

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ ИМЕНИ М.Н.МИХЕЕВА
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

МИЛЮТИН Василий Александрович

**ВЛИЯНИЕ СИЛЬНОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА ЭВОЛЮЦИЮ СТРУКТУРЫ И
КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ В ПРОЦЕССЕ ОТЖИГА
ДЕФОРМИРОВАННЫХ И АМОРФНЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
СПЛАВОВ**

01.04.07 – физика конденсированного состояния

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени кандидата

физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук,

Гервасьева Ирина Владимировна

Екатеринбург – 2017

Оглавление

Введение.....	4
1 Литературный обзор	9
1.1 Сильное магнитное поле и установки для его создания	9
1.2 Фазовые превращения в сталях и сплавах в присутствии сильного магнитного поля	11
1.2.1 Мартенситное превращение в сильном магнитном поле	12
1.2.2 Диффузионные фазовые превращения в сталях и сплавах в условиях сильного постоянного магнитного поля.....	15
1.2.3 Кристаллизация из аморфного состояния в магнитном поле	18
1.2.4 Структурные и фазовые превращения в сильном постоянном магнитном поле в магнитонеупорядоченных материалах.....	22
1.3 Влияние постоянного магнитного поля на структурные превращения в ферромагнитных сплавах.....	25
1.3.1 Термически активируемые процессы, происходящие при отжиге деформированных металлов и сплавов.....	25
1.3.2 Процессы, протекающие при отжиге деформированных сплавов в сильном постоянном магнитном поле	36
1.3.3 Диффузия в постоянном магнитном поле. Диффузионная магнитная аномалия	44
1.4 Выводы из литературного обзора и постановка задач исследования	48
2 Выбор материалов и методика исследований	50
2.1 Выбор материалов и приготовление образцов	50
2.2 Отжиг в сильном магнитном поле	61
2.3 Структурные исследования.....	62
2.3.1 Дифракция обратно рассеянных электронов.....	62
2.3.2 Просвечивающая электронная микроскопия	69
2.3.3 Металлографические исследования	69
2.3.4 Определение среднего размера зерна.....	69
2.3.5 Рентгенографические исследования.....	70
2.3.5.1 Определение кристаллографической текстуры с помощью полюсных фигур и трехмерного анализа функций распределения ориентаций.....	70
2.3.5.2 Анализ рентгеновских дифрактограмм образцов, кристаллизованных из аморфного состояния	72
2.4 Определение свойств	72

2.4.1	Магнитные измерения	72
2.4.2	Измерение микротвёрдости.....	73
2.4.3	Определение коэффициента температурного линейного расширения.....	73
3	Кристаллизация сплавов $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ из аморфного состояния в сильном магнитном поле	74
3.1	Кристаллизация аморфного сплава $Fe_{81}Si_7B_{12}$ в сильном магнитном поле.....	74
3.2	Кристаллизация аморфного сплава $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ в сильном магнитном поле.....	82
3.3	Выводы по главе.....	87
4	Влияние сильного постоянного магнитного поля на процессы возврата и ранних стадий рекристаллизации в сплавах Fe-1,5%Si, Fe-3%Si и Fe-50%Ni.....	88
4.1	Процессы разупрочнения в магнитном поле.....	88
4.2	Изменение структуры первичной рекристаллизации после отжига в магнитном поле.....	96
4.3	Выводы по главе.....	100
5	Влияние сильного магнитного поля на формирование кристаллографической текстуры в сплавах Fe-1,5(3)%Si, Fe-50%Ni и Ni-30%Co.....	101
5.1	Изменение текстуры в процессе магнитного отжига в ОЦК сплавах Fe-Si.....	101
5.1.1	Влияние отжига в сильном магнитном поле на формирование текстуры в прокатанных поликристаллических листах Fe-1,5%Si и Fe-3%Si.....	101
5.1.2	Рост кубической ориентировки в прокатанном монокристалле Fe-3%Si в процессе рекристаллизации в магнитном поле	107
5.2	Формирование текстуры при рекристаллизации в ГЦК сплавах на основе никеля с разным направлением легкого намагничивания после отжигов в магнитном поле ниже.....	110
	точки Кюри	110
5.2.1	Дорекристаллизационный отжиг холоднокатаной ленты Fe-50%Ni с направлением легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$	110
5.2.2	Рекристаллизационный магнитный отжиг холоднокатаной ленты Ni-30%Co с направлением легкого намагничивания $\langle 111 \rangle$	115
5.3	Возможные причины влияния сильного магнитного поля на формирование структуры и кристаллографической текстуры в ферромагнитных сплавах.....	119
5.4	Выводы по главе.....	123
	Общие выводы.....	124
	Благодарности.....	126
	Литература	127

Введение

Актуальность темы исследования

Предметом исследования выбраны широко известные магнитомягкие материалы, которые используются в качестве магнитопроводов в электротехнических устройствах. Это, в частности, электротехническая сталь – ОЦК сплав железа с кремнием, ГЦК сплавы никеля с железом и кобальтом. Другой группой материалов являются тонкие ленты аморфных сплавов на основе Fe-Si-B, полученных закалкой на барабан. Первая группа материалов представляет собой однофазные сплавы, способом изготовления которых является холодная прокатка и последующий рекристаллизационный отжиг. При прокатке формируется кристаллографическая текстура, которая преобразуется в результате процессов рекристаллизации на последующих стадиях технологического передела. Для создания оптимальной структуры и текстуры, которые определяют эксплуатационные свойства металлов и сплавов, обычно используется варьирование условий холодной прокатки и температурных режимов отжига. Известно, что приложение магнитного поля при отжиге может влиять на протекание фазовых и структурных превращений, например, широко известны работы по мартенситному превращению. Однако энергия магнитного поля по сравнению с тепловой невелика, и для заметного влияния на структуру необходимы сильные магнитные поля. Для диффузионно зависимых структурных превращений, которыми являются возврат и рекристаллизация и кристаллизация из аморфного состояния, это должны быть еще и постоянные магнитные поля. Первые установки для создания сильных постоянных магнитных полей величиной несколько десятков Тесла появились только в конце 90-х годов прошлого века. Они представляли собой безгелиевые, т.н. «биттеровские», магниты, внутри которых было возможно осуществлять нагрев образцов до высоких температур. До настоящего времени в мире существует ограниченное количество научных центров с такими устройствами и поэтому количество научных работ по изучению влияния сильного магнитного поля на структуру материалов невелико.

Использование технически важных материалов для изучения воздействия на них сильного магнитного поля, не применяемого ранее, делает проведенные в работе исследования важными и актуальными для создания перспективных материалов с улучшенными свойствами.

Получение экспериментальных данных о влиянии магнитного поля важно не только для изучения возможностей совершенствования свойств металлов и сплавов, но и для понимания причин такого влияния, создания теории воздействия магнитного поля на материал в процессе структурных превращений при нагреве.

Вопросы формирования текстуры при рекристаллизации, выяснение роли ориентированного зарождения и ориентированного роста зерен в этом процессе в условиях появления новой движущей или тормозящей силы при наложении сильного магнитного поля до сих пор не имеют однозначного решения. Учитывая отсутствие в настоящее время ясных представлений об этих закономерностях и недостаток экспериментального материала, проведение систематических исследований по обозначенной в диссертационной работе теме является актуальным.

Цель работы состояла в изучении закономерностей формирования структуры и кристаллографической текстуры при отжиге в сильном магнитном поле деформированных сплавов на основе железа и никеля с ОЦК и ГЦК решеткой, а также аморфных лент. Для достижения поставленной цели в работе решались следующие задачи:

- 1) Изучить исходную структуру и кристаллографическую текстуру выбранных для исследований материалов. На основании литературных данных или собственных исследований определить температурную область протекания структурных превращений при нагреве, температуру Кюри и направление легкого намагничивания в выбранных сплавах;
- 2) Изучить особенности процесса кристаллизации аморфных лент на основе Fe-Si-B в сильном магнитном поле в сплавах с нанокристаллизующими элементами и без таких элементов;
- 3) Исследовать процессы, происходящие при отжиге в сильном магнитном поле при температурах ниже точки Кюри и ниже температуры первичной рекристаллизации в деформированных лентах сплавов Fe-1,5 и 3%Si, Fe-50%Ni;
- 4) Изучить закономерности формирования текстуры на разных стадиях превращения при нагреве, включающих в себя обработку в сильном постоянном магнитном поле, в сплавах Fe-1,5 и 3%Si; Fe-50%Ni и Ni-30%Co.

Научная новизна работы Предпринятое исследование помогает ответить на фундаментальные вопросы, связанные с влиянием сильного постоянного магнитного поля на процессы возврата и рекристаллизации в деформированных ферромагнитных сплавах и кристаллизации в аморфных сплавах. В монографиях по рекристаллизации металлов и сплавов энергия магнитного поля только упоминается как одна из возможных движущих сил рекристаллизации, однако не раскрывается, в чем состоит ее роль. Настоящая работа, по крайней мере, частично, восполняет этот пробел.

В работе впервые показано, что сильное постоянное магнитное поле задерживает процессы возврата при отжиге деформированных ферромагнитных сплавов.

Впервые установлено, что в материале с направлением легкого намагничивания, совпадающим с направлением традиционно формирующейся текстуры рекристаллизации, приложение внешнего поля усиливает ее остроту и увеличивает средний размер зерна. Если направление легкого намагничивания не совпадает с направлением основной компоненты традиционной текстуры, то ее интенсивность падает, а средний размер зерна уменьшается.

Научная и практическая значимость диссертации определяется тем, что в качестве материала исследования взяты магнитомягкие сплавы, широко применяемые в промышленности. Показано, что в сплаве Fe-50%Ni, который обладает кубической текстурой рекристаллизации и может использоваться для магнитопроводов в электротехнических устройствах, приложение сильного магнитного поля в процессе отжига позволяет получить острую кубическую текстуру при более низких температурах по сравнению с традиционной обработкой. Данные, полученные в работе, вносят вклад в развитие существующих представлений о воздействии сильного магнитного поля на процессы структурных превращений в ферромагнитных сплавах, таких как возврат, рекристаллизация и кристаллизация из аморфного состояния.

Основные результаты, представленные в диссертационной работе выполнялись в рамках программы РАН (шифр “Магнит”, номер государственной регистрации 01201463328), а также проектов УрО РАН (№15-9-2-33) и РФФИ №(14-02-31143-мол_a).

Методология и методы исследования

Основным методом изучения структуры и кристаллографической текстуры исследуемых материалов в данной работе являлась дифракция обратно рассеянных электронов. В качестве дополнительных методов структурных исследований использовалась просвечивающая электронная микроскопия, рентгеноструктурный анализ, а так же оптическая микроскопия. Температурные интервалы протекания структурных превращений при нагреве определяли путем анализа коэффициента температурного линейного расширения на кварцевом dilatометре. Магнитные свойства изучались с помощью вибрационного магнитометра. Измерения микротвердости исследуемых образцов проводили на микротвердомере.

Положения, выносимые на защиту:

1. Кристаллизующий отжиг в магнитном поле 29 Тл приводит к существенно более крупному зерну в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ по сравнению с отжигом без поля. В сплаве после кристаллизации в магнитном поле, напротив наблюдается увеличение доли мелких зерен $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$

2. Магнитное поле, прикладываемое в ходе отжига холоднокатаных лент из ферромагнитных сплавов Fe-1,5(3) %Si и Fe-50%Ni при температурах ниже температуры начала рекристаллизации замедляет скорость протекания процессов возврата;

3. Отжиг в магнитном поле ниже точки Кюри способствует формированию тех текстурных компонент, в которых направление легкого намагничивания совпадает с направлением внешнего магнитного поля. В материале, в котором направление легкого намагничивания не совпадает с традиционно формирующейся в нём текстурой, приложение внешнего магнитного поля уменьшает ее остроту. Причиной этого является зависимость магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем.

4. Вклад магнитного поля в образование и рост зерен определенной ориентировки приводит к повышению среднего размера зерен с направлением легкого намагничивания, направленного вдоль поля, и уменьшению среднего размера зерен, в которых направление легкого намагничивания не совпадает с внешним полем.

Степень достоверности результатов

Результаты диссертационной работы получены с помощью современных методик исследования. Достоверность полученных экспериментальных данных подтверждается их воспроизводимостью, согласованностью результатов, полученных разными методами, как между собой, так и со сведениями, имеющимися в литературе. Выводы, сделанные в диссертации, логически следуют из результатов экспериментальных исследований и не противоречат современным научным представлениям.

Личный вклад автора

Автор совместно с научным руководителем участвовал в обсуждении постановки цели и задач исследования, в поиске путей их решения. Автор лично проводил подготовку образцов для экспериментов по отжигу в сильном магнитном поле и принимал непосредственное участие в их реализации на базе Национальной лаборатории сильных магнитных полей во Франции (г. Гренобль). Автор принимал участие в исследованиях структуры и свойств экспериментальных образцов в Центре коллективного пользования “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” ИФМ УрО РАН. Автор лично проводил анализ результатов полученных методом EBSD с помощью сопутствующего программного обеспечения. Автор участвовал в получении и обсуждении результатов, изложенных в диссертации, в формулировке ее основных положений и выводов, в опубликовании полученных результатов. Материал диссертации неоднократно докладывался автором лично на международных и отечественных конференциях в виде устных и стендовых докладов.

Публикации.

По материалам диссертации имеется 14 публикаций, в том числе 8 статей в реферируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК, а также 6 тезисов докладов на Российских и международных конференциях.

Апробация работы

Научные результаты, изложенные в диссертации, доложены и обсуждены на следующих международных и Российских конференциях: 4th International Conference on Superconductivity and Magnetism ICSM2014 (Анталья, Турция, 2014); 17 th International Conference on Texture of Materials ICOTOM-17 (Дрезден, Германия, 2014); XI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов “Физико-химия и технология неорганических материалов” (Москва, Россия, 2014); XVI Всероссийская молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния “СПФКС-XVI” (Екатеринбург, Россия, 2015); VII Международная школа “Физическое материаловедение” (Тольятти, Россия, 2016).

Соответствие диссертации паспорту научной специальности

Содержание диссертации соответствует формуле специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния: «теоретическое и экспериментальное исследование природы кристаллических и аморфных, неорганических и органических веществ в твердом и жидком состояниях и изменение их физических свойств при различных внешних воздействиях».

Структура диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и списка литературы из 164 наименований, изложенных на 139 страницах машинописного текста, включая 62 рисунка, 13 таблиц и 16 формул.

1 Литературный обзор

1.1 Сильное магнитное поле и установки для его создания

Спектр явлений, возникающих при воздействии магнитного поля на твердое тело, широк. Необходимая напряженность прикладываемого магнитного поля варьируется в зависимости от конкретных задач. Например, П.Л. Капица утверждал, что для того, чтобы оказывать воздействие на движение электронов в атоме, необходимо приложение магнитного поля, по меньшей мере, 100 Тл [1]. А в случае воздействия магнитным полем на термически активируемые процессы, магнитная энергия для магнитного момента $1 \mu_B$ в поле 1 Тл соответствует тепловой энергии при температуре 0,67 К [2].

Большинство исследователей склонны разделять магнитные поля на сильные и обычные в зависимости от методов их получения. Необходимо отметить, что в данном случае обсуждается величина постоянных магнитных полей.

Обычный электромагнит, представляющий собой соленоид с железным сердечником позволяет создавать постоянное магнитное поле с индукцией, не превышающей 3 Тл, при этой величине поля в сердечнике все атомные диполи выстраиваются параллельно и дальнейшее увеличение тока не приводит к увеличению намагниченности железа, происходит так называемое магнитное насыщение железа. Теоретически можно создать бесконечно сильное магнитное поле, если окружить рабочее пространство бесконечной толщиной магнитонасыщенного железа, намагниченного соответственно в разных направлениях. Однако вклад в величину магнитного поля от каждого добавочного атомного диполя будет уменьшаться обратно пропорционально кубу расстояния между диполем и рабочим пространством. В то же время объем железа при этом увеличится пропорционально кубу расстояния от рабочего зазора [3]. В этом случае количество железа и затраты электроэнергии оказываются непомерно большими, по этой причине, считается, что 3 Тл это наибольшая величина магнитного поля которую целесообразно получать с использованием электромагнита. Поля с большей индукцией рациональнее создавать в соленоидах без магнитных сердечников [4]. Именно здесь исторически находится грань между обычными и сильными магнитными полями. При получении сильных магнитных полей в лабораторных условиях необходимо решить 2 основные задачи, а именно разработка источника тока и конструирование соленоидов или катушек в которых генерируется поле при пропускании через них электрического тока.

Источники тока и соленоиды должны удовлетворять ряду технических требований, соответствующих напряженности получаемых полей. В общем случае увеличение напряженности магнитного поля в соленоиде требует соответствующего роста тока источника. А это, в свою очередь, приводит к увеличению выделения джоулева тепла в материале соленоида и росту в нём механических напряжений. По этой причине основные проблемы на пути продвижения в область более сильных полей связаны с решением задач теплоотвода и механической прочности соленоидов.

В 1936 был построен первый так называемый магнит Биттера, конструкция которого была предложена Френсисом Биттером. Данный магнит представляет собой катушку, состоящую из металлических дисков, чередующихся с дискообразными диэлектрическими прокладками со сквозными отверстиями, через которые прокачивается жидкость для охлаждения магнита (Рис.1.1.). Напряженность постоянного магнитного поля, создаваемого таким магнитом, составляла 100 кЭ.

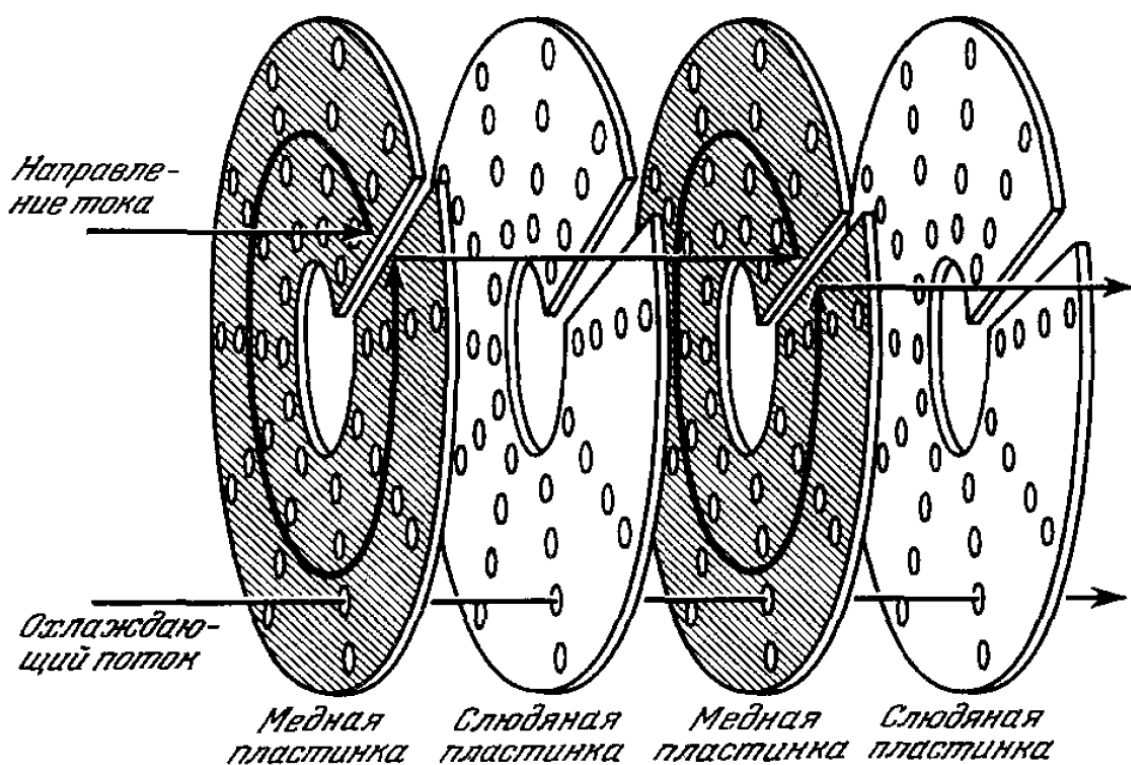


Рис. 1.1. Схема соленоида Биттера [4].

Дальнейшее повышение напряжённости стационарных полей в обычных резистивных системах, как уже упоминалось, ограничено техническими сложностями отвода большого количества тепла, и борьбы с магнитным давлением. Существенное усовершенствование существующих систем для создания сильных магнитных полей стало возможно благодаря техническим и конструкционным решениям на рубеже XX-XXI веков. На сегодняшний день

сильные постоянные магнитные поля получают, как правило, в водоохлаждаемых резистивных системах, состоящих из 3-4 коаксиальных соленоидов различных конструкций. Например, в Национальной лаборатории сильных магнитных полей (Талахасси, Флорида, США) в 2011 году был установлен Биттеровский магнит с максимальным постоянным полем 36,2 Тл. Используется несколько сотен пластин Биттера, организованных в 4 цилиндрических магнита. Электрическая мощность такого магнита достигает практически 20 МВт, для его охлаждения прокачивается порядка 140 литров воды в секунду. Кроме того, одним из возможных решений являются так называемые гибридные магниты, которые представляют собой комбинацию магнитов из сверхпроводящих материалов, и резистивных биттеровских магнитов.

В связи с историей развития экспериментальной техники можно условно выделить 2 этапа исследований структурных и фазовых превращений в магнитном поле: 1 этап, во время которого общедоступными были только обычные электромагниты и, следовательно, величина постоянного магнитного поля, прикладываемого в процессе эксперимента, за редким исключением не превышала 3 Тл. Больших величин индукции удавалось достигать только в виде импульса длительностью не более 10^{-4} с. В развитие установок по созданию сильных импульсных магнитных полей большой вклад внёс П.Л. Капица [5]. Ему удалось получить поле 32 Тл в импульсном режиме. Второй этап можно связать с появлением центров, оснащенных магнитами, способными создавать постоянное магнитное поле десятки Тл в рабочем зазоре диаметром 30-50 мм. Это произошло, ориентировочно в конце 1990-х – начале 2000-х годов. В настоящее время в мире работают несколько центров сильных постоянных магнитных полей, а именно National High Magnetic Field Laboratory (NHMFL) Талахасси, Флорида, США; Laboratoire National des Champs Magnétiques Intenses (LNCMI), Гренобль, Франция; National Institute of Materials Science (NIMS) Цукуба, Япония; High Magnetic Field Laboratory (HMFL) of the Chinese Academy of Science, Хэфэй, Китай. [6]. По состоянию на 2016 год рекорд величины постоянного магнитного поля в рабочем зазоре 32 мм принадлежит гибриднему магниту, находящемуся в Национальной лаборатории сильных магнитных полей, США. Он способен создавать постоянное магнитное поле 45 Тл, а также укомплектован рядом дополнительных приставок и приборов для измерения различных свойств образцов, помещенных внутрь него.

1.2 Фазовые превращения в сталях и сплавах в присутствии сильного магнитного поля

В работе [7] рассмотрено влияние магнитного поля на фазовые превращения первого рода, а именно полиморфные превращения в кобальте и железе. Проведены расчеты, в результате

которых показано, что для заметного изменения температуры превращения требуется воздействие полей величиной порядка 10^6 Э. Известно также, что магнитная энергия мала по сравнению с тепловой [2]. Развитие техники начала 20-го века не позволяло создавать установки, в которых было бы возможно получение магнитных полей с напряженностью, достаточной для внесения существенных изменений в термодинамику фазовых превращений. Однако напряженность импульсных магнитных полей приближается к этим величинам. В связи с этим, наиболее пригодным для подобных исследований являлось мартенситное превращение благодаря его высокой скорости протекания, поскольку достаточно приложить импульсное поле с длительностью импульса порядка 10^{-4} с. для внесения существенных изменений в термодинамику превращения.

1.2.1 Мартенситное превращение в сильном магнитном поле

Мартенситные переходы представляют собой особый тип фазовых превращений заключающихся в бездиффузионном сдвиговом перемещении больших коллективов атомов на расстояния, не превышающие межатомные, из позиций одной кристаллической решетки в позиции другой, возникающей решетки. Инициировать мартенситное превращение можно путем изменения различных внешних параметров состояния системы: температуры, давления, механических напряжений. Кроме того, было показано, что приложение магнитных полей так же может являться фактором воздействия на мартенситное превращение. Наиболее известными учеными, работающими над этим вопросом, являются В.Д. Садовский, М.А. Кривоглаз, Е.А. Фокина и М.Л. Бернштейн. Работы [8-14] внесли вклад в развитие исследований мартенситного превращения в условиях сильного магнитного поля.

Впервые действие импульсного магнитного поля на мартенситное превращение в стали было экспериментально обнаружено в 1961 году в работе [8]. В ней было установлено, что импульсное магнитное поле при температуре жидкого азота в стали 50ХН23 вызывает интенсивное превращение в мартенсит из аустенита. При комнатной температуре все образцы имели чисто аустенитную структуру. Контрольное охлаждение в жидком азоте показало, что количество образующегося при этом мартенсита не превышало 1-3%. Обработка импульсным магнитным полем напряженностью около 350 кЭ при температуре жидкого азота вызывала

интенсивное превращение мартенсита в аустенит. В то же время поля напряженностью 40-55 кЭ не оказывали заметного влияния. Эти опыты послужили началом систематического и активного изучения влияния импульсного магнитного поля на мартенситное превращение в сталях и сплавах.

На первом этапе исследований действия импульсного магнитного поля на мартенситное превращение были проведены опыты на сталях и сплавах с низкой мартенситной точкой, имеющих при комнатной температуре, а иногда и вплоть до -196°C аустенитную структуру. Для стали 50X2H22 было показано, что увеличение напряженности налагаемого магнитного поля при одинаковых прочих технологических операциях приводит к более сильному смещению интервала мартенситного превращения в сторону повышения температур. По мере увеличения напряженности магнитного поля – 120, 170, 300 и 350 кЭ – мартенситная точка соответственно повышается на 15, 55, 85 и 115°C . Представленная зависимость имеет линейный характер, и позволяет ожидать, что под воздействием импульсного магнитного поля 500-600 кЭ мартенситное превращение в этой стали может начинаться при комнатной температуре [10]. В работах [12, 13] было установлено, что для инициирования мартенситного превращения в аустените, переохлажденном до заданной температуры, требуется магнитное поле не ниже некоторой критической величины, которая условно была названа пороговым полем. Величина порогового поля зависит от различных факторов, таких как степень переохлаждения аустенита [14] и механические напряжения [12], и в то же время, не зависит от размеров образца [15]. Основным результатом влияния магнитного поля на мартенситное превращение является смещение температурного интервала превращения и увеличение степени превращения при заданной температуре. Под действием магнитного поля, как правило, мартенситная точка M_s повышается, хотя принципиально возможен и противоположный результат [16]. В сталях и сплавах на основе железа магнитное поле инициирует мартенситные $\gamma \rightarrow \alpha$ и $\varepsilon \rightarrow \alpha$ превращения, при которых происходит фазовый переход парамагнитного аустенита или ε -мартенсита в ферромагнитную α -фазу. В случае, когда обе фазы, аустенит и мартенсит, ферромагнитны, смещение мартенситной точки определяется разностью термодинамических эффектов, то есть разностью намагниченностей фаз. С самых первых работ по исследованию влияния магнитных полей на мартенситное превращение возник вопрос о природе и механизмах наблюдаемых явлений. Одной из вероятных причин считалось влияние магнитострикционных эффектов, приводящих к изменению объема образца и появлению связанных с этим деформаций. В работах [17,18] предметом исследований были сплавы системы Fe-Ni, в которых истинная объемная магнитострикция при содержании около 30% Ni (необходимо отметить, что по ходу настоящей работы при указании состава сплава подразумеваются массовые проценты, если не указано иное) существенно выше, чем в менее

легированных сплавах железа [19]. Показано, что магнитострикция играет важную роль в процессе закалки под действием магнитного поля. Однако, как отмечено в монографии [19], в сплавах системы Fe-C [20] или Fe-Mn [21], в которых величина объемной магнитострикции мала, импульсное магнитное поле, также оказывает ускоряющее влияние на мартенситное превращение. Следовательно, можно утверждать, что в основе эффекта влияния магнитного поля на мартенситное превращение лежит именно изменение в термодинамике. М.А. Кривоглаз и В.Д. Садовский в статье [9] показали, что для большинства сплавов железа определяющее влияние на мартенситное превращение оказывают именно термодинамические факторы, связанные с различными магнитными свойствами исходной и образующейся фаз. Ими предложено уравнение для выражения изменения температуры фазового перехода dT под влиянием магнитного поля, известное как формула Кривоглаза-Садовского:

$$dT = T_0(V_1M_1 - V_2M_2)H / q, \quad (1.1)$$

где M_1, M_2 - магнитные моменты фаз, участвующих в превращении;

V_1, V_2 объемы первой и второй фаз;

T_0 – температура фазового равновесия;

H – напряженность магнитного поля;

q – теплота превращения.

Если записать в виде:

$$\Delta T = \frac{\Delta MH T_0}{q}, \quad (1.2)$$

где ΔM – разность магнитных моментов, участвующих в превращении фаз, то уравнение становится аналогичным уравнению Клаузиуса-Клайперона, которое определяет смещение температуры перехода под влиянием давления:

$$\frac{dT}{dp} = \frac{\Delta V T_0}{q}. \quad (1.3)$$

Позднее был выполнен ряд работ по уточнению уравнения Кривоглаза-Садовского путём учёта дополнительных параметров, например, магнитострикционных эффектов [16] и неоднородности магнитной структуры аустенитной фазы [22]. В общем случае, для большинства сплавов с неферромагнитным аустенитом смещение температуры начала мартенситного превращения в поле удовлетворительно описывается уравнением Кривоглаза-Садовского.

В случае материалов, в которых имеет место изотермическое мартенситное превращение целесообразно применять постоянные магнитные поля. В работах [23,24] продемонстрировано стимулирующее воздействие на изотермическое мартенситное превращение, оказываемое постоянным магнитным полем. В экспериментах использовались постоянные поля

сравнительно небольшой напряженности (не более 20 кЭ). Отмечается, что смещение начала изотермического мартенситного превращения в сторону более высоких температур и степень его протекания усиливается с увеличением напряженности прикладываемого поля.

Смещение температуры мартенситного превращения - не единственный эффект, оказываемый сильным магнитным полем. В ряде работ [25,26] исследовалось влияние магнитного поля на морфологию зародившегося мартенсита. А в монографии [19] этому вопросу уделены 2 главы. Показано, что приложение магнитного поля дает возможность получить в одном и том же сплаве несколько морфологических форм мартенсита, отличных от образующихся в результате превращения без магнитного поля. За счёт того, что магнитное поле создает дополнительный термодинамический стимул к образованию мартенсита, который является ферромагнитной фазой, появляется возможность получать его разнообразные структурные и морфологические формы, изменяя напряженность магнитного поля и температуру его приложения.

Экспериментальные результаты исследований влияния сильного магнитного поля на мартенситное превращение и их теоретическая интерпретация обобщены в монографиях [10, 19, 27]. Исходя из анализа литературы по данному вопросу, можно сделать вывод, что сильное магнитное поле, прикладываемое в процессе мартенситного превращения в сталях и сплавах, является действенным инструментом воздействия на их фазовый состав и структуру.

1.2.2 Диффузионные фазовые превращения в сталях и сплавах в условиях сильного постоянного магнитного поля

Для проведения исследований влияния сильного магнитного поля на диффузионно-контролируемые фазовые превращения требуется гораздо более длительное одновременное воздействие температуры и поля, следовательно, необходимо приложение постоянных магнитных полей. Такое оборудование стало общедоступным только в последние 15-20 лет, с его появлением связан рост числа публикаций, посвященных данному вопросу. В начале 2000-х годов появились теоретические работы, в которых производился, например, расчёт термодинамических параметров фазового превращения в системе Fe-C в условиях сильного магнитного поля [28,29]. В статье [29] авторы использовали молекулярную теорию Вейса для

расчета и пришли к выводу, что сильное магнитное поле повышает температуру равновесия аустенит/феррит, а также увеличивает растворимость углерода в феррите. Впоследствии эти расчеты были проверены экспериментально в постоянных магнитных полях 10 Тл [30] и более [31,32]. В различных экспериментальных и теоретических работах наблюдается незначительное расхождение в величине, на которую смещается температура превращений в присутствии сильного магнитного поля, однако общая тенденция всегда сохраняется – сильное магнитное поле повышает температуру $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в системе Fe-C и чистом железе. Фрагмент диаграммы состояния Fe-C в условиях приложения постоянного магнитного поля 10 и 18 Тл, полученный с помощью ДТА (дифференциальный термический анализ) в работе [31], представлен на рисунке 1.2.

Аналогичные результаты, как экспериментальные, так и расчетные получены и для других сплавов на основе железа, а именно Fe-Co [32,33], Fe-Si [34], Fe-Mn-C-Nb [35]. В работе [36] описан эксперимент по дилатометрическому измерению температуры фазового превращения феррит-аустенит в сплаве Fe-Ni в процессе одновременного нагрева и приложения внешнего поля 16 Тл. В качестве исходного материала выбран сплав Fe-xNi (x=0,2,4), поскольку превращение в этом сплаве может происходить либо ниже, либо выше точки Кюри α -фазы в зависимости от содержания никеля. Добавка Ni в матрицу железа уменьшает точку Кюри α фазы и в то же время влияет на температуры $\alpha \rightarrow \gamma$ и $\gamma \rightarrow \alpha$ превращений, поскольку Ni увеличивает области устойчивости аустенита.

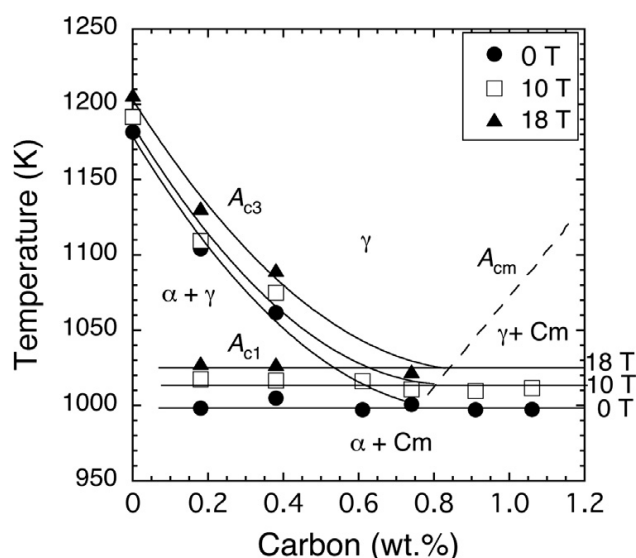


Рис. 1.2. Фрагмент диаграммы состояния Fe-C в условиях приложения постоянного магнитного поля 10 и 18 Тл [31].

Для образцов с 0, 2 и 4 % Ni определены температуры превращения из феррита в аустенит и из аустенита в феррит с помощью дилатометра с приложением магнитного поля величиной 16 Тл. В результате показано, что $T_{\alpha \rightarrow \gamma}$ и $T_{\gamma \rightarrow \alpha}$ сдвигаются в сторону бóльших температур с

повышением напряженности магнитного поля. Изменение температуры было пропорционально либо величине магнитного поля, когда фаза феррита ферромагнитна при температуре превращения, либо квадрату магнитного поля, когда фаза феррита парамагнитна.

На сегодняшний день, явление смещения температуры диффузионного фазового перехода в сплавах железа в сильном магнитном поле является общепризнанным фактом. Основная масса интерпретаций экспериментальных результатов базируется на расчете изменений энергии Гиббса исходной и образующейся фаз в условиях приложения внешнего магнитного поля [37,38].

В работе [38] авторы утверждают, что магнитное поле 16 Тл существенно влияет на термодинамическое равновесие γ/α и в то же время не оказывает значительного влияния на кинетику превращения. Однако, например, результаты, полученные в [39], не очень хорошо согласуются с расчётами, отмечается, что в сплаве Fe-0,8C температура перехода аустенит-феррит увеличивается примерно на 1,5°C на 1 Тл прикладываемого поля, в то же время в чистом железе аналогичное изменение составляет 0,8°C. Расхождение с расчетами связывают с тем фактом, что сильное магнитное поле может влиять не только на термодинамические параметры фазового превращения, но так же и на кинетику, в частности на зародышеобразование, миграцию границ раздела и атомную диффузию. Авторы предполагают, что для расчета фазовых диаграмм в присутствии поля необходимо использовать более сложные теоретические подходы.

В некоторых фазовых превращениях в твердом состоянии не только разница в магнитном моменте, но и магнитокристаллическая анизотропия, индуцированная магнитная анизотропия и магнитострикция могут влиять на зарождение и рост, кинетику превращения, микроструктуру образующихся фаз. Кинетику γ (ГЦК) \rightarrow α (ОЦК) превращения в чистом железе и Fe-1%С изучали, например, в [40]. Обнаружено уменьшение размера зерна во внешнем магнитном поле, что объясняется ростом скорости зарождения.

Подтверждением факта влияния магнитного поля на кинетику фазовых превращений является наличие эффектов, не связанных со смещением температуры начала фазового превращения. Так, например, в статье [41] материалом исследования служили сплавы системы железо-никель-углерод (0,03; 0,3; 0,6; 1,1% С и 5; 8; 12; 16% Ni). Исходным состоянием при термообработке являлась структура, полученная послековки и высокого отпуска в течение 10 ч при 600°C (стали типа Н5, Н8) и 500°C (стали типа Н12, Н16). Изучалось влияние магнитного поля, приложенного во время закалки и отпуска, на структуру и свойства этих сталей. Термомагнитная обработка проводилась в постоянном магнитном поле напряженностью от 4,5 кЭ до 22 кЭ. В результате наложения магнитного поля 16 кЭ при закалке на воздухе намагниченность насыщения всех исследованных сталей возрастала, а коэрцитивная сила

падала. Наложение магнитного поля во время отпуска также способствует распаду остаточного аустенита. Для всех исследованных сталей количество остаточного аустенита и коэрцитивная сила после отпуска в поле 10 кЭ уменьшались, особенно интенсивно при температурах отпуска, соответствующих началу и максимуму распада остаточного аустенита. Время изотермического распада остаточного аустенита сокращалось примерно на 30%. Показано, что на 10-15% повышаются пределы прочности и текучести стали. Во время отпуска при низких температурах замедляется распад мартенсита, при повышенных – ускоряется распад остаточного аустенита. Авторы утверждают, что магнитное поле может влиять на кинетику процесса за счёт наличия энергии кристаллографической магнитной анизотропии, магнитоупругой энергии и различия в размагничивающем факторе включений анизотропной формы.

В настоящее время, не все вопросы, касающиеся фазовых превращений в условиях термической обработки в магнитном поле, решены. В теоретическом отношении требуют развития представления о механизме влияния магнитного поля на фазовые превращения при термической обработке. Хорошо проработаны вопросы, касающиеся термодинамики $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода, однако не до конца понятно, каким образом и за счёт чего меняется кинетика фазовых превращений в магнитном поле.

1.2.3 Кристаллизация из аморфного состояния в магнитном поле

В литературе вопрос влияния магнитного поля на кристаллизацию из аморфного состояния обычно выделяют из остальных фазовых превращений. Процесс кристаллизации из аморфного состояния является ключевой стадией изготовления магнитомягких лент, в частности из сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, поскольку в ходе кристаллизации формируется конечная структура ленты и, соответственно, функциональные свойства. По этой причине существует ряд работ, как в России, так и за рубежом, авторы которых стремятся найти способы влияния на конечные свойства фанмета. Так, использование растягивающих напряжений или слабого магнитного поля напряженностью около 150 А/м в процессе кристаллизации наводит магнитную анизотропию и изменяет форму петли гистерезиса в ленте [42,43]. Установлено, что после таких обработок, кристаллографическая текстура в лентах не образуется [44]. Одним из перспективных методов воздействия на формирование структуры в

ходе кристаллизации из аморфного состояния является приложение сильного магнитного поля. Наиболее распространенными сплавами, кристаллизующимися из аморфного состояния, являются сплавы системы Fe-Si-B с добавками различных элементов, таких как Cu, Nb, Zn, Ni. Тройные сплавы, без добавок, на этой основе обычно используются как магнитомягкие в аморфном состоянии, но их часто используют в научных исследованиях для изучения процессов кристаллизации. В работе [45] изучали кинетику кристаллизации аморфного сплава $\text{Fe}_{83}\text{Si}_5\text{B}_{12}$ в зависимости от температуры в интервале 361-393°C и напряженности магнитного поля, изменявшейся в диапазоне 0,03 – 10 кЭ. Авторы полагают, что постоянное магнитное поле ускоряет процесс кристаллизации $\text{Fe}_{83}\text{Si}_5\text{B}_{12}$ в связи с существованием разницы в свободной энергии между аморфной и кристаллической фазой. В то же время авторы [46] обнаружили противоположную тенденцию для образцов из сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_{13}\text{B}_9$ кристаллизованного в магнитном поле 10 Тл. Отмечено, что после отжига в магнитном поле структура становится более однородной, размер зерна меньше, чем в кристаллизованного без поля образца, а количество остаточной аморфной фазы больше. Аналогичный эффект торможения процессов кристаллизации магнитным полем 12 Тл обнаружен в сплаве с бóльшим содержанием бора [47].

В работе [48] сообщается, что при приложении магнитного поля величиной 6 Тл вдоль направления ленты в процессе кристаллизующего отжига образца из сплава $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ развилась острая {110} текстура (рис. 1.3), увеличилась доля кристаллической фазы, а также наблюдалось снижение намагниченности насыщения на 27% по сравнению с образцом кристаллизованном без поля. При приложении поля поперек ленты, никаких эффектов не обнаружено так же как и при приложении полей меньшей напряженности.

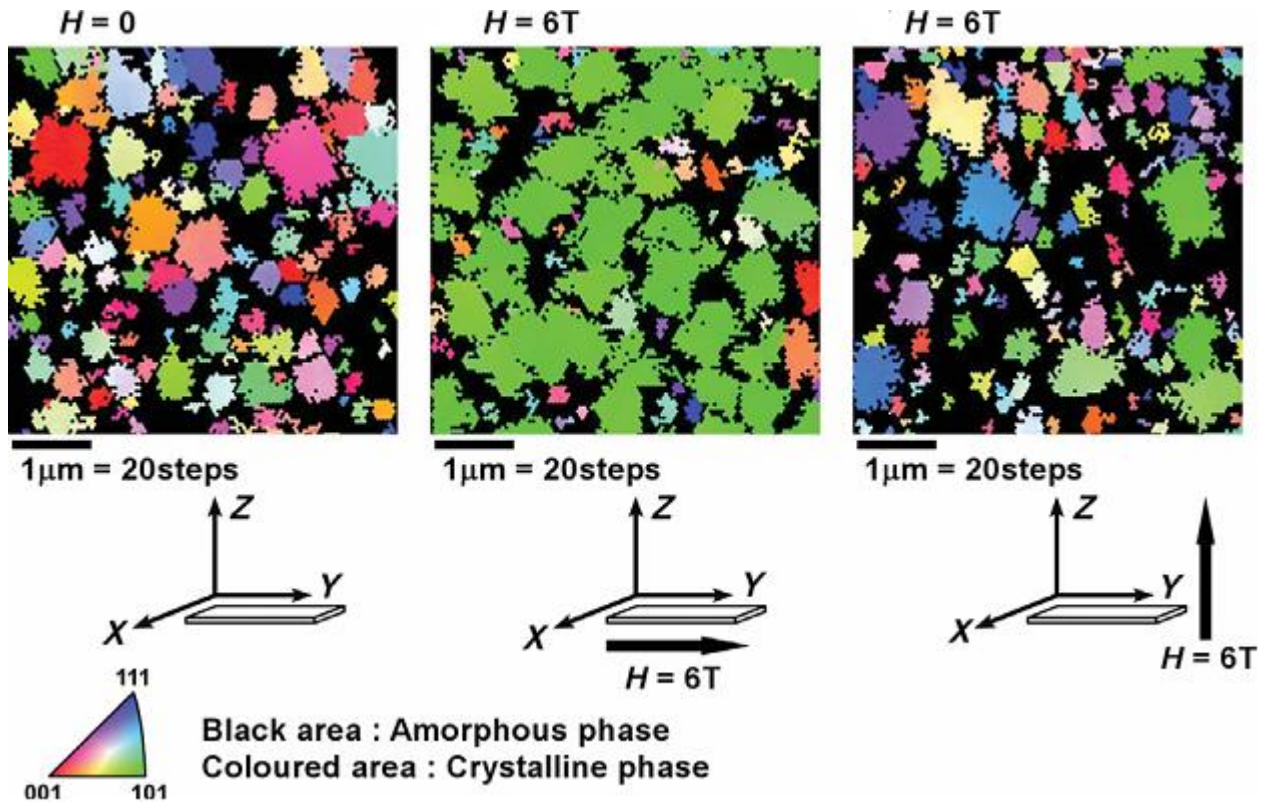


Рис. 1.3. Ориентационные карты образцов $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ после магнитного отжига 6 Тл вдоль ленты, поперек, а также без поля (а) [48].

Этот же коллектив авторов провел аналогичные исследования для сплава типа фанмет [49]. Обнаружена схожая тенденция, по мере увеличения прикладываемого поля до 6 Тл усиливается острота текстуры $\{110\}$, незначительно увеличивается количество кристаллической фазы в конечной структуре. Авторы утверждают, что после магнитного отжига увеличивается и индукция насыщения, однако максимум наблюдается при приложении поля промежуточной величины 4 Тл. Следует отметить, что в дальнейшем ни в одной работе не были воспроизведены подобные результаты.

В последние годы японский исследователь Р. Онодера с соавторами выполнил целый цикл работ по кристаллизации в сильном магнитном поле тройных сплавов FeSiB с различным соотношением входящих в состав элементов. В работе [50] проведен изотермический кристаллизующий отжиг в магнитном поле 10 Тл сплава $\text{Fe}_{79}\text{Si}_{12}\text{B}_9$. С помощью анализа изменений намагниченности в процессе изотермического отжига обнаружено торможение кристаллизации из аморфного состояния магнитным полем 10 Тл в данном сплаве. В последующей работе [51] проводился дифференциальный термический анализ этого же сплава в магнитном поле 5 и 10 Тл. Обнаружено смещение температуры кристаллизации фазы $\alpha\text{-Fe}$ (рис. 1.4.а) и Fe_2B в сторону повышения температур. Данное явление авторы связывают с

уменьшением коэффициента диффузии в магнитном поле [40]. В более поздней работе [52] исследовали кристаллизацию сплава $\text{Fe}_{83,3}\text{Si}_{4,2}\text{B}_{12,5}$ в магнитном поле и с помощью dilatометра обнаружили сдвиг температурной области кристаллизации фазы ОЦК $\text{Fe}(\text{Si})$ в область более низких температур (рис. 1.4.б), а фазы Fe_2B и Fe_3B – в область более высоких.

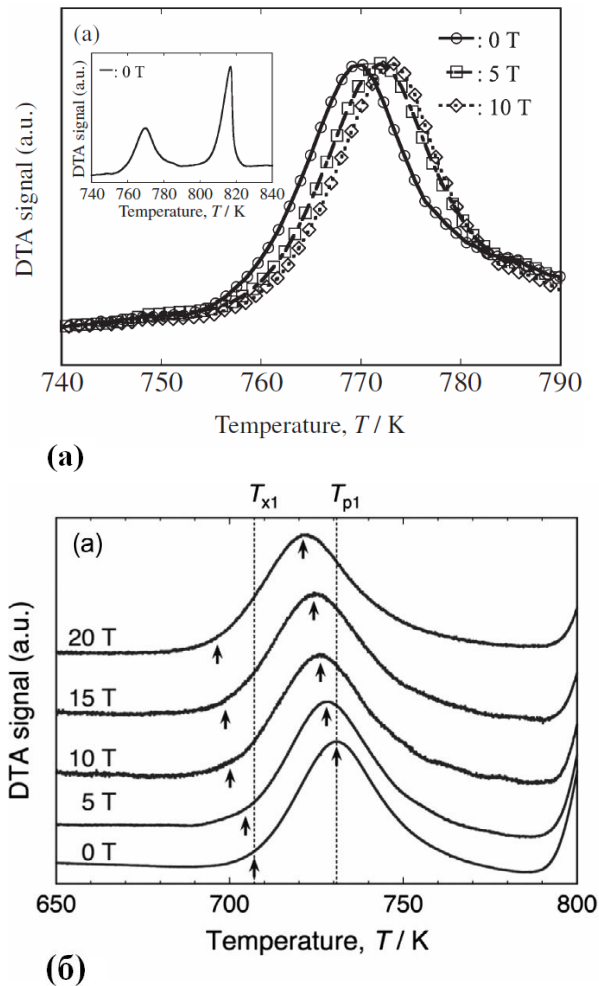


Рис. 1.4. ДТА пики для фазы $\alpha\text{Fe-Si}$ в сплаве $\text{Fe}_{79}\text{Si}_{12}\text{B}_9$ [51] (а) и в сплаве $\text{Fe}_{83,3}\text{Si}_{4,2}\text{B}_{12,5}$ (б) [52].

