



ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

К.Базалева, bazaleevak@mail.ru,
О.Ховова, khovova@bmstu.ru,
МГТУ им. Н.Э. Баумана;
Е.Цветкова, flowersova@mail.ru,
П.Лукьянов, alfalord@yandex.ru,
ВНИИИМ им. А.А.Бочвара

Какими свойствами обладает объект, синтезируемый с помощью технологии селективного лазерного плавления (СЛП)? Оказывается, в результате сложного термического воздействия в структуре сплава фиксируется явно неравновесное состояние. По уровню удельного электросопротивления установлено, что дефектность решетки стали, полученной СЛП-методом, на 15% выше, чем дефектность стали того же состава, но полученной стандартной закалкой в воде. Приведена оценка структурной стабильности стали аустенитного класса ОЗХ16Н15МЗ, полученной методом СЛП.

ВВЕДЕНИЕ

Селективное лазерное плавление (СЛП) является одной из аддитивных технологий или так называемым методом 3D-печати. Идея синтеза объемной металлической детали сколь угодно сложной формы путем послойной выборочной (селективной) перекристаллизации тонких слоев металлического порошка в настоящее время находит практическое применение. Особую актуальность она приобретает в штучном производстве, когда отсутствие необходимости в дополнительной оснастке может существенно понизить стоимость изготовления детали.

Принцип работы установки СЛП основан на подаче тонкого (порядка нескольких десятков микрон) слоя порошкового материала, выравнивании его роликом и воздействию на него сканирующим лазерным пучком. Таким образом,

STUDY OF STRUCTURAL STABILITY OF AUSTENITIC STEEL OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING

K. Bazaleeva, bazaleevak@mail.ru, O. Hovova,
khovova@bmstu.ru, Bauman MSTU;
E. Tsvetkova, flowersova@mail.ru,
P. Lukyanov, alfalord@yandex.ru, Bochvar VNIINM,
Moscow

What properties has the object synthesized by selective laser melting technology (SLM)? By the level of the electrical resistivity it was found that the lattice defectiveness of the steel obtained by SLM is 15% higher than that of the same composition of steel after standard water quenching. The structural stability of austenitic steel 316L obtained by SLM was detected by the temperature dependence of the relative electrical resistivity. The difference in the temperature dependences with temperature increasing for steels after the SLM and water quenching indicates the occurrence of recrystallization processes in the steel obtained by SLM method.

INTRODUCTION

Selective laser melting (SLM) is one of additive technologies or the so-called 3d-printing method. The idea of synthesis of bulk metal parts of arbitrarily complex shape by additive selective recrystallization of thin layers of metal powder is practically applied nowadays. It acquires a special urgency in piece production, when no need in additional equipment can significantly reduce the cost of a part manufacturing.

The principle of the LM unit operation is based on applying a thin (approximately several tens of micrometers) layer of powder material, its leveling with a roller and exposing to a scanning laser beam. Thus, a part microlayer with a predetermined shape profile is created; then the next layer of powder is applied, and the following microlayer is created; and so the process is repeated until the complete formation of the object. Since the laser action has high local property (molten pool has a diameter of about 50 microns), and the solid substrate provides an intense heat removal, the structure of the alloy

создается микрослой детали с профилем заданной формы; далее подается следующий слой порошка и создается следующий микрослой; и так процесс повторяется до полного формирования объекта. Поскольку лазерное воздействие обладает высокой локальностью (ванны расплава имеют диаметр порядка 50 мкм), а массивная подложка обеспечивает интенсивный теплоотвод, то формирование структуры сплава происходит в условиях сверхбыстрого охлаждения из жидкого состояния (10^5 - 10^6 K/c). Кроме того, зоны плавления перекрываются как по ширине, так и по глубине, что приводит к неоднократной перекристаллизации материала, а при лазерном плавлении соседних участков уже перекристаллизованный материал подвергается дополнительному термоциклированию.

В результате столь сложного термического воздействия в структуре сплава фиксируется явно неравновесное состояние, которое оказывает существенное влияние на свойства синтезируемого объекта. Исследование структурной стабильности сплава, полученного методом СЛП, представляет не только научный, но и практический интерес, поскольку его результаты позволят осознанно подходить к решению различных прикладных задач.

