



SLM technológiával gyártott EOS Maraging MS1 alkatrészek termodinamikai elemzése konstans hevítési sebesség mellett végzett DSC vizsgálattal

¹Olesnyovicsné Szabadi Zsuzsa, ²Marosné Berkes Mária, ²Réger Mihály, ²Horváth Richárd

¹Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskola, Budapest, szabadi.zsuzsa@phd.uni-obuda.hu

²Óbudai Egyetem, Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar, Kari Kutatásszervező Központ, maros.maria@obuda.hu, reger.mihaly@uni-obuda.hu, horvath.richard@uni-obuda.hu

Összefoglalás

A nagyszilárdságú ötvözetek csoportjába tartozó maraging acélok kiváló mechanikai tulajdonságegyüttese egy oldó izzításból és az azt követő kiválásos keményítésből álló hőkezeléssel érhető el. Az ipari gyakorlatban a maraging acélok hőkezelése során nem tesznek különbséget a hagyományos olvadékeljárásos technológiával gyártott tömbi, valamint az SLM technológiával gyártott, fémnyomtatott állapotú anyagok között. Ebben a kutatásban a két különböző állapotú mintán végzett DSC vizsgálattal arra keressük a választ, hogy a fémnyomtatási technológia teremthet-e olyan viszonyokat, amely termodinamikailag megfeleltethető az oldott állapotnak, ezáltal az oldó izzítás folyamata elhagyható.

Kulcsszavak: SLM technológia, maraging acél, hőkezelés, DSC vizsgálat

1. Bevezetés

Az additív gyártástechnológiák (AM - Additive Manufacturing) az utóbbi években különös figyelmet kaptak, mivel lehetővé teszik olyan bonyolult geometriájú alkatrészek gyártását, melyek elkészítése hagyományos módszerekkel nem megoldható. A különféle AM-technológiák közül az egyik legismertebb eljárás a szelektív lézerolvasztás (SLM - Selectiv Laser Melting), melyet a nagy alakítási pontosság és tervezési szabadság, valamint a gyártási költségek csökkentésének lehetősége jellemez [1,2]. Széles körben alkalmazzák a repülőgépiparban, a hadiiparban, orvosi eszközök vagy bonyolult geometriájú szerszámok gyártása esetén [3,4]. Az SLM technológia alkalmas többek között olyan alkatrészek gyártására, ahol a megmunkálás nem lehetséges, vagy a nagy terhelés miatt a megmunkálás során az anyagban ébredő feszültségek az alkatrész szerkezeti integritását veszélyeztetnék.

A továbbfejlesztett nagyszilárdságú acélok speciális osztályát alkotó maraging acélok olyan kimagasló mechanikai tulajdonságegyüttesel bírnak, mint a nagy szilárdság és szívósság, jó hegeszthetőség, korrózióállóság, kiváló méretstabilitás. Martenzites mátrixuk miatt ezeket az anyagokat gyors hűtéssel a martenzit kiindulási hőmérséklete (M_s) alá kell hűteni, ami által különösen alkalmassá válnak az SLM technológiákkal való gyártásra [3]. Kiemelkedő mechanikai tulajdonságaik a kémiai összetételüknek, valamint a sajátos hőkezelésüknek köszönhető. Kis mennyiségben tartalmaznak karbont, fő összetevőjük a nikkel 15-25% mennyiségben, továbbá tartalmaznak változó mennyiségű molibdént, kobaltot, titánt és alumíniumot. Széles körben alkalmazzák a repülőgépiparban, a nukleáris iparban, az autóiparban és a szerszámiparban, például

rakéták burkolatának anyagaként, helikopter futóművekben, nyomásos öntőformákhoz és műanyag fröccsöntő szerszámok alapanyagaként [5]. Az ipari gyakorlatban nem tesznek különbséget a hagyományos olvadékeljárásos technológiával készült tömbi- és a fémnyomtatott maraging ötvözetek hőkezelése között, azonban Campanelli és mtsai. [6] kutatásuk során azt találták, hogy a nyomtatott állapotú anyagok kiválási kinetikája eltérhet a tömbi anyagokétól.

