

УДК 538.975, 537.62

СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА СЛОЕВ, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОГО НАПЛАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВ НА НЕМАГНИТНЫХ ПОДЛОЖКАХ

Н. Г. Галкин¹, Е. П. Субботин¹, Д. С. Яцко¹,
И. Н. Завестовская^{2,3}, Ю. Н. Кульчин^{1,3}

Исследования структуры и магнитных свойств слоев, сформированных на немагнитных подложках методом лазерной порошковой наплавки (ЛПН), показали, что из исходных порошков бронзы, инконели (IN625) и ПГСР-4 происходит выделение кристаллических фаз с преобразованием немагнитных веществ в мягкие ферромагнетики. Наплавленный слой из порошка бронзы проявляет мягкие ферромагнитные свойства с двумя типами магнитных доменов с температурами Кюри 80 и 300 К и коэрцитивной силой до 90 Эрстед при 300 К, а в слоях на основе IN625 и ПГСР-4 формируется только один тип магнитных доменов с температурой Кюри 260–270 К, что обеспечивает мягкие ферромагнитные свойства при 4 К и переход в парамагнитное состояние при 300 К.

Ключевые слова: роботизированная лазерная система, технология аддитивного наплавления, микропорошки, слои, бронза, сплавы переходных металлов, микроструктура и магнитные свойства.

В процессе ЛПН [1, 2] с коаксиальной подачей микропорошков сплавов со специальным составом транспортирующий газ генерирует струю наплаваемого аддитивного

¹ Институт автоматизации и процессов управления ДВО РАН, 690041 Россия, Владивосток, ул. Радио, 5; e-mail: galkin@iacp.dvo.ru.

² ФИАН, 119991 Россия, Москва, Ленинский пр-т, 53.

³ Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, 115409 Россия, Москва, Каширское ш., 31.

материала, который переплавляется под воздействием сфокусированного лазерного излучения. Микроструктура итогового материала определяется совместным взаимодействием процессов быстрого затвердевания и кристаллизации, направленного охлаждения и намагничивания, вызванных повторяющимися термическими циклами и приложенным магнитным полем. Лазерное излучение позволяет подобрать такие режимы энергетического воздействия на наплавляемые слои материалов, чтобы привести к созданию деталей с отдельными трёхмерными зонами, имеющими особые физические характеристики, например, с сильными магнитными полями. Сложная конфигурация детали с локальными магнитными зонами и разнонаправленными векторами намагниченности может быть получена лазерным наплавлением микропорошков в приложенном магнитном поле.

Настоящая работа направлена на изучение механизмов формирования, структуры и природы намагничивания слоев толщиной до 1 мм, полученных в процессе ЛПН из микропорошков бронзы, инконели (IN625) и ПГСП-4 на подложках из бронзы и нержавеющей стали.

В данном исследовании проводили ЛПН исходно немагнитных материалов в форме порошков на немагнитные подложки из бронзы (Бр-АlMn-(9-2)) и нержавеющей стали (12X18H10T), используя робототехнический лазерный комплекс (РТЛК) на основе оптоволоконного лазера ЛС-1-К мощностью 1 кВт [3]. В качестве объектов использовали микропорошки: бронзы марки Бр-АlFeNiMn 8,5-4-5-1,5 с примесью атомов Ni и Fe; "инконели" (IN625) на основе Cr, Fe и Ni и ПГСП-4 на основе Cr, Fe и Ni, с добавками атомов Co, Mo, Si, Mn, Nb и C. Все исходные порошки по тестовым измерениям не обладали магнитными свойствами. Условия наплавления образцов описаны в работе [3].

Исследование морфологии и микроструктуры слоев проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Hitachi S3400 тип II после предварительного ионного травления для выявления границ зерен и определения их состава методом дисперсионной рентгеновской спектроскопии (ДРС). Магнитные свойства слоев исследовались на SQUID магнитометре MPMS XL (Quantum Design) с магнитным полем до 40000 Э в диапазоне температур 4–300 К. Кристаллическая структура и состав наплавленных слоев исследовались на рентгеновском дифрактометре D8 ADVANCE (Bruker).

