

01,05

XXI Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-21), Екатеринбург, 18–25 марта 2021 г.

Структура и магнитные свойства стали 09Г2С, полученной методом селективного лазерного сплавления

© А.П. Ничипурук, А.Н. Сташков[¶], Е.А. Щапова, Н.В. Казанцева, М.В. Макарова

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

[¶] E-mail: stashkov@imp.uran.ru

Поступила в Редакцию 8 июля 2021 г.

В окончательной редакции 13 июля 2021 г.

Принята к публикации 16 июля 2021 г.

Исследованы структура, магнитные и электрические свойства конструкционной стали 09Г2С, полученных методом селективного лазерного сплавления (3d-сталь) и литьем. Установлено, что после нормализации при 980°С в течение 30 минут 3d-сталь 09Г2С становится структурно похожа на литую сталь, при этом твердость уменьшается на 70% по сравнению с отожженной 3d-сталью. Поверхностные напряжения максимальны в 3d-стали после изготовления и трехчасового отжига. Нормализация позволяет существенно снизить уровень остаточных напряжений, что подтверждают результаты рентгеноструктурного анализа и магнитометрических измерений. Коэрцитивная сила и остаточная магнитная индукция нормализованной 3d-стали 09Г2С сопоставимы с аналогичными свойствами литой нормализованной стали 09Г2С, что свидетельствует о схожем структурном и напряженно-деформированном состояниях литой и 3d-сталей.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление, сталь 09Г2С, структура, остаточные напряжения, магнитные свойства.

DOI: 10.21883/FTT.2021.11.51567.25s

1. Введение

Селективное лазерное сплавление (СЛС) является одной из технологий 3D-печати металлов и используется для получения готовых деталей сложной формы [1,2]. Технология СЛС используется для получения готовых деталей сложной формы и не предполагает или сводит к минимуму дальнейшую механическую обработку. Исходным сырьем в методе СЛС является металлический порошок необходимого химического состава. Для получения качественного изделия порошок должен иметь сферическую форму с низкой степенью дефектности [3,4], а разброс диаметра порошинок должен лежать в строго заданном диапазоне (обычно несколько десятков микрометров). Специфика процесса изготовления деталей в методе СЛС приводит к тому, что готовые 3D-изделия приобретают особые свойства, отличные от свойств изделий с тем же химическим составом, но изготовленных литьем или прокаткой, т. е. с применением „традиционных“ технологий изготовления. Другими словами, в результате 3D-печати получается материал с уникальной структурой и физическими свойствами. В настоящее время существует большое количество работ, посвященных исследованию структуры и механических свойств 3D-сплавов [5–9]. С каждым годом номенклатура образцов сталей, изготавливаемых с помощью аддитивных технологий, расширяется, в том

числе большой интерес проявляется к 3D-образцам сталей российских марок. Особенностью метода СЛС является то, что изготавливаемые металлические изделия имеют ярко выраженную анизотропию свойств. В процессе изготовления детали происходит расплавление небольшого количества порошка движущимся лучом лазера, при этом возникает большой температурный градиент между зонами с расплавленным и остывшим металлом, при этом охлаждение расплавленного участка окружающим порошком и остывшим металлом происходит неравномерно. Процесс последовательного плавления различных участков изготавливаемой детали и послойное добавление исходного порошка в методе СЛС способствует возникновению неравновесного состояния в материале с высоким уровнем остаточных механических напряжений [10–12]. Эти напряжения приводят к короблению и разрушению готовых металлических изделий. Например, в статье [11] приводится обзор работ по моделированию термомеханических процессов, происходящих при изготовлении деталей методом СЛС. Перечисляется ряд факторов, приводящих к появлению остаточных механических напряжений. Однако снижение уровня остаточных упругих напряжений после 3D-печати остается все еще нерешенной проблемой. Обычно для снятия остаточных упругих напряжений в металлах используют различные термические обработки, однако, как показывает практика, режимы и виды тер-