Авторы связывают наблюдаемую разницу в экспериментальных данных с различием исследуемых сплавов по химическому составу. Часть этих результатов согласуется с данными работы [47]. В ней так же показано, что сильное магнитное поле может существенно препятствовать формированию магнитотвёрдых боридов при кристаллизации аморфного сплава $\text{Fe}_{71}(\text{Nb}_{0,8}\text{Zr}_{0,2})_6\text{B}_{23}$, что в свою очередь благоприятным образом сказывается на магнитных свойствах сплава.

Процесс кристаллизации из аморфного состояния условно можно разделить на 2 ключевые стадии: зарождение кристаллов и их рост. Открытым остается вопрос о том на какую стадию магнитное поле оказывает определяющее воздействие. Авторы [53] проводили

измерения намагниченности и исследования структуры аморфных образцов $\text{Fe}_{83,3}\text{Si}_{4,2}\text{V}_{12,5}$ по ходу магнитного отжига и пришли к выводу, что сильное магнитное поле ускоряет зарождение кристаллитов и в то же время не влияет на скорость их роста. Эта же закономерность выявлена и для сплава $\text{Fe}_{84}\text{V}_{10}\text{C}_6$, отожженного в магнитном поле 12 Тл [54]. Авторы [55] предполагают, что механизм влияния сильного магнитного поля на кристаллизацию $\text{Fe}_{83}\text{V}_{10}\text{C}_6\text{Cu}_1$ заключается в увеличении, как скорости зарождения зёрен, так и скорости их роста.

Таким образом, анализ литературы показывает, что сильное магнитное поле оказывает влияние на процесс кристаллизации из аморфного состояния сплавов на основе железа. Расхождения в экспериментальных результатах могут быть связаны, в частности, с различием в химическом составе тройного сплава FeSiB. Важную роль играет и разница в условиях эксперимента при проведении магнитной кристаллизации разными исследователями, так как процесс кристаллизации в сплавах данной системы чувствителен к изменению внешних параметров. С этим связано отсутствие чётких представлений о механизме влияния сильного магнитного поля на процессы кристаллизации из аморфного состояния.

1.2.4 Структурные и фазовые превращения в сильном постоянном магнитном поле в магнитонеупорядоченных материалах

В предыдущих разделах описаны эффекты, обнаруженные при исследовании влияния магнитного поля на фазовые превращения в ферромагнитных материалах. Однако в литературе имеются работы, в которых продемонстрировано существенное влияние, оказываемое магнитным полем на процессы структурной эволюции в магнитонеупорядоченных сплавах. Широко распространенным материалом для подобных исследований является висмут, который имеет магнитную восприимчивость при комнатной температуре $-1,34 \cdot 10^{-9}$ [56], что делает его одним из самых сильных диамагнетиков. Кроме того, висмут обладает большой магнитной анизотропией с разницей восприимчивости параллельно и перпендикулярно тригональной оси $\Delta\chi = 0,53 \cdot 10^{-4}$ при комнатной температуре и $\Delta\chi = 0,23 \cdot 10^{-4}$ при 252°C [57]. При кристаллизации висмута в магнитном поле 2 Тл обнаружен преимущественный рост кристаллов, в которых направление наименьшей диамагнитной восприимчивости совпадало с внешним полем [58]. Этот эффект, однако, не значителен и не может преодолеть ориентирующие силы при росте

кристалла. В [59] проведена обширная работа по отжигу образцов висмута в магнитном поле и даны некоторые теоретические представления о полученных эффектах. Были проведены различные варианты предварительного отжига без включения поля (0, 4, 15 и 30 минут) при температуре 250°C после чего все образцы отожжены в магнитном поле 7,76 Тл при температуре 250°C, в течение 30 минут. В зависимости от времени предварительного отжига образуется разное количество зёрен в образце. В итоге, после отжига в магнитном поле, наблюдается различное положение границ зёрен, что в свою очередь зависит от величины магнитной движущей силы, которая равна:

$$p = \omega_1 - \omega_2 = \frac{\mu_0 H^2}{2} (\chi_1 - \chi_2), \quad (1.4)$$

где χ_1 и χ_2 - восприимчивости кристаллов 1 и 2 вдоль магнитного поля H .

Следовательно, можно сделать вывод о том, что движение зёренных границ может зависеть от магнитного поля в том случае, если анизотропия магнитной восприимчивости создает градиент магнитной свободной энергии.

В работе [60] предварительно деформированный кристалл висмута подвергали рекристаллизационному отжигу в магнитном поле. Получены результаты аналогичные [59]. Стоит отметить, что в этих опытах магнитное поле прикладывалось в процессе движения границ при рекристаллизации, которое происходит за счет основных движущих сил процесса вне зависимости от внешнего поля. В таких условиях трудно оценить непосредственный вклад магнитной движущей силы в движение границ. В более поздних работах [61,62] фиксировали движение границ при помещении в магнитное поле специально подготовленных бикристаллов, находящихся в равновесии без приложения внешнего магнитного поля. В [61] показано, что магнитное поле 20 Тл инициирует движение $90^\circ \langle 112 \rangle$ границы в бикристалле висмута при температуре 255°C. Аналогичные результаты получены также и для бикристаллов цинка [63]. Кроме того, в сплаве Zn-1,1%Al обнаружено явление селективного роста зёрен при рекристаллизации образцов под действием магнитного поля 32 Тл. В зависимости от ориентации относительно внешнего поля текстурные компоненты усиливаются, ослабляются или сохраняют исходную интенсивность [64]. Эти и другие результаты, касающиеся движения границ зёрен и формирования текстуры в немагнитных материалах в условиях сильного магнитного поля собраны в [65]. Показано, что за счёт отжига в сильном магнитном поле можно получить текстуру, существенно отличную от формирующейся в обычных условиях. Этот вывод подтверждают и эксперименты по рекристаллизации холоднокатаной чистой меди, которая также является диамагнетиком [66]. Показано, что магнитное поле 12 Тл способствует процессам возврата и рекристаллизации, а в структуре магнитно отожженных образцов

усиливается интенсивность кубической компоненты текстуры по сравнению с образцами, отожженными без поля.

Помимо диамагнитных металлов и сплавов экспериментам по магнитному отжигу подвергались и парамагнетики. В цирконии в ходе отжига при 550°C или 700°C в полях 17 и 19 Тл наблюдается рост зерна по сравнению с зёрнами в образцах, отожженных без поля. Магнитное поле усиливает аномальный рост зёрен циркония при отжиге. Также обнаружена асимметрия двух основных текстурных компонент, образующаяся в ходе магнитного отжига, связанная с анизотропией магнитной восприимчивости в цирконии [67]. Как показано в экспериментах по магнитному отжигу холоднокатаного титана [68] и алюминия [69] магнитное поле помимо внесения изменений в движущую силу миграции границ зерен, увеличивает их подвижность, что в свою очередь способствует ускорению процессов рекристаллизации в данных материалах. Алюминий является парамагнетиком и магнитно изотропным материалом, следовательно, в рамках теории магнитодвижущей силы, магнитное поле не должно оказывать влияние на формирование структуры в процессе отжига. Тем не менее, в работе [69] при отжиге алюминия в поле 19 Тл значительно увеличивается скорость рекристаллизации на её начальных стадиях. Уменьшается инкубационный период зарождения центров рекристаллизации, за счет того, что ускоряются процессы возврата. Возврат в деформированных материалах происходит во многом из-за термически активируемого движения дислокаций. В литературе имеются работы, в которых показано существенное влияние магнитного поля на движение дислокаций, в частности в монокристаллах алюминия при приложении магнитного поля более 0,1 Тл без внешних механических напряжений происходит инициирование движения краевых дислокаций [70]. В общем случае это явление связывают со спин зависимыми взаимодействиями между дислокациями и парамагнитными дефектами кристаллической структуры [71]. Таким образом, наличие сильного магнитного поля может вносить энергетический вклад в формирование дислокационной структуры в процессе отжига. В общем случае, в парамагнитных материалах магнитное поле облегчает движение дислокаций и увеличивает длину их пробега. Однако в случае реального деформированного металлического сплава при больших степенях деформации плотность дислокаций крайне высока, в структуре отсутствуют отдельные дислокации и имеют место только дислокационные скопления. При термической активации начинаются процессы перемещения и аннигиляции дислокаций. В этом случае анализ влияния сильного магнитного поля на движение дислокаций затруднён, эффект магнитного поля может проявляться не однозначно.

Как показано выше, сильное магнитное поле является действенным инструментом для влияния на формирующуюся в ходе термического воздействия структуру магнитонеупорядоченных материалов. Данное влияние проявляется за счёт возникновения

магнитной движущей силы во внешнем поле, а так же за счёт его воздействия на дефекты кристаллической решетки.

1.3 Влияние постоянного магнитного поля на структурные превращения в ферромагнитных сплавах

Сильное магнитное поле оказывает влияние на процессы структурной эволюции в деформированных сплавах, такие как возврат, рекристаллизация, рост зерен, образование кристаллографической текстуры при отсутствии каких-либо фазовых превращений. Рассмотрим сначала кратко виды структурных превращений, происходящих при нагреве деформированных металлов и сплавов.

1.3.1 Термически активируемые процессы, происходящие при отжиге деформированных металлов и сплавов

Металлические сплавы, исследуемые в настоящей работе, подвергались сильной пластической деформации, а именно холодной прокатке со степенями деформации более 70%. Пластическая деформация металлов и сплавов сопровождается повышением их внутренней энергии. Количественно эта скрытая энергия наклепа E_n равна той доле механической энергии деформации, которая аккумулируется в материале и остается в нем по окончании действия внешних сил. Скрытая энергия наклепа возрастает с увеличением степени наклепа вначале интенсивно, затем с убывающей интенсивностью, стремясь к насыщению. Структурные изменения, вызванные деформацией, резко изменяют структурно чувствительные механические и физические свойства. Существенно сказывается на упрочнении тип кристаллической решетки. Сплавы с ГЦК решеткой упрочняются в несколько раз интенсивнее, чем сплавы с решеткой ОЦК [72]. Состояние наклепанного металла термодинамически неустойчиво.

Свободная энергия такого металла больше, чем отожженного, за счет энергии искажений, создаваемой дислокациями и точечными дефектами, возникшими при деформации. В отличие от фазовых превращений переход деформированного металла в более стабильное состояние с меньшей свободной энергией не связан строго с какой-либо температурой. Однако указанный переход требует определенной термической активации (энергии активации Q) для преодоления потенциального энергетического барьера. Время начала такого процесса τ сокращается с повышением температуры T по экспоненциальному закону:

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \quad (1.5)$$

где величины τ_0 и Q для разных температурных интервалов имеют разные значения.

Наиболее четкая классификация процессов, протекающих при нагреве предварительно деформированных металлов и сплавов, дана в монографии С.С. Горелика [72]. Автор перечисляет следующие процессы, протекающие при нагреве деформированного металла и ведущие к уменьшению его энергии (в порядке последовательности их развития при нагреве): 1) диффузия точечных дефектов и их сток в дислокации и границы, сопровождающаяся аннигиляцией части вакансий с межузельными атомами, а также образованием комплексов и групп из точечных дефектов; 2) перераспределение дислокаций простым и поперечным скольжением, сопровождающееся аннигиляцией части дислокаций противоположных знаков и сужением дислокационных петель; 3) перераспределение дислокаций переползанием, приводящее в сочетании с процессами скольжения дислокаций к «сплющиванию» или, наоборот, к рассыпанию дислокационных стенок и их кристаллографической переориентации; 4) формирование малоугловых границ, связанных с процессами, перечисленными в пп.2 и 3; 5) миграция малоугловых и межзеренных большеугловых границ в деформированную матрицу, сопровождающаяся поглощением дефектов; 6) миграция межзеренных границ между рекристаллизованными зёрнами и укрупнение последних. С.С. Горелик разделяет процесс устранения следов наклепа при нагреве в порядке повышения энергии активации процессов на следующие стадии:

1. Возврат:

- а) отдых (перераспределение и уменьшение концентрации точечных дефектов, перераспределение и частичная аннигиляция дислокаций без образования новых границ;
- б) полигонизация (образование и миграция только малоугловых границ).

2. Рекристаллизация:

- а) первичная рекристаллизация;
- б) собирательная рекристаллизация (нормальный рост);
- в) вторичная рекристаллизация (аномальный рост зёрен)

В зарубежной литературе термином «возврат» объединяют все процессы, происходящие до начала рекристаллизации. В монографии [73] приведена схема, иллюстрирующая структурные преобразования при возврате (рис.1.5).

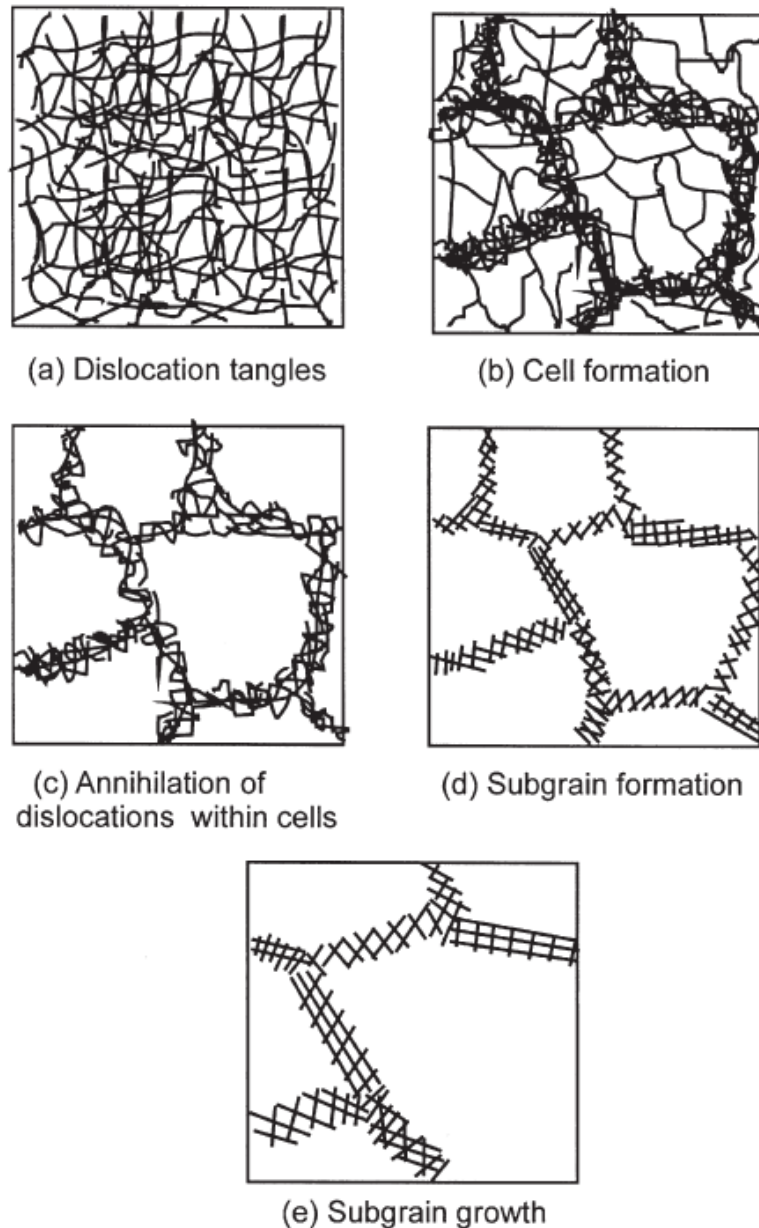


Рис. 1.5. Различные стадии возврата пластически деформированного материала [73].

Процессы, как возврата, так и рекристаллизации приводят к изменению (возврату) свойств, достигнутых в процессе деформации (например, к понижению твердости). Однако кинетика возврата отлична от кинетики рекристаллизации. Возврат зависит только от термической активации и не имеет инкубационного периода, возврат начинается интенсивно при малом времени отжига и ослабевает с его увеличением, в то время как рекристаллизация начинается только после инкубационного периода и обычно протекает до полного завершения

и полного восстановления свойств. Схема восстановления свойств при возврате и рекристаллизации приведена на рис.1.6.

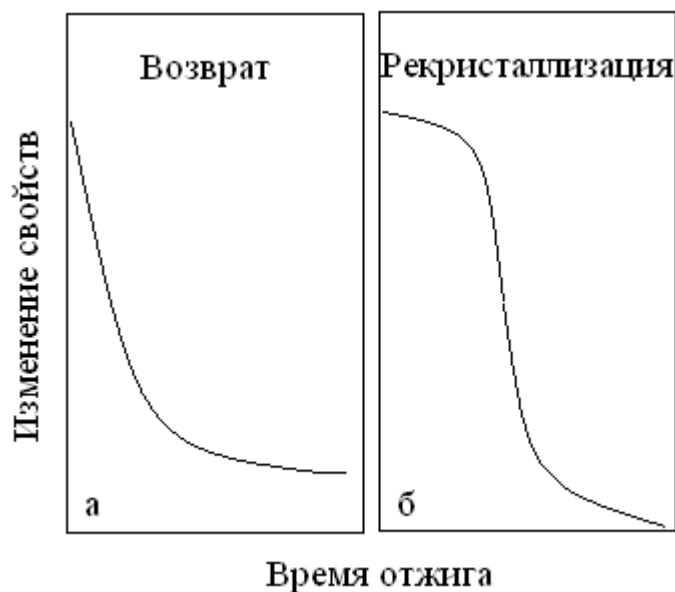


Рис.1.6. Изменение свойств, сформировавшихся в ходе холодной прокатки при возврате (а) и рекристаллизации (б) [74].

Рекристаллизация начинается с формирования зародышей рекристаллизации и их роста. Этот процесс тесно связан с формированием кристаллографической текстуры при рекристаллизации. В главе 10 монографии [75] описан исторический путь развития теории текстурообразования при рекристаллизации. Возникшие много десятилетий назад гипотезы ориентированного зарождения и избирательного роста предполагали разный механизм формирования текстуры. Первая предполагала, что ориентировка зародышей первичной рекристаллизации не является беспорядочной, а скорость роста зерен разных ориентировок одинакова, вторая гипотеза исходила из экспериментально наблюдаемой зависимости скорости миграции границы от параметров разориентировки этой границы. В настоящее время большинство исследователей считает, что и тот и другой аспект - зарождение и рост может оказывать влияние на текстуру рекристаллизации. В ОЦК и ГЦК металлах могут наблюдаться разные закономерности формирования текстуры. Большое значение имеет структура деформированного металла, так называемые мезоструктурные неоднородности – полосы деформации, переходные полосы, полосы сдвига, двойники. В ОЦК металлах границами наибольшей подвижности считаются границы между зернами, разориентированными вокруг общей оси $\langle 110 \rangle$ на угол $27-35^\circ$, в ГЦК это границы между зернами разориентированными на 40° вокруг $\langle 111 \rangle$. Когда появились математические методы описания текстуры с помощью функций распределения ориентаций (ФРО), были попытки рассчитать текстуру

рекристаллизации, исходя из текстуры деформации [76]. Однако набор полученных ориентировок был шире, чем в эксперименте из-за наложения процесса ориентированного зарождения.

Необходимо отметить, что при больших степенях деформации, которые используются в настоящей работе, в деформированном металле образуется четкая ячеистая структура, примерно соответствующая рисунку 1.5.б, а мезоструктурные неоднородности становятся менее выраженными. В процессе возврата ячейки дополнительно очищаются от дислокаций, превращаясь в субзерна (рис.1.5.в-д), которые могут в дальнейшем становиться зародышами рекристаллизации. В такой ситуации можно говорить о превалирующем влиянии ориентированного роста. В работе [77] отмечены определенные закономерности в преобразовании: текстура деформации – текстура рекристаллизации для ОЦК и ГЦК деформированных листов и лент. Результаты определения с помощью ФРО текстуры, сформировавшейся в процессе прокатки, а также после протекания первичной рекристаллизации в сильно деформированных сплавах Fe-3%Si, β -титане и стали для глубокой вытяжки, показали, что текстура рекристаллизации всегда отличается от текстуры деформации. Начиная со степени деформации 90%, отмечается четкое перераспределение компонент, которое можно выразить конкретными ориентационными соотношениями. Компоненты текстуры рекристаллизации образуются на базе областей рассеяния ориентировок текстуры деформации, отстоящих от них на углы от 13 до 30°. Это подтверждается сечениями ФРО, а также графиками, представляющими собой распределение значений ФРО вдоль линии в пространстве углов Эйлера, соответствующей разным направлениям в пределах одной кристаллографической плоскости, например, {111}. Если в текстуре деформации образца присутствует сильная компонента $\{111\}\langle 110\rangle$, то после рекристаллизации она превращается в интенсивную ориентировку $\{111\}\langle 112\rangle$. Этот результат в дальнейшем был подтвержден в работах других исследователей. Известна также работа [78], в которой отмечается различие в запасенной упругой энергии деформации в зависимости от ориентировок зерен в ОЦК малоуглеродистой стали, а именно $E_n\{110\} > E_n\{111\} > E_n\{112\} > E_n\{100\}$. Это приводит к тому, что на стадии возврата формирование субзеренной структуры быстрее проходит в участках с ориентировкой $\{110\}\langle uvw\rangle$ и $\{111\}\langle uvw\rangle$. В этих же участках интенсивнее идет рост субзерен и раньше происходит зарождение новых зерен.

Известно, что текстура деформации и рекристаллизации в ГЦК металлах сильно зависит от их энергии дефектов упаковки (ЭДУ). Принято считать, что в сплавах с высокой ЭДУ при деформации образуется текстура «типа меди», а при первичной рекристаллизации формируется острая кубическая текстура, в сплавах с низкой ЭДУ образуется текстура деформации «типа латуни», и кубическая текстура после рекристаллизации не создается. Однако критерий ЭДУ не

является универсальным, т.к. даже приведенные его значения в разных системах сплавов сильно различаются, и, судя по некоторым литературным данным, эти значения, характерные для чистой меди, в других материалах приводят к текстуре «типа латуни». В большинстве исследований в качестве основных компонент текстуры деформации ГЦК - материалов упоминаются следующие ориентировки (в косых скобках дано их принятое обозначение): $\{112\}\langle 111\rangle$ /C/; $\{123\}\langle 634\rangle$ /S/; $\{110\}\langle 112\rangle$ /B/; $\{110\}\langle 100\rangle$ /G/. С развитием методов количественного анализа текстуры стало очевидным, что текстура прокатки представляет собой не отдельные ограниченные компоненты, а непрерывный ряд ориентаций. Несмотря на то, что компонента “С” считается характерной для меди, а “В” – для латуни, анализ ФРО почти всегда показывает наличие всех характерных для ГЦК-металлов компонент в текстурах того и другого типа. В работе [77] установлено, что текстурный переход от текстуры деформации «типа меди» к текстуре деформации «типа латуни» в сильно деформированных ГЦК-сплавах можно описать таким соотношением:

$$\Delta V/V(S) + \Delta V/V(C) \approx 2 \Delta V/V(B). \quad (1.6)$$

Когда сумма объемных долей компонент *C* и *S* больше удвоенной объемной доли компоненты *B*, сохраняется текстура типа меди и после первичной рекристаллизации формируется кубическая текстура. Однако даже в этом случае небольшое отличие в ЭДУ может повлиять на кинетику протекания процессов возврата и рекристаллизации. Дилатометрические исследования по программе определения коэффициента температурного линейного расширения α (КТЛР) показали [79], что если нагреву подвергается холоднокатаная лента, то в определенной температурной области, предположительно соответствующей протеканию возврата и первичной рекристаллизации, на кривой наблюдается резкий минимум. На рис. 1.7 приведены кривые изменения КТЛР, определенные на деформированных лентах сплава Fe-50%Ni (1) и сплава Ni-7,4%Mo (2).

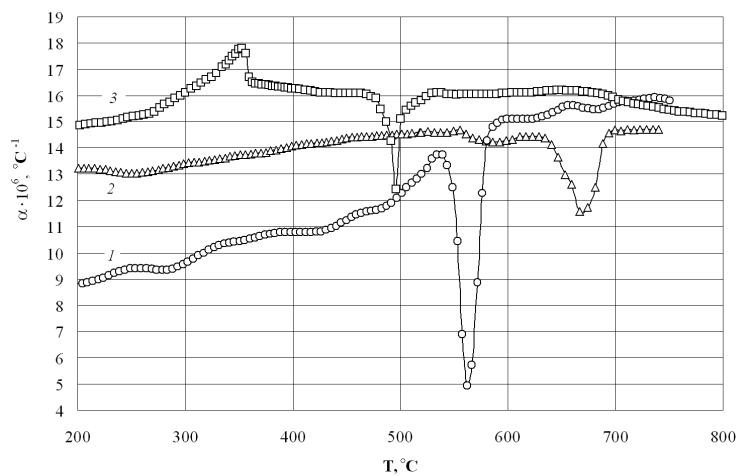


Рис.1.7. Изменение КТЛР расширения при нагреве со скоростью 2°C/мин холоднодеформированных (98.5-99.0%) образцов сплавов: 1 – Fe-50%Ni; 2 – Ni-7,4%Mo; 3 – Ni.

Исследование образцов методом дифракции обратноотраженных электронов (EBSD) показало следующее. На рис. 1.8 приведены полюсные фигуры $\{100\}$ образцов сплавов после отжигов при температурах до и после дилатометрической аномалии (520 и 600°C для Fe-50%Ni и 620 и 700°C для Ni-7,4%Mo). Видно, что при температурах до дилатометрической аномалии в обоих сплавах наблюдается текстура, типичная для текстуры деформации никелевых сплавов такого состава (рис.1.8.а, б). При температуре после дилатометрической аномалии для сплава Fe-50%Ni (600°C) в структуре наблюдается равноосная рекристаллизованная структура (рис. 1.9.а), в текстуре – четкая кубическая ориентировка, в которой, однако имеется значительное количество зерен двойниковой ориентировки и непоглощенных деформационных ориентаций (рис. 1.8.в). В сплаве Ni-7,4%Mo после отжига при 700°C зерна остаются вытянутыми (рис. 1.9.б), однако деформационная текстура уже разрушена и на фоне рассеянных ориентировок появляется явное преимущество кубической компоненты (рис. 1.8.г). Видно, что несмотря на то, что после отжига при 700°C форма зерен остается вытянутой, качество картин Кикучи в сплаве достаточно высокое, что говорит о значительном снятии деформационных искажений решетки. Обращает на себя внимание относительно большое количество кубических зерен в структуре после этой температуры отжига. Измерение микротвердости показало, что после отжига до дилатометрической аномалии величина значений микротвердости составляет 91% от значения для деформированного сплава Fe-50%Ni и 82% - в сплаве Ni-7,4%Mo. После отжига при температурах после дилатометрической аномалии эти значения составляют, соответственно, 38 и 39%. Это говорит о том, что полный температурный интервал возврата и рекристаллизации в сплаве Ni-7,4%Mo с меньшим значением ЭДУ несколько шире, чем в сплаве Fe-50%Ni. Процесс зарождения зерен рекристаллизации в сплавах никеля с высоким уровнем ЭДУ (с текстурой деформации типа меди) происходит по механизму предрекристаллизационной полигонизации, т.е. зерна первичной рекристаллизации образуются за счет роста субзерен в результате «собирающей полигонизации».

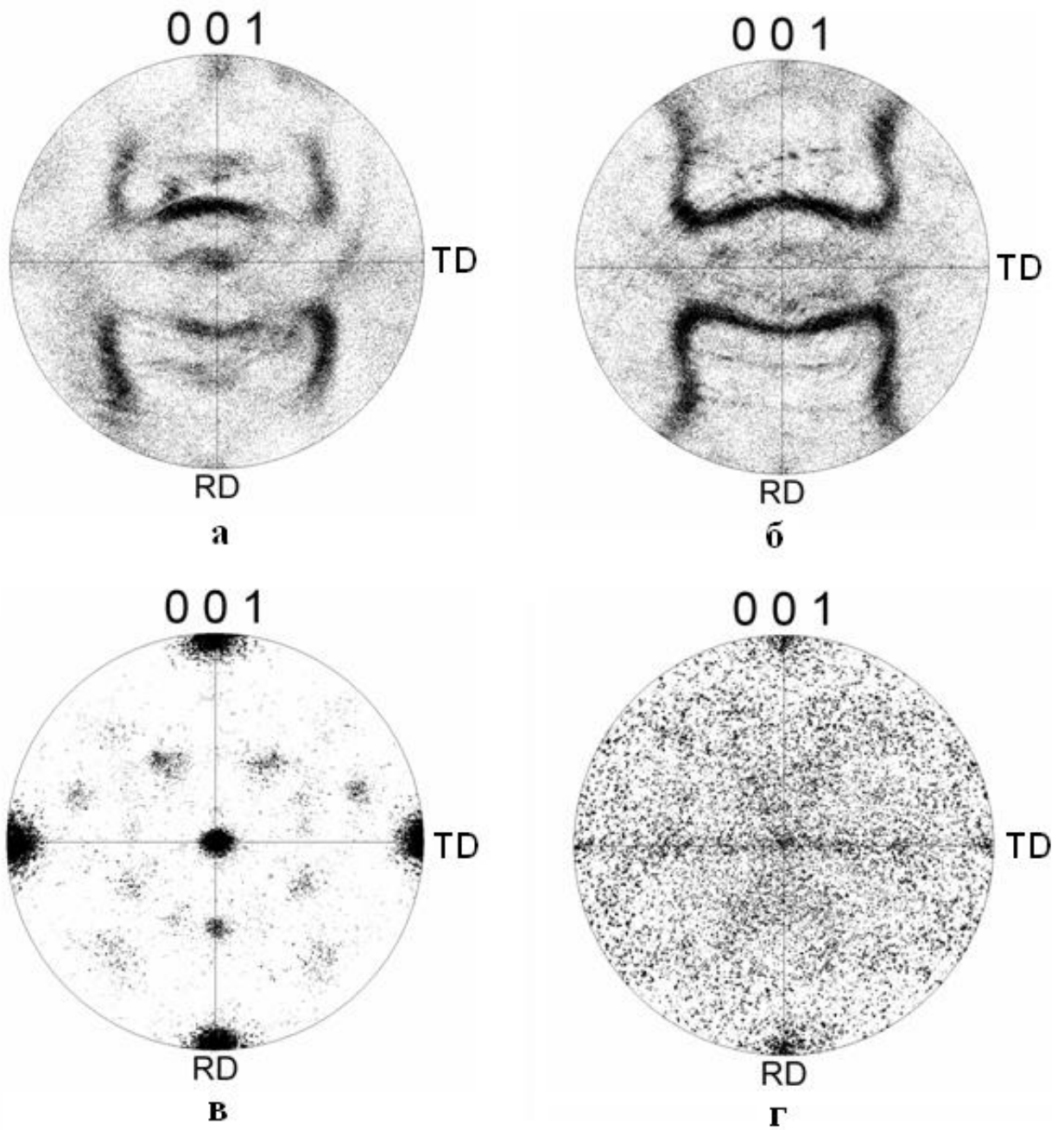


Рис. 1.8. Полюсные фигуры $\{100\}$ образцов сплава Fe-50%Ni (а, в) и Ni-7,4%Mo (б, г) после отжигов при температурах: 520°C - а; 620°C - б; 600°C - в; 700°C - г. [79].

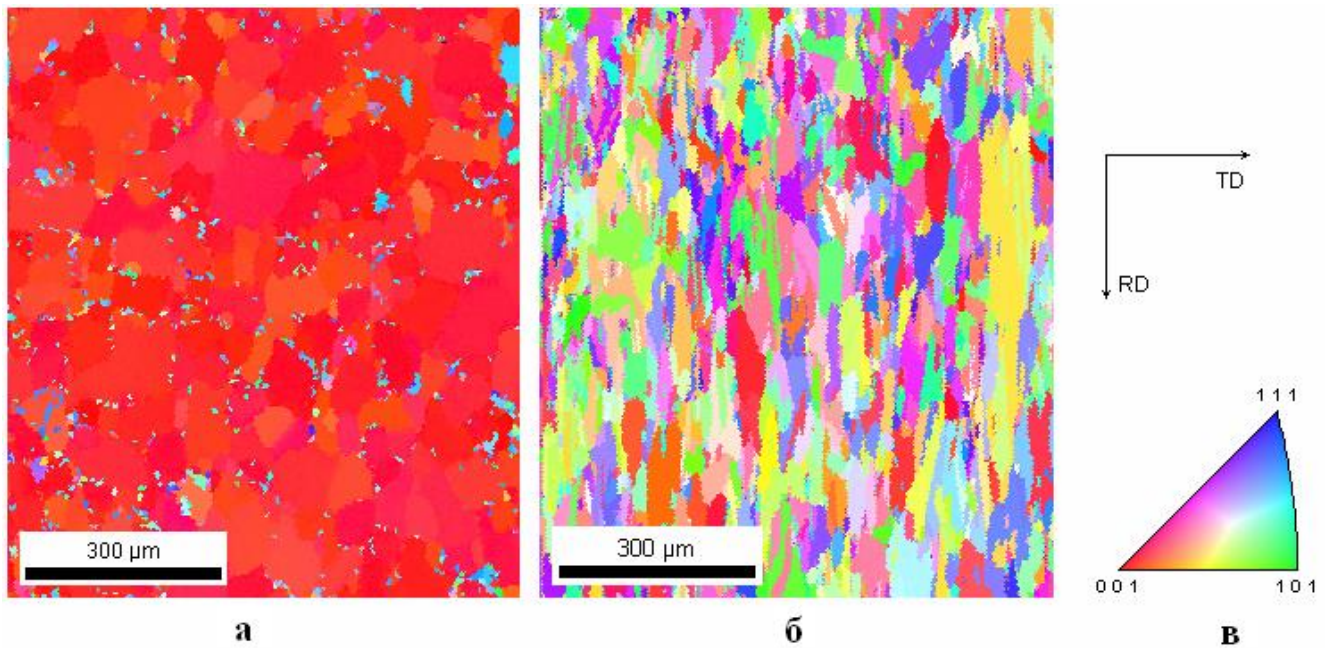


Рис.1.9. Ориентационные карты сплавов после отжига при температурах: Fe-50%Ni, 600°C (а) и Ni-7,4%Mo, 700°C (б) и расшифровка ориентировок (цветов) на обратной полюсной фигуре (в) [79].

В сильно деформированных материалах большое значение в процессах возврата и рекристаллизации имеет предрекристаллизационная полигонизация. Предрекристаллизационная полигонизация происходит при нагреве металла, деформированного множественным скольжением, и связана с наличием в структуре деформированного материала дислокационной ячеистой структуры при больших степенях деформации. Превращение размытых стенок ячеек в субграницы, а ячеек – в субзерна осуществляется тем легче, чем меньше ширина расщепленных дислокаций, т.е. больше ЭДУ. Для всех сплавов на основе никеля, в которых после высоких степеней деформации и последующей рекристаллизации происходит образование острой кубической текстуры, характерны высокие значения ЭДУ и, соответственно, в них должна протекать предрекристаллизационная полигонизация. С.С. Горелик считает [80], что этот процесс можно считать «рекристаллизацией *in situ*», которая иногда сопровождается полным разрушением.

В работе [81] отмечается, что рост отдельных субзерен в поликристаллическом алюминии, подвергнутом холодной прокатке на 82%, происходит очень быстро, если их ориентировка сильно отличается от окружения, но даже и слабо разориентированные субзерна могут вырасти до значительных размеров (>50 мкм). То, что на стадии предрекристаллизационной полигонизации в сплаве Ni-7,4%Mo (рис.1.9.б) происходит рост отдельных субзерен в окружающую матрицу, очевидно из того факта, что при этом сильно меняется текстура и

увеличивается объемная доля кубической компоненты (рис 1.8.г). По мнению авторов работы [82], в сплавах Fe-Ni в процессе рекристаллизационного отжига зерна кубической ориентировки начинают расти раньше остальных, т.к. они обладают меньшей запасенной энергией по сравнению с основными компонентами текстуры деформации. Когда субзерна кубической ориентировки в пределах деформационной полосы, содержащей близкие по ориентировке ячейки, не обладают достаточным размерным преимуществом, они увеличивают свой размер за счет коалесценции или роста в пределах этой полосы, а затем с большой скоростью растут в деформированную матрицу. Судя по результатам исследования [82], на стадии предрекристаллизационной полигонизации свободными от деформационных искажений становятся не только кубические зерна, но и зерна других ориентировок. Показательно, что в этом образце уменьшение твердости по сравнению с деформированным состоянием составляет примерно ту же долю, что и в сплаве Fe-50%Ni с равноосной зеренной структурой (рис. 5. в статье [79]). Для сравнения можно отметить, что иногда за температуру рекристаллизации принимается температура половинного разупрочнения [80]. Тем не менее, процесс первичной рекристаллизации считается завершенным, когда структура из вытянутых деформационных зерен заменяется на структуру образованную рекристаллизованными равноосными зернами. В рассмотренном случае можно сказать, что это произойдет в результате собирательной рекристаллизации, когда движущей силой будет не уменьшение избыточной объемной энергии, накопленной при пластической деформации, а уменьшение зернограничной энергии. Таким образом, можно сказать, что в интервале температур дилатометрической аномалии (рис.1.7) в сплаве Ni-7,4%Mo происходят процессы возврата и начальной стадии рекристаллизации, которые осуществляются за счет большей части накопленной энергии деформации в этом сплаве. В работе Вандермеера и Гордона [81] показано, что в алюминии возврат и рекристаллизация обычно накладываются друг на друга. Алюминий обладает высокой ЭДУ, по аналогии с этим можно сказать, что в сплаве Fe-50%Ni эти процессы также происходят почти одновременно или, по крайней мере, находятся ближе по температурному интервалу, чем в сплаве Ni-7,4%Mo, с меньшей ЭДУ. Поэтому в температурном интервале дилатометрической аномалии в сплаве Fe-50%Ni возврат и рекристаллизация протекают более полно.

Рассмотрим теперь энергию и движущие силы рекристаллизации. Этот вопрос отражен во многих монографиях и учебниках. Приведем, например, таблицу (таблица 1.1) из книги [74], в которой перечислены возможные источники движущих сил и оценен порядок их величин. Название таблицы подразумевает, как это следует из определения процесса рекристаллизации, миграцию «большеугловых» границ. Поскольку в случае сильно деформированных металлов уже на стадии окончания деформации формируется четкая ячеистая структура, а в процессе возврата ячейки преобразуются в субзерна, которые уже могут стать зародышами

рекристаллизации, то, учитывая, что рекристаллизация есть образование зародышей и их рост, невозможно разделить процессы возврата и рекристаллизации. Поэтому в нашем случае сильно деформированных металлических сплавов представляется более правильным рассматривать движущие силы для совмещенных возврата и рекристаллизации, включив в этот процесс часть стадии возврата, по крайней мере, начиная со стадии “в” на схеме рис.1.5.

Таблица 1.1. Движущая сила миграции межзеренных границ [74]

Источник	Уравнение	Приблизительное значение параметров	Рассчитанная движущая сила, МПа
Запасенная энергия деформации	$p = \frac{1}{2} \rho G b^2$	Плотность дислокаций $\rho \sim 10^{15} \text{ м}^{-2}$ Энергия дислокаций $G b^2/2 \sim 10^{-8}$ Дж/м	10
Энергия межзеренных границ	$p = \frac{2\gamma}{R}$	Энергия межзеренных границ $\gamma \sim 0,5 \text{ Н/м}$ Радиус кривизны межзеренных границ $R \sim 10^{-4} \text{ м}$	10^{12}
Энергия поверхности	$p = \frac{2\Delta\gamma_0}{d}$	Толщина образца $d \sim 10^{-5} \text{ м}$ Различие энергии поверхности для двух соприкасающихся зерен $\Delta\gamma_0 \sim 0,1 \text{ Н/м}$	$2 \cdot 10^{-2}$
Химическая движущая сила	$p = R(T_1 - T_0)c_0 \ln c_0$	Концентрация c_0 (максимальная растворимость при T_0) Температура отжига T_1 ($T_1 < T_0$)	$6 \cdot 10^2$ (5% Ag в Cu)
Магнитное поле	$p = \frac{\mu_0 H^2}{2} (\chi_1 - \chi_2)$	Материал: висмут Напряженность магнитного поля $H = 10^7 \text{ А/м}$ Магнитные восприимчивости соседних зерен χ_1, χ_2	$3 \cdot 10^{-5}$
Упругая энергия	$p = \frac{\sigma^2}{2} \left(\frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} \right)$	Материал: висмут Модуль упругости соприкасающихся зерен $H \sim 10^5 \text{ МПа}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$

Температурный градиент	$p = \frac{\Delta S \cdot 2a \nabla T}{V_m}$	Различие энтропии межзеренной границы и кристалла (приблизительно соответствует энтропии плавления) $\Delta S \sim 8 \cdot 10^3$ Дж/К·моль Толщина межзеренной границы $2a \sim 5 \cdot 10^{-10}$ м Градиент температуры $\nabla T \sim 10^{-5}$ К/м Молярный объем $V_m \sim 10^{-4}$ см ³ /моль	$4 \cdot 10^{-5}$
---------------------------	--	--	-------------------

Известно, что на ранней стадии структурных превращений при нагреве основной движущей силой является запасенная энергия деформации, на более поздней - энергия межзеренных границ. В настоящей работе важно обратить внимание на включение магнитного поля в потенциально возможные движущие силы при рекристаллизации. Г.Готтштайн в своей таблице рассматривает влияние магнитной движущей силы на примере диамагнитного висмута. Это связано с циклом работ по влиянию сильного магнитного поля на процессы в этом материале, проведенных в Аахенском университете, в частности [61].

В монографии [83] в главе, посвященной движущим и тормозящим силам при рекристаллизации, также рассматривается магнитная энергия, величина ее оценивается теоретически для железа при приложении поля, достаточного для насыщения. Возникающая движущая сила сравнивается с движущей силой, связанной с запасенной энергией деформации, и примерные величины составляют, соответственно, $0,1$ Н/см² и 10^4 Н/см². О роли движущих сил, связанных с приложением магнитного поля при отжиге, еще будет сказано в главе 5.

1.3.2 Процессы, протекающие при отжиге деформированных сплавов в сильном постоянном магнитном поле

Наиболее распространенным видом структурных изменений, происходящих при нагреве в металлах и сплавах и уменьшающих свободную энергию системы, является рекристаллизация и

примыкающие к ней процессы возврата. Совокупность этих процессов даёт возможность менять в широком диапазоне микроструктуру, текстуру и, следовательно, все структурно-чувствительные свойства. За счёт изменения условий протекания процессов рекристаллизации возможно оказывать влияние на функциональные свойства материалов, используемых в промышленности.

Первым упоминанием о возможности влияния магнитным полем на формирование структуры является работа [84], в которой обнаружено влияние магнитного отжига на структуру и свойства ферромагнитного сплава. Авторы отмечают, что отжиг в переменном магнитном поле оказывает благоприятное воздействие на микроструктуру сплава Fe-3,46 % Si, что влечет за собой увеличение магнитной проницаемости и незначительное изменение формы кривой намагничивания. Последующие годы характеризуются периодами повышения и спада интереса к этой проблеме, что объясняется отсутствием систематического многопланового подхода и слабым развитием теории, а также сложностью экспериментов и недоступностью подходящего оборудования.

Влияние магнитного поля на процессы рекристаллизации и роста зерен было обнаружено в конце 1940-х годов в сплавах железо-кобальт [85]. В этой работе образцы в виде прокатанных на 96,7% лент из сплава Fe-35%Co были подвергнуты отжигу при 700°C в атмосфере водорода с приложением внешнего магнитного поля, создаваемого сильным электромагнитом (конкретная величина поля не указывается). После прокатки в сплаве наблюдалась текстура с плоскостью (100), совпадающей с плоскостью прокатки и направлением [110], совпадающим с направлением прокатки. После отжига без магнитного поля в текстуре рекристаллизации отмечали три компоненты – одна, совпадающая с деформационной компонентой, вторая с такой же плоскостью, но с направлением [110], отклоненным от направления прокатки на 15° и третья – с плоскостью (111) и направлением [110], отклоненным от направления прокатки на 15°. Отжиг в магнитном поле, направленном вдоль направления прокатки, приводил к сильному возрастанию компоненты (100)[110] за счет двух других. Авторы объясняют это тем, что сплав железо-35% кобальта обладает сильной положительной магнитострикцией в направлении [100], которое также является направлением лёгкого намагничивания. Кристаллиты, у которых направление [100] совпадает с направлением внешнего поля, будут стараться удлиниться, однако, будучи ограниченными окружающим материалом окажутся в напряженном состоянии. Остальные же кристаллиты не претерпят или претерпят в меньшей степени подобные изменения формы и, следовательно, останутся менее напряженными. В результате, из-за разницы в энергии деформации вторые зерна будут обладать меньшей свободной энергией и, следовательно, будут более способны к росту. Также в работе отмечают необходимость дальнейших исследований этого вопроса. В работе [86] авторы приводят расчёт разности

энергий намагничивания между направлениями [100] и [110] в сплаве Fe-35%Co, которая составила $1,5 \cdot 10^4$ эрг/см³. Отмечается, что при нагреве до температуры отжига – 700°C, эта энергия не сопоставима с термической энергией, которая составляет $2 \cdot 10^8$ эрг/см³ и с энергией активации роста зёрен $2 \cdot 10^9$ эрг/см³. Следовательно, энергия магнитной анизотропии не может вносить серьёзный вклад в процессы формирования структуры при отжиге. Также авторы отмечают, что наблюдаемые эффекты влияния магнитного поля не зависят от величины поля после достижения магнитного насыщения данного материала. Таким образом, утверждается, что влияние магнитного поля на формирование текстуры при отжиге холоднодеформированного сплава Fe-35%Co проявляется только через возникающую в поле магнитострикцию. Похожие эксперименты проводились и для чистого железа [87]. Использовали магнитное поле напряженностью 1194 кА/м, воздействующее на процесс рекристаллизации в образцах из армко-Fe при температурах 700 и 725°C. Рекристаллизация производилась в специально сконструированной печи, позволяющей одновременно отжигать один конец образца в магнитном поле, другой – без поля. Текстура исследовалась рентгеновским методом, а микроструктура – с помощью оптического и электронного микроскопов. Было установлено, что при отжиге без поля рекристаллизация в основном заканчивалась через 20 секунд, а через 4 минуты уже не наблюдалось никаких признаков нерекристаллизованных областей. При отжиге в поле рекристаллизация была в начальной стадии даже после 30 минут отжига. Причем отжиг в магнитном поле создавал структуру рекристаллизации, отличающуюся от структуры, полученной при соответствующем отжиге без поля. Таким образом, установлено, что магнитное поле замедляет процесс рекристаллизации и позволяет получить некую особую структуру. Для объяснения этого эффекта был использован термодинамический подход, в рамках которого аналогично случаю с фазовыми превращениями учитывали изменение свободной энергии Гиббса при включении внешнего магнитного поля в соответствии с различиями исходной и формирующейся структуры. Замедление процесса рекристаллизации авторы объясняют уменьшением подвижности границ зёрен во внешнем магнитном поле. Гораздо позднее для IF (малоуглеродистой, свободной от включений) стали при отжиге в магнитном поле 12 Тл также показано [88], что магнитное поле затормаживает рекристаллизационные процессы.

Формирование текстуры в процессе магнитного отжига изучалось также в работе [89]. Образцы холоднокатаной проволоки из сплава железа с 5% никеля подвергались рекристаллизационному отжигу в магнитном поле $1,3 \cdot 10^4$ Э при температуре 590°C с выдержками 15 минут, 30 минут и 2 часа. В работе приводится краткая энергетическая оценка: при напряженности постоянного поля 10^4 Э магнитная энергия имеет порядок 10^7 эрг/см³ (для железа) и соизмерима с движущими силами первичной рекристаллизации (энергия,

накопленная при наклёпе, $10^5 - 10^8$ эрг/см³) и собирательной рекристаллизации (энергия границ зёрен 10^5 эрг/см³). Следовательно, такое поле должно влиять на процессы, протекающие при рекристаллизации. Показано, что в первые 15 минут выдержки текстура одинакова при всех вариантах обработки. Заметное влияние продольного и поперечного поля проявляется только через 30 минут выдержки, когда первичная рекристаллизация, как было видно по рентгенограммам, уже закончилась. Отсюда авторы заключают, что наложение магнитного поля влияет на текстуру не столько на стадии первичной рекристаллизации, сколько в процессе миграции границ зёрен и роста их за счёт друг друга при собирательной рекристаллизации. Наложение внешнего магнитного поля не вызывает появления новых текстурных направлений, но создаёт дополнительные энергетические условия для преимущественного развития одних ориентировок за счёт других. В процессе рекристаллизации сплава железа с 5% никеля магнитное поле или усиливает текстуру рекристаллизации $[110] \pm 15^\circ$, если оно направлено в продольном направлении, или ослабляет, если направлено в поперечном.

