

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 537.624

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ АДДИТИВНОГО МАГНИТОМЯГКОГО СПЛАВА 80НХС

© 2023 г. А. С. Жуков^{а, *}, С. А. Маннинен^а, М. А. Тит^б, А. В. Олисов^с,
Т. В. Князюк^а, П. А. Кузнецов^а

^аНИЦ “Курчатовский институт” – ЦНИИ КМ “Прометей”, ул. Шпалерная, 49, Санкт-Петербург, 191015 Россия

^бАО “Концерн “ЦНИИ “Электроприбор”, ул. Малая Посадская, 30, Санкт Петербург, 197046 Россия

^сНациональный исследовательский Томский государственный университет, просп. Ленина, 36, Томск, 634050 Россия

*e-mail: jouan@mail.ru

Поступила в редакцию 21.12.2022 г.

После доработки 16.01.2023 г.

Принята к публикации 13.02.2023 г.

Представлены результаты исследования влияния термической обработки на структуру и магнитные свойства пермаллоя марки 80НХС, изготовленного селективным лазерным сплавлением (СЛС) порошка, полученного газовым распылением расплава, и проведено сравнение с характеристиками сплава 80НХС, изготовленного прокаткой. Исследованы кольцевые образцы, выращенные на лазерном принтере и выточенные из проката. Установлено, что магнитные свойства образцов, полученных методом СЛС, уступают свойствам образцов, изготовленных термомеханической обработкой, поскольку структура аддитивного сплава отличается мелкозернистостью и большим количеством неметаллических включений.

Ключевые слова: аддитивные технологии, селективное лазерное сплавление, распыление расплава, металлический порошок, магнитомягкий сплав 80НХС, магнитные свойства, структура

DOI: 10.31857/S0015323022601970, **EDN:** VIMXET

ВВЕДЕНИЕ

Пермаллои являются прецизионными магнитомягкими сплавами и демонстрируют наивысшие значения магнитной проницаемости в малых полях [1]. Они применяются для изготовления малогабаритных трансформаторов, дросселей, реле, датчиков магнитных полей, элементов различных приборов и электротехнических устройств, а также магнитных экранов.

При проектировании малогабаритных изделий разработчикам требуются магнитные компоненты из пермаллоя сложной формы, изготовление которых традиционными методами затруднено или вообще невозможно. К основным проблемам производства деталей сложной геометрии относятся: необходимость применения высокоточной механической обработки, применение литья либо МИМ-технологий в специальные формы, что существенно повышает трудоемкость изготовления изделий. Этого можно избежать при переходе к аддитивным технологиям изготовления деталей по заданным 3D-моделям с точностью получаемых размеров ± 20 мкм.

Интерес к созданию ферромагнитных материалов аддитивными методами появился относи-

тельно недавно. С 2015 г. начали публиковать статьи, посвященные исследованиям 3D-печати прецизионных магнитомягких сплавов [2–10]. Согласно исследованиям, основной проблемой аддитивного изготовления магнитомягких сплавов является достижение требуемого уровня магнитных характеристик – коэрцитивной силы и магнитной проницаемости – являющихся структурно-чувствительными параметрами.

Самым точным аддитивным методом изготовления металлических образцов в настоящее время является селективное лазерное сплавление (СЛС). В данном методе порошок подается из питающего контейнера и с помощью лезвия-рекоатера слоем 20 или 40 мкм распределяется по поверхности платформы, на которой происходит послойное выращивание образца. Лазерный луч сканирует поверхность слоя согласно модели, в результате чего частицы порошка плавятся, а после ухода лазерного луча сформировавшаяся ванна расплава кристаллизуется. Далее контейнер с порошком и платформа перемещаются на расстояние порядка 100 мкм для выращивания следующего слоя, при этом изделие погружается в металлический порошок. Сплавление металлического порошка происходит в рабочей атмосфере азота.