Одним из свойств материала, наиболее чувствительных к дефектности кристаллического строения, является удельное электросопротивление. Известно, что электросопротивление металла определяется двумя обстоятельствами: рассеянием электронов проводимости на фоновых колебаниях кристаллической решетки, естественно, с учетом всех имеющихся легирующих компонентов (термически зависимая часть электросопротивления, которая растет при нагреве), и рассеянием электронов проводимости на дефектах кристаллического строения (это то электросопротивление, которое зависит от количества дефектов и которое может только уменьшаться при нагреве, если плотность дефектов снижается) [1]. Таким образом, определение удельного электросопротивления экспериментального сплава при фиксированной достаточно низкой температуре и сопоставлении его с эталонным структурным состоянием позволит достоверно оценить степень его дефектности. В то же время, изучая относительное изменение электросопротивления экспериментального образца в условиях его непрерывного нагрева и сравнивая его с типичным поведением соответствующего эталона, можно получить четкое представление о степени структурной стабильности изучаемого объекта.

formation occurs under the conditions of ultra-rapid cooling from the liquid state (10^5 , 10^6 K/s). Furthermore, the fusion zones are overlapped in both width and depth, which leads to the repeated recrystallization of the material, and by laser melting of adjacent sites, the recrystallized material is exposed to additional thermal cycling.

As a result of such complex thermal effects, explicitly non-equilibrium state is observed in the structure of the alloy, which has a significant influence on the properties of the synthesized object. The study of the structural stability of the alloy produced by SLM is not only of scientific, but also of practical interest, as it will allow a conscious approach to the solution of different applications.

One of the properties of the material, the most sensitive to defects in the crystal structure, is the resistivity. It is known that the resistivity of the metal is determined by two factors: the scattering of the conduction electrons on the phonon vibrations of the crystal lattice, naturally, taking into account all available alloying components (the heat-sensitive part of the resistivity, which increases with heating), and the scattering of the conduction electrons in the crystal structure defects (the electrical resistance, which depends on the amount of defects which can only be diminished by heating, if the density of the defects decreases) [1]. Thus, the determination of the specific resistivity of the experimental alloy at a fixed temperature low enough and comparing with a reference structural state will allow to reliably estimating the degree of presence of defects. At the same time, studying the relative change in the resistivity of the experimental sample under the conditions of continuous heating and comparing with the typical behavior of the relevant standard, we can get a clear idea of the extent of the structural stability of the object being studied.

These are the studies which we have conducted in this research.

MATERIALS AND RESEARCH METHODS

Selective laser melting of powder of austenitic steel 03H16N15M3 (Fe-17% Cr-12% Ni-2% Mo-1% Mn-0.7% Si-0.02% C) was conducted using PHENIX-PM100 unit. The powder was produced by gas atomization with its major fraction of the dispersion less than 25 microns. The SLM process parameters were used which allowed obtaining a solid object of minimum porosity [2]: laser power was 50 W, scanning speed of the laser beam on the surface was 100 mm/s, diameter of the laser spot on the powder surface was 70 microns.



Именно такие исследования и рассматриваются в предлагаемой работе.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Селективное лазерное плавление порошка аустенитной стали 03X16N15M3 (Fe-17%Cr-12%Ni-2%Mo-1%Mn-0,7%Si-0,02%C) проводилось на установке PHENIX-PM100. Порошок был изготовлен методом газовой атомизации, и его основная фракция была дисперсностью менее 25 мкм. Использовался СЛП-процесс, с параметрами, которые позволяли получить сплошной объект минимальной пористости [2]: мощность лазера – 50 Вт, скорость сканирования лазерного пучка по поверхности – 100 мм/с, диаметр лазерного пятна на поверхности порошка – 70 мкм. Также для повышения качества синтезируемого объекта использовалась "перекрестная" стратегия плавления, т.е. направление сканирования лазера в каждом следующем слое менялось на перпендикулярное. Процесс проводился в атмосфере азота при температуре 80°C; в качестве подложки использовался хромоникелевый аустенитный сплав. Синтезированные образцы представляли собой полусферы диаметром 15 мм.

Фазово-структурное состояние стали после лазерной перекристаллизации исследовалось методами металлографического и рентгенодифракционного анализа, а также растровой и просвечивающей электронной микроскопии.

Распределение легирующих элементов в структуре стали контролировалось с помощью рентгеновского микроспектрального анализа. Анализ проводился на фольгах в просвечивающем микроскопе Technai G220 TWIN, что позволило снизить локальность метода до значений, соизмеримых с толщиной фольги, т.е. ~50 нм. Относительная погрешность измерения составляла 5%. Концентрации кислорода и азота в стали определялись путем восстановительного плавления навесок в атмосфере гелия и последующего детектирования содержания кислорода в форме CO методом инфракрасной абсорбции, а содержания азота – по изменению теплопроводности газовой смеси. Относительная погрешность определения концентраций примесей составляла 5%.

