

На правах рукописи



БЕЛЯЕВСКИХ Анастасия Сергеевна

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СВЕРХТОНКОЙ
ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПНОЙ СТАЛИ**

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Екатеринбург – 2016

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»

Научный руководитель – доктор технических наук, доцент

Лобанов Михаил Львович

Официальные оппоненты: **Попов Владимир Владимирович**, доктор технических наук, профессор, ФГБУН Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, заведующий лабораторией диффузии;

Саврай Роман Анатольевич, кандидат технических наук, ФГБУН Институт машиноведения УрО РАН, заведующий лабораторией конструкционного материаловедения

Ведущая организация – ФГАОУ ВО «Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет)», г. Челябинск

Защита диссертации состоится «15» декабря 2016 г. в 16:30 ч на заседании диссертационного совета Д 212.285.04 на базе ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 28, ауд. Мт-329 (зал Ученого совета ИММт).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <http://lib.urfu.ru/mod/data/view.php?d=51&rid=262004>

Автореферат разослан «__» октября 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Мальцева Людмила Алексеевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности

Сверхтонкая электротехническая анизотропная сталь (СЭАС), толщиной 0,01-0,15 мм, является важнейшим магнитно-мягким материалом, используемым для изготовления магнитопроводов высокочастотных устройств. Возможность ее использования обусловлена наличием ребровой текстуры (110)[001], которая образуется по механизму текстурной наследственности. В основном СЭАС производят по методу Литманна, который включает: использование тонкой электротехнической анизотропной стали (ЭАС), толщиной 0,17-0,35 мм с достаточно совершенной ребровой текстурой в качестве заготовки; далее холодную прокатку с суммарной степенью обжатия, превышающей 70 %, и рекристаллизационный отжиг.

Толщина и характеристики структуры СЭАС (выраженность текстуры, размер зерна, чистота по неметаллическим элементам) определяют основное эксплуатационное свойство материала – удельные магнитные потери при перемагничивании (в основном их вихретоковую составляющую) в высокочастотных полях. По этой причине до настоящего времени сохраняется интерес к повышению качества СЭАС за счет снижения конечной толщины (до 0,01 мм) и/или оптимизации структуры.

Основное направление повышения качества СЭАС – получение максимально острой текстуры (110)[001] в минимальной (технологически достижимой) толщине стали.

Формированию текстурно-структурных состояний при структурных превращениях (рекристаллизациях) в деформированных монокристаллах с ОЦК решеткой российскими учеными Соколовым Б. К., Титоровым Д. Ю., Губернаторовым В. В., Гервасьевой И. В. и другими посвящено достаточно много работ. Однако механизм текстурной наследственности при структурных превращениях до настоящего времени остается дискуссионным.

Хорошо известно, что прокатка монокристаллов исходной ребровой ориентировки (110)[001] приводит к формированию двух симметричных октаэдрических ориентировок $\{111\}\langle 112 \rangle$, а последующий рекристаллизационный отжиг – вновь к ребровой ориентировке. Подобные преобразования текстуры составляют суть механизма текстурной наследственности: воспроизводство на некоторой (обычно завершающей) стадии обработки материала текстуры, которой он обладал до начала технологического процесса.

При первичной рекристаллизации возникает ребровая текстура, которая является необходимой для обеспечения требуемого уровня магнитных свойств. С этой точки зрения необходимо, чтобы при этом отжиге не реализовывалась вторичная рекристаллизация, которая изменяет тип текстуры в материале. Именно по этой причине требуется ограничение отжига по времени или по температуре.

В России специалистами ЦНИИЧермет и Новолипецкого металлургического комбината была разработана и внедрена технология изготовления СЭАС, основанная на методе Литтманна, в производственной связке НЛМК-Ашинский металлургический завод (АМЕТ), совершенствование которой продолжается и в настоящее время.

В России основное количество ЭАС производят с совершенной текстурой, сравнительно крупнозернистую (10-30 мкм), содержащую около 0,5 мас. % меди. Подобная ЭАС неудовлетворительно прокатывается в сверхтонкие толщины – разрушается. Для производства СЭАС приходится использовать ЭАС без Cu, причем производить ее по специальной технологии.