A maraging acélok hőkezelése egy 820-900 °C közötti oldó izzításból és az azt követő 450-500 °C közötti hőmérsékleten végzett öregítésből áll. A hagyományos technológiával készült ötvözetek esetén az oldó izzítás mindenképpen szükséges, a nyomtatási technológia azonban teremthet olyan viszonyokat, amelyek miatt a kialakuló anyagszerkezet állapota termodinamikailag megfeleltethető az oldott állapotnak, ezáltal az oldó izzítás folyamata elhagyható. A cikkben bemutatott kutatás fókuszában a nyomtatott állapotú maraging ötvözet termodinamikai állapotának részletes megismerése áll.

2. Kísérleti munka

2.1 A kísérlethez használt anyagok

A nyomtatott állapotú maraging acélok hőkezelési kísérleteihez EOS Maraging MS1 minőségű alapanyagból SLM technológiával készített próbatesteket használtak. Referencia anyagként a Böhler cég W720 minőségű Ø30 mm-es rúdanyagát (melegen hengerelt, húzott, lágyított) választották, mely hagyományos olvadékeljárásos technológiával készült. Az alapanyagok kémiai összetételét az 1. számú táblázat tartalmazza.

1. táblázat: A kísérlet során használt anyagok kémiai összetétele

Névleges összetétel, tömeg%					
Ötvözet	Ni	Co	Ti	Mo	Al
EOS MS1	18,0	9,0	0,7	4,8	0,1
Böhler W720	18,5	9,0	0,7	5,0	0,1

Az összetétel, ezen belül is elsősorban a titán tartalom alapján mindkét minőség a 18Ni(300) hagyományos márkajelű maraging acélminőségnek felel meg. A kísérletekhez a rendelkezésre álló z irányban nyomtatott, Ø25 mm Jominy próbatestből 1,5 mm vastagságú körlap keresztmetszetű darabok lettek kimunkálva. A tömbi anyag esetében is ehhez hasonló módon, forgácsolással történt a próbatestek gyártása.

2.2 A DSC mérési technika és berendezés

A differenciális pásztázó kaloriméter (DSC) a termoanalízis során használt berendezés, ami az anyagokban hűtés és hevítés hatására jelentkező hőfolyamatok mérésére, az anyagok jellemzésére, azonosítására vagy összehasonlítására szolgál. Alkalmas a hőkapacitás és a fázisátmenetek entalpiaváltozásának, a hőáramnak a meghatározására az idő vagy a hőmérséklet függvényében. A DSC méréssel meghatározható, hogy az anyagokban zajló fázisátalakulások, kristálymódosulát-változások milyen hőmérsékleten következnek be. A mérési módszer elnevezésében a differenciális szó arra utal, hogy a hőeffektusok mérése a vizsgált mintán és az etalonon párhuzamosan történik, és e két mérés különbsége kerül kiértékelésre.

A vizsgálathoz a rendelkezésre álló anyagból Ø4,9 × 1,5 mm-es próbadarabok lettek kimunkálva párhuzamos felületekkel a stabilabb hőátadás, valamint a vizsgálat előtti és utáni keménységmérés érdekében.

A DSC mérések a PerkinElmer cég DSC 8000 típusjelű berendezésén történtek (1. ábra).



