3</sup>
<b>316L 50-90 мкм</b>	10,89	8,00	22,40	4,59
<b>12X18H10T 5-80 мкм</b>	10,46	7,92	19,39	4,78
<b>12X18H10T 10-63 мкм</b>	11,44	7,92	17,14	4,37
<b>12X18H10T 20-60 мкм</b>	11,23	7,92	19,77	4,45
<b>12X18H10T 63-150 мкм</b>	10,85	7,92	19,02	4,61
<b>12X18H10T 150-450 мкм</b>	10,92	7,92	25,40	4,58
<b>12X18H10T 40-80 мкм</b>	10,29	7,92	19,79	4,86
<b>ПЖРВ 20-90 мкм</b>	14,88	7,85	34,06	3,36
<b>80НХС 10-80 мкм</b>	10,12	8,50	18,00*	4,94
<b>25X15К 5-55 мкм</b>	11,09	7,65	26,51	4,51
<b>ЮНДК 5-63 мкм</b>	11,34	7,20	25,23*	4,41

\*истечение началось только после постукивания по воронке, что допускается методикой измерений.

Можно сделать вывод, что принципиальной зависимости между текучестью и насыпной плотностью не прослеживается (рисунок 3.3, [127]). При изменении насыпной плотности от 4,5 до 5 г/см<sup>3</sup> время истечения порошка через воронку Холла может варьироваться от 17 до 27 с. Исключение составляет порошок ПЖРВ, у которого насыпная плотность существенно меньше, чем у всех остальных порошков (3,36 г/см<sup>3</sup>), а время истечения через воронку Холла больше всех остальных и составляет 34,1 с. Данный факт можно объяснить высокой пористостью частиц порошка, большим объемом навески и сильно разветвленной поверхностью, так как при термической обработке порошка чугуна в водородной печи при связывании углерода с водородом происходят своего рода микровзрывы,

приводящие к искажению формы частиц порошка (раздел 2.1 рисунок 2.1в). Следовательно, частицы порошка цепляются неровными поверхностями друг за друга, что и приводит к увеличению времени истечения.

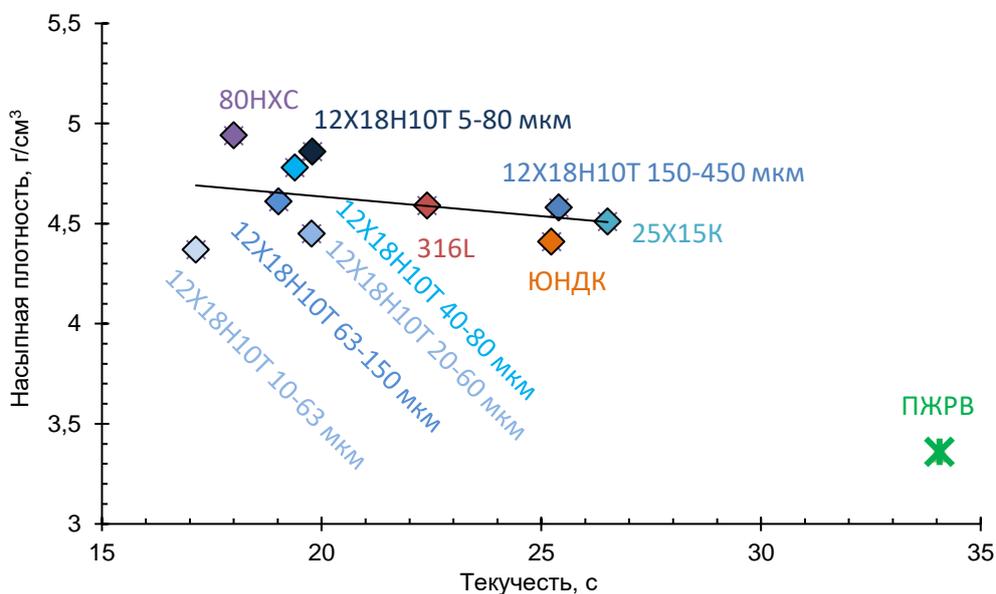


Рисунок 3.3 – Зависимость насыпной плотности порошков от текучести

Отсутствие зависимости между насыпной плотностью и текучестью может быть связано с тем, что плотности исследуемых материалов, обозначенные в ГОСТ [120, 121, 123, 124, 125], различаются. Например, наибольшей плотностью обладает сплав 80НХС, а наименьшей – ЮНДК. При этом в порошках стали 12Х18Н10Т различного гранулометрического состава получены различные значения насыпной плотности (таблица 3.6). По ГОСТ [112] текучесть порошка определяется на навеске в 50 г, следовательно, различный объем порошкового материала будет содержаться и в навеске. Таким образом, целесообразно вместо насыпной плотности использовать приведенное к теоретической плотности значение: удельная плотность  $\rho_y$  или удельный расход  $B_y$ :

$$\rho_y = \left( \frac{\rho_n, \frac{\text{г}}{\text{см}^3}}{\rho, \frac{\text{г}}{\text{см}^3}} \right) \cdot 100\%, \quad B_y = \left( 50 \text{ г} / \left( \rho_n, \frac{\text{г}}{\text{см}^3} \cdot \varphi, \text{ с} \right) \right), \quad (3.1)$$

где  $\rho$  – плотность;  $\rho_n$  – насыпная плотность;  $\varphi$  – текучесть

Взаимосвязь этих параметров с текучестью порошков показана на рисунке 3.4. Из полученных данных видно, что даже порошки различного

фракционного состава, принадлежащие одной марке стали 12X18H10T, имеют различное время истечения из воронки. При этом самый мелкий порошок обладает самой минимальной насыпной плотностью (за исключением ПЖРВ) и соответственно минимальным временем истечения из воронки при максимальном объеме.

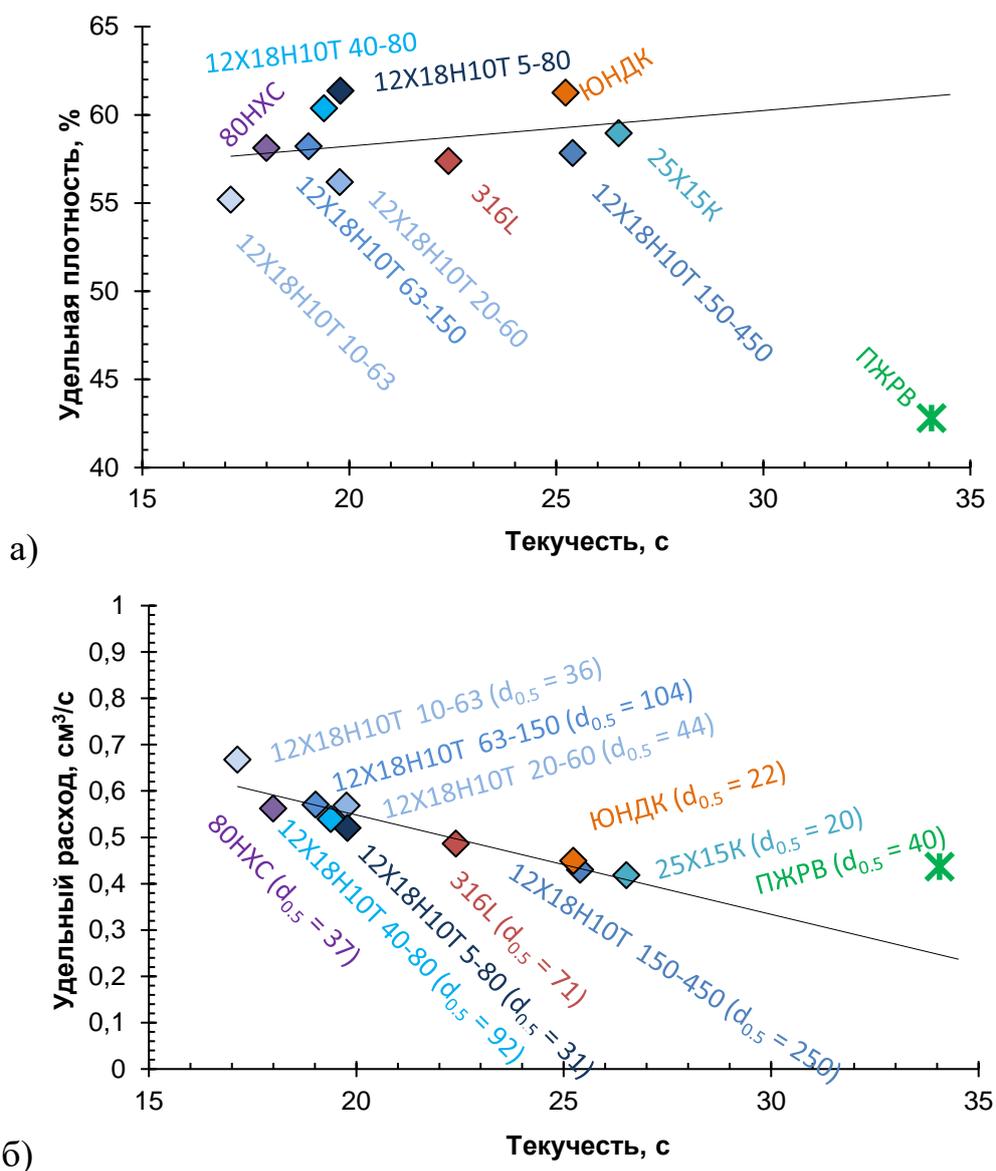


Рисунок 3.4 – Зависимость удельной плотности – а) и удельного расхода порошков – б) от текучести

В целом по рисунку 3.4б можно сказать, что при фактическом нормировании насыпной плотности порошков на время истечения навески в 50 г получается достаточно удовлетворительная зависимость удельного расхода от

времени истечения. Даже несферический порошок ПЖРВ практически укладывается в эту зависимость. Нормирование насыпной плотности на плотность монолитного материала (рисунок 3.4а) не позволяет получить зависимость насыпной плотности от текучести. При этом сравнивая значения квантилей распределения исследуемых порошков (таблица 3.5) можно утверждать, что связи между текучестью и гранулометрическим составом не выявляется. Например, самые мелкие порошки 25Х15К и ЮНДК обладают практически такой же текучестью, что и самый крупный порошок стали 12Х18Н10Т. Таким образом, можно сделать предположение [127], что текучесть и насыпная плотность, а также скорость истечения порошка являются универсальными постоянными для данной конкретной марки и данного гранулометрического состава и могут определять его качество при входном контроле.

### **3.5. Определение оптимальных параметров СЛС, обеспечивающих минимальную пористость**

Для анализа влияния технологических параметров работы установок СЛС на структуру и свойства использовалось понятие “энерговложение” [128], вычисляемое как отношение мощности лазера к скорости сканирования:

$$W = \frac{P \text{ [Вт]}}{v \text{ [мм/с]}} = [\text{Вт} \cdot \text{с/мм}] = \left[ \frac{\text{Дж}}{\text{мм}} \right] \quad (3.2)$$

Оптимальные технологические параметры работы установок определялись по пористости получаемых образцов, которая оценивалась через измерение плотности. Образцы для измерения плотности исследуемых и модельных материалов изготавливались в широком диапазоне значений энерговложений (таблица 3.7).

Как показали эксперименты, построение при энерговложении менее 0,14 Вт·с/мм невозможно, т.к. исследуемые материалы не сплавляются. Построения при энерговложении более 0,38 Вт·с/мм также невозможно, т.к. происходит слишком сильный перегрев материала в области, превышающей

температуру плавления исследуемых марок сталей и сплавов (указана ранее в таблице 3.1). Перегрев материала приводит к деформации образцов и столкновению с ними лезвия установки (при этом в установке EOSINT M270 происходит аварийная остановка процесса построения, в установке Russian SLM FACTORY – разбрызгивание порошка силиконовым лезвием по всей камере построения).

Таблица 3.7 – Режимы СЛС образцов для измерения плотности

Мощность, Вт	Скорость сканирования, мм/с	Энерговложение, Вт·с/мм
110	800	0,14
130	800	0,16
150	800	0,19
170	906	0,19
190	1013	0,19
170	800	0,21
175	800	0,22
185	800	0,23
190	800	0,24
195	800	0,24
190	700	0,27
195	700	0,28
195	650	0,30
190	600	0,32
195	600	0,33
190	550	0,35
190	500	0,38

В выбранном диапазоне энерговложений от 0,14 до 0,38 Вт·с/мм определялась плотность СЛС образцов методом гидростатического взвешивания [114]. Зная плотность материала, полученного традиционными

металлургическими технологиями, и плотность аддитивного материала, по формуле (3.3) можно оценить его внутреннюю пористость [129]:

$$\text{Пористость} = \frac{\rho_{\text{традиционный}} - \rho_{\text{аддитивный}}}{\rho_{\text{традиционный}}} \cdot 100\%, \quad (3.3)$$

Низкая пористость обеспечивает наилучшие механические и магнитные свойства. Для оценки пористости изготовлены кубические образцы со стороной 10 мм. Результаты измерения плотности представлены на рисунке 3.5а. Зависимость пересчитанных значений пористости от энерговложения представлена на рисунке 3.5б.

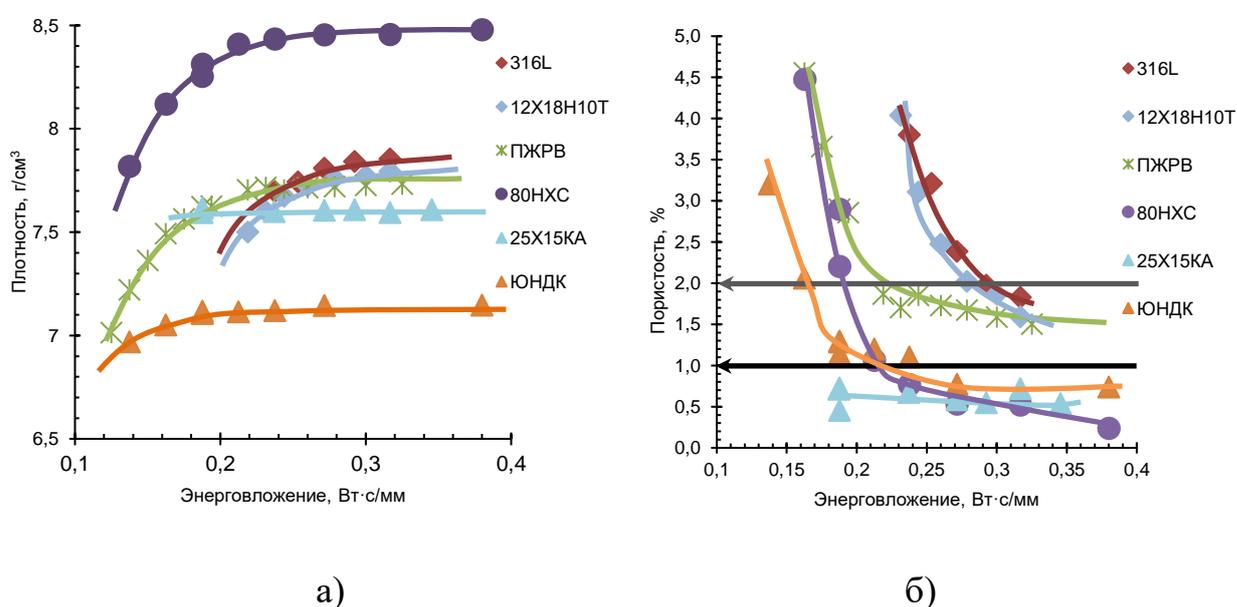


Рисунок 3.5 – Результаты измерения плотности СЛС образцов – а) и зависимость значений пористости, пересчитанной по формуле (3.3), от энерговложения – б) [127]

Из графиков видно, что с увеличением энерговложения происходит увеличение плотности СЛС-материала. При этом, например, для порошков сплавов 25X15КА и ЮНДК в интервале значений энерговложений от 0,2 до 0,35 Вт с/мм плотность практически не изменяется. Для порошка сплава 80НХС и порошка ПЖРВ в этом же интервале значений плотность тоже практически не меняется. В отношении порошков нержавеющей сталей 12X18H10T и 316L, наоборот, наблюдается сильная зависимость от величины энерговложения, хотя известно, что температура плавления ПЖРВ больше [130]. При этом из графиков

зависимости плотности от энерговложения для СЛС образцов следует, что порошок ПЖРВ лучше уплотняется. В том же самом интервале энерговложений плотность сталей изменяется от 7,2 до 7,8 г/см<sup>3</sup>, что соответствует 10 %. Таким образом, можно заключить, что гранулометрический состав порошка оказал влияние на процесс сплавления при воздействии лазерным лучом. Есть группа порошков (прецизионные сплавы 80НХС, 25Х15К и ЮНДК), для которых представляется возможным достичь значений пористости в 1 % и менее по сравнению с классическими монолитными материалами в интервале энерговложений 0,23÷0,37 Вт·с/мм, при этом для другой группы порошков (ПЖРВ, аустенитные стали 12Х18Н10Т и 316L) не представляется возможным достичь значений пористости менее 1 %, а интервал энерговложений сужается до 0,30÷0,35 Вт·с/мм. Можно предположить [127], что при увеличении энерговложения более 0,4 Вт·с/мм можно было бы достичь значений пористости менее 1 % для всех порошков, однако, такое увеличение энерговложения приведет к сильному перегреву или даже закипанию расплава, а также опасно для используемого оборудования. Также можно заключить, что включения оксидов и трещины в образцах вносят вклад в оценку пористости, т.к. не дают увеличить плотность.

Таким образом, исходя из значений пористости и измеренного в разделе 3.3 гранулометрического состава порошков, можно заключить, что чем шире диапазон фракционного состава сплавления порошка в пределах ограничений технологии СЛС, тем меньше пористость конечного изделия, что можно объяснить упаковкой порошка в слое (рисунок 3.6).

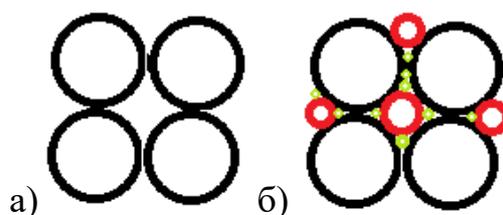


Рисунок 3.6 – Схематическое изображение уплотнения однородного – а) и мультифракционного порошка – б)

## ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3

1. Экспериментально подобраны параметры процесса распыления расплава для получения на установке HERMIGA 75/3IV сферических порошков прецизионных сплавов с максимально возможным значением количества порошка фракции менее 80 мкм. Для сплава 25X15K содержание кислорода в распыляющем газе должно составлять 340 ppm, температура расплава, при которой проходит процесс распыления, должна составлять 1600 °С. Для сплава ЮНДК эти параметры определены как 300 ppm и 1530 °С, соответственно. Для сплава 80НХС эти параметры определены как 160 ppm и 1580 °С, соответственно. Остальные параметры одинаковы для всех прецизионных сплавов: необходимо установить давление в камере с индукционной печью 0,25 бар, давление распыляющего газа на форсунке 50 бар, время перегрева расплава 10 мин. Для порошка магнитомягкого сплава 80НХС получен выход годной для СЛС фракции менее 80 мкм на уровне 93 %. Для порошков магнитотвердых сплавов 25X15K и ЮНДК был достигнут выход годной для СЛС фракции менее 80 мкм до 75 %, и его невозможно увеличить ввиду ограничения технологических возможностей установки HERMIGA 75/3IV (превышение предельно допустимого давления распыляющего газа на форсунке выше максимального). Необходимо применять методы механического измельчения крупных порошков, которые будут представлены в разделе 5.1.2.

2. Установлено, что при селективном лазерном сплавлении порошков прецизионных сплавов 80НХС, 25X15K и ЮНДК в интервале энергозатрат 0,23÷0,37 Вт·с/мм достигается пористость менее 1 %, если 10 % частиц порошка имеют диаметр не более 12 мкм, 50 % частиц порошка имеют диаметр не более 37 мкм и 90 % частиц порошка имеют диаметр не более 77 мкм. Самым широким диапазоном параметров сплавления обладает сплав ЮНДК. При селективном лазерном сплавлении порошков аустенитных сталей и ПЖРВ, у которых 50% частиц порошка и 90% частиц порошка имеют диаметр не более 30 мкм и 80 мкм, соответственно, пористость составляет не более 2 %, а интервал энергозатрат

сужается и составляет от 0,30 до 0,35 Вт·с/мм. График зависимости пористости от режимов сплавления позволяет отсесть диапазон энергозатрат менее 0,22 Вт·с/мм ввиду большой пористости получаемых образцов.

3. Показано, что текучесть и насыпная плотность полученных газовым распылением порошков марок 12X18H10T, 316L, 80НХС, 25X15К и ЮНДК являются неполным набором параметров, характеризующих качество порошка, так как нет связи между ними и гранулометрическим составом соответствующих марок порошков. Необходимо вводить параметр скорости истечения из воронки Холла, так как для него наблюдается линейная зависимость от текучести. Таким образом, параметры текучести, насыпной плотности и скорости истечения являются универсальными постоянными для каждой конкретной марки порошка с данным гранулометрическим составом и могут определять его качество при входном контроле, поскольку они являются мерой состояния поверхности частиц порошка и их морфологии.

## **Глава 4. Результаты исследования механических, магнитных свойств и микроструктуры аддитивных образцов исследуемых и модельных материалов**

В главе 3 установлено, что по параметру пористости представляется возможным подобрать режим сплавления таким образом, что значение пористости будет менее 2 % и даже менее 1 %. На это значение существенное влияние оказывает гранулометрический состав порошка. Чем шире фракционный состав и чем больше в порошке частиц менее 10 мкм, тем шире коридор значений энергозатрат, при которых достигается минимально возможная пористость. При этом минимальное пороговое значение энергозатрат составляет 0,22 Вт·с/мм, а максимальное – 0,38 Вт·с/мм.

Таким образом данная глава посвящена изучению структуры, механических и магнитных свойств образцов аддитивных сталей и прецизионных сплавов и их сравнению с аналогичными материалами, полученными традиционными технологиямиковки или литья. Приведены результаты измерения предела текучести, временного сопротивления, ударной вязкости, твердости, в том числе, установлена их анизотропия относительно направления построения и зависимости магнитных и механических свойств аддитивных материалов от режимов лазерного сплавления. Для всех исследуемых материалов уточнены значения энергозатрат, позволяющие добиться требуемого уровня механических и магнитных свойств. Показано, что СЛС образцы сплава 80НХС должны термообработываться при более высоких температурах, отличных от требуемых для кованных образцов. СЛС образцы сплава 25Х15КА можно термообработывать без гомогенизационного отжига с сохранением высокого уровня магнитных свойств, что позволяет сократить число технологических операций. СЛС образцы сплава ЮНДК могут быть построены без сетки трещин при использовании нестандартного кольцевого способа сканирования лазерным лучом. При этом пористость более крупных образцов, чем кубические образцы со

стороной 1 см, которые были изготовлены для исследований в разделе 3.5, сохраняется на достаточно высоком уровне. Установлено, что для всех исследуемых материалов наблюдается увеличение механических (предел текучести или временное сопротивление) и уменьшение пластических свойств (удлинение, сужение или ударная вязкость). При этом коэрцитивная сила  $H_c$  исследуемых СЛС прецизионных сплавов выше, что связывается с мелкозернистым строением аддитивных ферромагнитных материалов.

Для всех материалов отмечено наличие треков от разлетающихся частиц, которые взаимодействуют с остаточным кислородом камеры построения. Проведен анализ частиц гари со стенок камеры построения и установлено, что присутствуют крупные и мелкие частицы. Первые представляют собой структуру “ядро-оболочка”, где ядро металлическое, оболочка оксидная, и они являются разлетевшимися брызгами, видимыми на треках. Механизм образования вторых подлежит уточнению.

#### 4.1. Структурные особенности и свойства аддитивных аустенитных сталей

Закономерности влияния энергозложения на механические свойства исследовались на образцах (рисунок 4.1), геометрические размеры которых соответствуют требованиям ГОСТ [116, 117, 118] (раздел 2.8). Образцы изготавливались как в горизонтальном, так и в вертикальном положении относительно плоскости платформы построения, практически в размер с минимальной механической постобработкой.

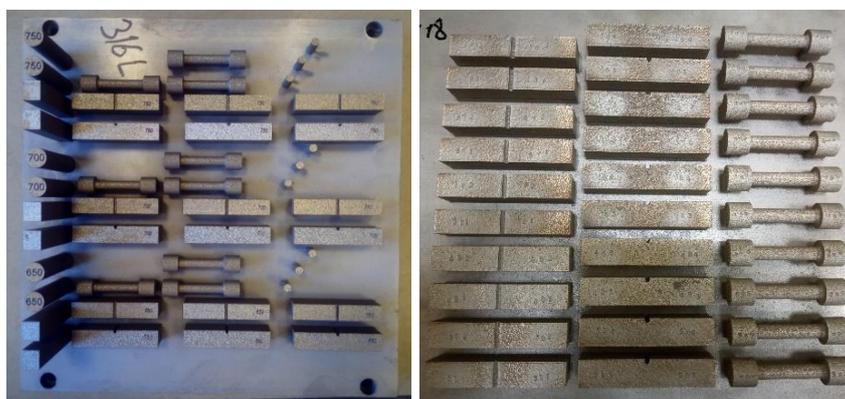


Рисунок 4.1 – Внешний вид СЛС образцов сталей на платформе

Результаты испытаний представлены на рисунках 4.2 и 4.3 и в работе [128].

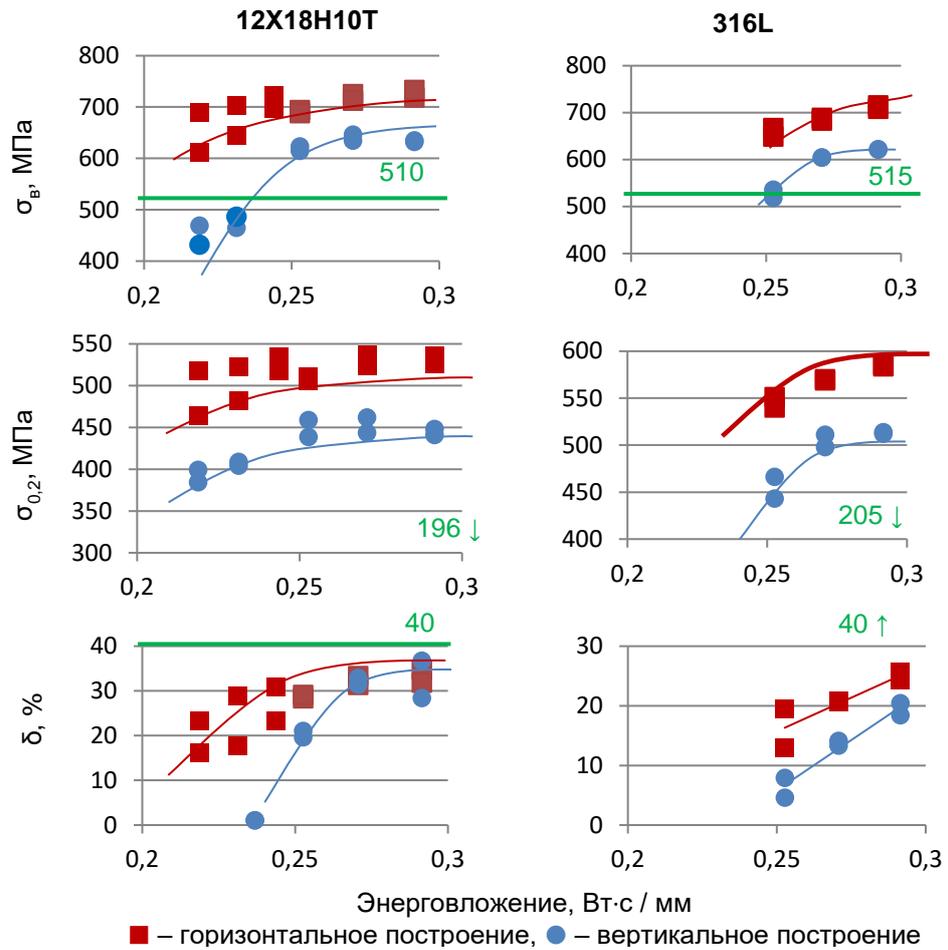


Рисунок 4.2 – Зависимости предела текучести, временного сопротивления и относительного удлинения СЛС образцов сталей от энерговложения

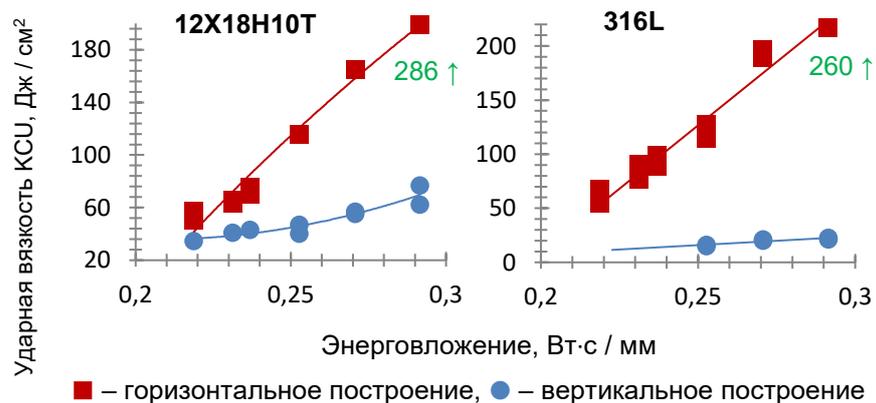


Рисунок 4.3 – Зависимость ударной вязкости СЛС образцов сталей от энерговложения

Было отмечено следующее. Во-первых, при увеличении энерговложения с

0,22 до 0,29 Вт·с/мм происходит увеличение всех механических свойств. Предел текучести и временное сопротивление монотонно увеличиваются, и при достижении значения 0,27÷0,29 Вт·с/мм практически не изменяются. Если сравнить рисунки 3.5 (раздел 3.5), 4.2 и 4.3, то можно увидеть, что значение пористости в исследуемом диапазоне изменяется с 4 % до 1,5 %, т.е. уменьшается практически в 3 раза. Удлинение и ударная вязкость при этом линейно увеличиваются практически в 3 раза. Такое поведение логично связать с увеличением плотности (снижением пористости) аддитивного материала, так как удлинение и ударная вязкость должны быть наиболее чувствительны к наличию пор, а твердость практически не меняется (рисунок 4.4).

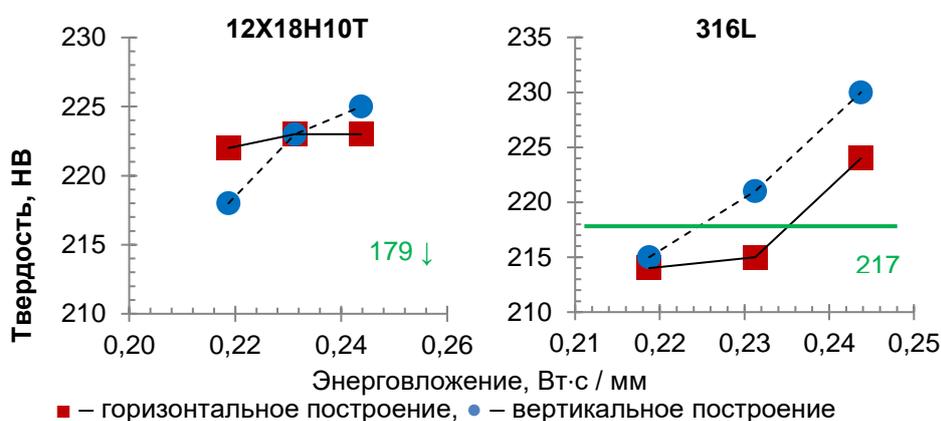


Рисунок 4.4 – Зависимость твердости СЛС образцов сталей от энергозатрат

Во-вторых, наглядно видна анизотропия механических свойств в зависимости от направления выращивания образцов. При этом в образцах из порошка стали 12X18H10T анизотропия механических свойств меньше, чем в образцах из порошка стали 316L. Однако для образцов из порошка стали 12X18H10T, выращенных, например, горизонтально, представляется возможным увеличить значение энергозатрат таким образом, что выращенные вертикальные образцы будут обладать такими же механическими свойствами. Например, ударная вязкость в горизонтальном образце при энергозатрате 0,27 Вт·с/мм составит 63 Дж/см<sup>2</sup>, и такое же значение ударной вязкости будет достигнуто в вертикальном образце при энергозатрате 0,29 Вт·с/мм. Тогда как

для образцов из порошка стали 316L таких значений подобрать не представляется возможным. Следовательно, помимо пористости в формировании механических свойств свой вклад вносят структурные особенности аддитивных сталей, что необходимо исследовать.

В-третьих, видно, что предел текучести и временное сопротивление, а также твердость существенно выше, чем в кованных аналогах (отмечено зелеными линиями или цифрами со стрелками на рисунках 4.3 и 4.4). При этом удлинение и ударная вязкость существенно меньше, чем в кованных аналогах (отмечено зелеными цифрами со стрелками на рисунке 4.2). Отсюда можно сделать заключение, что несмотря на достаточно высокую пористость аддитивным нержавеющей сталям присущи повышенные механические свойства и пониженные пластические свойства. Кроме этого, сравнение гранулометрического состава порошков 12X18H10T и 316L (раздел 3.3 рисунок 3.2 и таблица 3.5) и поведения механических свойств от энергозатрат позволяет предположить, что широкофракционный порошок предпочтительнее узкофракционному.

Таким образом, значения твердости, предела текучести и временного сопротивления СЛС образцов превышают значения, указанные в ГОСТ 5949-75 [131] для монолитных образцов аналогичного химического состава, при этом КСУ в 2÷3 раза меньше. КСУ надрез СЛС образцов был заложен в модели, формировался в процессе построения и его контур обходится лазером до полной заштриховки. Поэтому сделан вывод, что предпочтительно вытачивать надрез после построения методом СЛС монолитного параллелепипеда. Поскольку похожее поведение механических свойств наблюдалось для СЛС образцов из несферического порошка ПЖРВ, что будет показано в разделе 4.2, можно заключить, что это является характерной особенностью всех СЛС образцов вне зависимости от материала.

Для выявления факторов, оказывающих влияние на механические свойства СЛС сталей, проведены структурные исследования. Микроструктуры СЛС сталей представлены на рисунке 4.5. Можно заметить, что основными составляющими

являются частично перекрывающиеся капли – полусферы, или микрованны расплава, образованные послойным проплавлением частиц порошка, наносимого на выращиваемую поверхность, и последующей кристаллизацией расплава. Похожие полусферы были обнаружены при сплавлении металлических порошков других марок [65, 132, 133].

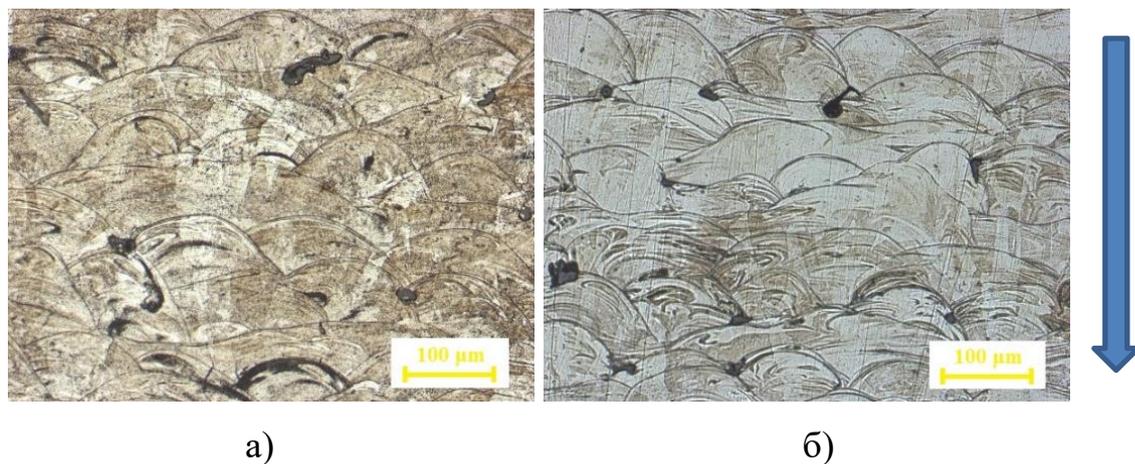


Рисунок 4.5 – Микроструктура аддитивных образцов из сталей 12X18H10T – а) и 316L – б). Стрелкой показано направление построения образцов

Следует отметить различия в структуре СЛС сталей и сталей, полученных традиционными металлургическими технологиями (в данном случае – ковкой) на примере стали 316L, которые отчетливо видны на рисунке 4.6, полученном с использованием электронного микроскопа.

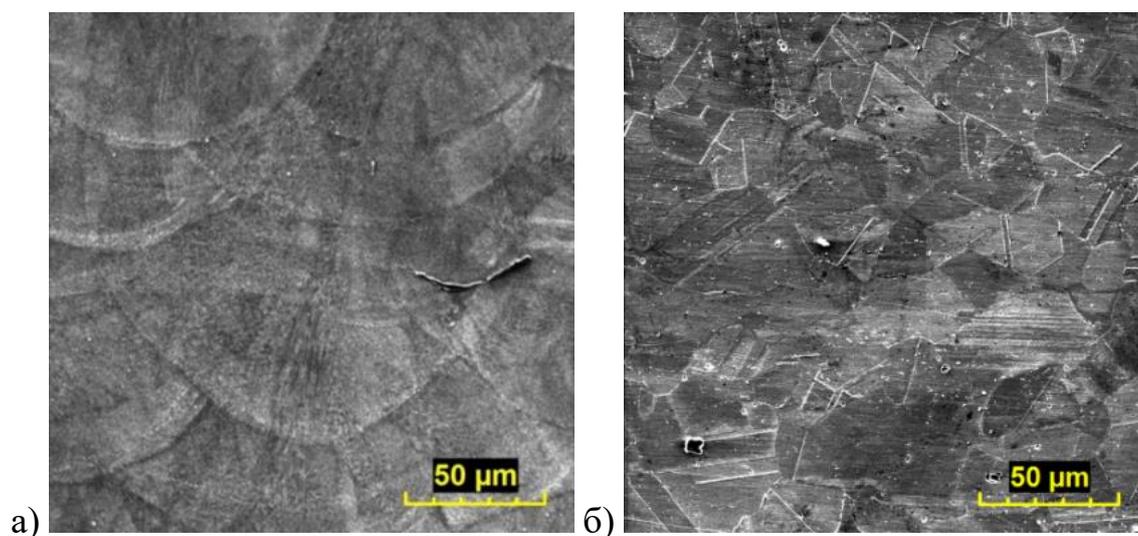


Рисунок 4.6 – Сопоставление микроструктуры аддитивной – а) и ковкой металлургической стали 316L – б) [134]

Так же, как и в случае оптической микроскопии, в аддитивной стали 316L отмечены характерные каплевидные границы размером  $100 \times 100 \text{ мкм}$ , через которые проходят очень мелкие субзерна (рисунок 4.6а). При этом толщина каплевидных областей несколько превышает размеры исходного порошка. Сталь 316L, полученная ковкой (рисунок 4.6б), обладает крупнозеренной структурой; практически равноосные зерна имеют размер  $20 \div 30 \text{ мкм}$  [56, 134].

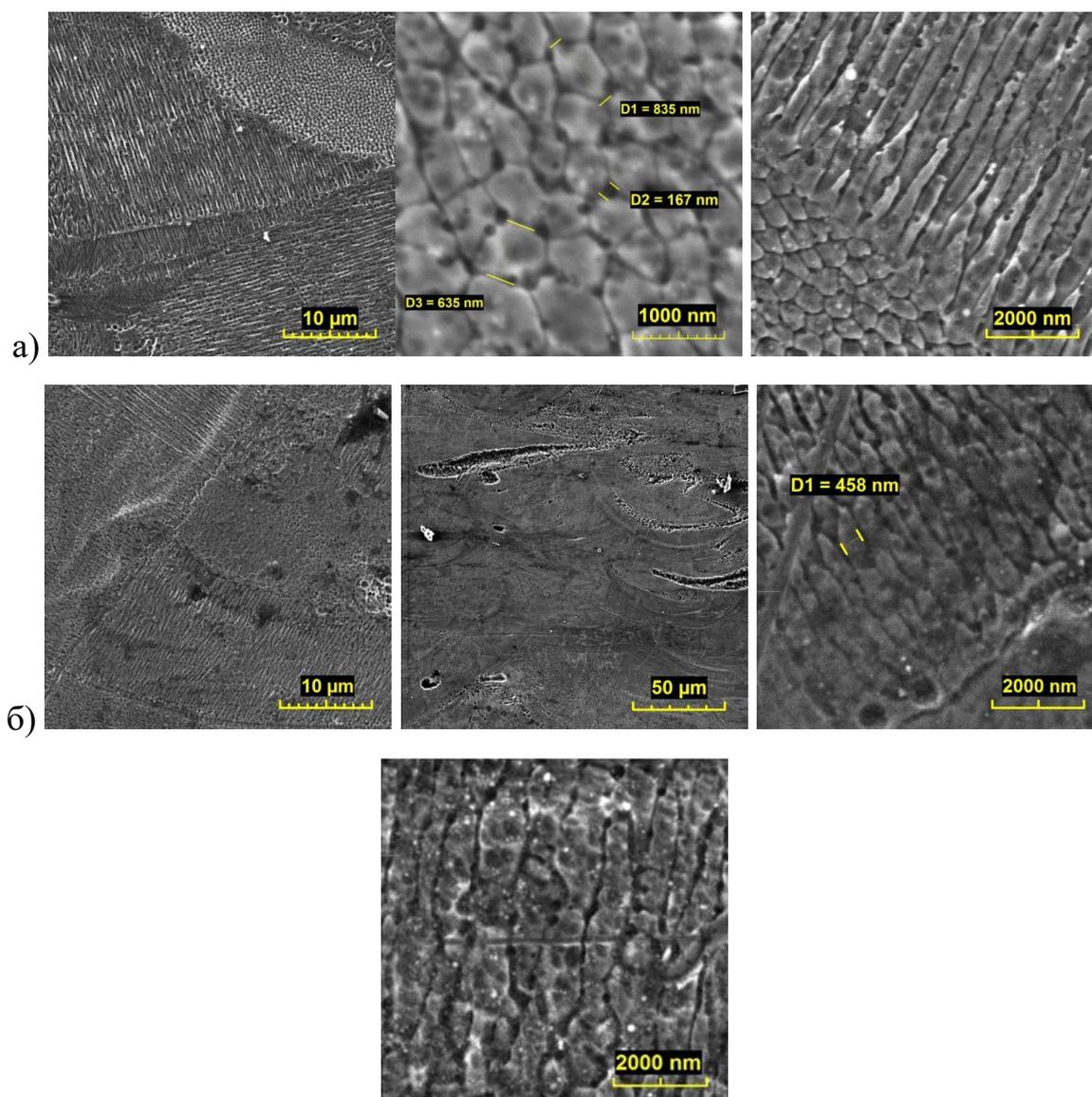


Рисунок 4.7 – РЭМ-фотографии СЛС образцов сталей 316L – а) и 12X18H10T – б) [134]

Наблюдение шлифов СЛС образцов нержавеющей сталей при большем увеличении (рисунок 4.7) выявило внутри областей каплевидной формы сетчато-столбчатую структуру в виде параллельно уложенных дендритных осей первого

порядка с характерными размерами около  $0,5\div 0,8$  мкм. Можно предположить, что наблюдаемая структура связана с большими скоростями охлаждения тонкого слоя жидкого металла на поверхности слоя-предшественника.