Исследования кристаллической структуры слоев из бронзы, IN625 и ПГСП-4 проводили в двух позициях: сверху и с боковой стороны (поперечный срез), что позволяло проанализировать вклад слоя и подложки в спектр рентгеновской дифракции (РД).

В случае наплавления бронзового слоя (БС) наблюдались три кристаллические фазы в спектре РД: (1) $\text{Al}_{0.28}\text{Cu}_{0.69}\text{Ni}_{0.02}$ с гранецентрированной кубической (ГЦК) структурой ($a = 0.371$ нм); (2) $\gamma\text{-Fe}$ с объемно-центрированной кубической (ОЦК) структурой ($a = 0.36599$ нм) и (3) $\text{Fe}_{1.495}\text{C}_{0.055}$ с тетрагональной структурой (ТГ) ($a = b = 0.2859$ нм и $c = 0.2937$ нм). Основной вклад наблюдался от кубической фазы $\text{Al}_{0.28}\text{Cu}_{0.69}\text{Ni}_{0.02}$, а две другие фазы имели слабые интенсивности пиков.

В случае наплавленного слоя IN625 наблюдались две кристаллические фазы в спектре РД: $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{Co}_{0.06}$ с ГЦК-структурой ($a = 0.3511$ нм) в качестве основной фазы и TiC с ГЦК-структурой ($a = 0.435$ нм) в качестве дополнительной кристаллической фазы. Наиболее сложный дифракционный спектр наблюдался для наплавленного слоя ПГСР-4. В позиции “сверху” он включал четыре кристаллические фазы: (1) фазу Ni с ГЦК-структурой ($a = 0.3524$ нм), (2) Co_3MoC с ГЦК-структурой ($a = 1.109$ нм), (3) Fe_3MoC с ГЦК-структурой ($a = 1.1087$ нм) и (4) фазу Fe с примитивной кубической структурой ($a = 0.2853$ нм). Параметр кристаллической решетки для данной фазы Fe несколько меньше, чем для наплавленного бронзового слоя.

Исследования микроструктуры и состава по данным СЭМ и ДРС для всех слоев показали распределение базовых элементов по поверхности с выделением отдельных ярких областей в единицы микрон, что соответствует образованию микрокристаллов с повышенной концентрацией Fe , Co , Ni и Cr после лазерного наплавления и кристаллизации. При этом максимальная неоднородность в распределении микрокристаллов обнаружена в слое ПГСР-4.

Магнитные свойства наплавленных слоев исследовались путем измерения петель магнитного гистерезиса при двух температурах: 4 К и 300 К в магнитном поле от -40000 Э до $+40000$ Э, а также путем температурных (4–300 К) измерений намагниченности в магнитном поле 10000 Э (кривая остывания в магнитном поле – ОМП).

Магнитные петли гистерезиса для БС (рис. 1(а)) продемонстрировали слабые ферромагнитные свойства с малой величиной намагниченности насыщения (199 Э) при 300 К и малой величиной коэрцитивной силы (90 Э при 300 К (рис. 1(а), вставка).

Остаточная намагниченность в нулевом магнитном поле составила порядка 13.1 Э при 300 К. Уменьшение температуры до 4 К привело к увеличению намагниченности образца до 350 Э и остаточной намагниченности до 26 Э, но насыщение не наступило вплоть до 40000 Э. Кривая остывания в магнитном поле (ОМП-кривая, рис. 1(б)) при 10000 Э имеет два наклона и точку перегиба при температуре около 60 К, что соответствует двум температурам Кюри в БС: около 80 К и немного менее 300 К. Поскольку

