

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

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (ИФМ УрО РАН)

Научный руководитель: Гервасьева Ирина Владимировна,  
доктор физико-математических наук

Официальные оппоненты: Покоев Александр Владимирович, доктор физико-математических наук, заведующий кафедрой физики твердого тела и неравновесных систем, ФГАОУ ВО «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева» (г. Самара)

Лобанов Михаил Львович, доктор технических наук, профессор кафедры термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» (г. Екатеринбург)

Ведущая организация: ФГБУН Институт электрофизики УрО РАН (г. Екатеринбург)

Защита диссертации состоится «19» мая 2017 года в 11:00 часов на заседании диссертационного совета Д.004.003.01 при ФГБУН Институте физики металлов имени М.Н.Михеева УрО РАН по адресу: 620990, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФМ УрО РАН и на сайте [www.imp.uran.ru](http://www.imp.uran.ru)

Автореферат разослан «\_\_\_» марта 2017 года

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д.004.003.01,  
доктор физико-математических наук

Чарикова Т.Б.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### 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. Определить исходную структуру и кристаллографическую текстуру выбранных для исследований материалов. На основании литературных данных или собственных исследований установить 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, совпадающем 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 влиянии 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\_а).

#### **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 также оптическая микроскопия. Температурные интервалы протекания структурных превращений при нагреве определяли путем анализа коэффициента температурного линейного расширения на кварцевом дилатометре. 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  $Fe_{81}Si_7B_{12}$  по сравнению с отжигом без поля. В сплаве  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  после кристаллизации в магнитном поле, напротив наблюдается увеличение доли мелких зерен.

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», а также пункту 2 «Теоретическое и экспериментальное исследование физических свойств неупорядоченных неорганических и органических систем, включая классические и квантовые жидкости, стекла различной природы и дисперсные системы».

### **Структура и объем диссертации**

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

## **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи работы, ее научная новизна и практическая ценность, приведены основные положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** приводятся имеющиеся в литературе сведения о влиянии магнитного поля на термоактивируемые процессы, происходящие при фазовых и структурных превращениях в различных сплавах. Рассмотрены основные закономерности формирования структуры и кристаллографической текстуры при возврате и рекристаллизации холоднокатаных с высокой степенью деформации ОЦК и ГЦК сплавов. Приведены современные представления о процессах кристаллизации закаленных на барабан аморфных лент. Отмечается, что в настоящее время нет достаточного количества экспериментальных данных о влиянии сильного магнитного поля на термоактивируемые процессы для того, чтобы теоретически обосновать протекающие явления. Поставлена цель и определены задачи диссертационной работы.

Во **второй главе** внимание уделено выбору материалов для исследования, разные физические свойства и особенности структурообразования в которых должны были максимально выявить влияние сильного магнитного поля на термически активируемые процессы. Для этого были выбраны магнитомягкие сплавы, широко применяемые в промышленности – холоднокатаные ленты Fe-3(масс.%)Si; Fe-1,5(масс.%)Si; Fe-50(масс.%)Ni; Ni-30(масс.%)Co, а также аморфные ленты, полученные закалкой на барабан, на основе Fe-Si-B с легированием нанокристаллизующими добавками и без такого легирования. Сплавы Fe-3 и 1,5%Si имеют ОЦК решетку и направление легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$ , после первичной рекристаллизации в них формируется многокомпонентная текстура. Точка Кюри этих сплавов – 742 и 760°C, соответственно, интервал первичной рекристаллизации 600-650°C. Сплавы на основе никеля Fe-50%Ni и Ni-30%Co обладают решеткой ГЦК и разным направлением легкого намагничивания -  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , соответственно, а в результате первичной рекристаллизации в обычных условиях без поля в обоих сплавах формируется однокомпонентная кубическая текстура  $\{100\}\langle 001 \rangle$ . Температура протекания первичной рекристаллизации при степени деформации 99% - около 570 и 400°C, соответственно. Точка Кюри сплава Fe-50%Ni - 500°C, Ni-30%Co - 680°C. В сплаве Fe<sub>81</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>12</sub> температура кристаллизации, точка Кюри аморфной фазы и точка Кюри кристаллической фазы составляют: 450, 388 и 667°C, в сплаве Fe<sub>73,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>9</sub> эти значения следующие: 477, 313 и 647°C.

Fe-Si сплавы вырезались из заводского подката между проходами холодной прокатки, подвергались дорекристаллизационному отжигу в магнитном поле, дальнейшей холодной прокатке на лабораторном прокатном стане до окончательной толщины и рекристаллизационному отжигу без магнитного поля. Кроме того, проводился эксперимент на прокатанном плоском монокристалле  $\{110\}\langle 001 \rangle$  сплава Fe-3%Si, в который искусственно вносились зародыши рекристаллизации кубической ориентировки. Сплавы Fe-50%Ni и Ni-30%Co выплавлялись в лабораторных условиях ИФМ УрО РАН из порошковых металлов высокой чистоты, после горячей

ковки слитков, шлифовки и отжига в вакууме прутки подвергали холодной прокатке со степенью деформации 99%.

Аморфные ленты из сплавов  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$  и  $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$  были получены закалкой на барабан в ИФМ УрО РАН и отжигались в магнитном поле по разным режимам.

В главе описываются исходные характеристики выбранных материалов, а также режимы их обработок.

Отжиг в сильном магнитном поле проводился в Национальной лаборатории сильных магнитных полей (LNCMI-G, Гренобль, Франция), которая входит в состав Европейской лаборатории магнитных полей (EMFL). Использовались биттеровские магниты с водяным охлаждением и рабочим пространством диаметром 50 мм, способные создавать магнитное поле до 29 Тл. В рабочее пространство помещалась трубчатая печь с термоконтроллером, позволяющим задавать различные режимы нагрева до температуры 1000°C. Все образцы были предварительно запаены в кварцевые ампулы, в которых создавался вакуум для предотвращения окисления при отжиге. Отжиги осуществлялись посадкой в нагретую печь или с медленным нагревом с 300°C до заданной температуры. Направление магнитного поля совпадало с направлением прокатки или с длинной осью аморфной ленты. Охлаждение во всех случаях происходило без магнитного поля вне печного пространства. Для всех сплавов и режимов обработок отжиг без поля проводился в тех же условиях.

Во второй главе описаны также методики исследования структуры, текстуры и свойств, среди которых металлографические исследования, измерение микротвердости, определение температурных интервалов протекания рекристаллизации с помощью измерения линейного коэффициента температурного расширения на кварцевом dilatометре Ulvac Sinku-riku, определение полевых зависимостей намагниченности образцов на вибромагнитометре фирмы Lakeshore 7407 VSM. Для анализа текстуры деформации и рекристаллизации прокатанных образцов Fe-Ni, Fe-Si и Ni-Co использовали рентгеновский дифрактометр ДРОН-2 с автоматизированной текстурной приставкой и излучением  $\text{CoK}\alpha_1$ . Для расчета функции распределения ориентаций (ФРО) по методу Бунге с числом членов разложения ряда 22 использовали 4 неполных полюсных фигуры, для ОЦК сплавов – {110}, {200}, {112}, {220}, для ГЦК – {111}, {200}, {220}, {113}. Объемную долю отдельных текстурных составляющих определяли интегрированием текстурной функции в пределах  $\pm 10^\circ$  от положения соответствующей идеальной компоненты  $\{hkl\}_{uvw}$  в пространстве углов Эйлера. 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. Анализировали возможное наличие преимущественных ориентировок по соотношению интенсивностей линий ( $hkl$ ), уширение линий и фазовый состав.