В ряде работ [57, 58] показано, что скорость охлаждения в технологии СЛС достигает  $10^5\text{-}10^7$  К·с<sup>-1</sup>. Указанная скорость охлаждения достаточно велика, чтобы избежать образования любой дендритной структуры, так как времени для образования вторичного дендритного рукава недостаточно, и, таким образом, наблюдается только столбчатая морфология. Некоторыми авторами [57, 135] отмечается эпитаксиальный рост зерна в СЛС материалах: расплавленный слой порошка, кристаллизуясь, подстраивается под ориентировки зерен предыдущего слоя (происходит наследование ориентировок), что приводит к росту вытянутых в направлении построения зерен, а их поперечный размер на порядок меньше. Направленный теплоотвод в жидком слое приводит к появлению ориентированной ячеисто-дендритной и столбчатой микроструктуры вблизи границы слоя расплава.

Для оценки поликристаллической структуры СЛС сталей построены карты кристаллографических ориентаций, рисунок 4.8, полученные методом EBSD [134].

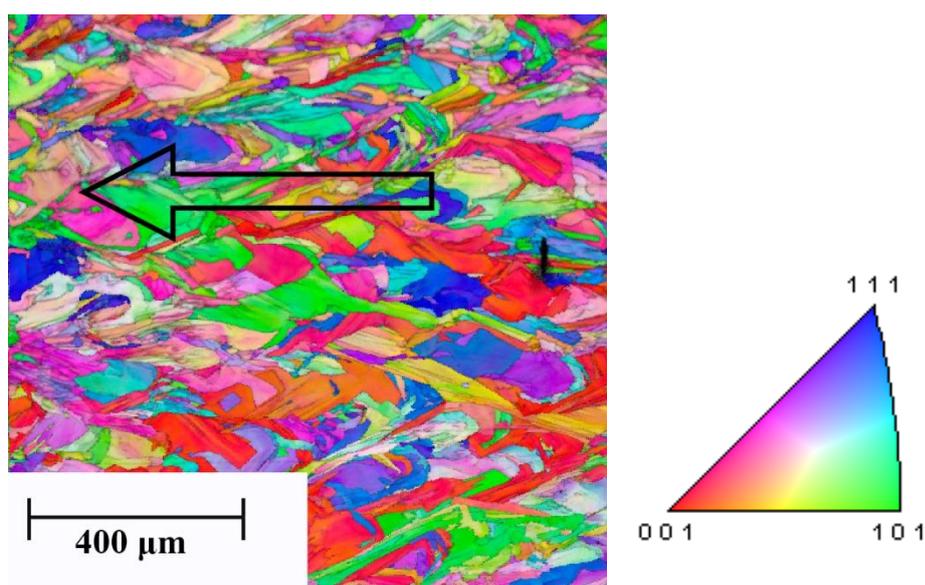


Рисунок 4.8 – Пример EBSD-карты аддитивной стали 316L. Стрелкой показано направление построения образцов (BD)

Выявленные зерна несколько меньше по размеру, чем содержащие их каплевидные области, при этом имеют отчетливо вытянутую форму в ВД образца, которая объясняется ориентированной кристаллизацией зерен одного слоя на поверхности предыдущего. Среднее аспектное отношение зерен составляет 0,26 и 0,29 для сталей 316L и 12X18Н10Т, соответственно. Большие хорды получившихся зерен ориентируются преимущественно  $\pm 10^\circ$  относительно ВД, а их длина может значительно превышать величину слоя. Размер отдельного кристаллита в анализе методом EBSD характеризуется величиной приведенного диаметра Фере, т.е. диаметра окружности с площадью, равной площади, образованной пересечением данного кристаллита плоскостью шлифа. Средний диаметр Фере составляет 66,5 мкм для стали марки 316L и 68,2 мкм для 12X18Н10Т. Анализ карты кристаллографических ориентаций позволяет сделать вывод, что находящиеся в пределах каждого крупного кристаллита субзерна имеют примерно равные кристаллографические ориентации, следовательно, выявленные границы имеют предположительно ликвационную либо дислокационную природу [134].

Влияние режимов построения СЛС образцов сталей на микроструктуру представлено на рисунке 4.9.

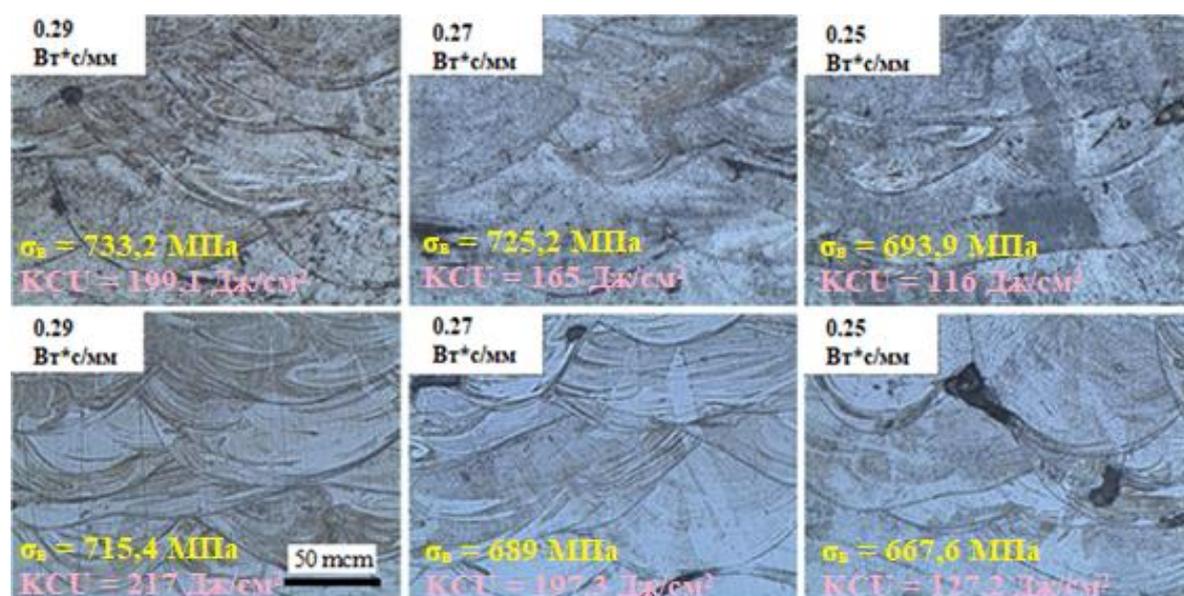


Рисунок 4.9 – Микроструктура СЛС образцов из сталей 12X18Н10Т (верхний ряд) и 316L (нижний ряд) [128]

Видно, что при уменьшении энерговложения структура образцов претерпевает изменения. При энерговложении 0,29 Вт·с/мм структура микрованн расплава представляет собой турбулентные завихрения, которые сосредоточены внутри области каплевидной формы. Снижение энерговложения до 0,25 Вт·с/мм приводит к исчезновению турбулентной составляющей. При этом видно, как через каплевидные границы проходят зерна.

На полированной поверхности нетравленных шлифов СЛС сталей обнаружены не только поры (их доля составляет приблизительно 2 %, что соответствует исследованиям, описанным в разделе 3.5), но и включения. Был проведен EDS-анализ химического состава в нескольких точках по поверхности образца (рисунок 4.10), результаты которого представлены в таблице 4.1.

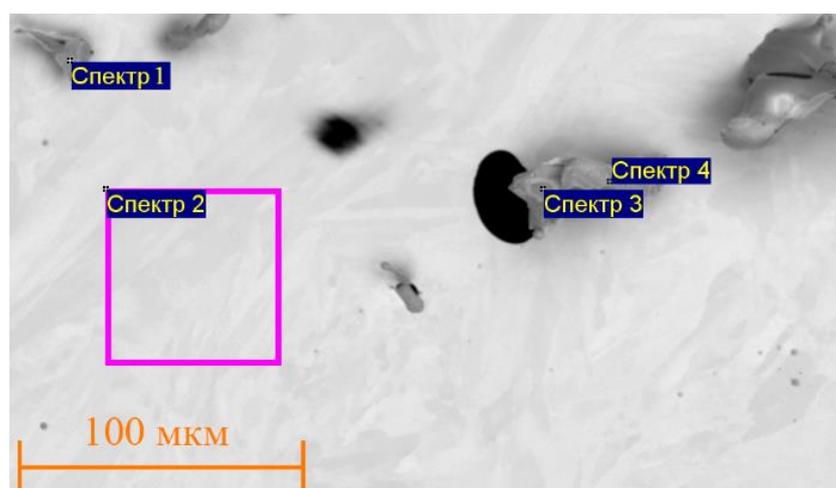


Рисунок 4.10 – РЭМ-изображение шлифа СЛС стали 316L с точками проведения EDS-анализа химических элементов

Таблица 4.1 – Обработка спектров EDS-анализа в нескольких точках поверхности аддитивного образца стали 316L

Спектр	Химические элементы, ат. %							
	O	Si	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Al
1	66,4	8,29	0,90	5,93	—	5,72	—	7,90
2	<b>0,09</b>	<b>1,31</b>	<b>58,05</b>	<b>15,81</b>	<b>12,87</b>	<b>1,43</b>	<b>1,38</b>	—
3	26,42	8,99	25,96	10,04	4,81	4,90	0,81	—
4	67,30	15,05	0,37	6,98	—	4,88	—	0,35

Для основного металла в целом (спектр 2) отмечается незначительное содержание кислорода, а в составе включений (остальные спектры) его присутствие значительное, при этом выросло содержание марганца и кремния, но снизилось хрома. Таким образом, анализ спектров позволяет утверждать, что наблюдаемые включения представляют собой сложные оксиды хрома, марганца и кремния, оказывающие влияние на механические свойства СЛС образцов.

Наличие треков разлетающихся частиц, оседающих на слои порошка и элементы установки СЛС, а также темного пара над пятном воздействия лазера, которые наблюдалось визуально (рисунок 4.11), позволяет предположить механизмы образования включений, которые рассмотрены в разделе 4.6.



Рисунок 4.11 – Разлет частиц аддитивной стали 12X18Н10Т в камере установки СЛС

Таким образом, исследования, проведенные на порошках аустенитных сталей, позволили установить ряд особенностей аддитивных материалов. Во всех образцах установлена анизотропия механических свойств (ударной вязкости, временного сопротивления и пластичности) относительно направления построения. Установлены закономерности влияния энергозложения на механические свойства, при этом предел текучести и временное сопротивление для модельных сплавов значительно выше, чем у сплавов аналогичного химического состава, полученных традиционными металлургическими технологиями, а ударная вязкость и пластичность, наоборот, в несколько раз меньше. В структурах аддитивных сталей основными составляющими являются частично перекрывающиеся капли – микрованны расплава, образованные послойным проплавлением частиц порошка, наносимого на выращиваемую поверхность, и последующей кристаллизацией расплава. Столбчатая структура формируется механизмом эпитаксии на этапе кристаллизации в микрованнах

расплава. Кристаллиты имеют отчетливо вытянутую форму в направлении построения образца, их длина в несколько раз превышает глубину проплавления слоя, что доказывает наследование ориентировок кристаллита при последовательном наращивании слоев.

#### **4.2. Особенности сплавления несферических порошков на примере сплава ПЖРВ**

Закономерности влияния энерговложения на механические свойства исследовались на выращенных образцах (рисунок 4.12), геометрические размеры которых соответствуют требованиям ГОСТ [116, 117, 118] (раздел 2.8). Согласно результатам испытаний, полученным в разделе 4.1, образцы изготавливались в горизонтальном положении относительно плоскости платформы построения, практически в размер и с минимальной механической постобработкой.



Рисунок 4.12 – Внешний вид СЛС образцов ПЖРВ

Значения временного сопротивления и предела текучести аддитивных образцов из сплава ПЖРВ, полученных при различных значениях энерговложения, представлены на рисунке 4.13. Испытания на ударный изгиб показаны на рисунке 4.14. Механические и пластические свойства сравнивались с наиболее близкими аналогами, указанными в [136] и отмеченными на рисунках линиями зеленого цвета или цифрами со стрелками. Эксперименты показали незначительный рост ударной вязкости СЛС образцов ПЖРВ при увеличении энерговложения, при этом численные значения оставались низкими во всем диапазоне построения и существенно меньше, чем в аналогах из [136]. Твердость

по Бринеллю (рисунок 4.15) растет с увеличением энерговложения. Существует небольшая анизотропия твердости в зависимости от направления измерения относительно оси построения.

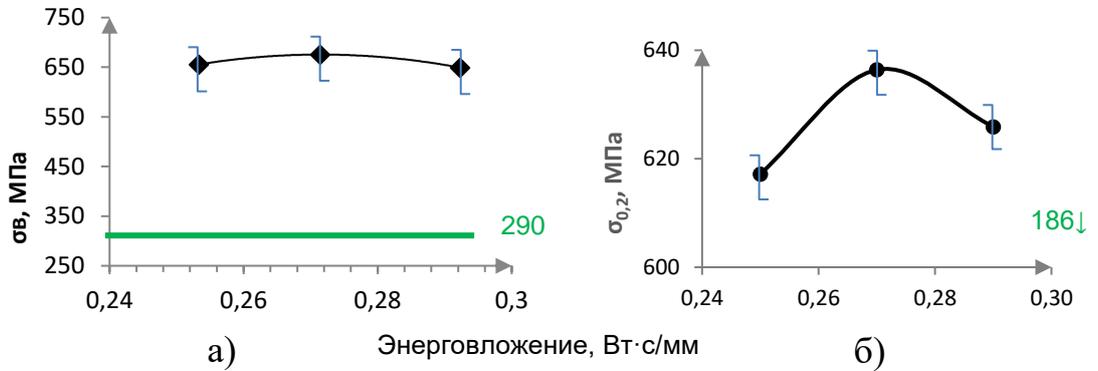


Рисунок 4.13 – Значения временного сопротивления – а) и предела текучести – б) аддитивных образцов из сплава ПЖРВ

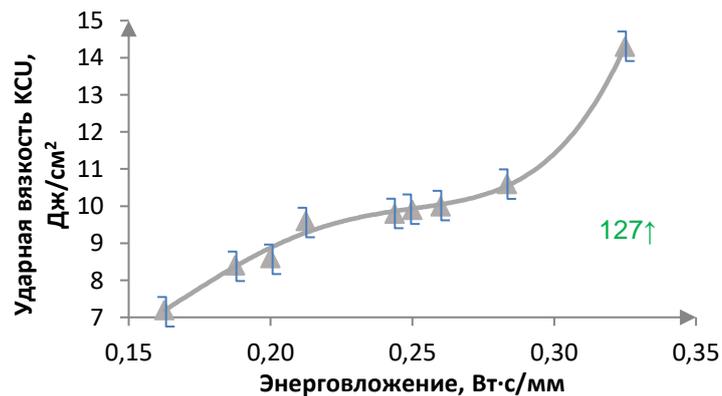


Рисунок 4.14 – Ударная вязкость образцов ПЖРВ в зависимости от энерговложения

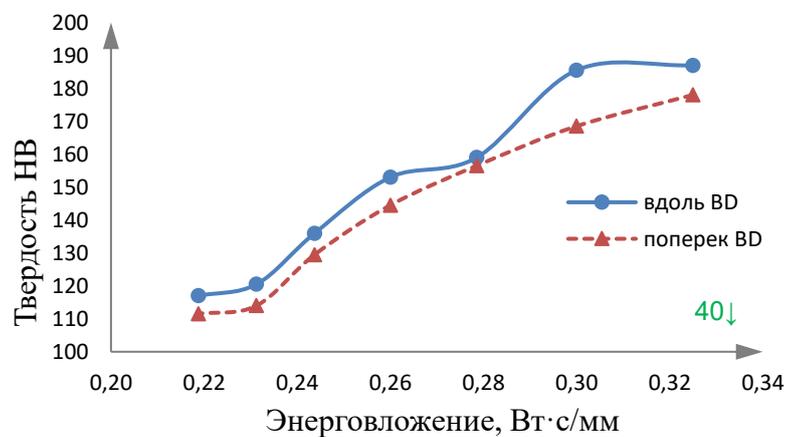


Рисунок 4.15 – Твердость НВ аддитивного сплава ПЖРВ

Можно заключить, что механические свойства СЛС ПЖРВ остаются повышенными, а пластические свойства сильно пониженными, что было отмечено в работах [137, 138]. Необходимо провести структурные исследования СЛС образцов из высокопористого несферического порошка ПЖРВ.

Кроме того, поскольку порошок ПЖРВ высокопористый и несферический, для более надежной оценки механических свойств сплавленных из него образцов, проведены дополнительные испытания на сжатие при комнатной температуре до истинной деформации  $\varepsilon = 0,3$  со скоростью деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  в камере силового имитатора Gleeble-3800 (рисунок 4.16).

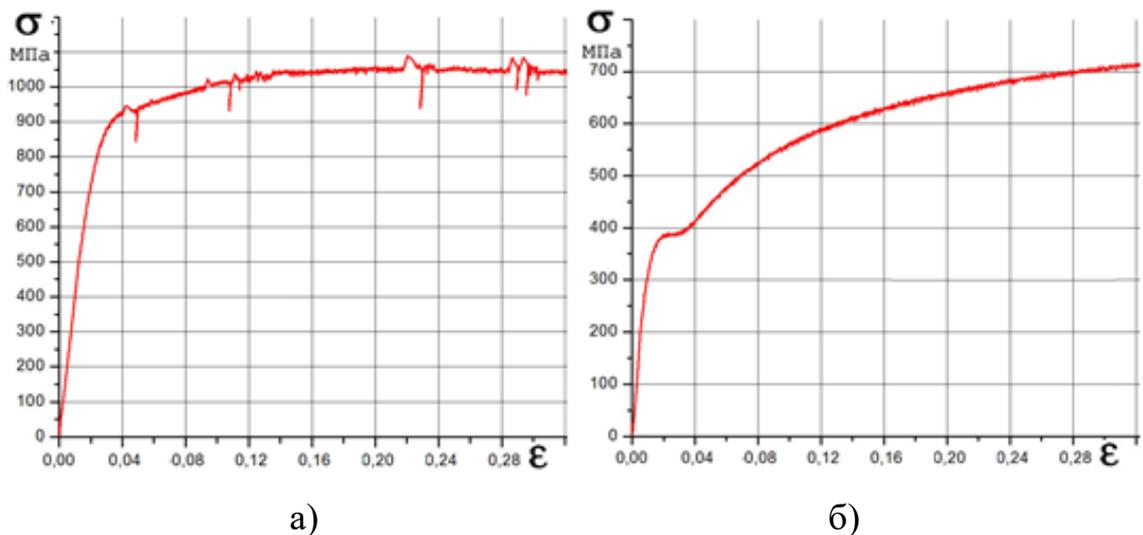


Рисунок 4.16 – Диаграммы сопротивления пластической деформации образцов ПЖРВ в состоянии после СЛС – а) и после термической обработки при 980 °С в течение 300 с – б)

Установлено, что в условиях сжатия полученных образцов предел текучести составил 720 МПа, а наибольшее значение сопротивления деформации достигло 1050 МПа, что также превышает аналогичные показатели монолитного материала аналогичного химического состава. На участке параболического упрочнения на диаграммах  $\sigma(\varepsilon)$  зафиксированы хаотически расположенные экстремумы локального упрочнения, после которых следуют резкие сбросы нагрузки. Вид диаграмм свидетельствует о неоднородном внутреннем строении образцов. Для снятия напряжений была проведена ТО образцов при температуре 980 °С в

течение 300 с с последующим охлаждением со скоростью  $\sim 6$  °C/с. Температура выбрана из расчета того, что она выше температуры фазового превращения  $\gamma \leftrightarrow \alpha$  и ниже температуры рекристаллизации 1125 °C. Данный режим термообработки вызвал снижение прочностных показателей металла в 1,5 раза. Кроме этого, на уровне  $\sigma = 400$  МПа появилась площадка текучести, обусловленная эффектом деформационного старения.

Все структурные исследования проводились для СЛС образцов ПЖРВ, изготовленных при энерговыделении 0,25 Вт·с/мм. Полученные изображения травленых шлифов подтвердили структурные особенности аддитивных материалов (рисунок 4.17).

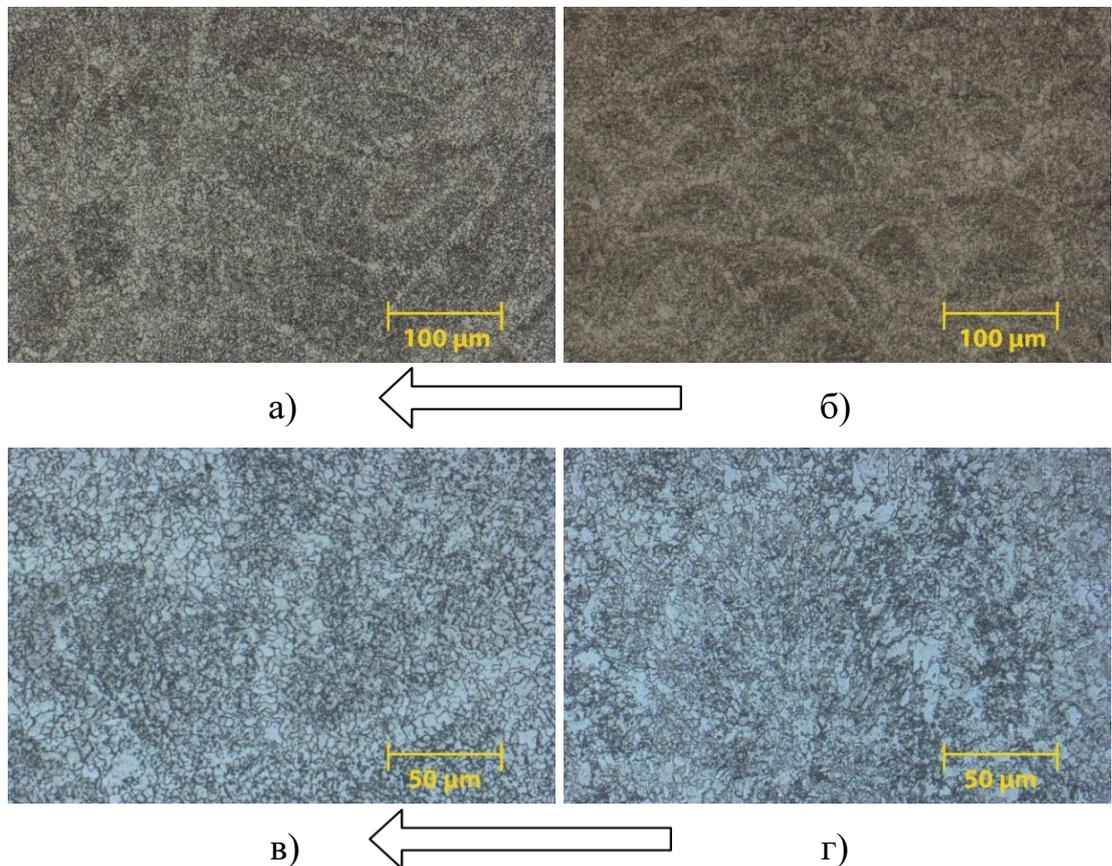


Рисунок 4.17 – Структура аддитивных образцов ПЖРВ при различных увеличениях вдоль – а, в) и поперек – б, г) ВД. Стрелкой показано ВД

На увеличениях порядка 100 мкм отчетливо видны частично перекрывающиеся капли – полусферы. При больших увеличениях можно наблюдать очень мелкие субзерна, как и в случае сплавления нержавеющей

сталей, несмотря на сильную несферичность и высокую пористость исходного порошка ПЖРВ. В целом структура представляет собой мелкозернистый феррит с размером зерна порядка  $5\div 20$  мкм, что объяснимо быстрым охлаждением сплавляемого участка после отвода лазерного луча – поэтому зерно не успевает укрупниться. В пределах одних участков были обнаружены равноосные рекристаллизованные зерна размером до 20 мкм, в других – одинаково ориентированные неравноосные кристаллиты с соотношением осей  $\sim 1:3$ . Кристаллиты образуют группы в форме дугообразных слоев шириной по фронту до 80 мкм. Опираясь на известные данные о кристаллизации расплавленного металла [139], можно предположить, что более крупные равноосные зерна образовались в условиях наибольшего нагрева сплавляемого слоя.

Фрактографические исследования изломов СЛС образцов ПЖРВ выявили множество мелких ( $< 2$  мкм) частиц (рисунок 4.18).

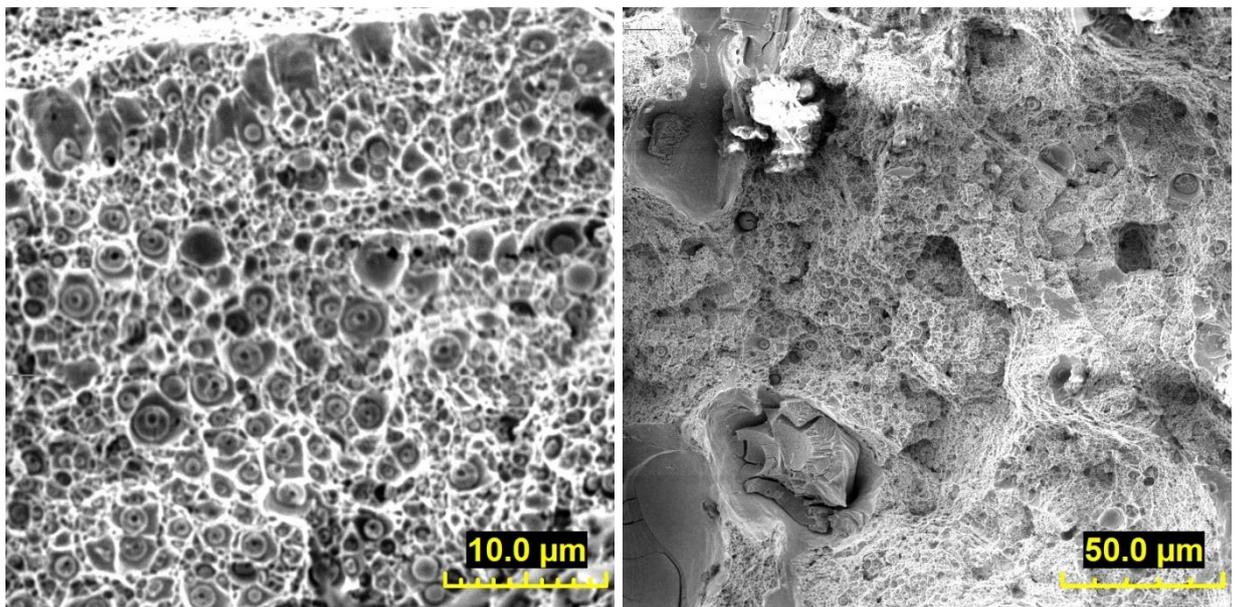


Рисунок 4.18 – Фрактографические исследования излома аддитивного ударного образца ПЖРВ при различных увеличениях

Визуально наблюдались траектории разлетающихся частиц, оседающих как на элементы установки СЛС, так и на слои порошка, и в остывающую ванну расплава – рисунок 4.19. Наличие треков над поверхностью порошка свидетельствует о том, что образование отдельных включений могло происходить

не только в толще сплавляемого материала при проплавлении лазером высокопористого порошка, но и в свободном состоянии, т.е. при взаимодействии разлетающихся частиц с остаточным кислородом камеры построения. Наличие темного пара над поверхностью порошка позволяет предположить, что в некоторых редких случаях возможна конденсация паров металла в капли расплава. Данные частицы могут представлять собой оксиды железа. Несмотря на скоротечность актов сплавления, такой дополнительный механизм образования частиц вполне вероятен. Более детально брызги, разлетающиеся из пятна лазерного воздействия, изучены в разделе 4.6.

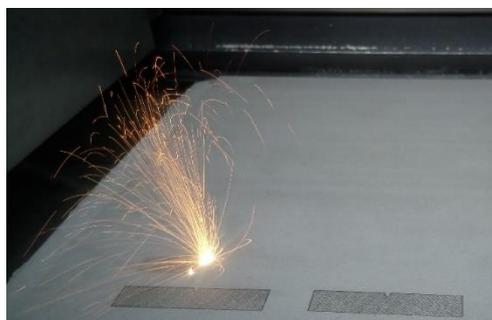


Рисунок 4.19 – Траектории разлета частиц и металлический пар в камере установки СЛС при сплавлении порошка ПЖРВ

Поскольку технически-чистое железо является ферромагнитным материалом, на образцах из несферического порошка ПЖРВ отработывалась технология получения магнитных свойств, не уступающих традиционным магнитам. Были изготовлены кольцевые образцы с наружным диаметром 26 мм, внутренним диаметром 20 мм, высотой 9,6 мм (рисунок 4.20а). После проведения измерений в исходном состоянии образец подвергся ТО при температуре рекристаллизации 1125 °С. Очевидно, максимальная магнитная проницаемость аддитивного образца ПЖРВ значительно уступает требованиям к аналогам из ГОСТ 11036-75 [140], а коэрцитивная сила даже после ТО намного выше, что может быть объяснено мелкозернистым строением СЛС образцов, поскольку коэрцитивная сила обратно пропорциональна размеру зерна ( $H_c \sim 1/d$ ) [80, 141]. Результаты измерения магнитных свойств аддитивного кольца представлены на рисунке 4.20б и в таблице 4.2.

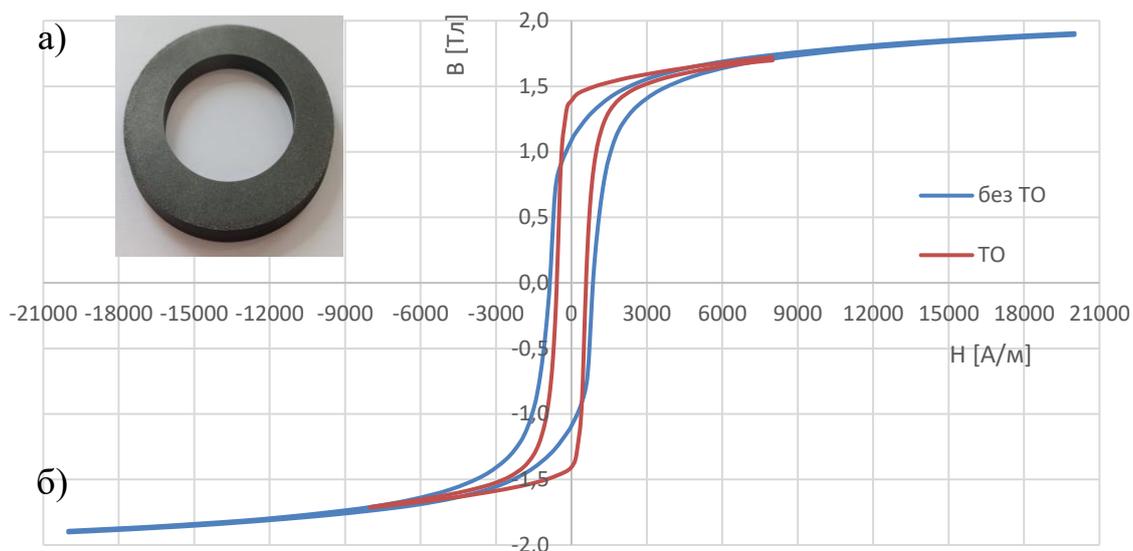


Рисунок 4.20 – Опытный аддитивный кольцевой образец ПЖРВ для измерения магнитных характеристик – а) и результаты измерений (петля гистерезиса) – б)

Таблица 4.2 – Результаты измерений магнитных свойств опытного аддитивного кольца из сплава ПЖРВ

$H_c$ , А/м	$B_r$ , Тл	$(BH)_{max}$ , Дж/м <sup>3</sup>	$\mu_{нач.}$	$\mu_{max}$
до термической обработки				
858	1,09	472	72,8	525
после термической обработки 1125 °С / 3 ч				
582	1,39	392	88,2	871
ГОСТ 11036-75 [140]				
50-95	1-1,15	—	—	6300

Таким образом, результаты исследований показали, что технологически сплавление даже несферического высокопористого порошка возможно. В структурах аддитивного ПЖРВ основными составляющими являются микрованны расплава, образованные послойным проплавлением частиц порошка, наносимого на выращиваемую поверхность, и последующей кристаллизацией расплава, сама структура представляет собой мелкозернистый феррит с размером

зерна  $5\div 20$  мкм. В структурах обнаружены мелкие оксиды (диаметром  $< 2$  мкм). Установлены закономерности влияния энергозатрат на механические свойства, при этом предел текучести и временное сопротивление для аддитивного ПЖРВ значительно выше, чем у аналогов, полученных традиционными металлургическими технологиями, а ударная вязкость, наоборот, в несколько раз меньше. Магнитные характеристики аддитивного ПЖРВ также отличаются от аналогов: коэрцитивная сила на порядок выше даже после проведения ТО, которая не привела к значительному росту размеров зерна.

#### **4.3. Структурные особенности и свойства аддитивного магнитомягкого сплава 80НХС**

Изготовление образцов для измерения пористости, магнитных и механических свойств, а также для проведения структурных исследований осуществлялось из наработанной партии 20 кг порошков, полученной при выбранных в разделе 3.1 параметрах распыления расплава. Устанавливались оптимальные параметры сплавления и экспериментально подбирались режим термической обработки для получения аддитивных образцов 80НХС с магнитной проницаемостью, удовлетворяющей требованиям АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор».

Согласно данным, представленным в разделе 3.5, энергозатраты при СЛС сплава 80НХС должны составлять  $0,2$  Вт·с/мм и более. В этом диапазоне были изучены шлифы (рисунок 4.21) травленых СЛС образцов сплава 80НХС, на которых ранее измерялась плотность. В структуре материала обнаружены некоторые различия. При энергозатратах  $0,28$  Вт·с/мм и менее в образцах отмечено присутствие крупных включений, которые могут снижать магнитные свойства. Все дальнейшие исследования целесообразно проводить на образцах, полученных при энергозатрате  $0,32$  Вт·с/мм. Тем не менее, для всех образцов отмечается наличие частично перекрывающихся капель – полусфер, что свойственно другим исследуемым аддитивным материалам (разделы 4.1 и 4.2).

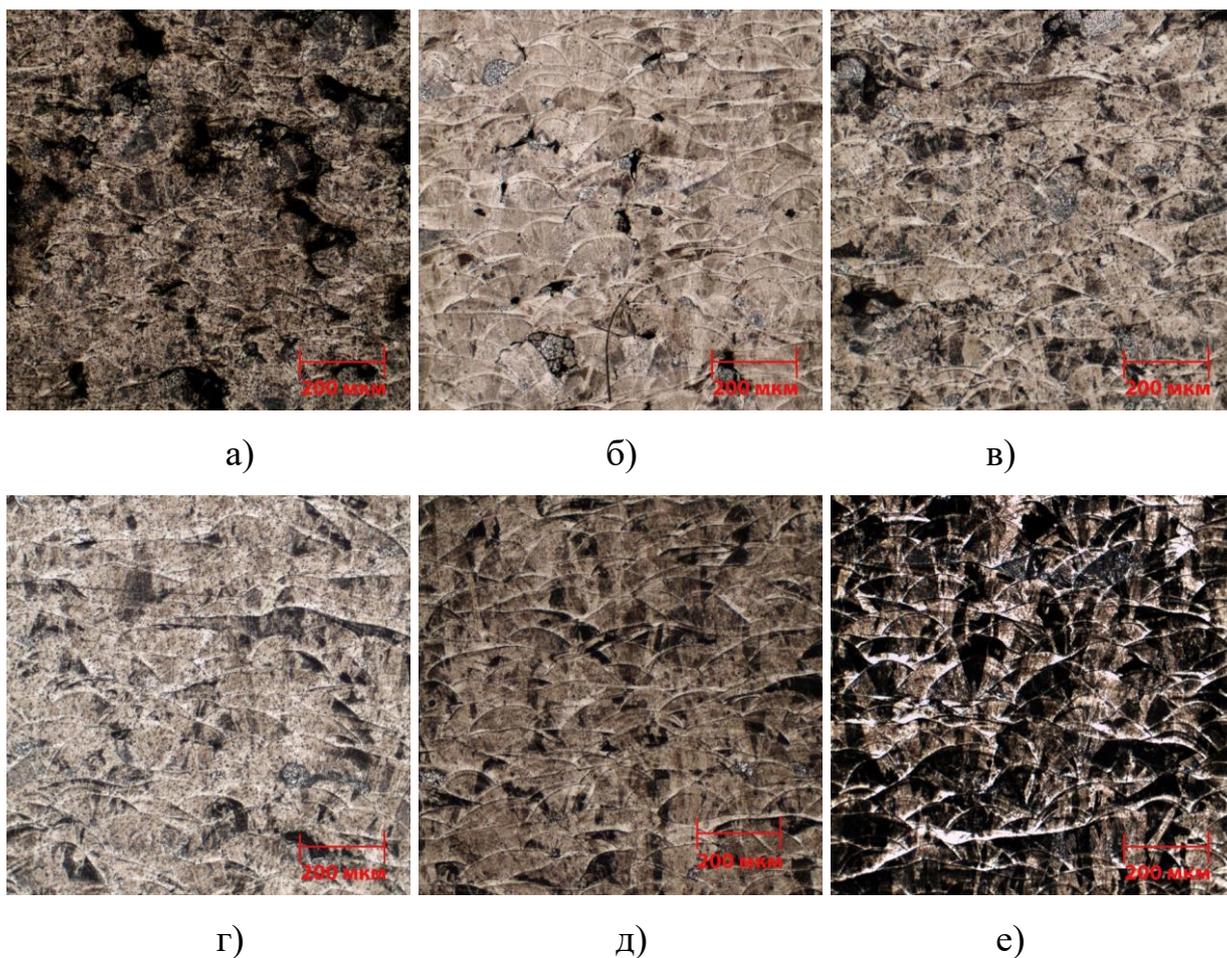


Рисунок 4.21 – Структура СЛС образцов сплава 80НХС: энерговложение 0,19 Вт·с/мм – а), 0,21 Вт·с/мм – б), 0,24 Вт·с/мм – в), 0,28 Вт·с/мм – г), 0,32 Вт·с/мм – д), 0,38 Вт·с/мм – е)

Для определения механических свойств при выбранном энерговложении 0,32 Вт·с/мм изготовлены образцы (рисунок 4.22), геометрические размеры которых соответствуют требованиям ГОСТ [116, 117, 118] (раздел 2.8).



Рисунок 4.22 – Внешний вид СЛС образцов 80НХС

Механические свойства СЛС материала 80НХС в исходном состоянии (без ТО) представлены в таблице 4.3. Можно отметить характерные отличия от свойств кованных образцов, что наблюдалось для других аддитивных материалов (разделы 4.1 и 4.2): значения предела текучести и временного сопротивления СЛС материала превышают значения, указанные в ГОСТ [123] для кованных образцов аналогичного химического состава, при этом КСЧ практически в 1,3 раза меньше.

Таблица 4.3 – Механические свойства аддитивного сплава 80НХС

Ударная вязкость, Дж/см <sup>2</sup>	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %
до термической обработки			
166	616,4	481,9	30,4
ГОСТ 10160-75 [123]			
220	540	145	40

Кроме того, при энергозатрате 0,32 Вт·с/мм по 3D-модели (рисунок 4.23а) изготовлены кольцевые образцы (рисунок 4.23б) для измерения магнитных свойств согласно методике, описанной в разделе 2.9. На рисунке 4.23в представлен образец с намотанными измерительными катушками, подготовленный для проведения измерений.