Таблица 1. Химический состав сплава и порошка 80НХС

Элемент	Пластина	Порошок	ГОСТ [11]
	содержание, вес. %		
Ni	79.5	79.6	79.0–81.5
Fe	15.1	15.1	12.3–16.7
Cr	3.4	3.2	2.6–3.0
Mn	0.9	1.0	0.6–1.1
Si	1.0	1.0	1.1–1.5
Остальное	0.1	0.1	–

Из прецизионных магнитомягких сплавов наибольший интерес представляет сплав 80НХС, поскольку он обладает высокой начальной и максимальной проницаемостью и малой коэрцитивной силой.

Цель данной работы – исследование магнитных свойств сплава 80НХС, изготовленного аддитивным (СЛС) и традиционным (волочение) методами, установление зависимости от режима термообработки для оценки возможности изготовления миниатюрных изделий сложной формы.

МЕТОДИКА

В качестве исходного материала использованы металлические пластины из сплава 80НХС размером $30 \times 30 \times 20$ мм, нарезанные из прутка диаметром 130 мм. Пруток изготовлен на АО “Владимирский завод прецизионных сплавов” и используется АО “Концерн “ЦНИИ “Электроприбор” для изготовления корпусов гироскопов. Порошок получали методом газового распыления рас-

плава на установке HERMIGA 75/3VI. Химический состав пластин и порошка в целом соответствует ГОСТ 10994–74 [11] (незначительное превышение содержания хрома можно считать несущественным для целей исследования) и приведен в табл. 1. Структурные исследования проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа Tescan Vega 3.

Частицы порошка имеют форму, близкую к сферической, со средним размером 37 мкм и небольшим количеством мелких сателлитов (рис. 1).

Изготовление аддитивных образцов из порошка 80НХС проводили на установке СЛС EOSint M270 по разработанным в программной среде Materialize Magics 3D-моделям. Модели представляли собой кольца внешним диаметром $D = 22$ мм, внутренним диаметром $d = 16$ мм, высотой $h = 10$ мм. Сплавление порошка проводили при мощности лазерного излучения 190 Вт и скорости сканирования 600 мм/с.

В качестве образцов сравнения были изготовлены кольца из прутка таких же геометрических размеров, как и у аддитивных образцов. Максимальное отклонение размеров не превышало 0.1 мм.

Плотность образца, изготовленного СЛС, составила 8.46 г/см^3 , а плотность образца сравнения – 8.5 г/см^3 , что соответствует ГОСТ [11, 12] и позволяет вычислить величину пористости СЛС образцов, которая составляет не более 0.47%. Максимальное отклонение размеров выращенных образцов (рис. 2) от модели не превышало 0.5 мм.

Термическую обработку (отжиг) кольцевых образцов, как изготовленных СЛС, так и выточенных из прутка, проводили в вакуумной печи Nabertherm VHT 8/22 GR при остаточном давлении не

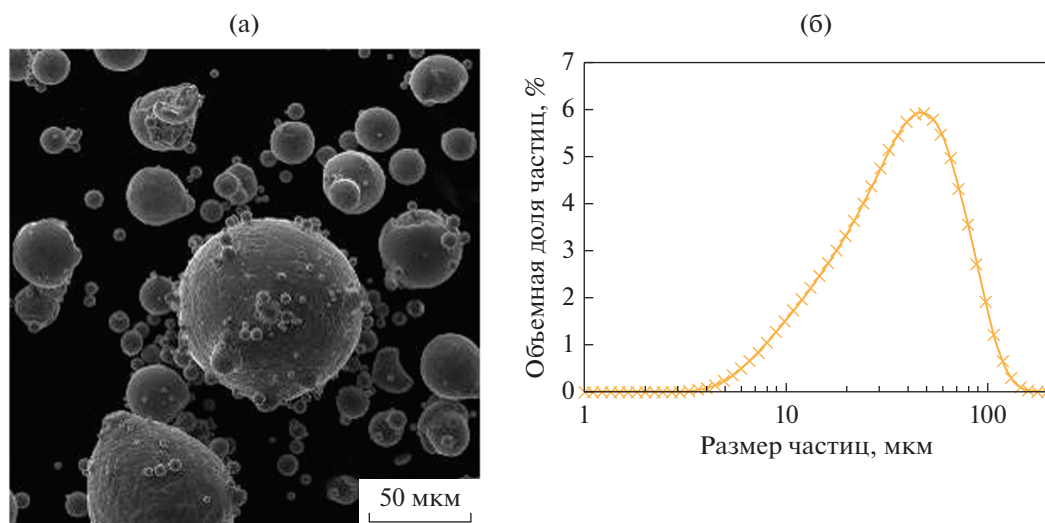


Рис. 1. Порошок сплава 80НХС, полученный методом распыления расплава (а), и распределение дисперсного состава порошка (б).