мообработки должны подбираться индивидуально для каждой марки стали. Для аттестации готовых деталей из стали 09Г2С целесообразно применять магнитные неразрушающие методы исследования, параметры которых чувствительны к структурным и фазовым изменениям, а также к механическим напряжениям в исследуемых ферромагнитных сталях [13–15]. В работах [16–18] была показана возможность оценки уровня остаточных механических напряжений в пластически деформированных растяжением низкоуглеродистых сталях с применением магнитных характеристик. В работах [19–21] на основе модели Прейзаха для ферромагнетиков с кубической симметрией был разделен вклад от 90- и 180-градусных доменных границ в процессы перемагничивания ферромагнитных сталей, и предложен параметр, чувствительный к уровню механических напряжений. Для определения механических напряжений на поверхности исследуемых деталей зачастую применяются рентгеновские методы или методы наноиндентирования [22,23]. Современные рентгеновские аппараты способны определять уровень макронапряжений на поверхности деталей с помощью безэталонных методик.

Целью настоящей работы было экспериментальное изучение структуры, магнитных и электрических свойств, а также оценка остаточных упругих напряжений в образцах из стали 09Г2С, полученных методом лазерной 3D-печати, и их литых аналогов после различных термообработок.

2. Образцы и методика измерений

В качестве эталонных образцов использовали литые образцы из конструкционной низколегированной стали 09Г2С (0.1%С; 1.5%Mn; < 1%Si) заводского производства. Образцы из 3D-стали были изготовлены из исходного порошка стали 09Г2С российского производства с помощью 3D-принтера EOSINT 280M в атмосфере азота. Размеры фракции исходного порошка составляли от 10 до 45 μm . Мощность лазера — 200 W. Диаметр пятна лазера — 50 μm . Платформу для построения образцов подогревали до 100°C. Для снятия внутренних напряжений изготовленные образцы отжигали вместе с подложкой при температуре 350°C в течение 1 и 3 h. После отжига образцы отрезали от подложки на электроэрозионном станке при комнатной температуре. Часть образцов была подвергнута нормализующему отжигу при 980°C в течение 30 минут с последующим охлаждением на воздухе. После термообработки образцы шлифовали с малой подачей шлифовального круга и водяным охлаждением. Размер образцов для магнитных исследований составил 4 × 9 × 120 mm. Измерения петель магнитного гистерезиса проводили в пермеамetre с помощью измерительного комплекса REMAGRAPH C-500 производства фирмы Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH, Германия. Погрешности измерения напряженности магнитного поля и индукции составляли $\pm 1\%$. Петли магнитного гистерезиса

дифференцировали и получали полевые зависимости дифференциальной магнитной восприимчивости. Путем аппроксимации экспериментальных кривых с привлечением модели, подробно описанной в работе [19] получали значения поля наведенной магнитной анизотропии.

Измерения удельного электросопротивления проводили с помощью четырехпроводной схемы с погрешностью $\pm 1\%$. Оценка плотности образцов в исходном состоянии была выполнена по методу Архимеда. Исследования микроструктуры были выполнены с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) QUANTA-200, оборудованного энерго-дисперсионным спектрометром для элементного анализа EDAX. Механические свойства при наноиндентировании (микротвердость и модуль упругости) были измерены в центре коллективного пользования (ЦКП) ИФМ УрО РАН при комнатной температуре с помощью установки NanoTest, при нагрузке 50 mN и времени приложения нагрузки 20 s. Расчет упругих модулей был выполнен по методу Оливера и Парра [24]. Поверхностные остаточные упругие напряжения были рассчитаны с помощью наноиндентирования по следующей формуле [25]:

$$\sigma_1 - \sigma_2 = H_{ID0} - H_{IDi}, \quad (1)$$

где H_{ID0} — нанотвердость эталона, H_{IDi} — нанотвердость измеряемого образца. В качестве эталона был выбран литой образец после нормализации.