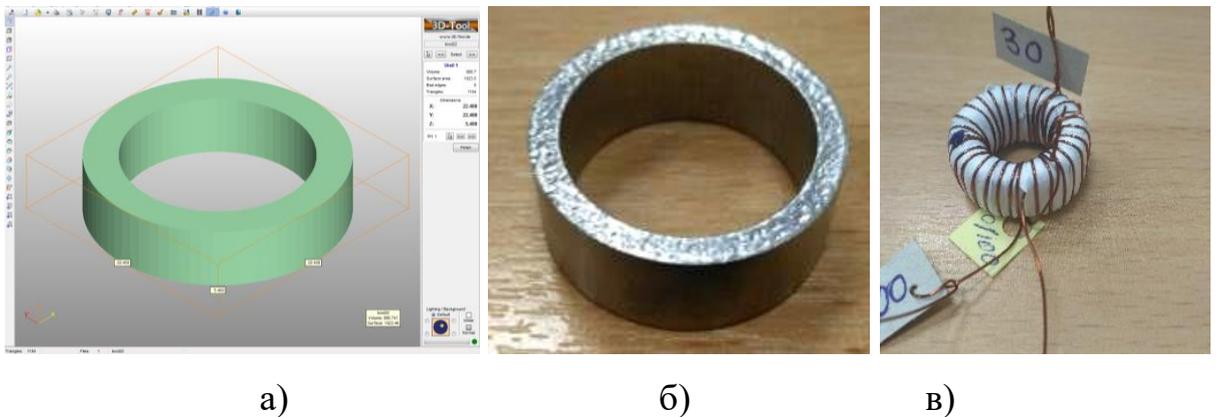


Рисунок 4.23 – Кольцевой образец 80НХС для измерения магнитных характеристик

Результаты измерений магнитных характеристик колец, построенных методом СЛС и выточенных из кованных заготовок, без проведения ТО, представлены в таблице 4.4 и, очевидно, не соответствуют требованиям ГОСТ 10160-75 [123], поскольку ГОСТ предполагает обязательное проведение ТО при температуре 1125 °С в течение 3 ч для укрупнения зеренной структуры (требуемые значения представлены в той же таблице). Следует отметить наименьшие значения магнитной проницаемости и наибольшее значение коэрцитивной силы у СЛС колец. С учетом того, что в общем виде коэрцитивная сила обратно пропорциональна размеру зерна [141], можно предположить, что размер зерна в СЛС материале практически в 2 раза меньше, чем в выточенном.

Таблица 4.4 – Магнитные свойства сплава 80НХС

Материал	$\mu_{\text{нач.}}$ , Гс/Э не менее	$\mu_{\text{max}}$ , Гс/Э не менее	$H_c$ , А/м не более	$B_s$ , Тл не менее
Требования согласно ГОСТ [123]	20000	70000	3,2	0,630
Требования АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор	—*	30000	3,2	0,630
Прутки 80НХС	940	2850	25,0	0,630
СЛС образец	297	2018	49,4	0,627

\*требование не предъявляется

Согласно рекомендациям ГОСТ [123], была проведена ТО, выточенных и СЛС колец по режиму: нагрев в вакууме  $5 \cdot 10^{-5}$  мм рт. ст. до температуры  $(1125 \pm 25)$  °С со скоростью не более 550 °С/ч и изотермическая выдержка при этой температуре 3 ч. Скорость охлаждения до температуры 400÷500 °С не превышала 200 °С/ч, а в интервале с 400 °С до 200 °С – 400 °С/ч. Данный режим не привел к получению требуемых магнитных характеристик как на аддитивных кольцах, так и на выточенных из кованных заготовок, поэтому были опробованы другие режимы ТО. В таблице 4.5 представлены результаты измерения магнитных свойств после ТО при всех опробованных режимах.

Таблица 4.5 – Результаты измерения магнитных характеристик при различных режимах ТО

T, °C	t, ч	$\mu_{нач.}$ , Гс/Э	$\mu_{max}$ , Гс/Э	H <sub>c</sub> , А/м	B <sub>s</sub> , Тл
Аддитивные образцы					
1125	3	5452	17248	13,1	0,63
1125	9	5803	18063	12,7	0,63
1200	3	4827	16141	13,3	0,63
1200	9	9606	25462	7,4	0,64
1250	3	10528	29434	5,4	0,64
1250	9	10969	30979	4,8	0,64
1300	3	11228	35613	3,7	0,64
1300	9	11961	35710	3,1	0,64
Образцы, выточенные из кованных заготовок					
1125	3	13256	38030	3,1	0,62
1125	9	21295	48582	2,2	0,64
1200	3	15131	44393	3,2	0,63
1200	9	21295	53227	2,5	0,65
1250	3	22285	57136	2,8	0,66
1250	9	27121	68011	2,4	0,67
1300	3	38706	79874	1,9	0,67
1300	9	42241	84227	1,8	0,68

Зависимости магнитных свойств материала 80НХС от режимов термической обработки представлены на рисунке 4.24. ТО в интервале до 1125 °C не проводится согласно ГОСТ [123], поэтому точки на графике между этой температурой и комнатной (20 °C) соединены прямой линией.

Увеличение времени выдержки с 3 до 9 ч оказало незначительное влияние на изменение значений коэрцитивной силы, начальной и максимальной магнитной проницаемости. Основные изменения этих параметров зависят от температуры при ТО. При температуре 1300 °C на выточенных из кованных заготовок кольцах требования ГОСТ [123] выполняются, а на аддитивных все еще нет. При увеличении температуры ТО до 1350 °C происходит резкий спад

магнитных характеристик, что подтверждается и другими авторами [83], ввиду чего сделан вывод о нецелесообразности дальнейшего увеличения температуры и времени выдержки образцов.

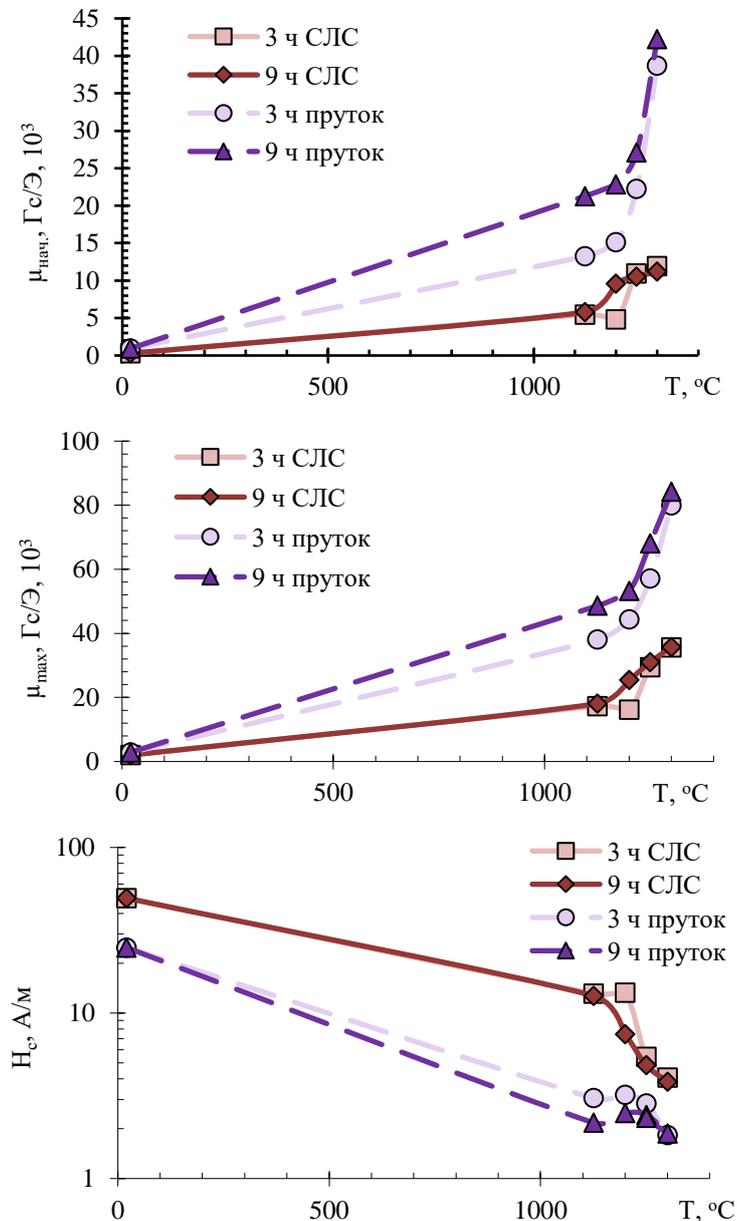


Рисунок 4.24 – Изменение магнитной проницаемости и коэрцитивной силы образцов из сплава 80НХС в зависимости от режима ТО [142]

В результате этого исследования определен оптимальный режим ТО для получения максимальных магнитных характеристик: выдержка 9 ч при температуре 1300 °С. При этом значения, определяемые ГОСТ [123], достигаются только для выточенных колец. Петли гистерезиса СЛС и выточенных колец представлены на рисунке 4.25.

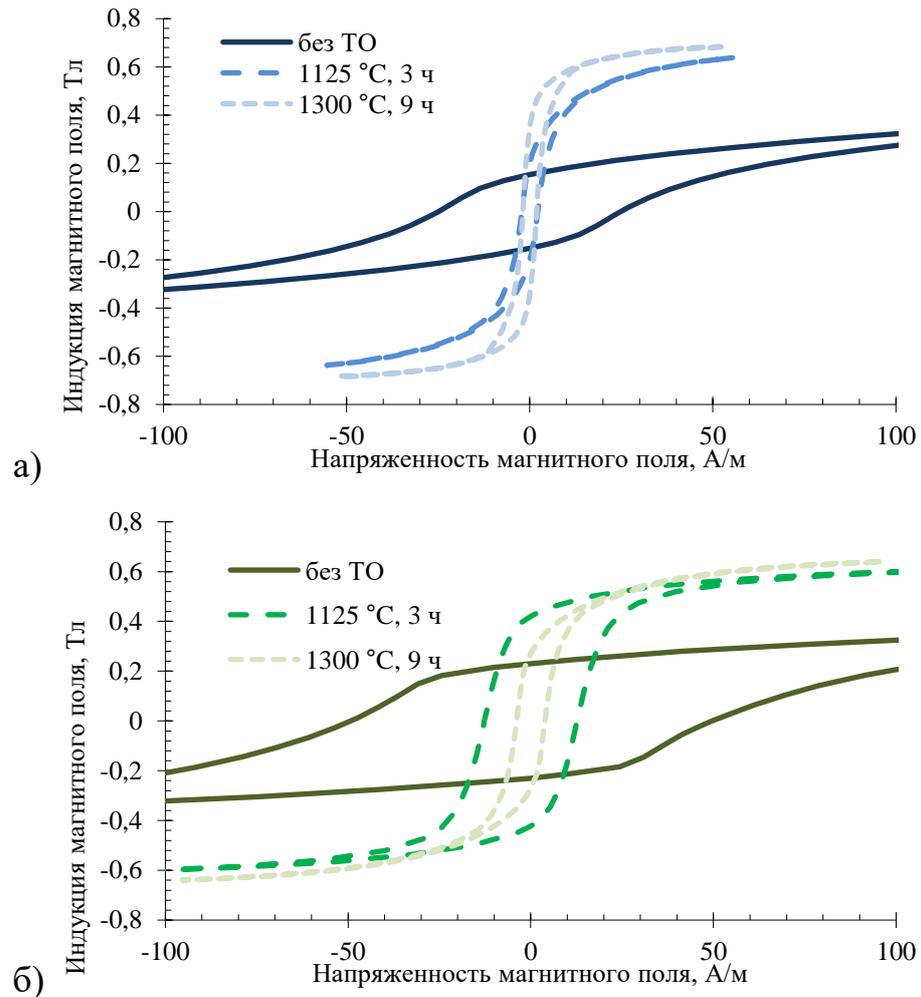


Рисунок 4.25 – Петли гистерезиса выточенных из кованных заготовок – а) и аддитивных – б) кольцевых образцов сплава 80НХС

Несмотря на разницу коэрцитивной силы практически в 2 раза в исходном состоянии, формы петель гистерезиса СЛС и выточенных образцов подобны – сильно вытянутая петля с практически одинаковой остаточной намагниченностью в районе  $0,15 \div 0,25$  Тл. Следовательно, можно заключить, что структуры материала в исходном состоянии приблизительно одинаковы. После проведения ТО при различных режимах форма петель гистерезиса претерпевает изменения: петли становятся уже, пока не приходят к виду, указанному в ГОСТ [123], при режиме ТО 1300 °C в течение 9 ч [142, 143].

В целом по результатам измерений можно сделать вывод, что магнитные характеристики СЛС материала после ТО существенно ниже, чем у выточенных кольцевых образцов, однако и для него наблюдается тенденция к росту при

повышении температуры и времени выдержки. Тем не менее, полученные при уточненном режиме ТО характеристики СЛС сплава 80НХС удовлетворяют требованиям (указаны в таблице 4.4), предъявляемым АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» к материалам экранирующих корпусов гироскопов: максимальная магнитная проницаемость  $\mu_{max}$  не менее 30000 Гс/Э и индукция  $B_s$  не менее 0,63 Тл, коэрцитивная сила  $H_c$  не более 3,2 А/м. Различия магнитных свойств СЛС и выточенных из кованных заготовок образцов свидетельствуют о том, что в них по-разному протекают процессы релаксации напряжений и рекристаллизации в процессе ТО, что должно подтверждаться данными соответствующих структурных исследований.

При ТО снижаются напряжения и плотность дефектов и должна образовываться равновесная крупнозернистая структура [142], однако сравнительная металлография аддитивных и выточенных из кованных заготовок образцов (рисунок 4.26) подтвердила существенные различия в их зеренной структуре. В СЛС и выточенных образцах, не прошедших ТО, структуры действительно оказались приблизительно одинаковы. В выточенных образцах равноосные аустенитные зерна имеют размер порядка  $50 \div 250$  мкм, также присутствуют крупные вытянутые плохо вытравливаемые области, что свидетельствует о частичном протекании рекристаллизации (что характерно для горячей деформации). Микроструктура СЛС материала представляет собой вытянутые в направлении построения зерна со средним размером до 200 мкм. После проведения ТО структуры начинают сильно различаться. В выточенных образцах после отжига длительностью 9 ч при разных температурах зерно увеличивается до 1200 мкм. При ТО 1125 °С зерна аустенита равноосные, что говорит о завершённой первичной и начале вторичной рекристаллизации. При 1250 °С наблюдается реактивный рост крупных зерен, что говорит о собирательной рекристаллизации. В структурах наблюдаются двойники отжига. В СЛС материале после ТО при температуре 1125 °С формируется разнотернистая структура: часть зерен размером 200 мкм имеют вытянутую вдоль направления построения образца форму (доля таких зерен составляет около 20 %), часть

рекристаллизованных зерен размером 80 мкм (их доля 40 %) и 20 мкм (тоже 40 %), границы зерен извилистые. Повышение температуры до 1200 °С не приводит к снижению разности зернистости, двойники отжига отсутствуют. Дальнейшее повышение температуры до 1300 °С приводит к выравниванию разности зернистости аустенита, средний размер зерен составляет уже 300 мкм. Однако даже при температуре 1300 °С сохраняется извилистость границ зерен.

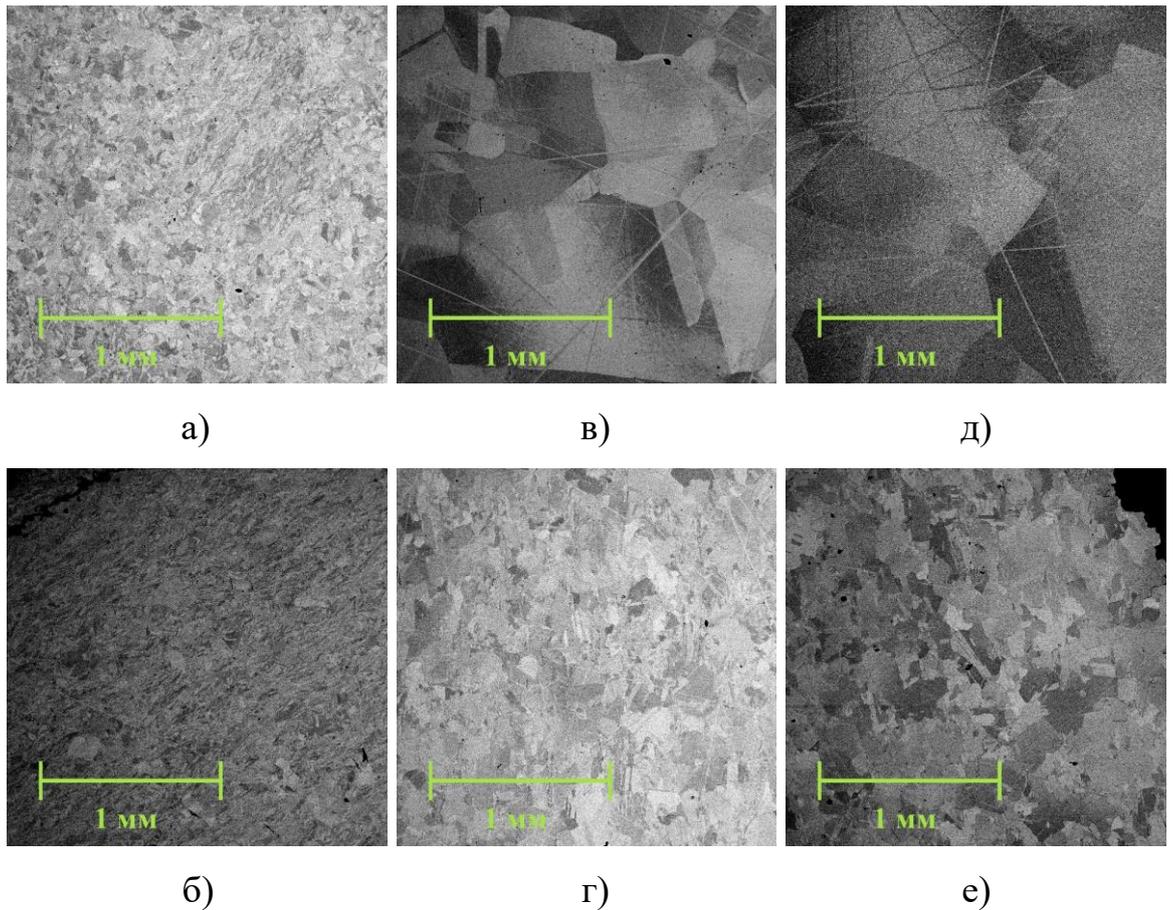


Рисунок 4.26 – Микроструктура выточенных – а, в, д) и СЛС – б, г, е) образцов сплава 80НХС: без ТО – а, б), ТО 1125 °С в течение 3 ч – в, г), ТО 1300 °С в течение 9 ч – д, е)

Для подтверждения данных структурных исследований проведен EBSD анализ (рисунок 4.27) аддитивных и кованных образцов. Анализ кованого металла в исходном состоянии выявил деформационную дисперсную микроструктуру со средним размером фрагмента около 3 мкм. При этом построенные ПФ показывают, что отклонения от среднего значения ориентировки фрагментов, наблюдаемых на поле размером около 20 мкм, не превышают 10÷15 °. На ПФ

(001) наблюдается 3 размытых рефлекса, на ПФ (010) – 6 рефлексов, на ПФ (111) – 4 рефлекса, что характерно для единственного сильно разориентированного кристаллита. При этом размытые рефлексы на ПФ имеют форму эллипса, а его большая ось, вероятно, соответствует направлению деформации. Таким образом, зерна размером до 250 мкм, наблюдаемые на оптических изображениях, имеют дисперсную субструктуру деформационного происхождения. Накопленная при штамповке деформация способствует протеканию статической рекристаллизации и значительному росту зерна при ТО, что наблюдается на изображениях микроструктуры. Исследовать данный образец в состоянии после ТО методом EBSD не представляется возможным ввиду того, что большие размеры зерна превышают величину поля.

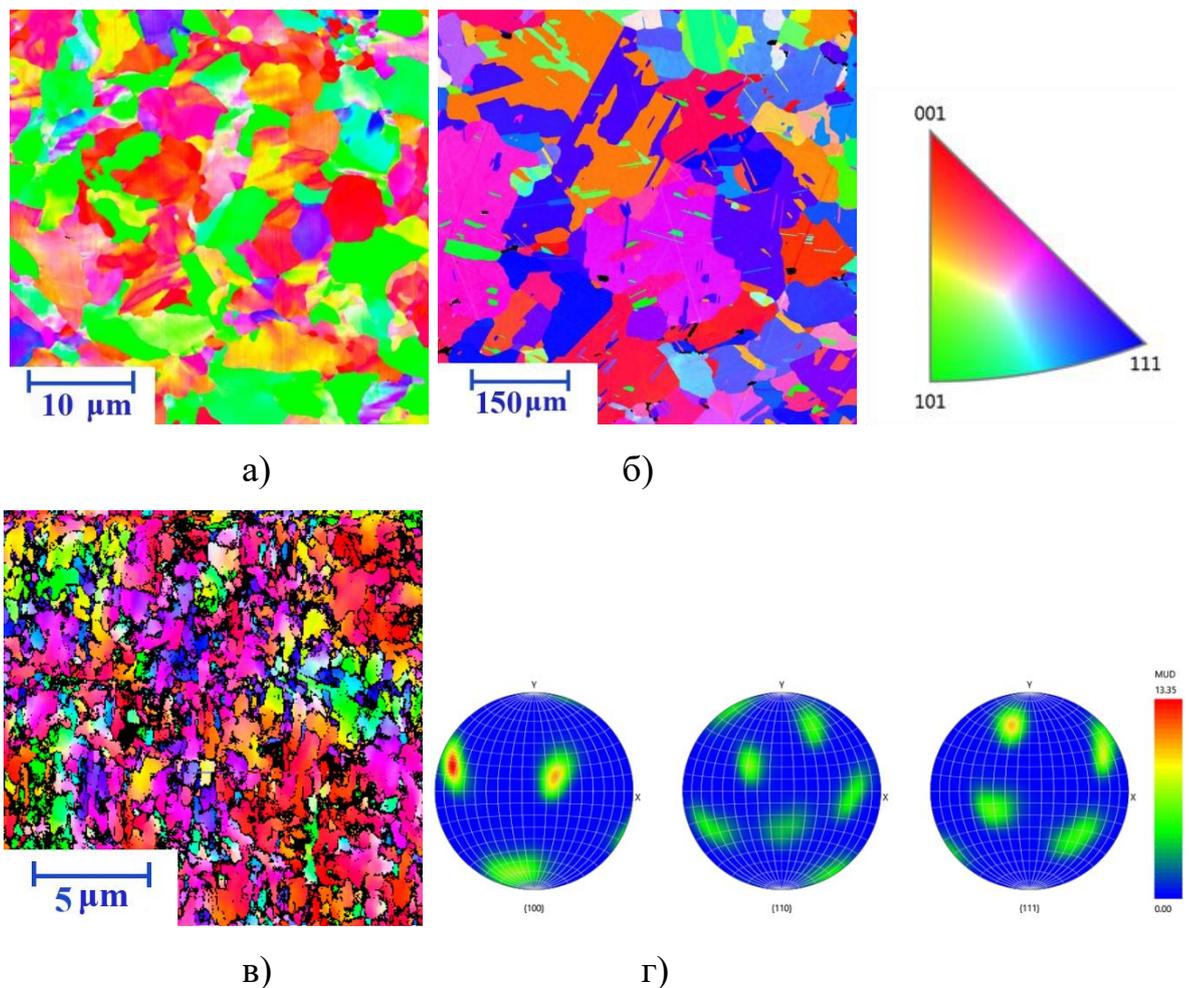


Рисунок 4.27 – EBSD анализ аддитивного сплава 80НХС в исходном состоянии – а) и после ТО 1300 °С в течение 9 ч – б), а также кованого образца 80НХС в исходном состоянии – в) и его ПФ – г)

Согласно расчетам, выполненным в автоматическом режиме, ЭДО для аддитивного образца в исходном состоянии составляет ~9 мкм, а после ТО 1300 °С в течение 9 ч – ~282 мкм. Таким образом, были подтверждены данные структурных исследований в части схожих размеров зерна образцов в исходном состоянии и касательно существенного роста размера зерна для аддитивного образца при выбранном режиме ТО.

Мелкозернистое строение аддитивного сплава 80НХС, различимое на рисунках 4.21, 4.26 и 4.27, определяет повышенные значения коэрцитивной силы, которая возрастает обратно-пропорционально размеру зерна [141]), и, соответственно, пониженные значения остальных магнитных характеристик. Таким образом, структурные исследования подтвердили, что зерна СЛС материала до и после ТО укрупняются намного меньше, чем в выточенных образцах, что приводит к существенному различию магнитных свойств.

С другой стороны, при исследовании СЭМ одного из кованых образцов (рисунок 4.28) были обнаружены крупные поры, чего не наблюдалось для аддитивного образца, что говорит о преимуществе использования аддитивной технологии для изготовления изделий из сплава 80НХС. Наличие крупных пор негативно сказывается на магнитных и механических свойствах магнитомягких сплавов.

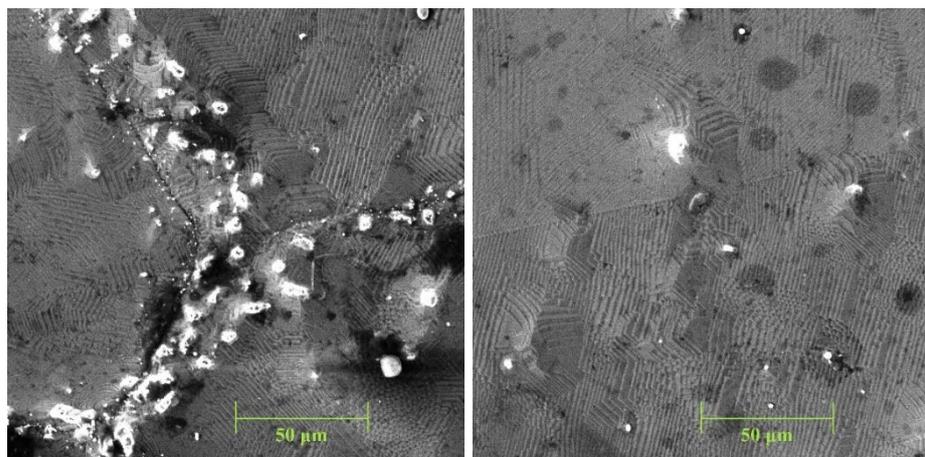


Рисунок 4.28 – Дефекты, обнаруженные в микроструктуре выточенных из кованых заготовок образцов

В целом, можно сделать вывод, что изготовление изделий методом СЛС из

сплава 80НХС возможно. Мелкозернистая структура СЛС сплава 80НХС в исходном (без ТО) состоянии ввиду быстрого охлаждения сплавляемого участка приводит к более высоким остаточным напряжениям, а уровень магнитных свойств в сравнении с выточенными из кованных заготовок образцами из того же сплава критически низкий. Поскольку коэрцитивная сила по индукции зависит от размера зерна, необходимо уточнить режим ТО СЛС образцов: более высокие температуры с одновременным увеличением времени выдержки повышают подвижность дислокаций и границ доменов и способствуют росту зерна. Установленные оптимальные параметры сплавления (энерговложение 0,32 Вт·с/мм) и экспериментально подобранный режим ТО (1300 °С при времени изотермической выдержки 9 ч) позволили изготовить СЛС сплав 80НХС с магнитной проницаемостью 35710 Гс/Э и индукцией 0,63 Тл, что сопоставимо со свойствами образцов, выточенных из кованных заготовок. Полученные магнитные характеристики СЛС материала удовлетворяют требованиям, предъявляемым АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» к изделиям из сплава 80НХС, что позволяет перейти к изготовлению аддитивных экранирующих корпусов для гироскопов (раздел 5.2).

#### **4.4. Структурные особенности и свойства аддитивного магнитотвердого сплава 25Х15К(А)**

Изготовление образцов для измерения пористости, магнитных и механических свойств, а также для проведения структурных исследований осуществлялось из наработанной партии 20 кг порошков, полученной при выбранных в разделе 3.1 параметрах распыления расплава. Закономерности влияния энерговложения на механические свойства исследовались на образцах (рисунок 4.29), геометрические размеры которых соответствуют требованиям ГОСТ [116, 117, 118] (раздел 2.8). Диапазон сплавления был ограничен энерговложением от 0,24 до 0,29 Вт·с/мм согласно результатам измерения пористости, представленным в разделе 3.5.

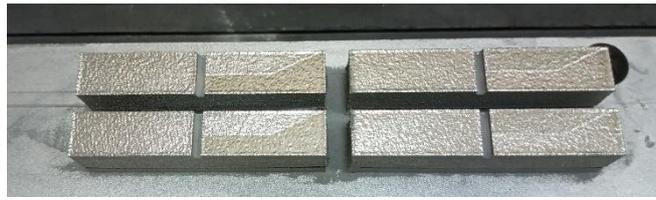


Рисунок 4.29 – Внешний вид СЛС образцов 25X15К

Результаты механических испытаний и их сравнение с требованиями, предъявляемыми ГОСТ 24897-81 [120] к сплаву 25X15К, представлены в таблице 4.6. Можно отметить, что в отличие от аддитивных материалов, рассмотренных в разделах 4.1-4.3, происходит рост не только прочностных, но и пластических свойств СЛС образцов 25X15К по сравнению с указанными в ГОСТ [120] для литых образцов аналогичного химического состава.

Таблица 4.6 – Механические свойства сплава 25X15К

Вид образца	Параметр				
	Ударная вязкость, Дж/см <sup>2</sup>	НВ, МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\delta$ , %
ГОСТ [120]	7,85	354	196	—*	1
СЛС (при энергозатрате 0,27 Вт·с/мм)	65	482	212	212	19

\*требование не предъявляется ГОСТ [120]

Для оценки основных магнитных свойств (остаточной магнитной индукции  $B_r$ , коэрцитивной силы по индукции  $H_{cb}$  и максимального энергетического произведения  $(BH)_{max}$ ) изготовлены цилиндрические образцы диаметром 10 и высотой 12 мм (рисунок 4.30а). Образцы прошли ТМО по режиму, определенному ГОСТ [120], за исключением гомогенизационного отжига (рисунок 4.30б), поскольку было выдвинуто предположение, что сама технология СЛС ввиду скоротечности актов нагрева и охлаждения заменяет эту операцию. После проведения ТМО к обозначению сплава 25X15К в конце добавляют символ  $A$ , обозначающий магнитную анизотропию. Измерения проведены на гистерезисграфах ЭМ8-6 и МН-50 на АО «Спецмагнит». Перед измерениями цилиндры были отшлифованы по торцам.

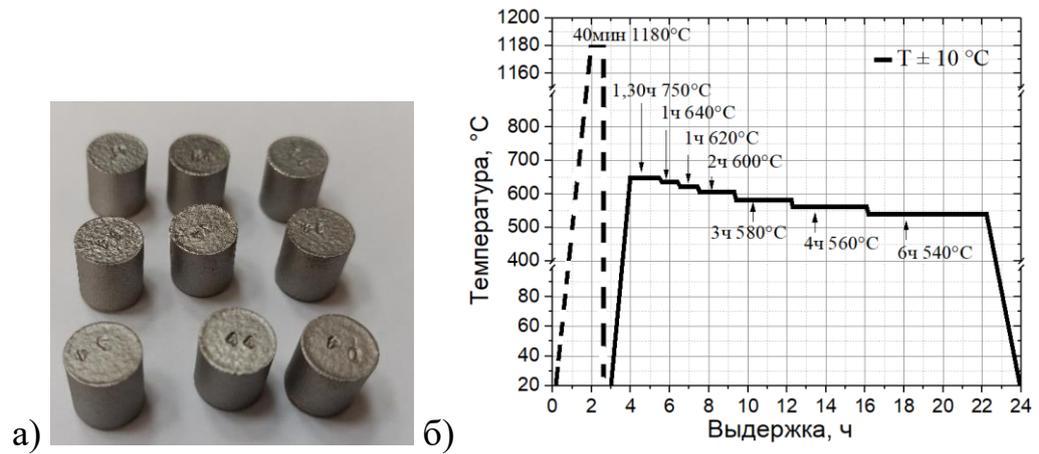


Рисунок 4.30 – СЛС образцы из сплава 25X15КА для оценки магнитных свойств – а) и уточненный режим ТМО сплава 25X15КА (исключенная операция гомогенизационного отжига показана пунктиром) – б)

Усредненные магнитные свойства СЛС образцов из сплава 25X15КА в зависимости от энерговложения представлены на рисунке 4.31.

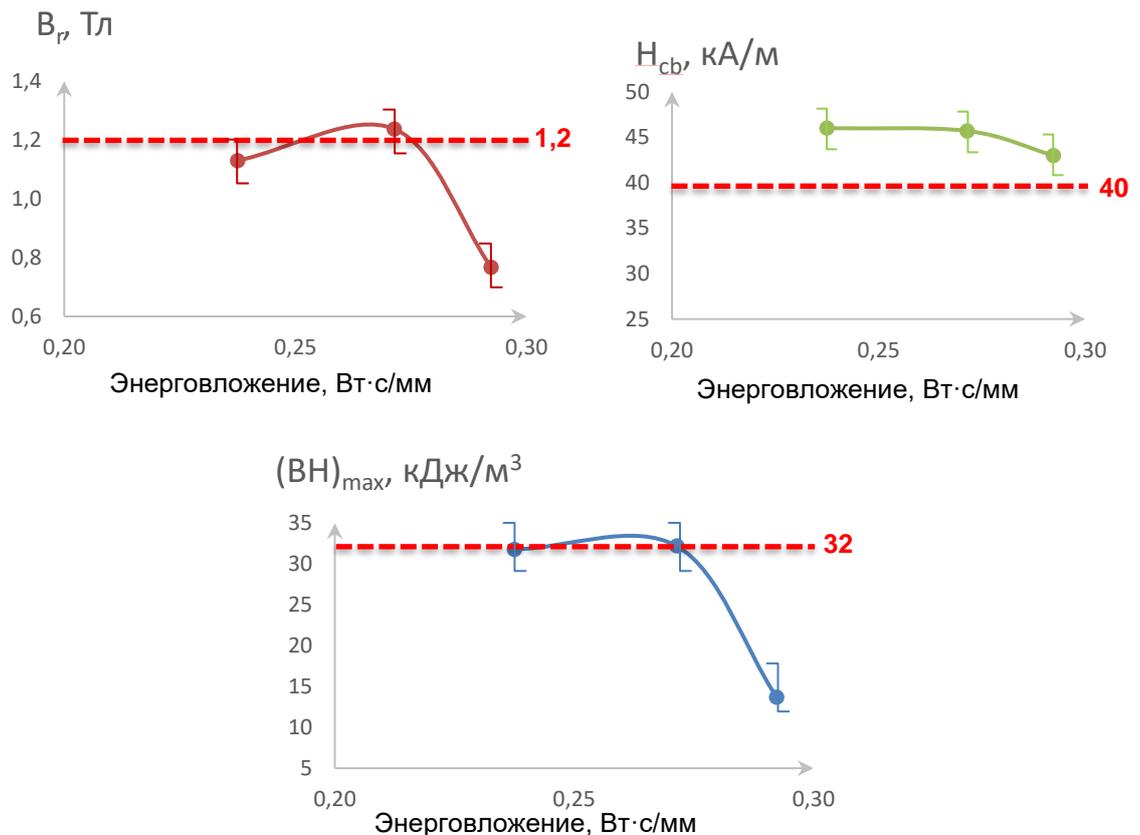


Рисунок 4.31 – Усредненные магнитные свойства СЛС образцов из сплава 25X15КА в зависимости от энерговложения. Пунктирной линией показаны требования ГОСТ [120]

По графикам видно, что магнитная индукция и максимальное энергетическое произведение плавно растут до достижения энерговоложения  $0,27 \text{ Вт}\cdot\text{с}/\text{мм}$ , а коэрцитивная сила по индукции практически не меняется до того же значения энерговоложения, при этом ее численные значения существенно превышают требования ГОСТ [120]. При достижении энерговоложения более  $0,27 \text{ Вт}\cdot\text{с}/\text{мм}$  ввиду локального перегрева расплава происходит значительное падение всех магнитных свойств. Таким образом, установлено [143, 144, 145], что аддитивным методом возможно получить сплав 25X15K, магнитные свойства которого сопоставимы с аналогичными свойствами литого сплава, а именно:  $B_r = 1,24 \text{ Тл}$ ,  $H_{cb} = 45,4 \text{ кА}/\text{м}$ ,  $(BH)_{\max} = 32,2 \text{ кДж}/\text{м}^3$ .

Металлографические изображения микроструктуры СЛС образца 25X15КА, построенного при энерговоложении  $0,27 \text{ Вт}\cdot\text{с}/\text{мм}$ , представлена на рисунке 4.32.

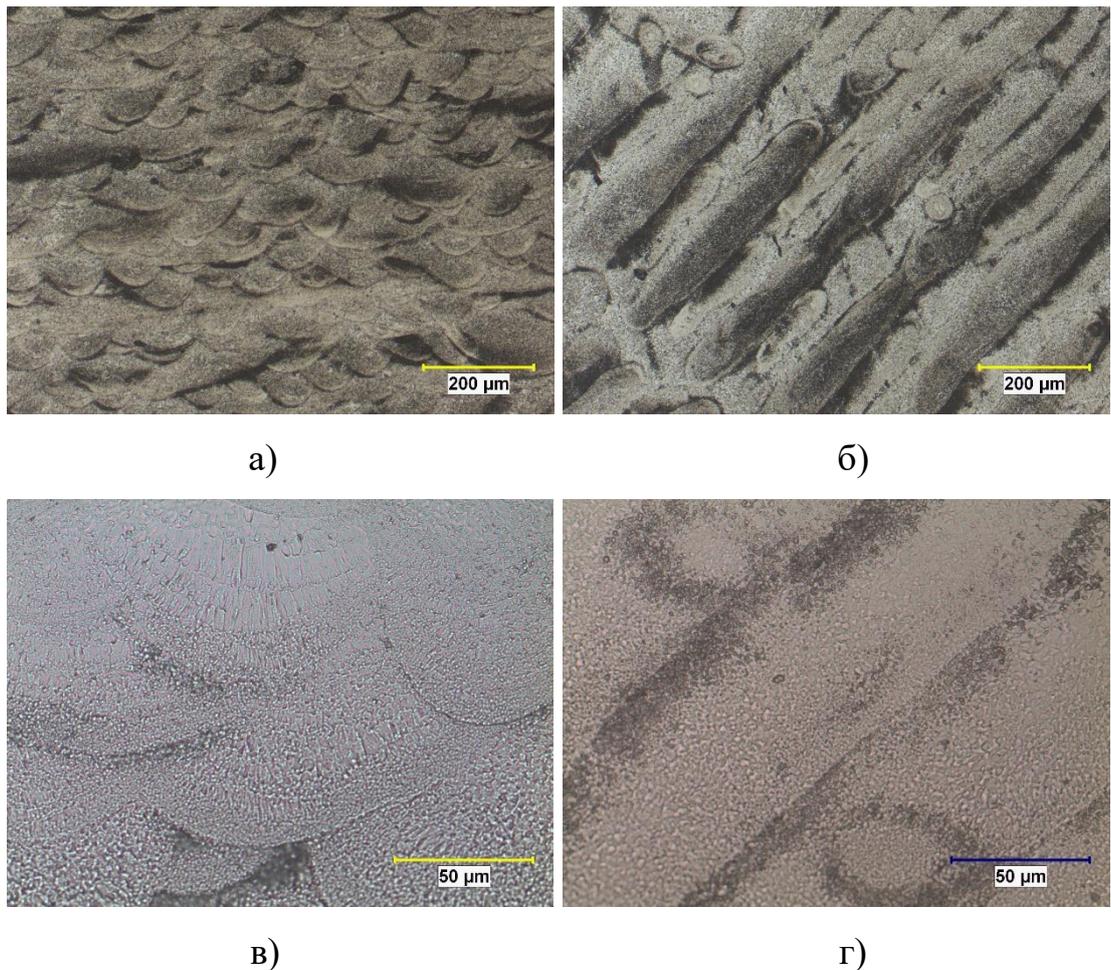


Рисунок 4.32 – Металлография СЛС образца 25X15КА вдоль – а, в) и поперек – б, г) VD

Можно заметить, что основными составляющими являются частично перекрывающиеся капли – полусферы, или микрованны расплава, образованные послойным проплавлением частиц порошка, наносимого на выращиваемую поверхность, и последующей кристаллизацией расплава. Похожие полусферы были обнаружены при сплавлении других аддитивных материалов (разделы 4.1-4.3).

В разделе 4.3 было показано, что структура аддитивного магнитомягкого сплава 80НХС мелкозернистая, и именно это объясняет повышенные значения коэрцитивной силы по индукции, поскольку она обратно пропорциональна размеру зерна [141]. Но если для магнитомягких сплавов это является негативным фактором, то для магнитотвердых – положительным. Для определения размеров зерна СЛС-сплава 25Х15КА был проведен EBSD анализ (рисунок 4.33). Для сравнения был исследован литой образец той же марки.

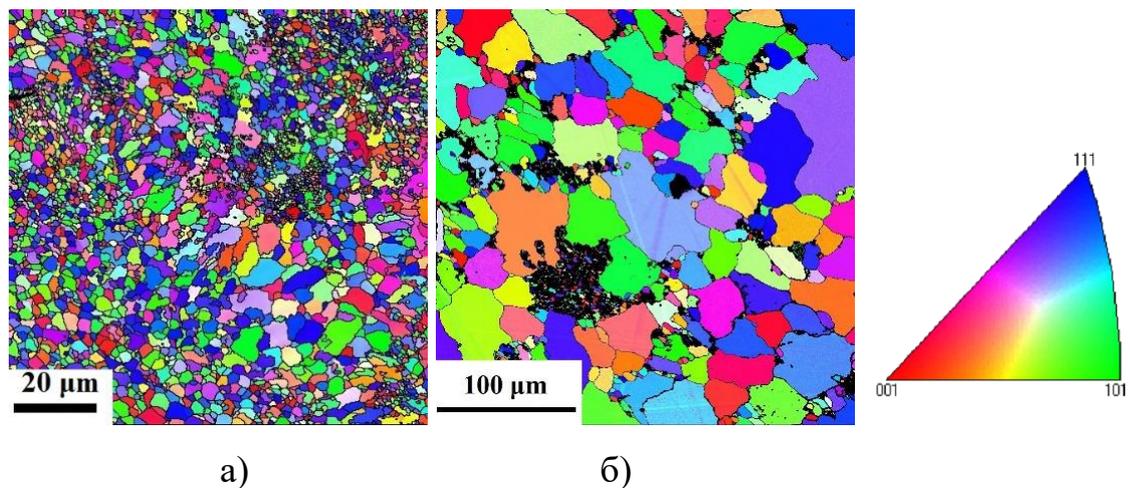


Рисунок 4.33 – EBSD анализ аддитивного – а) и литого – б) образцов сплава 25Х15КА

Согласно расчетам, выполненным в автоматическом режиме, ЭДО для аддитивного образца составляет 1,6 мкм, для литого – 17,3 мкм. Таким образом, была подтверждена мелкозернистая структура СЛС-сплава 25Х15КА. Ввиду наличия особой структуры СЛС образцов 25Х15КА наблюдаются повышенные значения коэрцитивной силы по индукции, а, следовательно, и максимального энергетического произведения, что видно на графиках на рисунке 4.31.