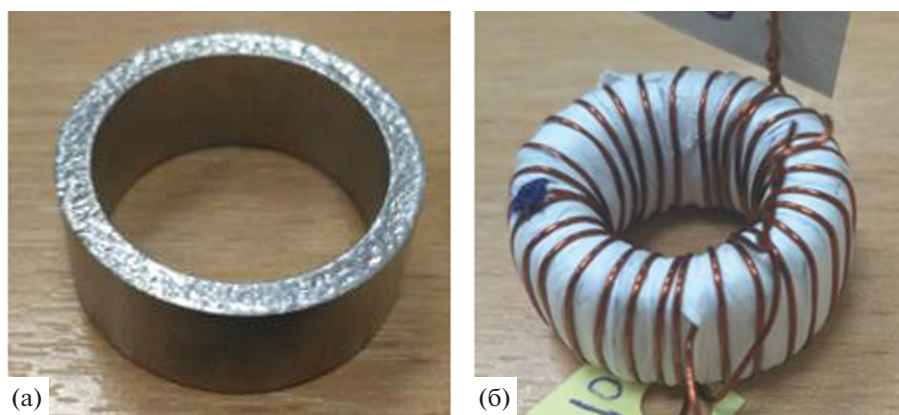


Рис. 2. Изготовленный аддитивный образец (а) и он же, подготовленный для магнитных измерений (б).

выше 10^{-3} мм рт. ст. Скорости нагрева и охлаждения выбраны следующими: нагрев $500^{\circ}\text{C}/\text{ч}$, охлаждение до 450°C со скоростью $200^{\circ}\text{C}/\text{ч}$, а от температуры 450 до 200°C со скоростью $450^{\circ}\text{C}/\text{ч}$. Температура и время изотермической выдержки составляли $1125, 1200, 1250, 1300^{\circ}\text{C}$ и 3 и 9 ч соответственно. На каждом режиме в печь закладывали одновременно аддитивные и выточенные образцы.

Магнитные свойства с определением остаточной индукции B_r , коэрцитивной силы H_c , начальной магнитной проницаемости μ_0 , максимальной магнитной проницаемости μ_{max} получены на магнитоизмерительной установке МК-3Э.

ПОЛУЧЕННЫЕ ДАННЫЕ

В исходном состоянии магнитные свойства СЛС и выточенных образцов существенно ниже требуемых по ГОСТ 10160–75 [12] (табл. 2), что представляется вполне очевидным. Следует отметить наименьшие значения магнитной проницаемости и наибольшее значение коэрцитивной силы у СЛС образцов. С учетом того, что в общем виде коэрцитивная сила обратно пропорциональна размеру зерна ($H_c \sim 1/d$), можно предположить, что размер зерна в СЛС образце практически в 2 раза меньше, чем в выточенном.

Зависимости магнитных свойств образцов от режимов термической обработки представлены на рис. 3. В связи с тем, что термообработки в интервале до 1125°C не проводили, точки на графике, соответствующие данному интервалу, соединены прямой линией. Можно отметить, что с увеличением температуры и времени термической обработки происходит уменьшение коэрцитивной силы и увеличение магнитной проницаемости. При этом стандартная термическая обработка по ГОСТ [12] не приводит к получению требуемых магнитных характеристик (см. табл. 2). Данные значения достигаются только для выто-

ченных образцов при температуре обработки 1300°C и не зависят от времени термической обработки. Значение 1300°C на 175°C выше, чем стандартная температура по ГОСТ [12]. Магнитные характеристики СЛС образцов ниже, чем у выточенных. Однако и для них наблюдается тенденция к повышению с увеличением температуры и времени термической обработки.