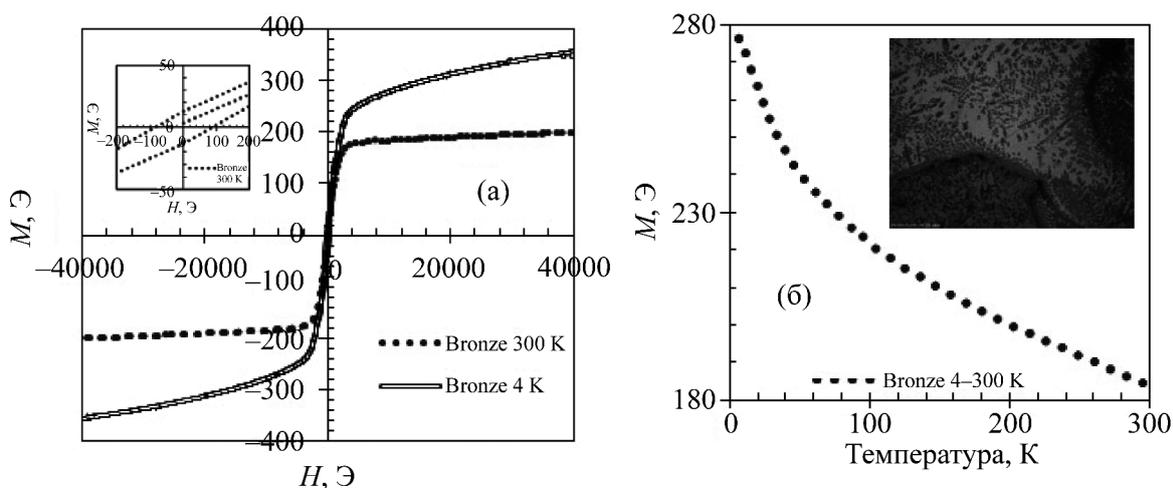


Рис. 1: (а) Петли магнитного гистерезиса (ПМГ) БС при температурах 4 и 300 К в магнитном поле, на вставке – ПМГ для БС при 300 К и малых магнитных полях (0–200 Э); (б) температурная зависимость намагниченности БС в магнитном поле $H = 10000$ Э, на вставке – изображение поперечного среза БС на подложке в металлографическом микроскопе (МГМ, единица масштаба 20 мкм; в верхней части изображения – БС).

насыщение намагниченности (199 Э при 300 К) наступает при малой величине по сравнению с жесткими ферромагнитными материалами (5000–20000 Э [4]), такое поведение типично для мягкого ферромагнитного материала с двумя типами магнитных доменов с различной температурой Кюри и величиной вектора намагниченности и коррелирует с данными ДРС и МГМ (рис. 1(б), вставка) по формированию в БС микрокристаллов различного состава и размера, соответственно. При комнатной температуре домены с температурой Кюри 80 К уже не вносят свой вклад в намагниченность БС и она определяется только намагниченностью доменов с температурой Кюри около 300 К.

Исследования магнитных свойств слоев IN625 и ПГСП-4 после лазерного наплавления показали другой характер намагничивания (рис. 2(а)) и другой тип ОМП-кривой (рис. 2(б)). Намагниченность насыщения с величинами 1587 и 2389 Э наблюдалась только при температуре 4 К с полем насыщения около 8000 Эрстед (рис. 2(а)). При комнатной температуре насыщение намагниченности не наступало вплоть до 40000 Эрстед. Для обоих слоев близкая к линейной зависимость намагниченности в магнитных полях до ± 200 Э (рис. 2(а), вставка) подтвердила существование малых доменов с парамагнитными свойствами и нулевой коэрцитивной силой, которые не вносят заметный вклад