Работа выполнена в соответствии с основными направлениями научной деятельности кафедры «Термообработка и физика металлов» ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» в рамках проектной темы МОиН РФ (госзадание № 11.1465.2014/К).

Целью данной работы являлось выяснение механизма текстурной наследственности и на этой основе оценка возможностей улучшения магнитных свойств СЭАС при сохранении максимально острой текстуры (110)[001] и/или оптимизации способов ее производства.

В работе были поставлены следующие **задачи**:

1. Исследовать особенности формирования структуры и текстуры при холодной прокатке и рекристаллизации монокристаллов Fe-3%Si с различным содержанием меди.
2. Исследовать взаимосвязь ориентировок монокристалла Fe-3%Si с текстурой и магнитными свойствами СЭАС.
3. Проанализировать возможность использования ЭАС с содержанием меди 0,4-0,6 мас. % для получения СЭАС с высокими магнитными свойствами и острой текстурой.

Научная новизна работы:

1. В процессе прокатки монокристаллов Fe-3%Si с ориентировками близкими к (110)[001] при различных степенях деформации между элементами мезоструктуры (деформационные двойники, деформационные полосы, полосы сдвига) вследствие переориентации кристаллической решетки вокруг оси $\langle 110 \rangle$ параллельной поперечному направлению формируются специальные разориентации $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$. С увеличением степени деформации специальные разориентации $\Sigma 9$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$ сохраняются, а $\Sigma 3$ частично переходит в близкие к ней $\Sigma 17b$ или $\Sigma 43c$.

2. Зародыши первичной рекристаллизации с ориентировками, близкими к (110)[001], формирующиеся на двойниках, в переходных полосах и полосах сдвига, сохраняют с деформированной матрицей участки специальных границ, которые соответствуют специальным разориентациям, возникшим при деформации.

3. В основе механизма текстурной наследственности, реализующейся при деформации и рекристаллизации монокристаллов технического сплава Fe–3%Si с ориентировкой (110)[001], лежат процессы формирования и эволюции специальных разориентаций-специальных границ между элементами структуры (компонентами текстуры) материала.

Практическая значимость работы:

1. Показано, что для получения совершенной текстуры в готовой СЭАС, в качестве заготовки можно использовать ЭАС с рассеянной текстурой.

2. Установлена возможность производства СЭАС с содержанием меди ~ 0,5 мас. % из заготовки (ЭАС) с рассеянной текстурой.

3. Показано, что наличие меди в СЭАС повышает температуру вторичной рекристаллизации, что позволяет проводить завершающую часть рекристаллизационного отжига (рафинирующая обработка) при более высоких температурах.

4. Предложен способ производства СЭАС с высокими магнитными свойствами из заготовки ЭАС, содержащей ~ 0,5 мас. % меди и обладающую рассеянной ребровой текстурой. Исходно рассеянная текстура при наличии меди, делает металл более технологичным на стадии его изготовления. По результатам исследования подана заявка на изобретение на способ производства СЭАС. Получено положительное решение на выдачу патента.

На защиту выносятся основные положения и результаты:

1. Формирование структурно-текстурных состояний при холодной прокатке и рекристаллизации монокристаллов Fe-3%Si с различным содержанием меди.

2. Кристаллографические закономерности изменения текстуры деформированных и рекристаллизованных монокристаллов Fe-3%Si как возникновение и развитие специальных разориентаций-специальных границ.

3. Взаимосвязь исходных ориентировок монокристаллов Fe-3%Si с текстурой и магнитными свойствами СЭАС.

4. Оптимизация способа производства СЭАС из заготовки (ЭАС) с содержанием меди 0,4-0,6 мас. %.

Апробация работы

Материалы диссертации были доложены и обсуждены на Международной научно-технической Уральской школе-семинаре металловедов – молодых ученых (Екатеринбург 2013-2015 г.); на 54 Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (Екатеринбург 2013 г.); в материалах XXII Уральской школы металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Орск 2014 г.).