В данной работе изучалась температурная зависимость относительного электросопротивления

$$\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}$$
 (R_T – электросопротивление при температуре измерения; R_{10K} – при 10K) в интервале от 10 до 1473K. Значение относитель-

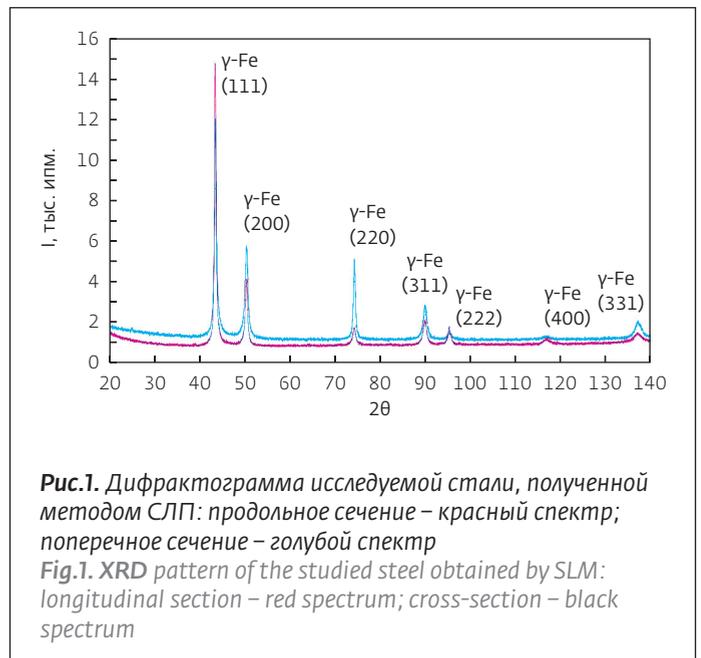
Also, to improve the quality of the synthesized object a cross-melting strategy was used, i.e. the laser scanning direction in each following layer was changed to a perpendicular one. The process was conducted in a nitrogen atmosphere at a temperature 80 °C; austenitic nickel-chromium alloy was used a substrate. The synthesized samples were hemispheres with a diameter of 15 mm.

The phase-structural state of steel after laser recrystallization was studied by the methods of metallographic and X-ray diffraction analysis, as well as scanning and transmission electron microscopy.

The distribution of alloying elements in the steel structure was monitored by X-ray microspectral analysis. The analysis was conducted on the foils in a transmission microscope Technai G220 TWIN, which reduced the local property of the method to the values comparable to the thickness of the foil, i.e., ~ 50 nm. The relative measurement error was 5%. The concentrations of oxygen and nitrogen in steel were determined by reductive melting of trial samples in the helium atmosphere followed by detection of oxygen content in the form of CO by infrared absorption, and of nitrogen – by variation of thermal conductivity of the gas mixture. The relative error in determining the concentration of impurities was 5%.

This paper studied the temperature dependence of the relative resistivity (R_T – resistivity at a measurement temperature; R_{10K} – at 10 K) in the range of 10 to 1473K. The value of the relative electrical resistivity was practically independent of the size of the experimental sample, and therefore it allowed assessing changes in its structural condition. The measurement of resistivity in the temperature range of 10 ÷ 1473K was performed using a potentiometer circuit with continuous heating of the sample. The measurements in the temperature range of 10 ÷ 473K were performed with the use a special metallic chamber of varying temperatures, which is filled with helium in a gaseous state and is placed in a vessel with liquid helium. The measurements were carried out in increments of 1 K, wherein the temperature variations were ± 0.03 K. In order to measure the voltage drop in the sample, a nanovoltmeter was used; the current monitoring carried out according to the voltage drop on the reference resistance coil of 100 Ohm. The relative error in determining the resistivity did not exceed 0.5%. The studies were conducted on two samples of steel 03H16N15M3 obtained by SLM and a reference sample of steel obtained according to SLM technology, exposed to a special annealing