Выявленный факт различия в магнитных свойствах выточенных и СЛС образцов позволяет предположить, что в процессе термической обработки в них по-разному протекают процессы релаксации напряжений, неизбежно возникающих в процессе волочения прутка или лазерного сплавления порошка, а также процессы рекристаллизации.

Ранее было отмечено [13–16], что в образцах сталей, изготовленных СЛС, присутствует характерная вытянутая вдоль направления построения зеренная структура, и длина зерен может достигать 400 мкм и более, а поперечный размер на порядок меньше. Такое “вытягивание” объясняется подстройкой растущего зерна к кристаллографической ориентировке предыдущего слоя (эпитаксиальный рост).

Кроме того, необходимо учитывать, что преимущественная кристаллографическая ориентировка зерен в ванне расплава должна реализовываться в направлении [100]. С учетом того, что по направлению движения лазерного луча граница солидус наклонена под некоторым углом, завися-

Таблица 2. Магнитные свойства сплава 80НХС без термообработки

Образец	μ_0	μ_{max}	$H_c, \text{A}/\text{м}$	$B_r, \text{Тл}$
ГОСТ [12]	20000	70000	3.2	0.63
СЛС	297	2018	49.4	0.49
Пруток	940	2850	25.0	0.63

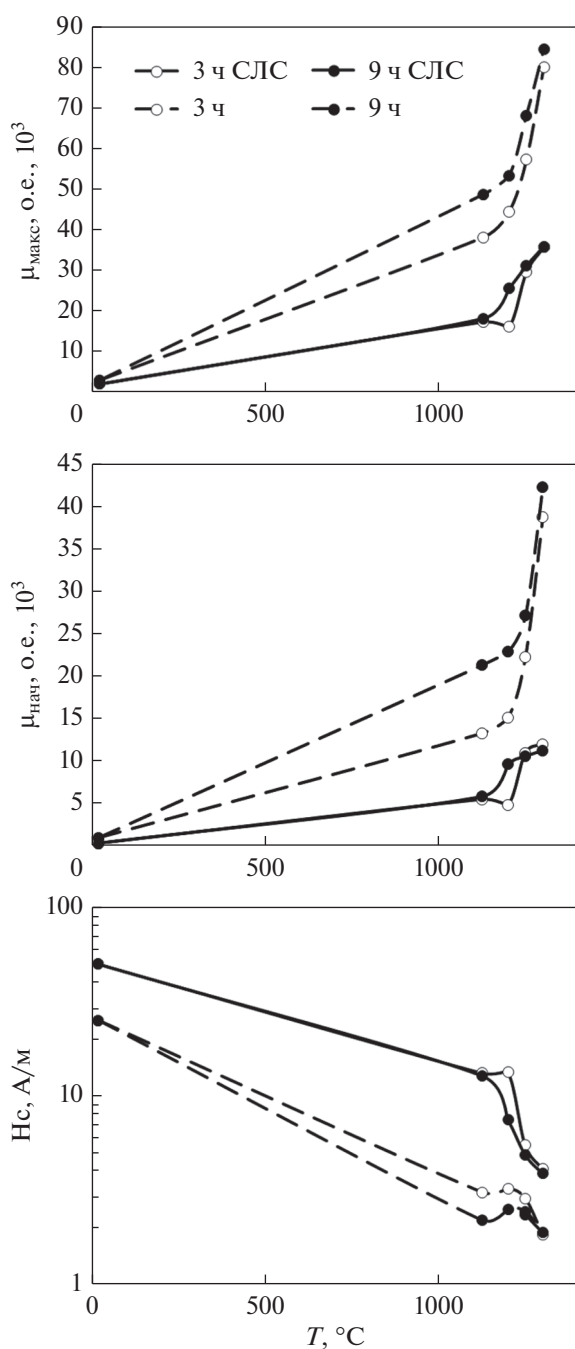


Рис. 3. Магнитные свойства образцов из сплава 80NiXCr. Штриховая линия – образцы изготовлены из прутка; сплошная линия – образцы изготовлены методом СЛС. Открытые символы – термообработка 3 ч, закрашенные – дополнительная термообработка 9 ч.