Более подробная оценка порядка величин энергий при взаимодействии внешнего магнитного поля с ферромагнетиком и сравнение их с энергиями превращений приведены в работе [41]. Предполагается, что термодинамический потенциал замкнутой системы при наложении внешнего магнитного поля равен:

$$F = U - TS + PV - HI . \quad (1.7)$$

При постоянных P и T $\Delta F = - E_{\text{магн}}$, где $E_{\text{магн}}$ - полная свободная энергия ферромагнетика, которая является суммой нескольких компонентов:

1. Взаимодействие вектора спонтанной намагниченности I_s с внешним полем H . Эта энергия приобретает существенное значение только в сильных полях. Например, при $H=10^4$ Э $E_H \approx 10^7$ эрг/см³, а при $H=10^6$ Э $E_H \approx 10^9$ эрг/см³.

2. Энергия кристаллографической магнитной анизотропии для кубических кристаллов. Обычно принимают $E_K \approx K_1$, где K_1 - разность в плотности магнитной энергии при направлении H вдоль осей легкого и трудного намагничивания.

Для железа при 20°C $K_1 = 4 * 10^5$ эрг/см³, при 500° $K_1 = 8 * 10^4$ эрг/см³.

3. Магнитоупругая энергия магнитоэластических деформаций возникает в силу магнитной анизотропии кристалла при переходе через точку Кюри во время охлаждения, а также от изменения намагничивающего поля при постоянной температуре.

При $\lambda = (1-20) * 10^{-6}$ и $E=2 * 10^4$ кг/мм² $E_\lambda = E \lambda^2 / 2 = 10^3$ эрг/см³.

4. При термомагнитной обработке в материале возможна устойчивая переориентировка пар атомов внедрения и пар вакансий, т.е. направленное упорядочение в поле магнитоэластических деформаций. По Снооку и согласно подсчетам Нееля, энергия индуцированной магнитной анизотропии $E_{\text{и}}=10^3 - 10^5$ эрг/см³.

5. Различие в размагничивающем факторе включений анизотропной формы в зависимости от их ориентировки по отношению к внешнему полю.

В то же время величина движущей силы при рекристаллизации, которая кроме всего прочего зависит от плотности дислокаций и степени холодной деформации, составляет приблизительно 10^5 - 10^8 эрг/см³, следовательно, магнитное поле при определенных условиях может оказывать существенное влияние на формирование структуры в ходе рекристаллизационного отжига [41].

Исходя из энергетической оценки, можно сделать вывод, что поскольку энергия наклепа зависит от плотности дислокаций, которая в свою очередь определяется степенью предшествовавшей деформации, влияние поля на стадии первичной рекристаллизации должно проявляться по-разному в зависимости от степени деформации. Эксперимент по магнитному отжигу двух одинаковых сплавов с разными степенями деформации проведен в [90] Для исследования были взяты образцы холоднокатаного кремнистого железа (Fe-3%Si) со степенями деформации 85 и 92%. Отжиг осуществлялся без магнитного поля и в поле 800 Э при 650°C в водороде в течение 6 часов. При деформации 85% для образцов, отожженных в магнитном поле, авторы наблюдали стимуляцию роста зародышей рекристаллизации, у которых плоскость (100) параллельна поверхности образца. Кроме того, наблюдалось подавление полей роста зародышей с ориентировкой (110), параллельной поверхности образца. Для образцов, деформированных на 92%, закономерности текстуробразования носили обратный характер. Магнитное поле стимулировало рост зародышей рекристаллизации, ориентированных плоскостью (110) параллельно поверхности образца. В зародышах с разной исходной ориентацией магнитное поле вызывает разную магнитострикционную деформацию. Менее деформированные зародыши в присутствии поля могут подвергнуться такой магнитострикционной деформации, что их энергия станет больше по сравнению с зародышами, ранее имевшими бóльшую энергию. Поэтому в присутствии поля зародыши, которые в обычных условиях растут незначительно, могут получить наибольшую скорость роста [90]. В заключение, авторы отмечают, что выяснение характера магнитострикционных деформаций в зародышах и механизма их влияния на текстуру должно явиться задачей дальнейшего исследования.

Экспериментальная возможность отжига в постоянных сильных магнитных полях появилась в конце 90-х годов прошлого века, с этим связан всплеск публикационной активности исследователей по всему миру. В работе [91] авторы отмечают, что при обработке сильным магнитным полем в отличие от поля обычной величины, можно ожидать ряд уникальных явлений. В самой же работе отмечается, что операция старения сплава Cu-17Fe при температуре 500°C во внешнем магнитном поле 10 Тл и выдержке 1 час способствует

достижению хорошего соотношения прочность/проводимость. Кроме того, отжиг в магнитном поле способствует сфероидизации дендритов Fe. Следовательно, подобная обработка может быть применена для получения материала с улучшенными свойствами.

В литературе имеются данные по отжигу в условиях сильных магнитных полей сплавов различного состава, но одним из наиболее популярных материалов для подобных исследований является электротехническая сталь в первую очередь ввиду своего широчайшего практического применения. Одной из главных характеристик, влияющих на функциональные свойства изделий из электротехнической стали является кристаллографическая текстура, а именно наличие текстурных компонент, содержащих направление легкого намагничивания. В [92] проводился эксперимент по магнитному отжигу в поле 10 Тл, которое было приложено вдоль направления прокатки Fe–3,25%Si образцов, имеющих текстуру деформации $\{111\}\langle 112 \rangle$. Обнаружено, что магнитное поле увеличивает долю текстурных компонент с направлением $\langle 001 \rangle$ параллельным направлению прокатки и магнитного поля в $\{hk0\}\langle 001 \rangle$ текстуре рекристаллизации. Авторы объясняют наблюдаемый эффект тем что в кристаллитах с направлением $\langle 100 \rangle$ вдоль поля, магнитострикция может способствовать процессам возврата и рекристаллизации.

Цикл работ [93-95] посвящён изучению влияния магнитного поля с индукцией до 19 Тл на формирование текстуры и на тип образующихся границ в ходе первичной рекристаллизации неориентированной стали Fe-Si с содержанием кремния 0,75%. Показано, что сильное магнитное поле увеличивает объемную долю зёрен Госсовской ориентировки $\{110\}\langle 001 \rangle$ в многокомпонентной текстуре рекристаллизации. Отмечается, что магнитное поле может замедлять формирование зародышей рекристаллизации, но ускоряет перемещение границ зерен. В более сильных полях эффект замедления компенсируется движущей силой магнитного поля, которая приводит к увеличению подвижности границ тех зерен, которые определенным образом ориентированы по отношению к полю. Объектом исследования являлись также образцы из сплава 3,25%Si. В [96] не обнаружено какого-либо существенного влияния магнитного поля 17 Тл на формирование основных текстурных компонент при отжиге 800°C в течение 15 минут, а в [97] показано, что магнитное поле 17 Тл, приложенное при температуре отжига 800°C не увеличивает ориентационную плотность Госсовских зёрен и зёрен $\{100\}\langle 001 \rangle$, однако увеличивает плотность аксиальной ориентировки $\langle 110 \rangle \parallel RD$ и уменьшает плотность аксиальной ориентировки $\gamma \langle 111 \rangle \parallel ND$. При этом средний размер зерна образце, отожженном при 30 Тл образце был на 26% меньше, чем в образце, отожженном без поля.

Влияние магнитного поля до 30 Тл на формирование структуры сплава Fe-1%Si оценивали в работе [98]. Прикладывали магнитное поле 1.5 Тл, 15 Тл и 30 Тл в процессе отжига Fe-1%Si образцов при 787°C (выше температуры Кюри на 27°C) в течение 1 часа. Обнаружено усиление

Госсовской компоненты в текстуре с увеличением поля, сопровождающееся значительным ростом зёрен. Предполагается, что магнитное поле ускоряет рост зерен в этих условиях. В работе [99] предметом исследования были образцы Fe-3,2%Si, подвергнутые предварительной первичной рекристаллизации в обычных условиях. Затем они подвергались холодной прокатке 50 и 70% и отжигу при 800 и 1000°C в магнитном поле 5 Тл. Отмечаются небольшие изменения в текстуре после магнитного отжига при 800°C, при 1000°C заметных изменений не наблюдалось.

Помимо Fe-Si сплавов отжигу в магнитном поле подвергались и другие ферромагнитные сплавы. Так, в обзоре [6] приводится описание следующего эксперимента. Усиленная магнитным полем 7 Тл Госсовская текстура $\{110\}\langle 001\rangle$ развивалась в прокатанных образцах Fe-27%Co в процессе отжига при температуре 920°C в течение 3 часов (температура Кюри сплава около 970°C) в сильном поле. Ориентационный выбор, обусловленный наличием магнитного поля, имел место на ранней стадии рекристаллизации. В зависимости от температуры рекристаллизации и от интенсивности поля это могло вести или прямо к формированию Госсовской компоненты при высокой температуре, как показано на функции распределения ориентаций (ФРО) (рис.1.10), или к образованию промежуточных текстурных компонент $\{111\}\langle 112\rangle$ или $\{112\}\langle 110\rangle$ при более низкой температуре. При отжиге без поля имели место несколько компонент низкой интенсивности, а в поле 7 Тл – одна сильная Госсовская. В соответствии с изменениями текстуры происходило улучшение магнитных свойств – коэрцитивная сила уменьшалась с 115 А/м до 50 А/м, индукция при поле 800 А/м увеличивалась с 1,66 до 1,87 Тл.

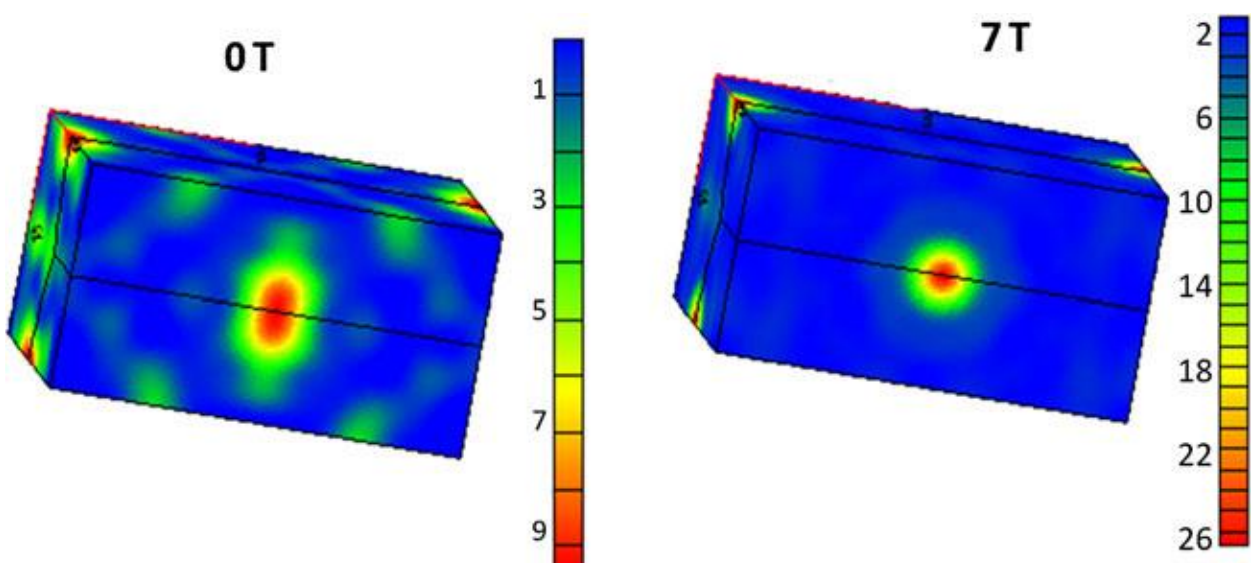


Рис.1.10. 3D функция распределения ориентаций для сплава Fe-27%Co после отжига 920°C – 3 часа без поля и в магнитном поле 7 Тл, полученная с помощью метода EBSD [18].

Похожий эффект наблюдался в сплаве Fe-9%(ат.) Co [100]. Обнаружено, что магнитный отжиг (0,5 Тл) тормозит рекристаллизацию и влияет на характер распределения границ зёрен по углам, в частности, на долю малоугловых границ в рекристаллизованном поликристалле. Авторы утверждают, что возможно несколько объяснений торможения рекристаллизации. Первое основано на предположении, что внешнее магнитное поле замедляет диффузию, которая в свою очередь тормозит диффузионные процессы, в частности рекристаллизацию. Другое объяснение основано на роли доменных стенок, которые выступают в качестве барьеров для движения границ зёрен. Доля малоугловых границ увеличивается с увеличением напряженности прикладываемого поля. Это объясняется наличием разницы во влиянии магнитного упорядочения на подвижность малоугловых и большеугловых границ, аналогично той, которая наблюдалась в процессе рекристаллизации в упорядоченном и неупорядоченном состоянии в сплавах Cu-Au. [101].

В последние годы стали появляться обзорные статьи, в которых авторы обобщают как свои данные, полученные при проведении цикла экспериментов по магнитному отжигу, так и результаты, полученные другими исследователями. В работе [102] Т.Ватанабе с соавторами представили обзор своих последних работ по применению магнитного поля в ходе различных металлургических процессов. В данной статье авторы подробно описали методику проведения экспериментов и проанализировали воздействие магнитного поля на различные процессы в ряде материалов, в том числе на рост зёрен в нанокристаллическом никеле. Сильное магнитное поле способно препятствовать аномальному росту зерен при отжиге, что показано на примере нанокристаллического никеля и сплава Fe-6,5 % Si. В их же статье [103], посвященной обзору исследований фазовых и структурных превращений в условиях сильного магнитного поля, обращается внимание на недостаточность в этих работах аргументов для объяснения происходящих процессов, но в то же время утверждается, что такая обработка является чрезвычайно важным инструментом для создания новых материалов с определенной структурой границ и заданным уровнем прочностных и физических свойств. В работе [104] авторы, обобщая свои результаты, подчеркивают, что магнитная обработка может быть перспективным инструментом для оптимизации свойств этих материалов. В более позднем обзоре [6] так же отмечается, что магнитное поле, прикладываемое в ходе отжига разнообразных материалов, является важным фактором воздействия на их структуру и функциональные свойства.

Работы по изучению влияния сильных магнитных полей на процессы в твердом теле содержат, в основном, экспериментальные данные, которые в каждом случае пытаются объяснить по-разному. До сих пор нет единых теоретических представлений о природе влияния поля на формирование структуры и на ориентировку зарождающихся и растущих зерен в

ферромагнитных материалах. Среди возможных причин упоминается вклад в общую энергию системы энергии магнестрикционных искажений, энергия магнитокристаллической анизотропии, изменение подвижности границ зёрен и т.д. Процессы структурообразования являются диффузионно-контролируемыми и, следовательно, вопрос о влиянии магнитного поля непосредственно на диффузию атомов является одним из определяющих.

1.3.3 Диффузия в постоянном магнитном поле. Диффузионная магнитная аномалия

Диффузионные процессы играют важную роль при формировании структуры в ходе отжига. По этой причине поиск методов контроля и воздействия на диффузию является важнейшей задачей. Идея воздействовать на диффундирующие элементы магнитным полем с целью изменить параметры диффузии появилась в середине 20-го века. Как будет показано ниже, результаты исследований в этой области весьма неоднозначны, в некоторых случаях имеет место противоречие между результатами, полученными разными авторами. В начале 60-х годов У. Юделис с соавторами выполнили цикл работ [105-106] по экспериментальному исследованию влияния магнитного поля на диффузию в твердых телах и рассмотрели некоторые модели этого влияния. В работе [105] приведены результаты исследований воздействия постоянного магнитного поля напряженностью 20 и 30 кЭ на диффузию в системе Al – Al-3% Cu. Коэффициенты диффузии определяли методом Больцмана-Матано по кривым изменений микротвердости в диффузионной зоне образцов. Определяли следующие диффузионные характеристики и параметры: коэффициент диффузии D , энергию активации Q и предэкспоненциальный множитель D^0 . При отжигах без поля получено:

$$D^{H=0} = 0.5_{-0.26}^{+0.55} \cdot 10^{-4} \exp \left[- \frac{(131.05 \pm 6.15) \text{ кДж / моль}}{RT} \right] \text{ м}^2 / \text{с};$$

При отжигах в магнитном поле:

$$D^{H \neq 0} = 0.45_{-0.26}^{+0.65} \cdot 10^{-4} \exp \left[- \frac{(134.02 \pm 5.15) \text{ кДж / моль}}{RT} \right] \text{ м}^2 / \text{с} .$$

Таким образом, в этой работе экспериментально установлено уменьшение коэффициента взаимной диффузии в системе Al+3%Cu на ~25%, которое отнесено именно к эффекту магнитного поля. В этой же работе и в [106] рассмотрены некоторые модели влияния постоянного магнитного поля на диффузию, основанные на макроскопическом (или магнитогидродинамическом) и микроскопическом подходах к рассматриваемой проблеме. В первом случае диффузионный поток в металле рассматривается как проводящая плазменная жидкость, текущая в присутствии постоянного магнитного поля. Уравнения движения магнитогидродинамики представляют собой обычные гидродинамические уравнения, модифицированные электромагнитными уравнениями Максвелла, учитывающими взаимодействие между движением проводящей жидкости и магнитным полем. Во втором случае (динамическое приближение) та же макроскопическая магнитогидродинамическая сила вязкости, действующая на диффундирующие атомы, представляет собой сумму магнитных сил, испытываемых индивидуальными частицами, то есть электронами и положительно заряженными ионами металла. Механизм воздействия постоянного магнитного поля на диффузию, по мнению авторов, заключается в действии силы Лоренца на диффундирующие ионы и электроны. Диффузия в сплаве в постоянном магнитном поле рассматривается как амбиполярная диффузия быстрых электронов и медленных ионов в плазме в приближении вырожденного электронного газа в металлах. Поперечное поле вызывает действие силы Лоренца, которое оказывает сдерживающее влияние, прежде всего на легкие электроны, переносимые диффузией, которые, в свою очередь, тормозят движение диффундирующих ионов. Наложение магнитного поля параллельно направлению диффузии не вызывало появления подобного эффекта, что качественно подтверждает предлагаемую модель [107].

В дальнейшем эти результаты и предложенные модели для их объяснения подверглись критике [108,109]. Например, в [108] авторы выполняли прямое исследование влияния постоянного магнитного поля 4 Тл на диффузию изотопа ^{63}Ni в поликристаллическом чистом Ti. Показано, что коэффициент диффузии в поперечном и продольном поле отличается не более чем на 1%, и в то же время больше коэффициента диффузии без поля приблизительно на 5 %. Эту разницу авторы связывают с тем фактом, что измерения выполнялись при двух независимых отжигах и не связывают ее с эффектом постоянного магнитного поля. Отсутствие какого-либо влияния магнитного поля 10 Тл на коэффициент диффузии водорода в Pd и Nb показано в [109]. В этой же работе авторы подвергли критике модель, предложенную в [105-106] и показали, что изменение коэффициента диффузии не может быть объяснено в рамках этой модели. В то же время, в более поздней работе [110] проанализировано влияние магнитного поля до 0,75 Тл на коэффициенты диффузии в диффузионных парах Sn-SnIn (1 % ат.) и Sn-SnBi (0,5% ат.) и показано их уменьшение при приложении магнитного поля.

В рамках настоящей диссертационной работы более важным является вопрос о влиянии магнитного поля на диффузию в ферромагнитных материалах. Большое количество работ на эту тему выполнено профессором А.В. Покоевым с соавторами [107, 111, 112]. Экспериментально показано замедление зернограницной диффузии ^{63}Ni в $\alpha\text{-Fe}$ в постоянном магнитном поле 5 кЭ, в то же время не обнаружено разницы в коэффициентах объемной диффузии при отжига в магнитном поле и без него [111]. Значительное влияние, оказываемое магнитным полем 5кЭ, на диффузию Al и Ni в $\alpha\text{-Fe}$ продемонстрировано в [112].

Важную роль в исследовании влияния магнитного поля на диффузию играет механизм, по которому диффузия протекает. В работе [114] высказано предположение, что диффузия по междоузельному механизму в железе реагирует на увеличение степени магнитного упорядочения сильнее, чем диффузия по вакансионному механизму. Это объясняется тем, что магнитное упорядочение решетки ведет к увеличению активационного барьера для диффузионного скачка. Данное предположение подтверждено экспериментально, например, в [115] где рассматривали влияние постоянного магнитного поля 6 Тл на диффузию С и Тi в Fe. Обнаружено замедление диффузии углерода, которая протекает по междоузельному механизму, и в то же время не было замечено разницы в скорости диффузии титана в железе в магнитном поле 6 Тл и без него.

Модель для расчета коэффициента диффузии в сильном магнитном поле предложена в [40]. Предложенное уравнение для коэффициента диффузии в сплавах на основе железа выглядит так:

$$D = D_p^0 \exp\left(\frac{Q_p + Q_m}{kT}\right), \quad (1.8)$$

где D_p^0 и Q_p - предэкспоненциальный множитель и энергия активации в парамагнитном состоянии соответственно;

Q_m – вклад магнетизма в энергию активации диффузии в ферромагнитном состоянии, который может быть выражен как:

$$Q_m = aJ(T) = b \frac{\lambda M^2 + 2 \int_0^H M dH}{\lambda M_0^2 + 2HM_0}, \quad (1.9)$$

где $b=aJ_0$ – константа.

Согласно предложенной модели коэффициент диффузии будет уменьшаться с повышением напряженности внешнего магнитного поля, как показано на примере гетеродиффузии Со в $\alpha\text{-Fe}$ на рис. 1.11. В качестве экспериментальных данных приведены результаты [116].

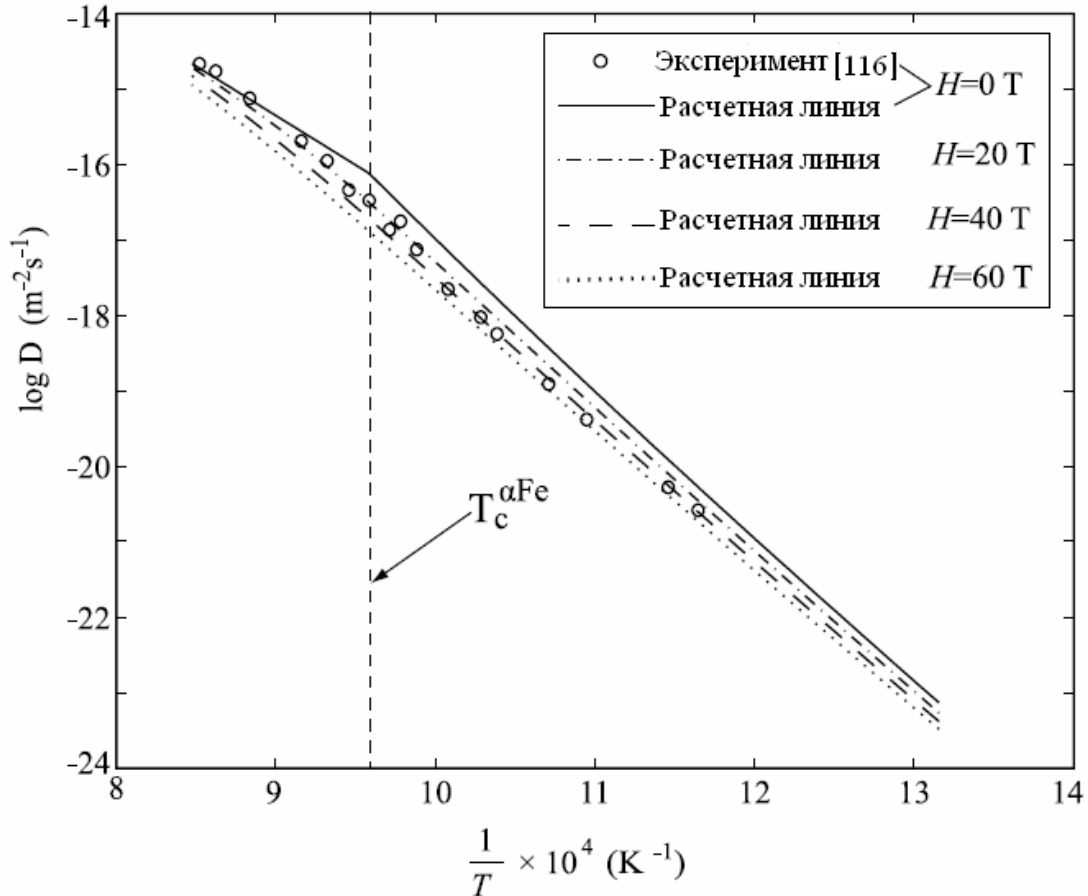


Рис. 1.11 Рассчитанный коэффициент диффузии Co в α -Fe в зависимости от температуры и напряженности внешнего магнитного поля [40].

Эффект влияния постоянного магнитного поля на диффузию реализуется через несколько микроскопических механизмов. В различных температурных, полевых и концентрационных интервалах может либо доминировать тот или иной фактор или механизм, либо они могут действовать одновременно, усиливая или компенсируя свое воздействие на диффузию. Например, на начальных стадиях отжига в магнитном поле эффективен концентрационно-магнитный механизм диффузии, когда градиент концентрации диффундирующих атомов, а, следовательно, и величина силы, действующей на атомы, максимальны. С ростом времени и напряженности постоянного магнитного поля возрастает магнитное упорядочение ферромагнитной матрицы и начинают доминировать другие механизмы его влияния на диффузию [117].

Известно, что диффузионная подвижность атомов в магнитоупорядоченном состоянии значительно ниже, чем её можно ожидать при экстраполяции зависимости Аррениуса из парамагнитной области [118]. Данное явление получило название “Диффузионная магнитная аномалия”. Кроме того, предэкспоненциальный множитель и энтальпия активации диффузии для ферромагнитного состояния выше соответствующих значений для парамагнитного

состояния [119]. Явление диффузионной магнитной аномалии наблюдали, в частности, при самодиффузии железа [118-120], гетеродиффузии в Fe, Ni, Co и в их сплавах [119,121]. В литературе описано несколько моделей данного явления, так, например, в [122] представлена модель, где проводится аналогия между ферромагнитным упорядочением и сплавами с атомным упорядочением. Проведены первопринципные расчеты энергий формирования и миграции вакансий в Fe с различными примесями в ферромагнитном и парамагнитном состоянии [123], а также коэффициентов самодиффузии для спин-поляризованных металлов в ферромагнитном и парамагнитном состоянии [124].

1.4 Выводы из литературного обзора и постановка задач исследования

Приложение сильного постоянного магнитного поля в процессе термически активируемых превращений в металлических материалах приводит к появлению заметных эффектов при формировании структуры и свойств. Обычно это связывают с изменением термодинамических параметров системы в связи с различными магнитными свойствами матрицы и образующейся фазы. Вопросы термодинамики фазовых переходов в условиях приложения сильного магнитного поля проработаны достаточно полно, однако изменение кинетики таких превращений до конца не изучено. При анализе литературы по кристаллизации из аморфного состояния в сильном магнитном поле наблюдаются противоречия между экспериментальными данными и их интерпретацией, разными исследователями. Много открытых вопросов остается при исследовании структурных превращений в ферромагнитных сплавах без фазового перехода в условиях магнитного поля. Не имеется общепринятых представлений о механизмах и природе такого влияния, что связано с многообразием происходящих процессов и недостатком экспериментальных данных. Проведение экспериментов по отжигу в сильном постоянном магнитном поле и в настоящий момент затруднительно, так как необходимым для экспериментов оборудованием обладают единичные исследовательские центры. Для выработки общепризнанной теории о механизмах влияния сильного магнитного поля на процессы структурной эволюции необходимо большое количество экспериментов по обработке в постоянном магнитном поле и данных по исследованию структуры и свойств. В качестве объектов изучения необходимо использовать материалы с разным типом кристаллической решетки, с разным направлением легкого намагничивания, при этом соотносить температурные

интервалы протекания структурных превращений с температурой магнитного перехода. В настоящей работе в качестве материалов для исследования были выбраны магнитомягкие сплавы, широко применяемые в промышленности, на основе железа и никеля. Цель работы состояла в изучении закономерностей формирования структуры и кристаллографической текстуры при отжиге в сильном постоянном магнитном поле деформированных сплавов с ОЦК и ГЦК решеткой, а также аморфных лент. В соответствии с вышесказанным, в диссертационной работе были поставлены следующие задачи:

- 1) Изучить исходную структуру и кристаллографическую текстуру выбранных для исследований материалов. На основании литературных данных или собственных исследований определить температурную область протекания структурных превращений при нагреве, температуру Кюри и направление легкого намагничивания в выбранных сплавах;
- 2) Изучить особенности процесса кристаллизации аморфных лент на основе Fe-Si-B в сильном магнитном поле в сплавах с нанокристаллизующими элементами и без таких элементов;
- 3) Исследовать процессы, происходящие при отжиге в сильном магнитном поле при температурах ниже точки Кюри и ниже температуры первичной рекристаллизации в деформированных лентах сплавов Fe-1,5 и 3%Si, Fe-50%Ni;
- 4) Изучить закономерности формирования текстуры на разных стадиях превращения при нагреве, включающих в себя обработку в сильном постоянном магнитном поле, в сплавах Fe-1,5 и 3%Si; Fe-50%Ni и Ni-30%Co.

2 Выбор материалов и методика исследований

2.1 Выбор материалов и приготовление образцов

В ходе выполнения работы были исследованы кристаллические образцы из сплавов Fe-1,5% и Fe-3%Si; Fe-50% Ni; Ni-30%Co, а также аморфные образцы из сплавов Fe₈₁Si₇B₁₂ и Fe_{73,5}Cu₁Nb₃Si_{13,5}B₉. Эти материалы широко используются в промышленности как магнитомягкие сплавы, то есть характеризуются узкой петлей гистерезиса, высокой магнитной проницаемостью и малой коэрцитивной силой.

Сплавы Fe-Si при содержании кремния 1,5 (№1) и 3 % (№2) являются ОЦК твердым раствором железа с кремнием. Эти сплавы - ферромагнетики с направлением легкого намагничивания по ребру куба $\langle 100 \rangle$ и направлением трудного намагничивания по пространственной диагонали $\langle 111 \rangle$. Температура Кюри сплавов Fe-1,5%Si и Fe-3%Si составляет 767 и 742°C, соответственно. Температура начала первичной рекристаллизации зависит от степени деформации, но при средних и высоких степенях деформации в этих сплавах рекристаллизация осуществляется в температурных интервалах ниже температуры Кюри.

Промышленный сплав Fe-1,5%Si или так называемая изотропная электротехническая сталь используется для генераторов и других аппаратов с разветвленным магнитным потоком. Окончательная структура формируется в результате первичной и собирательной рекристаллизации. Несмотря на название «изотропная», распределение ориентировок зерен в такой стали не является беспорядочным, и кристаллографическая текстура содержит определенный набор ориентировок, характерный для многих других ОЦК сплавов.

Сплав Fe-3%Si чаще всего используется как анизотропная сталь, окончательная крупнозернистая структура вторичной рекристаллизации и ребровая текстура (текстура Госса) $\{110\}\langle 001 \rangle$ в этой стали формируется в результате высокотемпературного отжига. Этот материал используют в качестве сердечников трансформаторов. Магнитные свойства Fe-Si сплавов, такие как индукция насыщения, константа магнитной кристаллографической анизотропии и магнитострикция насыщения могут различаться ввиду разного содержания кремния (рис. 2.1). В настоящей работе оба эти сплава используются для изучения влияния внешнего магнитного поля при отжиге на структуру и кристаллографическую текстуру.

Рассматривается только стадия первичной рекристаллизации, т.к. анализ структуры и текстуры после вторичной рекристаллизации требует наличия большой площади экспериментальных образцов, что проблематично в условиях отжига в сильном магнитном поле.

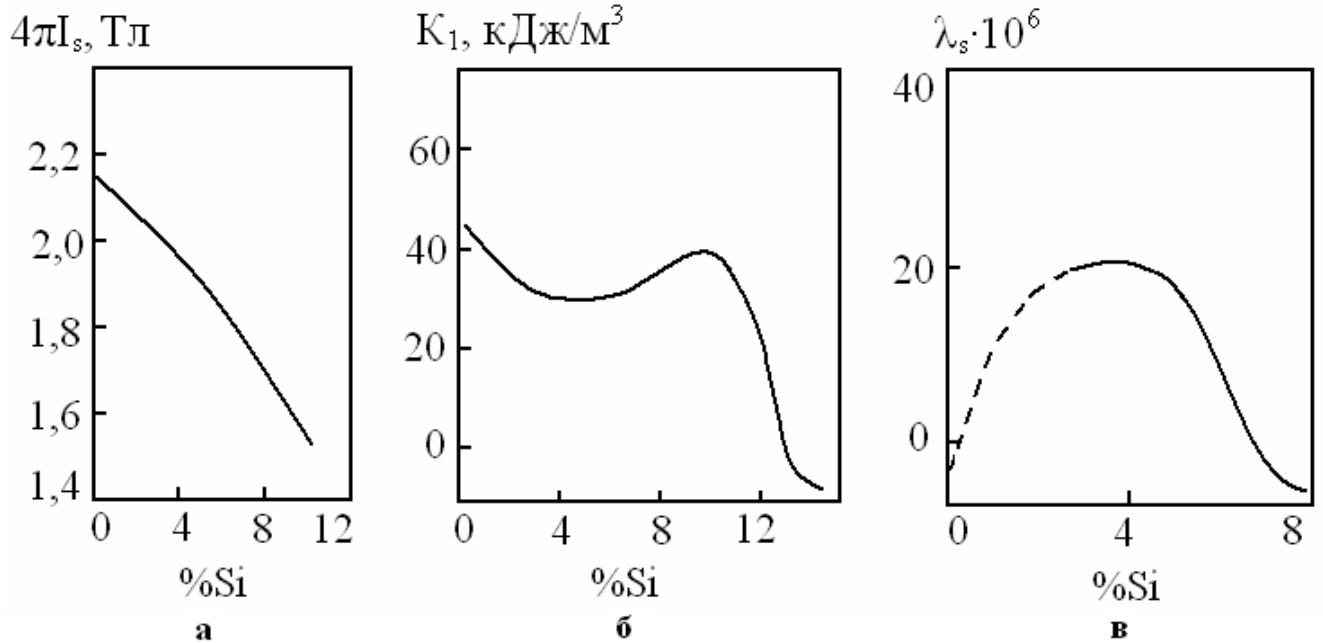


Рис. 2.1. Влияние содержания кремния на индукцию насыщения (а), константу магнитной кристаллографической анизотропии (б) и магнитострикцию железа (в) [125].

Образцы вырезались из листов сплавов, полученных холодной прокаткой в заводских условиях до толщины 0,58 мм (деформация 74%) – сплав №1 и 0,75 мм (деформация 66%) – сплав №2. В некоторых случаях дальнейшая холодная прокатка осуществлялась на лабораторном стане «Кварто-150» с диаметром рабочих валков 45 мм в ИФМ УрО РАН. Химический состав образцов указан в таблице 2.1.

Таблица 2.1. Химический состав сплавов Fe-Si, масс %

№	Si	Al	C	S	N	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Ti
1	1,50	0,52	0,03	0,007	0,007	0,26	0,064	0,05	0,04	0,08	0,008
2	3,07	0,018	0,03	-	0,010	0,19	-	-	-	0,43	

В ходе первичной рекристаллизации прокатанных сплавов Fe-1,5%Si и Fe-3%Si в обычных условиях формируется многокомпонентная текстура. Тип текстуры зависит в основном от степени деформации. На рис. 2.2. в качестве примера приведены сечения ФРО при $\varphi_2=45^\circ$ для изотропной стали, а на рис.2.3. - положение идеальных ориентировок в этом сечении.

В настоящей работе рассматривается влияние магнитного поля на формирование структуры в холоднокатаных листах Fe-Si по ходу первичной рекристаллизации и процессов, ей предшествующих. Исходя из того факта, что кубическая текстура и текстура Госса содержат в себе ребро куба, которое является направлением лёгкого намагничивания можно предположить, что магнитное поле, прикладываемое вдоль направления прокатки должно определённым образом повлиять на формирование и рост таких зёрен.

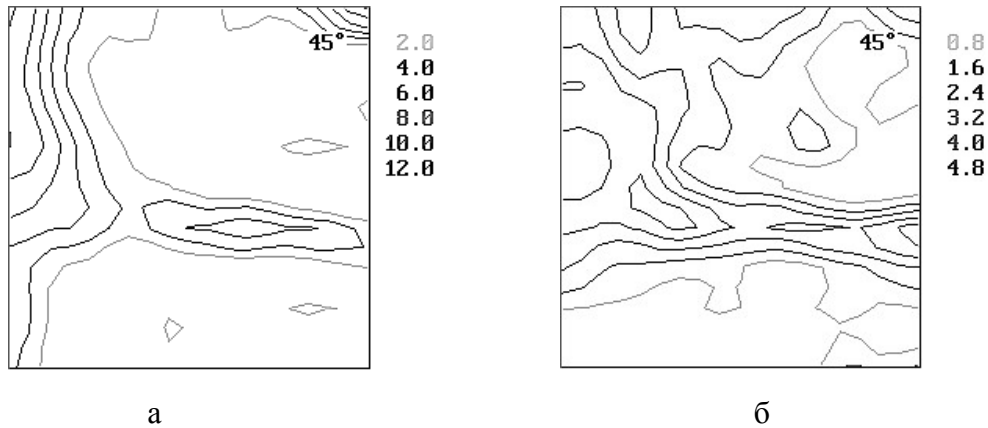


Рис.2.2. Текстура деформации ($\epsilon = 80\%$) (а) и первичной рекристаллизации (б) после отжига при 800°C сплава Fe-1,5%Si [126].

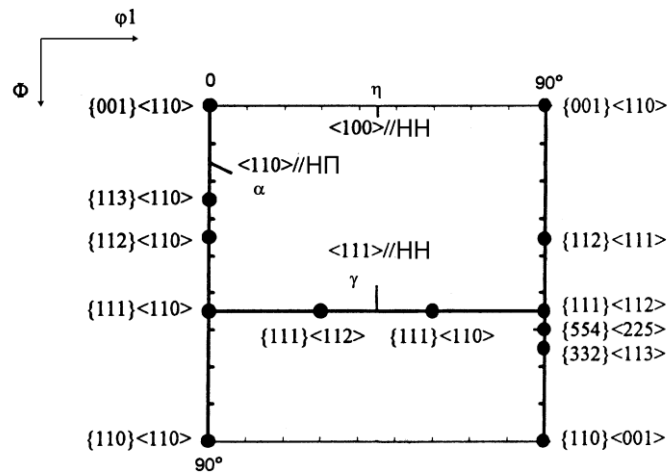


Рис.2.3. Положение идеальных ориентировок в сечении пространства углов Эйлера при $\phi_2 = 45^\circ$ для ОЦК металлов.

Сплав № 1 в исходной толщине (0,58 мм) подвергли дорекристаллизационному отжигу в магнитном поле 10 Тл, а также без поля при температуре 450°C в течение 15 мин. Сплав № 2 (толщиной 0,75 мм) отжигали при температуре 450°C в течение 10 мин в поле 10 и 20 Тл, а также без поля. После такой обработки все образцы подвергали холодной прокатке и отжигу для протекания первичной рекристаллизации в лабораторных условиях Института физики металлов: сплав № 1 – до толщины 0,44 мм (24%) и отжигу при 800°C в течение 30 мин, сплав

№ 2 – до 0,25 мм (66%) и отжигу при 850°C в течение 15 мин. Сплав № 2 помимо этого, после дорекристаллизационного отжига в поле 20 Тл и без поля, подвергали медленному нагреву со скоростью 150°C/ч с 400 до 700°C. Кроме этого сплав № 1 исходной толщины был докатан до 0,44 мм и отожжен в поле 20 Тл при 800°C (выше точки Кюри) в течение 30 мин, а также отожжен в поле 20 Тл при 450°C (ниже точки Кюри), 15 мин, а затем без поля при 800°C в течение 30 мин. Для большинства сплавов, используемых в данной работе проводился не только отжиг путём непосредственной посадки на заданную температуру, но и отжиг с медленным нагревом. Ожидалось, что в этом случае влияние сильного магнитного поля проявится в более полной степени.

Сплав Fe-3%Si (монокристалл). В качестве материала исследования был взят плоский монокристалл сплава Fe-3 %Si с ориентировкой (110). Этот выбор был обусловлен следующими обстоятельствами. Кубическая ориентировка (001)[110] образует границы высокой подвижности с ориентировкой (112)[110], т.к. разориентировка между этими компонентами выражается поворотом на 35,26° вокруг общей оси <110>, что характерно для границ высокой подвижности в ОЦК металлах. Известно, что холодная прокатка на 80-90% монокристалла (110) в направлении 45° к кристаллографическому направлению <001> приводит к текстуре деформации (112)[110] [127]. Однако в результате рекристаллизационного отжига образца с такой текстурой не образуется явно выраженной преимущественной ориентировки, вероятно, из-за отсутствия благоприятно ориентированных к матрице зародышей. В настоящей работе центры рекристаллизации с кубической ориентировкой были внесены искусственно. Из заводского листа Новолипецкого металлургического комбината Fe-3%Si после вторичной рекристаллизации с аномально крупными Госсовскими зёрнами были вырезаны плоские монокристаллы (110)[001] толщиной 0,46 мм, длиной 30 и шириной 10 мм. Монокристаллы охлаждали в жидком азоте, затем прокатывали на небольшую степень деформации (менее 3%) в направлении [001]. При этом поперек направления прокатки образовалось множество двойников деформации. На рис.2.4 представлена ориентационная карта EBSD с поверхности образца после такой обработки. На фоне исходной ребровой ориентировки (отклонение от идеальной (110)[001] составляло 8,5°) видны двойники с ориентировкой (001)[110]. Ширина этих двойников составляла около 4 мкм. Далее образцы с внесенными двойниками были прокатаны в холодную на 80% под углом 45° к направлению [001] исходного монокристалла. При этом текстура основного монокристалла переходила в ориентировку (112)[110]. Из прокатанных лент толщиной 0,09 мм с внесенными двойниками вырезали образцы длиной 25 и шириной 5 мм, которые помещали в вакуумированные кварцевые ампулы и подвергали отжигу в

магнитном поле. Отжиг осуществлялся путём медленного нагрева с 300 до 700°C со скоростью 7°C/мин и выдержкой 30 минут при 700°.

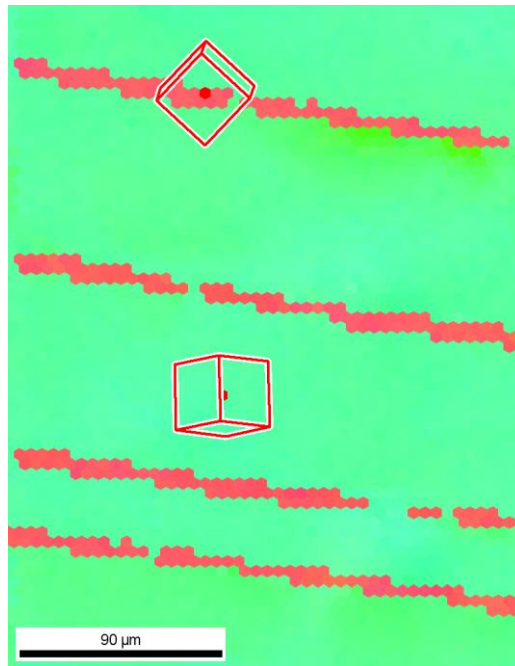


Рис.2.4. Фрагмент ориентационной карты EBSD Госсовского плоского монокристалла с внесенными деформационными двойниками.

Сплав Fe-50%Ni – ферромагнетик с ГЦК кристаллической решеткой. Направления лёгкого и трудного намагничивания - ребро куба и его пространственная диагональ соответственно, как и в сплаве Fe-Si. Температура Кюри – 500°C, температурный интервал рекристаллизации 540 - 590°C при степени деформации 99% [79]. Применяется в качестве магнитомягкого материала с прямоугольной петлей гистерезиса (50НП [128]), кроме того, сплав может быть использован в качестве текстурованной подложки для ВТСП второго поколения [129]. Образцы выплавлялись из никеля чистотой 99.99% и железа - 99.97% в алундовом тигле в атмосфере аргона в лабораторной вакуумной индукционной печи. Слитки были прокованы при температуре 1000-800°C в прутки размером 10 x 10 мм². Далее проводили теплую ковку при температуре 650°C до размера 7 x 7 мм². Выплавка сплавов и ковка слитков производилась в Секторе синтеза сплавов и монокристаллов ИФМ УрО РАН. После шлифовки, заготовки с размерами 6 x 6 x 150 мм³ были отожжены при температуре 800°C, 1,5 ч. Холодная прокатка заготовок осуществлялась на полированных валках до толщины 80 мкм. Степень деформации при холодной прокатке составила 99%. ФРО текстуры деформации прокатанных сплавов и положение отдельных текстурных компонент на сечениях приведены на рис.2.5. Как уже упоминалось в литературном обзоре, сплав Fe-50%Ni обладает достаточно высокой ЭДУ и в

текстуре деформации (рис.2.5.) сумма объемных долей компонент C и S больше удвоенной объемной доли компоненты B, поэтому в результате первичной рекристаллизации в этом сплаве в ходе отжига при 1000°C, 1 ч должна формироваться однокомпонентная кубическая текстура.

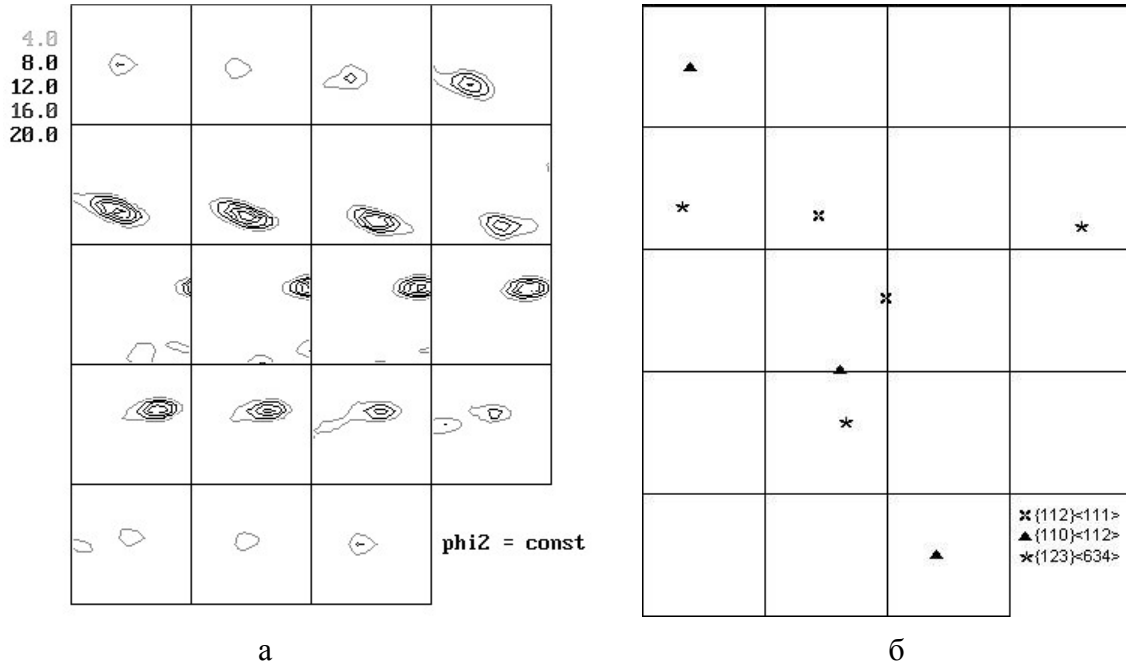


Рис.2.5. Текстура холодной прокатки ($\epsilon = 99\%$) сплава Fe-50%Ni (а) и положения основных текстурных компонент (б). Сечения функций распределения ориентаций (ФРО) при $\phi_2 = \text{const}$ [130].