ного электросопротивления практически не зависит от размеров экспериментального образца и потому позволяет оценивать изменения в его структурном состоянии. Измерение электросопротивления в диапазоне температур 10–1473К проводилось с использованием потенциометрической схемы при непрерывном нагревании образца. При измерениях в диапазоне температур 10–473К использовалась специальная металлическая камера переменных температур, которая заполняется гелием в газообразном состоянии и помещается в сосуд с жидким гелием. Измерения проводились с шагом 1К, при этом колебания температуры составляли $\pm 0,03\text{K}$. Для измерения падения напряжения на образце использовался нановольтметр, а контроль тока осуществлялся по падению напряжения на эталонной катушке сопротивления 100 Ом. Относительная погрешность определения электросопротивления не превышала 0,5%. Исследования были проведены на двух образцах стали 03X16H15M3, полученных методом СЛП, и на одном эталонном образце этой стали, полученном по технологии СЛП, подвергнутом специальному отжигу в вакууме при температуре 1160°C в течение 10 ч и обычной закалке в воде, что для стали аустенитного класса гаранти-



in vacuum at 1160 °C for 10 h and conventionally quenched in water that guarantees the achievement of a certain structural stability of austenitic steel. The sizes of samples for measurement of resistivity were 25×2×2 mm.

рует достижение определенной структурной стабильности. Размеры образцов для измерения электропроводности составляли 25×2×2 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты фазового рентгеновского анализа показали, что после СЛП исследуемая сталь находится в однофазном аустенитном состоянии (рис.1). На дифрактограммах, полученных с продольного (плоскость сканирования лазера) и поперечного сечений образца, интенсивность рентгеновских пиков несколько перераспределена, что говорит о некоторой текстурованности объекта: продольное сечение образца преимущественно совпадает с кристаллографической плоскостью типа {111}.

Структура аустенитной стали, синтезированной методом селективного лазерного плавления, представлена на рис.2. На рис.2а,б хорошо видна структурная иерархия, характерная для объектов, полученных лазерной перекристаллизацией порошковых материалов [3-5]. А именно, в структуре присутствуют ванны расплава, внутри которых наблюдаются ячейки кристаллизации диаметром порядка 0,5 мкм. Кроме того, ванны расплава разбиты на отдельные области (фрагменты) размером 20-30 мкм, внутри которых ориентация ячеек кристаллизации одинаковая. Размер и одинаковая ориентировка материала фрагмента позволяют предположить, что они сформированы из отдельных порошинок: при сверхбыстрых скоростях нагрева и охлаждения из жидкого состояния атомы вещества, по всей видимости, не успевают перераспределиться в пространстве, сохраняя свою первоначальную ориентировку.

На рисунке 2в представлена микроструктура одного фрагмента: здесь можно видеть ячейки кристаллизации и границы между ними. Точечный характер электроннограммы указывает на одинаковую кристаллографическую ориентировку ячеек, принадлежащих одному фрагменту; здесь плоскости микрофотографии соответствует ось зоны <100>. Ранее в работе [6] было показано, что границы ячеек кристаллизации аустенитной стали, полученной методом СЛП, представляют собой объемные сплетения дислокаций, подобные тем, что наблюдаются при сильной пластической деформации [7, 8]. Авторы работ [9] и [10] получили подобные результаты на сплавах различного состава, также синтезированных методом СЛП.

Формирование в процессе лазерной перекристаллизации структуры, подобной деформацион-