3. Результаты и обсуждение

Результаты химического анализа исходного порошка и 3D-образцов из стали 09Г2С, проведенного с помощью сканирующей электронной микроскопии, приведены в табл. 1. Химический состав определялся по 10 измерениям, результат усреднялся. Из табл. 1 следует, что химический состав порошка и 3D-образца близок к справочному химическому составу стали марки 09Г2С. Микроструктура порошка приведена на рис. 1. Из рис. 1 видно, что порошинки имеют правильную округлую

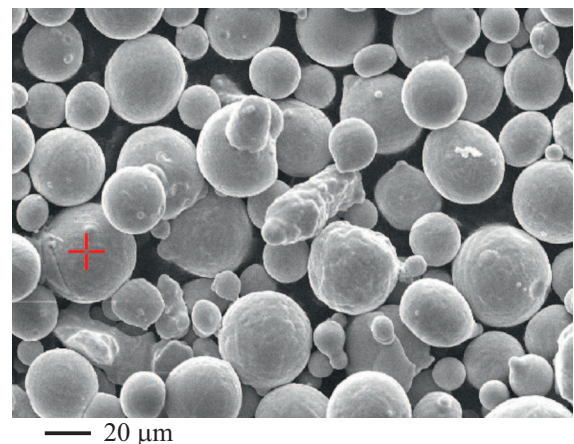
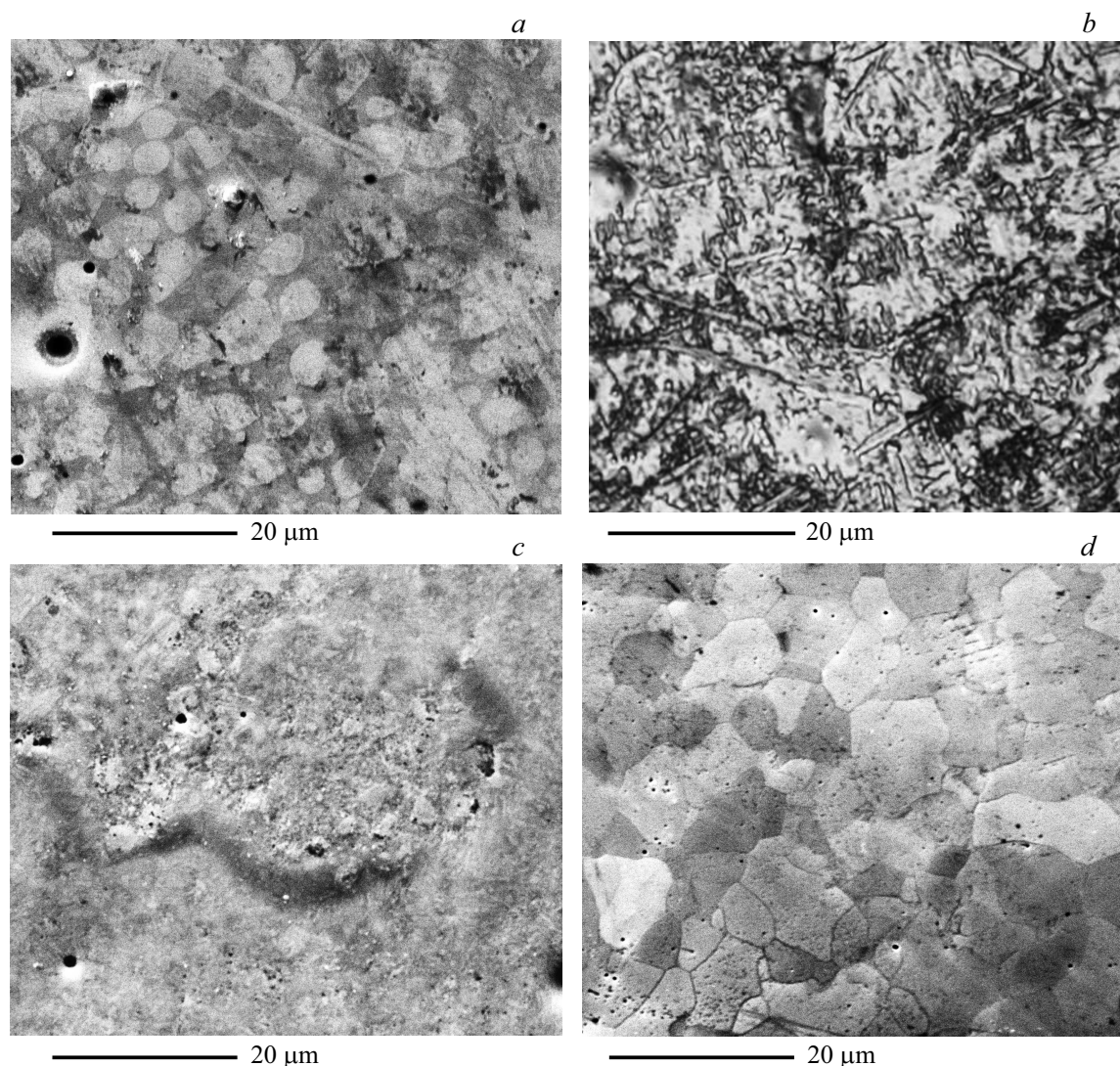