Из прокатанной ленты вырезались образцы длиной 25 и шириной 5 мм. Было проведено 2 эксперимента по магнитному отжигу образцов из сплава Fe-50%Ni. В ходе первого отжиг в магнитном поле проводился при температуре 490°C в течение 15 минут и при температуре 600°C в течение 30 минут. Напряженность внешнего магнитного поля составляла 10 или 20 Тл, отжиг без поля проводился в аналогичных условиях для образцов из той же партии. После этого часть образцов, подвергнутых дорекристаллизационному отжигу при 490°C в поле и без поля, была отожжена в лабораторной вакуумной печи без поля в Институте физики металлов при температуре 600°C в течение 30 минут и при 800°C с медленным нагревом от 500°C со скоростью 100°C/час и выдержкой 1 час. Второй эксперимент включал в себя отжиг с медленным нагревом от 300°C до 500°C со скоростью 10°C/мин и выдержку при конечной температуре 20 минут. Прикладывалось магнитное поле 20 или 29 Тл. Затем часть образцов, предварительно отожженных в магнитном поле, подвергалась отжигу с медленным нагревом 2°C/мин. от температуры 400°C до 675°C.

Сплав Ni-30%Co – ферромагнетик с ГЦК решеткой. Имеет направление легкого намагничивания $\langle 111 \rangle$, соответствующее пространственной диагонали куба. В монографии [131] приводятся данные, из которых видно, что константа анизотропии в этом сплаве меняется немонотонно (рис.2.6.) – от отрицательного значения для чистого никеля к положительным величинам в области 5 – 20% (ат.) Co и затем снова опускается в отрицательную область. Автор отмечает, что, несмотря на это, намагниченность насыщения этого сплава меняется линейно с химическим составом.

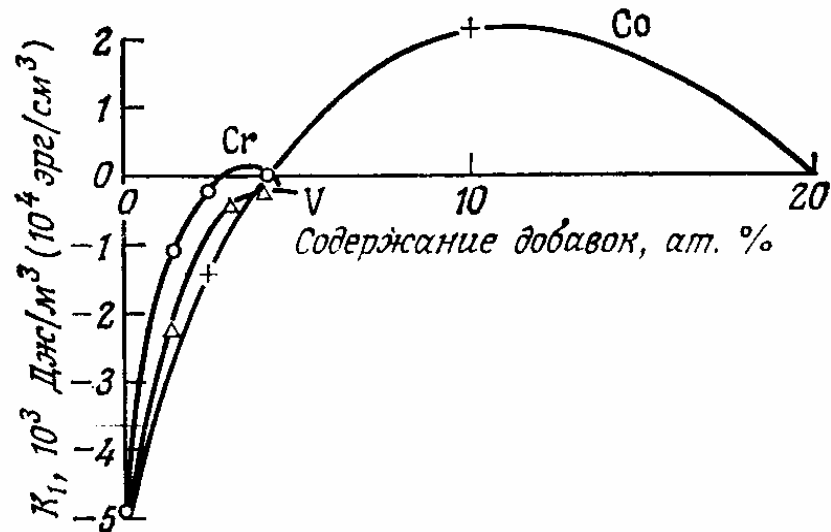


Рис.2.6. Зависимость константы K_1 от состава для различных сплавов никеля (Измерения K_1 проводились при комнатной температуре) [131].

Поэтому в качестве материала с направлением легкого намагничивания $\langle 111 \rangle$ был выбран сплав Ni-30%Co. Для того чтобы сравнивать поведение этого сплава при отжиге в магнитном поле с ГЦК сплавом Fe-50%Ni с направлением легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$, важно, чтобы другие его структурные свойства было похоже, в частности, осуществлялась возможность получения кубической текстуры при первичной рекристаллизации. Известно, что во многих сплавах на основе никеля после холодной прокатки с высокой степенью деформации 98-99% в результате первичной рекристаллизации образуется однокомпонентная кубическая текстура. Для этого необходимо, чтобы добавление легирующего элемента к никелю не уменьшило энергию дефектов упаковки (ЭДУ) в сплавах ниже определенного предела, когда кубическая текстура образовываться не будет. В работе [132] показано, что текстуру деформации сплава Ni-30%Co можно отнести к текстуре «типа металла», в которой после рекристаллизации может формироваться кубическая текстура, а сплава с 60%Co – к текстуре «типа сплава», в которой кубическая текстура образовываться не будет. Судя по рисунку 17.а в работе [133] добавление 30% кобальта к никелю существенно понижает ЭДУ, сильнее, чем 14% хрома в никелевом

сплаве, что является предельной концентрацией для получения кубической текстуры, как установлено в [134]. С другой стороны, из рисунка 17.b в работе [133] следует, что вероятность образования дефектов упаковки в сплаве Ni-30%Co ниже, чем в сплаве Ni-14%Cr. Таким образом, для проведения работы был выбран и выплавлен сплав Ni-30%Co. Для контроля текстуры деформации прокатанного сплава в настоящей работе были рассчитаны объемные доли основных ориентировок на основании ФРО, полученной из рентгеновских данных. На рис. 2.7 приведены сечения ФРО ленты из этого сплава, прокатанной на 99%. Анализ объемных долей деформационных ориентировок показывает следующее их количество: C - 14%; S - 27%; B - 15%, что свидетельствует о преобладании суммы благоприятных ориентировок C и S над удвоенной объемной долей ориентировки B . В сплаве Fe-50%Ni сумма благоприятных ориентировок C и S несколько больше, а удвоенная объемная доля ориентировки B меньше, чем в сплаве с кобальтом, однако, рентгеновские измерения показали, что при обычно используемом для никелевых сплавов режиме отжига 1000°C , 1 ч в ленте из сплава Ni-30%Co образуется однокомпонентная кубическая текстура, при этом присутствует небольшое количество двойниковых ориентировок. Поскольку кубическая текстурная компонента $\langle 100 \rangle \{001\}$ не содержит направления легкого намагничивания $\langle 111 \rangle$, при магнитном отжиге подобного сплава можно ожидать эффектов отличающихся от эффектов в сплавах, в которых при отжиге также формируется кубическая текстура, однако направление лёгкого намагничивания совпадает с ребром куба.

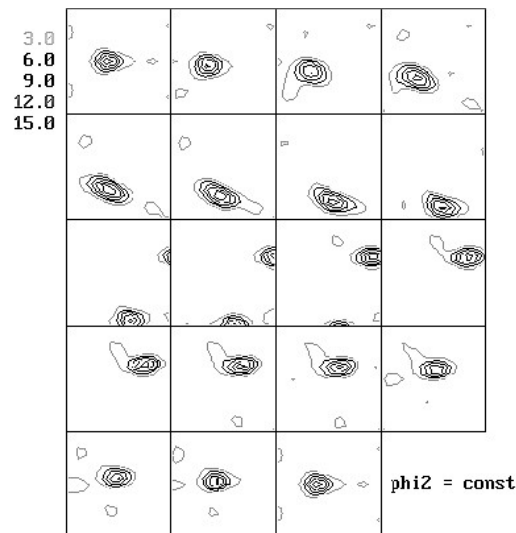


Рис.2.7. Функции распределения ориентаций (ФРО) текстуры деформации сплава Ni-30%Co.

Сплав никеля с кобальтом был выбран еще и потому, что в этом материале высока температура Кюри и есть возможность провести рекристаллизационный отжиг в магнитном поле, когда материал находится в ферромагнитном состоянии.

Путем исследования аномалий в ходе кривой изменения КТЛР при медленном нагреве деформированной ленты в dilatометре определили температурный интервал протекания первичной рекристаллизации в сплаве Ni-30%Co (Рис.2.8.). Для этого сплава были зарегистрированы два температурных интервала скачкообразного изменения КТЛР, первый находится в области температуры 400°C и соответствует процессу первичной рекристаллизации. Следующий пик на кривой КТЛР находится в области температуры 680°C и указывает на магнитное превращение. Такую же температуру для точки Кюри сплава Ni-30%Co можно найти на фазовой диаграмме системы Ni-Co.

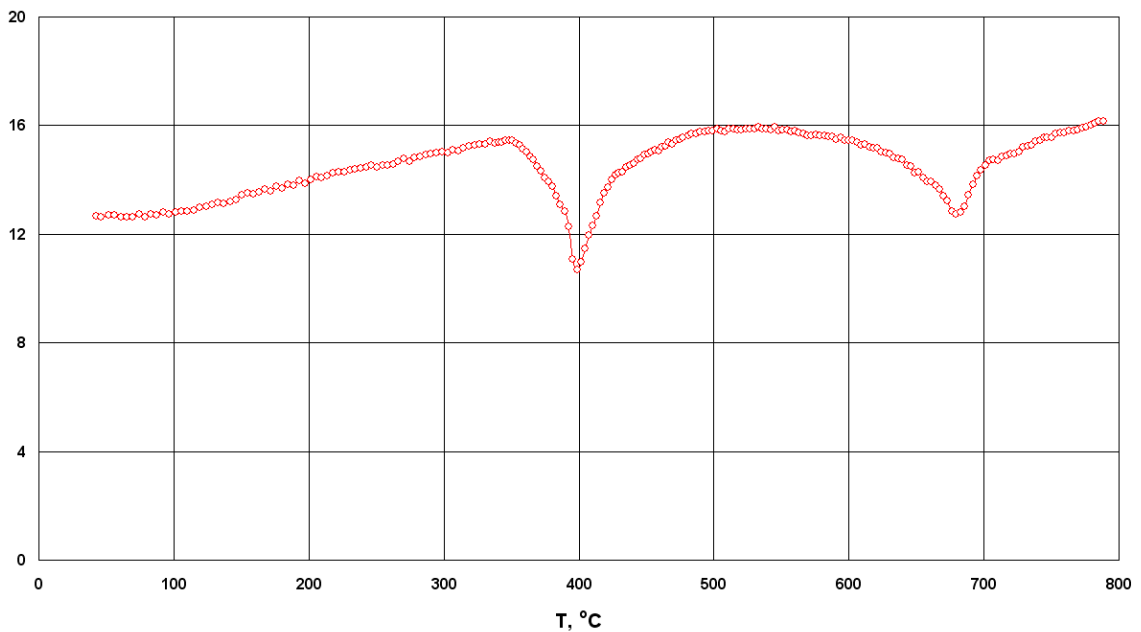


Рис.2.8. Изменение КТЛР при нагреве со скоростью 2°C /мин холоднодеформированного (99%) образца сплава Ni-30%Co.

Исходя из вышеприведенных сведений, для отжига в магнитном поле были выбраны температуры 550 и 800°C. Первая температура находится выше температуры начала первичной рекристаллизации, но ниже температуры Кюри. При температуре 800°C процесс рекристаллизации протекает в материале, находящемся в парамагнитном состоянии.

Сплав Ni-30%Co был выплавлен в алундовом тигле в атмосфере аргона в лабораторной вакуумной печи. При выплавке сплава использовали электролитический никель марки НО чистотой 99,99 % и кобальт марки К0 чистотой 99,98%. Слитки были прокованы при температуре 1000–800°C на прутки сечением 10 x 10 мм². Полученные прутки подвергались механообработке до сечения 7 x 7 мм² и отжигались в вакууме при 800°C 1,5 ч для создания однородной равновесной структуры. После отжига заготовки шлифовали до размера 6 x 6 x 150 мм³. Средний размер зерна перед операцией холодной прокатки составлял 40 мкм. После холодной прокатки с использованием полированных валков были получены ленты толщиной

100 мкм, степень деформации при этом составила 99%. Отжиг в магнитном поле 20 или 29 Тл производился путем нагрева с 300 до 550°C со скоростью 10°C/мин. и выдержкой при 550°C 30 минут, а также посадкой в печь на 800°C и выдержкой 60 минут.

Аморфные ленты из сплавов $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$. В диссертационной работе проведен анализ влияния сильного магнитного поля на формирование структуры в ходе кристаллизующего отжига из аморфного состояния. Для этого использовались образцы из сплавов $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$. Сплав $Fe_{81}Si_7B_{12}$ обладает высокой способностью к аморфизации и хорошим уровнем функциональных свойств, благодаря этому большое количество разработок аморфных магнитных материалов сосредоточено именно на сплавах данной системы. Подобные сплавы широко применяются в промышленности, как правило, в аморфном или частично кристаллизованном состоянии в качестве магнитомягких материалов [135]. В данном исследовании этот сплав использовался в качестве модельного материала и подвергался кристаллизующему отжигу в магнитном поле. Известно, что при кристаллизации из аморфного состояния в сплавах $Fe_{81}Si_7B_{12}$ при температурах порядка 490°C происходит выделение кристаллитов α -Fe(Si), что подтверждается наличием пика на кривой изменения тепловых эффектов, полученной с помощью дифференциального сканирующего калориметра, а также изменением электрического сопротивления [136]. При дальнейшем нагреве происходит рост кристаллов α -Fe(Si), а при достижении температуры порядка 505-510°C начинается выделение кристаллов Fe_2B из аморфной матрицы. Затем происходит рост крупных частиц за счёт более мелких с целью снижения суммарной энергии межфазных границ. При температуре выдержки 580°C, которая выбрана для отжига образцов, в сплаве сходного состава $Fe_{78}B_{13}Si_9$ наблюдается сочетание наивысшей скорости зарождения кристаллов и их роста (рис.2.9).

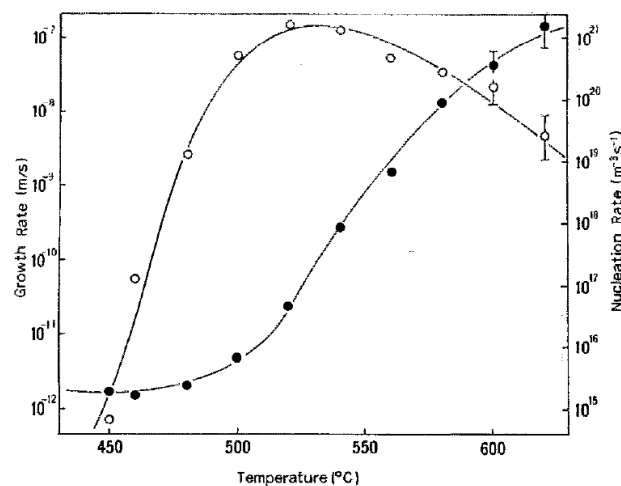


Рис.2.9. Изменение скорости роста кристаллитов фазы α Fe(Si) (●) и скорости их зарождения (○) с температурой [137].

Сплав $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ разработанный японскими учёными [138] и получивший название фанмет представляет собой типичное для металлических стекол сочетание элементов Fe-Si-B с небольшими добавками Cu и Nb. В данном сплаве после кристаллизующего отжига формируются нанозёрна размером 10-15 нм. Это связано с наличием в составе Cu и Nb и их низкой растворимости в твердом растворе $\alpha\text{Fe-Si}$, медь ускоряет формирование центров кристаллизации, в то время как ниобий препятствует укрупнению зёрен и тормозит образование боридов. В процессе кристаллизации сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ по мере увеличения температуры отжига формируются следующие фазовые компоненты структуры: кластеры Cu; прослойка FeNbB в аморфном или нанокристаллическом состоянии; зёрна основной фазы $\alpha\text{Fe-Si}$ (20% ат.)Si. Последующее увеличение температуры ведет увеличению размеров зёрен Fe-Si. При повышении температуры отжига выше 600°C начинают выделяться продукты вторичного расслоения – зёрна Fe_3B – Fe_2B . Схематически эволюция структуры при кристаллизации сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ показана на рис. 2.10.

В рамках подготовки к выполнению работы по исследованию формирования структуры в ходе нанокристаллизующего отжига в магнитном поле был выполнен анализ влияния режимов отжига без приложения магнитного поля на формирующуюся при кристаллизации из аморфного состояния структуру сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ [140]. Показано, что оптимальным режимом отжига с точки зрения формируемой структуры и функциональных свойств является отжиг при 550°C – 30 минут.

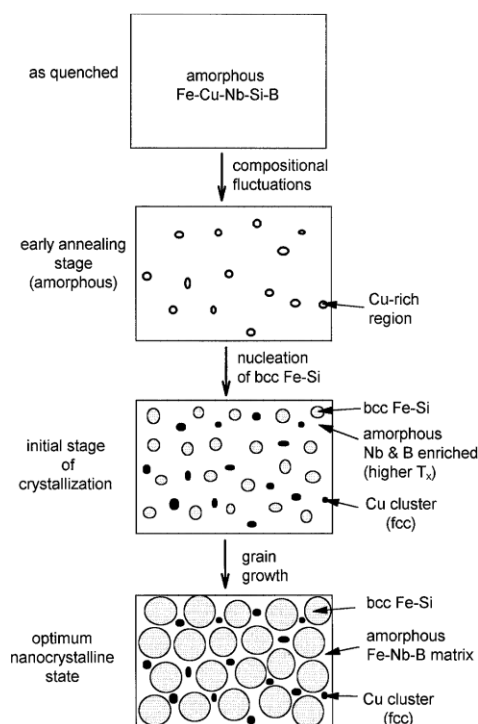


Рис.2.10. Схема формирования структуры при отжиге аморфного сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ [139].

Образцы $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ и $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ в виде аморфных лент толщиной 25 и 20 мкм и шириной 2,5 и 0,8 мм, соответственно, были получены методом закалки на барабан в Институте физики металлов УрО РАН. Образцы отжигались в магнитном поле 6, 10, 20 или 29 Тл либо посадкой в печь на заданную температуру (580°C для $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ и 550°C для $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$) и выдержкой 30 мин, либо с медленным нагревом до этих температур, начиная с 300°C со скоростью 14°C/мин и выдержкой 30 мин для $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, и 8,3°C/мин и выдержкой 20 мин для $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$. Магнитное поле при отжиге было направлено вдоль длинной оси лент.

2.2 Отжиг в сильном магнитном поле

Отжиг в сильном магнитном поле проводился в Национальной лаборатории сильных магнитных полей в Гренобле, Франция (LNCMI-G, Grenoble) которая входит в состав Европейской лаборатории магнитных полей (EMFL). Был использован биттеровский магнит с водяным охлаждением и рабочим пространством диаметром 50 мм. Схема установки представлена на рис.2.11. Максимальная напряженность магнитного поля составляла 29 Тл. В рабочее пространство помещалась трубчатая печь с термоконтроллером позволяющим задавать различные режимы нагрева до температуры 1000°C. Диаметр рабочего пространства печи – 20 мм. Неравномерность температуры внутри печи не превышала 2°C/10 мм. Все образцы были предварительно запаяны в кварцевые ампулы с вакуумом для предотвращения окисления при отжиге. Кварцевая ампула с образцом фиксировалась внутри печи с помощью специального немагнитного держателя. Направление магнитного поля всегда совпадало либо с направлением прокатки, либо с длинной осью ленты, в случае аморфных материалов. Магнитное поле включали при выравнивании температуры в печи после опускания в нее держателя с образцом. Скорость роста магнитного поля при включении приблизительно 7 Тл/мин. После завершения отжига по заданному режиму происходило отключение магнитного поля, только потом извлечение образца из печи. Охлаждение во всех случаях на воздухе без приложения внешнего магнитного поля.

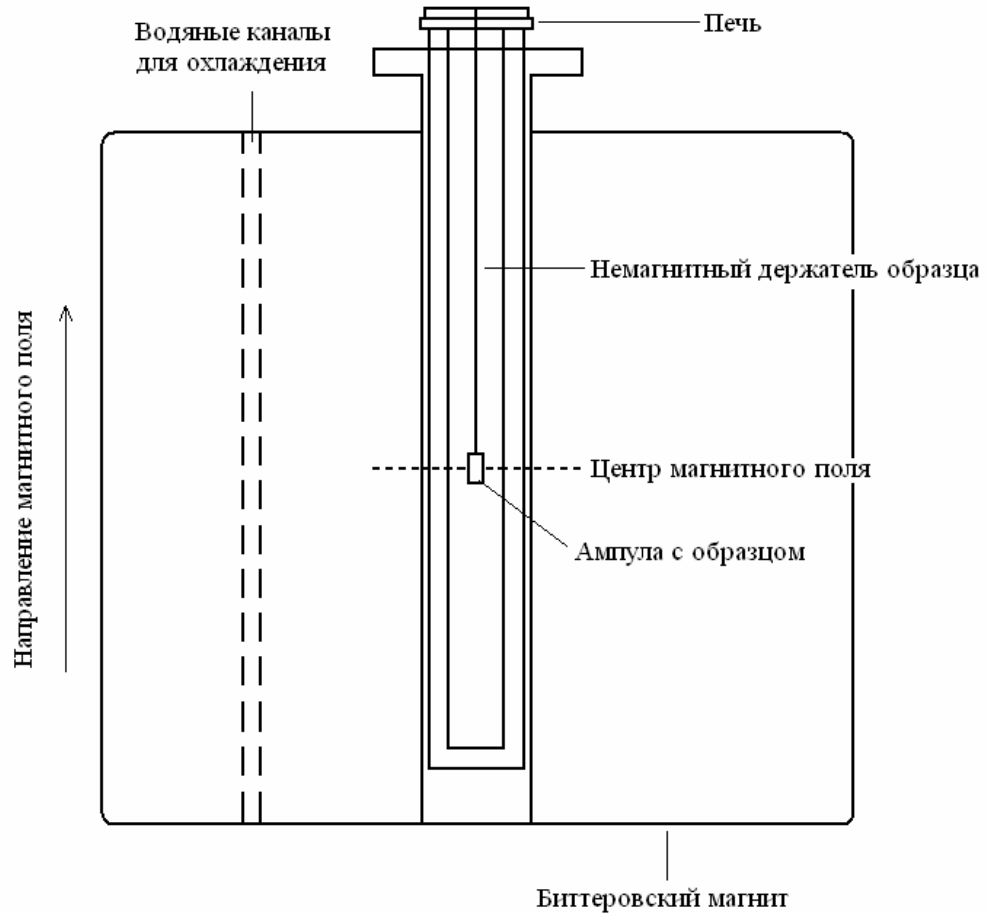


Рис.2.11. Схема установки для отжигов в магнитном поле.

2.3 Структурные исследования

2.3.1 Дифракция обратно рассеянных электронов

Одновременный анализ структуры и ориентировок в отожженных кристаллических образцах проводили в Центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН методом EBSD. Метод EBSD заключается в том, что с помощью сканирующего электронного микроскопа автоматизированная система формирует изображение микроструктуры и одновременно

производит пространственно точные ориентационные измерения, базируясь на анализе картин Кикучи. В результате на экране компьютера получается цветное изображение микроструктуры, где одинаковые ориентировки обозначены одним цветом. Появление качественно нового метода одновременного анализа структуры и ориентировок произошло с возникновением мощной компьютерной техники и видеокамер с высоким уровнем чувствительности и быстродействия. Схема получения структурно-ориентационной картины с помощью сканирующего микроскопа показана на рис.2.12. Описание метода основано на работах [141,142].

В результате действия электронного пучка на образец и возбуждения вторичных электронов на экране микроскопа появляется топографический контраст – изображение структуры материала. Оператором выбирается необходимое поле для исследования ориентировок (см. рамку на структурном изображении, рис.2.13.а). Далее запускается автоматическая система сканирования выбранной поверхности по координатам x и y .

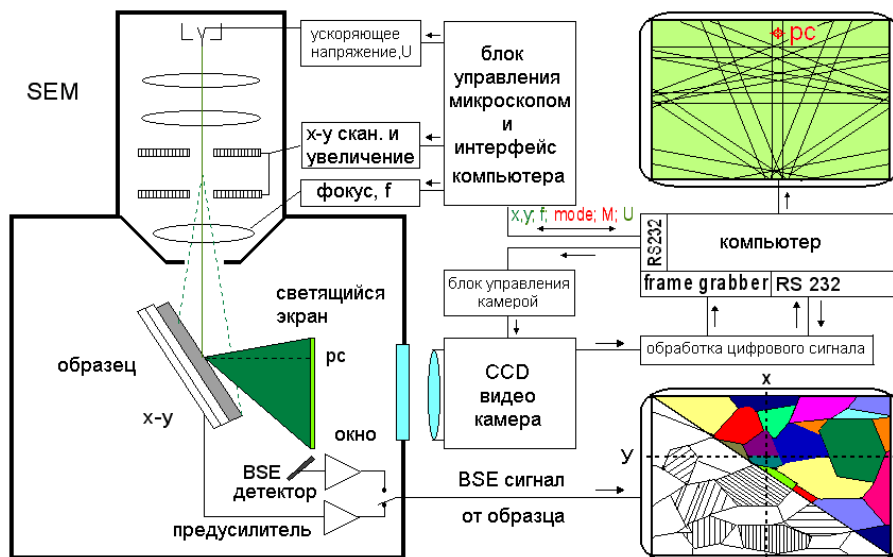


Рис. 2.12. Схема установки для автоматического измерения ориентировок по картинам Кикучи при обратном рассеянии электронов с помощью контролируемого компьютером сканирующего электронного микроскопа (SEM) [141].

BSE – backscatter electrons – обратно-рассеянные электроны; pc – pattern centre – центр картины каналирования электронов.

Пучок электронов последовательно проходит область от верхнего левого до нижнего правого угла. В каждой точке обратно рассеянные электроны создают картину Кикучи, которая фиксируется со светящегося экрана высокочувствительной видеокамерой и расшифровывается компьютерной программой. Для более высокой интенсивности первичный пучок падает на массивный образец под довольно плоским углом. Из-за этого ось y на структурном

изображении рис.2.13 сокращена примерно в три раза. При сканировании наклонного образца необходима подстройка фокуса от точки к точке, что также заложено в управляющей программе. В зависимости от типа исследуемой структуры может быть выбран разный шаг сетки сканирования.

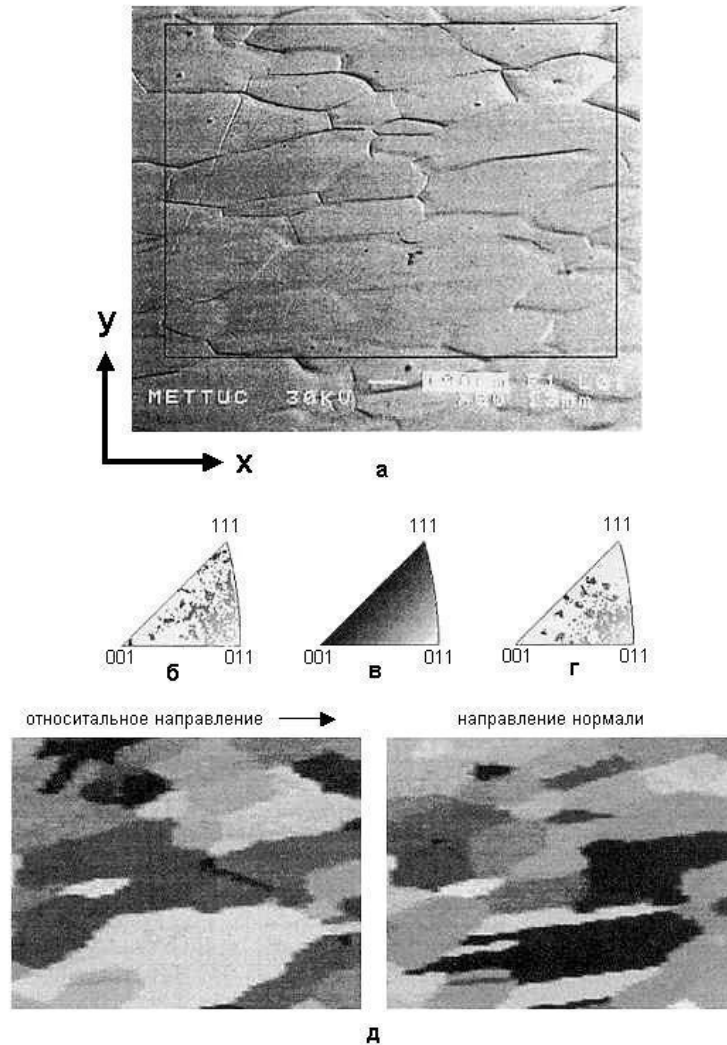


Рис. 2.13. Изображение структуры сканируемой области в окне микроскопа (а) и соответствующая этой области (цветная) карта кристаллографических ориентаций (д). Стереографические треугольники: с расшифровкой ориентировок по цвету – в; с выходами относительного направления в образце – б; с выходами нормалей к плоскости образца – г.

Каждая точка экспериментальных данных содержит в себе информацию о кристаллографической ориентации, а также о положении на поверхности образца, где эта ориентация определялась. Место измерения в сканируемой области задается двумя пространственными координатами x и y на формируемой карте ориентаций. Для графического представления ориентации необходимо три независимых параметра, для которых на двумерном

рисунке нет свободных «измерений». Три дополнительных координаты предлагается получить путем использования трех основных цветов, соответствующих трем углам на стереографическом треугольнике (рис.2.13.в). Здесь в цветном изображении направление $\langle 001 \rangle$ окрашено в красный цвет, $\langle 011 \rangle$ - в зеленый и $\langle 111 \rangle$ в синий. Три основных цвета смешиваются в каждой измеряемой точке в соответствии с положением ориентации на стереографическом треугольнике (или в Эйлеровом пространстве). Такое изображение структуры называется картой кристаллографических ориентаций (рис.2.13.д). На этом рисунке правая карта показывает ориентацию кристаллографического направления относительно нормали к плоскости образца, левая – относительно направления в плоскости, параллельного оси наклона образца, которое лежит вдоль оси сканирования x . В процессе работы программы обработки данных установка курсора на определенную точку ориентационной карты сопровождается появлением курсоров в соответствующих ориентировке этой точки местах стереографических треугольников для относительного направления (рис.2.13.б) и для направления нормали (рис.2.13.г). Цветной стереографический треугольник, который дает возможность расшифровать ориентационные карты, приводимые в настоящей работе, представлен на рис. 2.14.

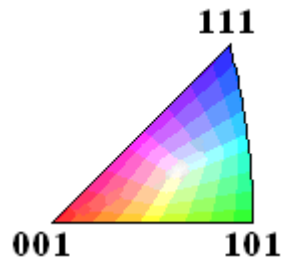


Рис.2.14. Стереографический треугольник для расшифровки ориентационных карт.

По полученным данным с помощью сопутствующего программного обеспечения можно построить полюсные фигуры для различных направлений и функции распределения ориентаций – стандартные способы представления текстуры поликристаллических материалов.

Важным моментом в создании карт кристаллографических ориентаций является качество картин Кикучи. Название опции в программных обеспечениях от разных производителей может отличаться, в программном обеспечении TSL OIM, используемом в настоящей работе, она называется Image Quality. Качество картин зависит главным образом от искажений кристаллической решетки и может быть кроме всего прочего мерой степени напряженности материала [143, 144]. Оценкой качества картин является количество правильно проиндексированных полос Кикучи среди всех определенных полос. Чем лучше качество картин, тем больше полос определяется, и чем больше полос индексируется, тем более

достоверно индексирование. В каждой измеряемой точке информация о количестве проиндексированных полос сохраняется вместе с информацией об ориентации и x - y координатах. Эта информация может быть впоследствии изображена на специальной черно-белой карте «качества картин», которая качественно (темные и светлые участки) показывает пространственное распределение локальных деформаций в сканированной структуре. Таким образом, можно отличить, например, рекристаллизованные зерна от деформированной матрицы на начальных этапах первичной рекристаллизации.

Корректное определение ориентаций может нарушаться в некоторых местах сканируемой области, если пучок электронов натывается на дефект поверхности, посторонние слои, поры, где Кикучи-дифракция невозможна. На границах зерен нарушение индексирования может происходить из-за того, что картина Кикучи может содержать информацию об обоих граничащих кристаллах. Как уже отмечалось выше, в областях повышенных напряжений картины Кикучи могут быть неясными, и полученные ориентации могут быть ошибочными. Сомнительные точки могут быть удалены из карты операцией фильтрации. Делается предположение, что «измерительная сетка» достаточно плотная и, в среднем, несколько узлов попадают в одно зерно. Если точка окружена другими точками, которые имеют одинаковую в определенных пределах ориентацию, а ее собственная ориентация отличается от соседних на большую величину, она может не включаться в карту. Получившаяся дырка в карте и точки, где ориентация не может быть определена, заменяются затем величиной, которая больше подходит к примыкающим точкам. Пользователь может выбирать параметры (число рассматриваемых соседей, пределы ориентационных отличий, доверительный уровень измеренной ориентации) так, чтобы избежать потерь существенной информации.

По ряду данных, полученных в результате эксперимента по автоматическому анализу картин обратного электронного рассеяния при условии адекватно плотной измерительной сетки, можно осуществить стереологические оценки структуры и текстуры в сканированной области. Например, объемная доля ориентаций $g \pm \Delta g$ просто получается вычислением измеренных точек с ориентациями, попадающими в заданный интервал. Величина Δg может быть использована как мера разделения границ на мало- и большеугловые. В результате выбора такой опции в программе, на месте сканированной области получают карты границ зерен с соответствующей разориентировкой. Такое изображение иногда помогает выявить элементы структуры, которые не видны на обычном структурном изображении сканирующего микроскопа, например, двойниковые границы. Программа позволяет получить полную статистическую картину по углам разориентировки зерен в сканированной области (ось-угол), а также статистику специальных границ.

Обычные рентгеновские методики дают среднюю текстуру по большой поверхности образца. Методика построения карт кристаллографических ориентаций позволяет исследовать текстуру любой выбранной области путем расчета ФРО по измеренным индивидуальным ориентировкам. Подобным образом из этих данных может быть вычислена функция распределения разориентаций (ФРР).

Для анализа структуры и ориентировок кристаллических образцов из сплавов Fe-Si, Fe-Ni, Ni-Co, был использован сканирующий электронный микроскоп FEI “Quanta 200” с EBSD приставкой фирмы EDAX. Съемка производилась 2-3 раза для каждого образца. С помощью сопутствующего программного обеспечения для каждой съемки строились ориентационные карты для выбранного участка образца, картины качества расшифровки картин Кикучи, полные полюсные фигуры, в некоторых случаях – ФРО, рассчитывались объемные доли отдельных ориентировок с отклонением $\pm 10^\circ$.

Анализ структуры и ориентировок нанокристаллических образцов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ был проведен в Центре коллективного пользования Уральского Федерального Университета. Для этой цели был использован двулучевой (электронно-ионный) сканирующий микроскоп Carl Zeiss Auriga Cross Beam с улучшенным разрешением, оснащенный приставкой для ориентационной микроскопии Oxford Nordlys F. Съемка карт распределения ориентаций проходила в следующем режиме: образец наклонен на 70° относительно горизонтали (рис. 2.15), ускоряющее напряжение на электронной пушке 20 кВ, ток зонда электронной пушки 200 нА.

Сканирующая электронная микроскопия отличается высокими требованиями к качеству исследуемой поверхности. Пробоподготовка нанокристаллических образцов проводилась в два этапа при помощи ионной пушки. На первом этапе проводили грубую полировку поверхности образца ионами Ga^+ , ускоряющее напряжение на пушке 30 кВ, ток пучка 2 нА, глубина сполитованного около 5-10 мкм, площадь поверхности полировки примерно 20 на 20 мкм. На втором этапе осуществлялась финишная полировка поверхности, ускоряющее напряжение 30 кВ, ток пучка 120 пА. При ионной полировке образец располагался под углом 180° к ионному пучку (рис. 2.16). Красным цветом отмечена область «сполитованного» металла.

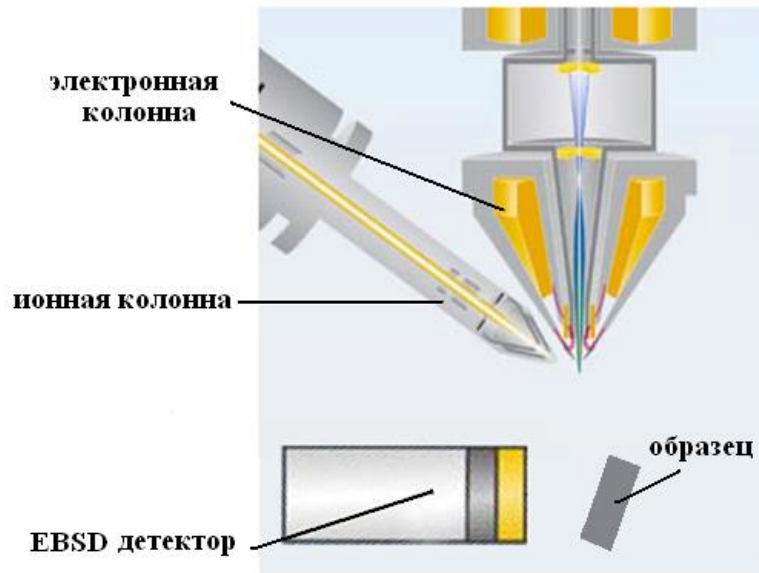


Рис.2.15. Схема съёмки карт распределения ориентаций на сканирующем микроскопе Carl Zeiss Auriga Cross Beam.

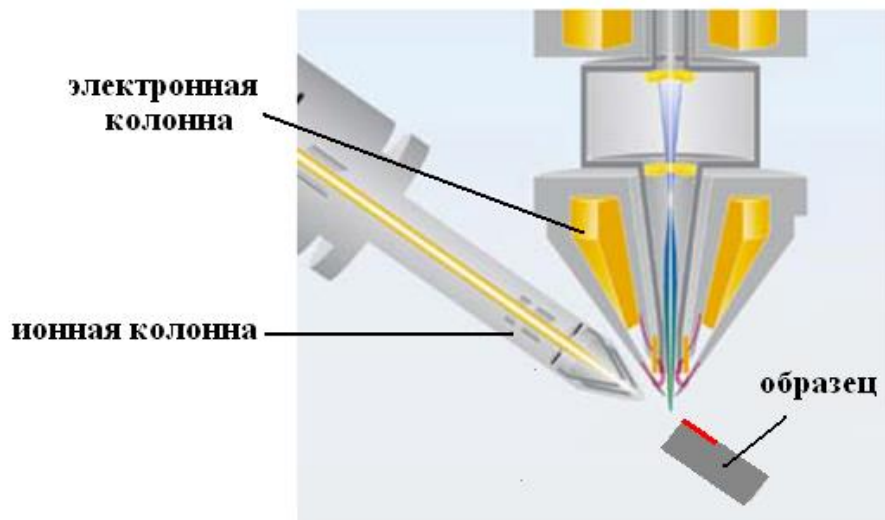


Рис.2.16. Схема ионной полировки нанокристаллических образцов в сканирующем микроскопе CarlZeiss Auriga Cross Beam.

Пробоподготовка кристаллических образцов для съёмок на микроскопе Quanta 200 осуществлялась методом электролитической полировки. В качестве реактива был выбран раствор 90% H_3PO_4 + 10% Cr_2O_3 . Ток – 20 А. Время варьировалось в зависимости от размера и толщины образца. При необходимости внешний слой снимался с помощью наждачной бумаги и алмазной пасты.

2.3.2 Просвечивающая электронная микроскопия

Микроструктуру отожженных образцов исследовали в Центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН с использованием просвечивающего электронного микроскопа JEM-200 CX. Получали снимки в светлом и темном поле в рефлексах типа (110) и (111). Диаметр диафрагмы составлял 2 мкм.

2.3.3 Металлографические исследования

С помощью оптического микроскопа Neophot - 32 были получены изображения структуры некоторых поликристаллических образцов. Для вытравливания границ зёрен в образцах перед съемкой был использован метод электролитического травления в реактиве Шостака ($\text{H}_2\text{O} + 20\% \text{Cr}_2\text{O}_3$).

2.3.4 Определение среднего размера зерна

Основным методом определения среднего размера зерна в образцах являлся метод секущих. Подсчет производился по изображениям структуры, полученным металлографическим методом, либо с помощью метода EBSD. При определении среднего размера зерна в отожженном нанокристаллическом сплаве $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ были использованы снимки структуры в режимах светлого и темного полей полученные на просвечивающем электронном микроскопе. Погрешность измерений отличалась для каждого

случая в зависимости от масштаба изображения структуры. Величина погрешности приведена непосредственно в таблицах содержащих данные о среднем размере зерен.

2.3.5 Рентгенографические исследования

Анализ преимущественных ориентировок в деформированных и рекристаллизованных сплавах, а также особенности структуры образцов после кристаллизации из аморфного состояния определялись различными методами рентгеноструктурного анализа. Преимущество рентгеновского метода состоит в возможности охватить бóльшую площадь исследуемого материала, однако иногда при этом трудно оценить количество очень слабых текстурных компонент. Лучшим вариантом для анализа структуры и ориентировок является сочетание рентгеновского и электронно-микроскопического методов.

2.3.5.1 Определение кристаллографической текстуры с помощью полюсных фигур и трехмерного анализа функций распределения ориентаций

Для исследования текстуры деформации и рекристаллизации прокатанных образцов Fe-Ni, Fe-Si и Ni-Co использовали рентгеновский дифрактометр ДРОН-2,0 с автоматизированной текстурной приставкой и излучением $CoK\alpha_1$.

Текстура прокатки листов или лент из материалов с кубической решеткой и текстура последующей рекристаллизации обладает орторомбической симметрией. Для того чтобы описать кристаллографические ориентировки $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ такой текстуры, необходимо приписать плоскости прокатки определенные индексы кристаллографических плоскостей $\{hkl\}$, а направлению прокатки - индексы кристаллографических направлений $\langle uvw \rangle$. В поликристаллах таких ориентировок, называемых компонентами текстуры, может быть несколько. Если деформации прокаткой подвергается монокристалл, то иногда получаемую текстуру можно описать одной ориентировкой. В последнем случае информацию можно

получить из прямой полюсной фигуры $\{hkl\}$. Полюсной фигурой называется графическое изображение функции распределения P_{hkl} нормалей к одной определенной кристаллографической плоскости (hkl) относительно внешних осей образца. Для графического изображения функции обычно используют стереографическую проекцию. Функция P_{hkl} представляет собой вероятность совпадения нормали к плоскости (hkl) с различными направлениями в образце [145]. Координатная система образца выбирается исходя из его симметрии, так для прокатанного листа осями симметрии служат направление прокатки (НП), поперечное направление (ПН) и направление нормали (НН).

Если текстура деформации или рекристаллизации является многокомпонентной, то ее анализ по одной полюсной фигуре существенным образом затруднен. Кроме того, при сравнении текстур разных образцов, возникает необходимость однозначного числового выражения каждой компоненты. Полное количественное описание текстуры стало возможным благодаря появлению метода вычисления функций распределения ориентаций (ФРО), который позволяет однозначно описывать текстуру образца [146,147]. ФРО характеризует относительную частоту различных ориентировок кристаллитов $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ в поликристаллическом материале. Взаимное расположение систем образца и кристалла описывается тремя углами Эйлера φ_1 , Φ , φ_2 . [148]. В случае орторомбической симметрии образца в качестве осей выбираются главные оси в листе – направление прокатки, поперечное направление и направление нормали, а для кубического кристалла – направления ребер куба $[001]$, $[010]$ и $[100]$. Вычисление трёхмерной ФРО, связывающей полюсную P_{hkl} и ориентационную плотности f (φ_1 , Φ , φ_2) требует применения сложного математического аппарата, который был независимо предложен в работах [146,147].

В настоящей работе исследование многокомпонентных текстур осуществляли путем анализа функций распределения ориентаций (ФРО) по методу Бунге [149] по четырем неполным полюсным фигурам с числом членов разложения ряда 22. Для определения текстур деформации и рекристаллизации образцов Fe-Ni, Fe-Si и Ni-Co в данной работе использовали рентгеновскую съемку внутренней части полюсных фигур в режиме “на отражение” до $\alpha = 65^\circ$. Съемку полюсных фигур $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ и $\{311\}$ для ГЦК материалов и $\{110\}$, $\{200\}$, $\{112\}$ и $\{220\}$ для ОЦК производили с шагом 5° в излучении $CoK\alpha_1$ на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2,0 с автоматизированной текстурной приставкой. Объемную долю отдельных текстурных составляющих определяли интегрированием текстурной функции в пределах $\pm 10^\circ$ от положения соответствующей идеальной компоненты $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ в пространстве углов Эйлера.

Программа для вычисления ФРО написана к.ф.-м.н. С.Ф. Куртасовым (г. Москва). Программа для построения полюсных фигур по массиву данных о полюсной интенсивности,

полученного с дифрактометра, а также для вычисления объемной доли ориентировок из данных ФРО написана Д.В. Долгих (ИФМ УрО РАН).

2.3.5.2 Анализ рентгеновских дифрактограмм образцов, кристаллизованных из аморфного состояния

Для изучения процессов, происходящих при кристаллизующем отжиге аморфных образцов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ и $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ в магнитном поле и без поля строили $\theta - 2\theta$ дифрактограммы с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-6 с монохроматизированным $\text{Cr-K}_{\alpha 1}$ излучением в Центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН, а также дифрактометра SHIMADZU с $\text{Cu-K}_{\alpha 1}$ излучением в Институте геологии и геохимии УрО РАН.

Анализировали возможное наличие преимущественных ориентировок по соотношению интенсивностей линий (hkl), уширение линий и фазовый состав. Минимальное содержание фазы в исследуемом образце, определяемое рентгеновским методом, составляет от нескольких десятых процента до нескольких процентов. В ходе данной работы для определения фазового состава образцов была использованная программа Powder cell.

2.4 Определение свойств

2.4.1 Магнитные измерения

Для определения полевых зависимостей намагниченности образцов был использован вибромагнитометр фирмы Lakeshore, модель 7407 VSM, расположенный в отделе магнитных

измерений Центра коллективного пользования ИФМ УрО РАН. Данный вибрационный магнитометр полностью автоматизирован и предназначен для определения магнитных свойств материалов в зависимости от магнитного поля, температуры и времени. Для исследований из образцов на электроискровом станке вырезались пластины размерами 5 x 5 мм². Измерения проводились при комнатной температуре в магнитном поле напряженностью до 16 кЭ. Погрешность измерений составляла 1%.

2.4.2 Измерение микротвёрдости

Измерение микротвёрдости образцов проводили на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузке 0,98 Н для образцов Fe-Si и 0,69 Н для образцов Fe-Ni. Нагрузка выбиралась исходя из правила, что глубина отпечатка не должна превышать 1/10 от толщины образца. Значение микротвёрдости для каждого образца получали путем усреднения результатов как минимум пятнадцати измерений со всей поверхности. Погрешность измерений составляла 2%.

2.4.3 Определение коэффициента температурного линейного расширения

Для определения температурного интервала протекания рекристаллизации использовалась методика определения коэффициента температурного линейного расширения (КТЛР) на кварцевом дилатометре Ulvac Sinku-riku в Центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН. Нагрев холоднокатаной ленты со скоростью 2°С/мин производился в заданном интервале температур, и в определенной температурной области наблюдался резкий минимум, который соответствовал протеканию первичной рекристаллизации исследуемого сплава.

3 Кристаллизация сплавов $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ из аморфного состояния в сильном магнитном поле

Как известно, классические тройные сплавы Fe-Si-B с различными легирующими добавками в аморфном или нанокристаллическом состоянии обладают высокой индукцией насыщения и очень низкой коэрцитивной силой. Хорошего сочетания функциональных свойств удаётся достичь за счёт химического состава и формирования необходимой структуры. Исследование возможностей влияния на структуру, формирующуюся в процессе нанокристаллизующего отжига, является важным аспектом с точки зрения оптимизации процесса и получения необходимых конечных свойств. Одним из возможных способов воздействия на структуру является сильное магнитное поле, прикладываемое в процессе кристаллизации аморфных лент. В данной главе представлены результаты исследований структуры, текстуры и магнитных свойств сплавов $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$, отожженных в магнитных полях до 29 Тл. Проведен анализ особенностей формирования структуры в условиях магнитного отжига. Результаты рассмотрены в рамках предполагаемого механизма воздействия сильного магнитного поля на кристаллизующий отжиг. Материалы данной главы опубликованы в работах [150,151].

3.1 Кристаллизация аморфного сплава $Fe_{81}Si_7B_{12}$ в сильном магнитном поле

Ввиду отсутствия ингибиторных добавок, таких как Nb или Cu процессы структурообразования при кристаллизации сплава $Fe_{81}Si_7B_{12}$ отличаются от аналогичных процессов в сплаве $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$, что позволяет провести более разностороннее исследование влияния сильного магнитного поля на кристаллизацию из аморфного состояния. Основным методом исследования структуры и текстуры являлся метод EBSD, в качестве дополнительных использовались просвечивающая электронная микроскопия и рентгенографические исследования.

На рис. 3.1 представлены ориентационные карты и карты Image Quality качества изображения полученные методом EBSD для образцов $Fe_{81}Si_7B_{12}$, подвергнутых отжигу с

медленным нагревом при температуре 580°C в поле 29 Тл и без поля. Видно, что в образце, кристаллизованном с приложением сильного магнитного поля структура значительно более крупнозернистая, меньше участков скопления мелких зёрен.