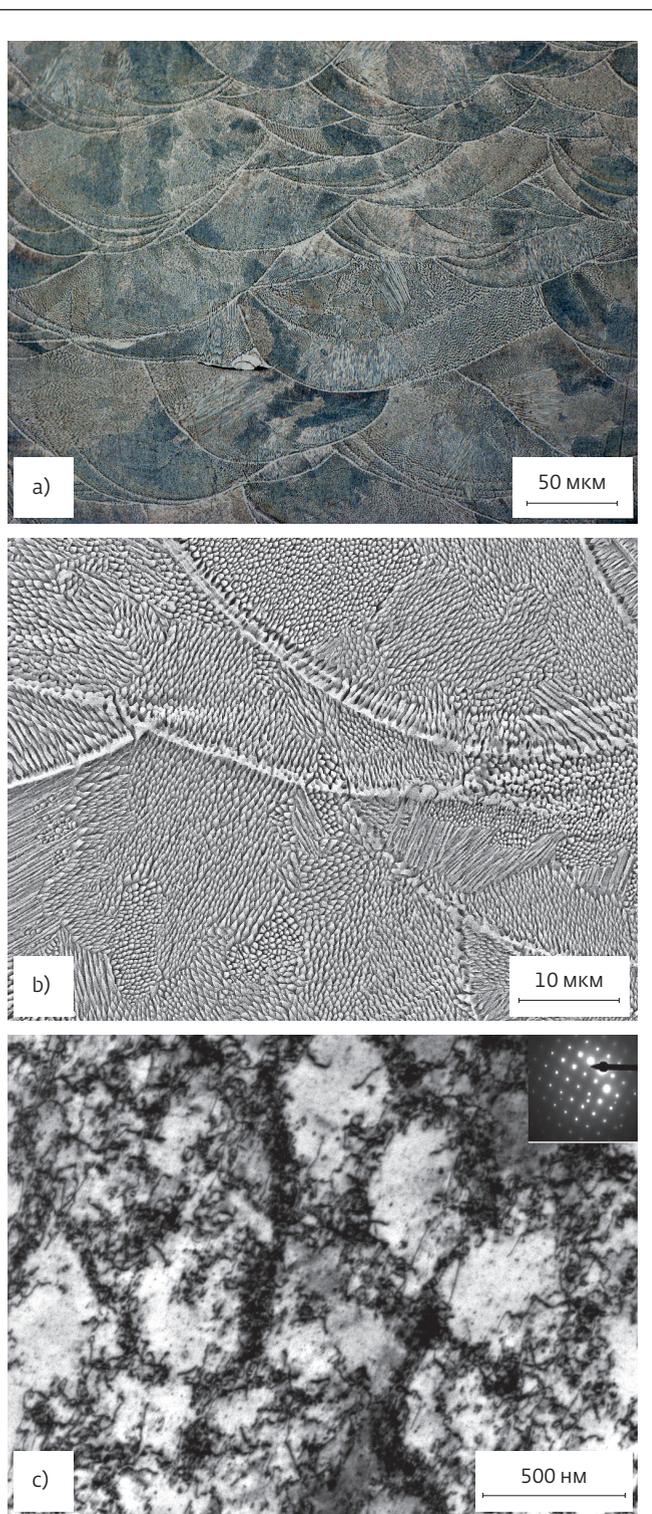


Рис.2. Структура исследованной стали после лазерной перекристаллизации: металлографический анализ (а); растровая (б) и просвечивающая (в) электронная микроскопия

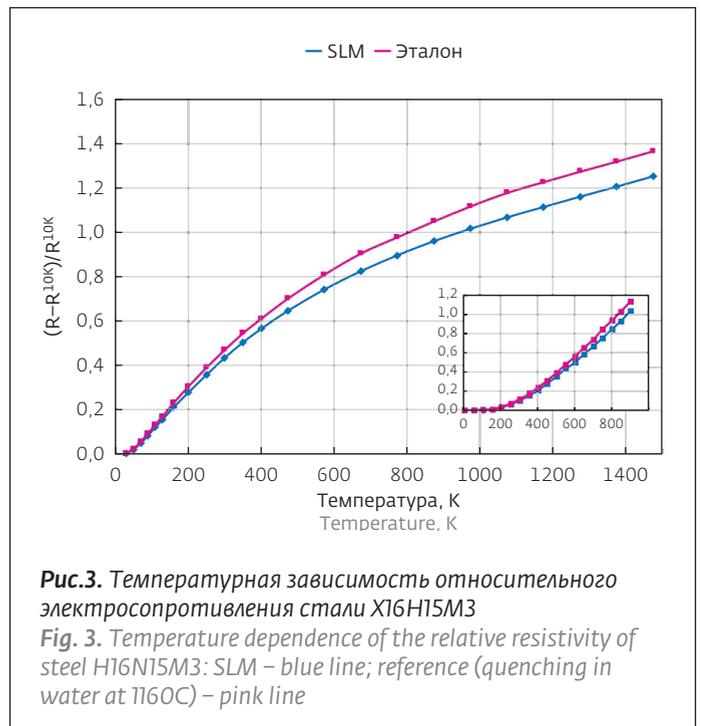
Fig.2. Structure of the studied steel after laser recrystallization: metallographic analysis (a); raster (b) and transmission (c) electron microscopy

ной, объясняется высокими термическими напряжениями, возникающими при сверхбыстрых скоростях охлаждения объекта из жидкого состояния [6, 11, 12]. Под действием этих напряжений может формироваться избыточная концентрация дефектов кристаллического строения, в первую очередь дислокаций, а также вакансий.