1. ábra: A PerkinElmer 8000 típusú DSC berendezés

2.3 Konstans hevítési sebességgel végzett vizsgálat

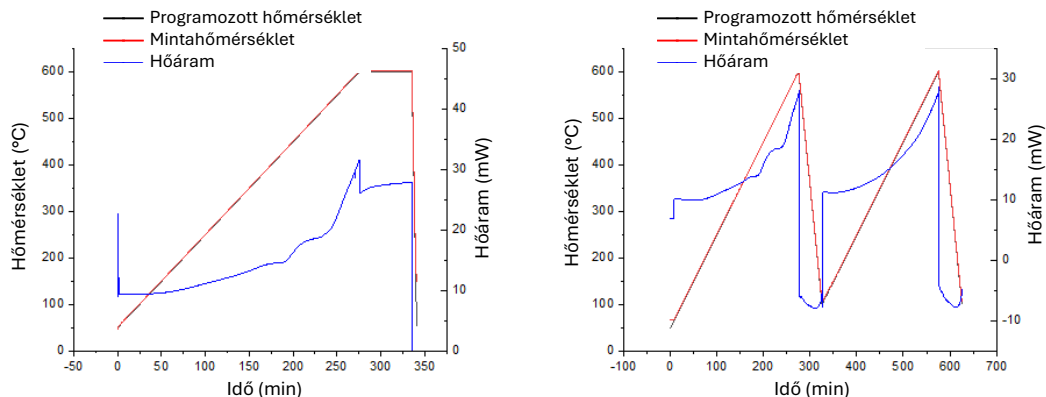
A kísérlet célja a nyomtatott (as built) és a nyomtatott és lágyított állapotú minták közötti különbség meghatározása volt. A lágyított állapot elérésére a nyomtatott mintán levegőatmoszférán 830 °C-on, 60 min időtartamú oldó izzítást végeztek. Az így kapott mintákat állandó sebességgel 600 °C-ig melegítve a hevítés során lezajló átalakulások hőeffektusait vizsgálták. A konstans hevítési sebességgel elvégzett kísérletsorozat paramétereit a 2. táblázat foglalja össze.

2. táblázat: Konstans hevítési sebességgel elvégzett kísérletsorozat paramétereit

Minta sorszáma	Anyag-minőség	Állapot	Hevítési sebesség, K/min	Minta tömege, mg	Nitrogén, ml/min
3	MS1	nyomt	2	379.2	20
9	MS1	nyomt_lágyított	2	331.6	40
2	MS1	nyomt	5	371.9	20
10	MS1	nyomt_lágyított	5	344.9	40
6	MS1	nyomt	10	375.3	20
7	MS1	nyomt_lágyított	10	343.4	40
5	MS1	nyomt	30	387.6	20
8	MS1	nyomt_lágyított	30	362.4	40
4	MS1	nyomt	50	378.3	20
11	MS1	nyomt_lágyított	50	349.7	40

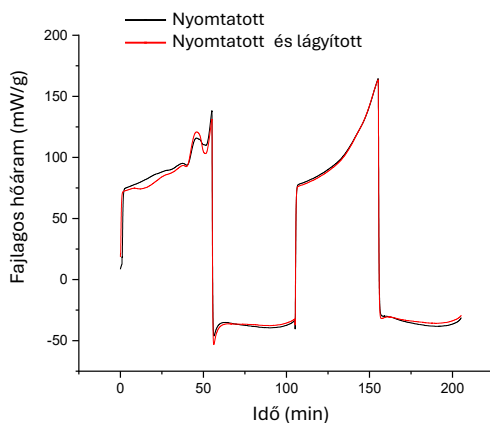
Annak megítélésére, hogy a kiválási folyamatok egy hevítési és hűtési ciklus alatt teljes egészében lejátszódnak-e, a hevítést bizonyos esetekben egy 600 °C-os hőtartás követte, bizonyos kísérletekben pedig az első hevítést követően ugyanezen paraméterek alkalmazásával a teljes hevítési ciklus meg lett ismételve (2. ábra).

Az ábrán látható mérési eredmények szerint a mintahőmérséklet függvény szigorúan követi a programozott hőmérséklet értékét, vagyis a szabályozás megfelelőnek mondható. A hőáram görbéken látható pozitív csúcsok endoterm, a negatív csúcsok exoterm folyamatot jelölnek. A baloldali ábrán a 600 °C elérését követő szakasz jellege arra utal, hogy a reakció az izoterm szakaszon még folytatódik. A jobb oldali ábrán a második hevítés teljesen kisimult görbéje pedig azt jelzi, hogy az első hevítés közben a 600 °C eléréséig minden energetikailag lehetséges folyamat már lezajlott.