Основное внимание уделено методу дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Использовался сканирующий электронный микроскоп фирмы FEI “Quanta 200” с EBSD приставкой фирмы EDAX. С помощью сопутствующего программного обеспечения для каждой съемки строились ориентационные карты для выбранного участка образца, картины качества расшифровки картин Кикучи (“Image Quality”), полные полюсные фигуры, в некоторых случаях – ФРО, рассчитывались объемные доли отдельных ориентировок с отклонением  $\pm 10^\circ$ . Для анализа структуры и ориентировок нанокристаллических образцов использовали двулучевой (электронно-ионный) сканирующий микроскоп Carl Zeiss Auriga Cross Beam с улучшенным разрешением, оснащенный приставкой для ориентационной микроскопии Oxford Nordlys F. Информация о качестве расшифровки картин Кикучи использовалась в том числе для оценки напряженного состояния образцов после дорекристаллизационных отжигов в магнитном поле.

**Третья глава** посвящена исследованиям процессов кристаллизации из аморфного состояния сплавов  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$  и  $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$  в постоянном сильном магнитном поле. Обнаружены отличные друг от друга эффекты при кристаллизации этих сплавов в магнитном поле.

Проведение кристаллизации аморфных лент в сильном магнитном поле, приложенном вдоль длинной оси ленты, приводит к увеличению размера зерна в тройном сплаве  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ . по сравнению с размером зерна в образце, кристаллизованном без поля. Средний размер зерна после кристаллизации без поля и в магнитном поле 29 Тл при медленном нагреве от 300 до 580°C составил 260 и 410 нм, соответственно. Ориентационные карты и гistogramмы распределения зерен по размерам приведены на рисунках 1 и 2.

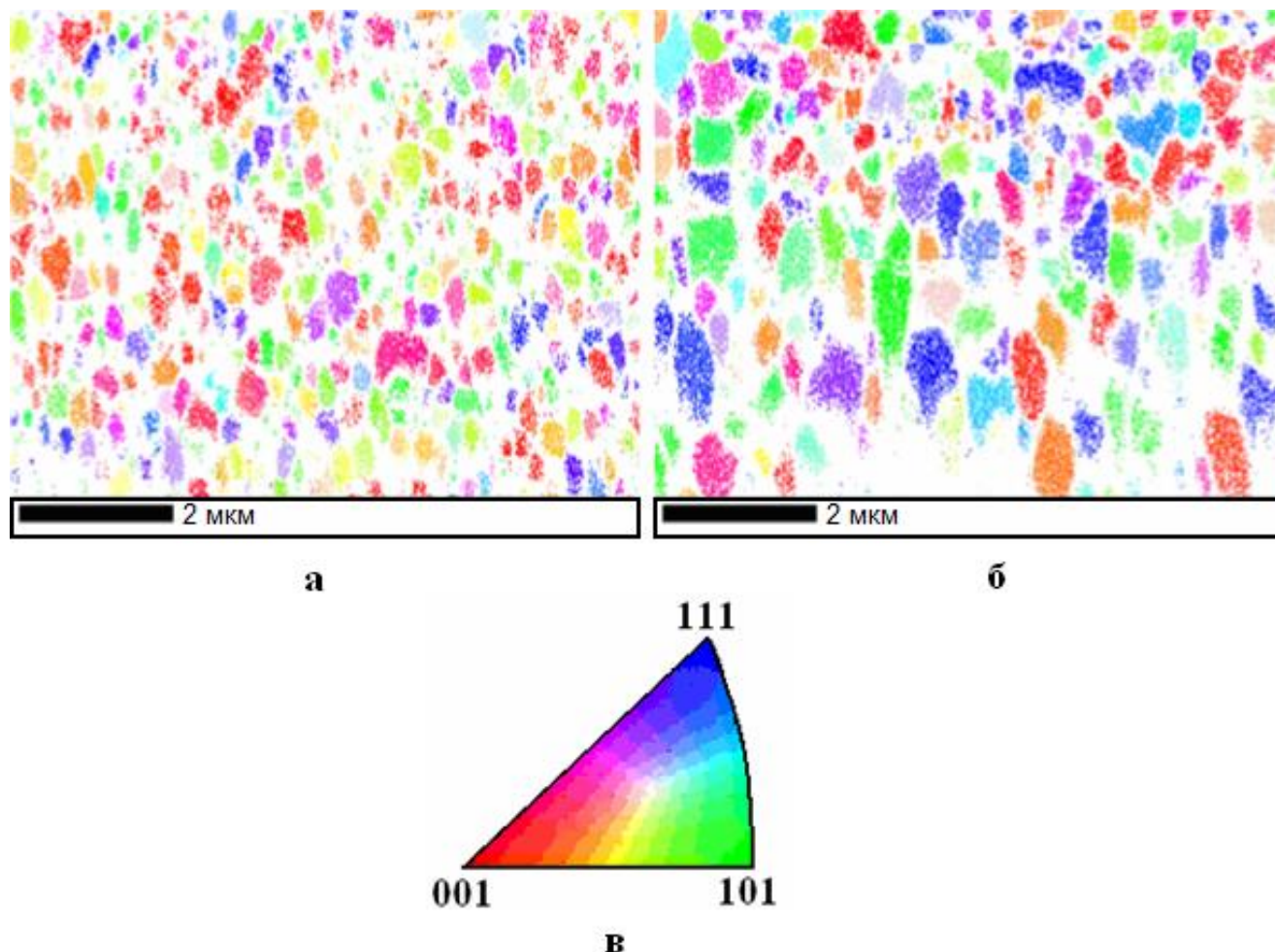


Рис. 1. Ориентационные карты, полученные с поверхности образцов  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$ , отожженных при 580°C с медленным нагревом без поля (а) и в магнитном поле 29 Тл (б); расшифровка ориентировок на стереографическом треугольнике (в). Черно-белое изображение цветных рисунков.

Основной кристаллической фазой, выделяющейся в процессе кристаллизующего отжига, и в том и в другом сплаве является ОЦК твердый раствор Fe-Si. При температуре кристаллизации данная фаза находится в ферромагнитном состоянии, в то время как аморфная матрица – в парамагнитном. Более интенсивный рост зерен в сплаве  $\text{Fe}_{81}\text{Si}_7\text{B}_{12}$  обусловлен дополнительным термодинамическим стимулом выделения ферромагнитной кристаллической фазы из парамагнитной аморфной.



Размер зерен в файнмете  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  определяли по темнопольному изображению зерен Fe-Si в просвечивающем электронном микроскопе (Рис.3). Средний размер зерен в пределах ошибки не изменялся, а по гистограммам (Рис.4) видно, что доля мелких зерен больше после отжига в поле.