Публикации

Основное содержание диссертационной работы опубликовано в 12 печатных изданиях, в том числе, 4 статьи опубликовано в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 5 глав, общих выводов по работе, библиографического списка из 121 наименований, изложена на 141 страницах, включает 53 рисунка, 10 таблиц.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении показана актуальность решения существующей научно-технической проблемы получения сверхтонкой электротехнической анизотропной стали из ЭАС с содержанием меди 0,4-0,6 мас. %, научная новизна и практическая значимость работы. Сформулированы цель и задачи работы.

Первая глава содержит аналитический обзор литературы. Показаны технологии производства ЭАС. Рассмотрены и проанализированы процессы формирования текстуры и структуры при деформации и рекристаллизации монокристаллов с ОЦК-решеткой, а также формирование полос сдвига. Рассмотрены особенности структуры и свойств межкристаллитных границ. Сформулирована цель работы и поставлены задачи исследования.

Во второй главе приведено описание исследуемого материала и методик исследования.

Для проведения исследований использовались образцы ЭАС с содержанием меди ~ 0,05 и 0,5 мас. % (Таблица 1) с удаленным электроизоляционным покрытием размерами 0,27-0,30x30x280 мм, состоящие из крупных зерен (размер в плоскости прокатки 30-50 мм), с ориентировками близкими к (110)[001]. Также в работе использовались образцы, отобранные на производстве ЭАС после обезуглероживающего отжига в толщине 0,70 мм.

Таблица 1 – Химический состав исследуемых образцов ЭАС

№ образца	Толщина стали, мм	Содержание элементов мас. %						
		C	Si	Mn	S	Al	N	Cu
1	0,70	<0,003	3,10-3,15	0,15-0,20	0,004-	0,013-	0,009-	0,03-0,05
2					0,006	0,016	0,012	0,51-0,54
3	0,30	<0,003	3,15	0,20	<0,003	<0,008	<0,002	0,03-0,05
4								0,50-0,54

Образцы прокатывались на лабораторных станах кварто с и без смазки со степенями обжатия 5-70 %. Для части материала образцы прокатывались за один проход с деформацией ~

55 %. В момент прокатки стан резко останавливали, в результате получали пластины с визуально видимым «очагом деформации» (Рисунок 1).

После прокатки образцы подвергались рекристаллизационному отжигу. В ряде экспериментов была использована методика градиентного отжига, которая позволяла наблюдать в пределах одного образца все стадии развития процесса рекристаллизации.

В работе использовалась оптическая металлография, на основании которой отбирались образцы для проведения текстурных исследований на сканирующих электронных микроскопах, оборудованных приставками EBSD. При ориентационном анализе использовались ориентационные карты, полюсные фигуры в виде выходов отдельных полюсов и распределений полюсных плотностей, а также определялись ориентировки отдельных локальных областей и выявлялись специальные разориентации между отдельными элементами мезоструктуры.