2. ábra: Nyomatott (balra), valamint nyomatott és lágyított (jobbra) állapotban a hőmérséklet program és a közben fellépő hőeffektus 2 K/min hevítési sebesség esetén

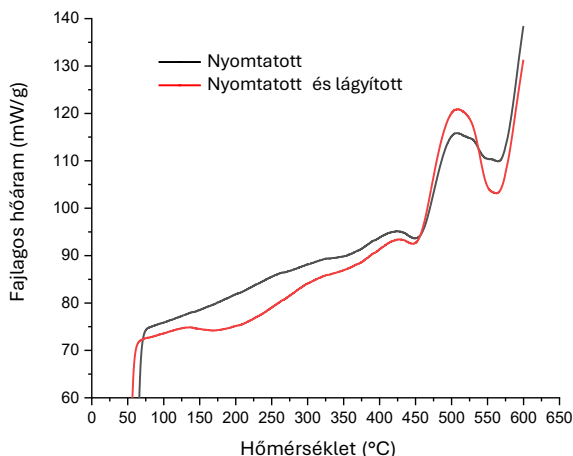
A 3. ábra a 10 K/min sebességgel hevített nyomatott, valamint a nyomatott és lágyított minták esetében mért hőáramokat mutatja. A mért hőáramok különbsége jellemzi a két minta termodinamikai különbözőségének mértékét.



3. ábra: A nyomatott, valamint a nyomatott és lágyított mintákon mérhető hőeffektus 10 K/min hevítési sebesség esetén (a fajlagos, egységnyi tömegre vetített hőáram függvények szerint)

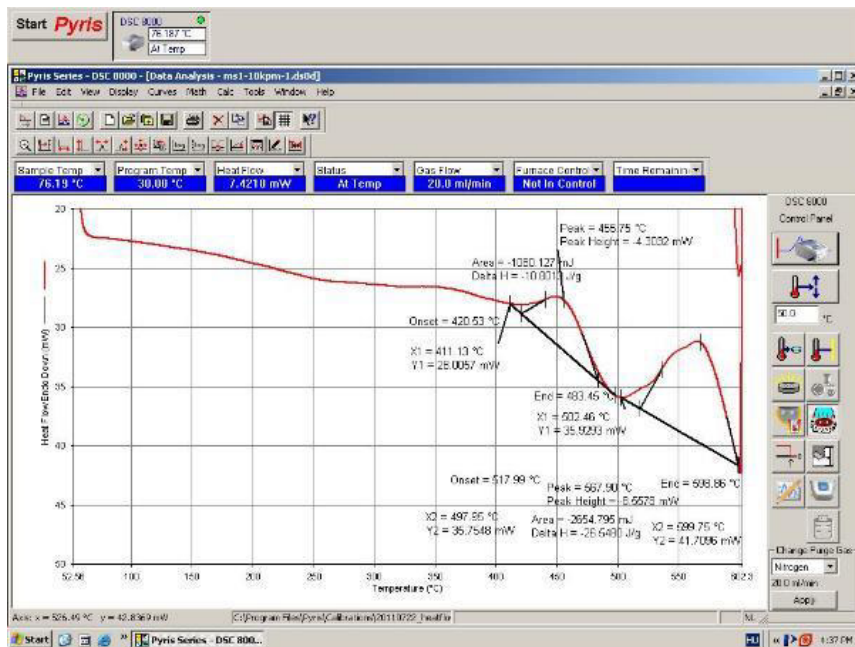
A fajlagos hőteljesítmény adatok a hőeffektust nem mutató mérési tartományban szinte teljesen megegyeznek, de igen hasonló a görbék lefutása a minták első hevítése során is. Az első hevítés során jelentkező hőeffektusokat a hőmérséklet függvényében vizsgálva (4. ábra) 200 °C környékén, illetve a kiválási hőmérséklettartományban (350-600 °C) a hőeffektusok csúcserkéiben látható különbség.