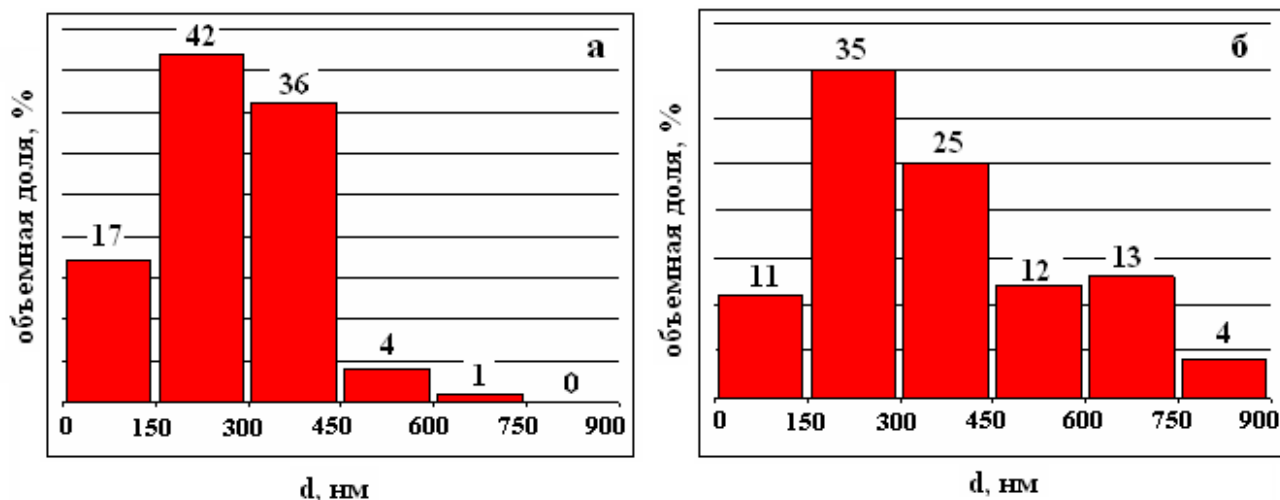


Рис. 2. Гистограммы распределения зёрен по размерам для образцов из сплава  $Fe_{81}Si_7B_{12}$ , при  $580^\circ C$  с медленным нагревом без поля (а) и в поле 29 Тл (б).

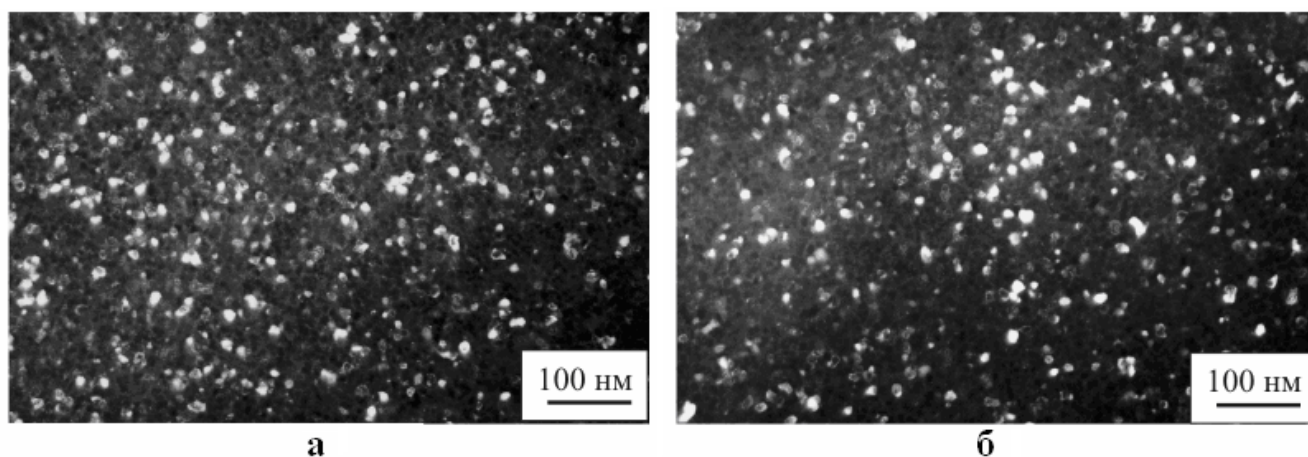


Рис.3. Изображения структуры в темнопольном режиме образцов  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  после отжига с медленным нагревом при  $550^\circ C$  без поля (а) и в магнитном поле 29 Тл (б).

В то же время из литературы известен эффект замедления скорости диффузии во внешнем магнитном поле. В случае сплава  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ , в котором магнитный момент кристаллической фазы существенно ниже, чем в тройном сплаве, а диффузионные процессы формирования и роста зёрен более сложные, определяющую роль во влиянии на формирование структуры, вероятно, играет замедление диффузии магнитным полем. По этой причине в образцах из данного сплава, кристаллизованных в магнитном поле, увеличивается доля мелких зёрен по сравнению с образцами, отожженными без поля.

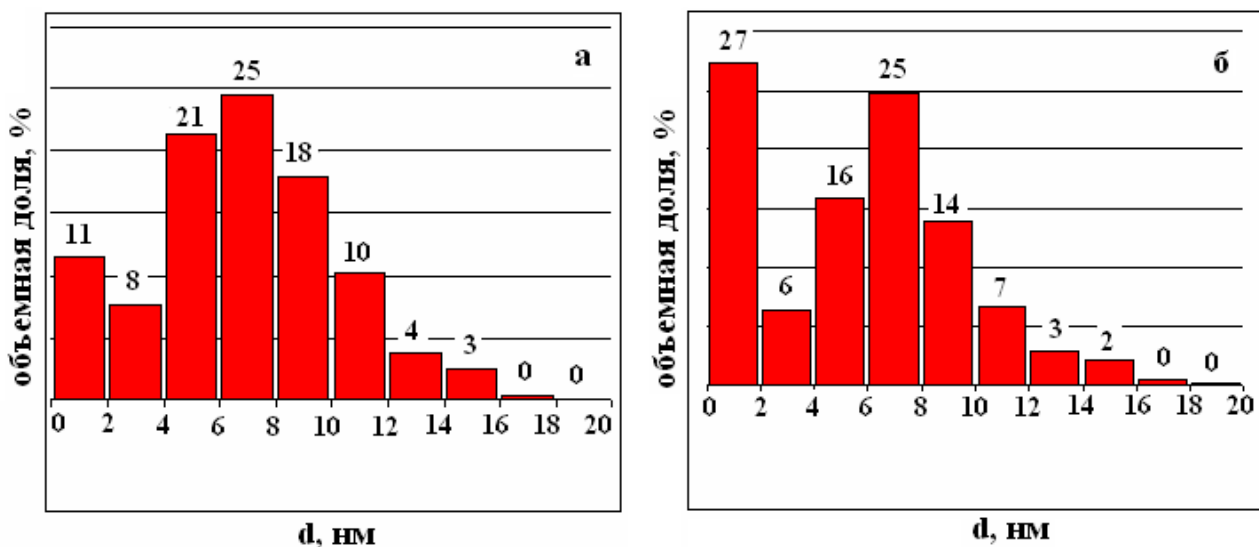


Рис.4. Гистограммы распределения зёрен по размерам для образцов из сплава  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ , отожженных с медленным нагревом при  $550^{\circ}C$  без поля (а) и в поле 29 Тл (б).

В четвертой главе описаны эксперименты по исследованию влияния сильного магнитного поля на процессы возврата в поликристаллических деформированных ферромагнитных сплавах.

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 толщиной 0,58 мм ( $\epsilon = 70\%$ ) подвергали дорекристаллизационному отжигу в магнитном поле 10 Тл, а также без поля при температуре  $450^{\circ}C$  в течение 15 мин. Сплав Fe-3%Si толщиной 0,75 мм ( $\epsilon = 84\%$ ) отжигали при температуре  $450^{\circ}C$  в течение 10 мин в поле 10 и 20 Тл, а также без поля. Сплав Ni-50%Fe толщиной (0,08 мм,  $\epsilon = 99\%$ ) подвергался отжигу при температуре  $490^{\circ}C$  в течение 15 минут в магнитном поле 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. Холодная пластическая деформация приводит к наклёпу материалов – повышению содержания дефектов решетки и, как следствие, к увеличению твердости сплавов. В процессе последующего отжига величина микротвердости постепенно возвращается к исходным значениям за счёт того, что при повышении температуры активируется движение дефектов, которые перераспределяются по объему, аннигилируют и в результате уменьшают свою концентрацию. Исследование образцов после дорекристаллизационного отжига с помощью метода EBSD показало, что искажения кристаллической решетки снимаются не до конца, причем, чем сильнее поле при такой обработке, тем больше искажения. Это ясно видно на картинах качества расшифровки линий Кикучи (Рис.5). Если при отжиге без поля деформационная структура довольно хорошо выявляется, то после отжига в поле 20 Тл, линии Кикучи практически не удается расшифровать. Эта закономерность подтверждается результатами измерения микротвердости (табл.1). Подобные результаты получены и для сплавов Fe-1,5%Si и Ni-50%Fe.