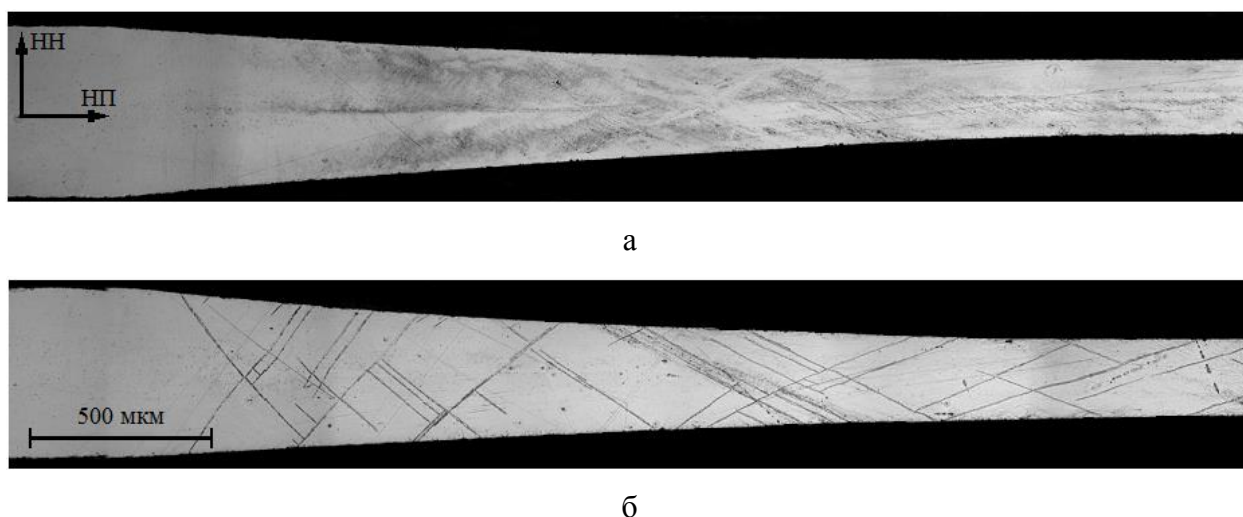


Рисунок 1 – Микроструктура очага деформации прокатанных монокристаллов Fe-3%Si с исходными ориентировками близкими к $(110)[001]$ а – прокатка с повышенным трением (без смазки); б – прокатка при наличии смазки

В третьей главе рассмотрена деформация скольжением и двойникованием монокристаллов Fe-3% Si с различным содержанием меди, а также формирование в них полос сдвига (ПС).

Формирование мезоструктуры монокристаллов при малых степенях деформации исследовалось на образцах, представляющих собой непосредственно очаг деформации. В образце, прокатанном без смазки (большое трение), деформация реализовалась только скольжением с формированием полос деформации (ПД). Ориентационный анализ показал формирование ПД уже при степени деформации $\sim 10\%$. В монокристалле одновременно могут образовываться от одной до нескольких ПД (Рисунок 2). Причем ориентации всех ПД несколько отличаются друг от друга. Границы между ними представляют собой не строгие

линии раздела, а области, в которых осуществляется плавный переход от одной ориентировки к другой. Ориентационный анализ места сопряжения ПД показывает наличие в этой области чередующихся, незначительно отличающихся ориентировками, микрополос, отделенных друг от друга малоугловыми границами, которые сужаются по направлению к центральной области монокристалла (Рисунок 2, а).

С начала формирования, все наблюдаемые ПД отличаются ориентациями кристаллической решетки от исходной ориентировки монокристалла (Рисунок 2). Т.е. даже в ПД, имеющей ориентировку сравнительно близкую к ребровой, реализовывались процессы скольжения, за счет которых осуществлялись повороты кристаллической решетки, как вокруг поперечного направления (ПН), так и вокруг направления нормали к плоскости прокатки (НН).