Методами ПЭМ определялись ключевые структурные параметры аддитивного и литого образцов 25X15КА: количество и морфология отдельных структурных фаз, размеры, плотность и элементный состав включений. Результаты исследования представлены на рисунке 4.34 и в таблице 4.7. И в аддитивных, и в литых образцах обнаружены дисперсные частицы, однако даже визуально они отличаются морфологией и размерами. Результаты локального рентгеноспектрального микроанализа выявили некоторую разницу в составе дисперсных включений аддитивного образца между типами. Так, в крупных (порядка 400 нм) частицах типа 3 и 4 наблюдается повышенное содержание хрома. В частицах типа 4 отсутствует ниобий. Анализ частиц типов 1 и 2 показал схожее соотношение элементов, поэтому было принято, что рассматриваемые частицы имеют одну природу. Средний эквивалентный диаметр внутризеренных частиц составил 40 нм, объемная доля  $4,46 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ .

Таблица 4.7 – Элементный анализ дисперсных частиц и матрицы в структуре СЛС образца 25X15КА согласно спектрам с рисунка 4.34, ат. %

Участок		O	Al	Si	V	Cr	Fe	Co	Nb
Аддитивный									
<b>Матрица</b>		<b>12,91</b>	<b>1,47</b>	<b>1,95</b>	<b>0,67</b>	<b>23,92</b>	<b>46,73</b>	<b>12,12</b>	<b>0,23</b>
Спектр 2а	Тип 1	9,86	0,60	1,32	2,43	22,54	47,03	13,10	3,12
Спектр 4а	Тип 2	25,56	0,15	0	1,51	19,86	42,95	8,315	1,65
Спектр 5а	Тип 3	14,25	0,68	1,41	2,55	24,10	42,76	11,08	3,17
Спектр 7б	Тип 4	15,82	0,27	2,33	0,91	34,04	35,15	11,45	0,03
Спектр 1в	Тип 5	7,52	29,51	0,80	2,70	18,34	30,38	8,46	2,30
Спектр 2в		8,58	9,04	0,55	0,72	21,17	46,20	13,07	0,67
Литой									
<b>Матрица</b>		<b>5,12</b>	<b>0,40</b>	<b>0,77</b>	<b>1,07</b>	<b>26,06</b>	<b>53,28</b>	<b>13,25</b>	<b>0,03</b>
Спектр 1г	Тип 1	2,72	0,54	2,19	1,31	21,18	46,81	18,36	12,60
Спектр 2г		3,59	0,34	3,82	1,04	20,40	43,91	16,83	10,06
Спектр 5д	Тип 2	6,84	19,00	0,18	1,29	19,71	39,91	10,93	2,15
Спектр 6д		4,80	16,69	0,81	1,46	19,99	39,96	10,33	5,97
Спектр 9е	Тип 3	22,96	5,36	0,54	0,65	20,19	40,08	9,60	0,61
Спектр 10е		18,60	4,07	0,38	0,95	20,01	43,97	11,29	0,73

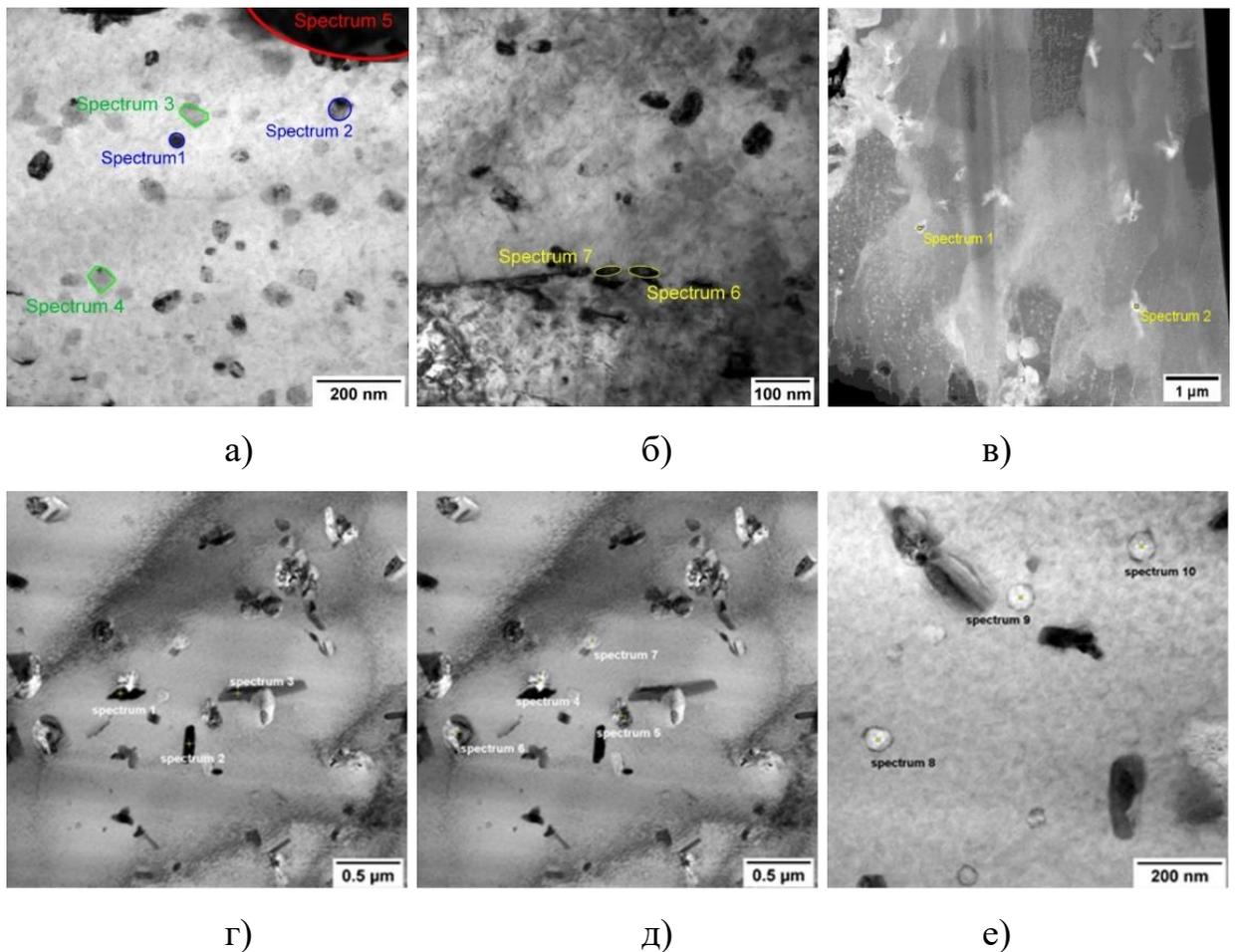


Рисунок 4.34 – Разделение частиц в структуре аддитивного – а, б, в) и литого – г, д, е) образцов сплава 25X15КА по морфологии на типы. Элементный анализ типов частиц и матрицы указан в таблице 4.7

В режиме СПЭМ были обнаружены частицы, обогащенные алюминием (рисунок 4.34в), не относящиеся к предыдущим типам – спектры 1в, 2в. В структуре литого образца внутри ферритного зерна обнаружены частицы трех различных морфологий, которые распределены равномерно по телу зерна, что позволяет оценить их объемную плотность в образце. Частицы типа 1 имеют вытянутую по одному из направлений форму, их средний размер составляет 180 нм, а объемная плотность равна  $1,34 \times 10^{19} \text{ м}^{-3}$ . Частицы типа 2 имеют более округлые очертания, средний размер такого типа частиц – 219 нм, а их объемная плотность в образце –  $1,0 \times 10^{19} \text{ м}^{-3}$ . Частицы типа 3 имеют правильную круглую форму, а по размеру значительно меньше предыдущих типов (средний размер составляет 48 нм). Объемная плотность таких частиц –  $8,7 \times 10^{19} \text{ м}^{-3}$ .

Кроме того, по границам зерен аддитивного образца наблюдается (рисунок 4.35) скопление частиц той же природы, что в теле зерна, однако их средний размер находится в пределах  $6 \div 15$  нм.

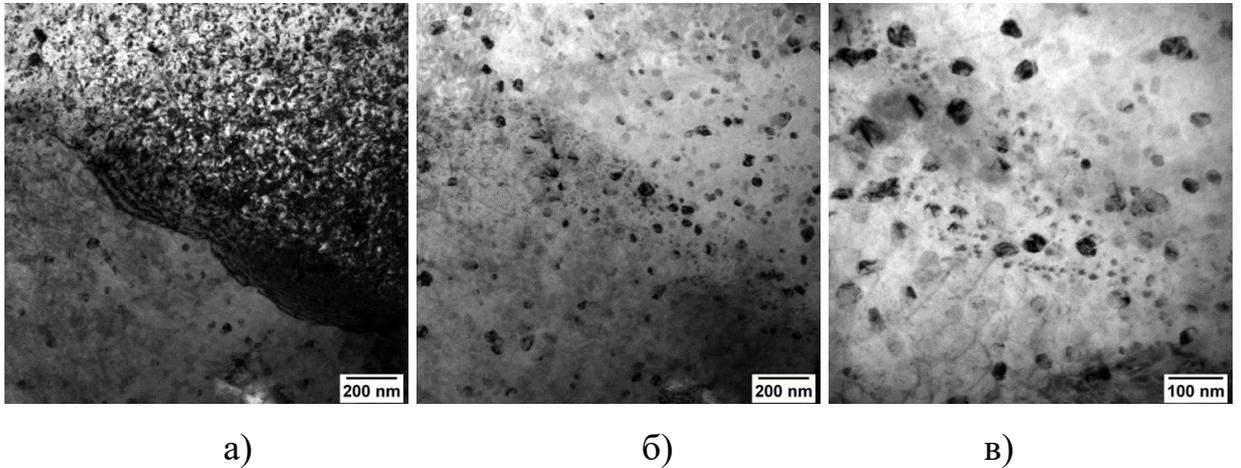


Рисунок 4.35 – Граница зерна в СЛС образце 25X15КА с распределением вдоль нее дисперсных частиц – а) и данные частицы при различном увеличении – б, в)

Поскольку при построении СЛС образцов 25X15К снова наблюдались (рисунок 4.36) треки разлетающихся частиц и темный пар над пятном воздействия лазера, можно предположить, что такие частицы не только оседали на слои порошка и элементы установки СЛС, но и попадали в сплавляемые слои материала. Данные частицы исследованы в разделе 4.6.



Рисунок 4.36 – Траектории разлета частиц и металлический пар в камере установки СЛС при сплавлении порошка 25X15К

Методами РЭМ локально был изучен (рисунок 4.37) элементный состав включений в СЛС образцах. Обращает на себя внимание наличие участков, обогащенных алюминием. Таким образом, рентгеноспектральный микроанализ

выявил некоторые отличия как между составами матриц, так и дисперсных включений аддитивного и литого образцов. Кроме того, включения отличаются размерами: в аддитивном образце они значительно более мелкие. Включения в литом образце обладают другой формой и большими размерами.

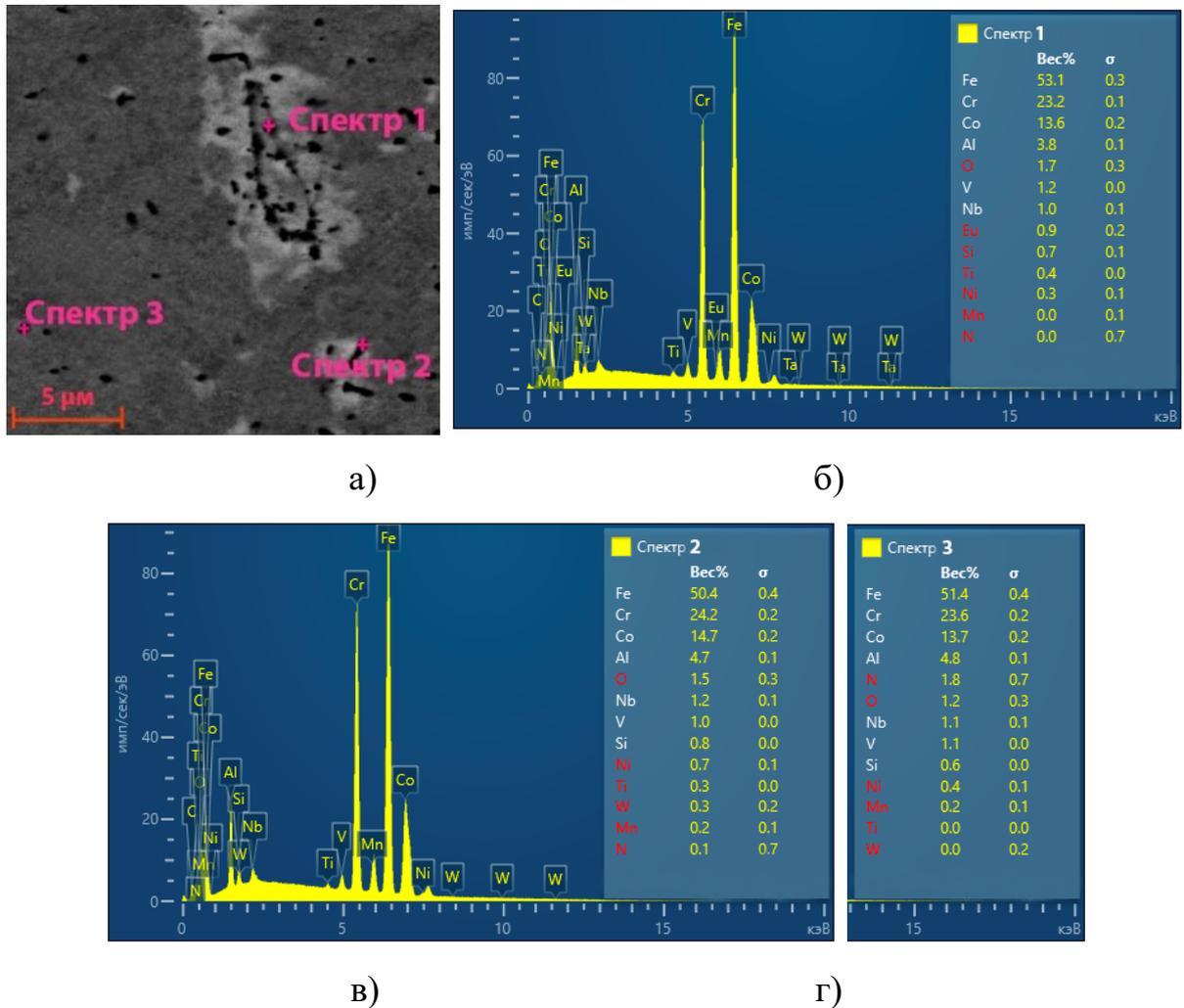


Рисунок 4.37 – РЭМ-изображение участка СЛС образца 25X15КА с указанием мест спектрального анализа

Рентгеноструктурный анализ (рисунок 4.38) нескольких СЛС образцов, построенных при энергозатрате 0,27 Вт·с/мм, показал наличие основной фазы  $\alpha$ -Fe с ОЦК решеткой и интерметаллидов FeCo с примитивной решеткой Pm3m. В одном из образцов также обнаружен дифракционный максимум с межплоскостным расстоянием  $d = 3,36 \text{ \AA}$ , который может принадлежать как интерметаллиду  $\text{Co}_{0.72}\text{Fe}_{0.28}$  с кубической решеткой, так и окислу кобальта  $\text{Co}_2\text{O}_3$ , гексагональная сингония.

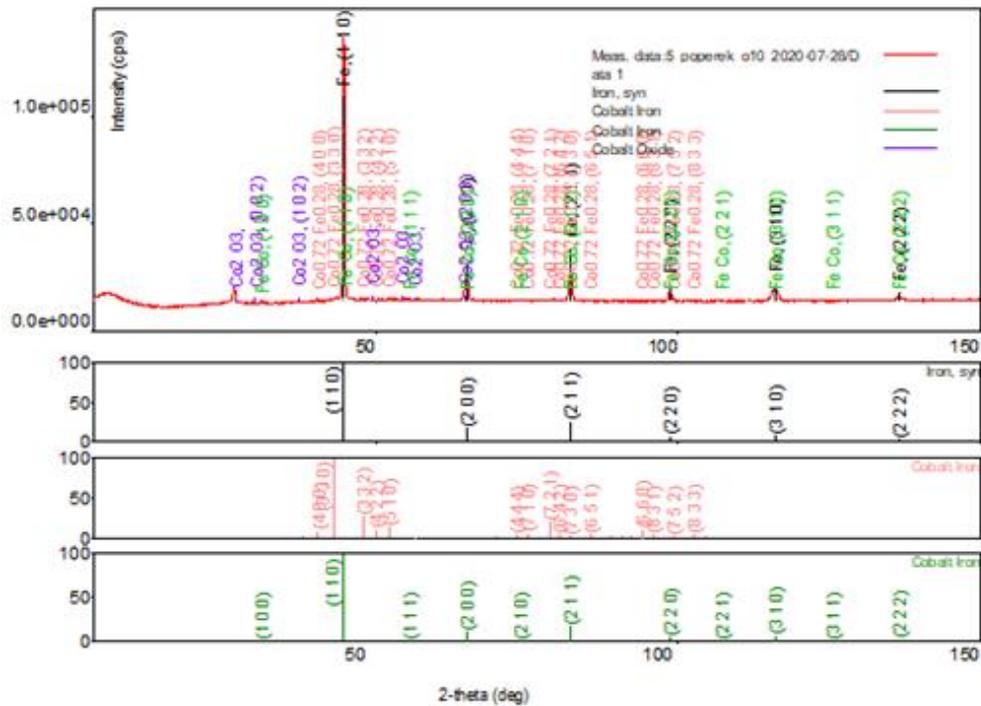


Рисунок 4.38 – Рентгенограммы СЛС образцов сплава 25Х15КА

В целом установлено, что с помощью аддитивных технологий возможно сформировать монолитный магнит с механическими и магнитными свойствами, не уступающими материалу, полученному по традиционной литейной технологии, а по коэрцитивной силе по индукции – значительно выше, при этом можно не проводить гомогенизационный отжиг, т.е. имеется существенная экономия времени производства изделия по сравнению с литьем. Это позволяет перейти к изготовлению кольцевых магнитов из магнитотвердого сплава 25Х15КА методом СЛС (раздел 5.1).

#### 4.5. Структурные особенности и свойства аддитивного магнитотвердого сплава ЮНДК

Изготовление образцов для измерения пористости, магнитных и механических свойств, а также для проведения структурных исследований осуществлялось из наработанной партии 20 кг порошков, полученной при выбранных в разделе 3.1 параметрах распыления расплава. Выбор диапазона сплавления порошка магнитотвердого сплава ЮНДК проводился по результатам измерения пористости на кубических образцах со стороной 1 см (раздел 2.7). В

результате был определен рабочий диапазон энерговложения от 0,24 до 0,29 Вт·с/мм, в котором пористость составляет менее 1 %.

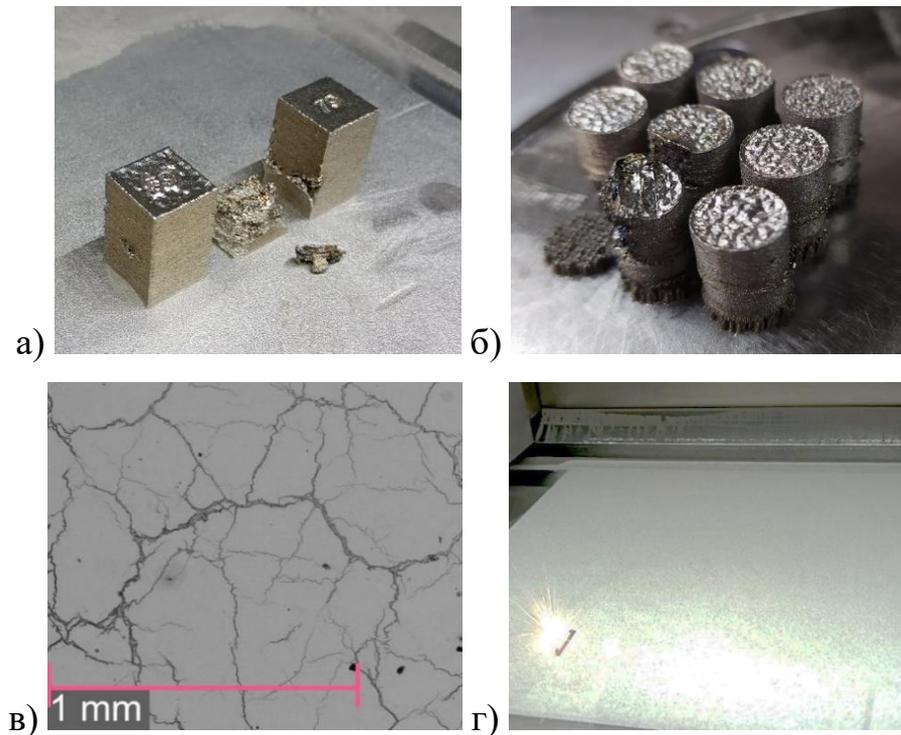


Рисунок 4.39 – Дефекты построения – а, б) и трещины – в) в СЛС образцах ЮНДК; разлет частиц при построении образцов – г)

Практически все СЛС образцы ЮНДК для определения магнитных и механических характеристик разрушились в процессе построения (рисунок 4.39), чего не происходило ранее у других исследуемых и модельных сплавов. При этом даже для построенных без визуальных дефектов образцов не удалось получить требуемые [121] магнитные характеристики, а в структурах данных образцов наблюдалась развитая система трещин (рисунок 4.39в). При этом ранее (раздел 3.5) из порошка ЮНДК удалось изготовить кубические образцы со стороной 1 см, на которых получена пористость менее 1 %. Стоит отметить, что при построении СЛС образцов снова наблюдались (рисунок 4.39г) разлетающиеся частицы. Частицы оседали на слои порошка, уже сплавленные части образцов и на элементы установки СЛС.

Неравномерное распределение температур в процессе СЛС (резкий градиент температур в ванне расплава и зоне термического влияния) вызывает

расширение и сжатие, что потенциально может вызвать большие остаточные напряжения и приводит к трещинообразованию структурно-чувствительного сплава ЮНДК [146, 147]. Иными словами, каждый последующий сплавляемый слой и нагретый уже построенный участок образца расширяются и вызывают в остальной части образца напряжения, которые приводят к образованию характерных трещин и их направленному росту в процессе создания образца слой за слоем. Также сплав ЮНДК обладает значительной литейной усадкой [147, 148], что дополнительно увеличивает внутренние напряжения, приводящие к растрескиванию.

Таким образом, качество аддитивного материала ЮНДК неудовлетворительное, типичные подходы к подбору режимов СЛС для этого сплава не применимы и требуют уточнения с изменением других доступных технологических параметров помимо энергозатрат [149]. Был проведен эксперимент с изменением способа сканирования поверхности порошка (ширина блоков сканирования 5; 2,5; 1 мм) и количеством сканирований (одинарное, либо двойное), уточненные режимы сплавления приведены в таблице 4.8.

Указанные в таблице 4.8 образцы исследованы методами металлографии. Для образцов № 1 и № 5 установлено (рисунок 4.40), что уменьшение размера блока сканирования сопровождается уменьшением размеров зерна почти в 2 раза, как по ВД, так и поперек ВД, а также ростом концентрационного переохлаждения расплава, т.е. локальным понижением температуры расплава перед фронтом кристаллизации.

Таблица 4.8 – Уточненные режимы сплавления порошков ЮНДК

№ образца	Энергозатраты, Вт·с/мм	Шаг линий, мкм	Блок, мм	Примечание
1	0,32	95	5	Сканирование блоками
2	0,27	95	5	Сканирование блоками
3	0,24	95	2,5	Сканирование блоками
4	0,24	95	2,5	Двойное сканирование
5	0,27	95	1	Сканирование блоками

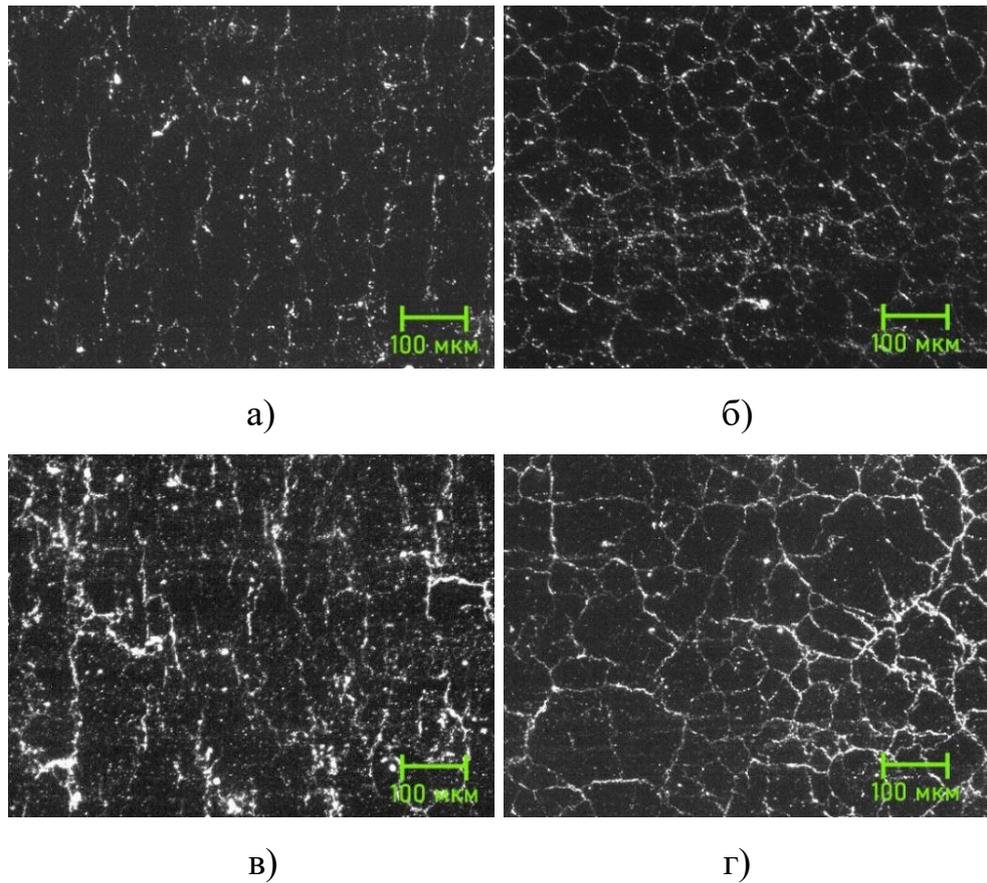


Рисунок 4.40 – Микроструктура СЛС образцов № 1 – а, б) и № 5 – в, г) сплава ЮНДК вдоль – а, в) и поперек – б, г) ВД

Явление концентрационного переохлаждения ухудшает качество зоны кристаллизации [150]. Отсюда следует, что в образцах сохраняются деформации, что подтверждается микротрещинами на поверхности шлифов (рисунок 4.41), которые развиваются преимущественно по границам зерен между пограничными слоями до 3 мкм. При этом в образце № 5 обнаружено меньшее количество трещин, чем в образце № 1. Следовательно, изменением стратегии сканирования удалось уменьшить скорость охлаждения аддитивных образцов, но недостаточно для того, чтобы полностью исключить образование трещин.

Таким образом, для борьбы с растрескиванием необходимо подобрать параметры СЛС так, чтобы в аддитивных образцах возникли сжимающие напряжения подобные тем, что возникают при литье. Для этого был проведен эксперимент с изменением траектории сканирования материала.

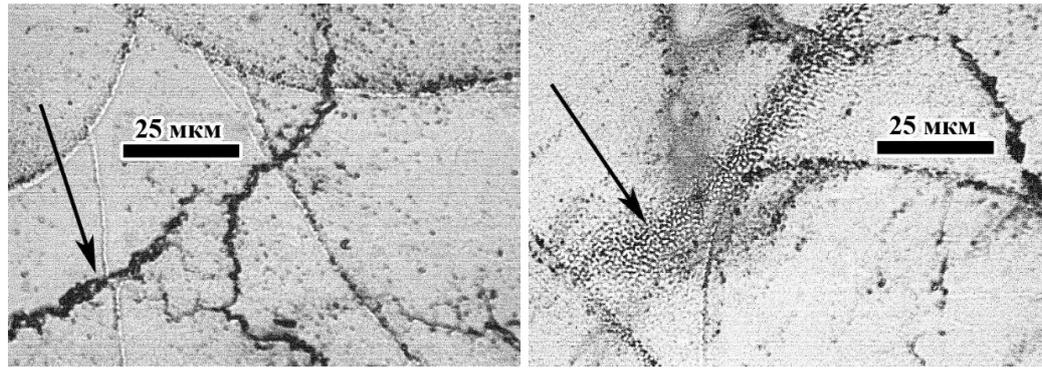


Рисунок 4.41 – СЭМ-изображения трещин в структуре образца СЛС образца ЮНДК № 1

На рисунке 4.42а показана модель СЛС-образца со стандартной траекторией лазерного луча. Было рассмотрено движение лазерного луча с заполнением двунаправленной штриховкой, чтобы продемонстрировать влияние каждого прохода на температурные зависимости и размеры ванны расплава, а также два вида кольцевой закраски – с движением от центра образа (рисунок 4.42б) и к центру (рисунок 4.42в).

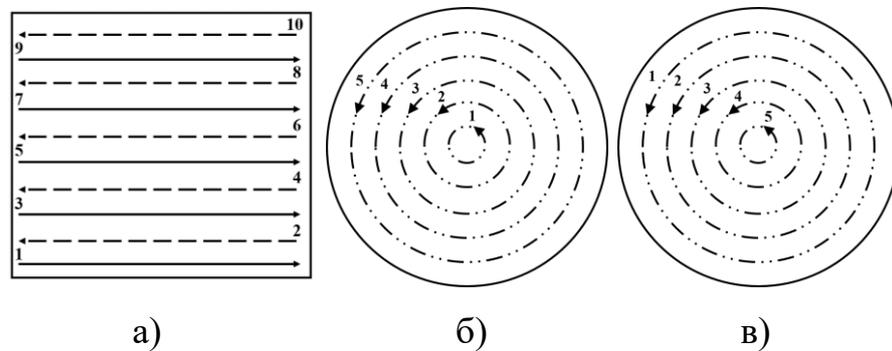


Рисунок 4.42 – Схематичное представление траекторий сканирования: двунаправленной – а), кольцевой из центра – б), кольцевой к центру – в)

С помощью предложенной в работах [151, 152] модели в программной среде COMSOL Multiphysics можно получить распределение температур в любой момент времени в течение всего рассмотренного процесса СЛС во всем объеме образца для рассматриваемых траекторий сканирования (рисунок 4.43). Известно [153, 154, 155], что напряжения в продольном направлении движения лазерного луча выше, чем в поперечном направлении из-за неравномерности сжатия во время охлаждения. Из рисунка 4.43 видно, что различные траектории

сканирования по-разному влияют на характер распределения температур в образце. По сравнению с другими траекториями сканирования, кольцевая к центру дает распределение температур с круговой симметрией с более концентрированным распределением теплового фронта вне зависимости от направления, что говорит о возникновении напряжений сжатия к центру.

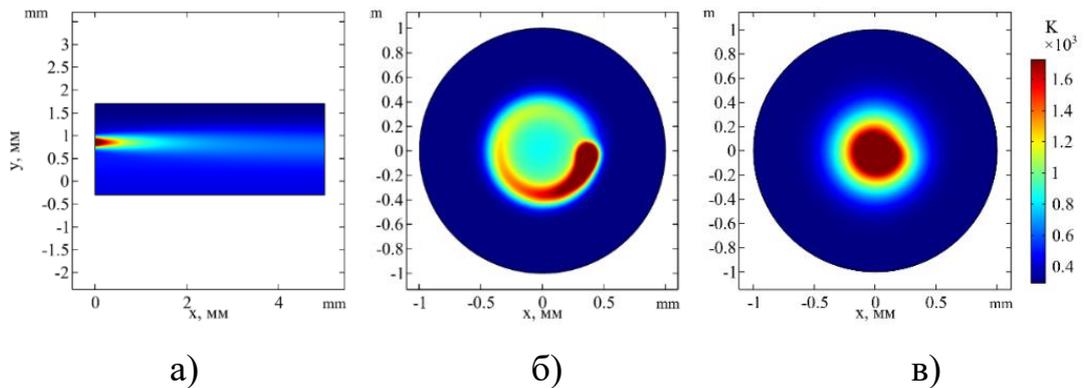


Рисунок 4.43 – Распределение температур на верхней поверхности образца в конце процесса СЛС для траекторий сканирования: двунаправленной – а), кольцевой из центра – б), кольцевой к центру – в)

Для проверки результатов моделирования, были изготовлены цилиндрические образцы  $\text{Ø}10$  мм и высотой 12 мм, в которых при сканировании порошкового слоя применялись все три траектории, указанные на рисунке 4.42. Изображения, иллюстрирующие макроструктуру полученных образцов, представлены на рисунке 4.44.

На боковой образующей поверхности цилиндра с двунаправленной траекторией сканирования в приповерхностном слое на глубине порядка 2 мм обнаружены мелкие трещины, которые начинают расти по мере удаления от поверхности, а далее снова переходят к более мелкой сетке. В поперечном направлении обнаружены выраженные вытянутые кластеры, образованные сеткой трещин. В структуре образцов с кольцевыми траекториями сканирования присутствует мелкая сетка трещин в радиальном направлении на глубину около 300 мкм от поверхности, но отсутствуют крупные трещины в объеме образца. Однако, данные образцы отличаются наличием большого количества пор, распределенных по всему объему образцов. Крупные поры точно также приведут

к снижению механических и магнитных свойств образцов, в связи с чем для образцов с кольцевой траекторией сканирования опробованы двойное (с шагом 76 мкм и 38 мкм) и тройное (с шагом 75 мкм, 50 мкм и 25 мкм) сканирование – рисунок 4.45.

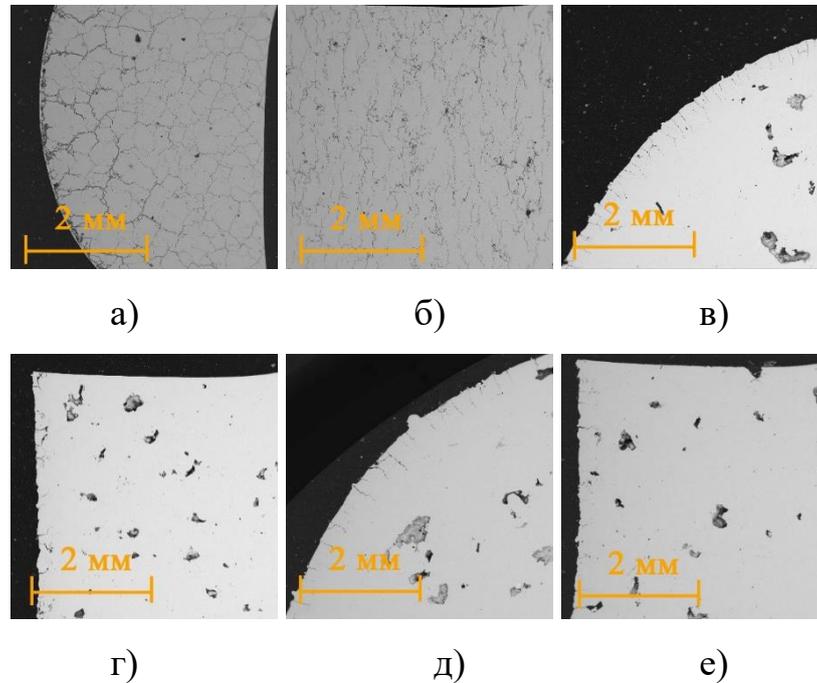


Рисунок 4.44 – Макроструктура образцов ЮНДК, построенных с траекториями сканирования: двунаправленной – а, б), кольцевой из центра – в, г), кольцевой к центру – д, е). Шлифы изготовлены вдоль – а, в, д) – и поперек – б, г, е) – ВД

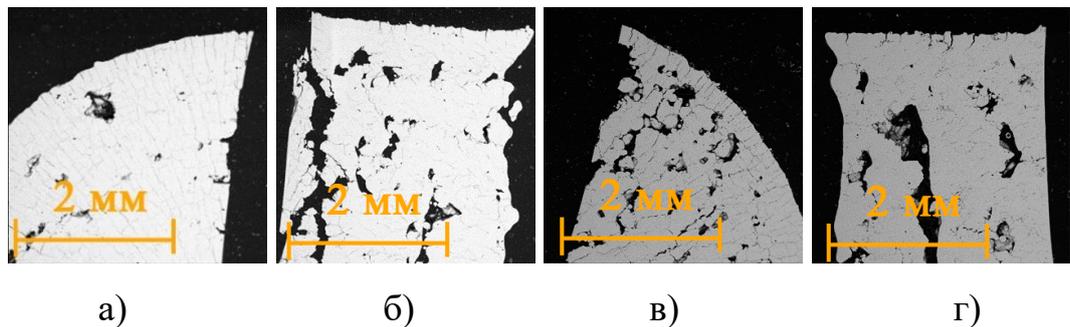


Рисунок 4.45 – Макроструктура образцов ЮНДК с двойным – а, б) – и тройным – в, г) – кольцевым сканированием. Шлифы изготовлены в продольной – а, в) – и поперечной – б, г) – плоскостях относительно направления намазывания порошка

По результатам этого исследования можно заключить, что при многократном кольцевом сканировании многократный переплав металла в одном слое способствовал возникновению еще большего уровня (по сравнению с образцами, представленными на рисунке 4.44) термических напряжений, что привело к образованию сетки радиальных трещин по всему объему, большой шероховатости поверхности и большому числу крупных пор.

Таким образом, структура образцов, изготовленных кольцевым сканированием, отличается отсутствием трещин в объеме образца, однако, содержит крупные поры. Увеличение количества сканирований в одном слое не приводит к снижению пористости и улучшению структуры, а напротив, приводит к увеличению термических напряжений в образце и образованию характерных радиальных трещин. Чтобы изготовить магнит из порошка ЮНДК методом СЛС, необходимо вначале изготовить его практически без механического воздействия при температурах минимального концентрационного переохлаждения, затем подвергнуть длительной термической обработке. Возможности технологического оборудования не позволили этого сделать: сплав ЮНДК слишком чувствителен к нестационарным термодинамическим условиям и возникающим напряжениям вне зависимости от стратегии сканирования. Дальнейшие работы по изготовлению СЛС образцов из этого сплава были прекращены.

#### **4.6. Исследование частиц, разлетающихся из пятна лазерного воздействия и оседающих в камере аддитивной установки**

По данным механических испытаний (разделы 4.1-4.4) для всех исследуемых материалов зафиксировано превышение прочностных параметров (твердости, временного сопротивления и предела текучести) образцов, полученных СЛС, над аналогичными показателями традиционных образцов идентичного химического состава. Например, как показано в разделе 4.2, в сравнении с традиционными образцами, сопротивление пластической деформации аддитивных образцов из сплава ПЖРВ существенно возросло: твердость составила 188 НВ, предел текучести  $\sigma_{0.2}$  – 636,4 МПа (для образцов

технически чистого железа, полученных традиционными металлургическими технологиями, эти значения составляют не более 90 НВ и 120 МПа, соответственно).

Такое поведение аддитивных образцов должно быть связано со структурными особенностями. Так, при изучении [137, 138] методами РЭМ шлифов аддитивных образцов ПЖРВ (рисунок 4.46), в строении металла были выявлены мелкие (<2 мкм) частицы.

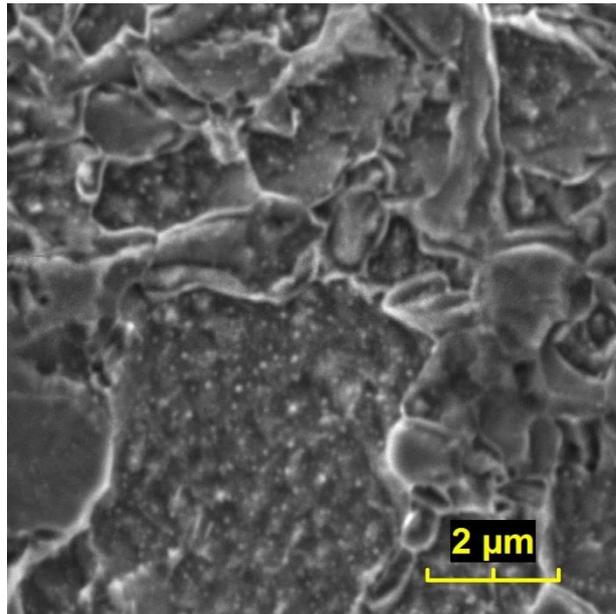


Рисунок 4.46 – Частицы шаровидной формы в шлифах СЛС образцов ПЖРВ, видимые в лучах вторичных электронов [138]

Подобные сферические частицы были обнаружены авторами работы [56] в структуре аддитивной аустенитной стали. Авторы оценили объемную плотность данных частиц  $\rho_V$  в  $2,8 \times 10^{19} \text{ м}^{-3}$ , а средний размер  $d_c$  определили как 70 нм. Тогда можно установить усредненные параметры частиц:

$$V_c = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot \left(\frac{d_c}{2}\right)^3 = 1,8 \cdot 10^{-22} \text{ м}^3,$$

$$S_c = \pi \cdot \left(\frac{d_c}{2}\right)^2 = 3,8 \cdot 10^{-15} \text{ м}^2, \quad (4.1)$$

где  $V_c$  – объем частицы,  $S_c$  – площадь поверхности частицы.