A DSC mérési eredmények értékelése az endoterm és exoterm csúcsok azonosításán, a csúcshoz tartozó függvényrész hőmérséklet határainak kijelölésén, a maximumhoz tartozó hőmérséklet meghatározásán alapul. Ennek alapján számítható a hőeffektushoz tartozó energiaérték, entalpia, valamint a Kissinger módszer [7] alkalmazásával meghatározható a folyamat aktiválási energiája is.



4. ábra: A nyomtatott, illetve a nyomtatott és lágyított állapotban mért egységnyi tömegre vetített fajlagos hőteljesítmény értékek a hőmérséklet függvényében 10 K/min sebességű hevítés során

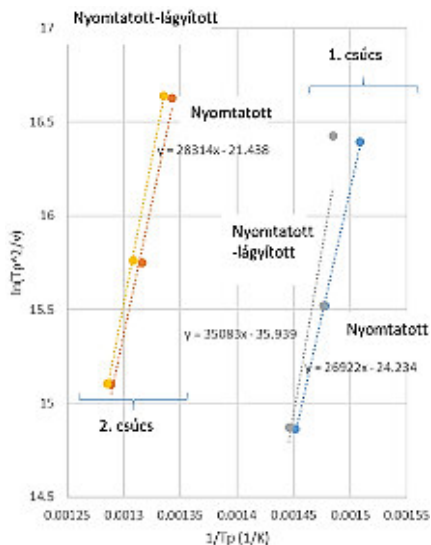
A csúcsok pozíciójának meghatározása a Pyris szoftver segítségével történt, amelynek alkalmazásakor a diagramokon az exoterm reakciók csúcsa felfelé, az endoterm reakciók csúcsa lefelé módosítja az alapvonalat. A diagramokon (5. ábra) két exoterm csúcs azonosítható.



5. ábra: A PerkinElmer 8000 DSC berendezéshez tartozó Pyris szoftverrel kiértékelt mérési eredmények

Összhangban a szakirodalmi adatokkal [8],[9], **Hiba! A hivatkozási forrás nem található.**, [11] a z első 390-450 °C között mérhető hőeffektus kisebb részben a martenzitben zajló megújulással,

nagyobb részben a koherens intermetallikus fázisok kialakulásával hozható kapcsolatba. A második 470-530 °C között azonosítható hőeffektus részben az intermetallikus fázisok durvulására, részben a martenzit ausztenitké alakulására vezethető vissza. A fenti hőmérsékleti értékek alapján a Kissinger által kidolgozott módszerrel meghatározható a két csúcsot okozó komplex folyamat aktiválási energiája.



6. ábra: Az aktiválási energia meghatározása a csúcsokat jellemző hőmérsékleti adatokból

Az első csúcs aktiválási energiája nyomtatott állapotban 216-223 kJ/mol, ami egyezést mutat a tömbi állapotra vonatkozó szakirodalmi adatokkal. A nyomtatott és lágyított állapotban az aktiválási energia lényegesen magasabb, ennek magyarázata további kutatásokat igényel majd. A második csúcsra meghatározott 230-250 kJ/mol aktiválási energia némileg meghaladja a szakirodalomban található adatokat, de közel esik azokhoz.

Az eredmények alapján kijelenthető, hogy a nyomtatott állapotú maraging ötvözet a kiválási folyamatok hőmérséklettartománya és ezen folyamatok aktiválási energiája szempontjából lényegében azonosnak tekinthető a hasonló minőségű tömbi, oldó izzításon átesett maraging ötvözetekkel.

3. Összegzés

A cikkben bemutatott eredmények egy olyan kutatás részeredményei, melynek alapvető célja a fémnyomtatott állapotú maraging ötvözetek sajátosságaihoz jól illeszkedő felület bevonatolási lehetőségek definiálása volt. Ehhez kapcsolódóan olyan előkísérletekre is szükség volt, amelyek alapján eldönthető, hogy az SLM fémnyomtatási technológia teremthet-e olyan viszonyokat, ami termodinamikailag az oldott állapotnak feleltethető meg, és így módon az oldó izzítás lépése ezeknél a fémnyomtatott alkatrészeknél elhagyhatóvá válik.