На рис.3 приведены температурные зависимости относительного электросопротивления

$\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}$ исследуемого и эталонного образцов стали

03X16H15M3. Экспериментальные кривые для двух экспериментальных образцов, полученных методом СЛП, совпадают в пределах погрешности измерения. Из графика видно, что во всем диапазоне температур от 10 до 1473К относительное электросопротивление образца, полученного методом СЛП, меньше, чем эталонного образца, и эта разница при разных температурах составляет от 10 до 15%. Таким образом, как и следовало ожидать, после лазерной перекристаллизации электросопротивление стали R_{10K} , связанное, главным образом, с рассеянием электронов проводимости на дефектах кристаллического строения, выше, чем в эталонном образце.



RESULTS AND DISCUSSION

The results of X-ray phase analysis showed that after SLM, the studied steel was in a single-phase austenitic

Также следует отметить, что с ростом температуры разница между значениями относительного электросопротивления исследуемого и эталонного образцов стали возрастает. Установлено, что температурная зависимость для экспериментального образца выражена заметно слабее, причем расхождение по сравнению с эталонным образцом постепенно усиливается вплоть до 1100К. Подобная закономерность может означать, что на термическую компоненту увеличения электросопротивления в экспериментальном образце постепенно накладывается влияние термически активируемых процессов перераспределения дефектов, что должно понижать электросопротивление. Представленные данные показывают, что рекристаллизационные процессы, протекающие в образце, полученном лазерной перекристаллизацией, в целом завершаются при нагреве до 1100К, поскольку при дальнейшем нагреве кинетика поведения экспериментального и эталонного образцов в целом совпадает. Это обстоятельство позволяет заключить, что СЛП-сталь при столь высоких температурах уже имеет определенную стабильность. Ее причины были установлены при дальнейшем исследовании.

Оценочный расчет разницы удельного электросопротивления при 10К стали, полученной СЛП-методом и стандартной закалкой, показал, что $\Delta\rho$ составляет ~7 мкОм·см, причем эта разница примерно равна 15% от удельного электросопротивления закаленного образца. Приняв концентрацию вакансий после лазерной перекристаллизации равной 0,1%, концентрацию дислокаций - 10^{11} см⁻² и определив удельную площадь поверхности границ кристаллов по среднему размеру ячейки ($5 \cdot 10^4$ см⁻¹), по известным из литературы вкладам различных дефектов в прирост удельного электросопротивления [1] рассчитали примерное увеличение удельного электросопротивления в присутствии перечисленных дефектов: оно оказалось практически на порядок меньше величины, наблюдаемой экспериментально. Таким образом, вакансии, сплетения дислокаций и границы ячеек не могут привести к столь значительному росту удельного электросопротивления.

Было сделано предположение, что существенный вклад в удельное электросопротивление стали, синтезированной методом СЛП, вносят отдельные примесные атомы, а также их группы.

Предположительно, в результате термоциклирования стали в процессе СЛП на границах ячеек формируются сегрегации легирующих элементов. В пользу этого предположения говорит и то,

state (see Figure 1). The diffraction patterns obtained from the longitudinal (laser scanning plane) and transverse cross-sections of the sample showed that the intensity of X-ray peaks was slightly redistributed, indicating some oriented properties of the object: a longitudinal section of the sample largely coincided with the crystallographic plane {111}.

The structure of the austenitic steel synthesized by selective laser melting is shown in Figure 2. Figure 2 (a, b) clearly shows structural hierarchy characteristic for the objects received by laser recrystallization of powder materials [3–5]. Namely, the structure had molten pools within which crystallization cell were observed with a diameter of about 0.5 microns. Furthermore, the molten pools were divided into areas (fragments) sized 20–30 microns, inside which the orientation of crystallization cells was similar. The size and similar orientation of the fragment material suggests that they were formed from individual grains of powder: under the conditions of ultra-fast heating and cooling rates from the liquid state the atoms of matter, apparently, do not have time to be redistributed in space, retaining their original orientation.

Figure 2 (c) shows the microstructure of one fragment: here you can see the crystallization cells and boundaries therebetween. Spot nature of electron diffraction pattern indicates the same crystallographic orientation of the cells belonging to the same fragment; here the axis of area <100> corresponds to the plane of micrograph. Earlier, research [6] has shown that the boundaries of crystallization cells of austenitic steel obtained by SLM are three-dimensional plexuses of dislocations, such as those observed in strong plastic deformation [7, 8]. The authors of researches [9] and [10] have obtained similar results using alloys of different composition, as well as those synthesized by SLM.