щим от скорости движения луча, на полюсных фигурах совокупность ориентировок будет образовывать круг. В структуре данных образцов сталей были обнаружены [17, 18] оксидные и силикатные частицы со средним размером 70 нм объемной долей $2.8 \times 10^{19} \text{ м}^{-3}$, которые могут являться препятствиями движению доменной стенки.

Можно ожидать подобных характерных особенностей и от образцов пермаллоевых сплавов, полученных аддитивными методами. С учетом того, что высокие магнитные свойства в пермаллоях достигаются только при термической обработке [12, 19], в результате чего снижаются напряженность и плотность дефектов и образуется равновесная крупнозернистая структура, оксидные и силикатные включения могут являться и препятствиями движению границ зерен. На это указывают большие значения коэрцитивной силы в СЛС образцах. Кроме этого, подтвердилось предположение, что размер зерна в СЛС образцах меньше, чем в выточенных из прутка (рис. 4). В исходном состоянии (без термообработки) структура образцов, выточенных из прутка, преимущественно состоит из равноосных аустенитных зерен размером 50–250 мкм и крупных вытянутых (плохо вытравливаемых) областей, что свидетельствует о частичном протекании рекристаллизации (можно предположить, что прутки подверглись горячей деформации). Микроструктура образца без термообработки, изготовленного СЛС, представляет собой вытянутые в направлении построения зерна со средним размером до 200 мкм. После проведения термической обработки структуры образцов начинают сильнее различаться. В выточенных образцах после отжига длительностью 9 ч при разных температурах зерно увеличивается до 1200 мкм. При 1125°C зерна аустенита равноосные и образуют на стыке ровные границы 120°, что говорит о завершённой первичной и начале вторичной рекристаллизации. При 1250°C наблюдается реактивный рост крупных зерен, что говорит о собирательной рекристаллизации. В структурах наблюдаются двойники отжига (наибольшее количество при 1250°C). В СЛС-образцах после термообработки при температуре 1125°C формируется разнородная 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 (40%) и 20 мкм (40%), границы зерен извилистые. Повышение температуры до 1200°C не приводит к снижению разнородности, двойники отжига также отсутствуют. Дальнейшее повышение температуры до 1300°C приводит к выравниванию разнородности аустенита, средний размер зерен составляет 300 мкм. Однако даже при температуре 1300°C сохраняется извилистость границ зерен.

На рис. 5 представлены кривые намагничивания выточенных и СЛС образцов как в исходном состоянии, так и после термической обработки. Несмотря на разницу коэрцитивной силы практически в 2 раза в исходном состоянии, формы петли гистерезиса СЛС и выточенных образцов подобны – сильно вытянутая петля с практически одинаковой остаточной намагниченностью в районе 0.15–0.25 Тл. Следовательно, можно за-