Исходя из этих данных, можно предположить объемную долю частиц в  $1 \text{ м}^3$  материала:

$$n = \rho_V \cdot V_q = 5,04 \cdot 10^{-3}, \quad (4.2)$$

что соответствует доле таких частиц в 0,504 %. С другой стороны, в разделе 3.5 методом гидростатического взвешивания была оценена приведенная пористость аддитивных материалов и было показано, что при ее оценке включения оксидов, а также трещины суммируются в общую цифру пористости. Согласно приведенной в разделе 3.5 оценке, пористость аддитивной аустенитной стали составляет  $\sim 1,5 \div 2$  %, что не в полной мере совпадает с рассчитанным по формуле (4.2) значением.

Исходя из данных, полученных в разделе 3.3, средний диаметр частицы порошка аустенитной стали  $d_n$  составляет 50 мкм. Объем  $V_n$  и площадь поверхности  $S_n$  такой частицы составляют:

$$\begin{aligned} V_n &= \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot \left(\frac{d_n}{2}\right)^3 = 6,54 \cdot 10^{-14} \text{ м}^3, \\ S_n &= \pi \cdot \left(\frac{d_n}{2}\right)^2 = 7,85 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2. \end{aligned} \quad (4.3)$$

Тогда количество частиц порошка в  $1 \text{ м}^3$   $n_n$  составляет:

$$n_n = \frac{1}{V_n} = 0,15 \cdot 10^{14}, \quad (4.4)$$

а общая площадь поверхности порошка  $S_{n\Sigma}$ :

$$S_{n\Sigma} = S_n \cdot n_n = 1,2 \cdot 10^5 \text{ м}^2. \quad (4.5)$$

В работе [56] авторы связывают образование оксидов с остаточным кислородом в камере построения и с кислородом, сорбированным поверхностью порошка. Считается [156, 157], что толщина оксидного слоя в таком случае составляет порядка  $10 \div 100$  нм. Тогда по формуле (4.6) можно посчитать объем оксидов в материале  $V_{окс}$ . Результаты представлены в таблице 4.9.

$$V_{окс} = S_{n\Sigma} \cdot \delta, \quad (4.6)$$

где  $\delta$  – предполагаемая толщина оксидного слоя.

Таблица 4.9 – Расчетный объем оксидов

$\delta, \text{ нм}$	1	10	100
$V_{окс}, \text{ м}^3$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$

Таким образом, значения объемов частиц, обнаруженных авторами [56], и объемов оксидов согласно размеру оксидного слоя не совпадают практически на порядок. Поэтому можно предположить наличие дополнительных механизмов появления оксидов в аддитивном материале, что подтвердилось статистическими наблюдениями за всеми классами аддитивных материалов. Во-первых, в предыдущих разделах уже было отмечено наличие треков от разлетающихся частиц, которые затем должны оседать как на порошковый слой, так и на элементы установки СЛС (рисунок 4.47а). Наблюдение таких треков возможно, если при лазерном воздействии происходит вылет расплавленных или сильно перегретых частиц за счет газовой пористости или высокоскоростного подъема температуры. Можно провести аналогию с лазерной резкой, при которой происходит сильное разбрызгивание металлического расплава за счет дополнительного вдувания газа. Разлетающиеся частицы расплавленного металла должны взаимодействовать с остаточным кислородом камеры построения и оседать внутри камеры. Во-вторых, над поверхностью порошка над пятном воздействия лазера визуально наблюдается темный пар. Это говорит о том, что часть металла из ванны расплава испаряется. Соответственно, после испарения должна происходить конденсация пара, при этом атомы пара взаимодействуют с остаточным кислородом камеры построения (рисунок 4.47б). Процесс консолидации пара с выпадением окисляющихся частиц описан в нескольких работах [137, 138, 143].

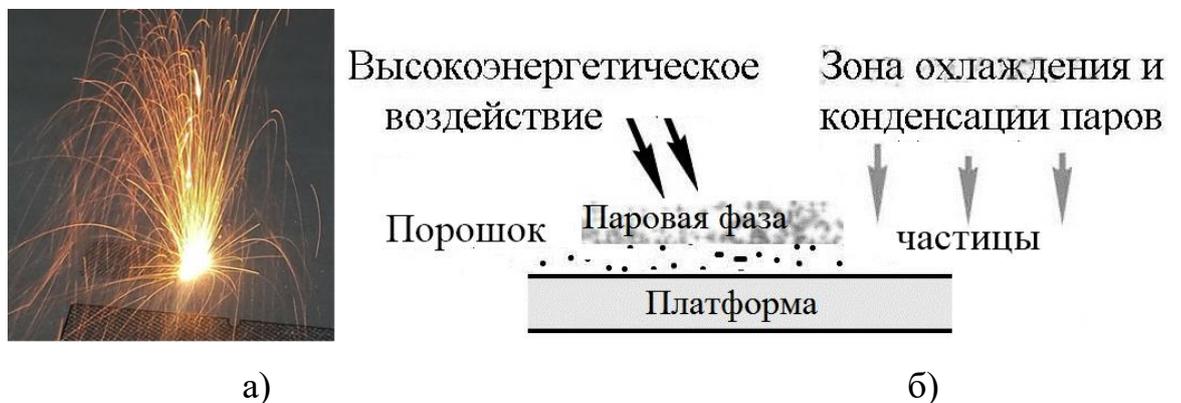


Рисунок 4.47 – Разлет частиц из зоны воздействия лазера – а) и схема процесса консолидации металлического пара – б) [138]

Схема образования оксидов различной природы представлена на рисунке 4.48.

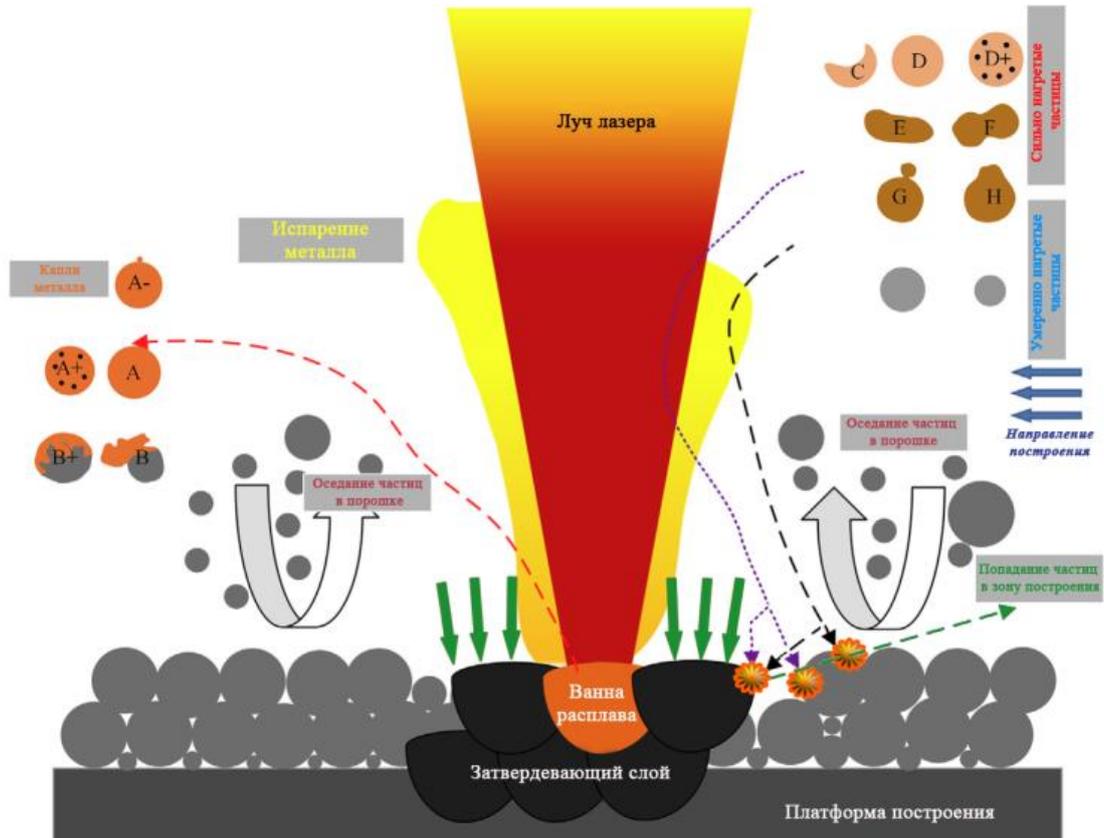


Рисунок 4.48 – Схема образования оксидов различной природы [158]

Выдвинутое предположение о различных механизмах образования оксидов в аддитивных материалах нашло свое подтверждение при изучении “гари”, оставшейся от сплавления порошка 12X18Н10Т, осевшей на части камеры установки СЛС. Данная “гарь” не контактировала с несплавленным порошком 12X18Н10Т. Результаты СЭМ анализа “гари” представлены на рисунке 4.49 и в таблице 4.10.

Поскольку в методе СЭМ электронный луч проникает в частицы на глубину несколько микрон и дает информацию о составе с этой глубины, результаты исследования методом СЭМ “гари” от сплавления материала 12X18Н10Т позволяют предположить, что крупные частицы представляют собой структуру “ядро-оболочка”, где ядро металлическое, а оболочка оксидная, и являются разлетевшимися брызгами, видимыми на треках, которые окислились в процессе полета. По этой причине в крупных частицах соотношение элементов довольно

близко к стехиометрическому составу исходных порошков, что подтверждается данными таблицы 4.10. В мелких частицах “гари” (менее 2 мкм) химический состав совершенно не совпадает с исходным порошком: полностью отсутствуют основной элемент Ni, а также Cu, при этом повышено содержание кислорода, что является косвенным признаком конденсации таких оксидов из пара. Эти мелкие частицы оседают на поверхности порошкового слоя, а при последующей лазерной обработке переплавляются.

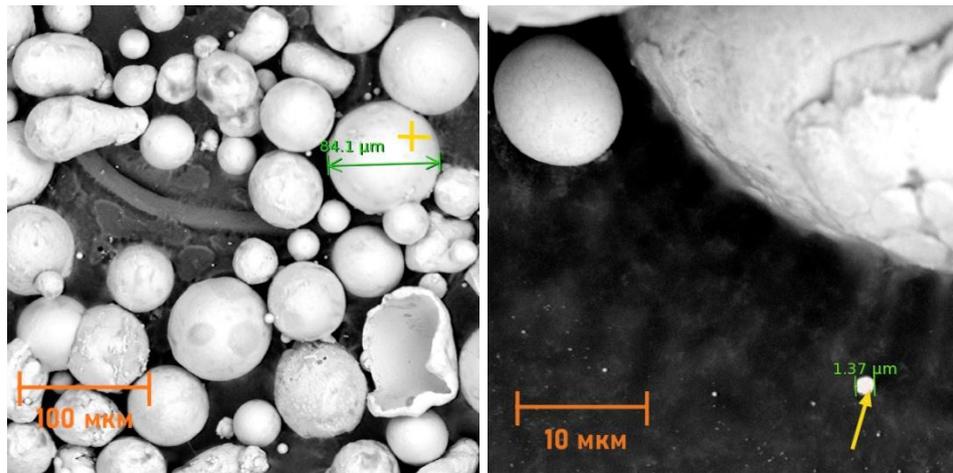


Рисунок 4.49 – Пример СЭМ изображения “гари” 12X18H10T с указанием размеров частиц и мест проведения локального химического анализа

Таблица 4.10 – Элементный состав частиц “гари” 12X18H10T

Элемент	Крупная частица		Мелкая частица	
	Ат. %	Вес. %	Ат. %	Вес. %
O	29,70	11,11	62,40	34,49
Cr	11,72	14,25	8,14	14,62
Ni	6,76	9,28	0	0
Fe	45,24	59,05	20,95	40,42
Ti	1,08	1,21	0,70	1,15
Cu	0,66	0,99	0	0
Mn	1,19	1,52	1,27	2,41
Mo	0,17	0,38	0,32	1,05
Si	1,10	0,72	1,47	1,42

Аналогичные исследования проведены для магнитотвердого материала 25X15K и магнитомягкого материала 80НХС (рисунки 4.50-4.51). Для

исследования также отобраны пробы “гари”, осевшие на части камеры установки СЛС и не контактировавшие с соответствующими несплавленными порошками. Результаты характерного СЭМ анализа представлены в таблице 4.11. Снова можно предположить, что крупные частицы “гари” прецизионных сплавов представляют собой структуру “ядро-оболочка”, где ядро металлическое, а оболочка оксидная, и являются окислившимися брызгами, разлетевшимися из пятна лазерного воздействия. В мелких частицах “гари” снова повышено содержание кислорода, что является косвенным признаком конденсации таких оксидов из пара.

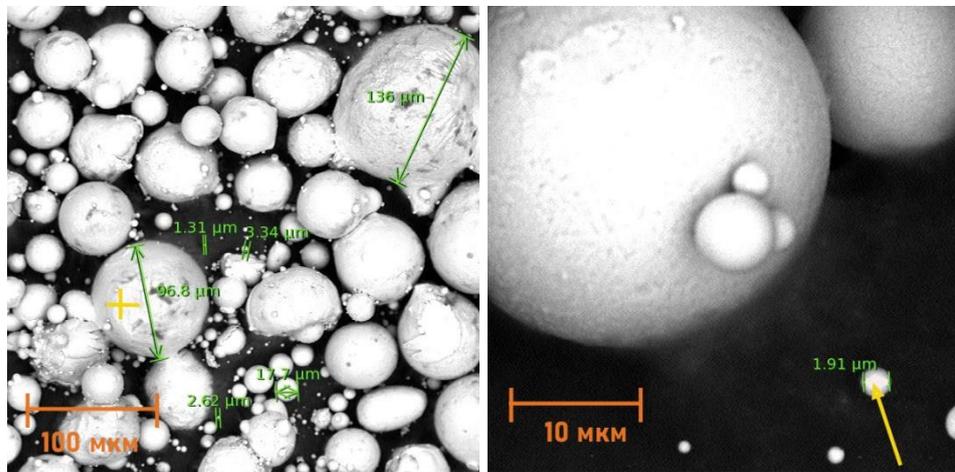


Рисунок 4.50 – Пример СЭМ изображения “гари” 25X15К с указанием размеров частиц и мест проведения локального химического анализа

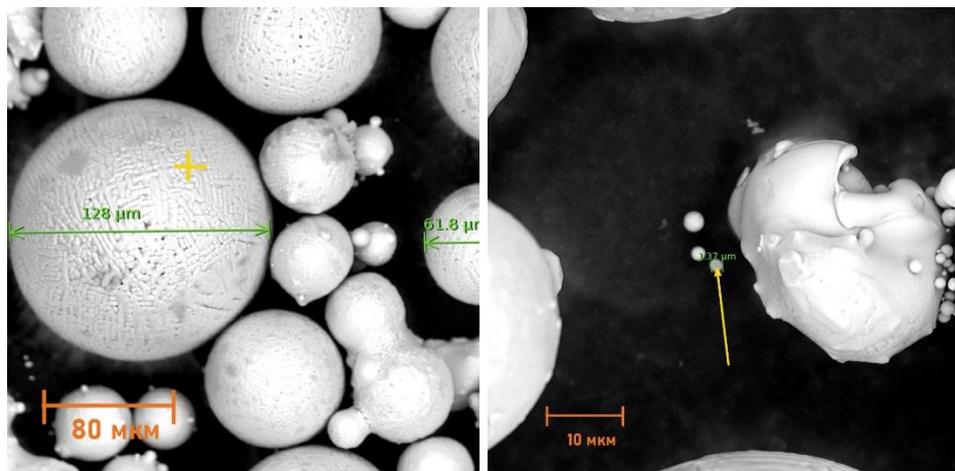


Рисунок 4.51 – Пример СЭМ изображения “гари” 80НХС с указанием размеров частиц и мест проведения локального химического анализа

Таблица 4.11 – Характерный элементный состав частиц “гари” 25X15К и 80НХС

Элемент	Крупная частица		Мелкая частица	
	Ат. %	Вес. %	Ат. %	Вес. %
<b>25X15К</b>				
O	30,04	11,16	52,05	25,59
Cr	17,92	21,62	9,33	14,91
Co	6,79	9,28	8,39	15,20
Fe	43,13	55,91	18,99	32,59
Nb	0,28	0,60	0,29	0,82
V	0,23	0,27	0,26	0,41
Al	0,63	0,40	8,66	7,18
Mn*	0	0	1,37	2,31
Ti*	0,24	0,26	0,67	0,99
Si	0,75	0,49	0	0
<b>80НХС</b>				
O	44,20	19,31	31,40	51,83
Ni	34,63	55,51	45,57	20,51
Cr	2,33	3,30	2,52	3,69
Fe	7,57	11,54	7,72	12,13
Al	5,37	3,96	7,47	5,67
Cu	1,10	1,91	0,71	1,28
Mn	0,98	1,47	1,12	1,73
Ti	0,14	0,18	0,74	1,00
Si	3,68	2,82	2,74	2,16

\*элемент отсутствует в нормативной документации [120], но в небольшом количестве был обнаружен также в исходных слитках

В таблице 4.12 представлены результаты определения C, N, O, S в выборках “гари”, измеренные абсорбционным методом, описанным в разделе 2.3.

Таблица 4.12 – Содержание C, N, O, S в исследуемых выборках “гари”

Материал	C	S	O	N
12X18Н10Т	0,035	0,013	0,580	0,180
25X15К	0,046	0,084	0,065	0,120

Поскольку абсорбционный метод, в отличие от СЭМ, дает усредненное содержание элементов по всему объему исследуемого материала, а содержание кислорода, измеренное этим методом, получилось меньше на порядок, чем по

данным СЭМ, подтверждается выдвинутое предположение, что крупные частицы представляют собой структуру “ядро-оболочка”. Также можно утверждать, что доля мелких частиц с повышенным содержанием кислорода мала, значит их конденсация из пара вполне вероятна. При высоких температурах, свойственных процессу СЛС, процесс конденсации частиц из пара можно представить эволюционным уравнением (4.7) [138]:

$$\frac{dN}{dt} \sim \alpha N_0 [\rho(r), V(r)] e^{U/kT}, \quad (4.7)$$

где  $N_0$  – число атомов в критическом объеме радиусом  $r$ ,  $U$  – энергия образования связи,  $k$  – постоянная Больцмана,  $T$  – температура,  $h$  – постоянная Планка,  $\rho(r)$  – плотность паров,  $V(r)$  – потенциал межатомного взаимодействия,  $\alpha$  – геометрический коэффициент  $\sim 1$ ,  $t$  – время.

Плотность паров  $\rho$  над зоной плавления оказывает влияние на кинетику процесса и может рассматриваться в качестве определяющего параметра согласно системе кинетических уравнений (4.8) [138]:

$$\begin{cases} d\rho/dt = \gamma T \rho - \delta \eta \\ dT/dt = \alpha T - \beta T \rho \end{cases}, \quad (4.8)$$

где  $\rho$  – плотность паров над расплавом,  $T$  – температура в зоне расплава,  $t$  – время,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  – коэффициенты, зависящие от вязкости  $\eta$ , химического и фракционного состава и текучести использованного порошка.

Смысл приведенных уравнений состоит в том, что в каждый момент времени изменения энергии (температурного поля) и плотности пара определяются параметрами  $T$  и  $\rho$  с учетом возможных затрат на испарение ( $\beta T \rho$ ) и потерь при конденсации ( $\delta \eta$ ).

Таким образом, из приведенных результатов исследования следует, что в аддитивных материалах возможен дополнительный к уже известному (окисление ванны расплава) механизм появления упрочняющих оксидов: попадание включений в ванну расплава в результате паровой конденсации.

## ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4

1. Установлено, что для всех исследуемых и модельных сплавов прочностные свойства значительно выше, чем у сплавов аналогичного химического состава, полученных традиционными металлургическими технологиями. Так, для сплава 25X15КА временное сопротивление составляет 212 МПа вместо 196 МПа, для 12X18Н10Т – 733 МПа вместо 510 МПа, для 316L – 716 МПа вместо 515 МПа, для ПЖРВ – 660 МПа вместо 360 МПа. Пластические свойства аддитивных материалов, наоборот, в несколько раз меньше.

2. В структурах аддитивных материалов основными составляющими являются частично перекрывающиеся капли – полусферы, образованные послойным проплавлением частиц порошка, наносимого на выращиваемую поверхность, и последующей кристаллизацией расплава. Отмечено мелкозернистое строение всех СЛС материалов, которое формируется на этапе кристаллизации в микрообъемах с расплавом в зависимости от температурных условий, определяемых режимом сплавления.

3. Метод СЛС успешно применен к несферическому порошку марки ПЖРВ. Структура полученного материала представляет собой мелкозернистый феррит с размером зерна  $5 \div 20$  мкм. Фрактография СЛС образцов ПЖРВ выявила множество мелких частиц, а также единичное число частиц шарообразного вида со следами окисления поверхностей. Для данного аддитивного материала коэрцитивная сила на порядок выше (582 А/м вместо 95 А/м), а магнитная проницаемость ниже (871 Гс/Э вместо 6300 Гс/Э), чем указано в нормативной документации, даже после проведения ТО (1125 °С / 3 ч), которая не привела к значительному росту размеров зерна.

4. Результаты структурных исследований сплава 80НХС позволили уточнить режим сплавления: энергозатрата 0,32 Вт·с/мм. Был уточнен режим ТО аддитивного сплава 80НХС, отличающийся от указанного в нормативной документации: 1300 °С в течение 9 ч, который приводит к структурным изменениям сплава: выравниванию разнотерности аустенита и увеличению

среднего размера зерен до 300 мкм, т.е. структурные исследования подтвердили, что зерна СЛС материала 80НХС до и после ТО укрупняются намного меньше, чем в выточенных из кованных заготовок образцах. Установленный режим ТО 1300 °С в течение 9 ч позволил получить следующие характеристики: магнитная проницаемость 35710 Гс/Э (требования нормативной документации – 70000 Гс/Э, требования АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» – 300000 Гс/Э), коэрцитивная сила 3,1 А/м (соответствует требованиям нормативной документации – не более 3,2 А/м), индукция 0,63 Тл (соответствует требованиям нормативной документации). Таким образом показано, что магнитные характеристики зависят от размера зерна и что мелкозернистое строение аддитивных образцов отрицательно сказывается на магнитных свойствах магнитомягких материалов.

5. Рентгеноструктурный анализ аддитивного сплава 25Х15КА показал наличие основной фазы  $\alpha$ -Fe с ОЦК решеткой и интерметаллидов FeCo с примитивной решеткой Pm3m. ЭДО аддитивного сплава 25Х15КА определен как 1,6 мкм, тогда как литого – 17,3 мкм. В аддитивных и литых образцах сплава 25Х15КА методом ПЭМ обнаружены дисперсные частицы различной морфологии и размеров. Рентгеноспектральный микроанализ выявил некоторые отличия как между составами основного металла, так и дисперсных включений аддитивного и литого образцов. Кроме того, включения отличаются размерами: в аддитивном образце они значительно более мелкие, что может дополнительно способствовать росту коэрцитивной силы по индукции. Средний эквивалентный диаметр внутризеренных аддитивных частиц составил 40 нм, объемная доля –  $4,46 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ . Включения в литом образце обладают другой формой и размерами от 48 до 219 нм, поэтому зерно крупнее, а коэрцитивная сила по индукции и прочностные свойства ниже. Суммарная объемная плотность таких частиц –  $11,04 \times 10^{19} \text{ м}^{-3}$ . Для сплава 25Х15КА уточнен режим термомагнитной обработки (исключена операция гомогенизирующего отжига), позволяющий сохранить высокий уровень магнитных свойств: индукция 1,24 Тл при нормативном значении 1,2 Тл, коэрцитивная сила по индукции 45,7 кА/м при нормативном значении не менее 40 кА/м, максимальное энергетическое произведение

32,2 кДж/м<sup>3</sup> при нормативном значении 32 кДж/м<sup>3</sup>. Показано, что магнитные характеристики зависят от размера зерна и что мелкозернистое строение аддитивных образцов положительно сказывается на магнитных свойствах магнитотвердых материалов.

6. Возможности технологического оборудования не позволили изготовить образцы из сплава ЮНДК требуемого качества, хотя был предложен новый метод сканирования при построении: кольцевой. Структура образцов, изготовленных кольцевым сканированием, отличается отсутствием трещин в объеме образца, однако, содержит крупные поры. Сплав ЮНДК чрезвычайно чувствителен к большим скоростям охлаждения и возникающим напряжениям вне зависимости от стратегии сканирования.

7. Отмечено наличие треков от разлетающихся частиц, которые взаимодействовали с остаточным кислородом камеры построения и оседали как на порошковый слой, так и на элементы установки СЛС. Крупные разлетающиеся частицы расплавленного металла представляют собой структуру “ядро-оболочка”, где ядро металлическое, а оболочка оксидная. В этих частицах соотношение элементов довольно близко к стехиометрическому составу исходных порошков. Кроме того, над поверхностью порошка над пятном воздействия лазера визуально наблюдается темный пар, что говорит об испарении части металла из ванны расплава. После испарения атомы пара взаимодействовали с остаточным кислородом камеры построения и консолидировались с выпадением окисляющихся частиц – процесс образования оксидов при конденсации. Химический состав таких частиц совершенно не совпадает с исходным порошком (для стали 12Х18Н10Т – отсутствие никеля, для сплава 25Х15К – пониженное в 1,5 раза содержание хрома и железа, для сплава 80НХС – пониженное в 2,5 раза содержание никеля), содержание кислорода превышает 25 вес. %, а их доля мала. Таким образом, предложен дополнительный к уже известному (окисление ванны расплава) механизм появления упрочняющих оксидов в аддитивных материалах: попадание включений в ванну расплава в результате паровой конденсации.

## **Глава 5. Разработка технологии изготовления изделий из прецизионных сплавов методом СЛС**

В главе 3 экспериментально подобраны оптимальные параметры процесса распыления расплава прецизионных сплавов 25Х15К и 80НХС, позволяющие получить выход годного на уровне 75 % и 93 % от общего количества произведенного продукта, соответственно.

В главе 4 показано, что для аддитивного магнитомягкого сплава 80НХС возможно получить следующие магнитные характеристики: магнитная проницаемость 35710 Гс/Э, коэрцитивная сила 3,1 А/м, индукция 0,64 Тл – при термообработке при более высоких температурах, отличных от требуемых для кованных образцов. А для СЛС-сплава 25Х15КА достигнута индукция 1,24 Тл, коэрцитивная сила по индукции 45,7 кА/м, максимальное энергетическое произведение 32,2 кДж/м<sup>3</sup>, причем из ТМО исключена операция гомогенизационного отжига, что позволяет сократить число технологических операций. Кроме того, для СЛС-материалов установлено увеличение механических (предел текучести или временное сопротивление) и уменьшение пластических (удлинение, сужение или ударная вязкость) свойств. Таким образом, подобраны режимы сплавления, термообработки и ТМО аддитивных прецизионных сплавов, позволяющие сформировать магниты с механическими и магнитными свойствами, не уступающими материалам, полученным традиционными металлургическими технологиями.

Данная глава посвящена доработке технологии получения порошков прецизионных сплавов: изготовлению смесей сферических и осколочных порошков. В главе обоснован способ не отправлять в отходы крупный атомизированный порошок, а доизмельчить его до применяемой в методе СЛС фракции и смешивать со сферическим порошком <80 мкм, повышая процент годного и добиваясь наилучшего уплотнения порошка и наименьшей пористости изделия. Для реализации способа разработано и изготовлено уникальное

оборудование.

Кроме того, в главе описана технология изготовления деталей гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС и магнитов кольцевой формы из магнитотвердого сплава 25Х15КА с минимальными допусками на механическую обработку методом селективного лазерного сплавления в интересах АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» и АО «Спецмагнит», соответственно. Подтвержденные магнитные характеристики изделий из прецизионных СЛС-сплавов позволили обеспечить их внедрение в производство, что подтверждено соответствующими Актами внедрения.

### 5.1 Изготовление деталей из магнитотвердого сплава 25Х15КА

Диаметрально намагниченные кольцевые магниты – наиболее актуальная область применения СЛС для замены классической литейной технологии в производственной цепочке АО «Спецмагнит». Такие магниты являются неотъемлемой частью ДНГ (рисунок 5.1), принцип действия которых основан на вращении намагниченных колец из магнитотвердых сплавов вокруг своей оси и взаимодействии вектора их намагниченности с обмотками внутри гироскопа.



Рисунок 5.1 – Примеры гироскопов, использующих в своем устройстве магниты из магнитотвердых сплавов

В связи с применением таких кольцевых магнитов в т.ч. в ответственных изделиях, в перечень требований АО «Спецмагнит» к готовому магниту наряду с

величиной индукции на полюсах входят жесткие ограничения на ангармоничность результирующего магнитного поля. В главе 4 установлено, что с помощью аддитивных технологий возможно сформировать монолитный магнит из сплава 25X15КА без внутренних дефектов и с механическими и магнитными свойствами, не уступающими материалу, полученному по традиционной литейной технологии, что позволяет перейти к получению СЛС конкретных компонентов, изготавливаемых АО «Спецмагнит» для установки в гироскопах.

### 5.1.1 Разработка технологии изготовления порошков магнитотвердых сплавов распылением расплава

В главе 3 определены оптимальные параметры процесса распыления расплава для прецизионных сплавов, исходя из максимального выхода годной фракции, которые представлены в таблице 5.1. В порошке магнитомягкого сплава 80НХС он составляет 93 %, а в порошках магнитотвердых сплавов 25X15К и ЮНДК – 75 %.

Таблица 5.1 – Оптимальные параметры процесса распыления прецизионных сплавов

Сплав	$T_{нг}, ^\circ\text{C}$	$\text{O}_2, \text{ppm}$	$P_{\text{камера}},$ бар	$P_{\text{расп.}},$ бар	$T_{\text{расп.}}, ^\circ\text{C}$	$t_{\text{перегр.}},$ мин
25X15К	1000	340	0,25	50	1600	10
ЮНДК	1000	300	0,25	50	1530	10
80НХС	1000	160	0,25	50	1580	10

\* $T_{нг}$  – температура напуска газа в камеру с индукционной печью;  $\text{O}_2$  – содержание кислорода в распыляющем газе;  $P_{\text{кам.}}$  – давление в камере с индукционной печью;  $P_{\text{расп.}}$  – давление распыляющего газа на форсунке;  $T_{\text{расп.}}$  – температура расплава, при которой проходил процесс распыления;  $t_{\text{перегр.}}$  – время перегрева расплава.

В ходе исследования установлено, что все изготовленные порошки прецизионных сплавов по химическому составу соответствуют маркам, указанным в соответствующих нормативных документах. По результатам

проведенного исследования разработана технология получения порошков магнитотвердых сплавов методом распыления расплава, описанным в разделе 2.2. Качество готовых порошков определяется, прежде всего, качеством исходных шихтовых компонентов, их соответствием заданному химическому составу, а также режимами и операционной эффективностью технологических процедур, выполняемых на оборудовании. В результате исследования установлено, что оптимальной формой шихты является кубик с гранью 30 мм. По результатам опытов с заполнением тигля определено, что предпочтительно заполнение тигля небольшими кусками для лучшего расплавления. Кроме того, в процессе работы с установкой распыления необходимо ровно устанавливать тигель, куда загружается шихта, в узел направляющей трубки, а шток стопора загерметизировать к уплотнению заглушки тигля, но оставить зазор над стержнем стопора на уровне 2 мм, и только после этого открывать выпускной клапан и поднимать стопорный стержень. Также в процессе работы с установкой установлено, что несоблюдение правильного расположения направляющей трубки и тигля приводит к преждевременной утечке расплавленного материала и последующей закупорке. Экспериментально установлено, что при перегреве расплава на  $100\div 250$  °С можно осуществлять его слив уже через несколько минут, при этом распылительный газ необходимо подавать сразу же как поток расплавленного металла польется и следить за образовавшимся шлейфом. Индуктор необходимо отключать только после того, как тигель опустеет, при этом оставить стержень стопора в отведенном положении, чтобы предотвратить последующее залипание в тигельной пробке во время охлаждения. По результатам исследования разработана технологическая инструкция на процесс получения экспериментальных образцов порошков сплавов Fe-Cr-Co и Al-Ni-Cu-Co-Fe методом распыления расплава, что позволило впервые получить сферические порошки магнитотвердых сплавов марок 25X15K и ЮНДК необходимой текучести и фракции менее 80 мкм, пригодные для СЛС. Разработанная инструкция передана АО «Спецмагнит» для внедрения в технологическую цепочку производства.

### 5.1.2 Усовершенствование технологии получения порошков

Как было показано в разделе 3.1, при получении распылением расплава порошка магнитомягкого сплава 80НХС выход фракции <80 мкм составил порядка 93 %, а порошка магнитотвердого сплава 25Х15К – не более 75 % ввиду технологических ограничения установки HERMIGA 75/3IV. Для преодоления этого ограничения автором предложено доработать технологическую цепочку получения порошков магнитотвердых сплавов: весь получившийся после распыления расплава порошок фракции >80 мкм доизмельчить сухим струйным методом (описание метода представлено в разделе 1.3) [15, 16]. Как показали эксперименты по сплавлению порошка ПЖРВ (раздел 4.2), полученный таким образом несферический порошок возможно использовать в технологии СЛС. Схема предложенного решения представлена на рисунке 5.2.

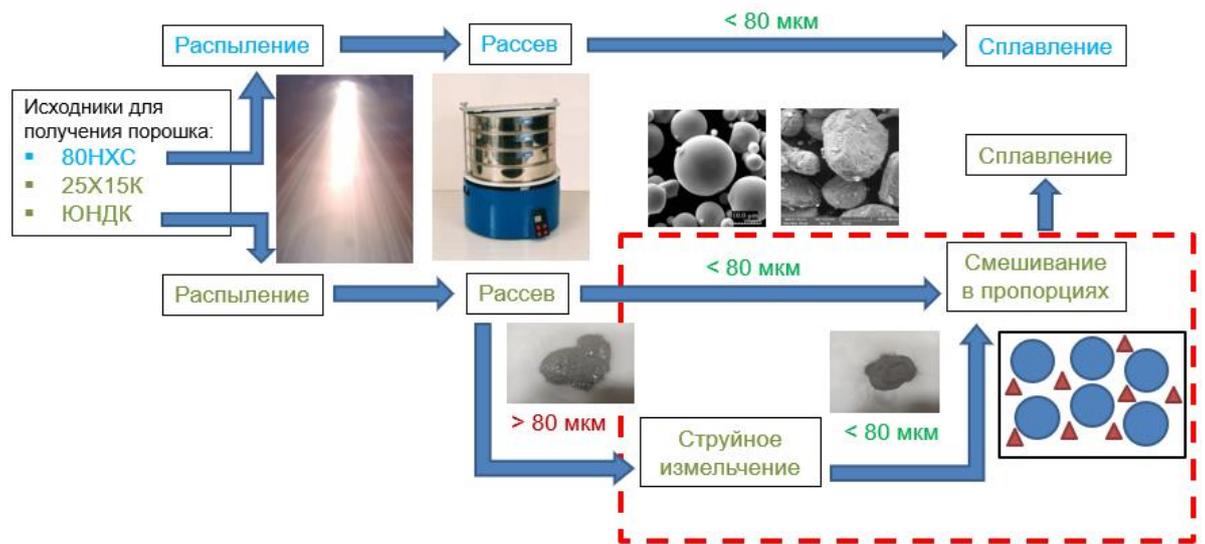


Рисунок 5.2 – Схема процесса получения порошковых смесей

Суть предложенного технического решения состоит в следующем: согласно общим представлениям, описанным в [15, 16, 159], и по ЭКД № 3059.00.00.00 (приложение Б) разработана специальная установка струйного измельчения порошков магнитотвердых сплавов – струйная мельница. Согласно ЭКД подобраны или изготовлены основные компоненты мельницы (рисунок 5.3) с учетом размещения на опытном участке Научно-технологического механоактивационного комплекса установок для получения, обработки и

исследования свойств нанокристаллических дисперсных материалов с управляемым фракционным составом и эксплуатационными свойствами НПЭК НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей». Установка разработана специально для измельчения магнитотвердых сплавов 25X15К и ЮНДК. Эскизная схема установки представлена на рисунке 5.4.



Рисунок 5.3 – Компоненты для сборки струйной мельницы

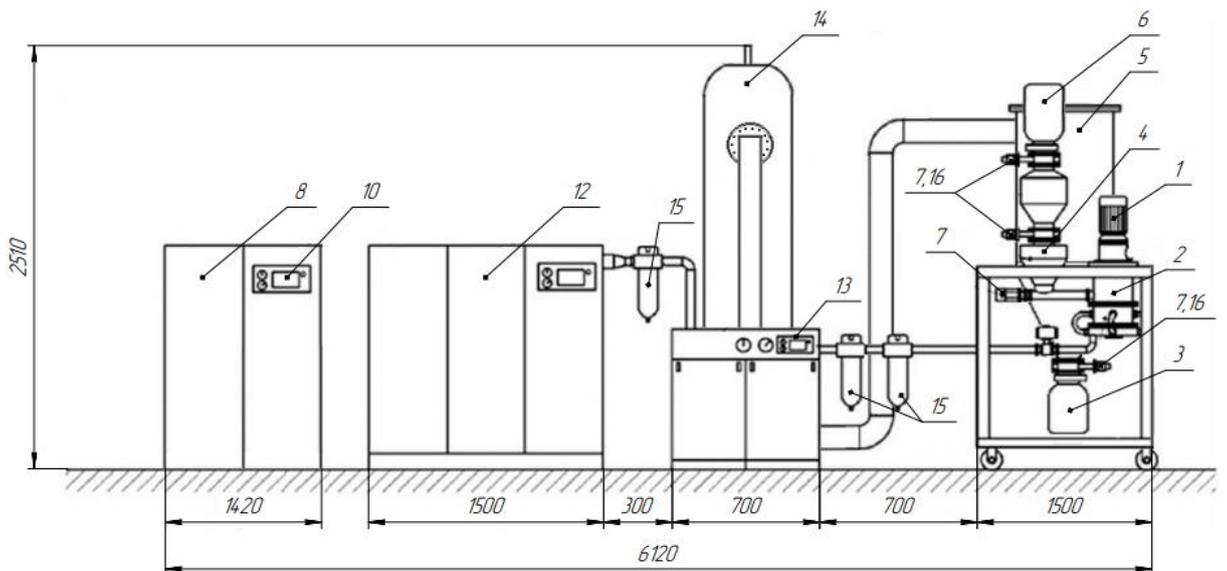


Рисунок 5.4 – Эскизная схема струйной мельницы

Был сварен каркасный стол, на который установлены спиральный питатель-дозатор 1, модуль измельчения в псевдооживленном слое 2, центробежный классификатор 3, система вихревого потока 4, пылеуловитель 5, устройство загрузки 6. Шкаф управления 8 с встраиваемым в него газоанализатором кислорода 10, автоматическая азотная генераторная система 9, винтовой воздушный компрессор 12, рефрижераторный осушитель воздуха 13, воздушный

ресивер 14 установлены как самостоятельные части и соединены между собой и с частями, размещенными на столе, посредством электрической схемы (проводами) и пневматической системы (трубы и шланги), по которой циркулирует азот.

Общий вид изготовленной установки струйного измельчения порошков магнитотвердых сплавов представлен на рисунке 5.5, акт изготовления представлен в приложении В.



Рисунок 5.5 – Общий вид установки струйного измельчения

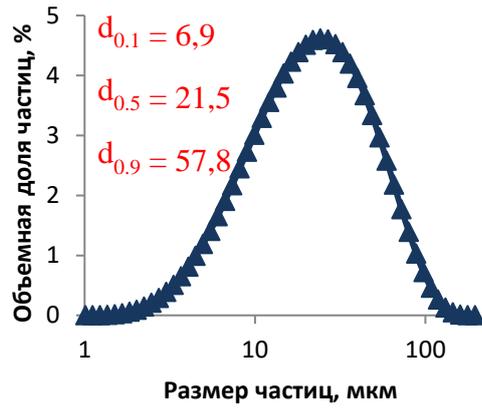
Выделение требуемой фракции сферического порошка  $<80$  мкм произведено центробежным методом в газовом потоке, попутно удалена влага. После прохода через систему сит сферические порошки сплавов 25X15K и ЮНДК, не соответствующие фракции  $<80$  мкм, были собраны в емкость и проведено их доизмельчение на струйной мельнице в среде защитного газа азота под давлением. Сжатый газ сгенерирован в двухступенчатом винтовом компрессоре. Выбор режимов работы установки, а также контроль за параметрами процесса измельчения осуществлялся при помощи интерфейса системы управления. Мелюций поток через сопла поступал в камеру измельчения, где формировал аэрозоль из твердого измельчаемого порошка с интенсивной циркуляцией частиц порошка. Во время вовлечения частиц порошка в поток происходили их интенсивные столкновения друг с другом, при этом в

зоне входа частиц порошка в аэрозоль происходило измельчение ~70 % материала, а оставшиеся 30 % измельчались при встрече, смене направления или отражении частиц порошка, двигающихся в мелющем потоке. Такой способ измельчения обеспечил максимальную чистоту получаемого материала и эффективность применительно к магнитотвердым сплавам 25X15К и ЮНДК.