Рис. 1. Микроструктура исходного порошка стали 09Г2С.

Таблица 1. Средний химический состав исходного порошка и 3D-образцов из стали 09Г2С по результатам СЭМ (mass %)

Образец	C	As	O	Si	P	S	Cr	Mn	Ni	Cu	Fe
Порошок	0.15	0.55	0.25	0.79	0.21	0.36	0.39	1.75	0.42	0.44	Осн.
3D-образец	0.24	0.18	0.30	1.05	0.53	0.55	0.58	1.84	0.69	0.55	Осн.

**Рис. 2.** Микроструктура образцов стали 09Г2С: *a* — литая сталь, *b* — литая сталь после нормализации, *c* — 3D-сталь после отжига, *d* — 3D-сталь после отжига и нормализации.

форму, внутри порошинок можно видеть дендритную структуру. Размер порошинок составлял 10–40 μm , что соответствовало требованиям, предъявляемым изготовителем 3D-принтера к порошку.

Плотность, определенная методом Архимеда, составила 7.83 g/cm^3 (99.7%) для литого образца, что близко к справочным данным (7.85 g/cm^3). Для 3D-образца в отожженном состоянии плотность составила 7.73 g/cm^3 (98.5%).

На рис. 2 представлены микроструктуры литого и 3D-образцов после отжига и нормализации. В литом

образце стали 09Г2С до термообработки (рис. 2, *a*) присутствует большое количество усадочных пор, структура ячеисто-дендритная. Размер пор до 30–40 μm .

После нормализации литого образца (980°C, 30 минут) ячеисто-дендритная структура становится более выраженной (рис. 2, *b*). Поры после нормализации сохраняются. Размер зерен 40 μm .

В 3D-образце после отжига (рис. 2, *c*) также присутствуют поры, однако их размер значительно меньше, чем в литом. Поры имеют округлую форму, размер составляет несколько микрометров (1–2 μm). Структура

Таблица 2. Результаты наноиндентирования

Образцы	Литые	Литые нормализованные (эталон)	3D-, отжиг	3D-, отжиг + нормализация
Нанотвердость, GPa	2.04	2.06	3.34	1.94
Упругие модули E , GPa	199	212	216	195
Поверхностные напряжения $H_{ID0} - H_{IDi}$ МПа	20	—	-128	12

Таблица 3. Магнитные и электрические свойства литой и 3D-стали 09Г2С

Обработка	H_c , A/cm	B_r , Т	B_m , Т	μ_{max}	ρ , $\mu\Omega \cdot cm$
3D-сталь, отжиг 1 час	9.9	1.24	2.1	558	28.4
3D-сталь, отжиг 3 часа	10.2	1.24	2.09	548	28
3D-сталь, отжиг 3 часа + нормализация	4.0	0.93	2.13	998	27.3
Литая сталь	2.4	0.87	2.13	1420	18.3
Литая сталь + нормализация	3.4	1.07	2.12	1260	18.7

3D-образцов после отжига также ячеисто-дендритная, но более однородная, чем литом образце. После нормализации 3D-образца в структуре можно видеть зерна округлой формы, размер зерен $10\mu m$ (рис. 2, *d*). Структура становится однородной, но поры также сохраняются.