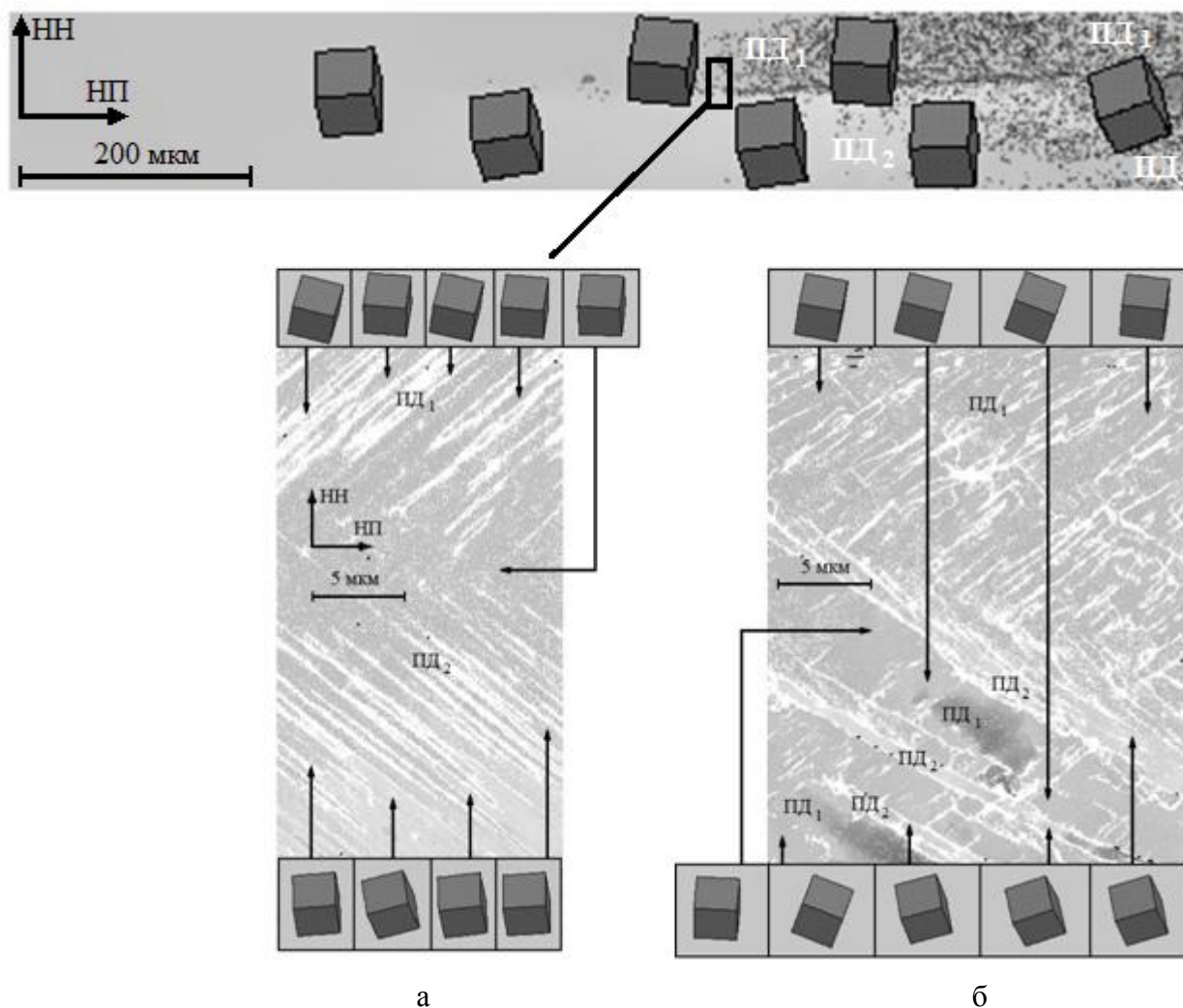


Рисунок 2 – Ориентировки кристаллической решетки прокатанного со степенями деформации \sim 0-20 % монокристалла с ее указанием в локальных областях: а – степень деформации $\epsilon \sim 18\%$;

б – $\epsilon \sim 40\%$

В целом процесс переориентации монокристалла (110)[001] может быть описан поворотом кристаллической решетки в полосах деформации вокруг кристаллографического

результате динамического равновесия противоположного действия систем скольжения в различных ПД. С увеличением степени деформации промежуточная полоса уменьшается в размерах до тонкой переходной полосы или границы.

При прокатке с пониженным трением в образцах уже при малых степенях деформации помимо скольжения реализуется двойникование. Полученные в результате исследования прокатанные монокристаллы с двойниками при различных степенях деформации (образцы, представляющие очаг деформации: рисунок 1, б) позволяют феноменологически проанализировать процесс переориентации кристаллической решетки при скольжении за счет наклона двойников к плоскости прокатки, рассматривая их как «инертные метки».

Расчеты переориентации кристаллической решетки монокристалла основывались на численной реализации модели [Таока Т. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. 1986. V6. №7. P. 201-232]. Переориентация решетки при действии нескольких систем скольжения представлялась следующим образом:

$$\vec{R}' = \vec{R} + \int \sum_i (\vec{P}_i \cdot \vec{R}) \cdot \vec{D}_i d\gamma_i, \quad \vec{N}' = \vec{N} + \int \sum_i [(\vec{P}_i \cdot \vec{R}) \cdot \vec{T} - (\vec{P}_i \cdot \vec{T}) \cdot \vec{R}] \times \vec{D}_i d\gamma_i, \quad (1)$$

где \vec{R} , \vec{N} , \vec{T} – начальные единичные векторы соответственно вдоль направления прокатки (НП), НН и ПН; \vec{R}' , \vec{N}' , \vec{T}' – векторы, параллельные соответственно НП, НН и ПН после деформации. \vec{P}_i – единичный вектор нормали к i -ой плоскости скольжения, \vec{D}_i – единичный вектор i -ого направления сдвига, γ_i – сдвиговая деформация по i -ой системе скольжения.