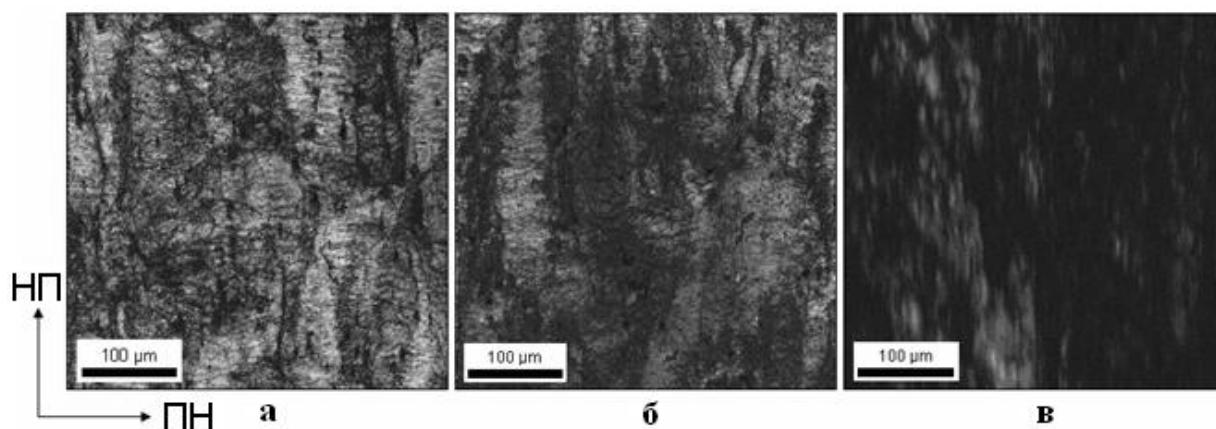


Рис.5. Картины качества расшифровки линий Кикучи («Image Quality») для образцов Fe-3%Si, отожженных при температуре 450°C в течение 10 минут без магнитного поля (а); в магнитном поле 10 Тл (б); в магнитном поле 20 Тл (в).

Таблица 1. Микротвердость образцов Fe-3%Si после дорекристаллизационного отжига без поля и в поле 10 и 20 Тл

	Fe-3%Si, Нμ <sup>0.98</sup> , МПа
Без поля	2260±45
10 Тл	2500±50
20 Тл	2600±50

Низкотемпературная термообработка, которой подвергались деформированные образцы, не приводит к формированию большеугловых границ и, следовательно, зёрен в классическом представлении. Однако в работе было обнаружено, что уже на этой стадии преобразования деформационных ячеек в субзерна происходит выбор ориентаций, обусловленный наличием внешнего магнитного поля, которое способствует образованию микрообластей с направлением легкого намагничивания <001>. Это подтверждается бóльшими значениями магнитной индукции обработанных образцов в намагничивающем поле до насыщения (Рис.6). Так, для сплава Fe-3%Si величина индукции в намагничивающем поле 2,4 кЭ при пересчете из единиц emu/g (электромагнитная единица) в Тл составляла 1,85; 1,93 и 1,91 Тл для отжигов без поля, в поле 10 Тл и в поле 20 Тл, соответственно.

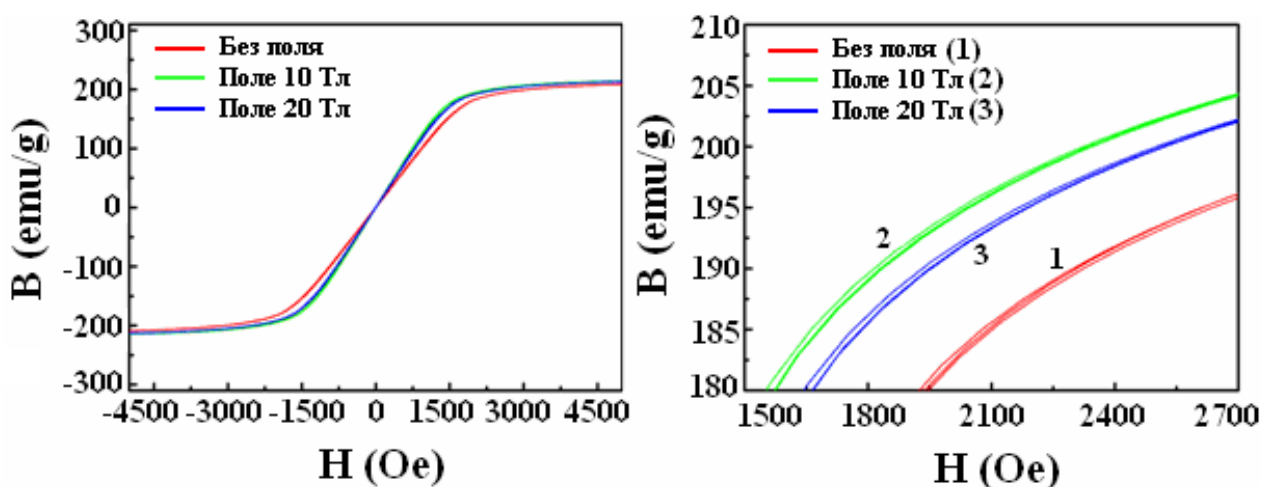


Рис. 6. Полевые зависимости намагниченности для образцов из сплава Fe-3%Si после отжига при 450°C, 10 минут без поля и в поле 10 и 20 Тл, и их увеличенные фрагменты.

Такие же закономерности отмечены при дорекристаллизационном отжиге сплавов Fe-1,5%Si и Ni-50%Fe.

Помимо отжига путём посадки в печь на заданную температуру и выдержки, образцы Fe-50%Ni подвергали 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 исследовали 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. После отжига в поле 29 Тл по сравнению с отжигом без поля наблюдалось значительно больше областей, в которых расшифровка картин Кикучи невозможна. Рассмотренный эксперимент и при использовании сканирующего микроскопа с большей разрешающей способностью показал, что, несмотря на уменьшение скорости нагрева при дорекристаллизационном отжиге, проведение отжига в сильном магнитном поле также приводит к существенному замедлению процессов возврата.

Замедление процессов возврата оказывает влияние на размер рекристаллизованного зерна после отжига без поля образцов, предварительно отожженных при низких температурах в магнитном поле (Табл. 2). Предварительный отжиг в магнитном поле замедляет процесс рекристаллизации, чем больше величина прикладываемого поля, тем меньше средний размер зерна. Интересно, что замедление скорости роста зерен происходит и при температуре отжига 600°C, которая выше температуры Кюри в этом сплаве.

Таблица 2. 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

Полученные результаты позволяют предположить, что отжиг в сильном магнитном поле должен сдвигать температурный интервал протекания рекристаллизации в область более высоких температур. Определить такой интервал непосредственно в процессе отжига в магнитном поле не представлялось возможным из-за отсутствия соответствующего оборудования. В работе была сделана попытка исследовать аномалии на кривых изменения коэффициента температурного линейного расширения при нагреве образцов уже предварительно отожженных в магнитном поле при 500°C. На рис.7 приведены дилатометрические кривые исследованных образцов. Аномалии на кривых свидетельствуют о температурном интервале протекания рекристаллизации в образцах.