Результаты наноиндентирования представлены в табл. 2. При определении поверхностных напряжений за эталон принимали литой образец стали 09Г2С после нормализации. Из табл. 2 видно, что твердость литых образцов практически не изменяется после проведения нормализации и она более чем в 1.5 раза меньше твердости 3D-образцов. После нормализации твердость 3D-образцов резко уменьшается и становится сопоставима с твердостью литых образцов. Модули упругости находятся в пределах ошибки измерения для литой и 3D-стали и близки к справочным значениям для этой стали (220 GPa). Расчет поверхностных напряжений по изменению нанотвердости полированных образцов показал, что самые большие поверхностные напряжения наблюдались в 3D-образце до нормализации (-128 МПа). После проведения процедуры нормализации напряжения резко уменьшаются (табл. 2).

Магнитные и электрические свойства исследованных образцов представлены в табл. 3. Как видно из табл. 3, коэрцитивная сила в 3D-образцах, после изготовления методом СЛС и отжига при $350^\circ C$, более чем в 4 раза превышает коэрцитивную силу их литых аналогов. Остаточная индукция 3D-образцов больше на 40%, а максимальная магнитная проницаемость меньше почти в 3 раза по сравнению с аналогичными свойствами литых образцов стали 09Г2С. Длительность отжига (1 и 3 часов) мало влияет на изменение магнитных и электрических свойств 3D-образцов. Нормализация образцов 3D-стали ($980^\circ C$, 30 минут) снижает величины коэрцитивной силы и остаточной индукции до уровня свойств литой стали, что может свидетельствовать о

снижении уровня внутренних упругих напряжений и разупрочнения образцов стали. Удельное электросопротивление 3D-образцов стали в 1.5 раза больше удельного электросопротивления литых образцов. Учитывая, что фазовый состав сталей практически идентичен, такой эффект может быть связан с пористостью (количеством или размерами пор) и размером зерна, который существенно меньше у 3D-образцов, что подтверждается результатами микроструктурных исследований.

Петли магнитного гистерезиса, измеренные на магнитометрической установке Remagraph C-500, были продифференцированы. Полученные кривые представлены на рис. 3 для образцов до и после нормализации. По форме все полученные кривые похожи, единственный максимум наблюдается в районе коэрцитивной силы. Ни-