Были проведены исследования связанные с моделированием переориентации кристаллической решетки при прокатке монокристаллов с ориентировками $(110)[001]_{\pm\alpha}$, где α – угол между направлением $[001]$ и НП, который варьировался от 0 до 30° (Таблица 2).

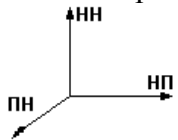
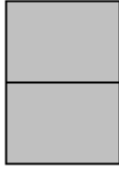
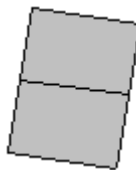
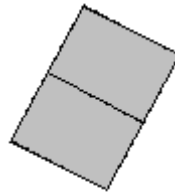
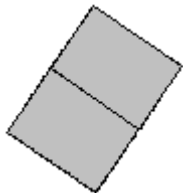
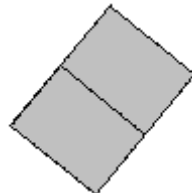
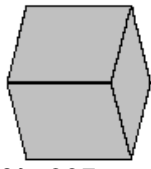
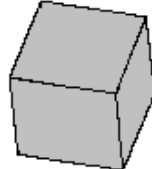
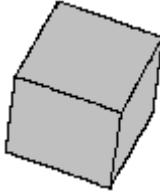
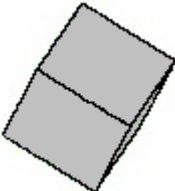
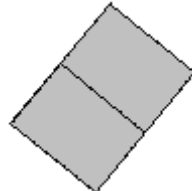
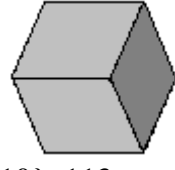
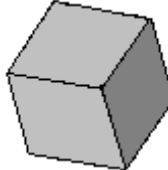
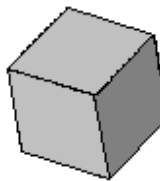
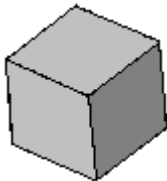
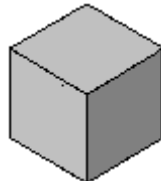
Идеальная ориентировка $(110)[001]$ достаточно устойчива при прокатке, что, очевидно, является прямым следствием ее симметричности относительно приложенных при деформации напряжений. Для того чтобы ее переориентация началась, необходимо отклонить ее вокруг ПН на несколько градусов ($\geq 3^\circ$) по или против часовой стрелки, то есть осуществить «случайный» выбор преимущественной системы скольжения из двух $\{112\}\langle 111 \rangle$.

Все ориентировки $(110)[001]_{\pm\alpha}$ с углом α от 0 до $\sim 17^\circ$ в процессе прокатки со степенями деформации $\geq 50\%$ переориентируется в практически идеальные $\{111\}\langle 112 \rangle$. Ориентировки угол α которых превышает 17° , переориентируются в ориентировки близкие к $\{112\}\langle 110 \rangle$. Подобный анализ позволяет объяснить получение острой текстуры деформации $\{111\}\langle 112 \rangle$ из отклоненной $(110)[001]$.

При проведении исследования обнаружено наличие между ПД специальных разориентаций (между ПД₃ и ПД₄, рисунок 3, в). Специальные разориентации возникают между

наиболее отклоненными друг от друга полосами, и фиксируются в виде участков специальных границ, прерывающихся или переходящих одна в другую. Все обнаруженные специальные разориентации ($\Sigma 9$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$), по сути, составляют одно «семейство» взаимных разориентировок, которые образуются поворотом вокруг одной и той же оси $[\bar{1}10]$ на близкие углы.