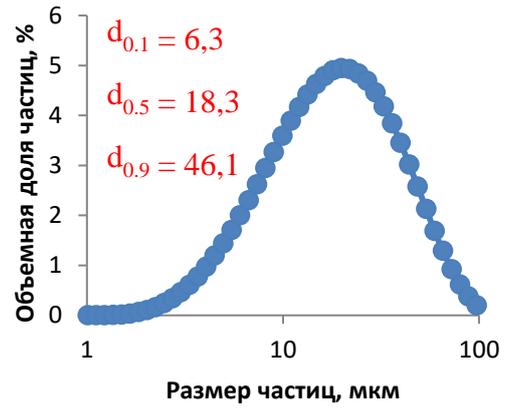
Для получения на струйной мельнице осколочных порошков с максимальным выходом годного, варьировался основной технологический параметр: давление на форсунке в пределах от 0,5 до 1,5 МПа. Согласно методике, описанной в разделе 2.4, был исследован гранулометрический состав получаемых порошков (рисунок 5.6), по характеру распределения определен оптимальный режим получения.

При анализе графиков установлено, что струйное измельчение порошка сплава ЮНДК необходимо проводить при давлении на форсунке 0,5 МПа, а сплава 25X15К – при давлении на форсунке 1 МПа. При выбранных режимах получения наработаны опытные партии осколочных порошков сплава 25X15К в количестве 9,41 кг и сплава ЮНДК в количестве 9,73 кг. Данные порошки смешаны с помощью вибропривода в пропорциях от 1 к 1 до 1 к 4 со сферическими порошками соответствующих марок фракции <80 мкм. Способ получения смесей включал приготовление исходной порошковой шихты смешиванием гравитационным методом атомизированного сферического порошка с дисперсностью <80 мкм, полученного газовым распылением, и осколочного порошка с дисперсностью <80 мкм, полученного струйным измельчением из сферического порошка с дисперсностью >80 мкм. При вращении емкости смесителя, загруженные в него порошки циклически падали от одного торца емкости к другому, хорошо перемешиваясь.

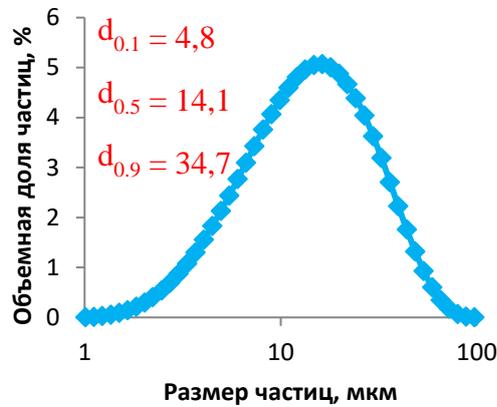
Исходя из этого, автором разработки была обеспечена возможность полезного использования практически всего исходного материала. Путем сухого просеивания на вибростенде из системы сит была выделена фракция смесей менее 80 мкм, пригодная для СЛС, доля которой составила 96 % для каждой марки.



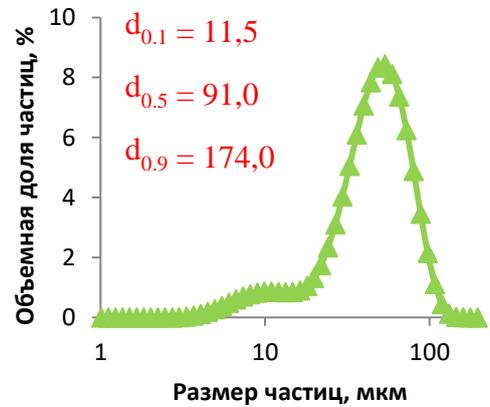
а)



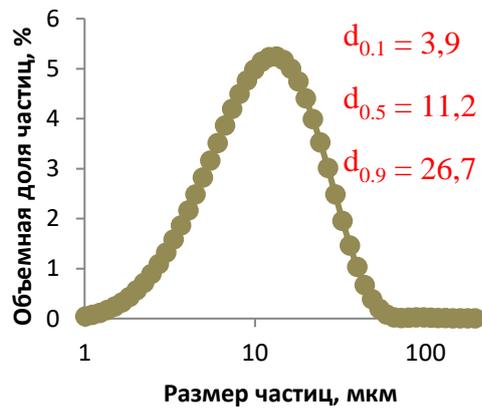
б)



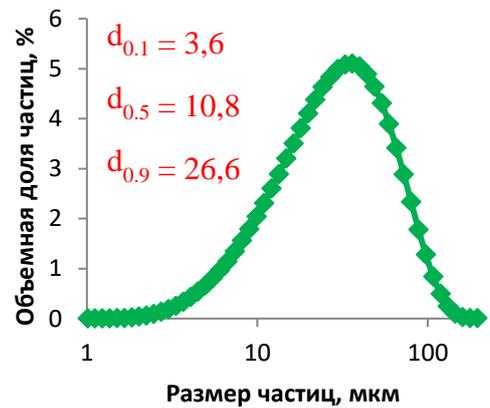
в)



г)



д)



е)

Рисунок 5.6 – Результаты гранулометрического анализа осколочных порошков сплава ЮНДК, полученных при давлениях на форсунке 0,5 МПа – а), 1 МПа – б), 1,5 МПа – в), и сплава 25X15К, полученных при давлениях на форсунке 0,5 МПа – г), 1 МПа – д), 1,5 МПа – е)

Для осколочных порошков и смесей порошков согласно методике, описанной в разделе 2.5, измерены текучесть и насыпная плотность. Кроме того, из осколочных порошков и смесей порошков в пропорциях 1 к 1 и 1 к 4 методом СЛС изготовлены образцы для измерения плотности согласно методике, описанной в разделе 2.7. Результаты измерений представлены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Текучесть и насыпная плотность смесей порошков

Тип порошка	Плотность после СЛС	Текучесть, 50 г за с	Насыпная плотность г / см <sup>3</sup>
25X15K			
Сферический (для сравнения)	99,5 %	26,51	4,51
Осколочный	95 %	31,95	3,83
Смесь 1:1	98 %	30,83	4,25
Смесь 1:4	99,9 %	27,11	4,45
ЮНДК			
Сферический (для сравнения)	99,3 %	25,23*	4,41
Осколочный	94,8 %	30,76*	3,99
Смесь 1:1	98 %	28,78*	4,12
Смесь 1:4	99,7 %	26,63*	4,28

\*истечение началось только после постукивания по воронке, что допускается методикой измерений.

Таким образом, экспериментально доказано, что при изготовлении смесей порошков магнитотвердых сплавов не произошло существенного изменения текучести и насыпной плотности по сравнению со сферическими тех же марок. Впервые получены несферические порошки магнитотвердых сплавов марок 25X15K и ЮНДК и их смеси со сферическими, которые полностью соответствуют ГОСТ [120, 121] и пригодны для применения в аддитивных технологиях. По результатам исследования разработана технологическая инструкция на процесс

получения экспериментальных образцов порошков сплавов Fe-Cr-Co и Al-Ni-Cu-Co-Fe методом струйного измельчения.

Тем самым, в диссертационном исследовании обоснован способ не отправлять в отходы крупный атомизированный порошок, а доизмельчить его до применяемой в методе СЛС фракции и смешивать со сферическим порошком <80 мкм, повышая процент годного. Разработан способ и изготовлено оборудование для получения смесей порошков магнитотвердых сплавов, обеспечивающие выход фракции <80 мкм на уровне 96 % и возможность применения для СЛС. На способ получения смесей порошковых магнитотвердых сплавов 25X15К получен патент на изобретение № 2751498, дата приоритета 30 октября 2020 г. [160], который был успешно реализован по договору передачи исключительного права в АО «Спецмагнит».

### 5.1.3 Изготовление и испытание аддитивных кольцевых постоянных магнитов из сплава 25X15КА

В главе 4 установлено, что с помощью аддитивных технологий возможно сформировать монолитный магнит из сплава 25X15КА с механическими и магнитными свойствами, не уступающими материалу, полученному по традиционной литейной технологии.

Подобраны режимы получения порошка сплава 25X15К и его дальнейшего сплавления при энергозатрате 0,27 Вт·с/мм на установке Russian SLM FACTORY, которые позволили достичь следующих магнитных свойств: остаточная индукция  $B_r = 1,24$  Тл, коэрцитивная сила по индукции  $H_{cb} = 45,7$  кА/м, максимальное энергетическое произведение  $(BH)_{max} = 32,2$  кДж/м<sup>3</sup>. Эти характеристики полностью удовлетворяют требованиям ГОСТ [120], что позволяет перейти к изготовлению конкретных компонентов, используемых в гироскопах, по чертежам, предоставленным АО «Спецмагнит» (рисунок 5.7).

Поскольку сплав ЮНДК не пригоден для обработки по технологии СЛС на имеющемся технологическом оборудовании, о чем сказано в разделе 4.5

диссертационного исследования, не нашли технической реализации изделия из него. Кроме того, данный сплав не применяется в компонентах гироскопов, производимых АО «Спецмагнит», ввиду низкой устойчивости к механическим воздействиям.

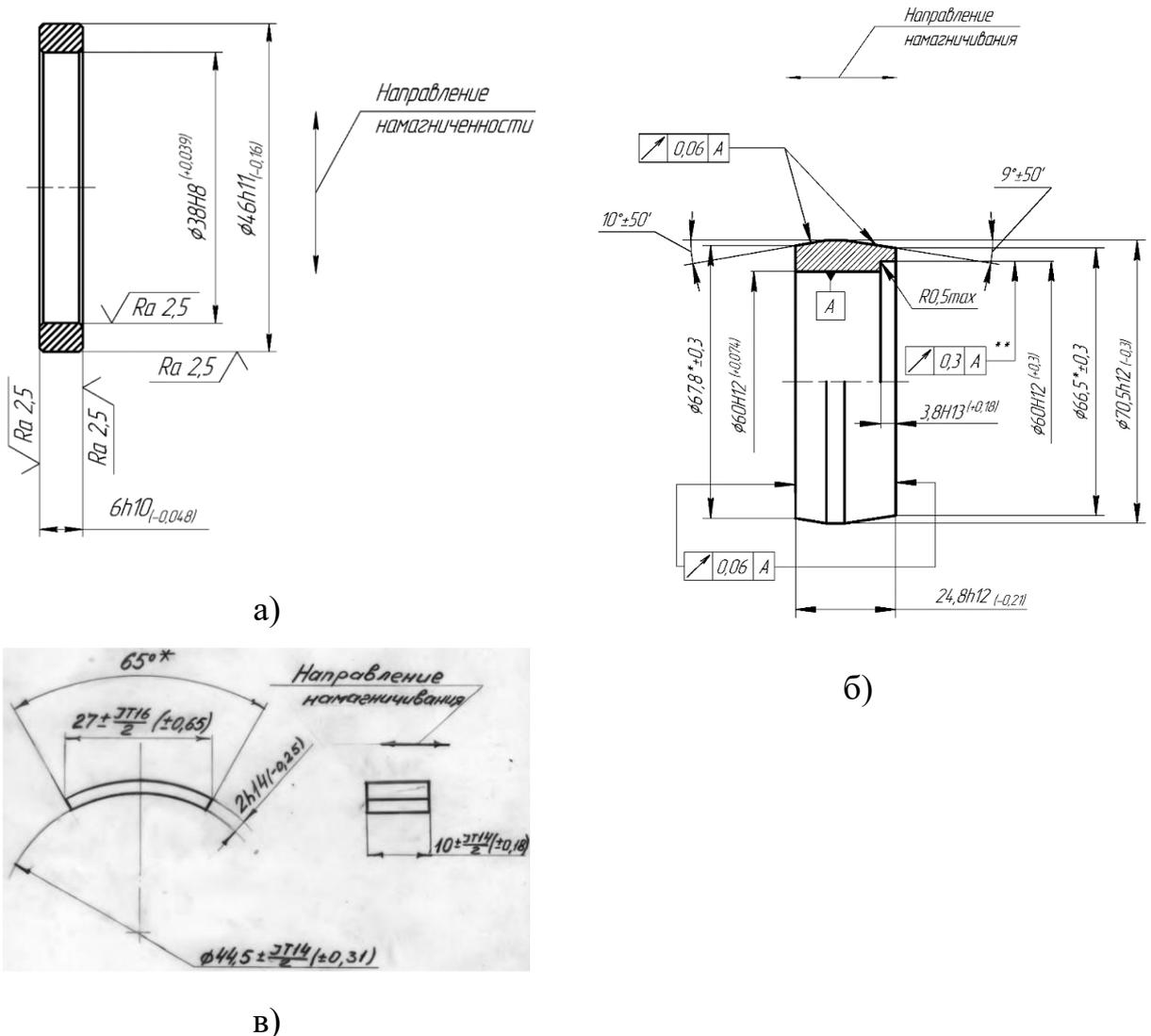


Рисунок 5.7 – Чертежи изделий, предлагаемых к изготовлению СЛС: кольцевой магнит шифр «Пума» – а), кольцевой магнит КМ1.155.01.01.333 – б), секторальный магнит Ее7.770.926 – в)

Технологическая схема процесса изготовления постоянных магнитов из сплава 25X15КА методом СЛС представлена на рисунке 5.8. Изготовление изделий по указанным чертежам проводилось из смеси порошков согласно разработанному технологическому решению, представленному в разделе 5.1.2.

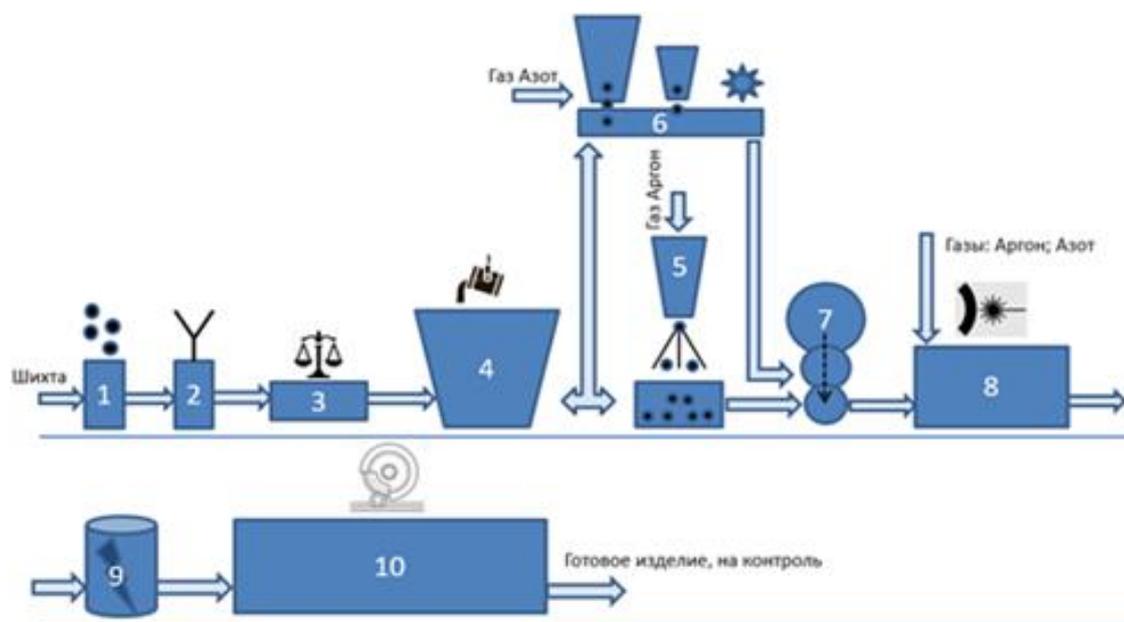


Рисунок 5.8 – Технологическая схема процесса изготовления аддитивных постоянных магнитов: 1 – дробеструй; 2 – гидравлические аллигаторные ножницы; 3 – технологические весы; 4 – печь для литья; 5 – установка распыления расплава (газовый атомайзер); 6 – установка струйного измельчения сплавов; 7 – воздушный классификатор (рассев порошков); 8 – установка СЛС; 9 – печь для термомагнитной обработки; 10 – участок механической обработки образцов

Получение порошков с максимальным выходом годного осуществлялось по разработанным (разделы 5.1.1 и 5.1.2) технологическим процессам с дальнейшим приготовлением осколочно-сферической смеси гравитационным методом. Порошки смешивались в пропорции 1 часть осколочного на 4 части сферического согласно [160]. Проводилась сушка смеси в сушильном шкафу при температуре  $120 \pm 5$  °C в течение 3 ч. Далее порошок был загружен в бункер установки СЛС.

Для реализации процесса СЛС в специальной среде моделирования SOLIDWORKS 2022 были выполнены 3D-модели постоянных магнитов по чертежам, представленным на рисунке 5.7, произведено их позиционирование на технологической платформе с прорисовкой поддержек в среде Materialise Magics 25.01, а также загрузка из памяти установки СЛС оптимального режима сплавления, установленного по результатам предыдущих экспериментов,

описанных в главах 3 и 4. 3D-модели постоянных магнитов представлены на рисунке 5.9. Была выполнена подготовка поверхности технологической платформы построения во избежание дефектов готового изделия: сушка, обезжиривание и включение функции подогрева. Контроль заданных параметров (энерговложение, расход порошка) осуществлялся автоматически.

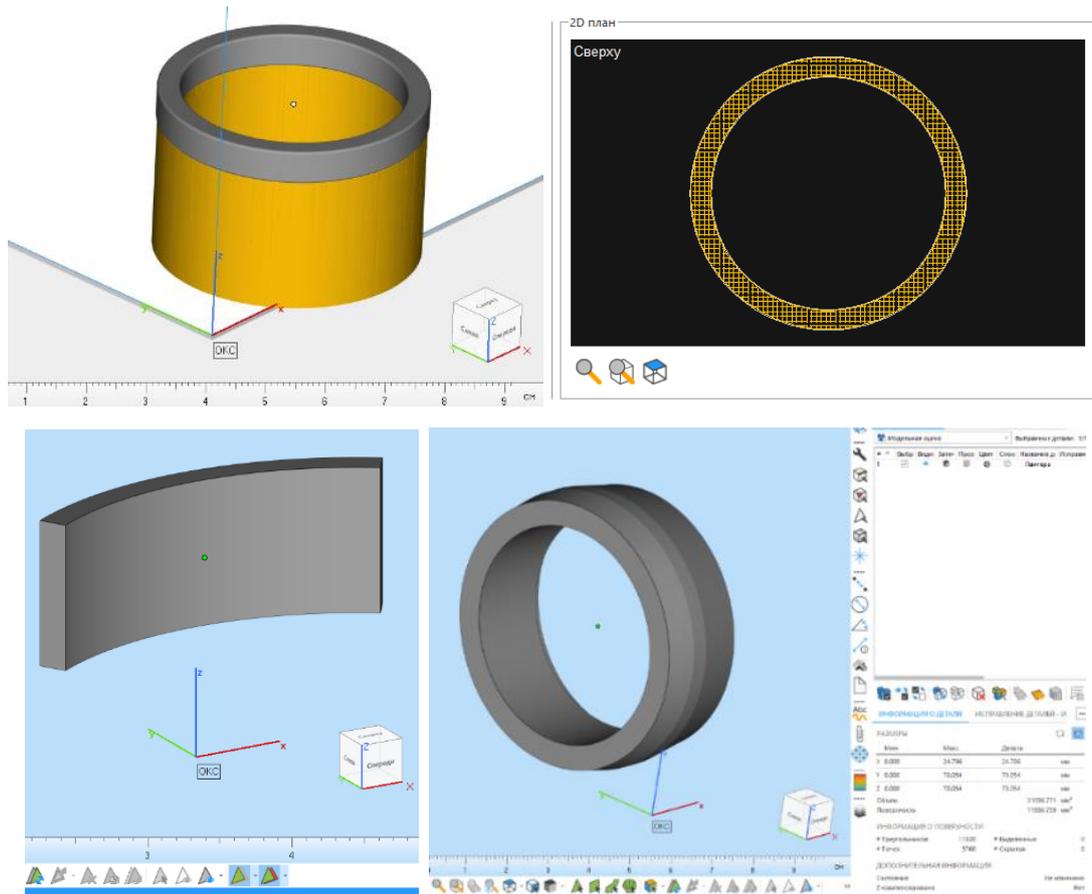


Рисунок 5.9 – 3D-модели постоянных магнитов, серийно выпускаемых АО «Спецмагнит»

По разработанным 3D-моделям изготовлены в размер постоянные магниты – рисунок 5.10. На процесс изготовления постоянных магнитов на основе магнитотвердых сплавов, полученных методом селективного лазерного сплавления, разработана и передана АО «Спецмагнит» технологическая инструкция. Полученные изделия подверглись ТМО согласно режиму, описанному в разделах 2.10 и 4.4, – с исключением операции гомогенизационного отжига. Требуемая для кольцевых магнитов диаметральная магнитная структура была сформирована при проведении ТМО.

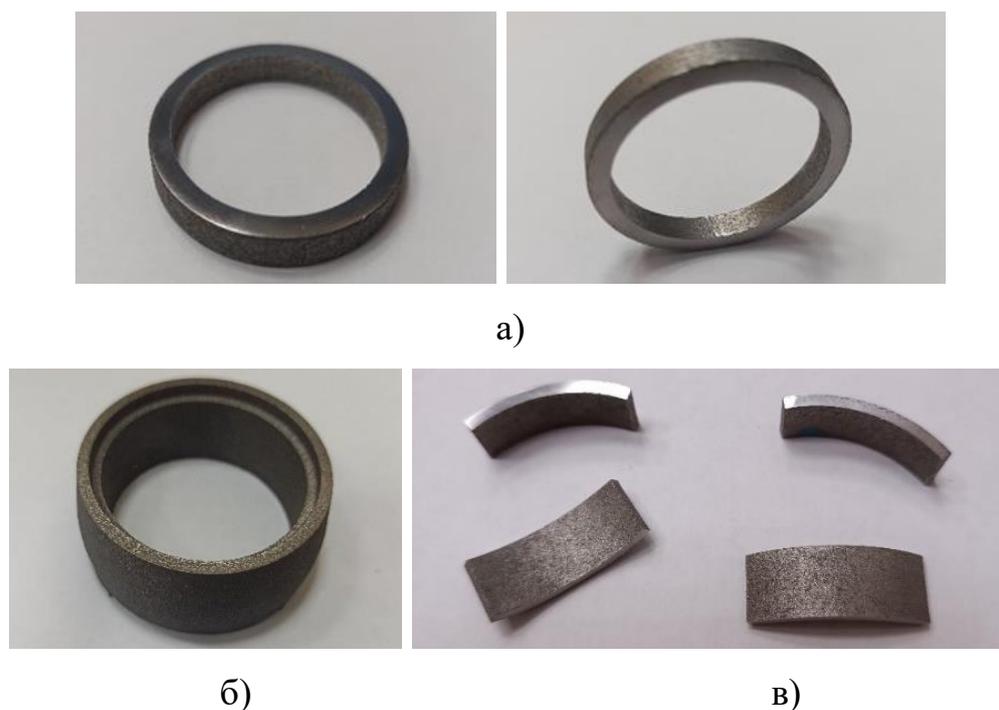


Рисунок 5.10 – Аддитивные магниты – изделие шифр «Пума» – а), изделие КМ1.155.01.01.333 – б), изделие Ее7.770.926 – в)

Согласно методике [161], применяемой АО «Спецмагнит», для контроля качества полученных аддитивных кольцевых магнитов шифр «Пума» формируются синусоидальные кривые распределения магнитной индукции – рисунок 5.11.

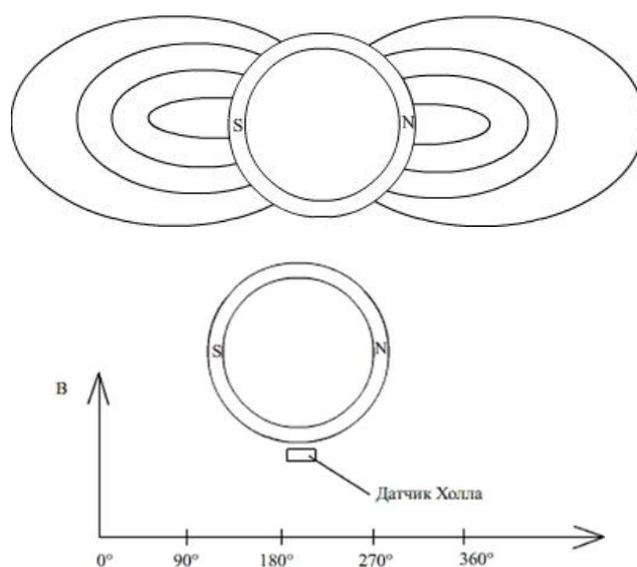


Рисунок 5.11 – Схематическое представление процесса получения синусоидальных кривых распределения магнитной индукции. В – сигнал, получаемый с датчика Холла

Методика расчета значений коэффициентов искажения синусоидальной кривой распределения магнитной индукции основана на принципах гармонического анализа Фурье (рисунок 5.12) – уравнения (5.1)-(5.3):

$$\begin{aligned}
 a_1 &= \frac{1}{4} \left[ \frac{1}{\sqrt{2}} (Y_{45^\circ} - Y_{135^\circ} - Y_{225^\circ} + Y_{315^\circ}) - Y_{180^\circ} \right] \\
 b_1 &= \frac{1}{4} \left[ \frac{1}{\sqrt{2}} (Y_{45^\circ} + Y_{135^\circ} - Y_{225^\circ} - Y_{315^\circ}) + Y_{90^\circ} - Y_{270^\circ} \right] \\
 a_2 &= \frac{1}{4} [-Y_{90^\circ} + Y_{180^\circ} - Y_{270^\circ}] \\
 b_2 &= \frac{1}{4} [Y_{45^\circ} - Y_{135^\circ} + Y_{225^\circ} - Y_{315^\circ}] \\
 a_3 &= \frac{1}{4} \left[ \frac{1}{\sqrt{2}} (-Y_{45^\circ} + Y_{135^\circ} + Y_{225^\circ} - Y_{315^\circ}) - Y_{180^\circ} \right] \\
 b_3 &= \frac{1}{4} \left[ \frac{1}{\sqrt{2}} (Y_{45^\circ} + Y_{135^\circ} - Y_{225^\circ} - Y_{315^\circ}) - Y_{90^\circ} + Y_{270^\circ} \right],
 \end{aligned} \tag{5.1}$$

где  $Y_{45^\circ} \dots Y_{315^\circ}$  – значения ординат точек на кривой распределения магнитной индукции при разделении одного периода на 8 интервалов,  $a$ ,  $b$  – промежуточные значения величины.

$$\begin{aligned}
 A_1 &= \sqrt{a_1^2 + b_1^2} \\
 A_2 &= \sqrt{a_2^2 + b_2^2}, \\
 A_3 &= \sqrt{a_3^2 + b_3^2}
 \end{aligned} \tag{5.2}$$

где  $A_1$ ,  $A_2$  и  $A_3$  – расчетные значения амплитуд первой, второй и третьей гармоник.

$$\begin{aligned}
 K_2 &= A_2/A_1 \cdot 100\% \\
 K_3 &= A_3/A_1 \cdot 100\%
 \end{aligned} \tag{5.3}$$

где  $K_2$  и  $K_3$  – коэффициенты искажения второй и третьей гармоник синусоидальной кривой распределения магнитной индукции, соответственно.

В первую очередь рассчитываются промежуточные значения: коэффициенты  $a$ ,  $b$ . Далее рассчитываются значения амплитуд первой второй и третьей гармоник, далее – коэффициенты искажения второй  $K_2$  и третьей  $K_3$  гармоник синусоидальной кривой распределения магнитной индукции и значение

магнитной индукции у каждого полюса магнита  $B_{\Pi}$ . Технические требования на кольцевой магнит предполагают значение коэрцитивной силы по индукции  $H_{cb}$  не менее 41 кА/м, значения  $B_{\Pi}$  в контрольной системе не менее 25 мТл, а распределения магнитной индукции в контрольной системе должно иметь синусоидальную форму и коэффициенты  $K_2$  и  $K_3$  должны быть не более 25 %.

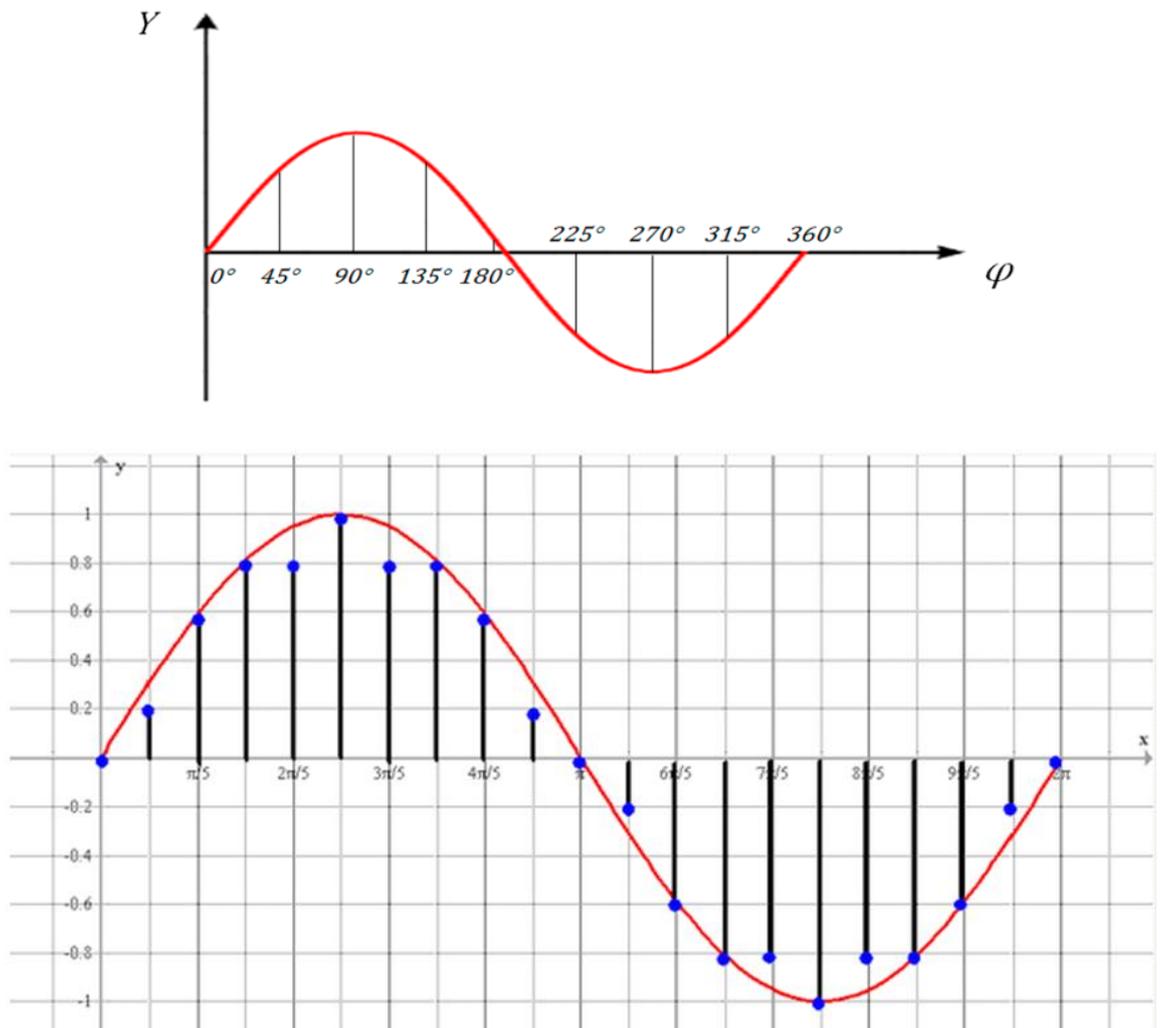


Рисунок 5.12 – Визуальное представление гармонического анализа Фурье

Синусоидальные кривые распределения магнитной индукции для СЛС магнитов (рисунок 5.13а) были получены специалистами АО «Спецмагнит». Данные обрабатывались в реальном времени с помощью программного пакета, который позволяет вывести рассчитанные данные и изображение кривой распределения. Также АО «Спецмагнит» были предоставлены сравнительные данные и изображение кривой распределения для литого магнита – рисунки 5.13б, в.

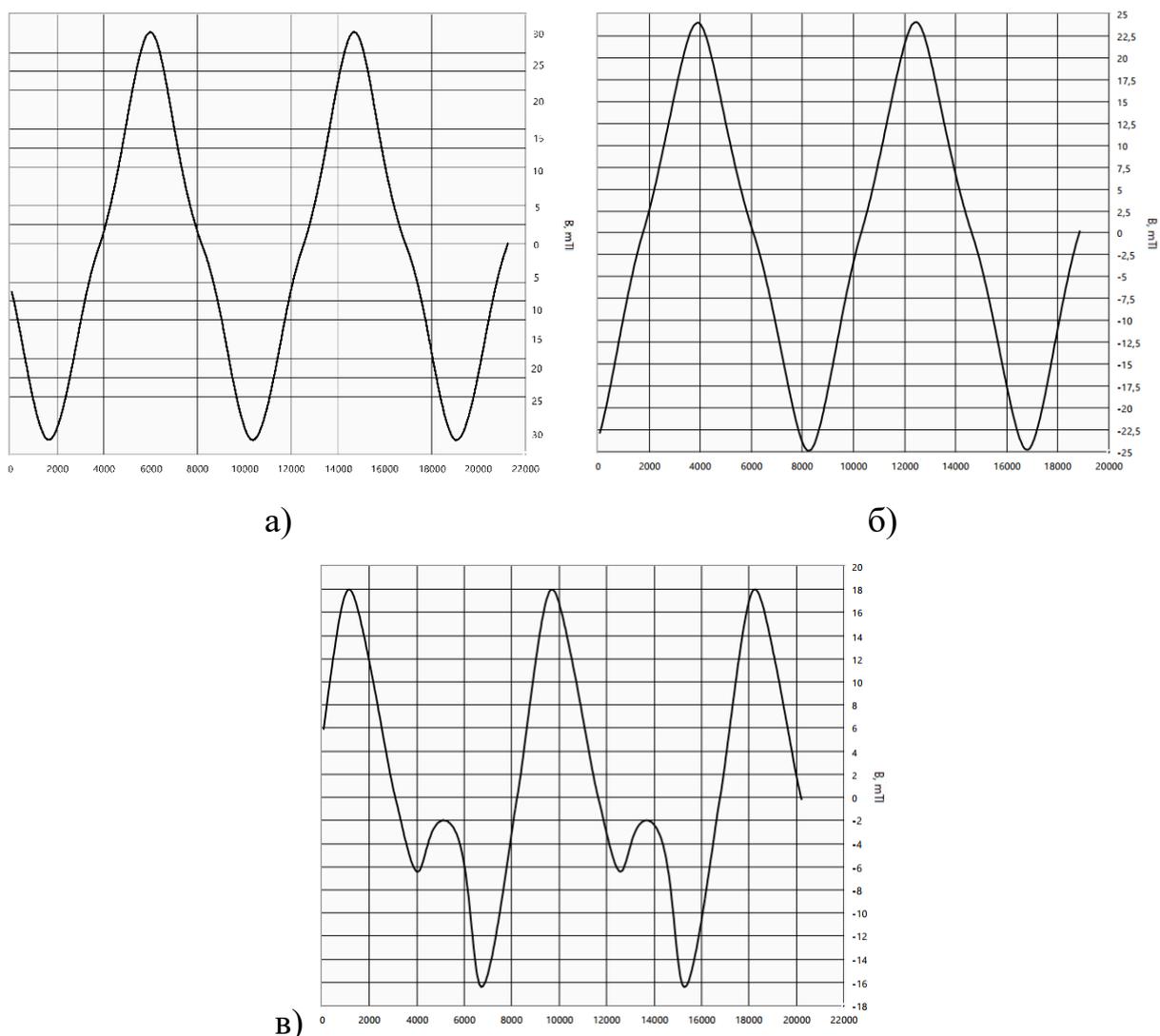


Рисунок 5.13 – Результаты записи гармоник магнитов из сплава 25X15КА, полученных методом СЛС ( $\pm B_{\Pi} = 31,0$  мТл), – а) и литьем ( $\pm B_{\Pi} = 24,9$  мТл и 18,0 мТл, соответственно) – б, в) [143, 162]

Для одного из литых магнитов уже по отклонению формы угловой развертки от идеальной синусоиды (рисунок 5.13в) можно предположить присутствие крупных дефектов, что подтверждается программными расчетами магнитных характеристик. Поэтому магниты с подобными отклонениями от синусоидальной формы являются браком. Для кольцевого СЛС магнита из сплава 25X15КА удалось достичь следующих значений:  $H_{cb} = 46,5$  кА/м,  $B_{\Pi} = 31$  мТл,  $K_2 = 2,85$  %,  $K_3 = 22,36$  %. Таким образом, СЛС магнит по своим характеристикам полностью соответствует требованиям ГОСТ [120] и АО «Спецмагнит», а его бездефектность подтверждается формой синусоидальной кривой распределения

магнитной индукции (рисунок 5.13а). Для бездефектного литого магнита сравнения, гармоника которого представлена на рисунке 5.13б, значение  $B_{II}$  составляет только 24,9 мТл, что существенно ниже, чем для СЛС магнита.

Для сравнения, на рисунке 5.14 показаны структуры годного и дефектного литых магнитов «Пума», а также СЛС магнита в продольном и поперечном сечениях.

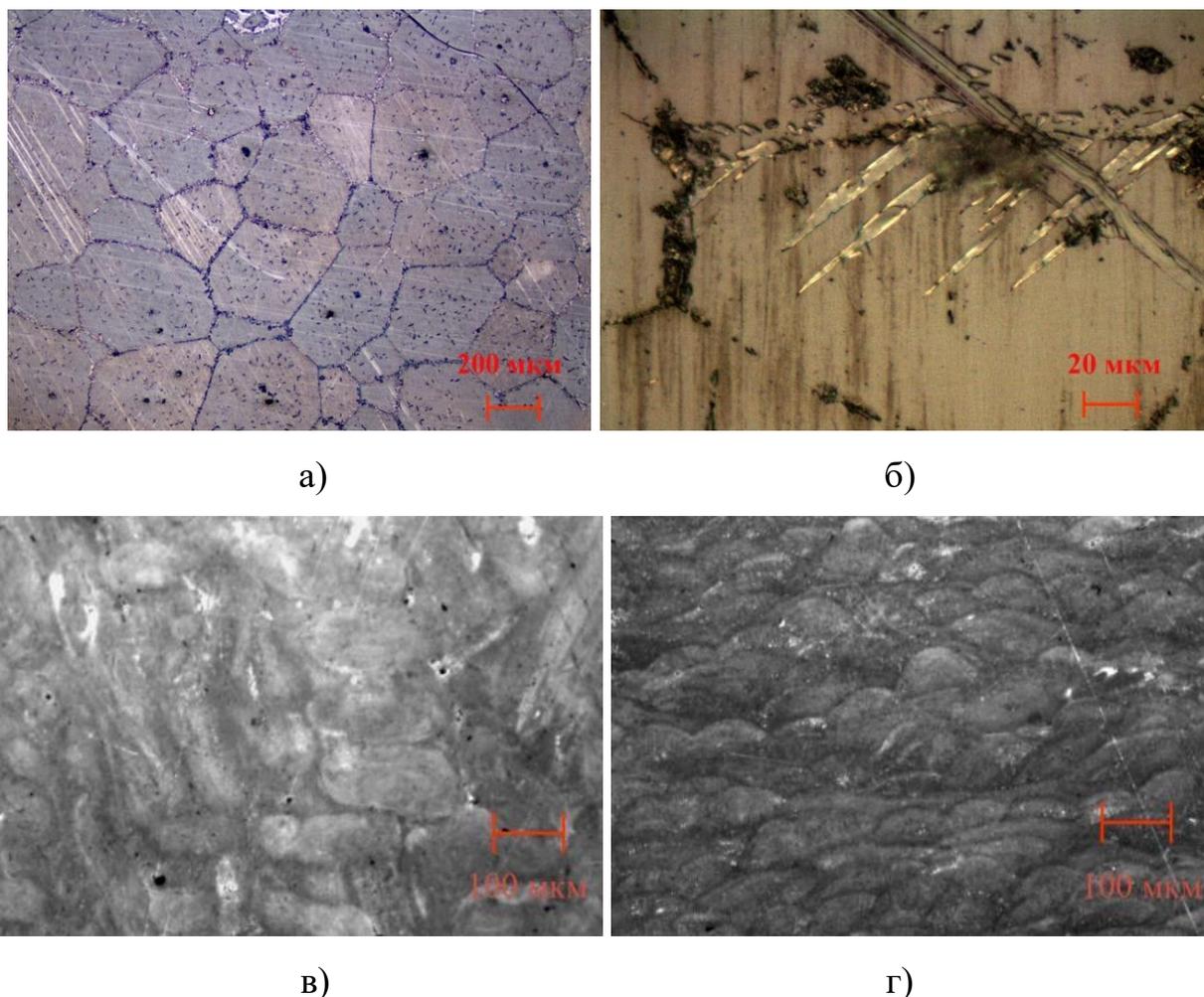


Рисунок 5.14 – Структура литых магнитов из сплава 25Х15КА шифр «Пума»: без дефектов – а) и дефектного – б), также аддитивного магнита из сплава 25Х15КА в состоянии намагниченности в продольном – в) и поперечном – г) сечениях

В продольном направлении мелкозернистая СЛС структура представляет собой совокупность единичных проходов лазерного луча, а в поперечном направлении – турбулентные завихрения. Хорошо видно, что зерно литых

магнитов намного крупнее, чем аддитивных, а поскольку размер зерна обратно пропорционален коэрцитивной силе по индукции, магнитные характеристики аддитивных магнитов несколько выше.

Зеренную структуру магнитотвердых сплавов необходимо рассматривать с точки зрения стабильности магнитных свойств [162]: важно оценить устойчивость магнитных свойств аддитивных кольцевых магнитов в условиях эксплуатации под действием внешних магнитных и термических полей. Металлографические исследования травленных кусков, отколотых от кольцевого СЛС магнита «Пума» и подвергнутых внешнему воздействию (размагничивание системой катушек и термическое размагничивание, температура – 650 °С и время – 5 мин – которого определены исходя из точки Кюри для сплава 25Х15КА согласно [120]), показали, что в состоянии после намагничивания (рисунок 5.14) и после внешних воздействий (рисунок 5.15) структура различается не сильно. Полученные данные косвенно подтверждают устойчивость структуры СЛС магнита к внешним воздействиям.