Formation of the structure similar to deformation during laser recrystallization was due to the high thermal stresses arising at superfast speeds of the object cooling from a liquid state [6, 11, 12]. Under the effect of these stresses excess concentration of crystal defects can be generated, particularly dislocations and vacancies.

Figure 3 shows the temperature dependence of the

relative resistivity $\frac{R_T - R_{10K}}{R_{10K}}$ of the studied and

reference samples of steel 03H16N15M3. The experimental curves for the two experimental samples obtained by SLM coincided within the measurement error. The graph shows that in the

что обычно дислокационная ячеистая структура не выявляется методом металлографического анализа, однако в данном случае она наблюдается (см. рис.2а). По результатам рентгеновского микроспектрального анализа фольг концентрация молибдена на границах ячеек составляет 2,7 масс.%, а в "теле" ячеек – 2%; концентрация хрома на границах – 17,6%, а внутри ячеек – 16,8%. То есть концентрация Mo и Cr на границах выше, и эта разница в несколько раз превышает погрешность измерений. Известно, что образование сегрегаций легирующих элементов может стабилизировать дислокационную структуру сплава.

Кроме того, в процессе лазерной перекристаллизации в γ -твердом растворе могли раствориться атомы защитной атмосферы, а также атомы кислорода из окисной пленки с поверхности порошка. Определение концентрации газовых примесей показало, что в исследуемом сплаве содержится 0,16 масс.% азота и 0,09% кислорода. Эти концентрации примерно на порядок превышают содержание азота и кислорода в аустенитной стали данного состава.

Таким образом, установлена повышенная дефектность решетки сразу после СЛП, которая при последующем нагреве является причиной

temperature range from 10 to 1473K, the relative resistivity of the sample obtained by SLM is less than that of the reference sample, and this difference ranged from 10 to 15% at different temperatures. Thus, as one would expect, resistivity of steel R_{10K} after laser recrystallization associated primarily with the scattering of the conduction electrons in the crystal structure defects was higher than in the reference standard sample.

It should also be noted that with increasing temperature, the difference between the relative values of the resistivity of the studied and reference samples of steel increased. It was found that the temperature dependence of the experimental sample was expressed much weaker, wherein the difference compared to the reference sample has been increasing up to 1100K. This pattern may indicate that the thermal component of the resistivity increase of the experimental sample was gradually impacted by thermally activated processes of redistribution of defects that should reduce the electrical resistance. The data show that the recrystallization processes in the sample obtained by laser recrystallization, were generally terminated by heating to 1100 K since in further heating the kinetics behavior of the experimental and reference samples generally



структурной нестабильности и протекания релаксационных процессов. Однако перераспределение легирующих компонентов, в первую очередь Mo и Cr, вносит определенный стабилизирующий вклад, благодаря чему вполне возможны перспективы применения СЛП-сталей, в том числе и при разных температурах эксплуатации.

ВЫВОДЫ

Установлено, что в аустенитной стали, полученной методом СЛП, удельное электросопротивление на 15% выше, чем в стали того же состава в закаленном состоянии. Более высокое значение удельного электросопротивления стали, синтезированной методом СЛП, объясняется повышенной плотностью дислокаций, разветвленной зернограницной поверхностью, избыточной концентрацией вакансий, присутствием на границах ячеек сегрегаций легирующих элементов Mo и Cr, а также растворенными в γ -твердом растворе примесными атомами N и O.

Исходя из характера температурной зависимости относительного электросопротивления можно утверждать, что в процессе нагрева в стали, полученной методом СЛП, протекают рекристаллизационные процессы, которые в значительной мере завершаются при температуре 1100K, и дальнейший нагрев показывает определенную структурную стабильность исследуемой стали, сопоставимую со сталью традиционного способа получения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лившиц Б.Г. Физические свойства металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1980.
2. Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitsava I., Smurov I. Single track formation in selective laser melting of metal powders. – Journal of Materials Processing Technology, 2010, 210, 1624-1631.
3. Shifeng W., Shuai L., Qingsong W., Yan C., Sheng Z., Yusheng S. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. – Journal of Materials Processing Technology 2014, 214, 2660-2667.
4. Kempen K., Yasa E., Thijs L., Kruth J. – P., J. Van Humbeeck. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel. – Physics Procedia, 2011, 12, 255-263.
5. Wang Di, Yang Yongqiang, Su Xubin, Chen Yonghua. Study on energy input and its influences on single-track, multi-track, and multi-layer in SLM. – Int. J. Adv. Manuf. Technol., 2012, 58, 1189-1199.

coincided. This allows us to conclude that the SLM-steel at such high temperatures already possesses certain stability. Its causes have been established during further study.