Таблица 2 – Результаты численных расчетов переориентации ОЦК-решетки в процессе холодной прокатки в виде ориентации элементарных ячеек

Исходная ориентация в системе координат 	Степень деформации, %			
	10	30	50	> 70
 $\{110\}\langle 001\rangle, \alpha=0^\circ$				
 $\{110\}\langle 227\rangle, \alpha \approx 15^\circ$				
 $\{110\}\langle 113\rangle, \alpha \approx 25^\circ$				

Можно предположить, что возникновение специальных разориентаций при деформации между полосами является закономерным явлением, проявляющимся при определенных соотношениях в ориентировках областей кристаллов (при достижении некоторой критической степени деформации). Причем на границе сопряжения полос перераспределение плотности дислокаций происходит таким образом, что возникают области практически точных специальных разориентаций, которые, как энергетически устойчивые объекты, сохраняются при дальнейшей деформации. Образование области специальных ориентаций может служить одной из возможных причин «сохранения» ребровой ориентировки в переходных полосах между деформационными полосами в процессе деформации.

Чем ближе исходный монокристалл к ориентировке $(110)[001]$, тем проще получить при его деформации специальные разориентации, образующиеся поворотом решетки вокруг

направления $[\bar{1}10]$. Если отклонение исходного монокристалла от ориентировки $(110)[001]$ превышает $\sim 20^\circ$ по плоскости или направлению и, соответственно, в процессе деформации полосы приобретают ориентировки, отличные от $\{111\}\langle 112\rangle$.

Деформационное двойникование при холодной прокатке в монокристаллов проявляется значительно сильнее в образцах содержащих медь. Количество двойников на единицу длины в них более чем на порядок может отличаться от данной величины в монокристаллах практически не содержащих медь (Рисунок 4, а, в). Однако если в образцах с медью наблюдается текстура отличная от идеальной ребровой, то деформационных двойников образуется существенно меньше (Рисунок 4, б). В структуре деформированного с малой степенью обжатия монокристалла $(110)[001]$ наблюдаются двойники двух симметричных систем $(112)[\bar{1}\bar{1}1]$ (T_1) и $(11\bar{2})[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ (T_2), которые имеют ориентации по отношению к лабораторной системе координат $(11\bar{4})[\bar{2}\bar{2}\bar{1}]$ и $(114)[22\bar{1}]$, соответственно. Матрица при этом сохраняет ребровую ориентировку.

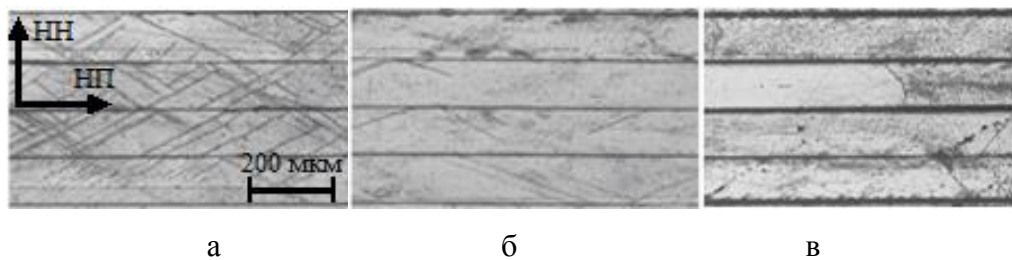


Рисунок 4 – Влияние наличия меди в сплаве $Fe-3\%Si$ на его склонность к деформационному двойникованию при холодной прокатке (степень деформации $\sim 30\%$);

а – $C_{Cu} \sim 0,5$ мас. %, $\alpha \leq 6^\circ$; б – $C_{Cu} \sim 0,5$ мас. %, $\alpha \sim 8-15^\circ$; в – $C_{Cu} \sim 0,05$ мас. %, $\alpha \leq 6^\circ$

Образцы, содержащие деформационные двойники при малых степенях деформации, при дальнейшей прокатке в сверхтонкие толщины достаточно легко разрушались. Металлографические исследования показали, что разрушение при холодной прокатке связано с процессом зарождением трещин на деформационных двойниках в местах их взаимного пересечения, и в местах их пересечения с границами зерен. Исследование мест разрыва показало, что плоскости хрупкого разрушения (скола) находились под углом $\sim 45^\circ$ к ПН. Т.е. хрупкое разрушение зерен при прокатке происходило по кристаллографическим плоскостям $\{100\}$, а не по плоскостям двойникования $\{112\}$.