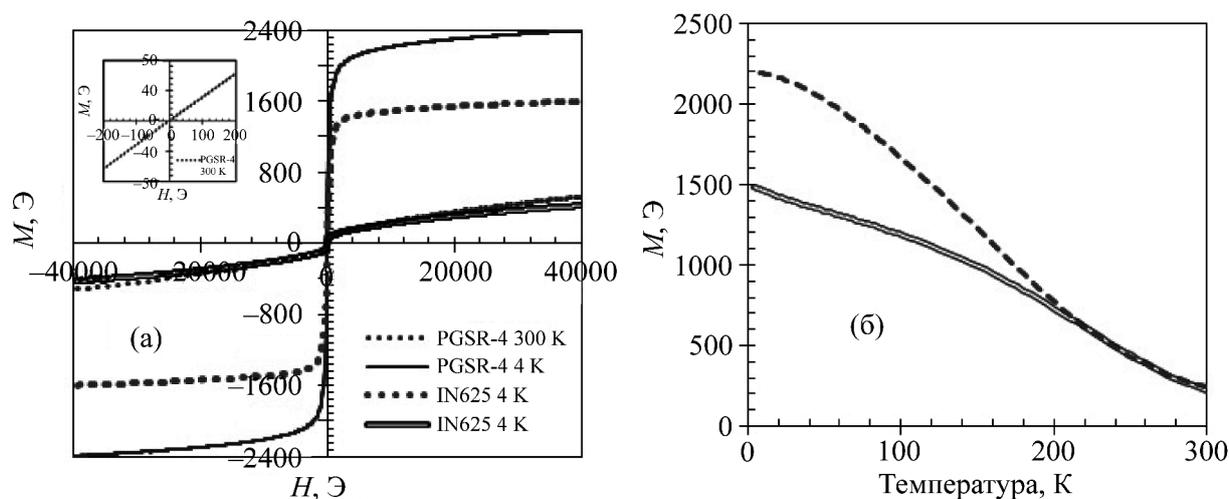


Рис. 2: (а) ПМГ слоев IN625 и ПГСР-4 при температурах 4 и 300 К в магнитном поле, на вставке – часть ПМГ слоя ПГСР-4 в области малых магнитных полей (0–200 Э) и при 300 К; (б) температурная зависимость намагниченности слоев IN625 и ПГСР-4 в магнитном поле $H = 10000$ Э.

в намагниченность сформированных слоев в магнитных полях до 1000 Э. При этом в составе сформированных слоев по данным ОМП-кривых (рис. 2(б)) существуют ферромагнитные домены одного типа с температурой Кюри около 260–270 К, которые определяют насыщение намагниченности 1587 и 2389 Э и малую коэрцитивную силу (25–35) Э при 4 К. В соответствии с данными РД для слоя IN625 ГЦК-фаза $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{Co}_{0.06}$ должна иметь мягкие ферромагнитные свойства, а дополнительная слабая ГЦК-фаза TiC должна иметь парамагнитные свойства (рис. 2(а), вставка). Аналогично для слоя ПГСР-4 по данным РД фаза никеля с ГЦК-решеткой должна проявлять мягкие ферромагнитные свойства, а микрокристаллы с фазой железа с простой кубической решеткой должны являться парамагнитными центрами.

В проведенном исследовании слоев толщиной до 1 мм, полученных методами лазерных технологий из микропорошков немагнитных сплавов, показано, что даже без встроенного внешнего магнитного поля быстрое затвердевание многокомпонентных расплавов (бронзы, инконели IN625 и сплава ПГСР-4) на немагнитных подложках приводит к формированию кристаллических фаз, обогащенными атомами Ni, Fe, Co и Mn, и обладающих выраженными ферромагнитными свойствами. Установлено, что в исследованных слоях после лазерного наплавления мягкие ферромагнитные свойства определяются вкладами одного или двух типов ферромагнитных доменов с малой коэрцитивной

силой, умеренной намагниченностью насыщения, малой остаточной намагниченностью и существованием вклада от парамагнитных областей. Полученные данные позволяют говорить о принципиальной возможности создания на немагнитных подложках локальных ферромагнитных зон из микропорошков сильных магнетиков на основе сплавов Sm-Co методом лазерных технологий с использованием внешних магнитных полей в области зоны сканирования лазерного пучка.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 15-12-00032).

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] *Handbook of laser Welding technologies*, S. Katayama (Ed.) (Kidlington, Elsevier Limited of the Boulevard, 2013).
- [2] S. Shiva, I. A. Palani, S. K. Mishra, et al., *Optics and Laser Technology* **69**, 44 (2015).
- [3] Y. N. Kulchin, N. G. Galkin, E. P. Subbotin, et al., *Solid State Phenomena* **245**, 230 (2016).
- [4] R. Scovski and J. M. D. Coey, *Permanent Magnets* (Institute of Physics, Bristol, 1999).

Поступила в редакцию 10 ноября 2015 г.