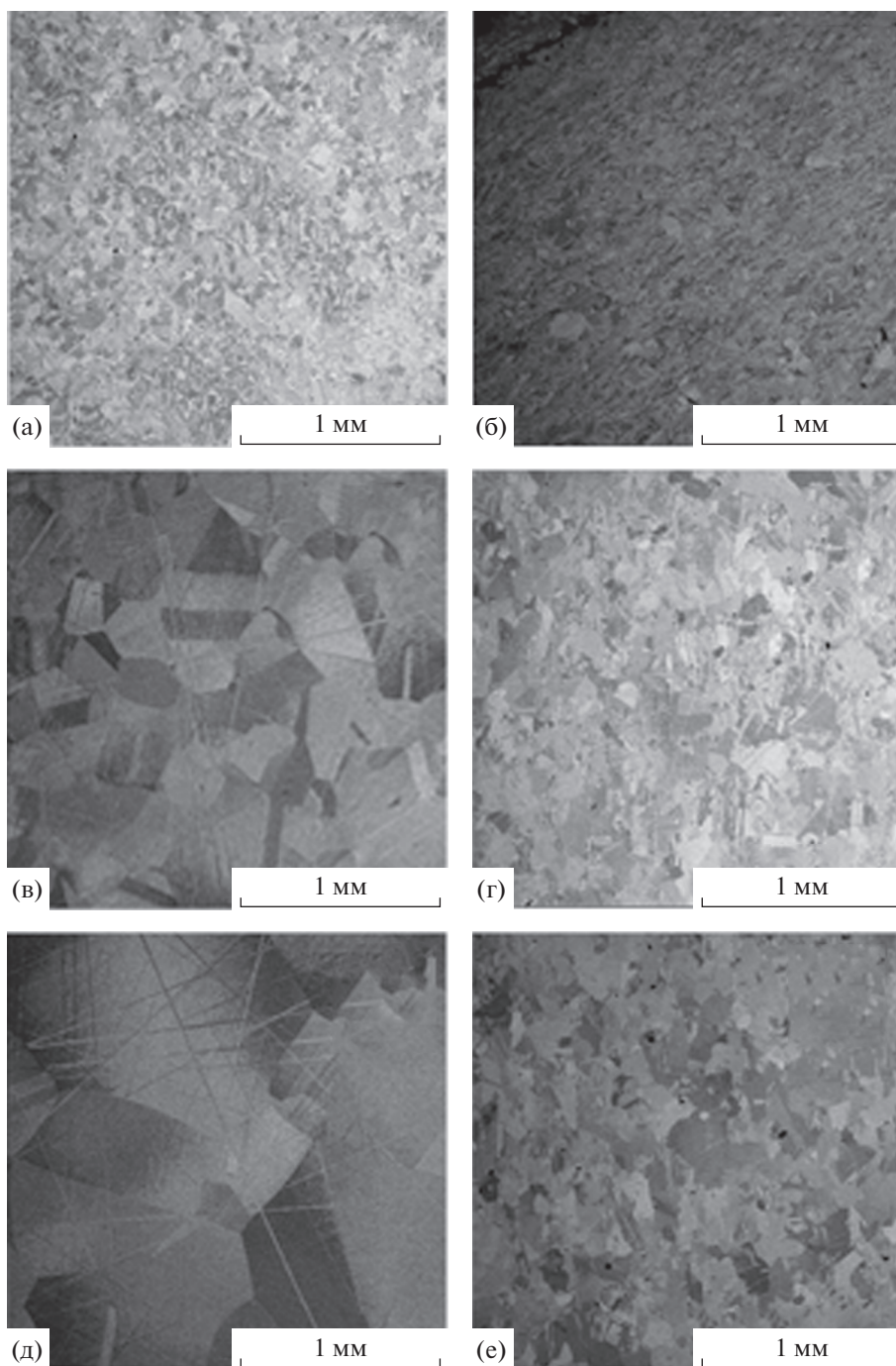


Рис. 4. Структура выточенных (а, в, д) и СЛС (б, г, е) образцов при различных температурах обработки (а, б – исходное состояние; в, г – 1200°С, 9 ч; д, е – 1300°С, 9 ч).

ключить, что структуры образцов в исходном состоянии приблизительно одинаковы.

После проведения термической обработки форма петель гистерезиса претерпевает изменения: петля становится уже.

С другой стороны, даже при увеличении температуры термической обработки до 1300°С магнитные характеристики не уменьшаются. В рабо-

те [20] при этой температуре обработки в СЛС образцах сплава 50Н уже наблюдали падение максимальной магнитной проницаемости и увеличение коэрцитивной силы. При этом значения H_c и μ_{max} составляли 50 А/м и 5000, соответственно, что существенно ниже магнитных характеристик в этом сплаве, указанных в литературных источниках. Кроме того, принципиальных измене-