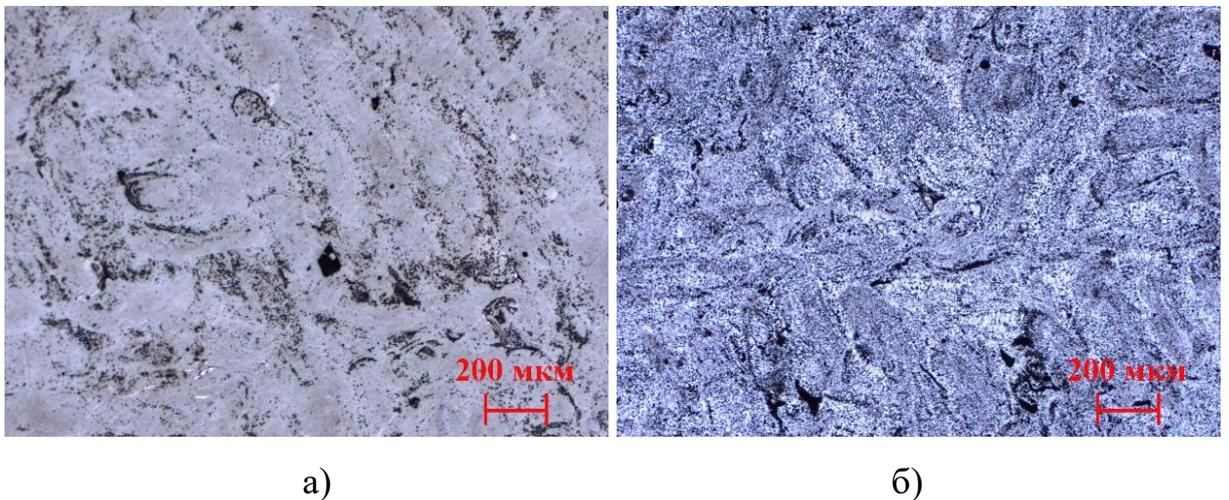


Рисунок 5.15 – Структура СЛС кольцевого магнита в различном состоянии: после размагничивания внешним магнитным полем – а) и после размагничивания температурным воздействием 650 °С в течение 5 мин – б)

Таким образом, кольцевые магниты из сплава 25Х15КА, изготовленные по технологии СЛС, прошли успешные испытания на АО «Спецмагнит» и устойчивы к влиянию внешних воздействий. Результаты испытаний показали реальную

возможность изготовления магнитов кольцевой формы с минимальными допусками на механическую обработку по технологии СЛС. Заключение № 12-2022 главного технолога АО «Спецмагнит» и протокол испытаний № 226-1-22 представлены в приложении Г. От АО «Спецмагнит» получен акт внедрения на магнит шифр «Пума» от 31 августа 2022 г. (приложение Д). На способ получения бездефектных кольцевых постоянных магнитов марки 25X15КА селективным лазерным сплавлением получен патент на изобретение № 2800905, дата приоритета 17 октября 2022 г. [163].

## 5.2 Изготовление деталей из магнитомягкого сплава 80НХС

Эксперименты, проведенные в разделе 4.3, позволили выбрать для магнитомягкого сплава 80НХС оптимальные параметры сплавления и термообработки, при которых улучшилось металлургическое качество материала, уменьшилось количество несплошностей структуры. При выбранных в разделе параметрах СЛС (энерговложение 0,32 Вт·с/мм) были изготовлены согласно 3D-моделям (рисунок 5.16) и подвергнуты термообработке в течение 9 ч при температуре 1300 °С опытные экземпляры камер, имитирующих работу защитного экрана гирокоспа.

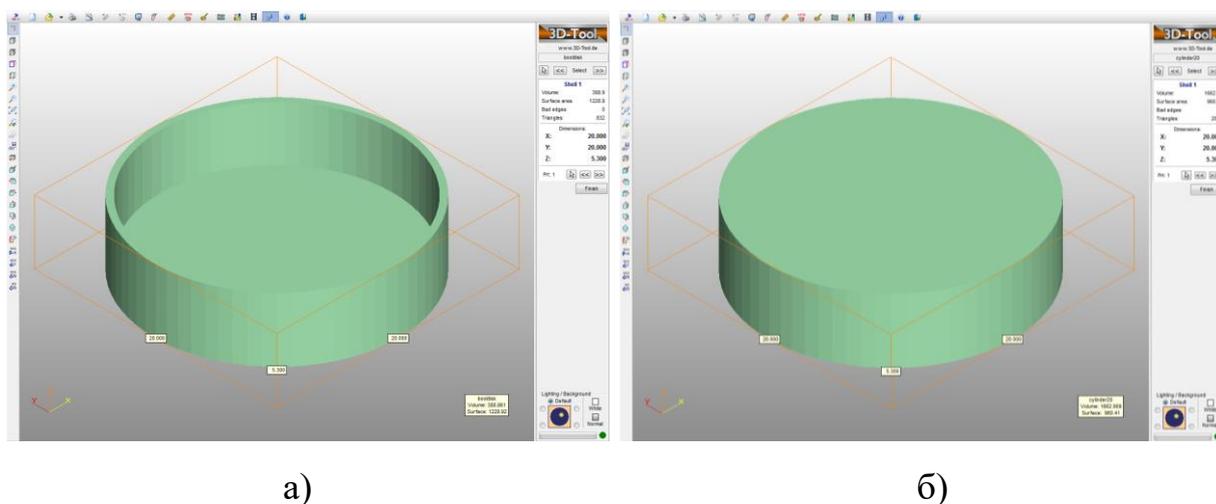


Рисунок 5.16 – 3D-модели экспериментальных образцов: чашка – а) и крышка – б)

На рисунке 5.17 представлены изготовленные по технологии СЛС

экспериментальные образцы тонкостенной чашки и крышки к ней, на которых, после соединения лазерной сваркой и испытаний на вакуумную плотность, можно провести эксперименты по возможности экранирования магнитного поля Земли. Из-за шероховатости получаемой поверхности, габариты выращенных деталей были сделаны с припуском относительно заложенных в 3D-модель, а форма при этом соответствовала идеальному кругу. Внешний диаметр чашки составил 20,11 мм вместо заложенного значения 20 мм, а внутренний диаметр 18,95 мм вместо заложенного значения 19 мм. Толщина стенки чашки составляла 0,5 мм. Изменений геометрический размеров после термообработки не обнаружено.



Рисунок 5.17 – Образцы деталей из сплава 80НХС, изготовленных по технологии СЛС

Построенные детали были отшлифованы до размеров, заложенных в моделях, и соединены лазерной сваркой. Далее они были установлены в имитатор корпуса гироскопа (рисунок 5.18) вместо подобных деталей, изготовленных традиционным волочением.



Рисунок 5.18 – Имитаторы корпуса в сборе с применением аддитивных деталей

Расчет коэффициента экранирования  $K_{\text{экр.}}$  имитаторов проводился по формуле (5.4):

$$K_{\text{экр.}} = 1 + 0,25 \cdot \left( \sqrt{\mu_{\text{max}}} - \sqrt{1/\mu_{\text{max}}} \right)^2 \cdot \left( 1 - r_i^2 / r_b^2 \right), \quad (5.4)$$

где  $r_i$ ,  $r_b$  – геометрические параметры корпуса.

Согласно выполненным АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» расчетам,  $K_{\text{экр.}}$  составил порядка 82, что считается достаточным. Что касается магнитных свойств, максимальная магнитная проницаемость  $\mu_{\text{max}}$  составила 33201 Гс/Э, индукция  $B_r = 0,63$  Тл, коэрцитивная сила  $H_c = 2,5$  А/м, что полностью соответствует требованиям, предъявляемым АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор». Испытания на вакуумную плотность показали значение  $1,2 \cdot 10^{-11}$  м<sup>3</sup>·Па/с, что даже превосходит требования, предъявляемые к этому параметру АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор». На способ получения магнитных экранов из сплава 80НХС селективным лазерным сплавлением получен патент на изобретение № 2822540, дата приоритета 7 августа 2023 г. [164].

Таким образом, магнитоэкранирующие корпуса гироскопов, изготовленные по аддитивной технологии, прошли успешные испытания на АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор», их результаты показали реальную возможность изготовления деталей гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС новым

методом СЛС и их внедрение в производство, что подтверждается актом внедрения от 24 апреля 2023 г. (приложение Е).

## ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5

1. По результатам исследования была разработана технологическая инструкция на процесс получения экспериментальных образцов порошков прецизионных сплавов методом распыления расплава, что позволило впервые получить сферические порошки необходимой текучести и фракции менее 80 мкм, пригодные для СЛС.

2. Для повышения коэффициента использования материала до 96 % для магнитотвердых сплавов разработана технология получения смесей сферических и осколочных порошков. Техническая сущность способа изготовления смесей защищена патентом на изобретение № 2751498, который реализован по договору передачи исключительного права в АО «Спецмагнит», Москва. Для реализации данной технологии создана установка струйного измельчения порошков прецизионных сплавов 25X15K и ЮНДК для получения порошков осколочной формы дисперсностью менее 80 мкм из сферических порошков дисперсностью более 80 мкм, разработана технологическая инструкция на процесс получения экспериментальных образцов порошков магнитотвердых сплавов методом струйного измельчения.

3. Определено оптимальное энергозатрачивание 0,27 Вт·с/мм для получения бездефектных кольцевых магнитов из сплава 25X15КА с коэрцитивной силой по индукции 46,5 кА/м, индукцией на полюсах 31 мТл, что даже выше, чем у изделий из аналогичных магнитотвердых сплавов, изготовленных литьем. Получена синусоидальная форма распределения магнитной индукции в контрольной системе с показателями ангармоничности  $K_2 = 2,85 \%$  и  $K_3 = 22,36 \%$  при установленных требованиях к данным коэффициентам не более 25 %. На способ получения бездефектных кольцевых постоянных магнитов марки 25X15КА селективным лазерным сплавлением разработана технологическая инструкция и получен патент на изобретение № 2800905, дата приоритета 17

октября 2022 г. Изготовлена опытная партия магнитов шифр «Пума», которая прошла успешные испытания на АО «Спецмагнит», что подтверждено заключением главного технолога и актом внедрения в производственную деятельность.

4. Разработан и освоен новый технологический процесс изготовления экранирующих корпусов гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС, что подтверждено актом внедрения в производственную деятельность АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор», Санкт-Петербург, и патентом на изобретение № 2822540, дата приоритета 7 августа 2023 г. Установлено оптимальное энергозатрачивание ( $0,32 \text{ Вт}\cdot\text{с}/\text{мм}$ ) и подобраны экспериментально режим термической обработки ( $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ ) и время изотермической выдержки (9 ч) для получения аддитивных экранирующих корпусов с магнитной проницаемостью 33201 Гс/Э и коэрцитивной силой 2,5 А/м, что сопоставимо со свойствами, достигаемыми в корпусах, изготовленных механически, и полностью соответствует требованиям, предъявляемым АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор». Вакуумная плотность собранного аддитивного корпуса составила  $1,2\cdot 10^{-11} \text{ м}^3\cdot\text{Па}/\text{с}$ , что превосходит требования АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор».

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Экспериментально подобраны параметры процесса распыления расплава на установке HERMIGA 75/3IV и получены сферические порошки магнитомягкого сплава 80НХС с выходом фракции <80 мкм на уровне 93 %, магнитотвердых сплавов на уровне до 75 %, который был увеличен с использованием созданной установки струйного измельчения, на которой из сферических порошков дисперсностью более 80 мкм получены порошки осколочной формы дисперсностью менее 80 мкм, пригодные для СЛС. Установлено, что при смешивании осколочного порошка со сферическим в пропорциях от 1:1 до 1:4 можно добиться наилучшего уплотнения порошка и наименьшей пористости. Данный способ получения смесей порошковых магнитотвердых сплавов 25Х15К защищен патентом на изобретение № 2751498, который реализован по договору передачи исключительного права в АО «Спецмагнит».

2. Показано, что параметры текучести, насыпной плотности и скорости истечения являются универсальными постоянными для каждой конкретной марки порошка с данным гранулометрическим составом и могут определять его качество при входном контроле, поскольку они являются мерой состояния поверхности частиц порошка и их морфологии.

3. В диапазоне энергovelожений от 0,14 до 0,38 Вт·с/мм сплавлены порошки всех исследуемых марок, в т.ч. несферические порошки.

4. В структурах аддитивных материалов основными составляющими обозначены частично перекрывающиеся капли – полусферы, образованные послойным проплавлением частиц порошка, наносимого на выращиваемую поверхность, и последующей кристаллизацией расплава. Отмечено мелкозернистое строение всех СЛС материалов, которое положительно сказывается на магнитных свойствах магнитотвердых материалов и отрицательно – магнитомягких.

5. Установлено, что для всех исследуемых и модельных сплавов прочностные свойства значительно выше, чем у сплавов аналогичного химического состава, полученных традиционными металлургическими технологиями. Так, для сплава 25X15КА временное сопротивление составляет 212 МПа вместо 196 МПа, для 12X18Н10Т – 733 МПа вместо 510 МПа, для 316L – 716 МПа вместо 515 МПа, для ПЖРВ – 660 МПа вместо 360 МПа. Пластические свойства аддитивных материалов, наоборот, в несколько раз меньше.

6. Экспериментально подобран режим ТО, позволяющий укрупнить размер зерна сплава 80НХС, полученного селективным лазерным сплавлением, для достижения требуемого уровня магнитных свойств. Для сплава 25X15КА уточнен режим термомагнитной обработки (исключена операция гомогенизирующего отжига), позволяющий сохранить высокий уровень магнитных свойств и сократить количество технологических операций.

7. На примере сплава ЮНДК показано, что при селективном лазерном сплавлении хрупких сплавов, чрезвычайно чувствительных к большим скоростям охлаждения и возникающим напряжениям, необходимо применять кольцевые режимы сканирования вместо линейных. Структура полученных кольцевым сканированием образцов отличается отсутствием трещин в объеме образца, но содержит крупные поры.

8. Для всех аддитивных материалов отмечено наличие треков от разлетающихся частиц. Крупные разлетающиеся частицы расплавленного металла представляют собой структуру “ядро-оболочка”, где ядро металлическое, а оболочка оксидная. В этих частицах соотношение элементов довольно близко к стехиометрическому составу исходных порошков. Химический состав мелких частиц совершенно не совпадает с исходным порошком (для стали 12X18Н10Т – отсутствие никеля, для сплава 25X15К – пониженное в 1,5 раза содержание хрома и железа, для сплава 80НХС – пониженное в 2,5 раза содержание никеля), содержание кислорода превышает 25 вес. %, а их доля мала.

9. Методом ПЭМ в аддитивном и литом сплаве 25X15К обнаружены крупные и мелкие включения. Средний эквивалентный диаметр внутризеренных

частиц в аддитивном сплаве 25X15КА составил 40 нм, объемная доля включений –  $4,46 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ . Включения в литом образце той же марки обладают другой формой и размерами от 48 до 219 нм. Суммарная объемная плотность таких частиц  $-1,04 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ .

10. Изготовлена опытная партия бездефектных кольцевых магнитов шифр «Пума» с требуемым уровнем магнитных свойств. Разработка и освоение нового аддитивного технологического процесса изготовления кольцевых магнитов из сплава 25X15КА подтверждаются актом внедрения в производственную деятельность АО «Спецмагнит» и патентом на изобретение № 2800905, дата приоритета 17 октября 2022 г.

11. Изготовлена опытная партия экранирующих корпусов гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС. Разработка и освоение нового аддитивного технологического процесса изготовления экранирующих корпусов гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС подтверждаются актом внедрения в производственную деятельность АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» и патентом на изобретение № 2822540, дата приоритета 7 августа 2023 г.

В целом, установлено, что с помощью аддитивных технологий возможно сформировать магниты с механическими и магнитными свойствами, не уступающими материалу, полученному по традиционной литейной технологии или вытачиванием из прутка. Превышение показателей твердости, временного сопротивления и предела текучести образцов, полученных СЛС, над аналогичными показателями традиционных образцов идентичного химического состава поможет улучшить тактико-технические характеристики элементов гироскопов, изготавливаемых из магнитотвердых и магнитомягких сплавов аддитивными технологиями.

## ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В работе применяются следующие сокращения и обозначения:

BD – англ. Building Direction (направление построения)

EBSD – дифракция обратно рассеянных электронов

EDS – анализ эмиссии рентгеновского спектра

KCU – ударная вязкость с U-образным надрезом

LENS – англ. Laser Engineered Net Shaping

PLA – полилактид

ВАК – Высшая аттестационная комиссия

ДНГ – Динамически настраиваемый гироскоп

КИМ – Коэффициент использования материала

МТМ – Магнитотвердые материалы

ОС – Основные средства

ОЦК – Объемно-центрированная кубическая решетка

ПЖРВ – Порошок железный распыленный водой

ПМИ – Программа и методики испытаний

ПНИЭР – Прикладные научные исследования и экспериментальные разработки

ПФ – полюсные фигуры

ПЭМ – просвечивающий электронный микроскоп

РЭМ – Растровый электронный микроскоп

САПР – Системы автоматизированного проектирования

СЛС – Селективное лазерное сплавление

СЭМ – Сканирующая электронная микроскопия

ТЗ – Техническое задание

ТМО – Термомагнитная обработка

ТО – Термическая обработка

ЭДО – Эффективный диаметр окружности

ЭКД – Эскизная конструкторская документация

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пельпор Д.С., Матвеев В.А., Арсеньев В.Д. Динамически настраиваемые гироскопы: теория и конструкция. М.: Машиностроение, 1988. 264 с.
2. Новиков Л.З., Шаталов М.Ю. Механика динамически настраиваемых гироскопов. М.: Наука, 1985. 246 с.
3. Sedlak J., Rican D., Piska M., Rozkosny L. Study of Materials Produced by Powder Metallurgy Using Classical and Modern Additive Laser Technology // *Procedia Engineering*. 2015. Vol. 100. pp. 1232-1241.
4. Hussein A., Hao L., Yan C., Everson R., Young P. Advanced Lattice Support Structures for Metal Additive Manufacturing // *Journal of Materials Processing Technology*. 2013. Vol. 213. No. 7. pp. 1019-1026.
5. Wang D., et al. Study on the Designing Rules and Processability of Porous Structure Based on Selective Laser Melting (SLM) // *Journal of Materials Processing Technology*. 2013. Vol. 213. No. 10. pp. 1734-1742.
6. Herderick E.D. Additive Manufacturing in the Minerals, Metals, and Materials Community: Past, Present, and Exciting Future // *JOM*. 2016. Vol. 68. pp. 721-723.
7. Шишковский И.В. Основы аддитивных технологий высокого разрешения. СПб: Питер, 2016. 400 с.
8. Анциферов В.Н., Бобров Г.В., Дружинин Л.К. Порошковая металлургия и напыленные покрытия. М.: Металлургия, 1987. 792 с.
9. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. М.: Металлургия, 1972. 527 с.
10. Рудской А.И., Волков К.Н., Кондратьев С.Ю., Соколов Ю.А. Физические процессы и технологии получения металлических порошков из расплава. СПб: Издательство Политехнического университета, 2018. 610 с.
11. Vock S., et al. Powders for Powder Bed Fusion: a Review // *Progress in*

- Additive Manufacturing. 2019. Vol. 4. pp. 383-397.
12. Olakanmi E.O. Selective Laser Sintering/ Melting (SLS/SLM) of Pure Al, Al-Mg, and Al-Si Powders: Effect of Processing Conditions and Powder Properties // Journal of Materials Processing Technology. 2013. Vol. 213. No. 8. pp. 1387-1405.
  13. Boisselier D., Sankaré S. Influence of Powder Characteristics in Laser Direct Metal Deposition of SS316L for Metallic Parts Manufacturing // Physics Procedia. 2012. Vol. 39. pp. 455-463.
  14. Simchi A. The Role of Particle Size on the Laser Sintering of Iron Powder // Metallurgical and Materials Transactions B. 2004. Vol. 35. pp. 937-948.
  15. Постникова И.В., Блиничев В.Н., Кравчик Я. Струйные мельницы // Современные наукоемкие технологии. Региональное приложение. 2015. № 2 (42). С. 144-151.
  16. Федотов К.В., Дмитриев В.И. Струйное измельчение. М.: Горная книга, 2014. 194 с.
  17. Юльметова О.С., Щербак А.Г., Челпанов И.Б., Валетов В.А. Специальные технологии изготовления прецизионных узлов и элементов гироскопических приборов: Учебное пособие. Санкт-Петербург: Университет ИТМО, 2017. 131 с.
  18. Устюхин А.С., Алымов М.И., Миляев И.М. Магнитные гистерезисные свойства Fe-26Cr-16Co порошковых магнитотвердых сплавов // Письма о материалах. 2014. Т. 4. № 1. С. 59-61.
  19. Миляев И.М., и др. Влияние кремния и молибдена на магнитные гистерезисные свойства магнитотвердого порошкового сплава 22Х15КА // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2011. № 4. С. 54-57.
  20. Brandt M., et al. Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies and Applications. Cambridge and Sawston: Woodhead

- Publishing, 2016. 498 pp.
21. Каблов Е.Н. Настоящее и будущее аддитивных технологий // *Металлы Евразии*. 2017. № 1. С. 2-6.
  22. Перевертов В.П., Андрончев И.К., Абулкасимов М.М. Технологии обработки материалов концентрированным потоком энергии // *Надежность и качество сложных систем*. 2015. № 3 (11). С. 69-79.
  23. ISO/ASTM 52900:2021. Additive manufacturing - General principles - Fundamentals and vocabulary. 2021. 9 pp.
  24. Голоднов А.И., Злыгостев С.Н., Фурман И.Е. Технологии и оборудование аддитивного производства: учебное пособие. Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2022. 128 с.
  25. CFM International Jet Engines. The LEAP Engine [Электронный ресурс] [2018]. URL: <https://www.cfmaeroengines.com/engines/leap>
  26. Зленко М.А., Нагайцев М.В., Довбыш В.М. Аддитивные технологии в машиностроении. М.: ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ», 2015. 220 с.
  27. Herzog D., Seyda V., Wycisk E., Emmelmann C. Additive Manufacturing of Metals, Vol. 117, 2016. pp. 371-392.
  28. DebRoy T., et al. Additive Manufacturing of Metallic Components - Process, Structure and Properties // *Progress in Materials Science*. 2018. Vol. 92. pp. 112-224.
  29. Gokuldoss P.K., Kolla S., Eckert J. Additive Manufacturing Processes: Selective Laser Melting, Electron Beam Melting and Binder Jetting-Selection Guidelines // *Materials*. 2017. Vol. 10. No. 6. P. № 672.
  30. Wong K.V., Hernandez A. A Review of Additive Manufacturing // *ISRN Mechanical Engineering*. 2012. Vol. 2012. P. № 208760.
  31. Медведев П.Н., Гуляев А.И. Анализ пространственного распределения трещин в жаропрочном никелевом сплаве, изготовленном по технологии СЛС // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 1 (58). С. 12-18.

32. Spears T.G., Gold S.A. In-Process Sensing in Selective Laser Melting (SLM) Additive Manufacturing // Integrating Materials and Manufacturing Innovation. 2016. Vol. 5. pp. 16-40.
33. Аганаев Ю.П., Гурьев А.М., Лыгденов Б.Д., Бутуханов В.А. Влияние энергетической неоднородности поверхности раздела фаз на формирование структуры металлов и сплавов при периодической кристаллизации // Ползуновский альманах. 2014. Т. 2. С. 25-29.
34. Vora P., Mumtaz K., Todd I., Hopkinson N. AlSi12 In-Situ Alloy Formation and Residual Stress Reduction Using Anchorless Selective Laser Melting // Additive Manufacturing. 2015. Vol. 7. pp. 12-19.
35. Mercelis P., Kruth J.P. Residual Stresses in Selective Laser Sintering and Selective Laser Melting // Rapid Prototyping Journal. 2006. Vol. 12. No. 5. pp. 254-265.
36. Zhang B., Li Y., Bai Q. Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review // Chinese Journal of Mechanical Engineering. 2017. Vol. 30. pp. 515-527.
37. Ning J., Wang W., Zamorano B., Liang S.Y. Analytical Modeling of Lack-of-Fusion Porosity in Metal Additive Manufacturing // Applied Physics A. 2019. Vol. 125. P. № 797.
38. Huang Y., et al. Keyhole Fluctuation and Pore Formation Mechanisms during Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing // Nature Communications. 2022. Vol. 13. P. № 1170.
39. King W.E., et al. Observation of Keyhole-Mode Laser Melting in Laser Powder-Bed Fusion Additive Manufacturing // Journal of Materials Processing Technology. 2014. Vol. 214. No. 12. pp. 2915-2925.
40. Зенина М.В. Производство металлических порошков (гранул) для сырьевого обеспечения аддитивных технологий в машиностроении // Технология легких сплавов. 2015. № 3. С. 32-38.

41. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб: Издательство СПбГПУ, 2013. 223 с.
42. ГОСТ Р 58418-2019. Аддитивные технологии. Металлические порошки и проволоки. Виды дефектов. Классификация, термины и определения. Москва: ФГБУ «Стандартинформ», 2019. 11 с.
43. Гропянов А.В., Ситов Н.Н., Жукова М.Н. Порошковые материалы. СПб: ВШТЭ СПбГУПТД, 2017. 74 с.
44. Алымов М.И., Миляев И.М., Юсупов В.С. Способ получения спеченных магнитотвердых сплавов системы железо-хром-кобальт, Изобретение RU 2534473 C1, ноябрь 27, 2014, бюл. № 33.
45. Yamashita M., Fujimura S. Sintered Fe-Cr-Co Type Magnetic Alloy and Method for Producing Article Made Thereof, Изобретение US 4601876, июль 22, 1986.
46. Ничипоренко О.С., Найда Ю.И., Медведовский А.Б. Распыленные металлические порошки. Киев: Наукова думка, 1980. 239 с.
47. Сизов А.М. Газодинамика и теплообмен газовых струй в металлургических процессах. М.: Металлургия, 1987. 256 с.
48. Гессингер Г.Х. Порошковая металлургия жаропрочных сплавов. Челябинск: Металлургия, 1988. 320 с.
49. Ермаков С.С., Вязников Н.Ф. Порошковые стали и изделия. Л.: Машиностроение, 1990. 319 с.
50. Акименко В.Б., Буланов В.Я., Рукин В.В. Железные порошки. Технология, состав, структура, свойства, экономика. М.: Наука, 1982. 134 с.
51. Панова В.О., Терновой Ю.Ф. Получение порошков с формой частиц, близкой к сферической, распылением расплавов водой // Вісник Харківського національного автомобільно-дорожнього університету. 2020. Vol. 1. No. 88. pp. 80-85.
52. Казармшиков И.Т. Производство основных конструкционных материалов.

- Оренбург: БИБКОМ, 2008. 279 с.
53. Mower T.M., Long M.J. Mechanical Behavior of Additive Manufactured, Powder-Bed Laser-Fused Materials // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 651. pp. 198-213.
  54. Ma M., Wang Z., Wang D., Zeng X. Control of Shape and Performance for Direct Laser Fabrication of Precision Large-Scale Metal Parts with 316L Stainless Steel // *Optics & Laser Technology*. 2013. Vol. 45. pp. 209-216.
  55. Zhang K., Wang S., Liu W., Shang X. Characterization of Stainless Steel Parts by Laser Metal Deposition Shaping // *Materials & Design*. 2014. Vol. 55. pp. 104-119.
  56. Старицын М.В., Кузнецов П.А., Петров С.Н., Михайлов М.С. Композитная структура как упрочняющий фактор нержавеющей аустенитной хромоникелевой аддитивной стали // *Физика металлов и металловедение*. 2020. Т. 121. № 4. С. 381-387.
  57. Khairallah S.A., Anderson A.T., Rubenchik A., King W.E. Laser Powder-Bed Fusion Additive Manufacturing: Physics of Complex Melt Flow and Formation Mechanisms of Pores, Spatter, and Denudation Zones // *Acta Materialia*. 2016. Vol. 108. pp. 36-45.
  58. Saeidi K., Gao X., Zhong Y., Shen Z.J. Hardened Austenite Steel with Columnar Sub-Grain Structure Formed by Laser Melting // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. Vol. 625. pp. 221-229.
  59. Фарбер В.М., Беленький Б.З., Гольдштейн М.И. Оценка прочности малоуглеродистых низколегированных сталей по структурным данным // *Физика металлов и металловедение*. 1975. Vol. 39. No. 2. pp. 403-409.
  60. Зубченко А.С. Марочник сталей и сплавов. М.: Машиностроение, 2003. 784 с.
  61. Солнцев Ю.П., и др. Металлы и сплавы. Справочник. СПб: НПО "Профессионал", 2003. 1066 с.

62. Wang D., Song C., Yang Y., Bai Y. Investigation of Crystal Growth Mechanism during Selective Laser Melting and Mechanical Property Characterization of 316L Stainless Steel Parts // *Materials & Design*. 2016. Vol. 100. pp. 291-299.
63. Carlton H.D., et al. Damage Evolution and Failure Mechanisms in Additively Manufactured Stainless Steel // *Materials Science & Engineering*. 2016. Vol. A 651. pp. 406-414.
64. Кубанова А.Н., и др. Особенности материалов и технологий аддитивного производства изделий // *Чебышевский сборник*. 2019. Т. 20. № 3 (71). С. 453-477.
65. Hanzl P., Zetek M., Bakša T., Kroupa T. The Influence of Processing Parameters on the Mechanical Properties of SLM Parts // *Procedia Engineering*. 2015. Vol. 100. pp. 1405-1413.
66. Niendorf T., et al. Highly Anisotropic Steel Processed by Selective Laser Melting // *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2013. Vol. 44. pp. 794-796.
67. Yadollahi A., Shamsaei N., Hammi Y., Horstemeyer M.F. Quantification of Tensile Damage Evolution in Additive Manufactured Austenitic Stainless Steels // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 657. pp. 399-405.
68. Périgo E.A., Jacimovic J., García Ferré F., Scherf L.M. Additive Manufacturing of Magnetic Materials // *Additive Manufacturing*. 2019. Vol. 30. P. № 100870.
69. Goll D., et al. Additive Manufacturing of Soft Magnetic Materials and Components // *Additive Manufacturing*. 2019. Vol. 27. pp. 428-439.
70. Jung H.Y., et al. Fabrication of Fe-based Bulk Metallic Glass by Selective Laser Melting: A Parameter Study // *Materials and Design*. 2015. Vol. 86. pp. 703-708.
71. Mikler C.V., et al. Laser Additive Manufacturing of Magnetic Materials // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*. 2017. Vol. 69. pp. 532-543.

72. Mikler C.V., et al. Tuning the Phase Stability and Magnetic Properties of Laser Additively Processed Fe-30at%Ni Soft Magnetic Alloys // *Materials Letters*. 2017. Vol. 199. pp. 88-92.
73. Garibaldi M., et al. Relationship between Laser Energy Input, Microstructures and Magnetic Properties of Selective Laser Melted Fe-6.9%wt Si Soft Magnets // *Materials Characterization*. 2018. Vol. 143. pp. 144-151.
74. Conteria R., et al. Laser Additive Processing of Fe-Si-B-Cu-Nb Magnetic Alloys // *Journal of Manufacturing Processes*. 2017. Vol. 29. pp. 175-181.
75. Shishkovsky I.V., Saphronov V. Peculiarities of Selective Laser Melting Process for Permalloy Powder // *Materials Letters*. 2016. Vol. 171. pp. 208-211.
76. Gausemeier J., et al. *Additive Manufacturing*. Munich: National Academy of Science and Engineering, 2017. 64 pp.
77. Durão L.F., et al. Additive Manufacturing Scenarios for Distributed Production of Spare Parts // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2017. Vol. 93. pp. 869-880.
78. Lamarre J.M., Bernier F. Permanent Magnets Produced by Cold Spray Additive Manufacturing for Electric Engines // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2019. Vol. 28. pp. 1709-1717.
79. Hilzinger R., Rodewald W. *Magnetic Materials: Fundamentals, Products, Properties, and Applications*. Hanau: VACUUMSCHMELZE, 2013. 608 pp.
80. Hubert A., Schäfer R. *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*. New York: Springer, 1998. 216 pp.
81. Zhang B., Fenineche N.E., Liao H., Coddet C. Magnetic Properties of In-Situ Synthesized FeNi<sub>3</sub> by Selective Laser Melting Fe-80%Ni Powders // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2013. Vol. 336. pp. 49-54.
82. Zhang B., Fenineche N.E., Liao H., Coddet C. Microstructure and Magnetic Properties of Fe-Ni Alloy Fabricated by Selective Laser Melting Fe/Ni Mixed Powders // *Journal of Materials Science & Technology*. 2013. Vol. 29. No. 8.

pp. 757-760.

83. Mazeeva A.K., et al. Magnetic Properties of Fe-Ni Permalloy Produced by Selective Laser Melting // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 814. P. № 152315.
84. Garibaldi M., Ashcroft I., Simonelli M., Hague R. Metallurgy of High-Silicon Steel Parts Produced Using Selective Laser Melting // *Acta Materialia*. 2016. Vol. 110. pp. 207-216.
85. Shi M., Liu Z., Zhang T. Effects of Metalloid B Addition on the Glass Formation, Magnetic and Mechanical Properties of FePCB Bulk Metallic Glasses // *Journal of Materials Science & Technology*. 2015. Vol. 31. No. 5. pp. 493-497.
86. Prashanth K.G., et al. Production of High Strength Al85Nd8Ni5Co2 Alloy by Selective Laser Melting // *Additive Manufacturing*. 2015. Vol. 6. pp. 1-5.
87. McLyman W.T. *High Reliability Magnetic Devices: Design & Fabrication*. Boca Raton: CRC Press, 2002. 400 pp.
88. Ripka P. Sensors Based on Bulk Soft Magnetic Materials: Advances and Challenges // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2008. Vol. 320. No. 20. pp. 2466-2473.
89. Wu S.S., Shen B., Inoue A. Preparation and Properties Study of Bulk Fe<sub>75.5</sub>Ga<sub>3</sub>P<sub>10.5</sub>C<sub>4</sub>B<sub>4</sub>Si<sub>3</sub> Metallic Glass Ring by Copper Mold Casting // *Intermetallics*. 2004. Vol. 12. No. 10-11. pp. 1261-1264.
90. Zhang M., et al. Soft Magnetic Properties of Bulk FeCoMoPCBSi Glassy Core Prepared by Copper Mold Casting // *Journal of Applied Physics*. 2012. Vol. 111. P. № 07A312.
91. Baldissera A.B., Pavez P., Wendhausen P.A.P., Ahrens C.H., Mascheron J.M. Additive manufacturing of bonded Nd-Fe-B – effect of process parameters on magnetic properties // *IEEE Transactions on Magnetics*. 2017. Vol. 53. No. 11. P. № 7948722.

92. Yang F., et al. 3D Printing of NdFeB Bonded Magnets with SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> Addition // *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 779. pp. 900-907.
93. Paranthaman M.P., et al. Binder Jetting: A Novel NdFeB Bonded Magnet Fabrication Process // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*. 2016. Vol. 68. pp. 1978-1982.
94. Li L., et al. Big Area Additive Manufacturing of High Performance Bonded NdFeB Magnets // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 6. P. № 36212.
95. Gandha K., et al. Additive Manufacturing of Anisotropic Hybrid NdFeB-SmFeN Nylon Composite Bonded Magnets // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2018. Vol. 467. pp. 8-13.
96. Shen A., Bailey C.P., Ma A.W.K., Dardona S. UV-Assisted Direct Write of Polymer Bonded Magnets // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2018. Vol. 462. pp. 220-225.
97. Huber C., et al. 3D Printing of Polymer-Bonded Rare-Earth Magnets With a Variable Magnetic Compound Fraction for a Predefined Stray Field // *Scientific Reports*. 2017. Vol. 7. P. № 9419.
98. Huber C., et al. Topology Optimized and 3D Printed Polymer-Bonded Permanent Magnets for a Predefined External Field // *Journal of Applied Physics*. 2017. Vol. 122. No. 5. P. № 053904.
99. Jacimovic J., al. E. Net Shape 3D Printed NdFeB Permanent Magnet // *Advanced Engineering Materials*. 2017. Vol. 19. No. 8. P. № 1700098.
100. Khazdozian H.A., et al. Recycled Sm-Co Bonded Magnet Filaments for 3D Printing of Magnets // *AIP Advances*. 2018. Vol. 8. P. № 056722.
101. White E.M.H., et al. Net Shape Processing of Alnico Magnets by Additive Manufacturing // *IEEE Transactions on Magnetics*. 2017. Vol. 53. No. 11. P. № 2101606.
102. Palmero E.M., et al. Development of Permanent Magnet MnAlC/Polymer Composites and Flexible Filament for Bonding and 3D-Printing Technologies //

- Science and Technology of Advanced Materials. 2018. Vol. 19. No. 1. pp. 465-473.
103. Kustas A.B., et al. Characterization of the Fe-Co-1.5V Soft Ferromagnetic Alloy Processed by Laser Engineered Net Shaping (LENS) // Additive Manufacturing. 2018. Vol. 21. pp. 41-52.
104. Osada F., Fukuzawa S., Nagai K. Method of Atomization, Изобретение US 8460401 B2, март 10, 2008.
105. Гавриков И.С., и др. Получение порошков сплава 25Х15КА для синтеза постоянных магнитов методом селективного лазерного сплавления // Металловедение и термическая обработка металлов. 2020. № 8 (782). С. 15-21.
106. ГОСТ 28033-89. Сталь. Метод рентгенофлуоресцентного анализа. Москва: Изд-во стандартов, 1989. 11 с.
107. ГОСТ 28817-90. Сплавы твердые спеченные. Рентгенофлуоресцентный метод определения металлов. Москва: Изд-во стандартов, 1991. 13 с.
108. Beck C.M. Classical Analysis: a Look at the Past, Present, and Future // Analytical Chemistry. 1991. Vol. 63. No. 20. pp. 993-1003.
109. Goldstein J.I., et al. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. New York: Springer, 2018. 550 pp.
110. Allen T. Particle Size Measurement. Dordrecht: Springer, 1990. 806 pp.
111. Ranucci J. Dynamic Plume-Particle Size Analysis Using Laser Diffraction // Pharmaceutical Technology. 1992. Vol. 16. pp. 108-114.
112. ГОСТ 20899-98. Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1998. 12 с.
113. ГОСТ 19440-94. Порошки металлические. Определение насыпной плотности. Часть 1. Метод с использованием воронки. Минск:

- Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1994. 15 с.
114. ГОСТ 20018-74. Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности. Москва: Изд-во стандартов, 1974. 9 с.
  115. ГОСТ 24104-2001. Весы лабораторные. Общие технические требования. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2002. 8 с.
  116. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. Москва: Изд-во стандартов, 1984. 26 с.
  117. ГОСТ 9454-78. Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах. Москва: Изд-во стандартов, 1978. 12 с.
  118. ГОСТ 25.503-97. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытания на сжатие. Минск: Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 1997. 26 с.
  119. ГОСТ 8.377-80. Государственная система обеспечения единства измерений. Материалы магнитомягкие. Методика выполнения измерений при определении. Москва: Изд-во стандартов, 1980. 25 с.
  120. ГОСТ 24897-81. Материалы магнитотвердые деформируемые. Марки. Москва: Изд-во стандартов, 1981. 20 с.
  121. ГОСТ 17809-72. Материалы магнитотвердые литые. Марки. Москва: Изд-во стандартов, 1972. 7 с.
  122. Внутренняя методика 05.М-93-2018 на процесс подготовки магнитотвердых сплавов. Москва: АО «Спецмагнит», 2018. 22 с.
  123. ГОСТ 10160-75. Сплавы прецизионные магнитно-мягкие. Технические условия. Москва: Изд-во стандартов, 1975. 49 с.
  124. ГОСТ 5632-2014. Легированные нержавеющие стали и сплавы

- коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки. Москва: Изд-во стандартов, 2014. 54 с.
125. ГОСТ 9849-86. Порошок железный. Технические условия. Москва: Изд-во стандартов, 1986. 9 с.
126. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. М.: Химия, 1982. 339 с.
127. Жуков А.С., Кузнецов П.А. Влияние гранулометрического состава порошков сталей и прецизионных сплавов и режимов их сплавления методом СЛС на пористость // Вопросы материаловедения. 2024. № 1 (117). С. 117-126.
128. Zhukov A., Deev A., Kuznetsov P. Effect of Alloying on the 316L and 321 Steels Samples Obtained by Selective Laser Melting // Physics Procedia. 2017. Vol. 89. pp. 172-178.
129. Медведева А.В., Мордасов Д.М., Мордасов М.М. Классификация методов контроля пористости материалов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. 2012. Т. 18. № 3. С. 749-754.
130. Дриц М.Е., и др. Свойства элементов. Справочник. М.: Металлургия, 1985. 672 с.
131. ГОСТ 5949-75. Сталь сортовая и калиброванная коррозионно-стойкая, жаростойкая и жаропрочная. Технические условия. Москва: Изд-во стандартов. 23 с.
132. Leo P., et al. Analysis of Microstructure and Defects in 17-4 PH Stainless Steel Sample Manufactured by Selective Laser Melting // Procedia Manufacturing. 2019. Vol. 41. pp. 66-73.
133. Raghavan S., et al. Effect of Different Heat Treatments on the Microstructure and Mechanical Properties in Selective Laser Melted INCONEL 718 Alloy // Materials and Manufacturing Processes. 2017. Vol. 32. No. 14. pp. 1588-1595.
134. Kuznetsov P.A., Staritsyn M.V., Zhukov A.S. Columnar Fine Grained Structure

- and Chemical Composition Features of Austenitic Stainless Steels 316L and 321 Produced by the Laser Beam Powder Bed Fusion // Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 1134. P. № 012031.
135. Riemer A., et al. On the Fatigue Crack Growth Behavior in 316L Stainless Steel Manufactured by Selective Laser Melting // Engineering Fracture Mechanics. 2014. Vol. 120. pp. 15-25.
136. Меськин В.С. Основы легирования стали. М.: Metallurgizdat, 1959. 688 с.
137. Жуков А.С., Барахтин Б.К., Кузнецов П.А. Десублимация как причина упрочнения материала в процессе селективного лазерного сплавления // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2018. Т. 15. № 2. С. 169-175.
138. Барахтин Б.К., и др. Факторы повышения прочности металлов, полученных селективным лазерным сплавлением порошков // Вопросы материаловедения. 2018. № 3 (95). С. 68-75.
139. Кархин В.А. Тепловые процессы при сварке. СПб: Издательство Политехнического университета, 2015. 571 с.
140. ГОСТ 11036-75. Сталь сортовая электротехническая нелегированная. Технические условия. Москва: Изд-во стандартов, 1975. 5 с.
141. Стародубцев Ю.Н., Белозеров В.Я. Магнитные свойства аморфных и нанокристаллических сплавов. Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2002. 379 с.
142. Жуков А.С., и др. Исследование структуры и магнитных свойств аддитивного магнитомягкого сплава 80НХС // Физика металлов и материаловедение. 2023. Т. 124. № 4. С. 353-359.
143. Жуков А.С. Изготовление изделий из ферромагнитных материалов на основе сплавов систем Fe-Cr-Ni (-Co) с помощью аддитивных технологий // Электронная техника. Серия 1: СВЧ-техника. 2023. № 3 (559). С. 6-16.
144. Барахтин Б.К., и др. Структура и магнитные свойства материала системы

- Fe-Cr-Co, изготовленного методом селективного лазерного плавления // Вопросы материаловедения. 2020. № 2 (102). С. 125-130.
145. Жуков А.С., Созинов Д.С., Ушанова Э.А., Гавриков И.С. Строение и магнитные параметры аддитивного сплава системы Fe-Cr-Co // Динамика систем, механизмов и машин. 2021. Т. 9. № 2. С. 3-9.
146. Fergani O., Berto F., Welo T., Liang S.Y. Analytical Modelling of Residual Stress in Additive Manufacturing // Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 2017. Vol. 40. No. 6. pp. 971-978.
147. Гуляев Б.Б. Теория литейных процессов. Л.: Машиностроение, 1976. 216 с.
148. Брусенцов Ю.А., Минаев А.М. Исследование структуры и свойств порошковых сплавов // Вестник Тамбовского государственного технического университета. 2004. Т. 1. № 2. С. 228-233.
149. Жуков А.С., и др. Структуро-механическое состояние сплава ЮНДК35, полученного методом селективного лазерного сплавления // Metallurg. 2021. № 10. С. 72-77.
150. Семенов В.И. Затвердевание литейных сплавов. Подходы, концепция самоорганизации, принципы и механизмы. М.: Спутник+, 2014. 219 с.
151. Kuznetsov P.A., Shakirov I.V., Mozhayko A.A., Zhukov A.S., Bobyr V.V. Comparison of Sequential and Circular Scanning Thermal Fields and Their Influence on Microstructure of Alnico Alloy Produced by Laser Powder Bed Fusion // Journal of Physics: Conference Series. 2021. Vol. 1967. P. № 012064.
152. Kuznetsov P., et al. Modeling of LPBF Scanning Strategy and its Correlation with the Metallic 316 L, 321, and Alnico Magnets Samples Structure. Rieka: IntechOpen, 2022. 25 pp.
153. Hussein A., Hao L., Yan C., Everson R. Finite Element Simulation of the Temperature and Stress Fields in Single Layers Built Without-Support in Selective Laser Melting // Materials & Design. 2013. Vol. 52. pp. 638-647.
154. Li C., Liu J.F., Fang X.Y., Guo Y.B. Efficient Predictive Model of Part

- Distortion and Residual Stress in Selective Laser Melting // Additive Manufacturing. 2017. Vol. 17. pp. 157-168.
155. Liu Y., Yang Y., Wang D. A Study on the Residual Stress during Selective Laser Melting (SLM) of Metallic Powder // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2016. Vol. 87. pp. 647-656.
156. Наумова Е.Н., Калинин А.Ю., Костржицкий А.И. Пассивные пленки на поверхности конструкционных материалов и их защитные свойства // Холодильна техніка та технологія. 2001. № 5 (74). С. 46-51.
157. Русин С.П. Изменение оптических свойств системы "оксидная пленка-металл" в процессе роста пленки: компьютерное моделирование // Теплофизика и аэромеханика. 2012. Vol. 19. No. 5. pp. 643-654.
158. Lu C., et al. A Comprehensive Characterization of Virgin and Recycled 316L Powders during Laser Powder Bed Fusion // Journal of Materials Research and Technology. 2022. Vol. 18. pp. 2292-2309.
159. Абрамов А.А. Технология переработки и обогащения руд цветных металлов. Книга 1. М.: Издательство Московского государственного горного университета, 2005. 575 с.
160. Жуков А.С., Кузнецов П.А., Самоделкин Е.А. Способ получения порошковых магнитотвердых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co, Изобретение RU 2751498 С1, июль 14, 2021, бюл. № 20.
161. Технические требования на постоянные магниты БЛЮ.777.109ТУ. Москва: Конструкторское бюро специальных магнитов, 1986. 11 с.
162. Жуков А.С., и др. Синтез постоянных магнитов 25X15К и исследование их свойств в условиях эксплуатации в магнитных и термических полях // Металловедение и термическая обработка металлов. 2023. № 5 (815). С. 36-41.
163. Жуков А.С., и др. Способ получения бездефектных кольцевых постоянных магнитов марки 25X15К селективным лазерным сплавлением,

Изобретение RU 2800905 С1, июль 31, 2023, бюл. № 22.