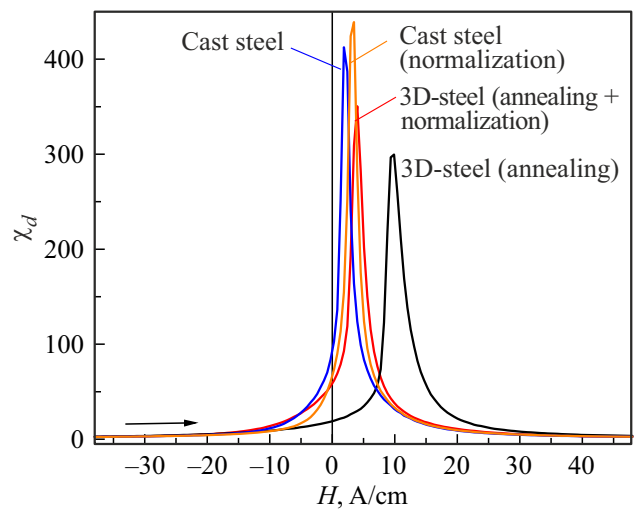
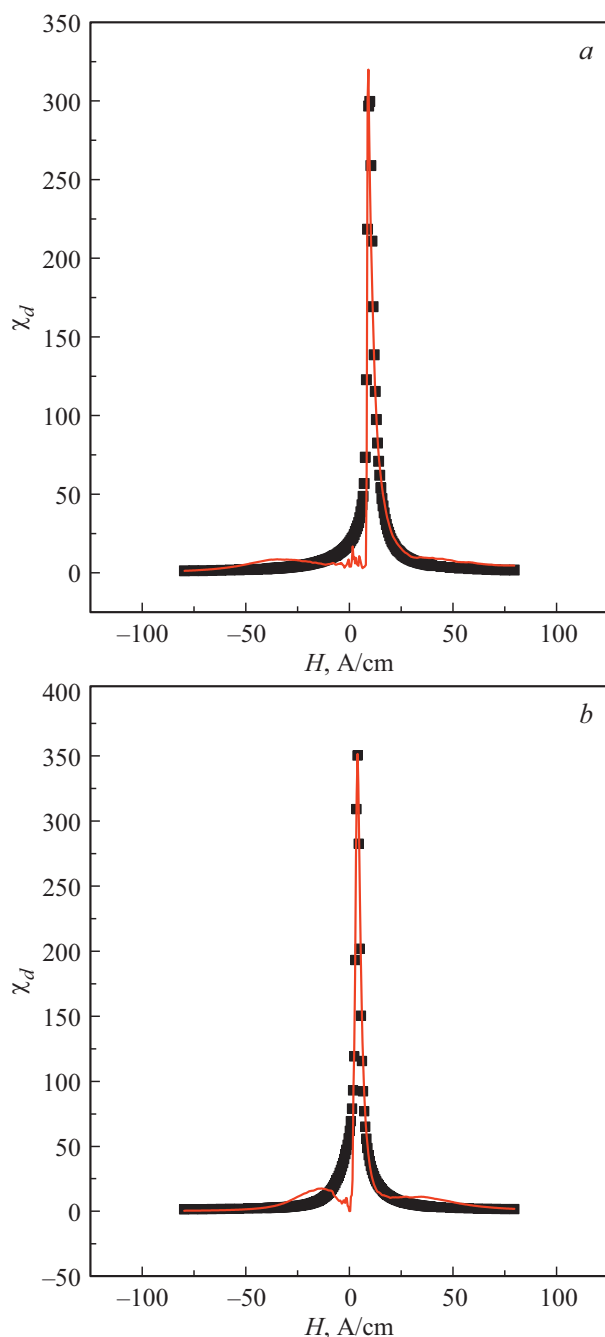


Рис. 3. Зависимости дифференциальной магнитной восприимчивости образцов стали 09Г2С от перемагничивающего поля. Стрелкой показано направление перемагничивания.

Таблица 4. Критические поля смещения 90- и 180-градусных доменных границ и поле наведенной магнитной анизотропии литой и 3D-стали 09Г2С

Обработка	H_{180} , A/cm	H_{90} , A/cm	H_a , A/cm
3D-сталь, отжиг 3 часа	10.5	64	47
3D-сталь, отжиг 3 часа + нормализация	4	35	25
Литая сталь	2	15	10.5
Литая сталь 09Г2С, нормализация	3.1	20	16.5

**Рис. 4.** Зависимости расчетных и экспериментальных дифференциальных восприимчивостей от перемагничивающего поля: *a* — 3D-образец после отжига, *b* — 3D-образец после отжига и нормализации. Перемагничивание от $-H_{\max}$ до $+H_{\max}$. Линии — расчет, точки — эксперимент.

каких перегибов и дополнительных пиков на кривых нет, что свидетельствует об отсутствии остаточных сжимающих макронапряжений в направлении перемагничивания образцов [16].

Полученные на рис. 3 зависимости были аппроксимированы в рамках модели магнитного гистерезиса, опубликованной в [19]. Данная модель может применяться для ферромагнетиков, обладающих кубической симметрией с тремя легкими магнитными осями. Направления осей в поликристалле распределены хаотично. В модели принимается во внимание наличие двух типов доменных границ (90-градусных и 180-градусных) с существенно различными „критическими“ полями, в которых происходит их необратимое смещение. Учитывается поле наведенной магнитной анизотропии, что крайне важно для магнитного структурного анализа, поскольку именно это поле создается различными структурными неоднородностями (внутренние напряжения, анизотропия формы кристаллов, немагнитные и слабомагнитные включения, границы зерен).