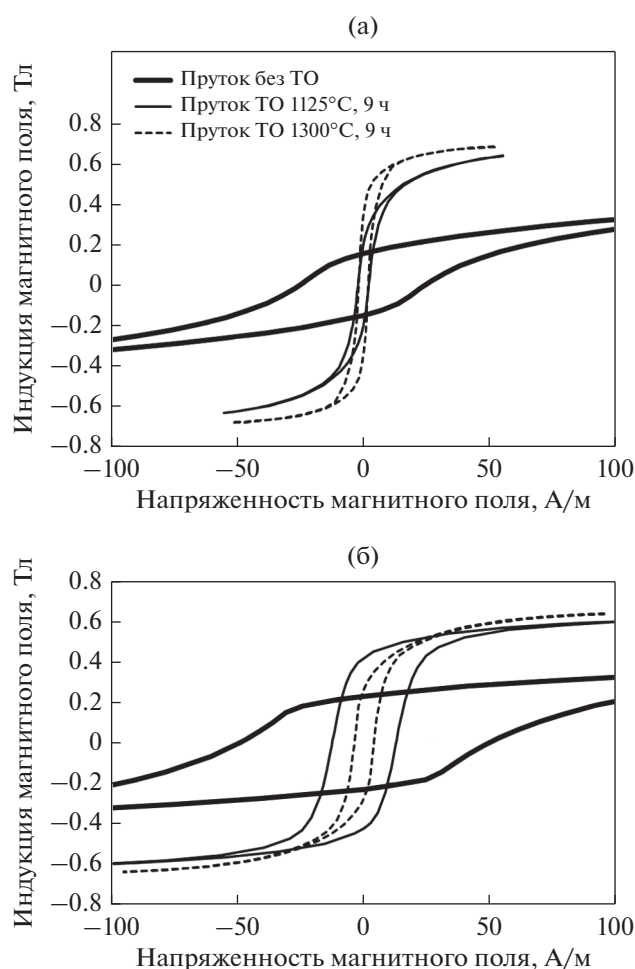


Рис. 5. Кривые намагничивания выточенных (а) и СЛС (б) образцов.

ний в структуре исходного и термообработанного образцов не наблюдали. Следовательно, можно говорить о том, что дальнейшие исследования необходимо продолжить в отношении увеличения времени изотермической выдержки и температуры термической обработки, так как деградации магнитных свойств пока не достигнуто. Это позволит лучше понять возможные фундаментальные ограничения использования метода СЛС для изготовления изделий сложной формы из прецизионных сплавов для приборостроения.

ВЫВОДЫ

1. Выявленные особенности изменения магнитных свойств СЛС-образцов из сплава 80НХС и их сравнение с выточенными из прутка образцами из того же сплава свидетельствуют о том, что в СЛС-образцах из-за особенностей микроструктуры магнитные характеристики ниже. Так, коэрцитивная сила в СЛС-образце составляет 3,8, а в выточенном – 1,8 А/м; начальная магнитная

проницаемость – 11000 и 42000 соответственно; максимальная магнитная проницаемость – 35000 и 84000 соответственно.

2. Присутствующие в структуре оксидные силикатные частицы могут выступать в качестве препятствий движению доменной стенки и являться фундаментальным ограничивающим фактором достижения магнитных свойств в образцах, изготовленных СЛС, аналогичных достигаемых в образцах, выточенных из прутка.

3. Необходимо увеличить время изотермической выдержки и температуры термической обработки образцов пермаллоев 80НХС, изготовленных СЛС.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда по направлению “Проведение исследований научными лабораториями мирового уровня” (проект № 21-73-30019, <https://rscf.ru/project/21-73-30019/>) и при поддержке научно-образовательного центра мирового уровня “Российская Арктика: новые материалы, технологии и методы исследования”. Экспериментальные исследования проводили на оборудовании Центра Коллективного Пользования (ЦКП) уникальным оборудованием “Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов” НИЦ “Курчатовский институт” – ЦНИИ КМ “Прометей” при финансовой поддержке государства в лице Министерства образования и науки Российской Федерации в соответствии с соглашением № 13.СКР.21.0014. Уникальный идентификатор: RF–2296.61321X0014.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами. М.: Металлургия, 1989. 496 с. ISBN: 5-229-00230-1.
2. Périgo E.A., Jacimovic J., García Ferré F., Scherf L.M. Additive Manufacturing of Magnetic Materials // Additive Manufacturing. 2019. V. 30. P. 100870. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100870>
3. Goll D., Schuller D., Martinek G., Kunert T., Schurr J., Sinz C., Schubert T., Bernthaler T., Riegel H., Schneider G. Additive manufacturing of soft magnetic materials and components // Additive Manufacturing. 2019. V. 27. P. 428–429. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.02.021>
4. Mikler C., Chaudhary V., Borkar T., Soni V., Jaeger D., Chen X., Contieri R., Ramanujan R.V., Banerjee R. Laser Additive Manufacturing of Magnetic Materials // JOM: J. Miner. Met. & Mater. Soc. 2017. V. 3. P. 532–543. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2257-2>
5. Mikler C., Chaudhary V., Soni V., Gwalani B., Ramanujan R.V., Banerjee R. Tuning the phase stability and magnetic properties of laser additively processed Fe–30% Ni soft magnetic alloys // Mater. Letters. 2017. V. 199. P. 88–92. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.04.054>