Измерения начинались с 400°C и заканчивались при 675°C, при этом все образцы до начала рекристаллизации дополнительно разупрочнялись.

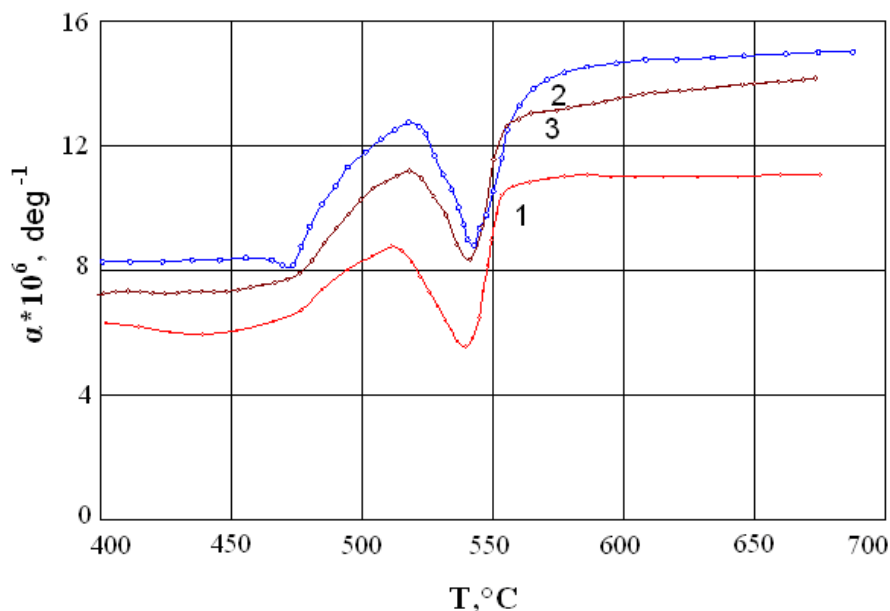


Рис.7. Изменение коэффициента температурного линейного расширения при нагреве со скоростью 2С°/мин сплава Fe-50%Ni, предварительно отожженного при 500°С без поля (1), в поле 20 Тл (2) и 29 Тл (3).

Положение пика дилатометрической аномалии менялось от 539°С для образца, предварительно отожженного без поля, до 543°С для образца после магнитного отжига. Разумеется, разница в 4 градуса слишком мала, чтобы сделать однозначный вывод, однако тенденция смещения температуры рекристаллизации в область более высоких температур наблюдалась.

Таким образом, показано, что сильное магнитное поле задерживает процессы разупрочнения, происходящие при отжиге сильно деформированных сплавов, тормозит развитие зародышей рекристаллизации, формирующихся при дорекристаллизационном магнитном отжиге и приводит к более мелкому зерну при последующем немагнитном рекристаллизационном отжиге. Возможными причинами торможения процессов возврата и ранних стадий рекристаллизации можно считать известный из литературы эффект замедления диффузии в магнитном поле, а также предположение о возникновении в магнитном поле дополнительной энергии, которая требуется дислокациям для преодоления ориентирующего действия поля.

**Пятая глава** посвящена особенностям текстурообразования в ОЦК и ГЦК прокатанных ферромагнитных сплавах в ходе первичной рекристаллизации непосредственно в магнитном поле 10-29 Тл или рекристаллизации в обычных условиях после предварительного низкотемпературного магнитного отжига.

Поликристаллические образцы Fe-3%Si после дорекристаллизационного отжига при температуре 450°С в течение 10 минут в магнитном поле 10 и 20 Тл в дальнейшем подвергались дополнительной холодной прокатке и последующему рекристаллизационному отжигу по различным режимам. Рекристаллизация осуществлялась либо в результате посадки в печь на температуру 850°С, либо путём посадки на 400°С и дальнейшего медленного нагрева до 700°С со скоростью 150°С/час. Анализ ориентаций зерен для этих образцов с помощью метода EBSD показал, что при любой скорости нагрева при рекристаллизационном отжиге предварительный отжиг в магнитном поле увеличивает количество ориентационных компонент, содержащих направление легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle - \{100\}\langle 001 \rangle$  и  $\{110\}\langle 001 \rangle$ , и уменьшает количество сильной плоскостной ориентировки  $\{111\}$ .

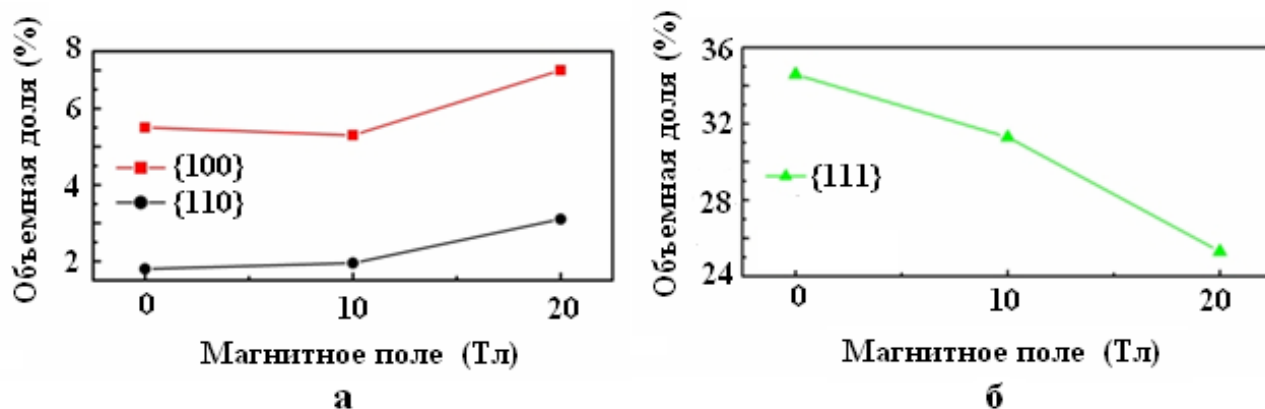


Рис.8. Объемная доля ( $\pm 10^\circ$ ) компонент  $\{100\}$  и  $\{110\}$  (а) и компоненты  $\{111\}$  (б) после первичной рекристаллизации при  $850^\circ\text{C}$ , 15 минут в зависимости от величины магнитного поля, использованного в процессе предварительного отжига при  $450^\circ\text{C}$ , 10 минут в сплаве Fe-3%Si.

Из рис.8 видно, что после обработки в поле 20 Тл заметно увеличивается сумма объемных долей  $\{100\}$  и  $\{110\}$  по сравнению с дорекристаллизационным отжигом без поля (с 7 до 10%), и уменьшается доля компоненты  $\{111\}$  (с 35 до 25%). Увеличивается также аксиальная компонента  $\langle 001 \rangle$ . Увеличение объемных долей компонент, содержащих направление легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$ , подтверждается данными построения полевых зависимостей намагниченности (Рис.9).