A kísérlet során vizsgált anyag az EOS Maraging MS1 acél volt, amelyből por állapotban SLM technológiával készültek a kísérleti próbatestek. Referencia anyagként pedig a Böhler cég hagyományos olvadékeltjárásos technológiával készült, melegen hengerelt, húzott, lágyított, 30 mm átmérőjű W720 rúdanyaga szolgált.

Az állandó sebességű hevítés mellett végzett DSC vizsgálatok eredménye alapján az alábbi

megállapítások tehetők:

- Az EOS Maraging MS1 porból az alkalmazott SLM technológiával megfelelő tömörségű, hőkezelésre és felületkezelésre alkalmas alkatrészek gyárthatók;
- A DSC mérési technika alkalmas a nyomtatott állapotú anyagok hőkezelésének modellezésére, alkalmazásával a kiválási folyamatok jól nyomonkövethetők;
- Az MS1 minőségű porból nyomtatott minta hőkezelési állapota termodinamikailag megfeleltethető a lágyított állapotnak, vagyis oldó izzítás nélkül végzett öregítés során is elérhetőek az előírt szilárdsági tulajdonságok.

A kutatás további iránya a Böhler cég W720 minőségű maraging acéljának két különböző állapotú – fémporból SLM technológiával, valamint a hagyományos olvadákeljárásos technológiával gyártott tömbi – mintájának összehasonlító vizsgálata, különös tekintettel arra, hogy a szimultán hőkezelést mennyiben befolyásolja az alapanyag kiindulási állapota.

4. Felhasznált irodalom

- [1] Funch, C.V., Christiansen, T. L. & Somers, M. A. J. (2022). Gaseous nitriding of additively manufactured maraging steel; nitriding kinetics and microstructure evolution. *Surface & Coatings Technology*, 432, 128055.
- [2] Tekin, T., Ischia, G., Naclerio, F., Ipek, R., & Molinari, A. (2025). Tensile ductility of duplex surface treated maraging steel produced by Laser Powder Bed Fusion: interaction between the inhomogeneous microstructure and transformation induced plasticity. *Surface & Coatings Technology*, 496, 131603.
- [3] Zhang, L., Wang, M., Li, H., Li, Q. & Liu, J. (2024). Influence of layer thickness and heat treatment on microstructure and properties of selective laser melted maraging stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 33, 3911-3927.
- [4] Marciniak, Z., Branco, R., Macek, W. & Malca, C. (2024) Fatigue behaviour of SLM maraging steel under variable-amplitude loading. *Procedia Structural Integrity*, 56, 131-137.
- [5] Zhao, M., Shen, S., Wang, H., Niu, L., Shi, J., Chen, Z., Lu, B. (2024). Effect of heat treatment on microstructure and hydrogen embrittlement of additively manufactured and cast 18Ni300 maraging steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 33, 9566-9579.
- [6] Campanelli, S. L., Contuzzi, N., Posa, P., & Angelastro, A. (2019). Study of the aging treatment on selective laser melted maraging 300 steel. *Materials Research Express*, 6(6), 066580.
- [7] Kissinger, H. E. (1957). Reaction kinetics in differential thermal analysis. *Analytical chemistry*, 1957. 29(11), 1702-1706.
- [8] Floreen, S. (1968). The physical metallurgy of maraging steels. *Metallurgical Reviews*, 13(1), 115-128.
- [9] Weiss, B. Z. (1983). Maraging Steels—Structure, Properties and Applications. In *Specialty Steels and Hard Materials*. (pp. 35-54). Pergamon.
- [10] Tewari, R., Mazumder, S., Batra, I. S., Dey, G. K., & Banerjee, S. (2000). Precipitation in 18 wt% Ni maraging steel of grade 350. *Acta Materialia*, 48(5), 1187-1200.
- [11] Masneri, C. (2015), Microstructural and mechanical properties of maraging steel parts produced by selective laser melting. Thesis work, Politecnico Milano.