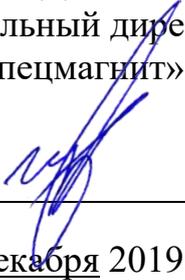
164. Жуков А.С., и др. Способ получения магнитных экранов из сплава 80НХС селективным лазерным сплавлением, Изобретение RU 2822540 С1, июль 8, 2024, бюл. № 19.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ЦЕНТРАЛЬНЫЙ  
 НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ  
 «ПРОМЕТЕЙ» ИМЕНИ И.В. ГОРЫНИНА НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО  
 ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор  
 АО «Спецмагнит»



И.Н. Буряков

«18» декабря 2019 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора  
 НИЦ «Курчатовский институт» –  
 ЦНИИ КМ «Прометей»



А.В. Ильин

«18» декабря 2019 г.

**ЭСКИЗНАЯ КОНСТРУКТОРСКАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ СПЕЦИАЛЬНОЙ  
 УСТАНОВКИ ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ  
 МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ**

**по соглашению о субсидии № 05.625.21.0046 в рамках ФЦП «Исследования и  
 разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического  
 комплекса России на 2014-2020 годы»**

по теме:

«Разработка технологий производства постоянных магнитов на основе сплавов систем Fe-Cr-Co  
 и Al-Ni-Cu-Co-Fe методами селективного лазерного сплавления»

Руководитель работ, д.т.н.,

Начальник отдела



П.А. Кузнецов

Санкт-Петербург

2019

## ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

### к эскизной конструкторской документации специальной установки лазерного сплавления металлических порошков магнитотвердых сплавов

РАЗРАБОТАНА Федеральным государственным унитарным предприятием «центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

#### 1. Объект, на который составлена эскизная конструкторская документация

Пояснительная записка разработана для специальной установки лазерного сплавления металлических порошков магнитотвердых сплавов в рамках выполнения ПНИЭР «Разработка технологий производства постоянных магнитов на основе сплавов систем Fe-Cr-Co и Al-Ni-Cu-Co-Fe методами селективного лазерного сплавления».

#### 2. Назначение установки

Установка предназначена для применения на высокотехнологичных промышленных предприятиях, для работы в условиях опытных производств и исследовательских лабораторий, и предназначена для сплавления порошков магнитотвердых сплавов с целью получения 3D объектов.

#### 3. Технические требования к установке

Установка должна обеспечивать изготовление изделий из порошков магнитотвердых сплавов методом селективного лазерного сплавления. Установка состоит из рабочей камеры, сканирующей головки, рабочего стола, платы управления, управления интерфейсами, корпуса коллиматорной головки и коллиматорной головки.

3.1. В соответствии с задачами ПНИЭР, установка должна удовлетворять следующим требованиям:

- Объем построения: диаметр 170 мм, высота 140 мм.
- Мощность лазерного источника 300 Вт.
- Диаметр пятна лазера 35-70 мкм.
- Толщина слоя построения 20-75 мкм.
- Точность позиционирования платформы построения +/- 2-3 мкм.

- Потребление инертного газа 5-15 л/ мин.

Остальные требования приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Технические требования к установке

Наименование параметра	ед.	
Скорость построения	см <sup>3</sup> /час	> 22
Точность позиционирования пятна лазера	мкм	+/- 10
Максимальная скорость эффективного сканирования	м/с	10
Потребление инертного газа в режиме продувки	л/мин	От 15
Длина рабочего модуля	мм	< 1000
Глубина рабочего модуля	мм	< 1000
Высота рабочего модуля	мм	< 2000
Напряжение питания	В	220
Частота	Гц	50/60
Ток	А	20
Потребляемая мощность	кВт/час	До 2.5

### 3.2. Требования к обслуживанию:

- Детали и комплектующие установки должны быть серийно изготавливаемыми компанией поставщиком и являться взаимозаменяемыми.
- Разрабатываемая установка в течении гарантийного срока должна сохранять работоспособность и паспортные характеристики при воздействии следующих факторов внешней среды: температура – от плюс 10 до плюс 30°С. Относительная влажность – от 30 до 80 %.
- Установка должна обеспечивать технические характеристики в пределах нормы не более чем через 30 минут после включения, непрерывную работу в течение 8-48 ч.
- Гарантийный ремонт основных узлов установка должен осуществляться за счет Поставщика в течении гарантийного срока.

### 4. Требования к документации

Техническая документация должна включать:

- руководство под эксплуатации;
- паспорт.

### 5. Принцип работы установки

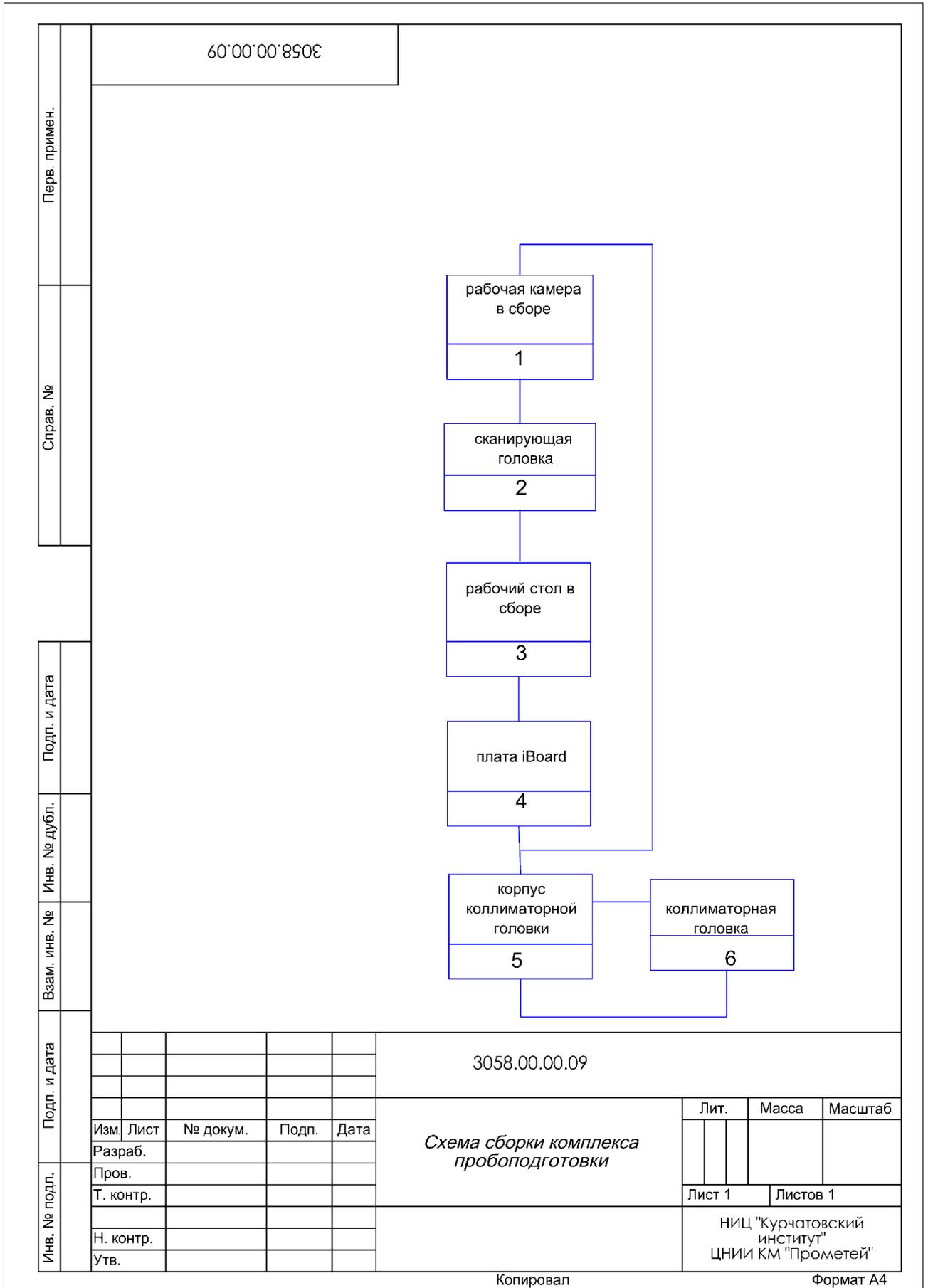
Цикл состоит из нанесения тонкого слоя порошка на рабочую поверхность –

металлический стол, способный передвигаться в вертикальном направлении. Процесс печати протекает в рабочей камере (поз. 1), заполняемой инертным газом. Отсутствие кислорода позволяет избегать оксидации магнитотвердого порошка. Каждый слой модели сплавляется, повторяя контуры слоев цифровой модели. Плавка производится с помощью лазерного луча, направляемого по осям X и Y двумя зеркалами, расположенными в корпусе сканирующей головки (поз.2) с высокой скоростью отклонения. Мощность лазерного излучателя достаточно высока для плавки частиц порошка в гомогенный материал. Коллиматорная головка (поз. 5 и 6) обеспечивает параллельность лазерного луча. Плата управления интерфейсами iBoard (поз.4) объединяет модули, входящие в состав установки, и позволяет управлять процессом печати, используя встроенный компьютер.

Фор.	Зона	Поз.	Обозначение	Наименование	Кол.	При меч.
				<u>Общий вид</u>		
A4			3058.00.00.00 СБ	Специальная установка лазерного сплавления металлических порошков магнитотвердых сплавов	1	
				<u>Сборочные единицы</u>		
A4		1		Рабочий стол в сборе	1	
A4		2		Сканирующая головка	1	
A4		3		Плата управления интерфейсами iBoard	1	
A3		4		Коллиматорная головка	1	
		5		Корпусные элементы	1	
		6		Плата управления лазером и сканирующей головкой	1	
		7		Плата защиты сканирующей головки	1	
		8		Сигнальная мачта	1	
		9		Комплект внутренних кабелей коммутации	1	
		10		Активный фильтр с регулировкой	1	
		11		Сменный блок фильтра	1	







Перв. примен.
Справ. №

Подп. и дата
Инв. № дубл.
Взам. инв. №

Подп. и дата				
Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.				
Пров.				
Т. контр.				
Н. контр.				
Утв.				

3058.00.00.09

*Схема сборки комплекса  
пробоподготовки*

Лит.	Масса	Масштаб
Лист 1	Листов 1	

НИЦ "Курчатовский институт"  
ЦНИИ КМ "Прометей"

**СПЕЦИАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ МАГНИТОТВЕРДЫХ СПЛАВОВ**

**ВЕДОМОСТЬ ПОКУПНЫХ ИЗДЕЛИЙ  
3058.00.00.00.ВП**

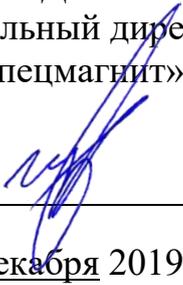
№ строки	Наименование	Код продукции	Обозначение документа на поставку	Поставщик	Куда входит (обозначение)	Количество				Приме- чание
						на из- делие	в комп- лекты	на ре- гулир.	Всего	
1	Рабочий стол в сборе	00-00001041		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
2	Сканирующая головка	00-00001042		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
3	Плата управления интерфейсами iBoard	00-00001047		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
4	Коллиматорная головка	00-00001057		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
5	Корпусные элементы	00-00001040		ООО "Эксклюзивные решения"						
6	Плата управления лазером и сканирующей головкой LaserLink	00-00001046		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
7	Плата защиты сканирующей головки	00-00001048		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
8	Сигнальная мачта	00-00001049		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
9	Комплект внутренних кабелей коммутации	00-00001050		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
10	Активный фильтр с регулировкой интенсивности фильтрации	00-00001051		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
11	Сменный блок фильтра	00-00001052		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
12	Управляющий встраиваемый компьютер	00-00001044		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
13	Лазерный источник	00-00001043		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	
14	Электроустановочные изделия (кнопки, ключ)	00-00001055		ООО "Эксклюзивные решения"		1			1	



## ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ «ЦЕНТРАЛЬНЫЙ  
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ  
«ПРОМЕТЕЙ» ИМЕНИ И.В. ГОРЫНИНА НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО  
ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор  
АО «Спецмагнит»

И.Н. Буряков

«09» декабря 2019 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора  
НИЦ «Курчатовский институт» –  
ЦНИИ КМ «Прометей»

А.В. Ильин

«06» декабря 2019 г.

**ЭСКИЗНАЯ КОНСТРУКТОРСКАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ СПЕЦИАЛЬНОЙ  
УСТАНОВКИ СТРУЙНОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СПЛАВОВ МАГНИТОТВЕРДЫХ  
ПОРОШКОВ**

**по соглашению о субсидии № 05.625.21.0046 в рамках ФЦП «Исследования и  
разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического  
комплекса России на 2014-2020 годы»**

по теме:

«Разработка технологий производства постоянных магнитов на основе сплавов систем Fe-Cr-Co  
и Al-Ni-Cu-Co-Fe методами селективного лазерного сплавления»

Руководитель работ, д.т.н.,

Начальник отдела



П.А. Кузнецов

Санкт-Петербург

2019

## ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

### к эскизной конструкторской документации специальной установки струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков

РАЗРАБОТАНА Федеральным государственным унитарным предприятием  
«центральный научно-исследовательский институт  
конструкционных материалов «Прометей» имени И.В.  
Горынина национального исследовательского центра  
«Курчатовский институт»

#### 1. Объект, на который составлена эскизная конструкторская документация

Пояснительная записка разработана для специальной установки струйного измельчения сплавов в рамках выполнения ПНИЭР «Разработка технологий производства постоянных магнитов на основе сплавов систем Fe-Cr-Co и Al-Ni-Cu-Co-Fe методами селективного лазерного сплавления».

#### 2. Назначение установки

Установка является комплексной системой, специально предназначенной для применения на высокотехнологичных промышленных предприятиях, работы в условиях опытных производств и исследовательских лабораторий и предназначена для измельчения, классификации, транспортировки порошков магнитотвердых сплавов в среде защитного газа.

#### 3. Технические требования к установке

Установка должна обеспечивать процесс измельчения магнитотвердых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co и Al-Ni-Cu-Co-Fe с частицами осколочной формы (коэффициент сферичности 0.5 – 1) в среде инертного газа.

3.1. В соответствии с задачами ПНИЭР, установка должна удовлетворять следующим требованиям:

- Измельчение должно происходить за счет столкновений частичек материала между собой. Такой способ измельчения обеспечивает максимальную чистоту получаемого материала и эффективен для широкого спектра материалов.
- Должна быть возможна работа легкоокисляющимися материалами.
- Установка должна иметь систему контроля чистоты рабочего газа.
- Установка должна иметь систему газоочистки для достижения концентрации кислорода

менее 1 ppm.

- Установка должна иметь датчик концентрации кислорода и соответствующие алгоритмы системы управления, обеспечивающие поддержание низких концентраций кислорода в рабочем газе за счет напуска чистого инертного газа в систему при необходимости.
- Установка должна иметь оптимизированный импеллер классификатора, который обеспечивает стабильную прецизионную классификацию.
- Установка должна позволять получать фракции с настраиваемым размером получаемых частиц в диапазоне 3-5 мкм.
- Эффективность применяемой системы фильтрации должна достигать до 99.999%.
- Установка должна иметь аварийный фильтр для защиты компрессора от попадания в него порошка при нештатных ситуациях.
- Установка должна иметь полностью автоматическую систему управления для обеспечения простоты в эксплуатации и широких возможностей в настройке оборудования.
- Текучесть порошка должна быть не более 30 с по ГОСТ 20899-98;
- Содержание примесей в порошках не должно превышать 1%;
- Однородность по химическому составу порошка должна находиться в пределах  $\pm 6\%$
- Детали и комплектующие Установки должны быть серийно изготавливаемыми компанией поставщиком и являться взаимозаменяемыми.
- Разрабатываемая Установка в течение гарантийного срока должна сохранять работоспособность и паспортные характеристики при воздействии следующих факторов внешней среды: температура – от плюс 10 до плюс 30°C. Относительная влажность – от 30 до 80%.
- Гарантийный ремонт основных узлов Установки должен осуществляться за счет Поставщика в течение гарантийного срока.

Остальные требования приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Технические требования к установке

Параметр	Значение
Максимальный размер частиц на входе	3
Поток газа, м <sup>3</sup> /ч	2
Размер фракции получаемого продукта d 50%	3-5
Производительность, кг/ч	3-5
Потребляемая мощность, кВт	25
Газ	Азот/Аргон

#### 4. Требования к документации

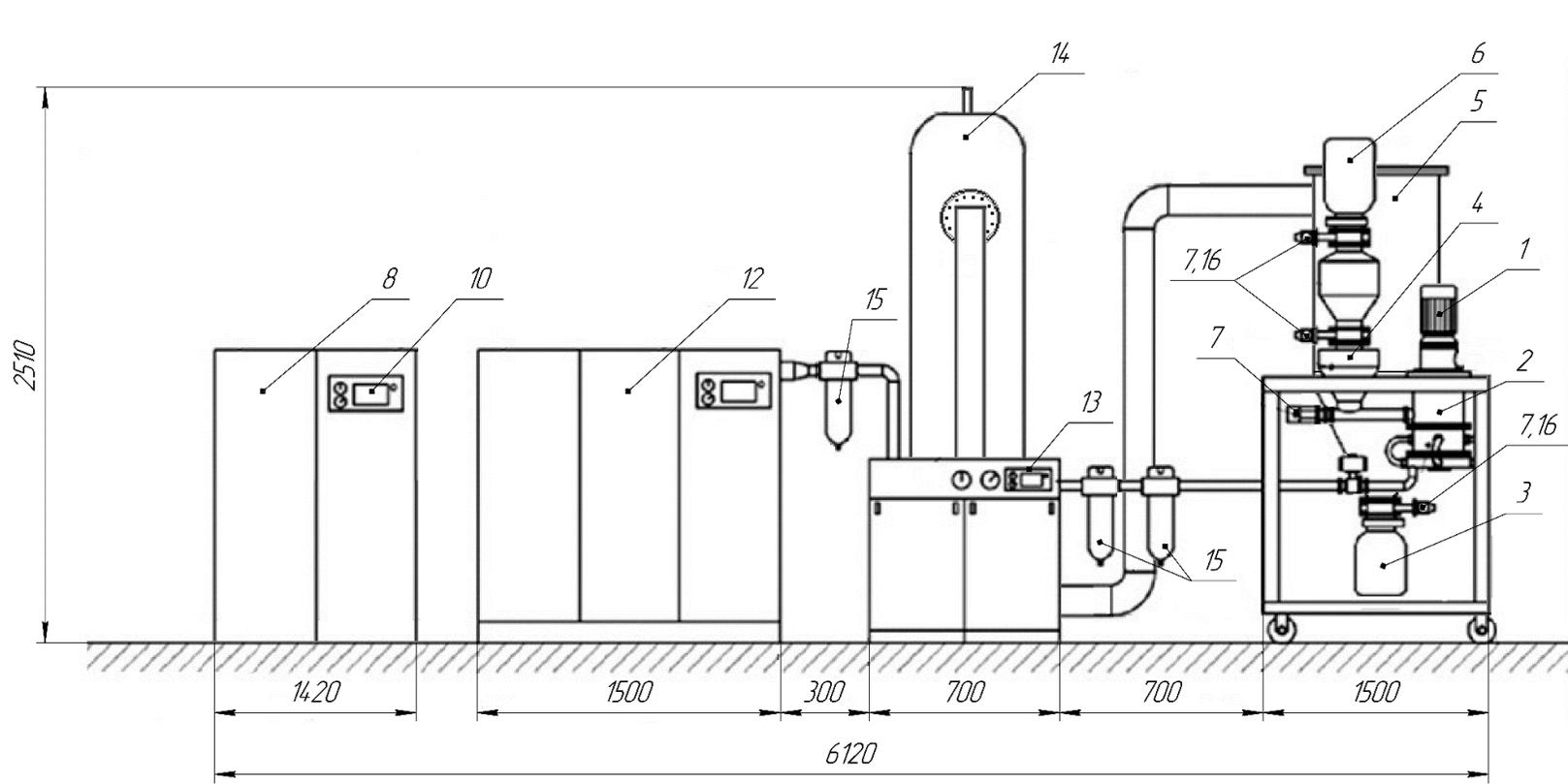
Техническая документация должна включать:

- руководство под эксплуатации;
- паспорт.

		Формат	Зона	Поз.	Обозначение	Наименование	Кол.	Примечание	
Перв. примен.						Документация			
		А3			3059.00.00.00 СБ	Сборочный чертеж			
Сплав. №				1		Спиральный питатель-дозатор (NMRV063-40, 0.75 кВт, 4 класс взрывозащиты)	1	СБ	
				2		Модуль измельчения в псевдооживленном слое (струйная мельница)	1	СБ	
Подп. и дата				3		Центробежный классификатор (1,5 кВт, 2 класс взрывозащиты)	1	СБ	
				4		Система вихревого потока (219)	1	СБ	
Инв. № д/д/д				5		Пылеуловитель 90 с ESD защитой	1	СБ	
				6		Устройство загрузки, диаметр горловины 320 мм	3	СБ	
Взам. инв. №				7		Взрывозащищенный быстромонтажный клапан 4М-210 (108)	4	СБ	
				8		Шкаф управления	1	СБ	
Подп. и дата				9		Автоматическая азотная генераторная система	1	д/ч	
				10		Микрогазоанализатор кислорода	1	СБ	
Инв. № подл.				11		Преобразователь давления (±50кПа)	1	д/ч	
					<b>3059.00.00.00</b>				
		Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата			
		Разраб.					Лит.	Лист	Листов
		Проб.						1	2
		Н.контр.					НИЦ "Курчатовский институт" - ЦНИИ КМ "Прометей"		
		Утв.							
Специальная установка струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков									
Копировал						Формат А4			



3059.00.00.00 СБ



- коэффициент сферичности 0,5-1;
- фракция получаемых порошков должна составлять от 5 до 80 мкм;
- текучесть не более 30 с по ГОСТ 20899-98;
- содержание примесей в порошках не более 1%;
- однородность по химическому составу в пределах  $\pm 6\%$ .

Поз. 6 устанавливается на устройстве в 1 экземпляре.  
Поз. 9, 11 включены в ведомость покупных изделий.

				3059.00.00.00 СБ			
Изм./Лист	№ док.м.	Подп.	Дата	Специальная установка струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков			
Разраб.							
Проб.				Лист	1	Листов	3
Т.контр.				НИЦ "Курчатовский институт" - ЦНИИ КМ "Прометей"			
Н.контр.							
Чтд.				Формат А3			

Копировал

Формат А3

Перв. примен.

Справ. №

Подп. и дата

Инд. № дробл.

Взам. инв. №

Подп. и дата

Инд. № подл.



**СПЕЦИАЛЬНАЯ УСТАНОВКА СТРУЙНОГО ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СПЛАВОВ  
МАГНИТОТВЕРДЫХ ПОРОШКОВ**

**ВЕДОМОСТЬ ПОКУПНЫХ ИЗДЕЛИЙ  
3059.00.00.00.ВП**

№ строки	Наименование	Код продукции	Обозначение документа на поставку	Поставщик	Куда входит (обозначение)	Количество				Примечание
						на из-делие	в комп-лекты	на ре-гулир.	Всего	
1	Спиральный питатель-дозатор			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
2	Модуль измельчения в псевдоожиженном слое (струйная мельница)			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
3	Центробежный классификатор			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
4	Система вихревого потока			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
5	Пылеуловитель 90 с ESD защитой			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
6	Устройства загрузки			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			3	
7	Взрывозащищенный быстромонтажный клапан			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		4			4	
8	Шкаф управления			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
9	Автоматическая азотная генераторная система			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
10	Микрогазоанализатор кислорода			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
11	Преобразователь давления			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
12	Винтовой воздушный компрессор			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
13	Рефрижераторный осушитель воздуха			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
14	Воздушный ресивер			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		1			1	
15	Фильтры тонкой очистки			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		3			3	
16	Взрывозащищенный вакуумный пневматический клапан			ФГУП В/О "АКАДЕМИНТОРГ"		3			3	
17										
18										
19										
20										
21										
22										
23										
24										

					<b>3059.00.00.00 ВП</b>					
Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	Специальная установка струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков					
Разраб.								Лит.	Лист	Листов
Проб.										1
Н.контр.					НИИ "Курчатовский институт" - ЦНИИ КМ "Прометей"					
Утв.					Копировал Формат А3					

**УТВЕРЖДАЮ**

Заместитель генерального директора  
НИЦ «Курчатовский институт» -  
ЦНИИ КМ «Прометей»

  
А.В. Казанцев  
«27» ноября 2020 г.

**АКТ**

изготовления объектов ОС

Специальная установка струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков  
Соглашение с Минобрнауки России  
от «27» ноября 2019 г. № 05.625.21.0046

«27» ноября 2020 г.

Комиссия в составе:

Председатель	Начальник комплекса по управлению имуществом	по	Захаров С.А.
члены комиссии	Заместитель главного бухгалтера		Ясковский А.И.
	Заместитель главного метролога		Добрынина И.А.
	Начальник ОМТС		Николаев В.В.
	Заместитель начальника НПЭК		Крыков В.П.

назначенная приказом по НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» от «20» января 2020 г. № 1/1-хд, в период с «26» ноября 2020 г. по «27» ноября 2020 г. проверила факт изготовления объектов ОС.

**1. Комиссии предъявлены:**

- 1.1. Специальная установка струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков (далее – Объекты ОС) в количестве 1 шт.
- 1.2. Эскизная конструкторская документация на специальную установку струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков № 3059.00.00.00.
- 1.3. Распоряжение о производственном заказе и изготовлении от 09.01.2020 г. № 16.

**2. В результате проверки установлено:**

- 2.1. Объекты ОС изготовлены НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» в период с «09» января 2020 г. по «26» ноября 2020 г. в соответствии с Эскизной конструкторской документацией на специальную установку струйного измельчения сплавов магнитотвердых порошков, установленной Техническими требованиями на их изготовление.

**3. Вывод**

Объекты ОС пригодны для ввода в эксплуатацию.

Председатель комиссии

Члены комиссии

A collection of handwritten signatures in blue ink, arranged vertically. The top signature is the most prominent and appears to be the signature of the chairperson. Below it are several other signatures, some of which are more stylized and less legible.

Захаров С.А.

Ясковский А.И.

Добрынина И.А.

Николаев В.В.

Крыков В.П.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ №12-2022

от 21 сентября 2022г.

На исследование поступила заготовка K46x37,8x6,0 мм на специальный магнит «Пума», изготовленная по технологии селективного лазерного сплавления из сплава 25X15K на ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», и затем прошедшая стандартную термомагнитную обработку (ТМО) и отпуск на АО «Спецмагнит», рис.1. На ТМО заготовка была передана в состоянии поступления с ФГУП «Прометей без проведения операции закалки, предусмотренной ГОСТ 24897-81 (1160°C выдержка 30мин. и закалка в воде). Термообработка обеспечила формирование в образце диаметральной магнитной текстуры.

На магните были проведены измерения параметров, предусмотренных техническими требованиями на магнит по БЛЮ.777.109ТУ, а именно:

- коэрцитивной силы по намагниченности  $H_{см}$ , должна быть не менее 41кА/м;
- значения магнитной индукции  $B_p$  у каждого полюса магнита в контрольной системе, должно быть не менее 25 мТл.;
- распределения магнитной индукции в контрольной систем должно иметь синусоидальную форму и коэффициенты искажений по второй,  $K_2$  и третьей,  $K_3$  гармоникам, должно быть не более 25%.

Результаты измерений приведены в Протоколе №226-1-22 от 21.09.22. Из Протокола следует, что значения магнитных параметров и коэффициенты искажений  $K_2$  и  $K_3$  соответствуют техническим требованиям, установленным на магнит «Пума». Полученное значение коэрцитивной силы  $H_{см}$  соответствует марке сплава 25X15КА по ГОСТ 24897-81.

**ВЫВОД:** 1 Магнит K46x37,8x6,0 мм, изготовленный по технологии селективного лазерного сплавления, после проведения термообработки по значению коэрцитивной силы,  $H_{см}$  соответствует марке сплава по ГОСТ 24897-81.

2. Значения магнитной индукции,  $B_p$  и коэффициентов искажений  $K_2$  и  $K_3$ , измеренные на магните, соответствуют техническим требованиям, определенным на магнит «Пума» по БЛЮ.777.109ТУ.

Приложения: 1. Рис.1 Магнит, полученный по технологии селективного лазерного сплавления, на 1л.

2. Протокол №226-1-22 от 21.09.22 на 1 л.

Зам.главного инженера  
главный технолог АО «Спецмагнит»



A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'В.А. Сеин'.

В.А.Сеин

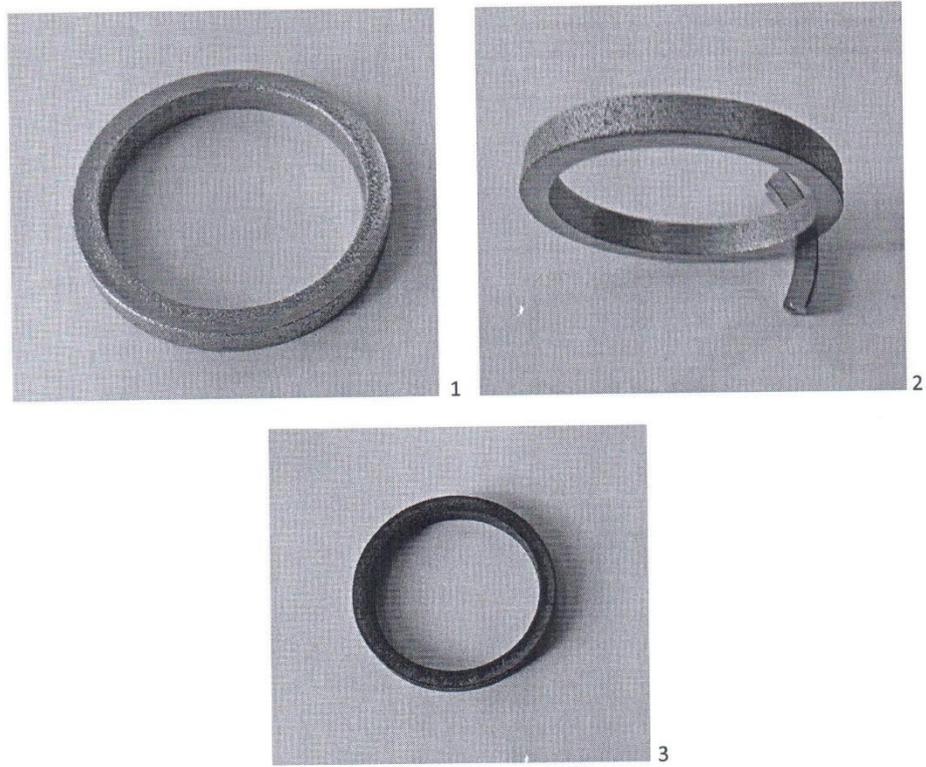


Рис.1 Кольцо К46х37,8х6мм, сплав 25Х15КА ГОСТ 24897-81:  
1,2 после получения по технологии селективного лазерного сплавления,  
3 После термомагнитной обработки и отпуска

Протокол №226-1-22 от 21.09.22  
Контроля магнитных параметров магнитов

Наименование изделия	Магнит ПУМА заготовка, полученная по технологии
Обозначение по ТУ/чертежу	Селективного лазерного сплавления
Сопроводительный лист / плавка	б/н
Размеры, мм	46x37,8x6 мм.
Количество выборки, шт.	1
Марка материала	
Параметры по ТУ	25X15КА ГОСТ 24897-81
	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Магнитная индукция, Вп у каждого полюса не менее 25мТл.</li> <li>2. Распределение магнитной индукции должно иметь синусоидальную форму с коэффициентами искажения К2 и К3 не более 25 %.</li> <li>3. Коэрцитивная сила Нсм не менее 41кА/м.</li> </ol>

Результаты измерений:

Измерения	К2	К3	Вп, мТл	Нс, кА/м
1	2,85	22,36	31,0/30,3	46,5
2	2,50	22,13	30,3/30,5	-
3	2,36	22,23	30,3/30,5	-

Измерения параметров магнита проводились на специальной установке с применением миллитесламетра ЭМЦ 2 -21.

Измерения параметров Нсм проводились на установке БУ-3.

Зам. начальника ЦМИ Алексей П.К. Захватов

УТВЕРЖДАЮ

Директор ГОЗ и производству

АО «Спецмагнит»

О.И. Кулагина

«31» августа 2024 г.



## АКТ

внедрения результатов диссертационной работы Жукова А.С. на тему:

«Разработка технологии селективного лазерного сплавления

ферромагнитных материалов системы Fe-Cr-Ni(-Co)

для получения на их основе элементов навигационной техники»,

представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по

специальности 2.6.17 Материаловедение (технические науки)

Жуковым А.С. на основе теоретических и экспериментальных исследований разработан принципиально новый аддитивный способ создания магнитов сложной формы из сплава 25X15K, по своим магнитным характеристикам не уступающих традиционным литым магнитам и обладающих структурой без внутренних раковин и трещин.

При непосредственном участии Жукова А.С. подобраны режимы получения распылением расплава порошка сплава 25X15K дисперсностью менее 80 мкм и его селективного лазерного сплавления на установке Russian SLM FACTORY. После проведения термической обработки серии образцов-свидетелей, включая термомагнитную обработку, и измерения магнитных свойств на АО «Спецмагнит», Жуковым А.С. был выбран оптимальный режим изготовления образцов: мощность лазера 190Вт и скорость сканирования 700 мм/с., позволяющий достигнуть уровня магнитных свойств, соответствующего марке материала 25X15KA по ГОСТ 24897-81, а именно: остаточная индукция  $B_r = 1,2\text{Тл}$ , коэрцитивная сила по индукции  $H_{cb} = 45,7\text{кА/м}$ , максимальное энергетическое произведение  $(BH)_{\max} = 32,2\text{кДж/м}^3$ .

Результаты испытания показали реальную возможность изготовления магнитов кольцевой формы с минимальными допусками на механическую обработку по технологии селективного лазерного сплавления. Была изготовлена опытная партия магнитов шифр «Пума», которая прошла успешные испытания на АО «Спецмагнит».

Высокая технологичность и бездефектность магнитов, получаемых по технологии селективного лазерного сплавления, позволит обеспечить после проведения испытаний магнитов в изделия их внедрение в производство.

Главный технолог АО «Спецмагнит», к.т.н.

 В.А.Сеин

УТВЕРЖДАЮ



Начальник филиала

«Концерн «ЦНИИ

«Электроприбор»», к.т.н.

Н.И. Беляев

04 2023 г.

АКТ

внедрения результатов диссертационной работы Жукова А.С. на тему:

«Разработка технологии селективного лазерного сплавления ферромагнитных материалов системы Fe-Cr-Ni(-Co) для получения на их основе элементов навигационной техники», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 Материаловедение (технические науки)

В диссертационной работе Жуковым А.С. проведены теоретические исследования и эксперименты, которые позволили выбрать для аддитивного магнитомягкого сплава 80НХС оптимальные параметры сплавления и термообработки, при которых улучшилось металлургическое качество металла, уменьшилось количество несплошностей, получилась структура, обладающая наибольшей периодичностью.

При непосредственном участии Жукова А.С. подобраны параметры распыления расплава для получения порошка сплава 80НХС дисперсностью менее 80 мкм с максимальным выходом годного и оптимальные параметры построения (мощность лазера 190 Вт, скорость сканирования слоя 600 мм/с) для установки селективного лазерного сплавления EOSint M270, на которой из данного порошка изготовлены опытные экземпляры камер, имитирующих работу деталей корпуса гироскопа.

После термообработки с выдержкой 9 часов при температуре 1300 °С опытные аддитивные образцы показали значения максимальной магнитной проницаемости  $\mu_{\max} = 33201$  Гс/Э и коэрцитивной силы  $H_c = 2,5$  А/м, что полностью соответствует требованиям, предъявляемым АО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор» к данным изделиям.

Результаты испытаний показали реальную возможность изготовления деталей гироскопов из магнитомягкого сплава 80НХС новым методом селективного лазерного сплавления и их внедрение в производство.

Д.т.н., начальник сектора

A handwritten signature in black ink, followed by the printed name 'А.Г. Щербак'.

А.Г. Щербак