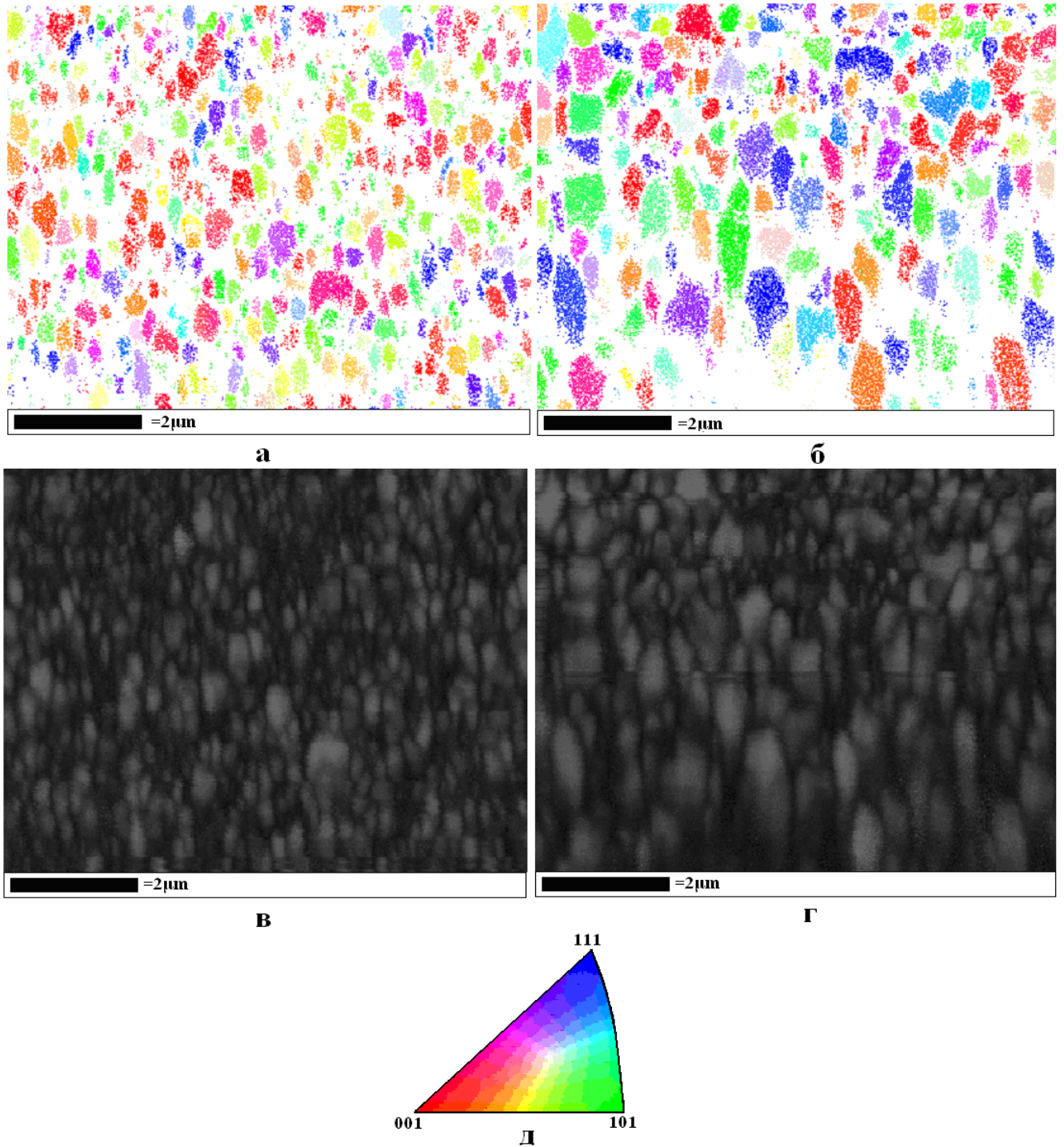


Рис. 3.1. Ориентационные карты (а,б) и карты Image Quality (в,г), полученные с поверхности образцов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, отожженных при 580°C с медленным нагревом без поля (а,в) и в магнитном поле 29 Тл (б,г).

По результатам исследований нескольких участков структуры методом секущих был определен средний размер зёрен в образцах. Он составил 410 и 260 нм после отжига в поле 29 Тл и отжига без поля, соответственно. Характер распределения зерен по размерам представлен в виде гистограмм на рис. 3.2. По оси абсцисс указаны размеры зёрен с шагом 150 нм, по оси ординат – доля зёрен, приходящихся на этот интервал, по отношению к числу зёрен, принятых в расчет. Можно наблюдать, что в образце, отожженном в поле, сформировалось существенное количество крупных (> 450 нм) зёрен – 29 %, в то время как в отожженном без поля образце их доля составляет только 5 % от всего массива измеренных зерен.

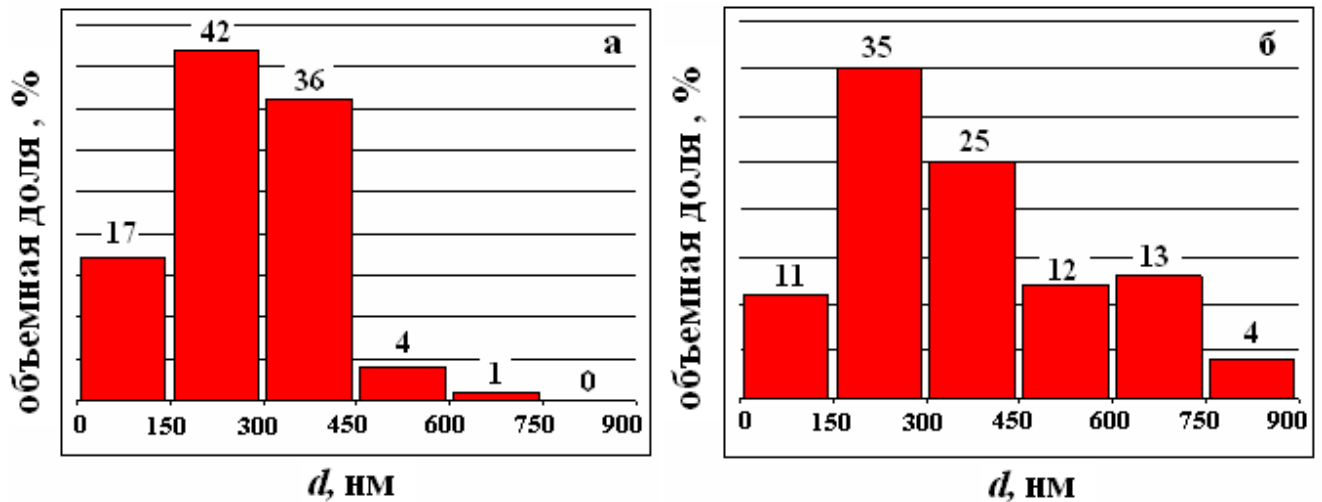


Рис. 3.2. Гистограммы распределения зёрен по размерам для образцов из сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, при 580°C с медленным нагревом без поля (а) и в поле 29 Тл (б).

В рамках данной работы проведена серия исследований кристаллизованных в магнитном поле и без него образцов с помощью просвечивающей электронной микроскопии в режимах светлого и темного поля. На рис.3.3 представлены изображения структуры для образца кристаллизованного с приложением магнитного поля 29 Тл (а,б) и образца, кристаллизованного без поля (в,г). По данным изображениям, так же как и по ориентационным картам, отчетливо видно, что в магнитно кристаллизованном образце существенно увеличилась доля крупных зёрен.

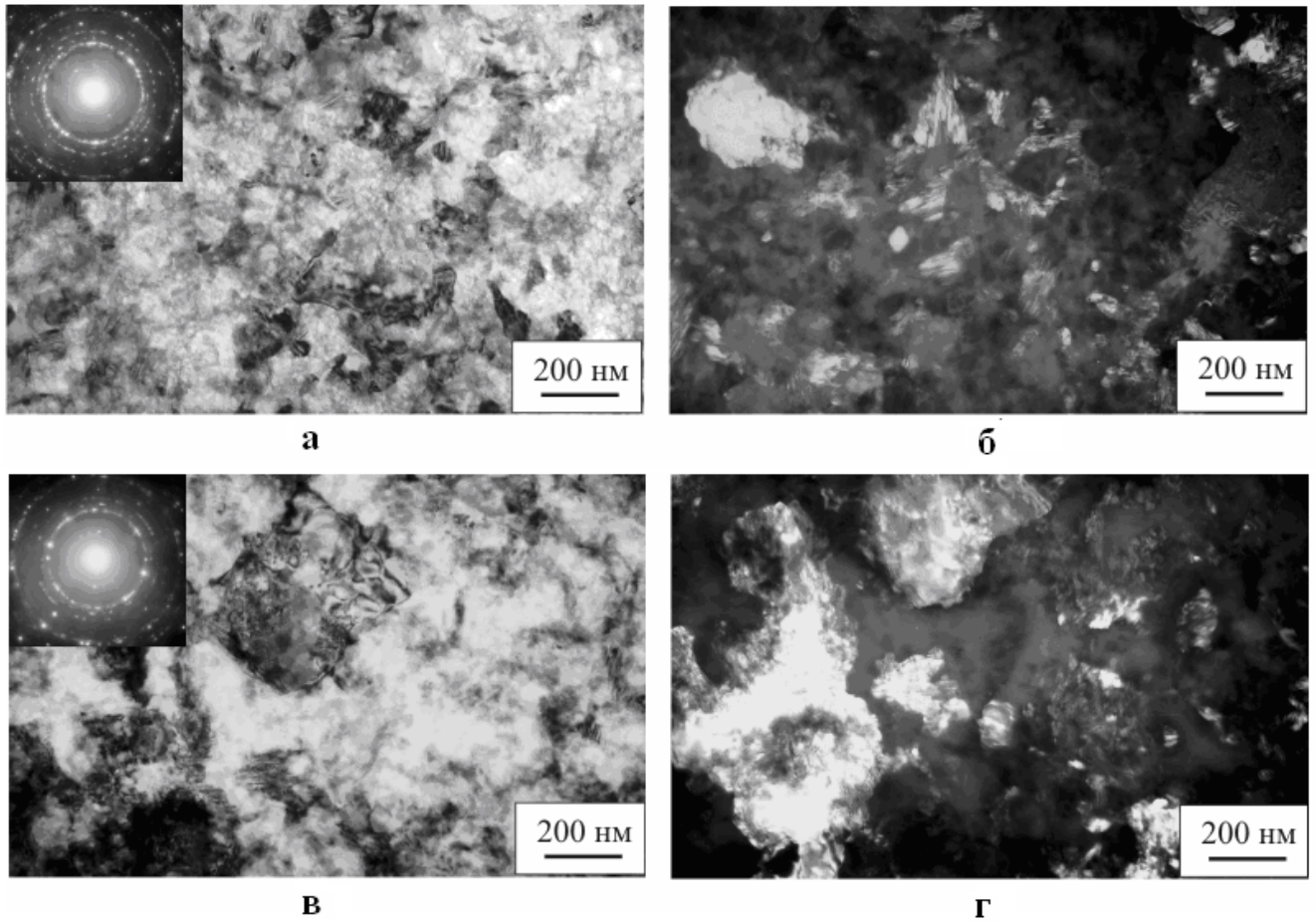


Рис.3.3. Светлопольные изображения структуры и картины микродифракции (а,б), а так же темнопольные изображения в рефлексах $(110)_\alpha$ (б,г) образцов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ отожженных при 580°C с медленным нагревом без поля (а,б) и в магнитном поле 29 Тл (б,г).

Наблюдаемое увеличение среднего размера зерна можно объяснить с точки зрения изменения термодинамических условий превращения за счёт различного магнитного состояния фаз при температуре отжига. Температура Кюри аморфной фазы в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ составляет 388°C , кристаллической – около 670°C (по данным [50] для сплава с близким составом). Исходя из этого, можно заключить, что в процессе отжига из парамагнитной аморфной матрицы выделяются ферромагнитные кристаллиты $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$. В случае, когда тело, обладающее магнитным моментом dM , вносят в магнитное поле, напряженностью H , внутренняя энергия образца уменьшается на величину HdM . Следовательно, термодинамический потенциал системы при наличии внешнего магнитного поля выглядит следующим образом [19]:

$$G = U + PV - TS - HM, \quad (3.1)$$

где U – внутренняя энергия системы;

P – давление;

V – объем;

T – температура;

S – энтропия;

H – напряженность магнитного поля;

M – магнитный момент единицы объема ферромагнетика (намагниченность).

Следовательно, разница в свободных энергиях исходной и выделяющейся фазы ΔG , которая равна:

$$\Delta G = (G_m - G_n) / V, \quad (3.2)$$

где G_m – свободная энергия матрицы

G_n – Свободная энергия продукта выделения

будет отличаться для кристаллизации в нормальных условиях и кристаллизации в магнитном поле, когда из парамагнитной матрицы формируется ферромагнитная фаза:

$$\Delta G_{H \neq 0} > \Delta G_{H=0}. \quad (3.3)$$

При формировании кристаллической фазы энергия зародышеобразования ΔG_0 равна [74]:

$$\Delta G_0 = \frac{16\pi\gamma^3}{3\Delta G^2}, \quad (3.4)$$

где γ – удельная энергия поверхностного раздела фаз.

Исходя из соотношения (3.3) можно заключить, что зарождение кристаллов ферромагнитной кристаллической фазы из парамагнитной матрицы происходит легче в присутствии внешнего магнитного поля. Этот вывод согласуется с результатами работы [52], где было показано, что температура начала выделения кристаллитов $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$ в сплаве $\text{Fe}_{83,3}\text{Si}_{4,2}\text{B}_{12,5}$ по мере увеличения напряженности внешнего магнитного поля смещается в сторону более низких температур.

Итоговое увеличение среднего размера зёрен, наблюдаемое в данной работе в условиях магнитного поля, вероятно, связано с увеличением временного промежутка для роста кристаллов $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$, которые составляют основную массу всех зёрен. За счёт снижения температуры начала кристаллизации внешним магнитным полем в условиях медленного нагрева, для роста кристаллов $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$ будет больше времени, чем в образцах, отожженных без поля. Благодаря увеличению времени для зарождения и роста кристаллов $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$, в образцах, отожженных в магнитном поле, в более полной степени проходит процесс роста зерен.

Из дифрактограмм образца $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, полученных с помощью ДРОН-6 (рис.3.4.), видно, что кроме ОЦК фазы присутствует 26-28% тетрагональной фазы Fe_2B . На рис. 3.4.a стрелками указано положение максимумов этой фазы. Не выявлено какого-либо влияния магнитного поля на её количество в структуре образцов. Количество фазы $\alpha\text{Fe}(\text{Si})$ остаётся одинаковым при отжиге в магнитном поле и без него.

По ориентационным картам на рис. 3.1 видно, что не наблюдается каких-либо существенных изменений текстуры в магнитно отожженном сплаве по сравнению со сплавом, отожженным без поля. Это наблюдение подтверждается также результатами анализа дифрактограмм (рис.3.4). Соотношение пиков для основных кристаллографических плоскостей в образцах, отожженных в магнитном поле и без него, не меняется, как это должно происходить в случае появления текстуры.

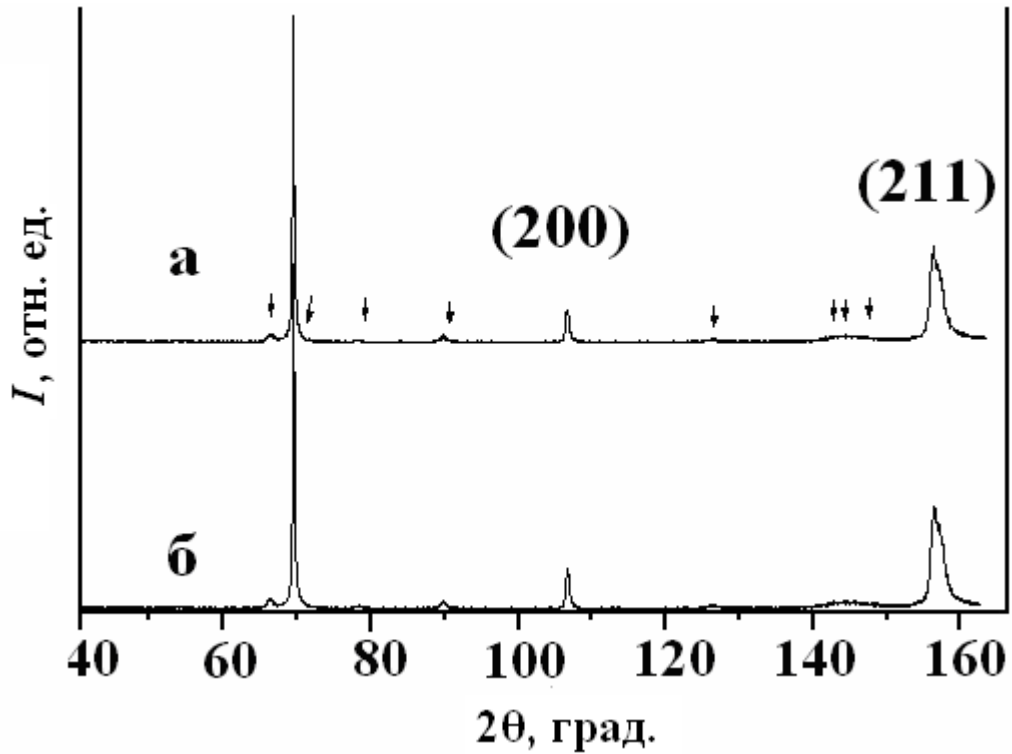


Рис. 3.4. Дифрактограммы образцов $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, отжиг 580°C с медленным нагревом в магнитном поле 29 Тл (а) и без поля (б). Стрелочками обозначены пики, соответствующие фазе Fe_2B .

Эти результаты отличаются от результатов, полученных в [48] где обнаружено формирование острой текстуры $\{110\}$ в сплаве $\text{Fe}_{78}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ при приложении магнитного поля 6 Тл в процессе кристаллизующего отжига (см. рис. 1.3). Необходимо отметить, что ни в одной другой работе, имеющейся в литературе не обнаружено подобного эффекта существенного изменения текстуры при магнитном отжиге сплавов Fe-Si-B. Полевая зависимость намагниченности для образцов, кристаллизованных в магнитном поле 29 Тл и без него, показана на рис. 3.5. Разницы в намагниченности насыщения не наблюдается вследствие идентичности фазового состава образцов. Форма петли гистерезиса также не меняется ввиду отсутствия разницы в кристаллографической текстуре и в степени атомного упорядочения.

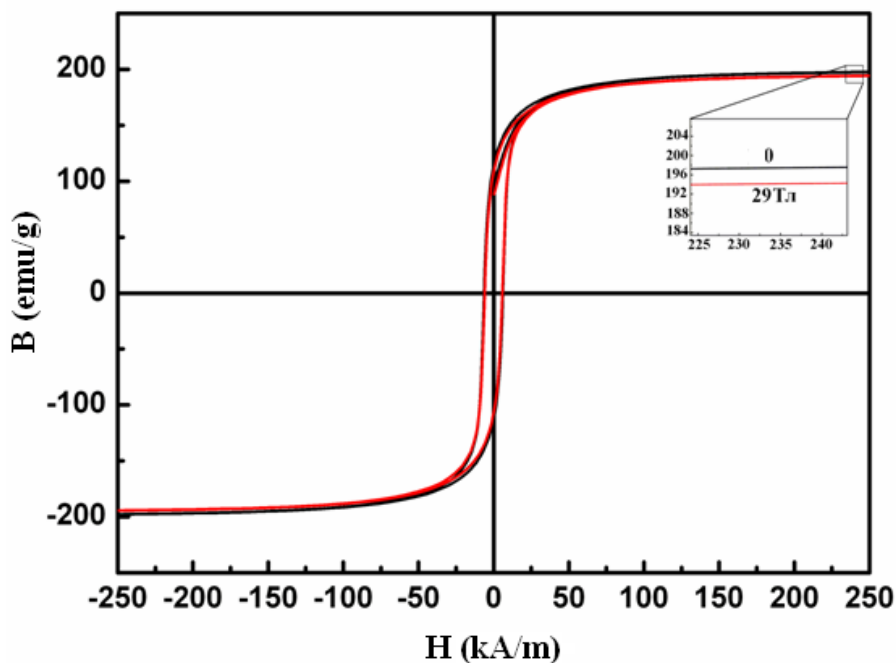


Рис.3.5. Полевая зависимость намагниченности образцов из сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, отожженных при 580°C с медленным нагревом без поля и в магнитном поле 29 Тл.

Необходимо отметить, что при отжиге в магнитном поле 6 или 20 Тл путём посадки образцов на температуру 580°C эффект увеличения среднего размера зерна проявляется не так сильно, как в случае отжига с медленным нагревом (рис.3.6). Средний размер зерна составил 200, 170 и 170 нм для отжигов в поле 20, 6 Тл и без поля, соответственно. В рамках подхода, описанного выше, можно предположить, что при посадке образцов в печь на температуру 580°C , зарождающиеся в магнитном поле ферромагнитные зерна кристаллической фазы, не имеют существенного временного преимущества по сравнению с зёрнами в образце, кристаллизованном без поля. Тем не менее, тенденция укрупнения зёрен сохраняется и в этом случае.

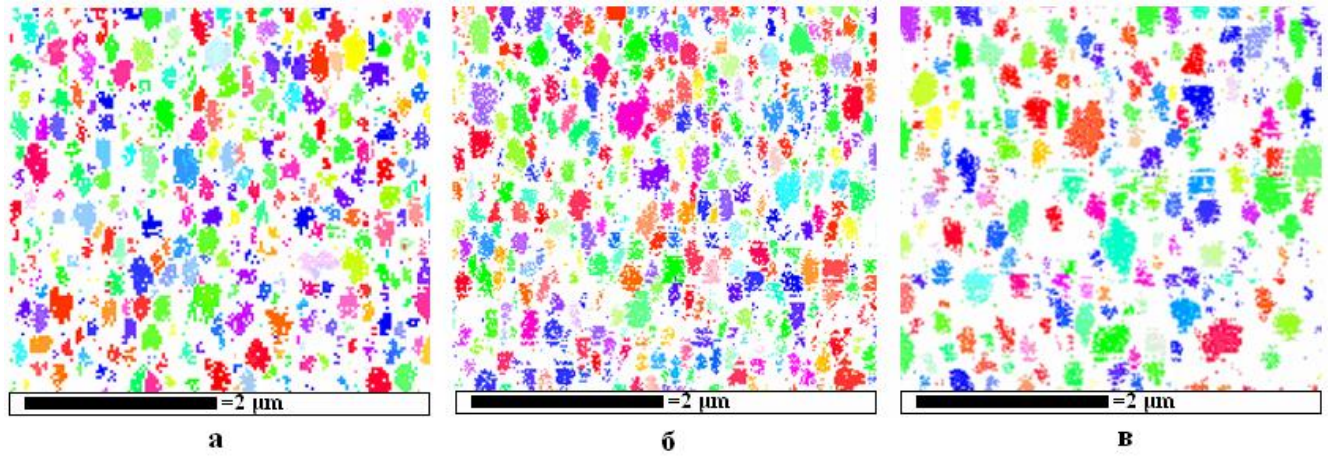


Рис. 3.6. Ориентационные карты образцов из сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, отожженных при 580°C посадкой в печь без магнитного поля (а); в магнитном поле 6 Тл (б); в магнитном поле 20 Тл (в).

3.2 Кристаллизация аморфного сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ в сильном магнитном поле

Для анализа структуры образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ использована просвечивающая электронная микроскопия и рентгеновская дифракция. На рис.3.7 приведены темнопольные изображения структуры образцов, отожженных посадкой в печь на температуру 550°C без поля и в поле 20 Тл. А на рис.3.8 изображения структуры в темном и светлом поле, а также картины микродифракции для образцов, отожженных путем медленного нагрева в поле 29 Тл и без поля. По этим изображениям видно, что в образцах сформировались нанокристаллические зерна твердого раствора Fe-Si. На картинах микродифракции кроме линий твердого раствора Fe-Si присутствуют слабые линии Fe_3Si . На рис.3.9 представлены гистограммы распределения зерен по размерам, построенные по полученным снимкам. Средний размер зерна составил 6 и 7 нм после отжига в поле 29 Тл и без поля, соответственно, т.е. в пределах ошибки измерения которая составляла 1 нм, не изменился. Однако по гистограммам видно, что после отжига в магнитном поле в образце фракция мелких зерен составляет бóльшую долю, чем в образце, отожженном без поля. Изменение размера зерна в сторону его уменьшения в магнитном поле наблюдается и для образцов фанкета, отожженных посадкой в печь в поле 20 Тл (рис.3.7.).

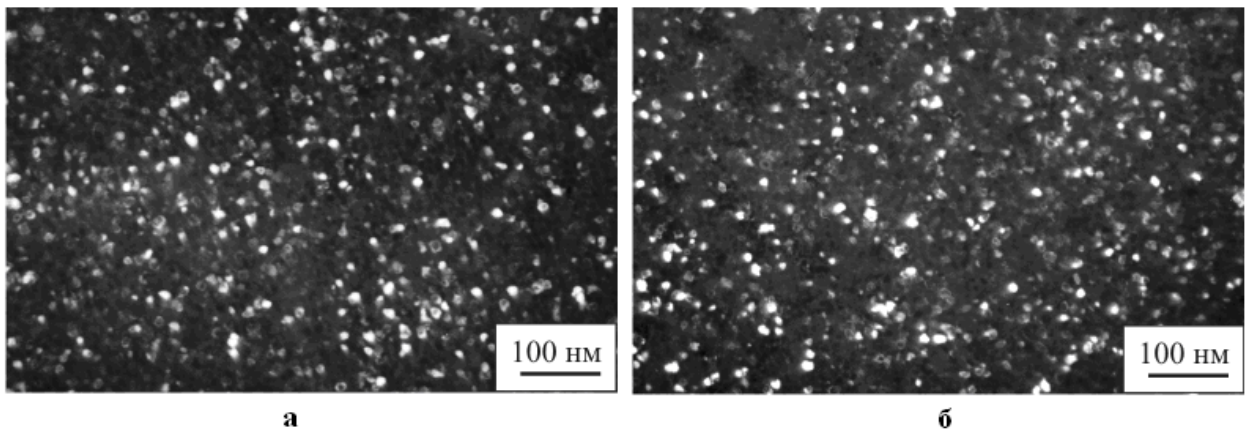


Рис.3.7. Темнопольные изображения структуры в рефлексах $(110)_\alpha$ образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ отожженных посадкой в печь при температуре 550°C без поля (а) и в поле 20 Тл (б).

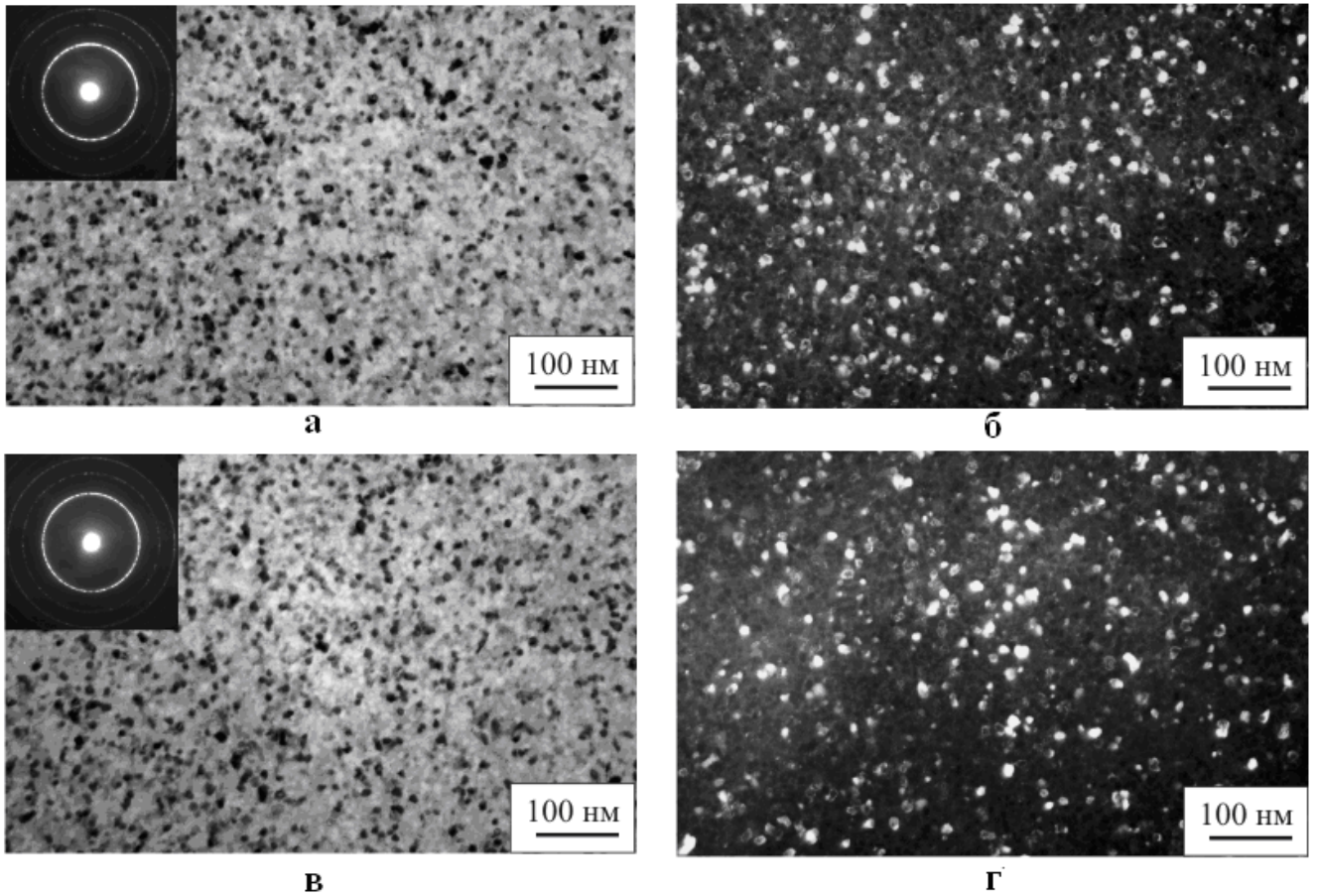


Рис.3.8. Светлопольные изображения структуры и картины микродифракции (а,в), а так же темнопольные изображения в рефлексах $(110)_\alpha$ для образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ после отжига с медленным нагревом при 550°C без поля (а,б) и в поле 29 Тл (в,г).

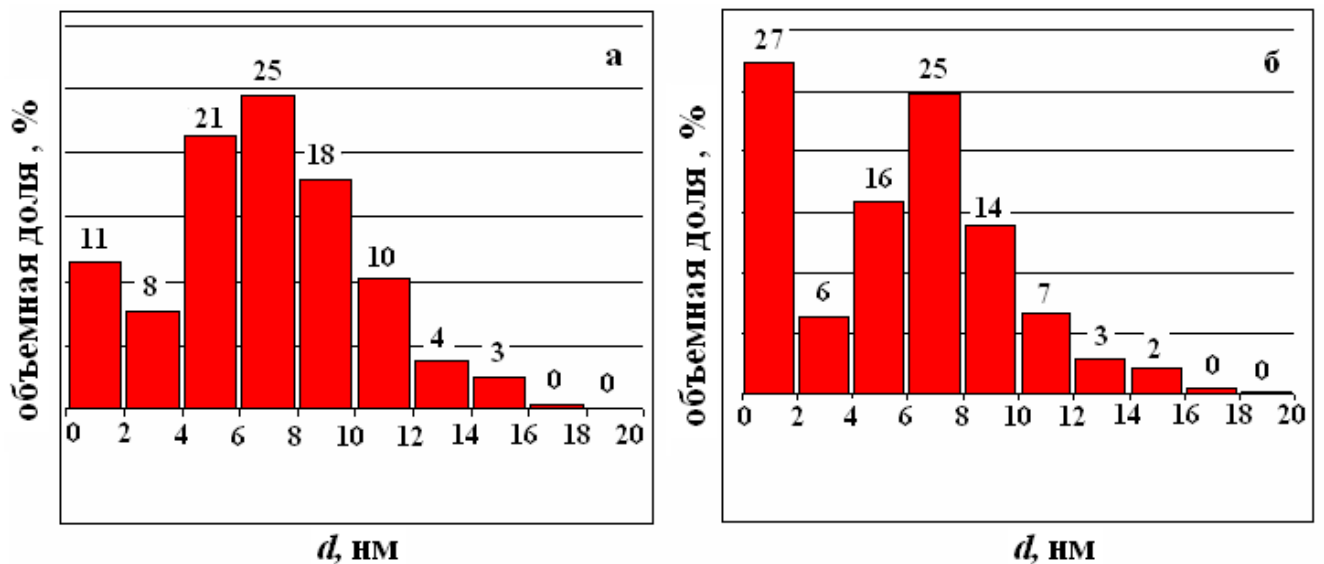


Рис.3.9. Гистограммы распределения зёрен по размерам для образцов из сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, отожженных с медленным нагревом при 550°C без поля (а) и в поле 29 Тл (б).

В этом сплаве, также, как и в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, при кристаллизации основной фазой является $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$. Однако в виду наличия ингибиторных добавок зерна этой фазы существенно ограничены в возможностях роста. Именно поэтому средний размер зёрен после кристаллизующего отжига не превышает 10-15 нм. По этой причине, вероятно, даже при наличии дополнительного термодинамического стимула для зарождения и роста зёрен кристаллической фазы, не происходит увеличения размера зёрен, которое наблюдалось в свободном от ингибиторов сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$. Кроме того, разницу в эффекте, оказываемом магнитным полем на структурную эволюцию в этих двух сплавах можно связать с различиями в содержании Fe и Si, по аналогии с работами [51,52]. Ввиду гораздо большего содержания кремния (13,5%) в файнмете по сравнению с тройным сплавом (7%) эффективный магнитный момент кристаллической фазы ниже, чем в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, а, следовательно, и разница магнитных моментов кристаллической и аморфной фаз, которая вносит вклад в термодинамику системы при данных условиях, меньше. Наблюдаемое уменьшение размера зёрен в магнитоотожженном образце по сравнению с образцом, отожженным в обычных условиях, по-видимому, связано с замедлением диффузии магнитным полем [40,111,117]. Поскольку зарождение и рост зерен кристаллической фазы - это диффузионно-контролируемые процессы, то проведение кристаллизации в условиях магнитного поля может, в конечном счёте, привести к уменьшению размера кристаллов. Уменьшение скорости диффузии имеет место также и в сплаве $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, но, судя по полученным результатам, вклад внешнего магнитного поля в термодинамику системы в случае формирования ферромагнитных зерен $\alpha\text{-Fe-Si}$, не ограниченных в росте, оказывает на конечную структуру более значительное воздействие. Вероятно в случае, когда разница магнитных моментов исходной и образующейся фаз невелика, а роль диффузии, напротив, значительна, определяющим конечную структуру фактором может стать торможение диффузии магнитным полем и, как результат, уменьшение скорости роста кристаллов в аморфной матрице в присутствии сильного магнитного поля.

На рис. 3.10 представлена дифрактограмма образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, подвергнутых медленному нагреву в поле 29 Тл (а) и без поля (б). На дифрактограммах присутствуют только дифракционные линии ОЦК-фазы Fe-Si, хотя на электронограммах этого сплава было заметно небольшое количество фазы Fe_2B . Не выявлено существенного перераспределения интенсивностей пиков то есть изменения кристаллографической текстуры при отжиге в магнитном поле. Из рис.3.10 видно, что в сплаве $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, отожженном в поле 29 Тл, заметно понижается высота линии (110), а также - в случае использования медного излучения - и линии (220). Аналогичные данные получены для образцов файнмета, отожженных путём посадки в печь в поле 20 Тл. Более детальный анализ позволяет заключить, что это связано с

существенным уширением линий. Как известно, на уширение линий влияет величина микроискажений решетки и размер блоков когерентного рассеяния, роль которых в данном случае играют кристаллизованные нанозерна. Поскольку после обработки в поле увеличивается объемная доля мелких зерен, то это может внести вклад в уширение линий.

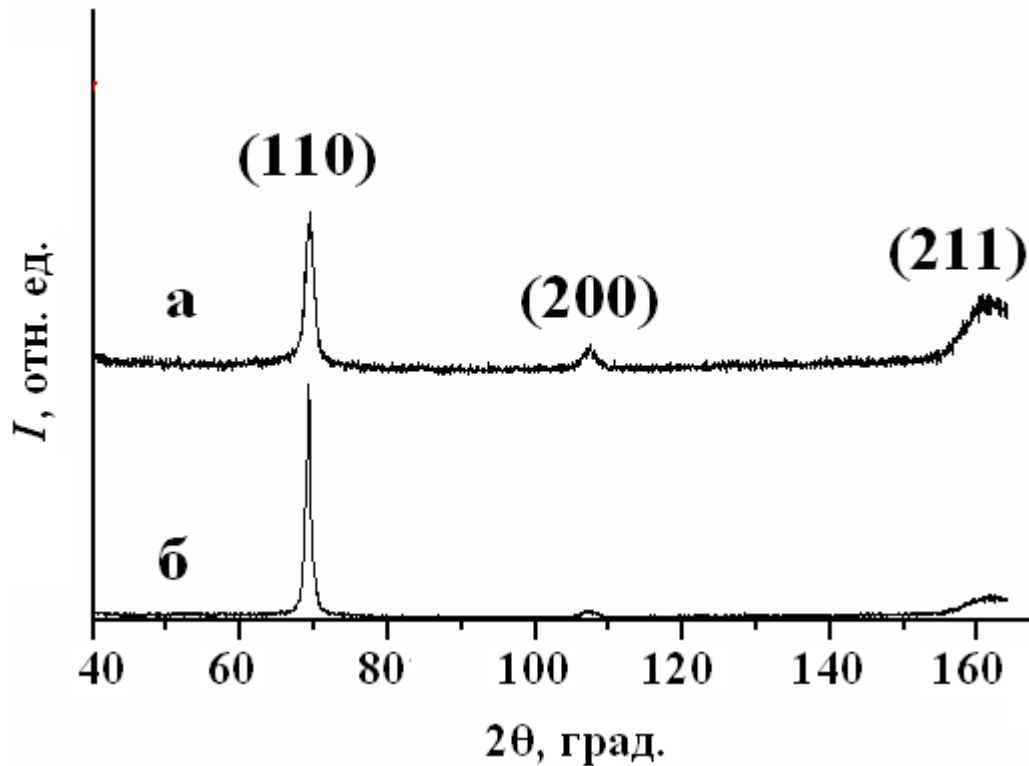


Рис.3.10. Дифрактограммы образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, отжиг 550°C в магнитном поле 29 Тл (а) и без поля (б).

Не исключено, что уширение дифракционных линий после отжига образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ в магнитном поле может быть связано с внутренними магнитострикционными напряжениями, возникшими после снятия магнитного поля и охлаждения образцов.

На рис. 3.11 представлена полевая зависимость намагниченности образцов $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ отожженных в магнитном поле 29 Тл и без него. Какого-либо значимого изменения формы петли гистерезиса при отжиге в магнитном поле, описанного в [48] в настоящей работе не наблюдается. Этот факт указывает на то, что при использованных режимах кристаллизующего отжига в сплаве не возникает индуцированной магнитной анизотропии, а также является дополнительным подтверждением отсутствия влияния сильного магнитного поля на кристаллографическую текстуру.

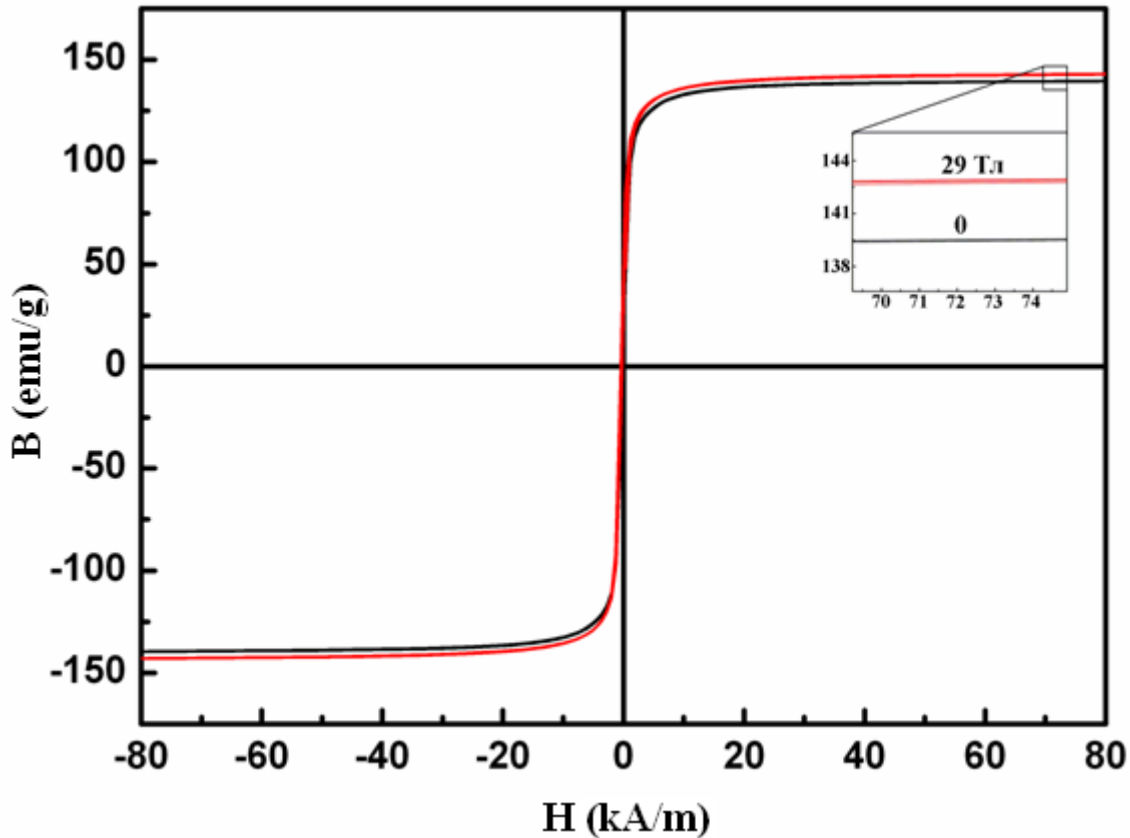


Рис.3.11. Полевая зависимость намагниченности образцов из сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, отожженных при 550°C в магнитном поле 29 Тл и без поля.

Термоактивируемые процессы кристаллизации из аморфного состояния подвержены влиянию внешнего магнитного поля. В первую очередь это проявляется в изменении скорости их протекания. Чтобы оценить влияние магнитного поля непосредственно на диффузионную подвижность атомов при кристаллизации из аморфного состояния необходимо проводить специальные эксперименты. В настоящей работе подобная цель не ставилась, однако очевидно, что замедление диффузии в магнитном поле, о котором сообщалось в [40,111,117] может по-разному проявляться при кристаллизации сплавов из аморфного состояния в зависимости от их состава.

3.3 Выводы по главе

1. Обнаружено значительное увеличение среднего размера зерен в образцах из сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ после кристаллизующего отжига при медленном нагреве в магнитном поле 29 Тл по сравнению с зерном в образцах, кристаллизованных без поля при той же температуре.
2. В сплаве $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ напротив, обнаружено увеличение доли мелких зерен в образце, кристаллизованном в магнитном поле. Это можно связать с разным соотношением Fe-Si в этих сплавах, а, следовательно, и с отличием во вкладе магнитной энергии в образование ферромагнитной кристаллической фазы из парамагнитной аморфной матрицы, а также с более сложными диффузионными процессами и наличием ингибиторов, препятствующих росту зерен в файнмете.
3. Не выявлено заметного изменения кристаллографической текстуры в исследуемых сплавах при магнитном отжиге.

4 Влияние сильного постоянного магнитного поля на процессы возврата и ранних стадий рекристаллизации в сплавах Fe-1,5%Si, Fe-3%Si и Fe-50%Ni

В холоднодеформированных металлических сплавах на начальных этапах отжига начинают происходить процессы возврата. Перераспределяются и уменьшают свою концентрацию точечные дефекты, начинается движение дислокаций, образовавшихся при деформации, их частичная аннигиляция и сток в области границ ячеек. Происходит разупрочнение и восстановление свойств, изменившихся при пластической деформации. Данная глава изучению формирования структуры при этих процессах, протекающих в условиях приложения сильного постоянного магнитного поля на примере ферромагнитных сплавов Fe-1,5%Si; Fe-3%Si и Fe-50%Ni. Кроме того, проведен анализ влияния магнитного поля на первичную рекристаллизацию. Результаты исследований, представленные в этой главе, опубликованы в работах [150-152].

4.1 Процессы разупрочнения в магнитном поле

Для того чтобы оценить степень влияния магнитного поля на изменения структуры, происходящие на стадии возврата в исследуемых материалах, был проведен отжиг при температурах ниже температуры начала рекристаллизации. В эксперименте были использованы образцы из сплавов: Fe-1,5%Si; Fe-3%Si и Ni-50%Fe. Сплав Fe-1,5%Si (толщина 0,58 мм, $\varepsilon = 74\%$) подвергали дорекристаллизационному отжигу в магнитном поле 10 Тл, а также без поля при температуре 450°C в течение 15 мин. Сплав Fe-3%Si (толщина 0,75 мм, $\varepsilon = 66\%$) отжигали при температуре 450°C в течение 10 мин в поле 10 и 20 Тл, а также без поля. Сплав Fe-50%Ni (толщина 0,08 мм, $\varepsilon = 99\%$) подвергался отжигу при температуре 490°C в течение 15 минут в магнитных полях 10, 20 Тл и без поля. Выбранные температуры отжига для всех сплавов были ниже точки Кюри, а также ниже температуры начала рекристаллизации. Следовательно, в ходе отжига образцы претерпевали только возврат. Одним из основных показателей, по которому

судят о степени протекания процессов возврата, является микротвердость. По ходу холодной пластической деформации в материале происходит наклёп – повышение содержания дефектов решетки и как следствие увеличение твердости материала. В процессе последующего отжига величина микротвердости постепенно возвращается к исходным значениям за счёт того, что при повышении температуры активируется движение дефектов, которые перераспределяются по объёму, аннигилируют и в результате уменьшают свою концентрацию (см. рис. 1.5.6).

В таблице 4.1 приведены данные, полученные на микротвердомере ПМТ-3 с использованием нагрузки 100 г (0,98 Н) для Fe-Si образцов и 70 г (0,69 Н) для Fe-50%Ni.

Таблица 4.1. Микротвердость образцов Fe-Si и Fe-Ni после дорекристаллизационного отжига

Магнитное поле, Тл	Fe-3%Si, $H_{\mu}^{0,98}$, МПа	Fe-1,5%Si, $H_{\mu}^{0,98}$, МПа	Fe-50%Ni, $H_{\mu}^{0,69}$, МПа	без поля и в поле 10 и 20
0	2260±45	2510±50	2190±45	
10	2500±50	2670±50		
20	2600±50		2510±50	

Тл

Значения микротвердости в образцах отожженных в магнитном поле выше, чем в образцах отожженных в тех же условиях, но без приложения поля. Другими словами, при отжиге в магнитном поле микротвердость снижается не так сильно как при отжиге без него, следовательно можно сделать вывод, что процессы разупрочнения при отжиге холоднодеформированных образцов тормозятся внешним магнитным полем.

Как отмечалось в описании методики EBSD, качество линий Кикучи может меняться от точки к точке. На черно-белой картине качества изображения, которая определяется качеством расшифровки линий Кикучи (опция “Image Quality” в сопутствующем программном обеспечении для методики EBSD), областям, в которых расшифровка линий Кикучи затруднена, соответствуют тёмные участки, напротив, в случае, когда расшифровка происходит полностью, такой точке присваивается белый цвет. Это зависит главным образом от внутренних

искажений кристаллографической решетки. Например, для металлического образца, подвергнутого значительной холодной деформации без последующего отжига картина качества изображения в используемом приборе будет представлять собой сплошной черный участок. При невозможности получить и однозначно расшифровать линии Кикучи с поверхности образца построение корректной ориентационной карты затруднительно. На такой ориентационной карте практически неразличимы отдельные структурные участки.

Карты Image Quality и соответствующие ориентационные карты образцов, подвергнутых дорекристаллизационному отжигу без поля и в поле величиной 10 и 20 Тл, представлены на рис. 4.1 - 4.2. Средняя величина качества расшифровки линий Кикучи в числовом представлении (IQ) приведена в таблице 4.2.