На рис. 4 показаны зависимости экспериментальной и расчетной дифференциальной магнитной восприимчивости от перемагничивающего поля для 3D-образцов после отжига и последующей нормализации.

Аналогичные кривые $\chi_d(H)$ были получены для литого состояния стали 09Г2С до и после нормализации. Модель [19] позволяет из экспериментальных кривых $\chi_d(H)$ после аппроксимации получить следующие параметры: критические поля смещения 90-градусных (H_{90}) и 180-градусных (H_{180}) доменных границ и поле наведенной магнитной анизотропии (H_a). Результаты расчета магнитных параметров представлены в табл. 4.

Из табл. 4 можно видеть, что наибольшее поле наведенной магнитной анизотропии $H_a = 47$ A/cm наблюдается в 3D-образце после трехчасового отжига, что является критерием наличия в этом образце наибольших остаточных макронапряжений. Нормализация приводит к уменьшению H_a в 1.9 раза, таким образом и уровень остаточных макронапряжений снижается. Наименьшее поле наведенной магнитной анизотропии 10 A/cm обнаружено в литом образце. По полю наведенной магнитной анизотропии оценили остаточные упругие напряжения в объеме образца: для отожженной 3D-образца они составили 284 МПа, для отожженного и нормализованного 3D-образца — 196 МПа, для литой образца до и после нормализации — 82 МПа и 130 МПа, соответственно.

Результаты определения поверхностных макронапряжений в образцах из стали 09Г2С рентгеновским мето-

дом несколько отличаются от результатов, полученных по магнитным параметрам: 362 МПа для отожженной 3D-стали, 147 МПа для отожженной и нормализованной 3D-стали, 209 МПа для литой и 121 МПа для литой нормализованной стали. Хотя численно значения отличаются от тех, что были получены с помощью магнитной методики, максимальные напряжения также оказались в отожженной 3D-стали, а после нормализации они значительно уменьшились.

4. Заключение

1. По данным микроскопических исследований установлено, что структура образцов стали 09Г2С после изготовления методом селективного лазерного сплавления и последующего отжига в течение 3 h при температуре 350°C является ячеисто-дендритной с небольшим количеством пор. Нормализация 3D-образцов при 980°C в течение 30 минут приводит к появлению зеренной структуры (размер зерен 10–30 μm).

2. По результатам наноиндентирования было установлено, что нормализация 3D-образцов стали 09Г2С приводит к ее разупрочнению: твердость уменьшается на 70%. Поверхностные напряжения максимальны в 3D-образце после изготовления и трехчасового отжига. Высокий уровень остаточных напряжений в 3D-образце кардинально отличает ее от литого аналога. Нормализация позволяет снять напряжения, что подтверждают результаты рентгеноструктурного анализа, магнитометрических измерений и измерения на нанотвердомере.

3. Предельные петли магнитного гистерезиса 3D- и литого образцов стали 09Г2С кардинально различаются. Коэрцитивная сила и остаточная магнитная индукция 3D-образца стали 09Г2С после нормализации сравнимы с аналогичными свойствами литого нормализованного состояния стали 09Г2С, что свидетельствует о схожем структурном и напряженно-деформированном состояниях литого и 3D-образцов сталей.