6. *Garibaldi M., Ashcroft I., Hillier N., Harmon S.A.C., Hague R.* Relationship between laser energy input, microstructures and magnetic properties of selective laser melted Fe–6.9% wt Si soft magnets // *Mater. Characterization*. 2018. V. 143. P. 144–151. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.01.016>
7. *Conteri R., Borkar T., Nag S., Jaeger D., Chen X., Ramanujan R.V., Banerjee R.* Laser additive processing of Fe–Si–B–Cu–Nb magnetic alloys // *J. Manufacturing Processes*. 2017. V. 29. P. 175–181. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.01.016>
8. *Jung H.Y., Choi S.J., Prashanth K.G., Stoica M., Scudino S., Yi S., Kühn U., Kim D.H., Kim K.B., Eckert J.H.* Fabrication of Fe-based bulk metallic glass by selective laser melting: a parameter study // *Mater. Design*. 2015. V. 86. P. 703–708. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.07.145>
9. *Lamarre J.M., Bernier F.* Permanent Magnets Produced by Cold Spray Additive Manufacturing for Electric Engines // *J. Thermal Spray Tech.* 2019. V. 28. Issue 7. P. 1709–1717. <https://doi.org/10.1007/s11666-019-00917-6>
10. *Hilzinger R., Rodewald W.* *Magnetic materials: fundamentals, products, properties, and applications.* Hanau: VACUUMSCHMELZE, 2013. 608 p. ISBN: 3895783528.
11. ГОСТ 10994–74. Сплавы прецизионные. Марки. М.: Изд-во стандартов, 1974. 18 с.
12. ГОСТ 10160–75. Сплавы прецизионные магнитно-мягкие. Технические условия. М.: Изд-во стандартов, 1975. 49 с.
13. *Pham M.-S., Dovgyu B., Hooper P.A., Gourlay C.M., Piglione A.* The role of side-branching in microstructure development in laser powder-bed fusion // *Nature Communications*. 2020. V. 11. P. 000749. <https://doi.org/10.1038/s41467-020-14453-3>
14. *Saeidi K., Gao X., Zhong Y., Shen Z.J.* Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting // *Mater. Sci. Eng.* 2015. V. A625. P. 221–229. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.018>
15. *Старицын М.В., Петров С.Н., Кузнецов П.А., Мухацлов М.С., Шакиров И.В.* Композитная структура как упрочняющий фактор нержавеющей аустенитной хромоникелевой аддитивной стали // *ФММ*. 2020. Т. 121 № 4. С. 381–387. <https://doi.org/10.37795/RCEM.2020.84.35.065>
16. *Deev A.A., Kuznetsov P.A., Petrov S.N.* Anisotropy of mechanical properties and its correlation with the structure of the stainless steel 316L produced by the SLM method // *Phys. Procedia*. 2016. V. 83. P. 789–796. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.081>
17. *Кузнецов П.А., Зисман А.А., Петров С.Н., Гончаров И.С.* Структура и механические свойства аустенитной стали 316L, полученной методом селективного лазерного сплавления // *Деформация и разрушение материалов*. 2016. № 4. С. 9–13. <https://doi.org/10.1134/S0036029516100104>
18. *Кархин В.А.* *Тепловые процессы при сварке.* СПб: Изд-во Политехнического ун-та, 2013. 646 с. <https://doi.org/10.18720/SPBPU/2/si20-491>
19. *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 // *JMST*. 2013. V. 29. Issue 8. P. 757–760. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.05.001>
20. *Mazeeva A.K., Staritsyn M.V., Bobyr V.V., Manninen S.A., Kuznetsov P.A., Klimov V.N.* Magnetic properties of Fe–Ni permalloy produced by selective laser // *J. Alloys Compounds*. 2020. V. 814. P. 152315. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152315>