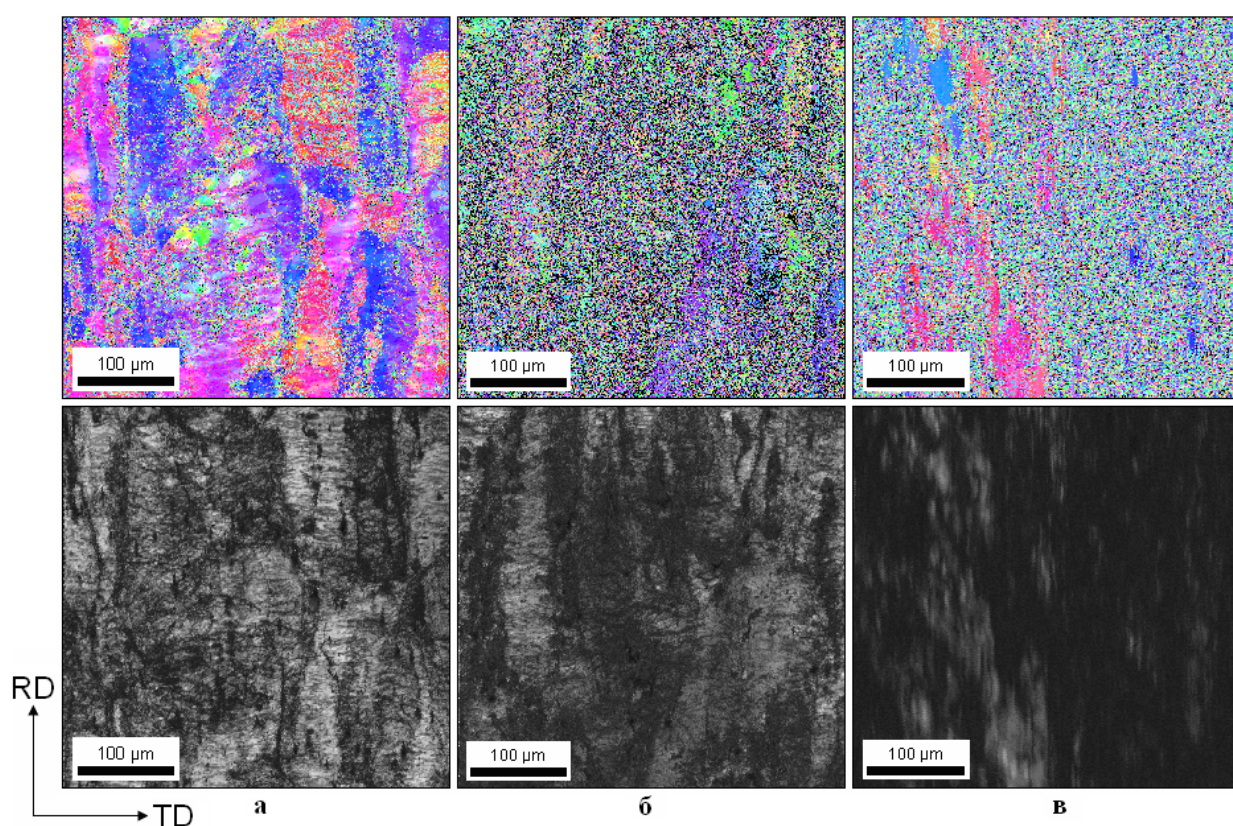


Рис.4.1. Ориентационные карты (верхний ряд) и карты Image Quality (нижний ряд) для образцов Fe-3%Si, отожженных при температуре 450°C в течение 10 минут без магнитного поля (а); в магнитном поле 10 Тл (б); в магнитном поле 20 Тл (в).

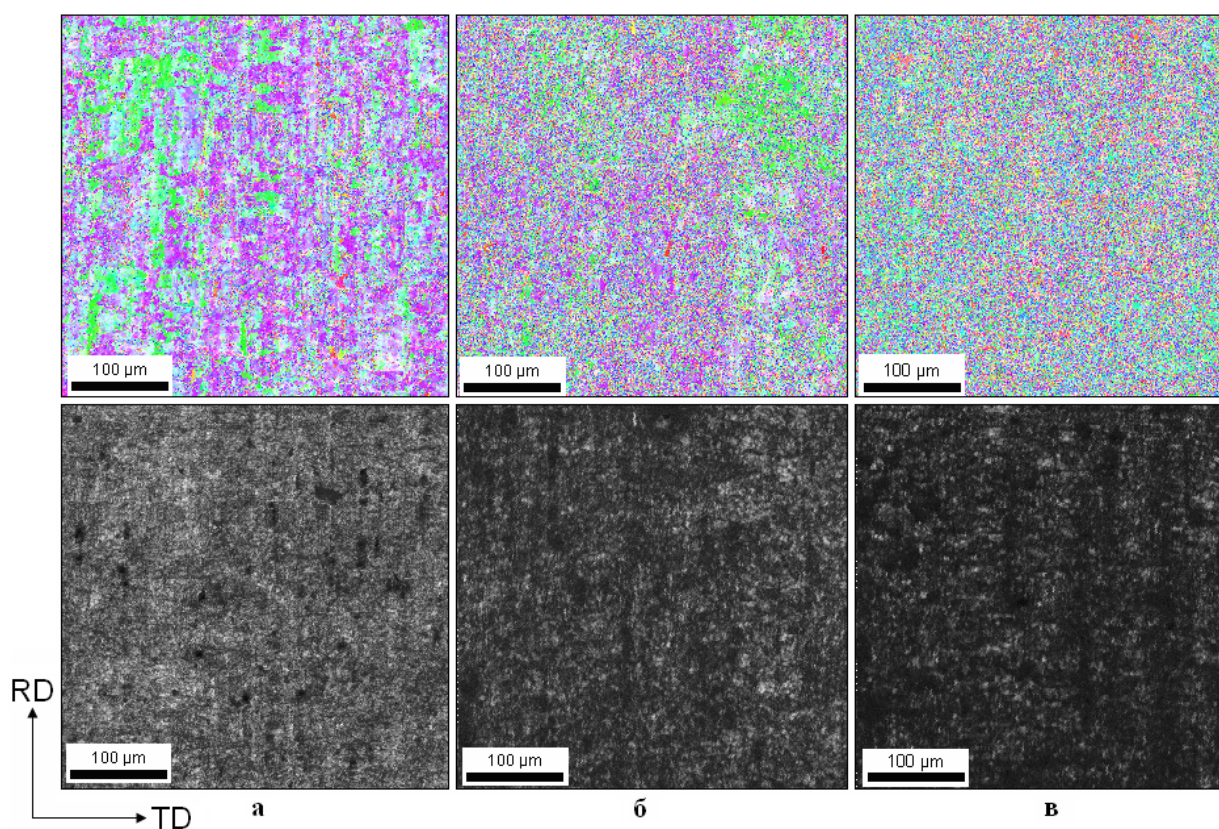


Рис.4.2. Ориентационные карты (верхний ряд) и карты Image Quality (нижний ряд) для образцов Fe-50%Ni, отожженных при температуре 490°C в течение 15 минут без магнитного поля (а); в магнитном поле 10 Тл (б); в магнитном поле 20 Тл (в).

Таблица 4.2. Средняя величина качества расшифровки линий Кикучи для сплавов Fe-3%Si и Fe-50%Ni в числовом представлении (IQ)

	Fe-3%Si - 450°C, 10 мин.			Fe-50%Ni - 490°C, 15 мин.		
Поле, Тл	0	10	20	0	10	20
IQ	2120	1560	1200	2288	2012	1941

Большая величина соответствует лучшему качеству расшифровки линий и наоборот. Значения соответствуют графическому представлению. Качество расшифровки линий Кикучи в числовом представлении коррелирует со значениями микротвёрдости и также косвенно указывает на степень деформации материала, а, следовательно, и на то, насколько полно прошли процессы возврата.

Таким образом, рисунки 4.1 и 4.2 и таблица 4.2, также, как и значения микротвёрдости, свидетельствуют о том, что при приложении внешнего магнитного поля в ходе дорекристаллизационного отжига протекание процессов разупрочнения замедляется. Необходимо отметить, что наблюдаемый эффект усиливается по мере роста напряженности прикладываемого поля.

Помимо отжига путём посадки в печь на заданную температуру и выдержки, образцы Fe-50%Ni подвергались отжигу с медленным нагревом с 300 до 500°C со скоростью 10°C/мин и выдержкой 20 минут. Отжиг проводился без поля и в магнитном поле 29 Тл. Отожженные таким образом образцы исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа Carl Zeiss Auriga, оснащенного EBSD приставкой Oxford Nardlys F. Этот прибор обладает большей разрешающей способностью и лучше подходит для исследования деформированных образцов. На рис.4.3 приведены ориентационные карты, полученные с образцов, отожженных без поля (а), и в поле 29 Тл (б). В данном случае неокрашенные области на ориентационных картах означают, что расшифровка картин Кикучи в этих местах невозможна. Видно, что таких областей существенно больше в образце, отожженном в магнитном поле, что свидетельствует о существенных искажениях решетки образца.

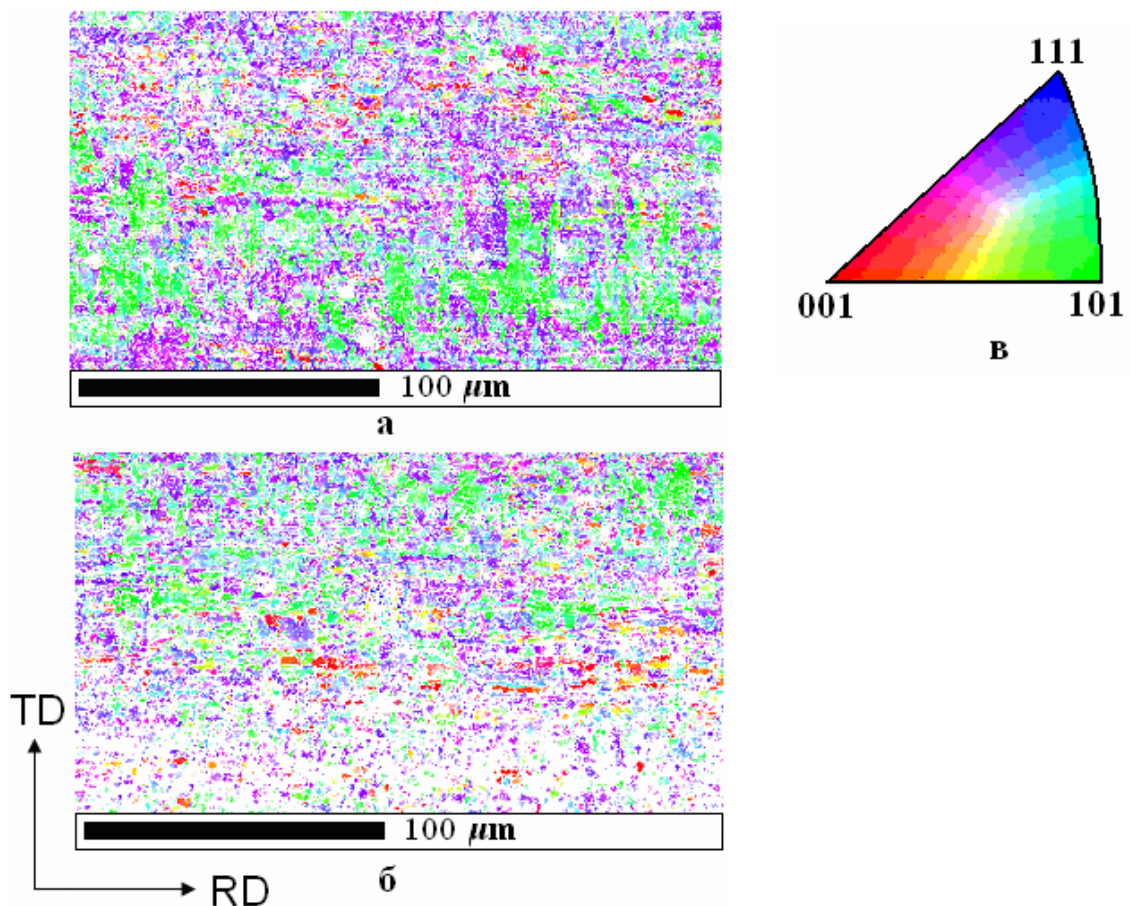


Рис.4.3. Ориентационные карты образцов Fe-50%Ni, отожженных путём медленного нагрева с 300 до 500°C и выдержки 20 мин без приложения магнитного поля (а); в магнитном поле 29 Тл (б), и стереографический треугольник для расшифровки (в).

Рассмотренный эксперимент за счет использования сканирующего микроскопа с большей разрешающей способностью показывает, что, несмотря на уменьшение скорости нагрева при дорекристаллизационном отжиге, проведение отжига в сильном магнитном поле также приводит к существенному замедлению процессов возврата.

Дополнительно структуру отожженных образцов изучали методом просвечивающей электронной микроскопии. На рис. 4.4 представлена структура и картины микродифракции образцов Fe-50%Ni, отожженных без поля и в поле 20 Тл.

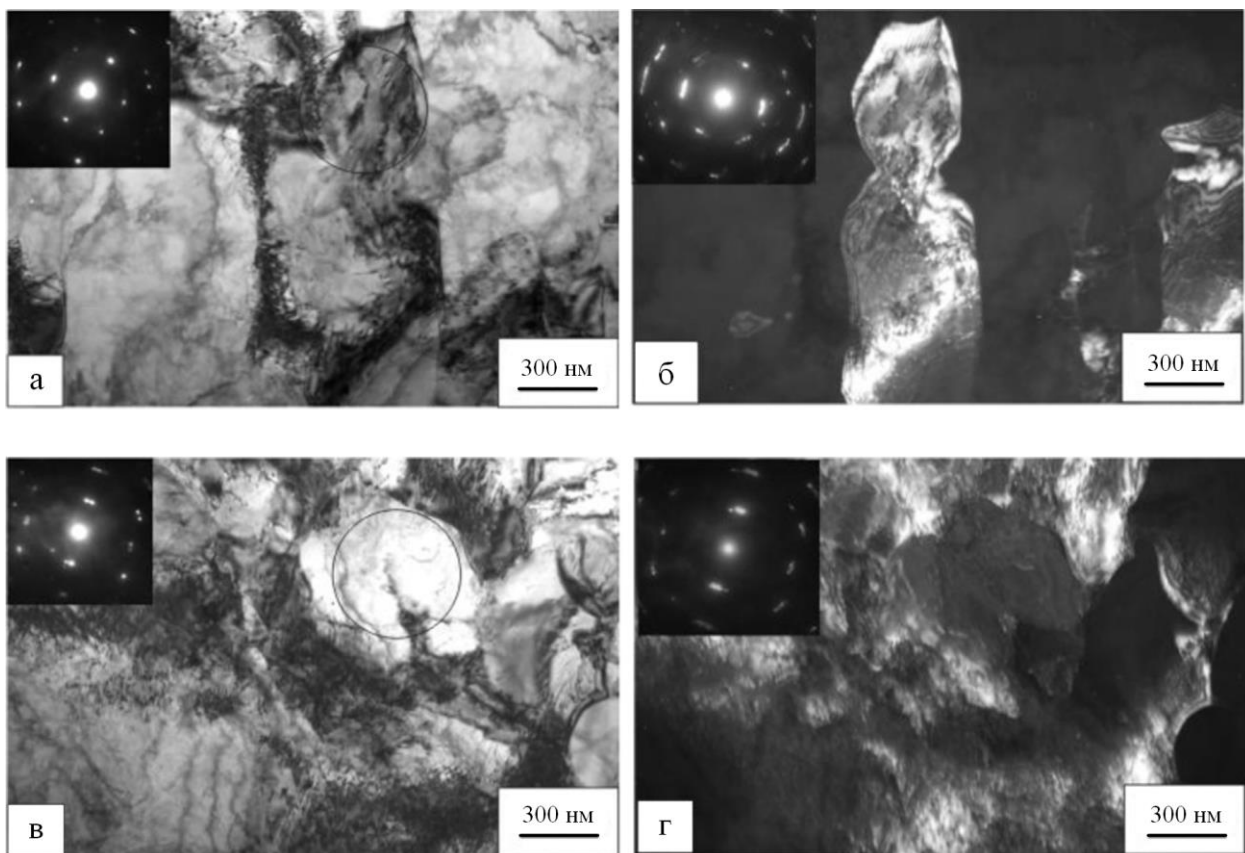


Рис.4.4. Структура и картины микродифракции в светлом (а,в) и тёмном поле в рефлексах $(110)_\alpha$ (б,г) прокатанного сплава Fe-50 %Ni после отжига при 490°C, 10 минут: без поля (а,б), и в поле 20 Тл (в,г).

Структура в обоих образцах примерно одинакова. Картины микродифракции показывают присутствие в плоскости образца ориентировок с плоскостями $\{111\}$, $\{110\}$ и других, которые относятся к компонентам текстуры деформации. На снимках в светлом поле (рис.4.4 а,в) видно ячеистую структуру с гексагональными дислокационными ячейками, характерную для

деформационной структуры. Проведение дорекристаллизационного отжига внесло определенные изменения в сторону частичного освобождения ячеек от дислокаций и увеличения их размеров. Некоторые ячейки светлые, чистые и содержат небольшое количество дислокаций. В то же время наблюдаются темные участки, содержащие большое количество дислокаций. Можно заметить, что в образце, отожженном в поле 20 Тл таких участков больше. На рис.4.4 (а,в) приведены картины микродифракции с участка, ограниченного диафрагмой диаметром 300 нм. В образце, подвергнутом отжигу без поля, на участке такого размера присутствует одна ориентировка, а в магнитно отожженном образце – несколько разориентированных ячеек. Это дополнительно показывает, что процессы возврата тормозятся магнитным полем.

Рис. 4.5 и 4.6 показывают микроструктуру образцов Fe-3%Si и Fe-1,5% Si, соответственно, отожженных при 450°C без поля и в поле 20 или 10 Тл.

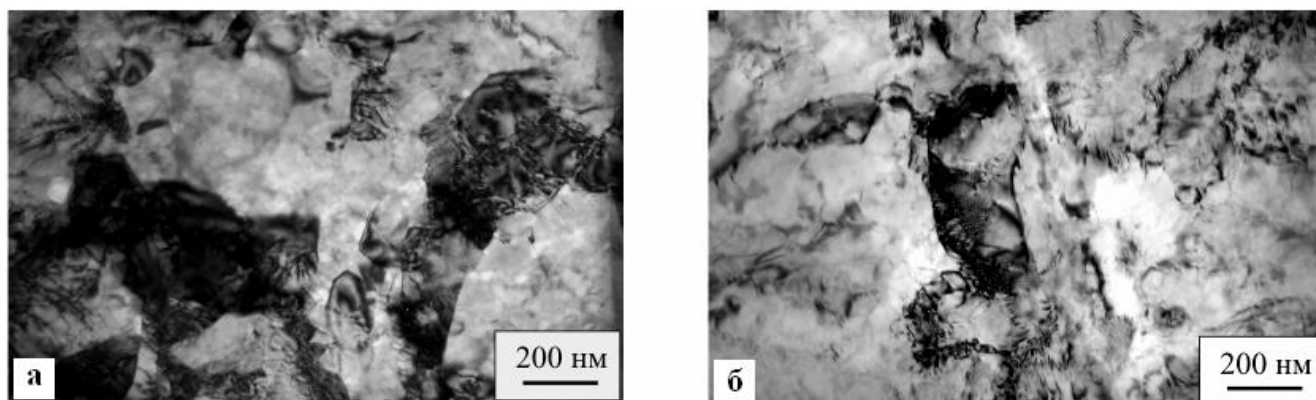


Рис.4.5. Структура в светлом поле прокатанного сплава Fe-3%Si после отжига при 450°C, 10 минут без поля (а) и в поле 20 Тл (б).

Картины микродифракции, полученные с отдельных участков структуры всех образцов, показывают присутствие ориентировок, характерных для текстуры деформации ОЦК сплавов с плоскостями $\{111\}$, $\{001\}$, $\{112\}$, $\{113\}$ и других. Для образца Fe-3% Si, отожженного в поле 20 Тл, встречалась дополнительно ориентировка $\{110\}$. Участков с плоскостью $\{110\}$ параллельной плоскости поверхности очень мало в текстуре деформации, эта ориентировка обычно не определяется при рентгеновском исследовании текстуры. Можно предположить, что приложение магнитного поля способствует образованию зародышей рекристаллизации с плоскостями $\{110\}$ лежащими в плоскости поверхности, которые содержат направление легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$. Все образцы имеют ячеистую структуру, характерную для деформированного более чем на 70% материала. Низкотемпературный отжиг приводит к освобождению ячеек от дислокаций, утонению стенок и началу роста одних ячеек за счет других. Можно заметить, что в образце, отожженном без поля, ячейки более крупные. На

картинах микродифракции сплава Fe-1,5% Si (рис. 4.6.г), отожженного в магнитном поле, полюса более размытые. Поскольку картина микродифракции получена с той же площади, что и в образце, отожженном без поля, можно заключить, что процессы укрупнения ячеек и уменьшения величины микроискажений в решетке идут медленнее при отжиге в поле.

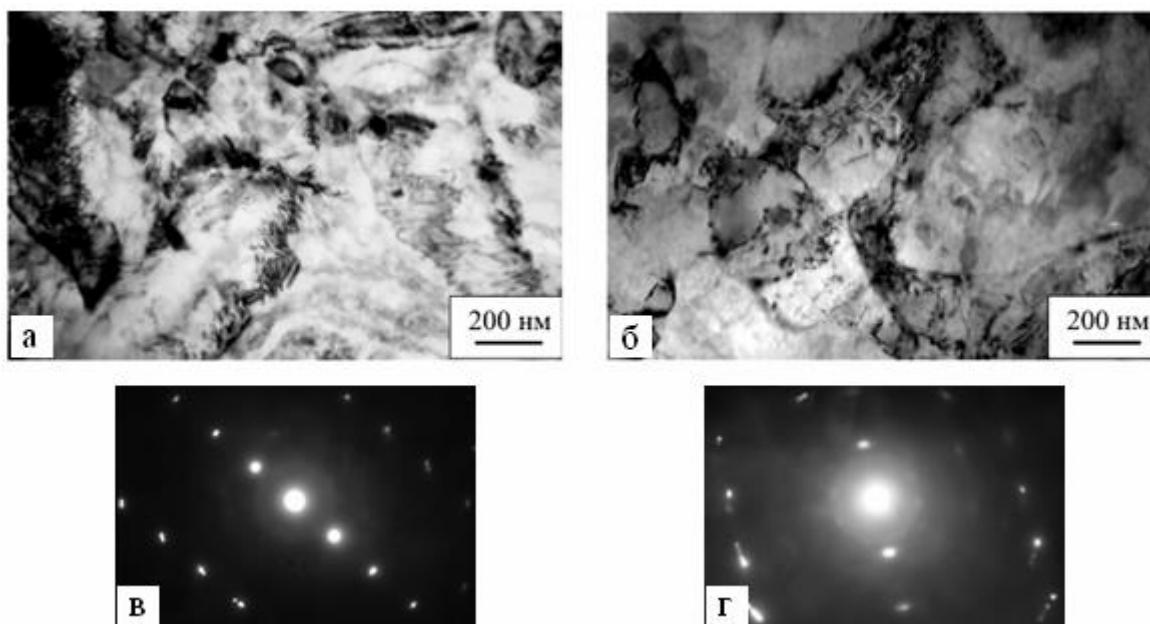


Рис.4.6. Структура в светлом поле (а,б) и картины микродифракции (в,г) прокатанных образцов из сплава Fe-1,5 %Si после отжига при 450°C, 15 минут: (а,в) без поля, (б,г) и в поле 10 Тл.

Проведенные исследования показывают, что процессы возврата существенно замедляются при приложении сильного магнитного поля. Об этом свидетельствуют значения микротвёрдости, а также данные о микроструктуре образцов, полученные с помощью просвечивающего и сканирующего микроскопа с приставкой EBSD. Основной причиной торможения протекания процессов возврата сильным магнитным полем может являться снижение скорости диффузии в магнитном поле. Известно, что степень магнитного упорядочения существенно влияет на коэффициент диффузии в металлах и сплавах [119-121]. При помещении ферромагнитного тела в магнитное поле увеличивается степень магнитного упорядочения и, следовательно, уменьшаются коэффициенты диффузии. Поскольку движение дефектов, которое является основополагающим процессом при возврате, кроме всего прочего зависит от скорости диффузии, можно предположить, что при уменьшении коэффициента диффузии процессы структурных перестроений будут протекать менее интенсивно. О замедлении рекристаллизации магнитным полем сообщалась ранее в работе [87], однако в настоящем исследовании впервые обнаружено, что данный эффект обусловлен задержкой протекания именно начальных стадий термоактивируемых структурных перестроек в холоднодеформированных сплавах на основе железа. Авторы [87] связывали замедление

рекристаллизации с торможением границ зерен доменными стенками и снижением подвижности границ между магнитно упорядоченными зародышами и деформационной матрицей. В настоящем исследовании напряженность поля, прикладываемого при отжиге, значительно превышала поле насыщения исследуемых материалов, а, следовательно, образцы находились в монодоменном состоянии. Авторы [155] основываясь на работах [156, 157] высказали предположение о том, что возможной причиной замедления движения дислокаций может являться наличие дополнительной энергии взаимодействия дислокаций с намагниченностью, возникающей вследствие наличия у дислокаций магнитного момента:

$$\Phi_M = \frac{(\lambda^* b G \sin \gamma)^2}{K} N_d, \quad (4.1)$$

где λ^* - функция магнитоэластических констант; b - вектор Бюргерса; G - модуль сдвига; γ - угол между намагниченностью и ближайшей осью легкого намагничивания; K - константа анизотропии. По их мнению, в сильном магнитном поле основной причиной его влияния на особенности движения дислокаций, является разориентирующее действие дислокаций на спиновый порядок в ферромагнетиках [155].

Существует большое количество работ, предметом исследования которых является изменение пластических свойств ферромагнитных материалов при одновременном воздействии магнитного поля и деформации, краткие результаты которых описаны в обзоре [158]. Установлено, что магнитное поле способно внести существенные изменения в параметры движения дислокаций. Однако до сих пор, не установлена природа такого воздействия и его точные механизмы.

4.2 Изменение структуры первичной рекристаллизации после отжига в магнитном поле

Анализ изменений структуры первичной рекристаллизации при отжиге в сильном магнитном поле был проведен на примере сплава Fe-50%Ni. В этом сплаве первичная рекристаллизация протекает при температуре около 570°C, а температура Кюри 500°C. Ленты из этого сплава подвергались рекристаллизационному магнитному отжигу при 600°C, что выше точки Кюри. Кроме того, образцы, предварительно отожженные при 490°C, 15 мин без поля и в магнитном поле 10 и 20 Тл подвергались рекристаллизационным отжигам при 600 и 800°C без

приложения магнитного поля. Во всех образцах был определен средний размер зерен. Результаты определения представлены в таблице 4.3.

Таблица 4.3. Средний размер зерна в лентах Ni-50%Fe после разных режимов обработки

Режим обработки	Средний размер зерна, мкм
600°C, 30 мин без поля	38±5
600°C, 30 мин в поле 10 Тл	33±5
600°C, 30 мин в поле 20 Тл	32±5
490°C, 15 мин без поля + 600°C, 30 мин	42±5
490°C, 15 мин в поле 10 Тл + 600°C, 30 мин	36±5
490°C, 15 мин в поле 20 Тл + 600°C, 30 мин	35±5
490°C, 15 мин без поля + 800°C, 1 ч	60±5
490°C, 15 мин в поле 10 Тл + 800°C, 1 ч	55±5
490°C, 15 мин в поле 20 Тл + 800°C, 1 ч	53±5

Видно, что отжиг в магнитном поле замедляет скорость рекристаллизации, что проявляется в уменьшении среднего размера зерен. С учетом погрешности измерений разница в большинстве случаев незначительна, но, тем не менее, всегда прослеживается одна тенденция. Интересно, что замедление роста зерен происходит и при температуре отжига 600°C, которая выше температуры Кюри. Очевидно, сильное магнитное поле препятствует магнитному разупорядочению, как отмечалось в работе [98], даже при таком сильном превышении точки Кюри. На рис.4.7 приведены ориентационные карты, полученные для образцов Fe-50%Ni после отжига при 600°C в течение 30 минут без магнитного поля (рис. 4.7.а) либо в магнитном поле 20 Тл (рис. 4.7.б).

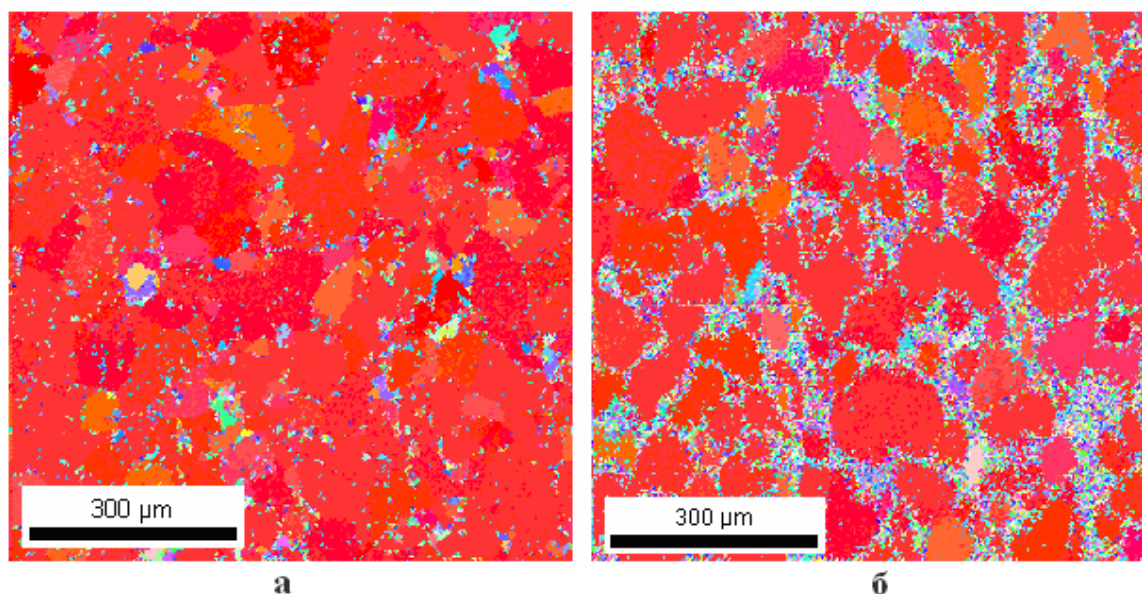


Рис.4.7. Ориентационные карты образцов Fe-50%Ni, отожженных при 600°C в течение 30 минут без магнитного поля (а) и в магнитном поле 20 Тл (б).

Из ориентационных карт видно, что в образце, подвергшемся отжигу в магнитном поле, по границам зерен присутствуют нерекристаллизованные участки и не поглощенные мелкие зерна с ориентировкой деформированной матрицы. Этот факт, как и уменьшение среднего размера зерен в этих образцах, свидетельствует о том, что без приложения магнитного поля первичная рекристаллизация протекает более полно. Замеченный эффект, коррелирует с обнаруженным ранее замедлением процессов возврата магнитным полем. При рекристаллизации образцов при 600 и 800°C замедление процессов возврата в ходе предварительного дорекристаллизационного отжига в магнитном поле при 490°C приводит к отставанию роста первичных зерен и уменьшению их среднего размера.

Можно предположить, что обнаруженный эффект замедления процессов возврата должен приводить к сдвигу интервала протекания первичной рекристаллизации в область более высоких температур. В диссертационной работе была сделана попытка исследовать дилатометрическую аномалию, соответствующую процессу рекристаллизации на образцах уже предварительно отожженных в магнитном поле и без него путем медленного нагрева с 300 до 500°C. На рис.4.8 приведены дилатометрические кривые исследованных образцов.

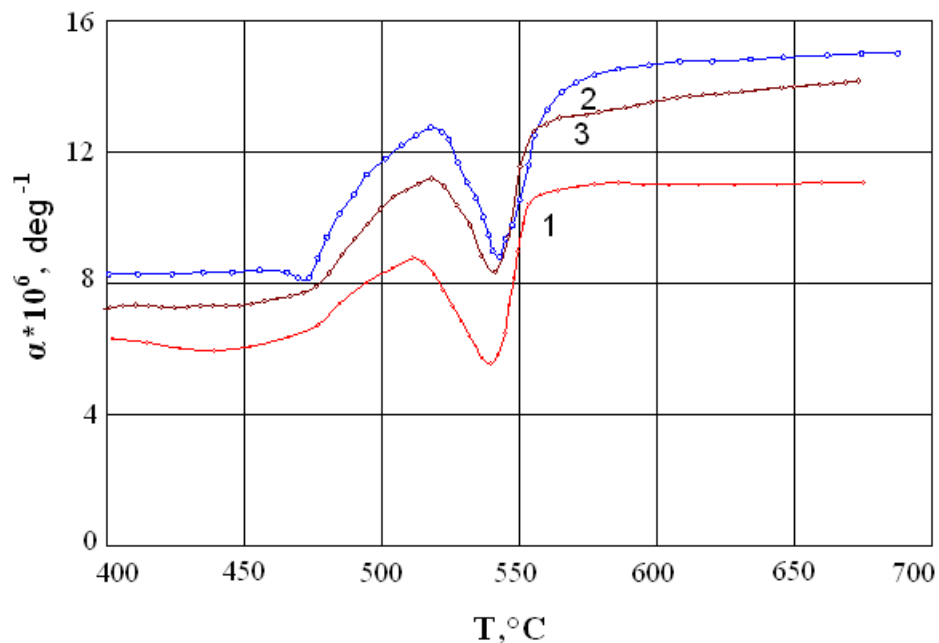


Рис.4.8. Изменение КТЛР при нагреве со скоростью 2°C/мин сплава Fe-50%Ni, предварительно отожженного при 500°C без поля (1), в поле 20 Тл (2) и 29 Тл (3).

Измерение начиналось с 400°C и заканчивалось при 675°C, при этом, все образцы до начала рекристаллизации дополнительно разупрочнялись. Положение пика дилатометрической аномалии менялось от 539°C для образца, предварительно отожженного без поля, до 543°C для

образца после магнитного отжига. Разница в 4 градуса находится на пределе ошибки измерения и не позволяет сделать однозначный вывод, однако тенденция смещения температуры рекристаллизации в область более высоких температур наблюдается.

В таблице 4.4 приведены результаты определения средних размеров зерен в образцах Fe-3%Si подвергнутых рекристаллизационному отжигу по различным режимам после предварительного отжига 450°C, 10 минут в магнитном поле 10 или 20 Тл и без поля. Особенностью режима обработки этих образцов являлось наличие дополнительной холодной прокатки после дорекристаллизационного отжига по аналогии с работой [159]. В этой работе показано, что такая обработка может определенным образом влиять на текстуру. В рамках настоящей работы был проведен анализ изменений кристаллографической текстуры при проведении промежуточного дорекристаллизационного отжига в сильном магнитном поле (см. главу 5).

Таблица 4.4. Средний размер зерна в образцах Fe-3%Si после разных режимов обработки

Режим обработки	Средний размер зерна, мкм
450°C, 10 мин без поля + 850°C, 15 мин	16±5
450°C, 10 мин в поле 10 Тл + 850°C, 15 мин	17±5
450°C, 10 мин в поле 20 Тл + 850°C, 15 мин	18±5
450°C, 10 мин без поля + Нагрев 400-700°C, 150°C/час	23±5
450°C, 10 мин в поле 20 Тл + Нагрев 400-700°C, 150°C/час	26±5

В данном случае не обнаружено существенного изменения размеров зерен. При обработке по схеме “прокатка - низкотемпературный отжиг в магнитном поле - прокатка-высокотемпературный отжиг без поля” эффект замедления процессов возврата, обнаруженный при исследовании магнитоотожженных при 450°C образцов Fe-50%Ni, не вносит изменений в конечную зёрненную структуру.

4.3 Выводы по главе

1. Показано, что сильное магнитное поле задерживает процессы разупрочнения, происходящие при отжиге сильно деформированных сплавов Fe-1,5 и 3%Si и Fe-50%Ni.
2. Торможение процессов возврата в сильном магнитном поле задерживает формирование зародышей рекристаллизации при дорекристаллизационном магнитном отжиге и приводит к более мелкому зерну при последующем немагнитном рекристаллизационном отжиге по сравнению с образцами, подвергшимися дорекристаллизационному отжигу без магнитного поля.
3. Причинами торможения процессов возврата и ранних стадий рекристаллизации можно считать известный из литературы эффект замедления диффузии в магнитном поле, а также возникновение в магнитном поле дополнительной энергии, которая требуется дислокациям для преодоления ориентирующего действия поля.

5 Влияние сильного магнитного поля на формирование кристаллографической текстуры в сплавах Fe-1,5(3)%Si, Fe-50%Ni и Ni-30%Co

Глава посвящена вопросам текстурообразования ферромагнитных сплавов с ОЦК и ГЦК решеткой при отжиге в магнитных полях 10-29 Тл. Основные результаты, представленные в этой главе, опубликованы в [152-154,160-162].

5.1 Изменение текстуры в процессе магнитного отжига в ОЦК сплавах Fe-Si

В настоящем разделе описаны результаты экспериментов по отжигу в магнитном поле поликристаллических листовых образцов Fe-1,5%Si и Fe-3%Si, а также монокристаллов Fe-3%Si с искусственно внесенными двойниками кубической ориентировки. Целью экспериментов было определение степени и механизмов влияния сильного магнитного поля на процессы текстурообразования в исследуемых ОЦК сплавах.

5.1.1 Влияние отжига в сильном магнитном поле на формирование текстуры в прокатанных поликристаллических листах Fe-1,5%Si и Fe-3%Si

Поликристаллические образцы Fe-3%Si после дорекристаллизационного отжига при температуре 450°C в течение 10 минут в магнитных полях 10 и 20 Тл в дальнейшем были подвергнуты дополнительной холодной прокатке и последующему рекристаллизационному отжигу по различным режимам. Рекристаллизация проводилась либо путём посадки в печь при температуре 850°C, либо путём посадки при 400°C и медленного нагрева до 700°C со

скоростью 150°C/час. Ориентационные карты для этих образцов, полученные методом EBSD, представлены на рис. 5.1 и 5.3 соответственно.

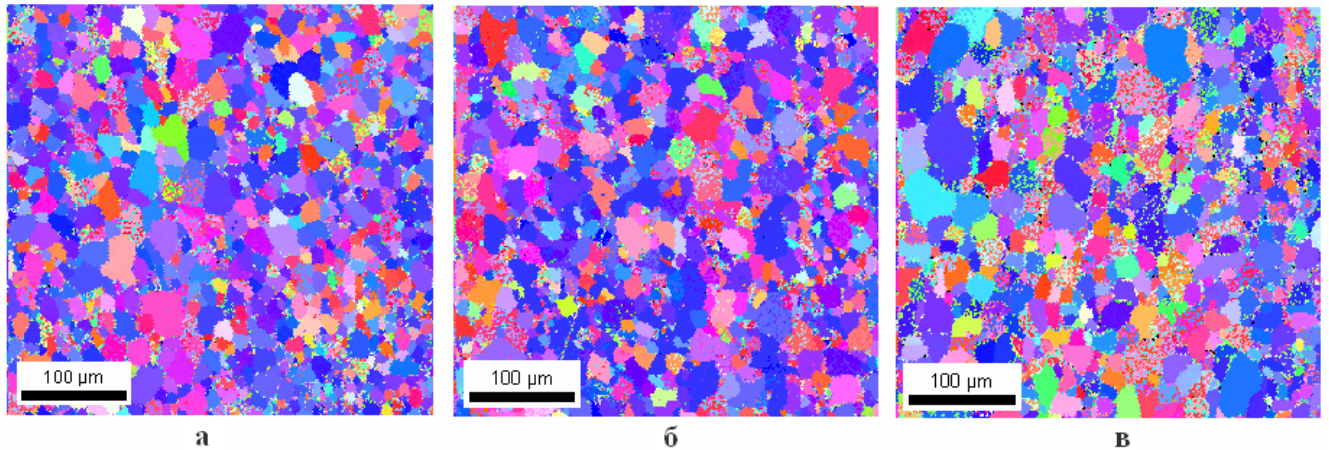


Рис.5.1. Ориентационные карты образцов Fe-3%Si, предварительно отожженных при 450°C – 10 минут без поля (а); в поле 10 Тл (б); в поле 20 Тл (в) после рекристаллизационного отжига 850°C – 15 минут без приложения магнитного поля.

Характеристики текстуры образцов Fe-3%Si, полученные с использованием методики EBSD и сопутствующего программного обеспечения, приведены в таблице 5.1. Представлены данные по объемной доле плоскостных ориентировок, содержащих направление легкого намагничивания $\langle 001 \rangle - \{100\}\langle 001 \rangle$ и $\{110\}\langle 001 \rangle$, а также сильной плоскостной ориентировки $\{111\}$.

Таблица 5.1. Объемная доля ($\pm 10^\circ$) текстурных компонент в образцах Fe-3%Si после первичной рекристаллизации при 850°C, 15 минут магнитный отжиг при деформация 66%) (предварительный отжиг при 450°C, 10 минут,

Поле, Тл	$\{100+110\}/\{111\}$, %
0	7/35
10	7/31
20	10/25

Видно, что обработка в поле 20 Тл заметно увеличивает сумму объемных долей $\{100\}$ и $\{110\}$ после рекристаллизационного отжига по сравнению с образцами, подвергнутыми дорекристаллизационному отжигу без поля (с 7 до 10%), и уменьшает доля компоненты $\{111\}$

(с 35 до 25%). Это наглядно показано на графике изменения объемной доли текстурных компонент в зависимости от величины прикладываемого поля (рис.5.2).

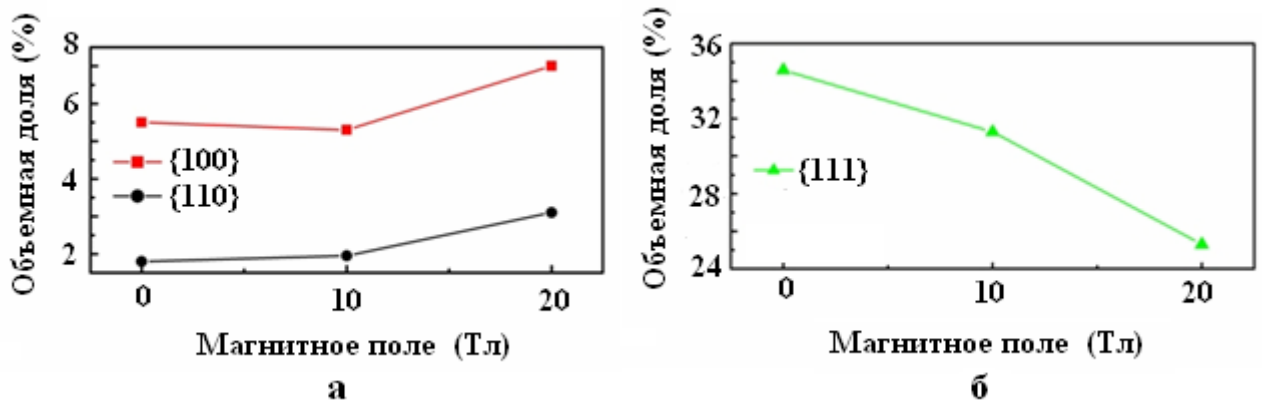


Рис.5.2. Объемная доля компонент $\{100\}$ и $\{110\}$ (а) и компоненты $\{111\}$ (б) после первичной рекристаллизации при 850°C , 15 минут в зависимости от величины магнитного поля, использованного в процессе предварительного отжига при 450°C , 10 минут в сплаве Fe-3%Si.

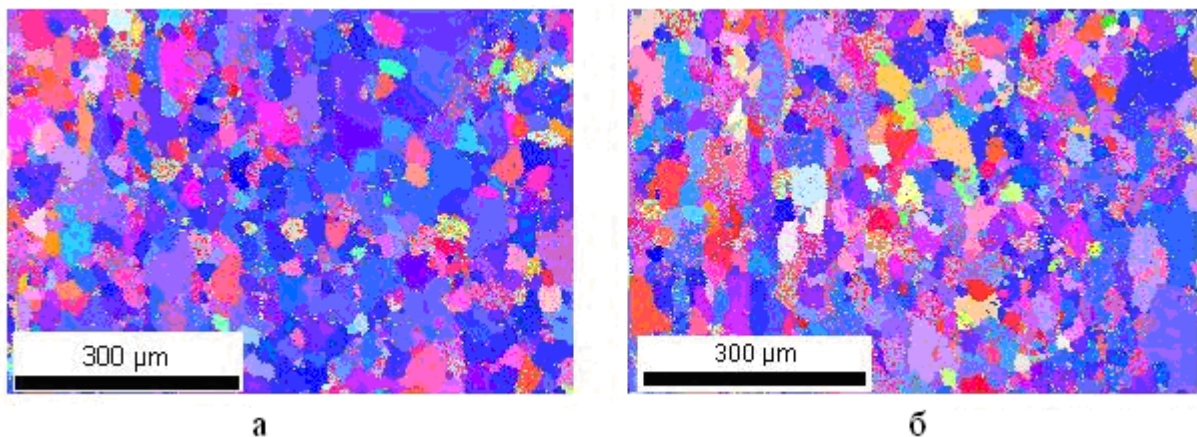


Рис.5.3. Ориентационные карты образцов Fe-3%Si, предварительно отожженных при 450°C – 10 минут без поля (а) и в поле 20 Тл (б) после рекристаллизационного отжига с медленным нагревом от 400 до 700°C без приложения магнитного поля.

В таблице 5.2 приведены значения долей текстурных компонент и значения среднего размера зерен в образцах Fe-3%Si после рекристаллизационного отжига с медленным нагревом от 400 до 700°C . Несмотря на то, что медленный нагрев приводит к более крупному размеру зерна при первичной рекристаллизации (таблица 4.4.), основные тенденции в формировании структуры и текстуры при использовании магнитного поля в процессе дорекристаллизационного отжига сохраняются. Применение магнитного отжига приводит к увеличению количества текстурных компонент, содержащих направление легкого намагничивания, а именно плоскостных ориентировок $\{100\}$ и $\{110\}$, и уменьшению количества самой сильной компоненты $\{111\}$.

Увеличивается также аксиальная компонента $\langle 001 \rangle$. В работе [159] было установлено, что проведение дорекристаллизационного отжига между проходами холодной прокатки приводит к увеличению количества аксиальной ориентировки $\{111\}$ после первичной рекристаллизации. Это объяснялось тем, что, поскольку накопленная энергия деформации в участках с этой ориентировкой в материале, прокатанном на степень деформации около 70%, больше, чем в других составляющих текстуры, то в процессе дорекристаллизационного отжига такие участки более интенсивно очищаются от дефектов и сохраняют свою ориентировку до более высоких степеней деформации. В результате при первичной рекристаллизации получается больше ориентировки $\{111\}\langle 112 \rangle$, которая, как известно, образуется из компоненты текстуры деформации $\{111\}\langle 110 \rangle$.

Таблица 5.2. Объемная доля текстурных компонент для образцов сплавов Fe 3%Si, отожженных с медленным нагревом от 400 до 700°C (предварительный магнитный отжиг при 450°C, 10 минут в поле 20 Тл и без поля)

Поле, Тл	Объемная доля компонент $\{hkl\} \pm 10^\circ$, %, компоненты $\langle 001 \rangle \pm 15^\circ$, %.			
	$\{100\}$	$\{110\}$	$\{111\}$	$\langle 001 \rangle \pm 15^\circ$
0	4	1	37	2
20	5	2	28	4

Результаты настоящей работы показывают, что приложение магнитного поля в процессе дорекристаллизационного отжига приводит, наоборот, к значительному уменьшению компоненты $\{111\}$ в результате первичной рекристаллизации. Возможно, это связано с торможением процессов возврата и образования субзёрен такой ориентировки сильным магнитным полем. При этом увеличивается объемная доля компонент, содержащих направление легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$. Это можно объяснить большим количеством зародышей с такими ориентировками, образовавшихся в процессе магнитного дорекристаллизационного отжига.

Для образцов, подвергнутых рекристаллизационному отжигу при 850°C, были построены полевые зависимости намагниченности (рис.5.4). На увеличенном фрагменте этих зависимостей видно, что только для образца, подвергнутого низкотемпературному отжигу в поле 20 Тл, величина намагниченности в полях до насыщения заметно выше. Кривые намагничивания для образцов, отожженных без поля и в поле 10 Тл, находятся на одном уровне в пределах ошибки измерений.