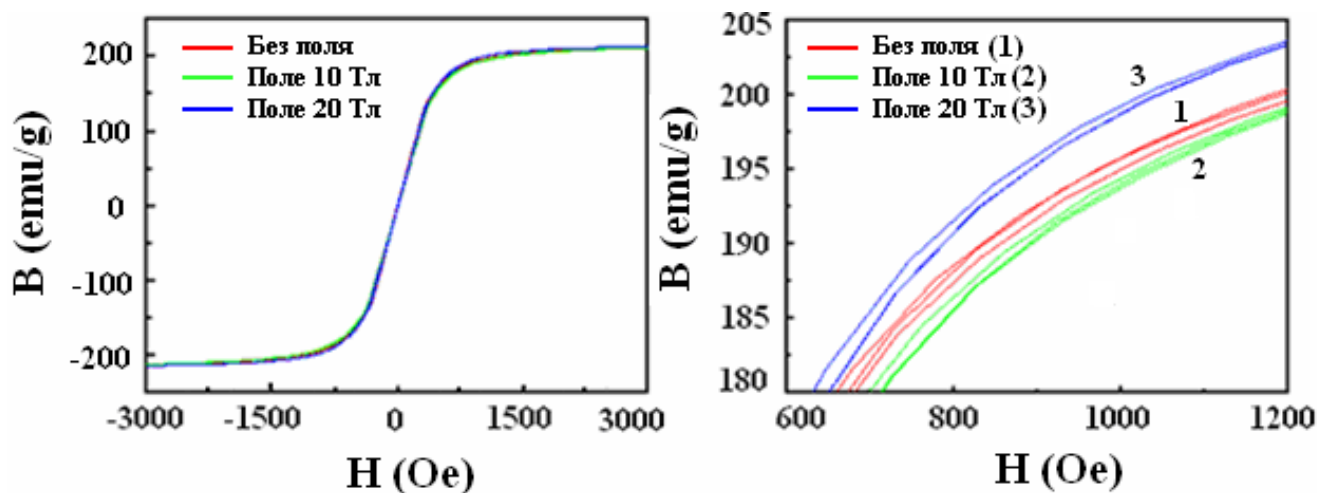


Рис.9. Полевые зависимости намагниченности для образцов Fe-3%Si, отожженных при  $850^\circ\text{C}$ , 15 минут, предварительно подвергнутых отжигу при  $450^\circ\text{C}$  без поля и в поле 10 и 20 Тл, и их увеличенные фрагменты.

На увеличенном фрагменте этих зависимостей (рис.9) 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 измерения. Подобные результаты получены и для сплава Fe-1,5%Si.

Увеличение объемной доли зерен с направлением легкого намагничивания можно объяснить большим количеством структурных элементов с такими ориентировками, образовавшихся в процессе магнитного дорекристаллизационного отжига.

Необходимо отметить, что в промышленных Fe-Si сплавах в текстурах деформации и рекристаллизации мало текстурных компонент, содержащих направление легкого намагничивания. Для получения дополнительных сведений о влиянии магнитного поля на формирование предпочтительных ориентировок с направлением легкого намагничивания в ОЦК сплавах был проведен эксперимент по магнитному отжигу плоского монокристалла (110)[001] Fe-3%Si с искусственно внесенными в его структуру двойниками кубической ориентировки.

Двойники (001)[110] возникали в процессе слабой прокатки в направлении [001] при температуре жидкого азота поперек этого направления. Далее монокристалл с внесенными двойниками прокатывали на 80% под 45° к направлению [001]. Формировалась текстура деформации (112)[110], которая образует границы высокой подвижности с внесенными кубическими зародышами. Отжиги проводили 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. В обработанных образцах строили полюсные фигуры рентгеновским методом, а также исследовали полученную структуру с помощью EBSD. Во всех случаях текстура рекристаллизации близка к (001)[110] с отклонением по плоскости около 9° (это связано с отклонением исходной ориентировки (110) от плоскости прокатки). Острота этой текстуры после отжига в магнитном поле намного выше, чем после отжига без поля, а размер зерен таких ориентировок выше, чем зерен исходной ориентировки (112)[110]. В табл.3 приведены количественные характеристики структуры, полученные из данных EBSD.

Таблица 3. Объемная доля  $\Delta V/V (\pm 15^\circ)$  текстурных компонент {100} и {112} и средний размер зерен  $D_{\{100\}}$  и  $D_{\{112\}}$  вдоль НП в исследованных образцах после первичной рекристаллизации при 700°C, 30 минут

	Поле, Тл		
	0	20	29
$\Delta V/V_{\{100\}}$ , %	44	54	54
$\Delta V/V_{\{112\}}$ , %	28	20	15
$D_{\{100\}}$ , мкм (кол-во зерен)	69±5 (87)	77±5 (98)	78±5 (96)
$D_{\{112\}}$ , мкм (кол-во зерен)	73±5 (36)	68±5 (24)	70±5 (14)

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. Также увеличивается размер кубических зерен после отжига в поле - с 69 до 77 и 78 мкм, а размер зерен {112} уменьшается, с 73 до 68 и 70 мкм. Данный эксперимент показывает, что приложение магнитного поля вдоль направления прокатки в ходе рекристаллизационного отжига при температуре ниже точки Кюри в ОЦК сплаве с направлением легкого намагничивания <001> способствует увеличению объемной доли компонент, содержащих это направление.

Ферромагнитные ГЦК сплавы на основе никеля с добавлением 50%Fe или 30%Co имеют разные направления легкого намагничивания, однако в то же время в этих двух сплавах при первичной рекристаллизации в обычных условиях формируется практически однокомпонентная кубическая текстура. В диссертационной работе были изучены особенности формирования текстуры в сплавах Fe-50%Ni и Ni-30%Co после магнитных отжигов по различным режимам.

По результатам исследований методом EBSD сравнивали образцы сплава Fe-50%Ni, подвергнутые отжигам при температурах выше начала первичной рекристаллизации при 600 и

800°C, предварительно отожженные при температуре 490°C (ниже точки Кюри) в магнитном поле 20 Тл и без поля. Во всех образцах основной текстурной компонентой является кубическая ориентировка  $\{100\}\langle 001\rangle$ . Значения объемной доли кубической ориентировки приведены в таблице 4. Предварительный отжиг при 490°C в магнитном поле заметно повышает остроту кубической текстуры в сплаве Fe-50%Ni. Повышение доли зерен с кубической ориентировкой свидетельствует о том, 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 структурных элементов с кубической ориентировкой, которые служат зародышами рекристаллизации при последующем нагреве.

Таблица 4. Объемная доля плоскостей  $\{001\}$  с рассеянием ( $\pm 10^\circ$ ), % в образцах Fe-50%Ni 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

Другой эксперимент по дорекристаллизационному отжигу образцов Fe-50%Ni проводили при 500°C с медленным нагревом от 300°C со скоростью 10°C/мин и выдержкой 20 минут. Прикладывалось внешнее магнитное поле 20 и 29 Тл. Далее образцы подвергали немагнитному отжигу с медленным нагревом, начиная от температур 400°C со скоростью 2°C/мин до 675°C. Ориентационные карты отожженных образцов представлены на рис. 10. На этом рисунке красным (темным) цветом обозначены зерна кубической ориентировки ( $\pm 10^\circ$ ), белым – зерна других ориентировок.