An estimate of the difference of resistivity at 10K of the steel obtained by SLM and standard tempering showed that $\Delta\rho$ was ~ 7 microhm \cdot cm, and this difference was approximately equal to 15% of resistivity of the quenched sample. Assuming vacancy concentration after laser recrystallization equal to 0.1%, the concentration of dislocations equal to 10^{11} cm $^{-2}$ and determining the specific surface area of the crystal boundaries as the average cell size ($5\cdot 10^4$ cm $^{-1}$), according to the contributions of various defects in the increase of the resistivity disclosed in the literature, [1] the approximate increase in resistivity in the presence of these defects was calculated: it was almost one order less than the value observed experimentally. Thus, vacancies, dislocation plexuses and cell boundaries cannot lead to such a significant increase in resistivity.

It has been suggested that a significant contribution to the resistivity of steel synthesized by SLM, was made by individual impurity atoms and their groups.

Presumably, as a result of thermal cycling of steel during SLM, segregations of alloying elements were formed at the cell boundaries. This hypothesis is supported by the fact that the dislocation cell structure was usually not detected by metallographic analysis, but in this case it was observed (see Figure 2 (a)). According to the results of X-ray microspectral analysis of foils, the molybdenum concentration at the cell boundaries was 2.7 wt.%, and in the "body" of the cells – 2%; the chromium concentration at the boundaries was 17.6%, and 16.8% within the cells. That is, the concentration of Mo and Cr at the boundaries was higher, and the difference was several times greater than the measurement error. It is known that the formation of segregations of alloying elements can stabilize the dislocation structure of the alloy.

Furthermore, during laser recrystallization, the atoms of the protective atmosphere and the oxygen atoms of the oxide film from the surface of the powder could dissolve in γ -solid solution. Determination of the concentration of gaseous impurities showed that the studied alloy contained 0.16 wt.% of nitrogen and 0.09% of oxygen. These concentrations were approximately one order of higher than the nitrogen and oxygen content in the composition of austenitic steel.

Thus, the increased defectiveness of the lattice immediately after SLM was established, which upon



6. **Базалева К., Цветкова Е., Смулов И., Ядройцев И., Базалеев Е., Костюк Ю.** Ячеистая структура в аустенитных сплавах, полученных методом селективного лазерного плавления. – Перспективные материалы, 2014, № 3, с. 55–62.
7. **Бернштейн М.Л.** Структура деформированных металлов. – М.: Металлургия, 1977.
8. **Рыбин В.В.** Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М.: Металлургия, 1986.
9. **Vilaro T., Colin C., Bartoud J.D., Naze L., Sennour M.** Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel - based superalloy. – Materials Science and Engineering A, 2012, 534, 446–451.
10. **Saeidi K., Gao X., Zhong Y., Shen Z.J.** Hardened austenite steel with columnar sub-grainstructure formed by laser melting. – Materials Science&Engineering A, 2015, 625, 221–229.
11. **Michael F. Zaeh, Gregor Branner.** Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting. – Prod. Eng. Res. Devel., 2010, 4, 35–45.
12. **Gusarov A.V., Pavlov M., Smurov I.** Residual Stresses at Laser Surface Remelting and Additive Manufacturing. – Physics Procedia, 2011, 12, 248–254.

subsequent heating was the cause of structural instability and relaxation processes. However, the redistribution of alloying elements, primarily Mo and Cr, makes a certain contribution to stabilizing, whereby the perspectives of applying SLM-steels become quite possible including at different operating temperatures.

CONCLUSIONS

It is found that specific resistivity of the austenitic steel obtained by SLM is 15% higher than that in the steel of the same composition in the hardened state. A higher value of specific resistivity of steel, synthesized by SLM is explained by the increased dislocation density, extensive grain boundary surface, excess concentration of vacancies, the presence of segregations of alloying elements Mo and Cr at the cell boundaries, and impurity atoms N and O dissolved in γ -solid solution.

Based on the temperature dependence of the relative resistivity, we can argue that during heating the recrystallization processes occur in the steel obtained by SLM which are largely completed at the temperature of 1100K, and further heating shows certain structural of the studied stability comparable with the steel obtained by conventional methods.