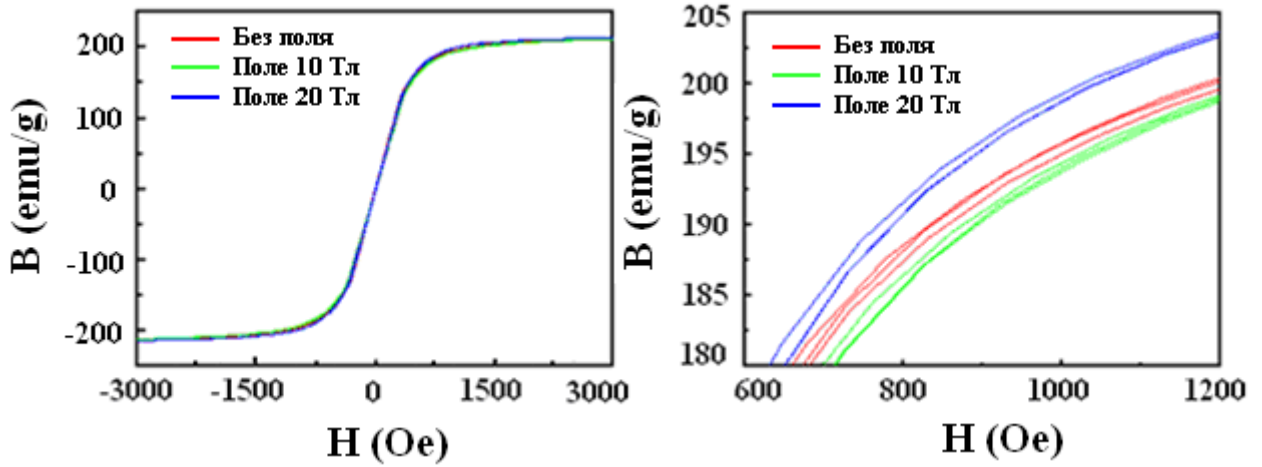


Рис.5.4. Полевые зависимости намагниченности для образцов Fe-3%Si, отожженных при 850°C, 15 минут, предварительно подвергнутых отжигу при 450°C без поля и в поле 10 и 20 Тл, и их увеличенные фрагменты.

Этот факт также подтверждает выводы, сделанные на основе анализа ориентационных карт, о том, что предварительный отжиг в сильном магнитном поле способствует формированию зерен с ориентировкой, в которой направление легкого намагничивания, лежит вдоль приложенного магнитного поля. Более того, подобная тенденция наблюдается и в образцах подвергнутых только дорекристаллизационному отжигу (рис.5.5.).

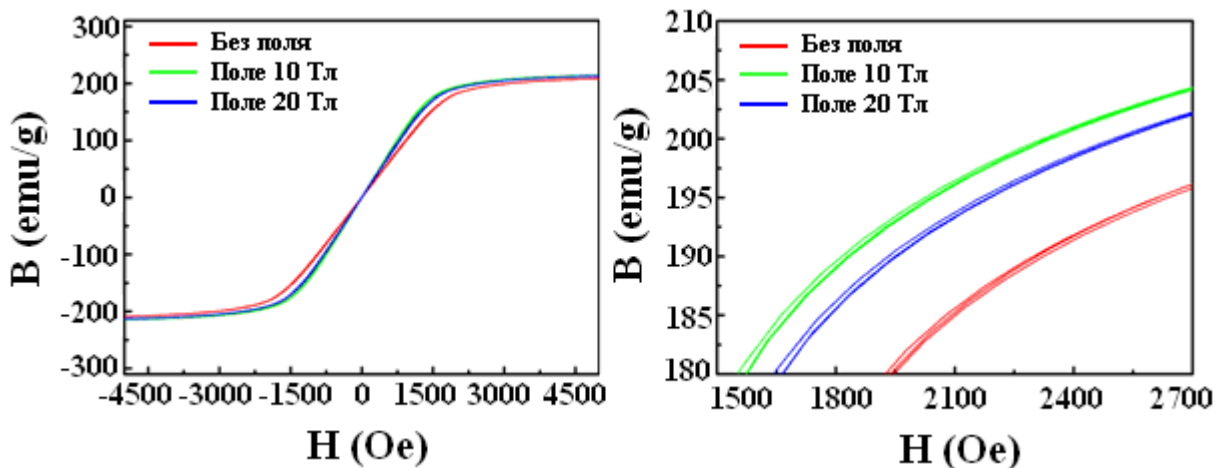


Рис.5.5. Полевые зависимости намагниченности для образцов из сплава Fe-3%Si после отжига при 450°C, 10 минут без поля и в полях 10 и 20 Тл и их увеличенные фрагменты.

Низкотемпературная термообработка, которой подвергались деформированные образцы, не приводит к формированию большеугловых границ и, следовательно, зёрен в классическом представлении. Однако уже на этих стадиях структурных преобразований происходит выбор ориентаций, обусловленный наличием внешнего магнитного поля, это подтверждается величиной индукции при напряженности намагничивающего поля 2,4 кЭ, которая при пересчете из единиц emu/g (электромагнитная единица) в Тл составляет 1,85; 1,93 и 1,91 Тл для отжига без поля в поле 10 Тл и в поле 20 Тл соответственно.

В настоящей работе был проведен эксперимент, в ходе которого холоднокатаные образцы Fe-1,5%Si толщиной 0,44 мм подвергались магнитному отжигу при температуре 800 °С (выше температуры Кюри), а также двухступенчатому отжигу. Двухступенчатый отжиг включал в себя предварительный дорекристаллизационный отжиг в поле 20 Тл при 450°С, 15 минут и немагнитный отжиг при 800°С, 30 минут для протекания первичной рекристаллизации. Результаты анализа текстуры, а также определения среднего размера зерна представлены в таблице 5.3.

Таблица 5.3. Объемная доля текстурных компонент и средний размер зерна d для образцов сплавов Fe 1,5%Si, подвергнутых обработке в магнитном поле по различным режимам

Обработка	Объемная доля компонент $\{hkl\} \pm 10^\circ$, %, компоненты $\langle 001 \rangle \pm 15^\circ$, %.				Размер зерна d , мкм
	{100}	{110}	{111}	$\langle 001 \rangle \pm 15^\circ$	
800°С-30 минут в поле 20 Тл	6	3	20	5	20±5
450°С-15 минут в поле 20 Тл + 800°С- 30 минут без поля	9	3	18	7	22±5

Обращает на себя внимание то, что обработка образцов сплава Fe-1,5%Si в магнитном поле 20 Тл в ферромагнитном состоянии ниже точки Кюри (450°С) приводит к увеличению объемных долей компонент с направлением легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$ и к уменьшению компоненты {111} по сравнению с проведением магнитного отжига выше точки Кюри (800°С). Из полученных результатов видно, что предварительная низкотемпературная обработка образцов в сильном магнитном поле не приводит к существенному изменению размера зерна после первичной рекристаллизации.

5.1.2 Рост кубической ориентировки в прокатанном монокристалле Fe-3%Si в процессе рекристаллизации в магнитном поле

Необходимо отметить, что в текстуре деформации Fe-Si сплавов содержится немного ориентировок, которые могли бы получить стимул к развитию в условиях приложения магнитного поля. В этой связи, для получения дополнительных сведений о возможном влиянии магнитных отжига на формирование предпочтительных ориентировок, содержащих направление легкого намагничивания в ОЦК сплавах, был проведен эксперимент по магнитному отжигу монокристалла Fe-3%Si с искусственно внесенными в его структуру двойниками кубической ориентировки. Процедура получения исходных образцов подробно описана в разделе 2.1. Отжиги проводили без поля и в магнитном поле 20 и 29 Тл. Образцы помещали в печь при температуре 300°C с дальнейшим нагревом со скоростью 7°C /мин до 700°C и выдержкой при температуре 700°C 30 минут.

На рис.5.6 приведены рентгеновские полюсные фигуры {110}, полученные с образцов, прокатанных на 80% и отожженных при 700°C без поля (рис.5.6.а) и в поле 20 (рис.5.6.б) и 29 Тл (рис.5.6.в). Во всех случаях текстура рекристаллизации близка к $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ с отклонением по плоскости около 9° (это связано с отклонением исходной ориентировки (110) от плоскости прокатки). Значения максимальной относительной интенсивности и уровни средней полюсной плотности приведены на каждой полюсной фигуре. Видно, что максимальное значение интенсивности кубической ориентировки после отжига в магнитном поле существенно выше, чем после отжига без поля. Необходимо отметить, что съемка производилась с трех различных мест по длине каждого из образцов. Значения максимальной интенсивности менялись, но во всех случаях они были выше после отжига в поле, чем после немагнитного отжига. Средние значения максимальной интенсивности по трем участкам для каждого образца составили 15, 29 и 22 отн. ед. для отжига без поля, в поле 20 и 29 Тл, соответственно. Можно предположить, что различие в интенсивности по длине образца связано с различной плотностью внесенных двойников по длине образца и, соответственно, с разным количеством зародышей кубической ориентировки.

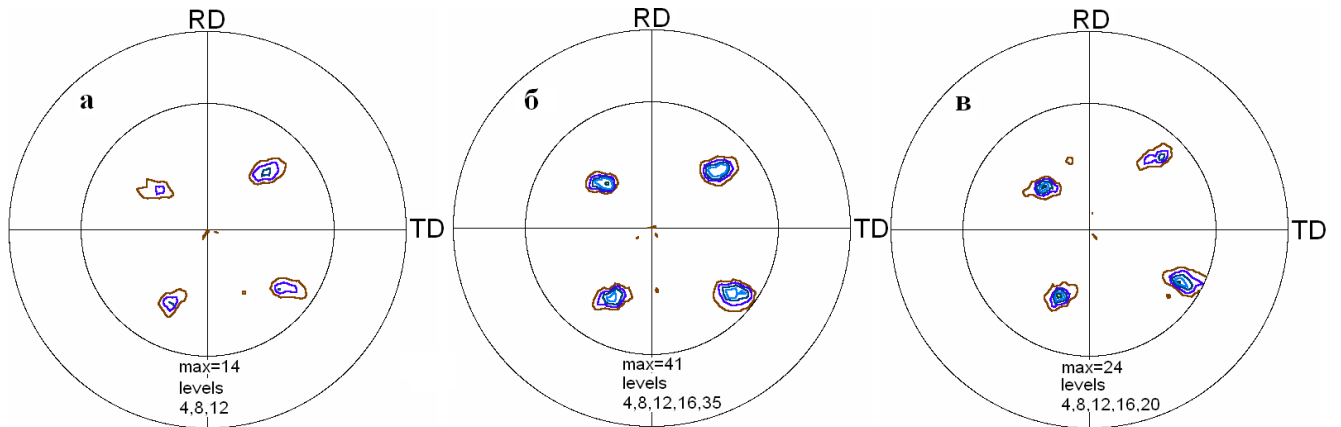


Рис.5.6. Текстура рекристаллизации (полюсные фигуры $\{110\}$) образцов Fe-3%Si, отожженных при 700°C без поля(а), в магнитном поле 20 Тл(б) и в магнитном поле 29 Тл (в).

На рис.5.7 представлены фрагменты ориентационных карт EBSD для образцов после трех вариантов обработки (рис.5.7.а-в) и соответствующие ориентировки на полюсных фигурах $\{100\}$ (рис.5.7.г-е). По полюсным фигурам видно, что рассеяние ориентировок выше после отжига без поля (рис.5.7.г). По ориентационным картам, рассчитана объемная доля плоскостных ориентировок $\{100\}$ и $\{112\}$ с рассеянием $\pm 15^\circ$, а по соответствующим картинкам качества изображения методом секущей вручную рассчитан размер зерна вдоль и поперек направления прокатки. Данные приведены в таблице 5.4. Объемная доля плоскостной кубической ориентировки после отжига в магнитном поле существенно увеличивается по сравнению с отжигом без поля – с 44% до 54%. Количество исходной ориентировки $\{112\}$, наоборот, уменьшается с 28% после отжига без поля до 20 и 15% после отжига в магнитном поле. Размер зерна после рекристаллизации в магнитном поле больше, чем после отжига без поля. Линейный средний размер зерен вдоль и поперек направления прокатки больше для образцов, отожженных в магнитном поле по сравнению с образцом подвергнутом отжигу в обычных условиях. В этой же таблице приведены средние размеры вдоль направления прокатки зерен с плоскостными ориентировками $\{100\}$ и $\{112\}$. Видно, что размер кубических зерен после отжига в поле заметно увеличивается с 69 до 77 и 78 мкм, а размер зерен $\{112\}$ уменьшается с 73 до 68 и 70 мкм. Кроме того, в образцах, отожженных в магнитном поле, на участке структуры, по которому производились измерения, количество зерен, близких к кубической ориентировке, возрастает, а количество зерен, близких к $\{112\}$ уменьшается.

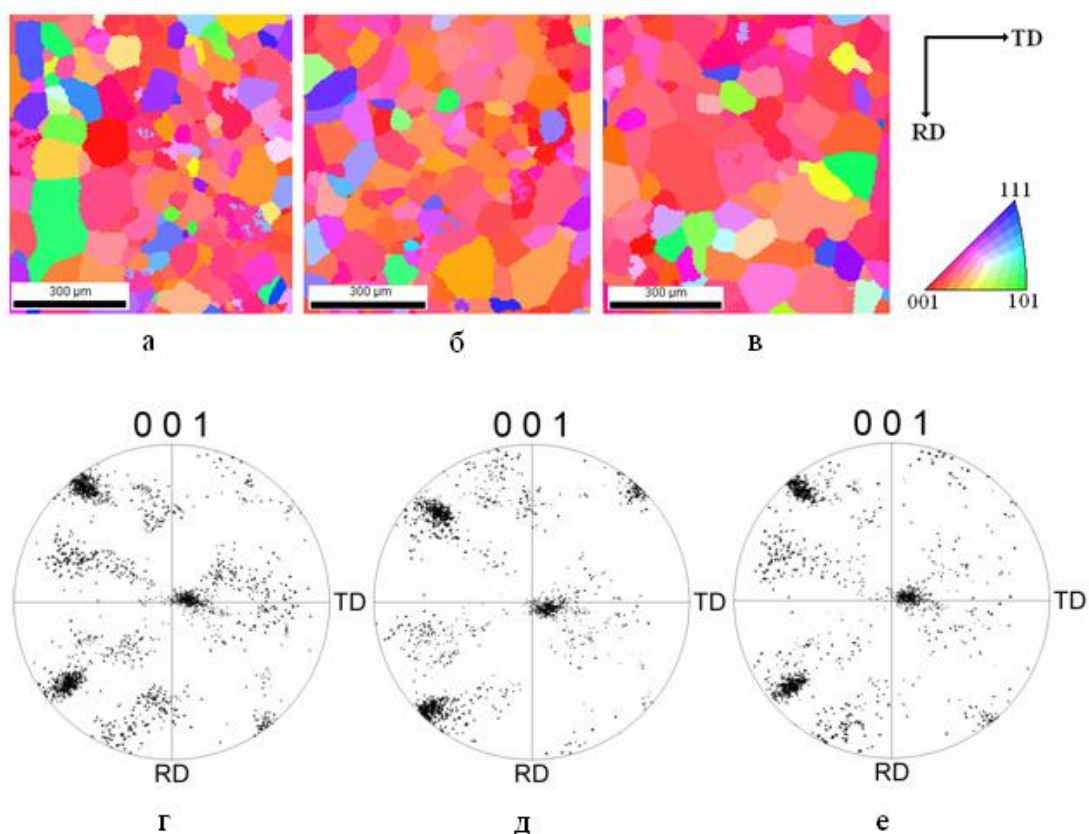


Рис.5.7. Фрагменты ориентационных карт (а, б, в) и полюсные фигуры ориентировок (г, д, е), полученных с помощью EBSD с образцов, отожженных при 700°C без поля (а, г); в поле 20 Тл (б, д) и в поле 29 Т (в, е).

Таблица 5.4. Объемная доля $\Delta V/V$ ($\pm 15^\circ$) текстурных компонент $\{100\}$ и $\{112\}$; средний размер зерен вдоль и поперек направления прокатки D и средний размер зерен $D_{\{100\}}$ и $D_{\{112\}}$ вдоль НП в исследованных образцах после первичной рекристаллизации по режиму: нагрев со скоростью 7°C/мин и выдержка при 700°C, 30 минут

	Поле, Тл		
	0	20	29
$\Delta V/V_{\{100\}}$, %	44	54	54
$\Delta V/V_{\{112\}}$, %	28	20	15
D , мкм, вдоль НП	59±8	73±8	69±8
D , мкм, поперек НП	56±8	70±8	72±8
$D_{\{100\}}$, мкм (кол-во зерен)	69±8 (87)	77±8 (98)	78±8 (96)
$D_{\{112\}}$, мкм (кол-во зерен)	73±8 (36)	68±8 (24)	70±8 (14)

В таблице 5.5 приведены объемные доли зерен, имеющих направления $\langle 001 \rangle$ и $\langle 011 \rangle$ лежащие вдоль направления прокатки в пределах рассеяния 20° . Количество зерен с теми, и с другими

направлениями увеличивается с повышением поля. Особенно важно повышение содержания компонент, содержащих направление легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$, при отжиге в поле, т.к. это направление не характерно для текстуры, образующейся в таких образцах в результате рекристаллизации без поля.

Таблица 5.5. Объемная доля зерен (%) с направлениями $\langle 001 \rangle$ и $\langle 011 \rangle$, лежащими вдоль направления прокатки с рассеянием $\pm 20^\circ$

Поле, Тл	$\Delta V/V_{\langle 001 \rangle}$	$\Delta V/V_{\langle 011 \rangle}$
0	5	64
20	11	77
29	9	69

5.2 Формирование текстуры при рекристаллизации в ГЦК сплавах на основе никеля с разным направлением легкого намагничивания после отжигов в магнитном поле ниже точки Кюри

Ферромагнитные сплавы на основе никеля с добавлением 50%Fe или 30%Co имеют разные направления легкого намагничивания, в то же время в этих двух сплавах при первичной рекристаллизации формируется практически однокомпонентная кубическая текстура. В рамках настоящего исследования была изучена текстура в образцах из ГЦК сплавов Fe-50%Ni и Ni-30%Co после магнитных отжигов по различным режимам.

5.2.1 Дорекристаллизационный отжиг холоднокатаной ленты Fe-50%Ni с направлением легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$

Сравнивалась структура образцов, подвергнутых отжигам при температурах выше начала первичной рекристаллизации 600 и 800°C предварительно отожженные при температуре 490°C в магнитном поле 20 Тл и без поля. Во всех образцах главной текстурной компонентой является

кубическая ориентировка $\{100\}\langle 001\rangle$. На рис.5.8 приведены фрагменты ориентационных карт EBSD с образцов, предварительно отожженных при 490°C (ниже температуры Кюри) без поля или в поле 20 Тл и затем подвергнутых отжигу без поля при 600°C. Кроме того, проводились рекристаллизационные отжиги при 800°C с предварительным отжигом 490°C в магнитном поле и без него. Во всех образцах определялась величина объемной доли кубической ориентировки, значения приведены в таблице 5.6. Необходимо отметить, что в ГЦК сплавах никеля, склонных к образованию кубической текстуры при рекристаллизации (в том числе и в сплаве Fe-50%Ni), проведение «ступенчатых» отжигов, т.е. дополнительной выдержки при более низкой температуре (но выше температуры начала первичной рекристаллизации) перед окончательным высокотемпературным отжигом приводит к повышению остроты кубической текстуры [163]. В настоящей работе установлено, что острота кубической текстуры повышается и в том случае, если предварительный отжиг проводится при температуре ниже температуры начала первичной рекристаллизации. Предварительный отжиг 490°C без поля повышает остроту кубической текстуры в сплаве, отожженном при 600°C на 4%. Если же этот предварительный отжиг провести в магнитном поле, то острота кубической текстуры повышается на 7% (с 87 до 94%). При отжиге 800°C с предварительным низкотемпературным отжигом при температуре ниже точки Кюри без поля и в магнитном поле 20 Тл острота кубической текстуры составляет, соответственно 95 и 99%.

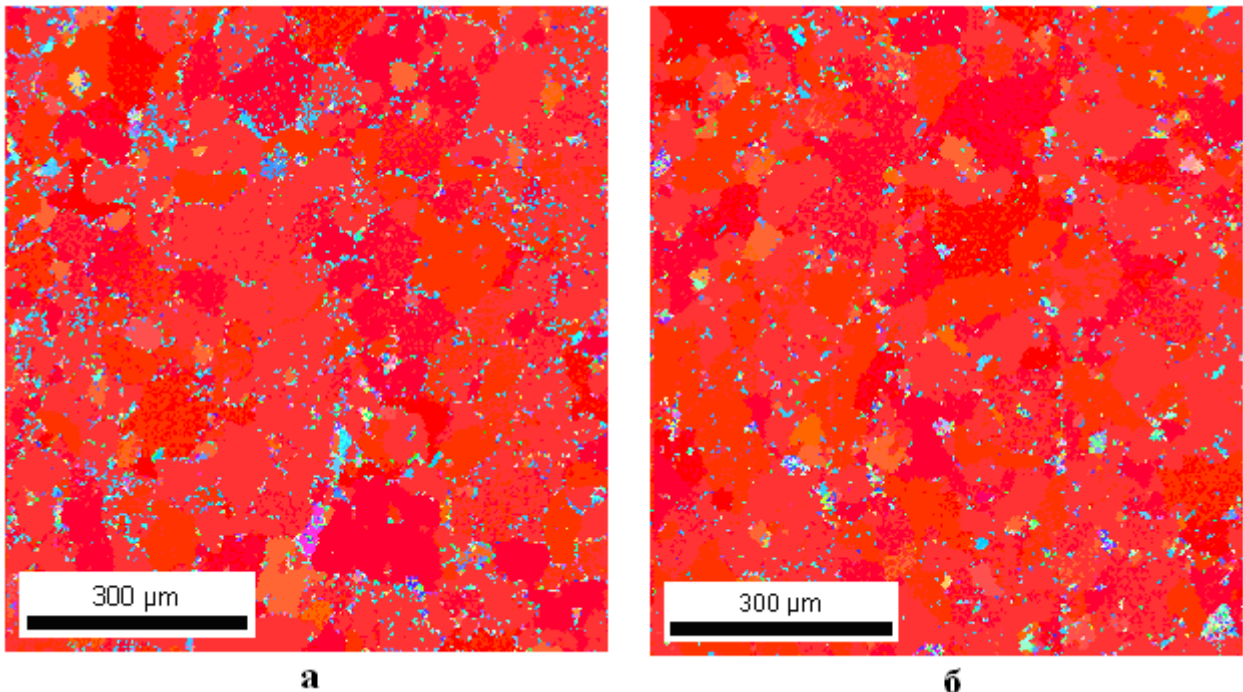


Рис.5.8. Фрагменты ориентационных карт образцов Fe-50%Ni, предварительно отожженных без поля (а) или в поле 20 Тл (б) при 490°C и затем подвергнутых отжигу без поля при 600°C.

Таблица 5.6. Объемная доля плоскостей {001} с рассеянием ($\pm 10^\circ$), % в образцах после дорекристаллизационного отжига (ДО) в магнитном поле и без поля и последующего рекристаллизационного отжига

ДО 490°C, 15 минут + 600°C, 30 минут		ДО 490°C, 15 минут + 800°C, 30 минут	
Без поля	ДО в поле 20 Тл	Без поля	ДО в поле 20 Тл
91	94	95	99

В отличие от одностадийного отжига при 600°C в магнитном поле и без него (рис.4.7.) проведение промежуточного дорекристаллизационного отжига в магнитном поле приводит к тому, что в текстуре образца Fe-50%Ni присутствует меньшее количество остаточных деформационных компонент, а объемная доля зерен с кубической ориентировкой возрастает. Это происходит по той причине, что в сплаве Fe-50%Ni аналогично сплаву Fe-3%Si в ходе предварительного дорекристаллизационного отжига уже на ранних стадиях структурного превращения происходит ориентационная выборка и по сравнению с отжигом без поля формируется большее количество зародышей зерен кубической ориентировки, которые растут при последующем нагреве.

Для образцов рекристаллизованных при 600°C с предварительным отжигом в магнитном поле 20 Тл и без предварительного отжига построены полевые зависимости намагничивания (рис.5.8.). Видно, что значения индукции в полях до насыщения существенно различаются. При намагничивающем поле 200 Э индукция при пересчете из единиц emu/g в Тл составила 1,46 и 1,35 Тл для образцов с предварительным отжигом в поле и без него соответственно. Процесс намагничивания при измерении петли гистерезиса, в образцах, претерпевших обработку в сильном магнитном поле, происходит более высокими темпами. Это, является дополнительным свидетельством того, что в образцах содержится большее количество зерен с кристаллографическими направлениями, близкими к направлению легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$.

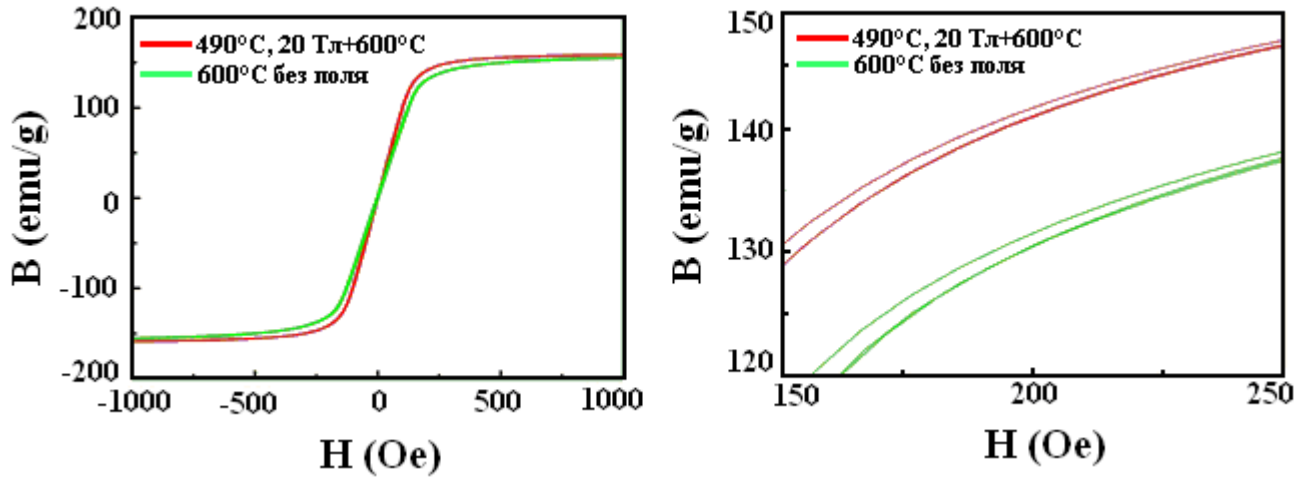


Рис.5.9. Полевые зависимости намагниченности для образцов Fe-50%Ni, подвергнутых разным режимам отжига и их увлеченные фрагменты.

Повторный эксперимент по дорекристаллизационному отжигу образцов Fe-50%Ni проводился путём нагрева со скоростью 10°C/мин от 300°C и выдержкой 20 минут при 500°C. Напряженность внешнего магнитного поля составляла 20 и 29 Тл. Ориентационные карты образцов после такой обработки были представлены на рис 4.3 в главе 4. Далее образцы подвергали отжигу с медленным нагревом начиная от температур 400°C со скоростью 2°C/мин до 675°C. Ориентационные карты и картины качества изображения представлены на рис. 5.8. Картины качества расшифровки картин Кикучи в данном случае приведены для того, чтобы более четко, показать зеренную структуру образцов.

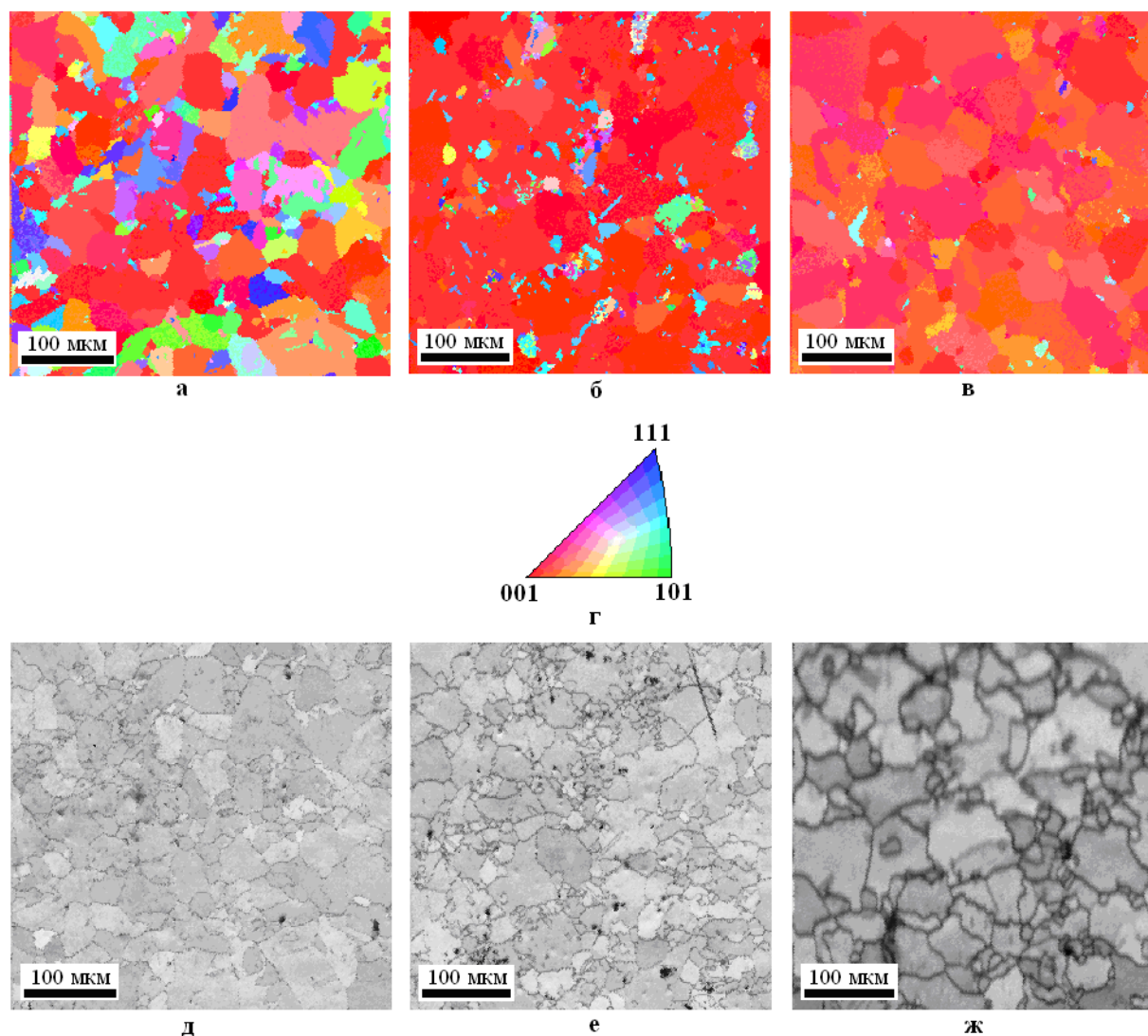


Рис.5.9. Ориентационные карты (а-в), карты Image Quality (д-ж) и стереографический треугольник с расшифровкой ориентаций (г) сплава Fe-50%Ni после медленного нагрева в дилатометре до 675°C, предварительно отожженного при 500°C без поля (а,д), в поле 20 Тл (б,е) и 29 Тл (в,ж).

По цветным ориентационным картам (рис.5.8.а-в) видно, что количество «красных» ориентировок, изображающих ориентировки, близкие к кубической $\{100\}$, существенно увеличивается с повышением величины поля, т.е. распределение соответствующих ориентировок относительно внешних направлений образца становится более острым. Это также можно видеть по распределению полюсов $\{100\}$ на полюсных фигурах, построенных в программе EBSD (рис.5.9.а-в).

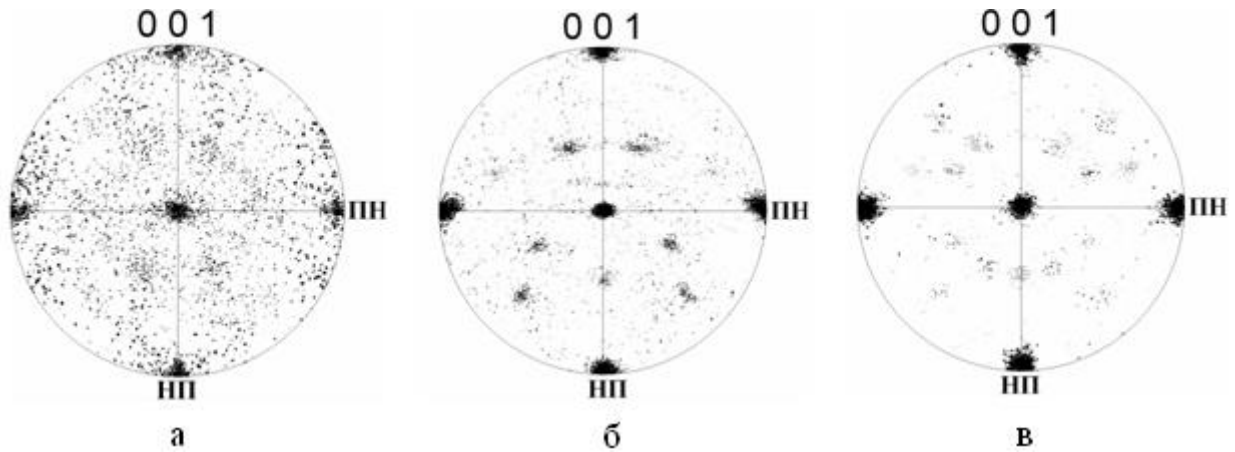


Рис.5.10. Полюсные фигуры, полученные методом EBSD, для сплава Fe-50%Ni после рекристаллизации с предварительным дорекристаллизационным отжигом без поля (а), в поле 20 (б) и 29 (в) Тл.

В данном сплаве, имеющем направление легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$ приложение магнитного поля при дорекристаллизационном отжиге способствует резкому росту доли зерен с кубической ориентировкой. Их доля в образце, отожженном без поля составляет 49%, а в образцах, отожженных в полях 20 и 29 Тл 92 и 98% соответственно. Количество плоскостной ориентировки $\{112\}$, которая входит в одну из основных компонент исходной текстуры деформации $\{112\}\langle 111 \rangle$ при этом уменьшается с 3% практически до 0.

5.2.2 Рекристаллизационный магнитный отжиг холоднокатаной ленты Ni-30%Co с направлением легкого намагничивания $\langle 111 \rangle$

На рис.5.10 приведены полученные рентгеновской дифракцией полюсные фигуры $\{111\}$ лент сплава Ni-30%Co после отжига при температуре 550°C с медленным нагревом и выдержкой 30 мин, отжиг проводился без поля и в поле 20 и 29 Тл. Видно, что интенсивность максимумов кубической ориентировки практически не отличается (уровни средней полюсной плотности на всех фигурах одинаковы и составляют 1, 15, 29 и 43 ед.).

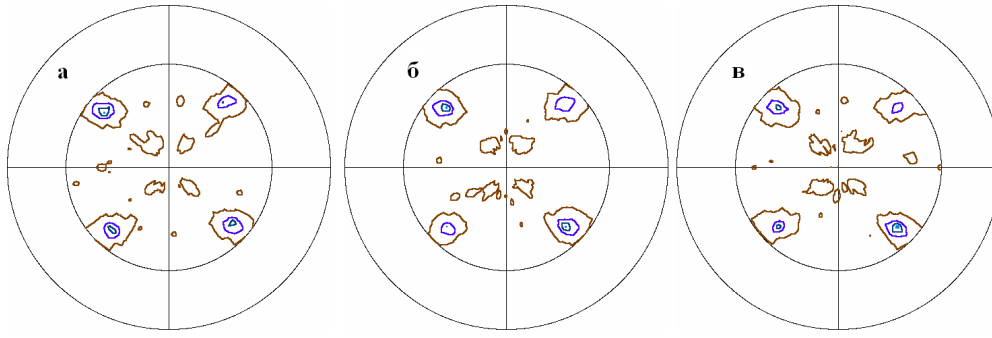


Рис.5.10. Полюсные фигуры $\{111\}$ лент сплава Ni-30%Co после отжига при температуре 550°C без поля (а), с полем 20 Тл (б) и с полем 29 Тл.

Детальный анализ ориентировок осуществлялся с помощью метода EBSD. На рис.5.11 приведены фрагменты ориентационных карт образцов, отожженных по указанным режимам, а также соответствующие картины качества изображения. Видно, что наряду с кубическими зернами присутствуют и зерна других ориентировок, которые в основном сосредоточены в локализованных областях мелких зерен. С ростом величины магнитного поля, увеличивается количество областей мелких зерен.

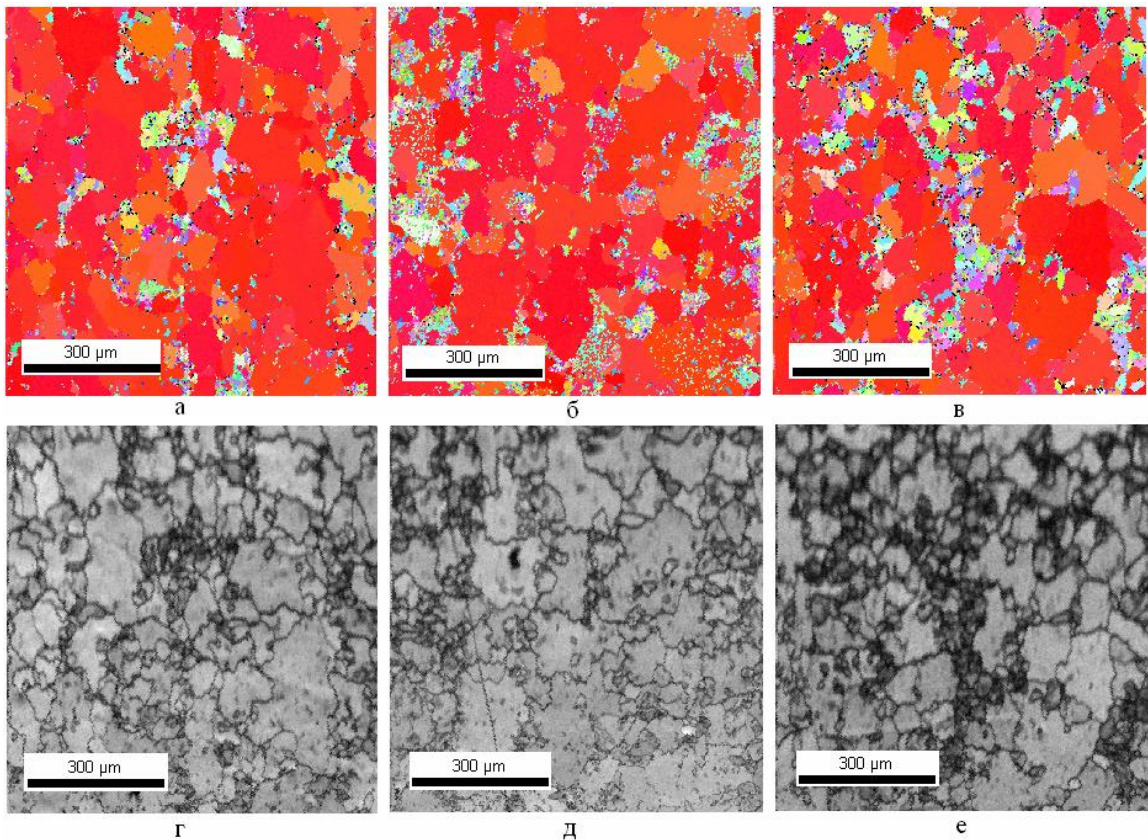


Рис.5.12. Фрагменты ориентационных карт (а, б, в) и соответствующие картины качества изображения (г, д, е) образцов, исследованных методом EBSD. Отжиг при температуре 550°C без поля (а, г), в поле 20 Тл (б, д) и 29 Тл (в, е).

В таблице 5.7 представлены значения объемных долей некоторых кристаллографических плоскостей $\{hkl\}$ лежащих в плоскости ленты. Рассчитывались объемные доли основной ориентировки текстуры рекристаллизации $\{100\}\langle 001\rangle$, а также объемные доли плоскостей из основных компонент текстуры деформации С $\{112\}\langle 111\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$ и В $\{110\}\langle 112\rangle$. Можно заметить, что приложение магнитного поля в процессе первичной рекристаллизации приводит к уменьшению количества зерен с кубической ориентировкой и к увеличению объемной доли зерен с ориентировками текстуры деформации. Нельзя с уверенностью сказать, что именно компоненты текстуры, включающей направление легкого намагничивания $\langle 111\rangle$ ($\{112\}\langle 111\rangle$), остается больше при отжиге в магнитном поле, т.к. количество ее невелико. Однако очевидно, что, в отличие от сплава Fe-50%Ni, отжиг в поле не способствует увеличению остроты кубической ориентировки, а, наоборот, уменьшает ее и увеличивает объемную долю зерен с ориентировками текстуры деформации.

Таблица 5.7. Объемная доля ($\pm 10^\circ$) плоскостных компонент в образцах сплава Ni-30%Co после отжига при температуре 550°C и разной величине поля

Поле, Тл	$\{100\}$, %	$\{112\}$, %	$\{123\}$, %	$\{110\}$, %
0	82	1	6	1
20	72	2	10	2
29	73	2	9	1

Дополнительно для образцов Ni-30%Co проводился отжиг путём посадки в печь на 800°C (выше точки Кюри) и выдержки 60 минут без поля или в поле 29 Тл. Ориентационные карты и полюсные фигуры $\{001\}$ отожженных образцов представлены на рис.5.12. По ним видно, что и в том, и в другом образце преобладает кубическая текстура, однако в магнитно отожженном образце доля зерен с кубической ориентировкой уменьшается, рассеяние увеличивается, а структура содержит в себе нерекристаллизованные участки по границам зёрен. Доля кубических зерен составляет 92 и 86% для образцов, отожженных без поля и в поле 29 Тл, соответственно.

Структура лент после отжига при 550°C, наблюдаемая в сканирующем микроскопе, (рис.5.11.) отличается большой разнотерностью. Чем больше напряженность поля, тем больше областей мелких зерен. На распределении зерен по размерам при этом наблюдается несколько максимумов. После отжига при 800°C такой разнотерности не наблюдается. В таблице 5.8 представлены значения среднего размера зерен после соответствующих обработок. Для отжига при 550°C, кроме среднего размера зерна в целом по образцу, приведено количество

зерен в разных размерных интервалах, для температуры 800°C приведен только средний размер зерна.

Даже с учетом погрешности измерений видно, что средний размер зерен после отжига в магнитном поле и при 550 и при 800°C уменьшается. Это может свидетельствовать о замедлении процессов структурной перестройки магнитным полем. Кроме того, в данном сплаве, имеющем направление легкого намагничивания $\langle 111 \rangle$ и острую кубическую текстуру рекристаллизации в обычных условиях, приложение внешнего магнитного поля при отжиге, вероятно, привносит дополнительную энергию, затрудняющую формирование зерен основной кубической ориентировки, с чем может быть связано итоговое уменьшение среднего размер зерна.

Таблица 5.8. Средний размер зерна и количество рассмотренных зерен после разных обработок лент из сплава Ni-30%Co

Температура, °С,	<i>B</i> , Тл	Кол-во зёрен ≤ 8 мкм.	Кол-во зёрен от 8 до 20 мкм	Кол-во зёрен ≥ 20 мкм	<i>D</i> ср, мкм	Всего зерен
550	0	127 (40,8%)	118 (37,8%)	67 (21,4%)	78±8	312
550	20	130 (57%)	78 (34,3%)	20 (8,7%)	70±8	228
550	29	237 (74,6%)	60 (18,8%)	21 (6,6%)	49±8	318
800	0	-	-	-	96±8	244
800	29	-	-	-	83±8	360

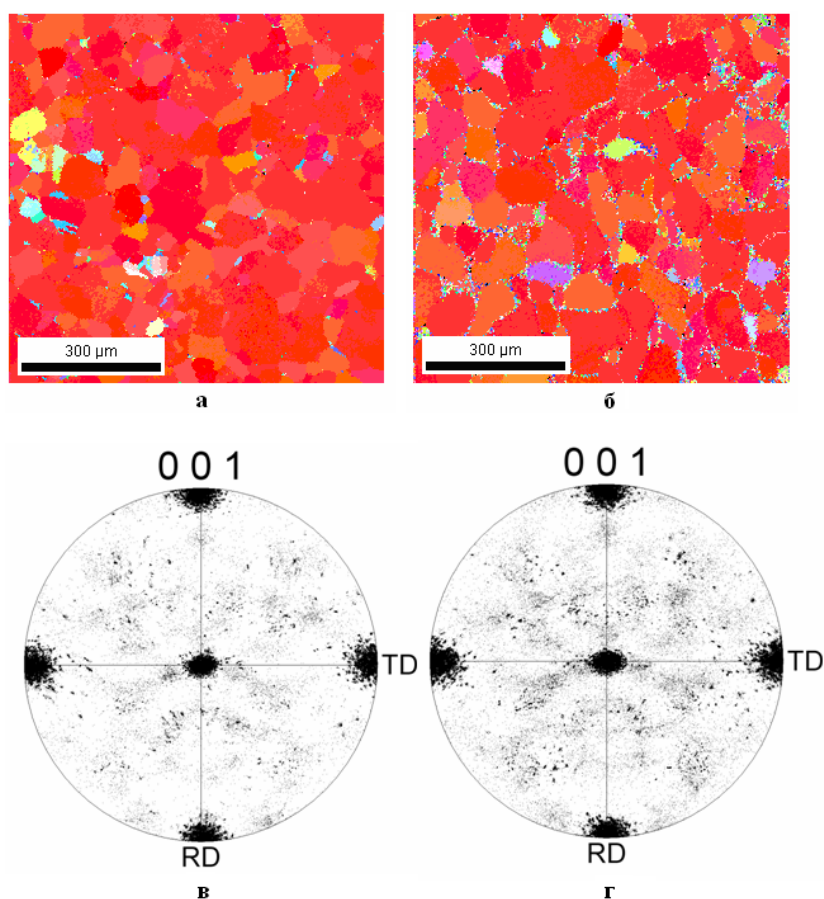


Рис.5.13. Фрагменты ориентационных карт (а,б) и полюсные фигуры $\{001\}$ (в,г), полученные, методом EBSD для образцов Ni-30%Co, отожженных при 800°C – 60 минут без приложения магнитного поля (а,в) и в магнитном поле 29 Тл (б,г).

5.3 Возможные причины влияния сильного магнитного поля на формирование структуры и кристаллографической текстуры в ферромагнитных сплавах

В работе четко просматривается ориентирующее воздействие поля, проявляющееся при формировании кристаллографической текстуры в процессе магнитного отжига. Это показано на примере сплавов Fe-1,5(3)%Si, Fe-50%Ni и Ni-30%Co. В этих сплавах при отжигах в магнитном поле при различных режимах в той или иной степени усиливаются текстурные компоненты, в которых хотя бы одно кристаллографическое направление является осью лёгкого намагничивания, совпадающей с направлением внешнего поля. Полученные результаты

согласуются с более ранними результатами, описанными в научной литературе, и существенным образом дополняют их. Однако авторы расходятся во мнении относительно причин подобного явления. Так, в работе [92] при проведении отжига в магнитном поле образцов Fe-3,25%Si с текстурой деформации $\{111\}\langle 112\rangle$ получали более острую текстуру $\{110\}\langle 001\rangle$, чем при отжиге без поля, и получающееся при этом более крупное зерно объясняли процессом коалесценции зерен с близкой ориентацией. А преимущественное формирование зерен с ориентировкой $\{hk0\}\langle 001\rangle$ объясняют облегчением протекания возврата и рекристаллизации в этих зернах за счёт наименьшей магнитострикции при совпадении осей $\langle 001\rangle$ с полем. К тому же заключению пришли и авторы [85] при экспериментах по магнитному отжигу Fe-35%Co, а в статье [86] они провели расчет энергии магнитной анизотропии и заключили, что ее величина слишком мала для внесения каких-либо изменений в формирующуюся структуру. Необходимо отметить, что сплав Fe-Co обладает повышенной магнитострикцией (порядка $60 \cdot 10^{-6}$ для сплава Fe-50%Co [128]). Однако, например, в сплавах Fe-50%Ni в настоящей работе и Fe-1%Si в работе [98] которые обладают магнитострикцией насыщения близкой к нулю, так же обнаружены ориентирующие эффекты, связанные с магнитным полем. Наиболее вероятной причиной подобных эффектов, по-видимому является анизотропия магнитной свободной энергии. Формирование текстурных компонент в которых хотя бы одно направление совпадает с направлением внешнего магнитного поля приводит к снижению суммарной энергии системы. Авторы [87] помимо торможения процессов рекристаллизации в армко железе при отжиге в магнитном поле 1,5 Тл обнаружили увеличение компоненты $\{100\}$ в текстуре. Это связывается с анизотропией магнитной свободной энергии и её вкладом в полную энергию системы в условиях магнитного отжига. На рис.5.13 представлен график изменения свободной энергии Гиббса при рекристаллизации армко-железа в магнитном поле и без него. Согласно этому графику максимум снижения свободной энергии в магнитном поле происходит при образовании зародышей с плоскостной ориентировкой $\{100\}$ из деформационной матрицы.