4. Согласно данным рентгенографических и магнитометрических исследований, стандартный режим нормализации для образцов стали 09Г2С способствует снижению остаточных упругих напряжений в образцах стали 09Г2С, полученных с помощью селективного лазерного сплавления, и слабо влияет на внутреннюю пористость.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема „Диагностика“, № АААА-А18-118020690196-3) при финансовой поддержке РФФИ (проект № 20-58-00015 Бел_а).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] C.Y. Yap, C.K. Chua, Z.L. Dong, Z.H. Liu, D.Q. Zhang, L.E. Loh, S.L. Sing. *Appl. Phys. Rev.* **2**, 4, 041101 (2015).
- [2] J. Gunasekaran, P. Sevvell, J. Solomon. *Mater. Today: Proc.* **37**, 252 (2021).
- [3] E.O. Olakanmi. *J. Mater. Proc. Technology* **213**, 1387 (2013).
- [4] J. Zhang, D. Gu, Y. Yang, H. Zhang, H. Chen, D. Dai, K. Lin. *Engineering* **5**, 736 (2019).
- [5] Zh. Zhu, W. Li, Q. Bau Nguyen, X. An, W. Lu, Zh. Li, Fern Lan Ng, Sh. Mui Ling Nai, J. Wei. *Addit. Manuf.* **35**, 101300 (2020).
- [6] X.D. Nong, X.L. Zhou. *Mater. Charact.* **174**, 111012 (2021).
- [7] Qi Shi, F. Qin, K. Li, X. Liu, Ge Zhou. *Mater. Sci. Eng. A* **819**, 141035 (2021).
- [8] P. Peng, K. Wang, W. Wang, P. Han, T. Zhang, Q. Liu, Sh. Zhang, H. Wang, Ke Qiao, J. Liu. *Mater. Charact.* **163**, 110283 (2020).
- [9] M. Ghayoor, K. Lee, Y. He, Chih-hung Chang, B.K. Paul, S. Pasebani. *Addit. Manuf.* **32**, 101011 (2020).
- [10] S. Waqar, K. Guo, J. Sun. *J. Manuf. Process.* **66**, 81 (2021).
- [11] Ze-Chen Fang, Zhi-Lin Wu, Chen-Guang Huang, Chen-Wu Wu. *Opt. Laser Technol.* **129**, 106283 (2020).
- [12] F. Schmeiser, E. Krohmer, N. Schell, E. Uhlmann, W. Reimers. *Addit. Manuf.* **32**, 101028 (2020).
- [13] В.В. Клюев, В.Ф. Мужичкий, Э.С. Горкунов, В.Е. Щербинин. *Неразрушающий контроль. Магнитные методы контроля*. Кн. 1. М. (2006). Т. 6. 375 с.
- [14] В.Ф. Новиков, В.А. Захаров, А.И. Ульянов, С.В. Сорокина, М.Е. Кудряшов. *Дефектоскопия* **7**, 59 (2010).
- [15] В.Г. Кулеев, Т.П. Царькова. *Физика металлов и металловедение* **104**, 5, 479 (2007).
- [16] A.N. Stashkov, E.A. Schapova, A.P. Nichipuruk, A.V. Korolev. *NDT & E International* **118**, 102398 (2021).
- [17] A.N. Stashkov, A.P. Nichipuruk, V.G. Kuleev, E.A. Schapova. *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1389**, 012032 (2019).
- [18] A.P. Nichipuruk, A.N. Stashkov, V.G. Kuleev, E.A. Schapova, A.A. Osipov. *Russ. J. Nondestr. Test.* **11**, 772 (2017).
- [19] E.V. Rozenfel'd, A.P. Nichipuruk. *Phys. Met. Metallogr.* **84**, 6, 587 (1997).
- [20] A.P. Nichipuruk, E.V. Rozenfel'd. *Phys. Met. Metallogr.* **84**, 6, 616 (1997).
- [21] E.V. Rozenfel'd, A.P. Nichipuruk. *Phys. Met. Metallogr.* **82**, 1, 34 (1996).
- [22] Paul S. Prevey. *X-ray Diffraction Residual Stress Techniques, Metals Handbook*. 10. Metals Park: American Society for Metals, **380** (1986).
- [23] T. Simson, A. Emmel, A. Dwars, J. Böhm. *Addit. Manuf.* **17**, 183 (2017).
- [24] W.C. Oliver, G.M. Pharr. *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992).
- [25] ГОСТ РФ № 57172-2016 Определение поверхностных остаточных напряжений методом наноиндентирования. Стандартинформ, М. (2016).

Редактор Ю.Э. Кутаев