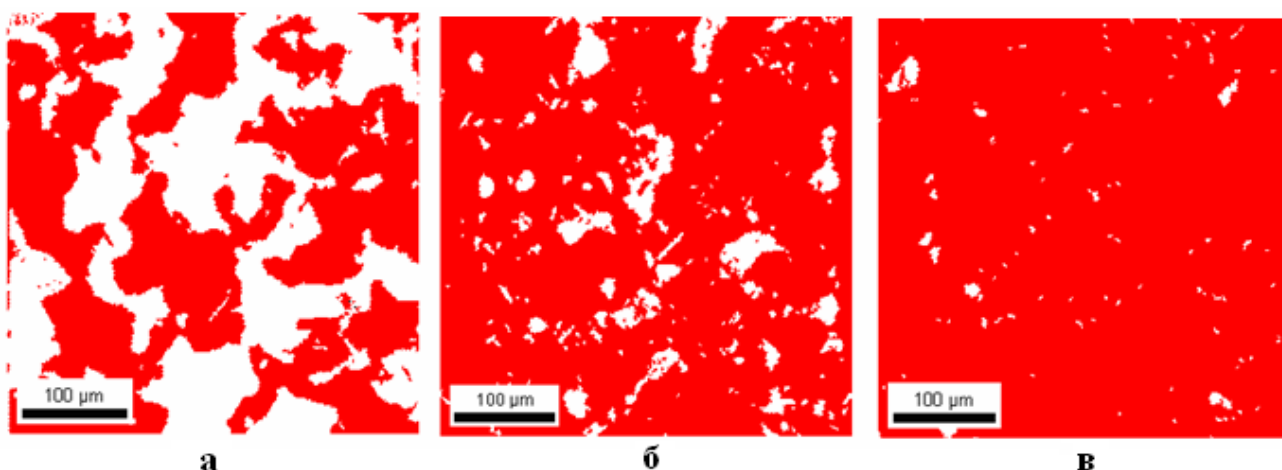


Рис.10. Ориентационные карты для образцов сплава Fe-50%Ni после медленного нагрева до 675°C, предварительно отожженных при 500°C без поля (а), в поле 20 Тл (б) и 29 Тл (в).

Видно, что количество «красных» ориентировок, изображающих ориентировки, близкие к кубической  $\{100\}$ , существенно увеличивается с повышением величины поля, т.е. распределение относительно внешних направлений образца становится более острым. Это также можно видеть по величине объемных долей ориентировок в табл. 5 и по распределению полюсов  $\{100\}$  на полюсных фигурах, построенных в программе EBSD (рис.11, а-в).



В сплаве, имеющем направление легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$ , приложение магнитного поля при дорекристаллизационном отжиге способствует резкому возрастанию объемной доли кубической ориентировки с 49% после отжига без поля до 92 и 98% после отжига в поле 20 и 29 Тл, 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.

Рекристаллизационный магнитный отжиг холоднокатаной ленты Ni-30%Co с направлением легкого намагничивания  $\langle 111 \rangle$  проводили при температуре 550°C с медленным нагревом и выдержкой 30 мин, отжиг проводили без поля и в поле 20 и 29 Тл. Эта температура выше начала первичной рекристаллизации и ниже температуры Кюри.

Детальный анализ ориентировок осуществляли с помощью метода EBSD. На ориентационных картах образцов, отожженных по указанным режимам, видно, что наряду с кубическими зернами присутствуют и зерна других ориентировок, которые в основном сосредоточены в локализованных областях мелких зерен. С увеличением напряженности магнитного поля, увеличивается количество областей мелких зерен и некубических ориентировок. В таблице 5 представлены значения объемных долей некоторых кристаллографических плоскостей  $\{hkl\}$  в плоскости ленты. Рассчитывались объемные доли основной ориентировки текстуры рекристаллизации  $\{100\}\langle 001 \rangle$ , а также объемные доли плоскостей одной из основных компонент текстуры деформации С  $\{112\}\langle 111 \rangle$ . 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 ориентировкой текстуры деформации, включающей направление легкого намагничивания  $\langle 111 \rangle$  ( $\{112\}\langle 111 \rangle$ ). 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. Объемная доля ( $\pm 10^\circ$ ) плоскостных компонент и средний размер зерна в образцах сплавов Fe-50%Ni и Ni-30%Co после указанных режимов отжига

Поле, Тл	Fe-50%Ni после магнитного отжига при 500°C и отжига без поля при 675°C			Ni-30%Co после магнитного отжига при 550°C		
	$D, \mu\text{m}$	$\{100\}, \%$	$\{112\}, \%$	$D, \mu\text{m}$	$\{100\}, \%$	$\{112\}, \%$
0	31±4	49	3	78	82	1
20	32±4	92	<1	70	72	2
29	49±4	97	<1	49	73	2

На рис. 11 (а-в и г-е) по рассеянию ориентировок на полюсных фигурах также можно видеть противоположную тенденцию в изменении рассеяния основной кубической компоненты для сплавов с разным направлением легкого намагничивания.

В диссертационной работе четко просматривается ориентирующее влияние магнитного поля на формирование кристаллографической текстуры в процессе отжига. Это показано на примере трёх сплавов, в которых 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.

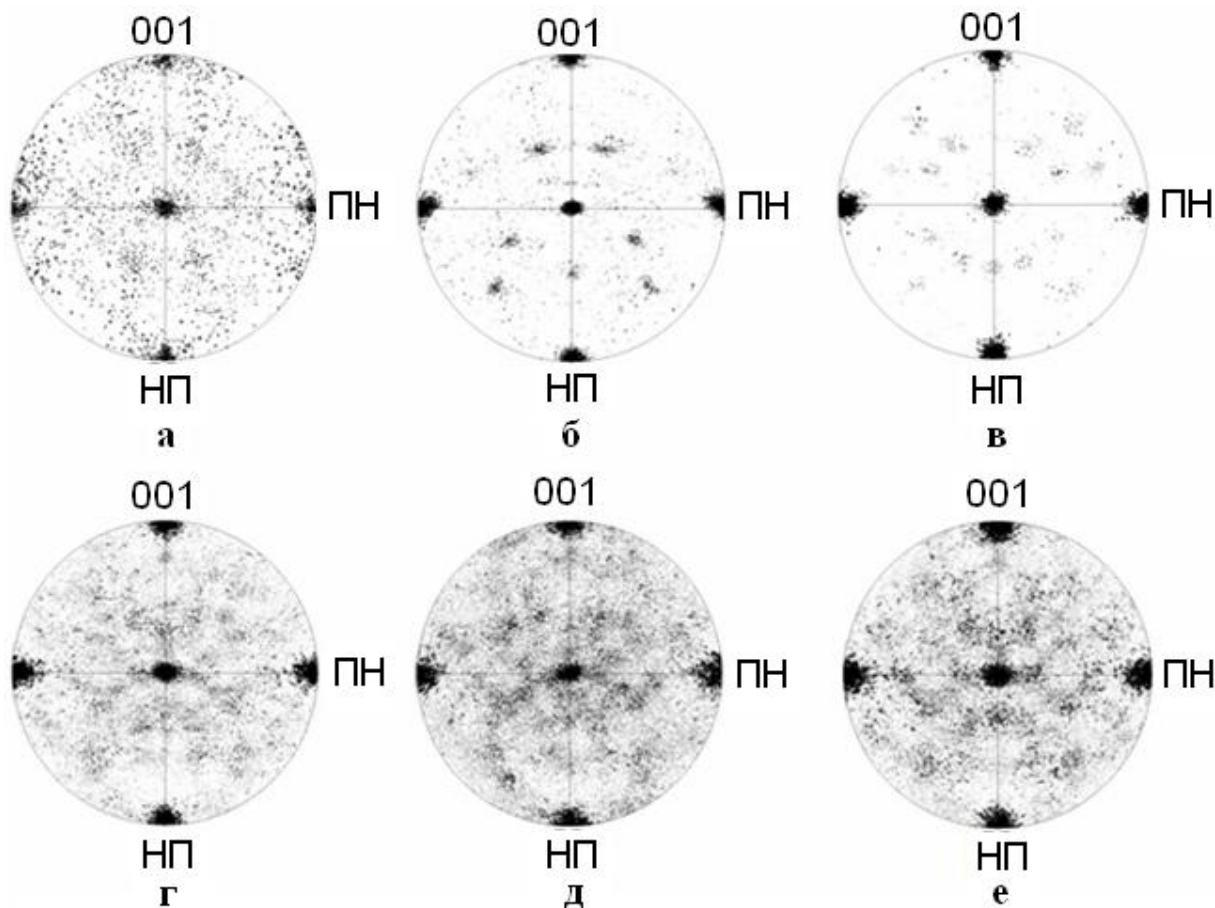


Рис.11. Полусные фигуры, полученные методом EBSD, для сплавов Fe-50%Ni (а-в) и Ni-30%Co (д-е). Температура рекристаллизационного отжига сплавов Fe-50%Ni и Ni-30%Co - 675 и 550°C, соответственно. Отжиг без поля (а,г), в поле 20 (б,д) и 29 (в,е) Тл. Пояснения в тексте.