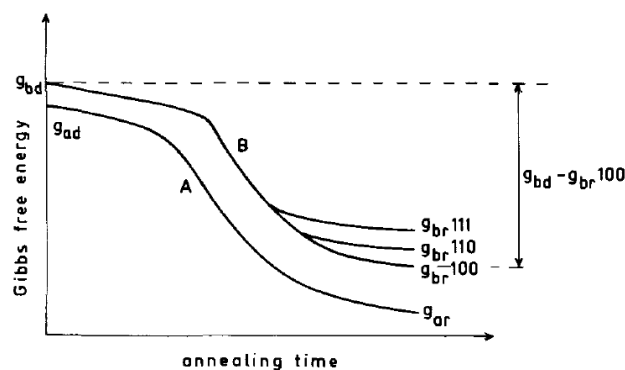


Рис.5.14. Изменение свободной энергии Гиббса при рекристаллизации без поля (кривая A) и в магнитном поле (кривая B) [87].

В настоящей работе в сильно деформированном сплаве Fe-3%Si имеющем многокомпонентную текстуру деформации в процессе низкотемпературного отжига при 450°C происходит усиление структурных элементов с плоскостной ориентировкой {100} и {110} и ослабление {111}, что проявляется при последующем рекристаллизационном отжиге без магнитного поля. В монокристалле Fe-3%Si с текстурой деформации (112)[$\bar{1}10$] при температуре 700°C вырастают искусственно внесенные зародыши зерен с ориентировкой {100}<011>, поскольку они имеют границы наибольшей подвижности с матрицей. Зародышей с направлением <001> мало, и они не имеют благоприятной разориентировки с матрицей. В присутствии магнитного поля увеличивается объемная доля плоскостной ориентировки {100}. При этом существенно увеличивается объемная доля зерен с направлениями <011> и, незначительно, - с направлениями <001>. Эти результаты подтверждают предположение о роли зависимости магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем. Это так же однозначно продемонстрировано в ходе экспериментов по отжигу сплавов Fe-50%Ni и Ni-30%Co имеющих острую кубическую текстуру после отжига в обычных условиях и разные направления легкого намагничивания. В сплаве Fe-50%Ni отжиг в магнитном поле приводит к более резкому увеличению объемной доли кубической компоненты даже при пониженных относительно обычно используемых температурах. В случае сплава Ni-30%Co, напротив, доля кубических зёрен уменьшается, рассеяние увеличивается, а доля зёрен, имеющих направление <111> параллельное полю, незначительно увеличивается. Показано так же, что размер кубических зерен, которые являются основными в структуре данных сплавов, при магнитном отжиге меняется по-разному. В сплаве Fe-50%Ni их средний размер увеличивается, а в сплаве Ni-30%Co напротив уменьшается. В работе [93] показано, что приложение магнитного поля от 10 до 20 Тл в ходе рекристаллизационного отжига Fe-0,75%Si при температуре 800°C приводит к увеличению среднего размера зерна. Авторы объясняют это тем, что магнитное поле увеличивает подвижность границ зерен с определенной ориентацией. В большинстве экспериментов в настоящей работе процесс первичной рекристаллизации происходил без приложения магнитного поля. Поэтому изменение размера зерна нельзя объяснить увеличением или уменьшением подвижности границ за счет магнитного поля.

В данной работе показано, что магнитное поле оказывает существенное воздействие на формирование структуры при низкотемпературном дорекристаллизационном отжиге, то есть на стадии возврата. К подобному выводу так же пришли в работе [6]. Именно на этой стадии происходит ориентирующее воздействие поля за счёт стремления системы к минимуму свободной энергии. Происходит формирование благоприятно ориентированных субзерен которые в дальнейшем служат зародышами рекристаллизации. Формирование субзерен, которые не приводят к снижению свободной энергии в магнитном поле, менее

предпочтительно, именно по этой причине при последующем рекристаллизационном отжиге даже без приложения внешнего магнитного поля повышается объёмная доля зёрен с определенной ориентировкой.

В результате эксперимента по отжигу монокристалла Fe-3%Si с искусственно внесенными кубическими двойниками показано, что магнитное поле 29 Тл не может кардинально изменить тип текстуры, определяемый основными движущими силами рекристаллизации – энергией, запасенной при холодной деформации, энергией границ зерен, поверхностной энергией и т.п. Однако магнитная энергия может внести свой вклад и существенно изменить рассеяние формирующихся ориентировок.

Согласно [164] скорость миграции границы зерна равна:

$$v = M \cdot P, \quad (5.1)$$

где M – подвижность границы

P – движущая сила.

Величина подвижности границы зависит от ряда факторов, таких как структура границы и температура. В свою очередь, результирующая движущая сила равна:

$$P = \sum_i P_i. \quad (5.2)$$

Основной движущей силой при первичной рекристаллизации, является энергия, запасенная при холодной пластической деформации, однако приложение магнитного поля так же может вносить свой вклад за счёт зависимости магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем.

Тот факт, что кристаллиты с наиболее выгодной по отношению к полю ориентировкой $\{100\}$ растут более интенсивно, подтверждает подсчёт размеров зёрен разных ориентировок в образцах отожженных в поле и без поля. Средний размер зёрен с ориентировкой $\{100\}$ увеличивается, в то время как зерна с исходной ориентировкой растут слабее в образцах, отожженных в присутствии внешнего поля. На этом примере показано, что магнитное поле, прикладываемое в ходе рекристаллизационного отжига, вероятно, оказывает влияние, как на стадии зарождения зерен, так и на стадии их роста.

5.4 Выводы по главе

В результате исследований особенностей текстурообразования при отжиге в сильном магнитном поле в ГЦК и ОЦК материалах показано:

1. Отжиг в магнитном поле ниже точки Кюри приводит к преимущественному формированию тех текстурных компонент, в которых направление легкого намагничивания совпадает с направлением внешнего магнитного поля. Причиной этого является зависимость магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем.
2. Преимущественное формирование текстурных компонент с направлением легкого намагничивания вдоль внешнего поля начинается на стадии образования зародышей при возврате. Этот эффект проявляется затем на стадии роста зерен при рекристаллизационном отжиге, даже если последний происходит при температурах выше точки Кюри.
3. Показано, что за счет проведения предварительного дорекристаллизационного отжига сплава Fe-50%Ni в магнитном поле 29 Тл можно получить острую кубическую текстуру рекристаллизации при существенно более низкой температуре, чем после обычного немагнитного отжига.
4. Показано, что в материале, в котором направление легкого намагничивания не совпадает с традиционно формирующейся в этом материале текстурой, приложение внешнего магнитного поля уменьшает ее остроту.
5. Магнитное поле с индукцией 29 Тл, прикладываемое в ходе отжига, не может кардинально изменить тип текстуры, заданный основными движущими силами рекристаллизации – энергией, запасенной при холодной деформации, энергией границ зерен, поверхностной энергией и т.п. однако может внести существенный вклад в формирование тех или иных текстурных компонент.

Общие выводы

1. Обнаружено увеличение среднего размера зерен в образцах из сплава $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ кристаллизованных в магнитном поле 29 Тл по сравнению с размером зерен в образцах, кристаллизованных без поля при той же температуре. Это обусловлено изменением термодинамических условий выделения ферромагнитной фазы из парамагнитной матрицы при наличии внешнего магнитного поля. Проведение кристаллизации сплава $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ в магнитном поле приводит, наоборот, к повышению доли мелких зерен в структуре по сравнению с отжигом без поля. Это связано с меньшим магнитным моментом выделяющейся в данном сплаве кристаллической фазы по сравнению с кристаллической фазой в $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$, а так же с наличием ингибиторов, сдерживающих рост зерна.
2. Установлено, что приложение внешнего магнитного поля во время термической обработки холоднокатаных с большой степенью деформации сплавов Fe-1,5%Si, Fe-3%Si и Fe-50%Ni при температуре ниже температуры рекристаллизации и температуры Кюри замедляет процессы разупрочнения.
3. Показано, что торможение процессов возврата в сильном магнитном поле задерживает дальнейшее развитие зародышей рекристаллизации и приводит к более мелкому зерну при последующем немагнитном рекристаллизационном отжиге.
4. Формирование кристаллографической текстуры, инициируемое приложением магнитного поля, начинается во время процессов возврата при дорекристаллизационном магнитном отжиге. Развитие преимущественных ориентировок обнаруживается затем при последующем отжиге при температурах рекристаллизации без магнитного поля.
5. Отжиг в магнитном поле ниже или немного выше точки Кюри способствует преимущественному формированию тех текстурных компонент, в которых направление легкого намагничивания совпадает с направлением внешнего магнитного поля. В материале, в котором направление легкого намагничивания не совпадает с традиционно формирующейся в этом материале текстурой, приложение внешнего магнитного поля уменьшает ее остроту. Причиной этого является зависимость магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем.

6. Вклад магнитного поля в образование и рост зерен определенной ориентировки приводит к повышению среднего размера зерен с направлением легкого намагничивания, направленного вдоль поля, и уменьшению среднего размера зерен, в которых направление легкого намагничивания не совпадает с внешним полем.

Благодарности

Выражаю благодарность моему научному руководителю доктору физико-математических наук Гервасьевой И.В. за предложенную тему и руководство диссертационной работой.

Выражаю глубокую признательность всем, кто учувствовал в экспериментальных исследованиях, представленных в диссертации, а именно Николаевой Н.В., Волковой Е.Г., Шишкину Д.А., Казанцеву В.А., Гавико В.С. Благодарю Родионова Д.П. и Потапова А.П. за предоставление образцов для исследований.

Литература

1. Kapitza, P. The production of and experiments in strong magnetic fields / P.Kapitza // Transactions of the Oxford University Junior Scientific Club. – 1931. – V.5, № 4. – P. 129-133.
2. Yamaguchi, M. Magneto-Science: Magnetic Field Effects on Materials: Fundamental and Applications / M.Yamaguchi, Y.Tanimoto // Japan: Kodansha-Springer, 2006. – 343 p.
3. Кольт, Г. Сильные магнитные поля / Г.Кольт, А.Фриман // Успехи физических наук. – 1966. – Т.88. – С.703-723.
4. Bitter, F. The Design of Powerful Electromagnets Part I. The Use of Iron / F.Bitter // Review of Scientific Instruments. – 1936. – V.7, № 12. – P.479-481.
5. Kapitza, P.L. A method of producing strong magnetic fields / P.L.Kapitza // Proc. Roy. Soc. – 1924. – V.A105. – P.691.
6. Rivoirard, S. High Steady Magnetic Field Processing of Functional Magnetic Materials / S.Rivoirard // JOM. – 2013. – V.65, № 7. – P. 901-909.
7. Гейликман, Б.Т. О влиянии магнитного и электрического поля на фазовые превращения / Б.Т.Гейликман // Журнал экспериментальной и теоретической физики. – 1938. – Т.8. – С.1136-1146.
8. Садовский, В.Д. К вопросу о влиянии магнитного поля на мартенситное превращение в стали / В.Д.Садовский, Н.М.Родигин, Л.В.Смирнов, Г.М.Филончик, И.Г.Факидов // ФММ. – 1961. – Т.12, № 2. – С.302-304.
9. Кривоглаз, М.А. О влиянии сильных магнитных полей на фазовые переходы / М.А.Кривоглаз, В.Д.Садовский // ФММ. – 1964. – Т.18, № 4. – С.502-505.
10. Кривоглаз, М.А. Закалка стали в магнитном поле / М.А.Кривоглаз, В.Д.Садовский, Л.В.Смирнов, Е.А.Фокина. – М.: Наука, 1977. – 119 с.
11. Берштейн, М.Л. Влияние магнитного поля на фазовые превращения в никелевых сталях / М.Л.Берштейн, Г.И.Граник, П.Р.Доложанский // Физика металлов и металловедение. – 1965. – Т.19, № 6. – С.882-890.
12. Фокина, Е.А. Влияние магнитного поля на мартенситное превращение в стали / Е.А.Фокина, Э.А.Завадский // Физика металлов и металловедение. – 1963. – Т.16. – С.311-313.

13. Закалка стали в магнитном поле / В.Д.Садовский, Л.В.Смирнов, Е.А.Фокина, П.А.Малинен, И.П.Сорокин // Физика металлов и металловедение. – 1967. – Т.24. – С.918-939.
14. Фокина, Е.А. Влияние импульсного магнитного поля на положение температурного интервала мартенситного превращения в стали / Е.А.Фокина, Л.В.Смирнов, В.Д.Садовский // Физика металлов и металловедение. – 1965. – Т.19. – С.592-595.
15. О характере изменения намагниченности аустенитной стали под действием сильного импульсного магнитного поля / И.Г.Факидов, Л.Д.Ворончихин, Э.А.Завадский, А.М.Бурханов // Физика металлов и металловедение. – 1965. – Т.19. – С.851-857.
16. Природа влияния магнитных полей на температуру начала мартенситного превращения в сплавах железа / В.М.Счастливец, Д.А.Мирзаев, Ю.В.Калетина, Е.А.Фокина // Физика твердого тела. – 2016. – Т.58, № 2. – С.328-335.
17. Composition dependence of magnetic field-induced martensitic transformations in Fe-Ni alloys / T.Kakeshita, K.Shimizu, S.Funada, M.Date // Acta Metall. – 1985. – V.33, № 8. – P.1381-1389.
18. Kakeshita, T. Magnetic effects on the shift of Ms temperature of martensitic transformation and their quantitative evaluation / T.Kakeshita, K.Shimizu // Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformation. The Japan Institute of Metals. – 1986. – P.230-235.
19. Счастливец, В.М. Мартенситное превращение в магнитном поле / В.М.Счастливец, Ю.В.Калетина, Е.А.Фокина. – Екатеринбург: УрО РАН, 2007. – 322 с.
20. Фокина, Е.А. Влияние магнитного поля на положение мартенситной точки в углеродистых сталях / Е.А.Фокина, Л.В.Смирнов, В.Д.Садовский // Физика металлов и металловедение. – 1969. – Т.27. – С.756-757.
21. Малинен, П.А. Влияние магнитного поля на $\varepsilon \rightarrow \alpha$ превращение в Fe-Mn сплавах / П.А.Малинен, В.Д.Садовский // Физика металлов и металловедение. – 1969. – Т.28, № 6. – С.1012-1017.
22. Меньшиков, А.З. К термодинамической теории γ - α превращения в сильном магнитном поле / А.З.Меньшиков // Физика металлов и металловедение. – 1993. – Т.28. – С.1012-1017.
23. Особенности влияния постоянного магнитного поля на изотермическое мартенситное превращение в сплаве Fe-24Ni-4Mn / В.М.Счастливец, Ю.В.Калетина, Е.А.Фокина, А.В.Королев, В.В.Марченков // Физика металлов и металловедение. – 2001. – Т.91, № 2. – С.61-68.
24. Эстрин, Э.И. Влияние магнитного поля на мартенситное превращение / Э.И.Эстрин // Физика металлов и металловедение. – 1965. – Т.19, № 6. – С.929-932.

25. Георгиева, И.Я. Структурные особенности мартенсита, получаемого в условиях высокого давления и в импульсных магнитных полях / И.Я.Георгиева, О.П.Максимова, П.А.Малинен, Л.А.Мельников, В.Д.Садовский // Физика металлов и металловедение. – 1973. – Т.35. – С.363-369.
26. Леонтьев, А.А. Кристаллогеометрия и особенности структуры баттерфляй мартенсита, образующегося под действием магнитного поля / А.А.Леонтьев, В.М.Счастливец, Л.Н.Ромашев // Физика металлов и металловедение. – 1986. – Т.62. – С.138-144.
27. Бернштейн, М.Л. Термическая обработка стальных изделий в магнитном поле / М.Л. Бернштейн, В.Н. Пустовойт. – М.: Машиностроение, 1987. – 255 с.
28. An effect of high magnetic field on phase transformation in Fe–C system / H.D.Joo, S.U.Kim, N.S.Shin, Y.M.Koo // Materials Letters. – 2000. – V.43. – P.225-229.
29. Effects of a strong magnetic field on the phase stability of plain carbon steels / J-K.Choi, H.Ohtsuka, Y.Xu and W-Y.Choo // Scripta Mater. – 2000. –V.43. – P.221–226.
30. Ohtsuka, H. Effects of a High Magnetic Field on Bainitic and Martensitic Transformations in Steels / H.Ohtsuka // Materials Transactions. – 2007. – V.48, № 11. – P.2851 – 2854.
31. Mitsui Y. Fe-Fe₃C binary phase diagram in high magnetic fields / Y.Mitsui, Y.Ikehara, K.Takahashi, S.Kimura, G.Miyamoto, T.Furuhara, K.Watanabe, K.Koyama // Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – V.632. – P.251-255.
32. Hao X.J. Effects of a High Magnetic Field on Transformation Temperatures in Fe-based Alloys / X.J.Hao, H.Ohtsuka // ISIJ International. – 2006. – V.46. – P.1271-1273.
33. Fukuda, T. Magnetic field dependence of γ - α equilibrium temperature in Fe-Co alloys / T.Fukuda, M.Yuge, T.Terai, T.Kakeshita // J. Phys.: Conf. Ser. – 2006. – V.51. – P.307–310.
34. Gao, M.C. The effects of applied magnetic fields on the α/γ phase boundary in the Fe–Si system / M.C.Gao, T.A.Bennett, A.D.Rollet, D.E.Laughlin // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2006. – V.39. – P.2890-2896.
35. Ohtsuka, H. Structural control of Fe-based alloys through diffusional solid/solid phase transformations in a high magnetic field / H.Ohtsuka // Sci. Technol. Adv. Mater. – 2008. – V.9. – P.013004-1 – 013004-7.
36. Garcin, T. Thermodynamic analysis using experimental magnetization data of the austenite/ferrite phase transformation in Fe–xNi alloys (x = 0, 2, 4 wt%) in a strong magnetic field / T.Garcin, S.Rivoirard, E.Beaugnon // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2011. – V.44. – P.015001-1 – 015001-6.
37. Shift of the eutectoid point in the Fe–C binary system by a high magnetic field / Y.D. Zhang, C.Esling, M.Calcagnotto, M.L.Gong, X.Zhao, L.Zuo // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2007. – V.40. – P.6501–6506.

38. Kinetic effects of magnetic field on the γ/α interface controlled reaction in iron / T.Garcin, S.Rivoirard, F.Gaucherand, E.Beaugnon // *J.Appl.Phys.* – 2010. – V.107. – P.103903-1 – 103903-6.
39. Hao, X.J. Effect of High Magnetic Field on Phase Transformation Temperature in Fe-C Alloys / X.J.Hao, H.Ohtsuka // *Materials Transactions.* – 2004. – V.45, № 8. – P.2622 – 2625.
40. Liu, X.J. Effects of external magnetic field on the diffusion coefficient and kinetics of phase transformation in pure Fe and Fe–C alloys / X.J.Liu, Y.Lu, Y.M.Fang, C.P.Wang // *Calphad.* – 2011. – V.35. – P.66–71.
41. Бернштейн, М.Л. Влияние магнитного поля на фазовые превращения в никелевых сталях / М.Л.Бернштейн, Г.И.Граник, П.Р.Должанский // *Физика металлов и металловедение.* – 1965. – Т.19, № 6. – С.882-890.
42. Herzer, G. Magnetic field-induced anisotropy in nanocrystalline Fe-Cu-Nb-Si-B alloys/ G.Herzer // *JMMM.* – 1994. – V.133. – P.248–250.
43. Глазер, А.А. Термомеханическая обработка нанокристаллического сплава $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ / Н.М.Клейнерман, В.А.Лукшина, А.П.Потапов, В.В.Сериков // *Физика металлов и металловедение.* – 1991. – № 12. – С.56-61.
44. X-ray study of nanocrystalline ribbons FeCuNbSiB subjected to the thermomechanical and thermomagnetic treatments / I.V.Gervasyeva, H.J.Bunge, K.Helming, V.A.Lukshina, I.V.Alexandrov // *Textures and Microstructures.* – 2000. – V.34. – P.227-232.
45. Crystallization kinetics in amorphous ferromagnets. Effect of temperature and magnetic field / Y.Wolfus, Y.Yeshurun, I.Felner, J.Wolny. // *Philosophical Magazine B.* – 1987. – V.56, № 6. – P.963-968.
46. Yu, Y. Crystallization behavior of $Fe_{78}Si_{13}B_9$ metallic glass under high magnetic field / Y.Yu, B.Liu, M.Qi // *Journal of University of Science and Technology Beijing.* – 2008. – V.15, № 5. – P.600-604.
47. The effects of high magnetic field on crystallization of $Fe_{71}(Nb_{0,8}Zr_{0,2})_6B_{23}$ bulk metallic glass / P.Jia, J.Liu, E.Wang, K.Han // *Journal of Alloys and Compounds.* – 2013. – V.581. – P.373–377.
48. Evolution of a sharp {110} texture in microcrystalline $Fe_{78}Si_9B_{13}$ during magnetic crystallization from the amorphous phase / H.Fujii, S.Tsurekawa, T.Matsuzaki, T.Watanabe // *Philosophical Magazine letters.* – 2006. – V.86, № 2. – P.113-122.
49. Nanocrystallization of $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Nb_3Cu_1$ soft-magnetic alloy from amorphous precursor in magnetic field / H.Fujii, V.A.Yardley, T.Matsuzaki, S.Tsurekawa // *J. Mater. Sci.* – 2008. – V.43. – P.3837-3847.

50. Isothermal Crystallization of Iron-Based Amorphous Alloys in a High Magnetic Field / R.Onodera, S.Kimura, K.Watanabe, Y.Yokoyama, A.Makino, K.Koyama // *Materials Transactions*. – 2013. – V.54, № 7. – P.1232 – 1235.
51. Magnetic Field Effects on Crystallization of Iron-Based Amorphous Alloys / R.Onodera, S.Kimura, K.Watanabe, Y.Yokoyama, A.Makino, K.Koyama // *Materials Transactions*. – 2013. – V.54, № 2. – P.188 – 191.
52. Crystallization kinetics of high iron concentration amorphous alloys under high magnetic fields / R.Onodera, S.Kimura, K.Watanabe, Y.Yokoyama, A.Makino, K.Koyama // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – V.604. – P.8–11.
53. Nucleation control for fine nano crystallization of Fe-based amorphous alloy by high-magnetic-field annealing / R.Onodera, S.Kimura, K.Watanabe, Y.Yokoyama, A.Makino, K.Koyama // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2015. – V.637. – P.213-218.
54. Crystallization behavior of $\text{Fe}_{84}\text{B}_{10}\text{C}_6$ amorphous alloy under high magnetic field / Y.X.Zhuang, W.B.Wang, B.T.Han, Z.M.Wang, P.F.Xing // *Journal of Non-Crystalline Solids*. – 2016. – V.432. – P.200-207.
55. Effect of high magnetic field on crystallization behavior of $\text{Fe}_{83}\text{B}_{10}\text{C}_6\text{Cu}_1$ amorphous alloy / Y.X.Zhuang, W.B.Wang, B.T.Han, P.F.Xing // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2016. – V.684. – P.649-655.
56. Свойства элементов. Под ред. Дрица М. Е - М.:Металлургия, 1985. - 672 с.
57. Goetz, A. The Crystalline diamagnetism of Bismuth Crystals / A.Goetz, A.B.Focke // *Physical Review*. – 1934. – V.45. – P.170-199.
58. Goetz, A. On mechanical and magnetic factors influencing the orientation and perfection of bismuth single-crystals / A.Goetz // *Physical Review*. – 1930. – V.35. – P.193-207.
59. Mullins, W.W. Magnetically induced grain-boundary motion in bismuth / W.W.Mullins // *Acta Metallurgica*. – 1945. – V.4. – P.421-432.
60. Fraser, M.J. Grain boundary mobility in bismuth / M.J.Fraser, R.E.Gold, W.W.Mullins // *Acta Metallurgica*. – 1961. – V.9. – P.960.
61. Motion of planar grain boundaries in bismuth-bicrystals driven by a magnetic field / D.A.Molodov, G.Gottstein, F.Heringhaus, L.S.Shvindlerman // *Scripta Materialia*. – 1997. – V.37, № 8. – P.1207-1213.
62. On the effect of purity and orientation on grain boundary motion / D.A.Molodov, U.Czubavko, G.Gottstein, L.S.Shvindlerman // *Acta materialia*. – 1998. – V.46, № 2. – P.553-564.
63. Sheikh-Ali, A.D. Boundary migration in Zn bicrystal induced by a high magnetic field / A.D.Sheikh-Ali, D.A.Molodov, H.Garmestani // *Appl. Phys. Lett.* – 2003. – V.82. – P.3005-3007.

64. Sheikh-Ali, A.D. Texture development in Zn-1,1% alloy under strong magnetic field / A.D.Sheikh-Ali, D.A.Molodov, H.Garmestani // *Material Science Forum*. – 2002. – V.408-412. – P.955-960.
65. Molodov, D.A. Grain boundary dynamics in high magnetic fields fundamentals and implications for materials processing / D.A.Molodov // *Materials Science Forum*. – 2004. – V. 467-470. – P.697-706.
66. Observations on the effect of a high magnetic field annealing on the recrystallized microstructure and texture evolution in pure copper / T.He, T.Kang, Z.Wang, X.Zhao, L.Zuo // *Material Science Forum*. – 2012. – V.702-703. – P.411-414.
67. Molodov, D.A. Magnetically affected texture and microstructure evolution during grain growth in zirconium / D.A.Molodov, N.Bozzolo // *Materials Science Forum*. – 2012. – V.715-716. – P.946-951.
68. Molodov, D.A. Impact of a magnetic field on the annealing behavior of cold rolled titanium / D.A.Molodov, C.Bollmann, G.Gottstein // *Material Science and Engineering A*. – 2007. – V.467. – P.71.-77.
69. Molodov, D.A. Annealing behaviour of cold rolled aluminum alloy in a high magnetic field // D.A.Molodov , S.Bhaumik, X.Molodova, G.Gottstein // *Scripta Materialia*. – 2006. – V.54. – P.2161–2164.
70. Альшиц, В.И. Магнитопластический эффект в монокристаллах алюминия / В.И.Альшиц, Е.В.Даринская, Е.А.Петржик // *Физика твердого тела*. – 1992. - Т.34, № 1. – С.155-158.
71. Головин, Ю.И. Магнитопластичность твёрдых тел / Ю.И.Головин // *Физика твердого тела*. – 2004. – Т.46, № 5. – С.769-803.
72. Горелик, С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. / С.С.Горелик – М.: Металлургия, 2-е изд., 1978. - 568 с.
73. Humphreys, F.J. Recrystallization and related annealing phenomena / F.J.Humphreys, M.Hatherly - Elsevir Ltd, 2004. – 574 p.
74. Готтштайн, Г. Физико-химические основы материаловедения / Г.Готтштайн. – М.: БИНОМ, 2009. – 400 с.
75. Теория образования текстур в металлах и сплавах / Я.Д.Вишняков, А.А.Бабарэко, С.А.Владимиров, И.В.Эгиз. - М.: Наука, 1979. - 343 с.
76. Pospiech, J. Calculation of the Recrystallization Texture out of the Deformation Texture / J.Pospiech // *Proc of the 5th Int. Conf. on Texture of Materials*. Aachen. – 1978. – P.97-119.
77. Гервасьева, И.В. Использование количественных характеристик текстуры для прогнозирования структурно-ориентационных преобразований при отжиге / И.В.Гервасьева // *Физика металлов и металловедение*. – 2004. – Т.98, № 3. – С.80-89.

78. Every, R.L. Oriented nucleation in low-carbon steels / R.L.Every, M.Hatherly // *Texture*. – 1974. – V.1. – P.183-194.
79. Формирование кубической текстуры при отжиге прокатанных лент из сплавов Ni_{95.3}Mo_{4.7} и Ni_{48.8}Fe_{51.2} / И.В.Гервасьева, Ю.В.Хлебникова, Д.П.Родионов, Е.С.Белослудцева, В.А.Милютин, Т.Р.Суаридзе // *Физика металлов и металловедение*. – 2013. – Т.114, № 2. – С.189-198.
80. Горелик, С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов / С.С.Горелик, С.В.Добаткин, Л.М.Капуткина. - М.: МИСИС, 2005. - 431 с.
81. Vandermeer R.A., Gordon P. В книге “Recovery and Recrystallization of Metals”. Русский перевод: сб. “Возврат и рекристаллизация металлов”. М.: Металлургия, 1966. - С.195.
82. Formation and Control of the Cube Texture in Fe-Ni Alloys / R.Penelle, T.Baudin, A.L.Etter, D.Solas // *Mat. Sci. Forum*. – 2002. – V.408-412. – P.739-748.
83. Рекристаллизация металлических материалов. Под ред. Ф.Хесснера - М: Металлургия, 1982. - 352 с.
84. Pender, H. The annealing of steel in an alternating magnetic field / H.Pender, R.L.Jones // *Physical Review*. – 1913. – V.1. – P.259.
85. Smolukowski, R. Influence of Magnetic Field on Recrystallization / R.Smolukowski, R.W.Turner // *J.Appl.Phys*. – 1949. – V.20. – P.745-747.
86. Sawyer, B. Magnetic influence on the recrystallized grain texture of a ferromagnetic alloy / B.Sawyer, A.Smoluchowski // *J.Appl.Phys*. – 1957. – V.28. - P.1069-1070.
87. Martikeinen, H.O. Observations on the effect of magnetic field on the recrystallization in Ferrite / H.O.Martikeinen, V.K.Lindroos // *Scandivian J. Metallurgy*.– 1981. – V.10, № 1. – P.3-8.
88. Wu, Y. Effects of high magnetic field and field direction on recrystallization and recrystallization texture in cold-rolled IF steel sheet / Y.Wu, C.S.He, X.Zhao, L.Zuo, T.Watanabe // *Material Science Forum*. – 2007. – V.558-559. – P.401-406.
89. Граник, Г.И. О влиянии магнитного поля на текстуру рекристаллизации железа / Г.И.Граник, М.Л.Бернштейн // *Физика металлов и металловедение*. Краткие сообщения и письма в редакцию. – 1966. – Т.21. – С.125-126.
90. Адамеску, Р.А. О влиянии магнитного поля на текстуру рекристаллизации в кремнистом железе / Р.А.Адамеску, И.П.Кудрявцев // *Физика металлов и металловедение*. – 1963. – Т.16, № 6. – С.837-841.
91. Microstructure and properties of Cu-17Fe alloy aged treatment in high magnetic field / K.M.Liu, D.P.Lu, H.T.Zhou, S.F.Wen, S.Y.Wei, Q.Hu, Z.Z.Wan // *Advanced Engineering Materials*. – 2011. – V.194-196. – P.1270-1274.

92. Masahashi, N. Development of preferred orientation in annealing of Fe-3.25%Si in a high magnetic field / N.Masahashi, M.Matsuo, K.Watanabe // *J. Mater. Res.* – 1998. – V.13, № 2. – P.457-461.
93. Bacaltchuk, C.M.B. Magnetic Field effect on the microstructure of low Silicon Steel / C.M.B.Bacaltchuk, G.A.Castello-Branco, H.Garmestani // *Materials Science Forum.* – 2005. – V.495-497. – P.1165-1170.
94. Bacaltchuk, C.M.B. Grain boundary misorientation and CSL in magnetically annealed Fe-0.75%Si / C.M.B.Bacaltchuk, G.A.Castello-Branco, H.Garmestani // *Ceramic Transactions.* – 2009. – V.200. – P.405-411.
95. High magnetic field effect on texture and grain growth of GNO silicon steel / C.M.B.Bacaltchuk, G.A.C.Branco, H.Garmestani, C.Iskandar, P.Koo, A.Kasseh, R.Abourialy, J.Orgen, O.S.E-Said // *Material Wissenschaft und Werkstofftechnik.* – 2005. – V.36. – P.561-565.
96. Recrystallization Microstructure after Annealing inside Magnetic Field / C.M.B.Bacaltchuk, G.A.Castello-Branco, J.N.Mueller, L.P.M.Brandao, H.Garmestani // *Defect and Diffusion.* – 2012. – V.326-328. – P.303-306.
97. Castello-Branco, G.A. Magnetic Annealing on GNO Electrical Steel Fe-3,25% Si / G.A.Castello-Branco, J.N.Muller, C.M.B.Bacaltchuk // *Materials Science Forum.* – 2013. – V.758. – P.113-117.
98. Texture Evolution In Fe-1%Si As A Function of High Magnetic Field / T.A.Bennett, R.A.Jaramillo, D.E.Laughlin, J.B.Wilgen, R.Kisner, G.Mackiewicz-Ludtka, G.M.Ludtka, P.N.Kalu, A.D.Rollett // *Solid State Phenomena.* – 2005. – V.105. – P.151-156.
99. Kim, B.G. The Effect of Magnetic Field Annealing on the Texture of 2nd Recrystallization for a Deformed Fe-3.2%Si Steel Sheet / B.G.Kim, S.D.Park, S.S.Kim // *Metals and Materials.* – 2004. – V.10. – P.559-565.
100. Watanabe, T. The effects of magnetic annealing on recrystallization and grain boundary character distribution (GBCD) in iron-cobalt alloy polycrystals / T.Watanabe, Y.Suzuki, S.Tanii, H.Ikawa // *Philosophical Magazine Letters.* – 1990. – V.62. – P.17-19.
101. Hutchinson, B. The annealing behavior of cold worked copper-25 at.% gold / B.Hutchinson, F.M.C.Besag, C.V.Honess // *Acta Metallurgica.* – 1973. – V.21. – P.1685-1691.
102. The Control of Texture and Grain Boundary Microstructure by Magnetic Annealing / T.Watanabe, S.Tsurecawa, H.Fujii, T.Kanno // *Materials Science Forum.* – 2005. – V.495-497. – P.1151-1158.

103. A new challenge grain boundary engineering for advanced, materials by magnetic field application / T.Watanabe, S.Tsurekawa, X.Zhao, L.Zuo, C.Esling // *J. Mater.Sci.* – 2006. – V.41. – P.7747-7759.
104. Application of a high magnetic field during thermo-treatment of metallic materials as a potential means for microstructure modification / Y.Zhang, C.Esling, X.Zhao, L.Zuo // *Materials Science Forum.* – 2010. – V.638-642. – P.202-207.
105. Joudelis, W.V. On the Theory of Diffusion in Magnetic Field / W.V.Joudelis, D.R.Colton, J.Cahoon // *Can. J. Phys.* – 1964. – V.42. – P.2217-2237.
106. Joudelis, W.V. Diffusion in a magnetic field / W.V.Joudelis, J.R.Cahoon // *Can. J. Phys.* – 1970. – V.48. – P.805-808.
107. Мазанко, В.Ф. Диффузионные процессы в металлах под действием магнитных полей и импульсных деформаций / В.Ф.Мазанко, А.В.Покоев, В.М.Миронов – Самара: Машиностроение, 2006. – Т.1. – 346 с.
108. Diffusion of Nickel in Titanium in a Magnetic Field / H.Nakajima, S.Maekawa, Y.Aoki, M.Koiwa // *Transaction of the Japan Institute of Metals.* – 1985. – V.26, № 1. – P.1-6.
109. Verbruggen, A.H. Influence of magnetic field on diffusion of hydrogen in Nb and Pd / A.H.Verbruggen, A.Lont, R.Griessen // *J. Phys. F: Met. Phys.* – 1985. – V.15. – P.1901-1910.
110. Measurement of solute diffusivities. Part II. Experimental measurements in a convection-controlled shear cell. Interest of a uniform magnetic field / V.Botton, P.Lehmann, R.Bolcato, R.Moreau, R.Haettel // *International Journal of Heat and Mass Transfer.* – 2001. – V.44. – P.3345-3357.
111. Замедление зернограничной диффузии в α -Fe в постоянном магнитном поле / А.В.Покоев, Д.И.Степанов, И.С.Трофимов, В.М.Миронов // *Письма в ЖТФ.* – 1991. – Т.17, №5. – С.17-20.
112. Pokoev, A.V. The constant magnetic field diffusion of aluminum and nickel in alpha-iron / A.V.Pokoev, V.M.Mironov // *Defects and Diffusion Forum.* – 1989. – V.66-69. – P.401-408.
113. Лапухов, М.В. Влияние постоянного магнитного поля на диффузию алюминия в железе / М.В.Лапухов, В.М.Миронов, А.В.Покоев // *Металлофизика.* – 1984. – Т.6. – С.87-88.
114. Budke, E. Volume and grain boundary diffusion of ^{14}C in α -Fe / E.Budke, Ch.Herzig, H.Weaver // *Phys. stat. sol.* – 1991. – V.127. – P.87-100.
115. Diffusion of carbon and titanium in γ -iron in a magnetic field and a magnetic field gradient / S.Nakamichi, S.Tsurekawa, Y.Morizono, T.Watanabe, M.Nishida, A.Chiba // *J. Mater.Sci.* – 2005. – V.40. – P.3191-3198.
116. Impurity diffusion and isotope effect of cobalt in α -iron / Y.Iijima, K.Kimura, C.Lee, K.Hirano // *Materials Transactions, JIM.* – 1993. - V.34. – P.20-26.

117. Покоев, А.В. Гетеродиффузия химических элементов в металлах с различным структурным состоянием в постоянном магнитном поле: диссертация на соискание степени доктора физ.-мат. наук: 01.04.07 / Покоев Александр Владимирович. – 2000. – 496 с.
118. Buffington, F.S. Self diffusion in iron / F.S.Buffington, K.Hirano, M.Cohen // *Acta Metallurgica*. – 1961. – V.9. – P.434-439.
119. Kuchera, J. Magnetic anomalies of self-diffusion and Co Heterodiffusion in α -Fe / J.Kuchera, L.Kozak, H.Mehrer // *Phys. Stat. Sol.* – 1984. – V.81. – P.497-505.
120. Kuchera, J. Analysis of magnetic anomaly in BCC iron / J.Kuchera // *Czechoslovak Journal of Physics B*. – 1979. – V.29. – P.797–809.
121. Покоев, А.В. Диффузионная магнитная аномалия никеля в монокристаллическом кремнистом железе / А.В.Покоев, Д.И.Степанов // *Письма в ЖТФ*. – 1996. – Т.22. – С.28-31.
122. Analysis of diffusion in ferromagnets / L.Ruch, D.Sain, H.Yeh, L.A.Girifalco // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. – 1976. – V.37. – P.649-653.
123. Perez, R. Ab initio study of magnetic effects on diffusion in α -Fe / R.Perez, M.Weissmann // *J.Phys.: Condens. Matter*. – 2004. – V.16. – P.7033-7043.
124. Dong, H. Self diffusion anomaly in ferromagnetic metals: A density-functional-theory investigation of magnetically ordered and disordered Fe and Co / H.Dong, V.Razumovskiy, M.Asta // *Acta Materialia*. – 2014. – V.70. – P.130-136.
125. Кекало, И.Б. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами: Учебник для вузов / И.Б.Кекало, Б.А.Самарин - М.:Металлургия. – 1989. – 496 с.
126. Гервасьева, И.В. Тектурные и структурные преобразования в изотропной электротехнической стали / И.В.Гервасьева, В.А.Зимин // *Физика металлов и металловедение*. – 2009. – Т.108, № 5. – С.482-493.
127. Губернаторов, В.В. Влияние двойников на текстуру прокатки и рекристаллизации в монокристаллах Fe-3%Si / В.В.Губернаторов, Б.К.Соколов // *Физика металлов и металловедение*. – 1972. – Т.34, № 6. – С.1232-1237.
128. Прецизионные сплавы. Справочник. Под редакцией Б.В.Молотилова. - М.: Металлургия, 1983. - 438с.
129. Pulsed Laser Deposition of Epitaxial $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-y}$ / Oxide Multilayers onto Textured NiFe Substrates for Coated Conductor Applications / R.I.Tomov, A.Kurzumovic, M.Majoros, D-J.Kang, B.A.Glowacki, J.E. Evetts // *Supercond. Sci. Technol*. – 2002. – V.15. – P.598-605.

130. Образование текстуры в тонких лентах Fe-Ni сплавов при холодной прокатке и рекристаллизации / И.В.Гервасьева, Д.П.Родионов, Ю.В.Хлебникова, В.А.Казанцев // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т.111, № 3. – С.280-289.
131. Тикадзуми, С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения / С.Тикадзуми. - М.: Мир, 1987. – 419 с.
132. Ray, R.K. Rolling Textures of Pure Nickel, Nickel-Iron and Nickel-Cobalt Alloys / R.K.Ray // Acta Met. Mater. – 1995. – V.43, № 10. – P.3861-3872.
133. Gallagher, P.C.J. The Influence of Alloying, Temperature, and Related Effects on the Stacking Fault Energy / P.C.J.Gallagher // Met. Trans. – 1970. – V.1. – P.2429-2460.
134. Образование текстуры в сплавах никеля с некоторыми d-переходными металлами. 2. Текстура рекристаллизации / И.В.Гервасьева, Б.К.Соколов, Д.П.Родионов, Ю.В.Хлебникова, Я.В.Подкин // Физика металлов и металловедение. – 2003. – Т.96, № 2. – С.95-101.
135. Потапов, А.П. Физическое обоснование и реализация методов направленного воздействия на функциональные свойства магнитомягких аморфных и нанокристаллических материалов: диссертация на соискание учёной степени доктора физ.-мат. наук: 01.04.11 / Потапов Анатолий Павлович. – 2008. – 305 с.
136. Takahara, Y. Clasification of crystallization process of Fe-Si-B amorphous alloys by electrical resistivity and calorimetric measurements / Y.Takahara, N.Narita // Materials transactions, JIM. – 2000. – V.41, № 8. – P.1077-1081.
137. Formation kinetics of nanocrystalline FeSiB alloy by crystallization of the metallic glass / H.Y.Tong, B.Z.Ding, H.G.Jiang, K.Lu, J.T.Wang, Z.Q.Hu // J. Appl. Phys. – 1994. – V.75. – P.654-656.
138. Yoshizawa, Y. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure / Y.Yoshizawa, S.Oguma, K.Yamauchi // J. Appl. Phys. – 1988. – V.64. – P.6044-6046.
139. Herzer, G. Nanocrystalline soft magnetic alloys / G.Herzer; Handbook of magnetic materials. V. 10. ed. by K. H. J.Bushow. – Amsterdam: Elsevier B.V., 1997. – P.416-462.
140. Влияние температуры кристаллизации из аморфного состояния на структуру и магнитные свойства фанмета $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ / И.В.Гервасьева, В.А.Лукшина, Е.Г.Волкова, В.А.Милютин, А.А.Захарова // Физика и химия наноразмерных систем: сборник трудов Всероссийской молодежной конференции. – Екатеринбург.: УрФУ. – 2012. – с.3-7.
141. Schwarzer, R.A. Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer-controlled SEM / R.A.Schwarzer // Micron. – 1997. – V.28, № 3. – P.249-265.

142. Springer, F. Recent Developments in Automated Crystal Orientation Mapping (ACOM) – Quantitative Evaluation and Graphical Representation of Individual Grain Orientation Data / F.Springer // Materials Science Forum. – 1998. – V.273-275. – P.191-200.
143. Keller, R.R. EBSD measurement of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers. / R.R.Keller, A.Roshko, R.H.Geiss, K.A.Bertness, T.P.Quinn // Microelectronic Engineering. – 2004. – V.75. – P.96-102.
144. Wu, J. Image quality analysis: A new method of characterizing microstructures / J.Wu, P.J.Wray, C.I.Garcia, M.Hua, A.J.Deardo // ISIJ International. – 2005. – V.45. – P.254-262
145. Теория образования текстур в металлах и сплавах / Я.Д.Вишняков, А.А.Бабарэко, С.А.Владимиров, И.В.Эгиз. - М.: Наука, 1979. – 343 с.
146. Bunge, H.J. Zur darstellung allgemeiner texturten / H.J.Bunge // Z.Metallkunde. – 1965. – Bd.56. – S.872-874.
147. Roe, P.J. Description of crystalline orientation in polycrystalline materials / P.J.Roe // J. Appl. Phys. – 1965. – V.36, № 6. – P.2024-2031.
148. Бородкина, М.М. Рентгенографический анализ текстуры металлов и сплавов / М.М.Бородкина, Э.Н.Спектор. – М.: Metallургия, 1981. – 272 с.
149. Bunge, H.J. Texture Analysis in Materials Science / H.J.Bunge - London: Betterworths, 1982. – 592 p.
150. Милютин, В.А. Влияние сильного магнитного поля на процессы возврата в кристаллических сплавах и кристаллизации в аморфных сплавах на основе железа / В.А.Милютин // Вектор науки ТГУ. – 2016. – Т.35. № 1. – С.23-28.
151. Милютин, В.А. Процесс кристаллизации из аморфного состояния в лентах из сплавов на основе Fe-Si-B в условиях сильного постоянного магнитного поля / В.А.Милютин, И.В.Гервасьева, Е.Веагнон, В.С.Гавико, Е.Г.Волкова //Физика металлов и металловедение. – 2017. – Т.118, № 5. – в печати.
152. Влияние термической обработки в сверхсильном магнитном поле на формирование структуры и текстуры в Fe-Si сплавах / И.В.Гервасьева, В.А.Милютин, Э.Бинон, Д.П.Родионов, Ю.В.Хлебникова, Е.Г.Волкова, Д.А.Шишкин // Физика металлов и металловедение. – 2015. – Т.116, № 2. – С.171-178.
153. Formation of structure and crystallographic texture in Fe-50%Ni thin tapes under high magnetic field annealing / I.V.Gervasyeva, E.Beaugnon, V.A.Milyutin, E.G.Volkova, D.P.Rodionov, Y.V.Khlebnikova, D.A.Shishkin // Physica B. – 2015. – V.468-469. – P.66-71.
154. Структура и текстура в лентах из сплава Ni-30%Со подвергнутых отжигу в сильном магнитном поле / И.В.Гервасьева, В.А.Милютин, Э.Бинон, Ю.В.Хлебникова, Д.П.Родионов // Физика металлов и металловедение. – 2016. – Т. 117, № 5. – С.513-518.

155. Ефимова, Т.В. О влиянии магнитного поля на кривые растяжения ферромагнетиков / Т.В.Ефимова, В.В.Полотнюк // Украинский физический журнал. – 1981. – Т.26, № 7. – С.1149-1152.
156. Effect of lattice defects on the magnetization / A.Seeger, H.Kronmuller, H.Rieger, R.Traubler // J.Appl.Phys. – 1964. – V.35. – P.740-748.
157. Vicena, F. On the influence of dislocations on the coercive force of ferromagnetics / F.Vicena // Czech. J. Phys. – 1955. – V.5. – P. 480-501.
158. Васильев, М.А. Особенности пластической деформации металлов и сплавов в магнитном поле. Обзор / М.А.Васильев // Успехи физ. мет. – 2007. – Т.8. – С.65-105.
159. Влияние дорекристаллизационного отжига в процессе деформации на текстуру сплава Fe-3%Si / В.В.Губернаторов, И.В.Гервасьева, Л.Г.Григорьев, А.Ф.Медведева // Физика металлов и металловедение. – 1994. – Т.78, № 1. – С.89-93.
160. Cube Texture Formation in Fe-50 %Ni Thin Tapes Under Annealing in DC High Magnetic Field / I.V.Gervasyeva, V.A.Milyutin, E.Beaugnon, D.P.Rodionov // Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. – 2015. – V.28. – P.851-854.
161. Crystallographic texture formation during recrystallization of cold-rolled Fe-3%Si single crystal under high DC magnetic fields / I.V.Gervasyeva, V.A.Milyutin, E.Beaugnon, V.V.Gubernatorov, T.S.Sycheva // Philosophical Magazine Letters. – 2016. – V.96, № 8. – P.287-293.
162. Возврат и рекристаллизация в лентах из сплавов на основе никеля с разным направлением легкого намагничивания в условиях отжига в сильном магнитном поле / И.В.Гервасьева, В.А.Милютин, Э.Бинон, В.А.Казанцев, Ю.В.Хлебникова, Д.П.Родионов // Журнал технической физики. – 2016. – Т.86, № 11. – С.64-69.
163. Образование текстуры в тонких лентах Fe-Ni сплавов при холодной прокатке и рекристаллизации / И.В.Гервасьева, Д.П.Родионов, Ю.В.Хлебникова, В.А.Казанцев // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т.111, № 3. – С.280-289.
164. Кайбышев, О.А. Границы зерен и свойства металлов / О.А.Кайбышев, Р.З.Валиев. – М.:Металлургия, 1987. – 214 с.