В литературных источниках авторы расходятся во мнении относительно причин наблюдаемых эффектов. Так, в работе [N. Masahashi и др., 1998] при проведении отжига в магнитном поле образцов 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  $\{hk0\}\langle 001 \rangle$  объясняли облегчением протекания возврата и рекристаллизации в этих зернах за счёт наименьшей магнитострикции при совпадении осей  $\langle 001 \rangle$  с полем. Такое же предположение делали авторы работы [R. Smolukowski и др., 1949] при экспериментах по магнитному отжигу Fe-35%Co. Необходимо отметить, что сплав Fe-Co обладает повышенной магнитострикцией (порядка  $60 \cdot 10^{-6}$  для сплава Fe-50%Co). Однако, например, в сплавах Fe-50%Ni в настоящей работе и Fe-1%Si в работе [Т.А. Bennett и др., 2005], которые обладают магнитострикцией насыщения близкой к нулю, также обнаружены ориентирующие эффекты, связанные с магнитным полем. Авторы работы [Н.О. Martikeinen и др., 1981] помимо торможения процессов рекристаллизации в армко - железе при отжиге в магнитном поле 1,5 Тл обнаружили увеличение компоненты  $\{100\}$  в текстуре. Связывали это с анизотропией магнитной свободной энергии и её вкладом в полную энергию системы в условиях магнитного отжига.

В настоящей работе в сильно деформированном монокристалле сплава Fe-3%Si в текстуре деформации  $\{112\}\langle 110 \rangle$  в процессе рекристаллизационного отжига при температуре 700°C вырастают зерна с ориентировкой  $\{100\}\langle 011 \rangle$ , поскольку они имеют границы наибольшей подвижности с исходной ориентировкой. Кубических зёрен с направлением  $\langle 001 \rangle$  мало, поскольку они не имеют благоприятной разориентировки с матрицей. В присутствии магнитного

поля сильно увеличивается объемная доля плоскостной ориентировки  $\{100\}$ , при этом существенно увеличивается объемная доля зерен не только с направлениями  $\langle 011 \rangle$ , но и с направлениями легкого намагничивания  $\langle 001 \rangle$ . Эти результаты подтверждают предположение о роли зависимости магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем при отжиге в поле. Это также однозначно продемонстрировано в ходе экспериментов по отжигу сплавов Fe-50%Ni и Ni-30%Co имеющих острую кубическую текстуру после отжига в обычных условиях, но разное направление легкого намагничивания. В сплаве Fe-50%Ni отжиг в магнитном поле приводит к 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  $\langle 111 \rangle$  параллельное полю незначительно возрастает. Показано также, 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 одном из литературных источников [С.М.В. Vasaltchuk и др. 2005] показано, что проведение рекристаллизации образцов Fe-0,75%Si при температуре 800°C в магнитном поле от 10 до 20 Тл 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 (после дорекристаллизационного магнитного отжига). Поэтому изменение размера зерна нельзя объяснить увеличением или уменьшением подвижности границ за счет магнитного поля.

В работе впервые показано, что магнитное поле оказывает существенное воздействие на формирование структуры при низкотемпературном дорекристаллизационном отжиге, то есть на стадии возврата. Именно на этой стадии за счёт стремления системы к минимуму свободной энергии ориентирующее воздействие поля приводит к формированию благоприятно ориентированных субзерен, которые в дальнейшем становятся зародышами рекристаллизации. Замедление процессов возврата можно объяснить имеющимися в литературе сведениями о торможении процессов диффузии при увеличении степени магнитного упорядочения в материале. Сильное магнитное поле препятствует магнитному разупорядочению даже при температурах выше точки Кюри. Этим можно объяснить, что магнитный отжиг и при температурах несколько превышающих точку Кюри также замедляет процессы возврата и ранних стадий рекристаллизации.

Основной движущей силой при первичной рекристаллизации, безусловно, является энергия, запасенная при холодной пластической деформации, однако приложение магнитного поля также может вносить свой вклад за счёт зависимости магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем. Магнитное поле, прикладываемое в ходе отжига деформированных сплавов, оказывает влияние, как на стадии зарождения зерен, так и на стадии их роста.

## ОСНОВНЫЕ 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  $Fe_{81}Si_7B_{12}$ , а также 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.

#### **Основные результаты работы изложены в следующих публикациях:**

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК:

1. Формирование кубической текстуры при отжиге прокатанных лент из сплавов  $Ni_{95.3}Mo_{0.7}$  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.1-10.
2. 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.
3. 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.
4. 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-condensed matter. – 2015. – V.468-469. – P.66-71.
5. Структура и текстура в лентах из сплава Ni-30%Co 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.

6. 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.
7. 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.
8. 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.

Другие публикации:

9. 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. // Всероссийская молодежная конференция “Физика и химия наноразмерных систем”. Екатеринбург, 13-17 ноября 2012 г. Сборник трудов, С. 3-7.
10. Cube Texture Formation in Fe-50%Ni Thin Tapes under Annealing in DC High Magnetic Field / V.A.Milyutin I.V.Gervasyeva, E.Beaugnon, D.P.Rodionov. //International Conference on Superconductivity and Novel Magnetism (ICSM-2014). Анталия, Турция, 27 апреля – 2 мая 2014 г. Abstract book, P.803.
11. Milyutin, V. Texture and structure formation in Fe-3%Si under high magnetic field annealing International Conference on Texture of Materials (ICOTOM-17) / V.Milyutin, I.Gervasyeva, E.Beaugnon. // Дрезден, Германия, 24–29 августа 2014 г. Abstract book, P.97.
12. Милютин, В.А. Протекание процессов возврата в сплавах Fe-3%Si и Fe-50%Ni при отжиге в сильных магнитных полях / В.А.Милютин // XI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов “Физико-химия и технология неорганических материалов”. Москва, 16-19 октября 2014 г. Сборник материалов, С. 73-75.
13. Милютин, В.А. Нанокристаллизация из аморфного состояния сплавов  $Fe_{81}Si_7B_9$  и  $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$  под действием сильного магнитного поля / В.А.Милютин, И.В.Гервасьева // XVI школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-16). Екатеринбург, 12-19 ноября 2015 г. Сборник тезисов докладов, С. 177.
14. Милютин, В.А Влияние сильного магнитного поля на процессы рекристаллизации деформированных и кристаллизации аморфных сплавов на основе железа / В.А.Милютин, И.В.Гервасьева // VII Международная школа “Физическое материаловедение”. Тольятти, 31 января – 5 февраля 2016 г. Сборник конкурсных докладов, С. 47-52.

---

Отпечатано на Ризографе ИФМ УрО РАН тир. 100 зак. № 10  
Объем 1 печ. л. Формат 60x84 1/16  
620990, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18