Таким образом, склонность к деформационному двойникованию с последующим разрушением материала при холодной прокатке определяется совокупностью двух причин: 1) величиной фактора Шмида для двойникующих систем из-за близости ориентировки исходного

зерна к (110)[001]; 2) наличием в деформируемом твердом растворе меди, по-видимому, понижающей энергетический барьер процесса двойникования.

С увеличением степени деформации угол наклона габитуса двойников к плоскости прокатки уменьшается и составляет величину $\sim 20-25^\circ$ при $\varepsilon > 50\%$. При этом одна или обе системы двойников приобретают «цепочкообразную» форму (Рисунок 5).

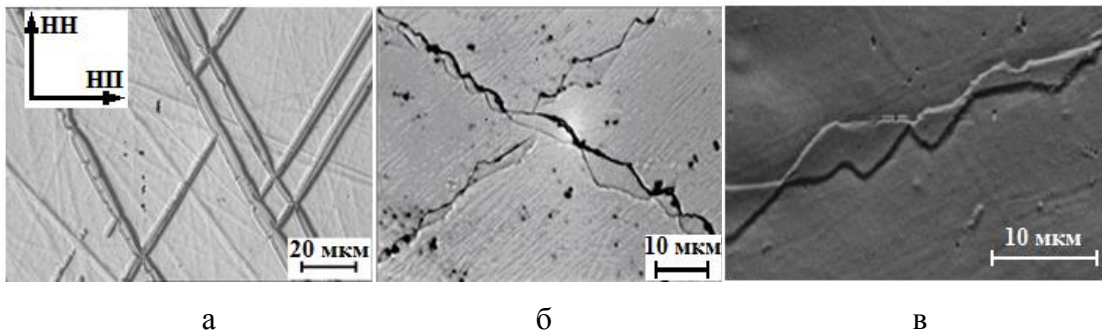


Рисунок 5 – Микроструктура деформированных монокристаллов Fe-3% Si при различной степени деформации: а – $\varepsilon \sim 5\%$; б – $\varepsilon \sim 30\%$; в – $\varepsilon \sim 60\%$

Переориентированные двойники обеих систем после деформации $\varepsilon > 50\%$ в основном сохраняют строгую кристаллографическую связь $\Sigma 3$ с матрицей, иногда переходящую в разориентации $\Sigma 17b$ или $\Sigma 43c$. Сохранение специальной разориентации $\Sigma 3$ у различных двойников представляется достаточно удивительным фактом.

Двойники семейства T_1 переориентируются с матрицей как одно целое, в соответствии с тем, что в них и в матрице действуют одни и те же системы скольжения (Рисунок 6). В случае другого двойника T_2 сохранение взаимной разориентации между двойником и матрицей может быть объяснено тем, что переориентация решетки внутри него происходит в том числе за счет дислокаций проникающих из матрицы в двойник. Данные дислокации так же перерезают двойники.

При относительно больших степенях деформации, кроме ПД в материале формируются ПС. В деформированных монокристаллах наблюдаются ПС двух типов, отличающихся углом наклона плоскости габитуса к плоскости прокатки: $16-20^\circ$ (ПС-II) и $35-40^\circ$ (ПС-I).

Металлографический анализ большого числа деформированных монокристаллов показал, что ПС-II, как правило, наблюдаются вблизи границ ПД, плоскость их габитуса залегает параллельно действующим плоскостям скольжения $\{112\}$ деформированной матрицы. При этом ПС-II, имеющие одну и ту же плоскость габитуса, находятся в пределах одной ПД.

Проведенные исследования позволяют предположить, что ПС-II не являются собственно полосами сдвига в традиционном понимании, а «сечениями» плоскостью шлифа переходных полос на стадии их формирования.

Важным фактом является наличие между ПС (как ПС-II, так и ПС-I) и окружающей их матрицей специальных разориентаций ($\Sigma 9$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$), зафиксированных в виде участков специальных границ, прерывающихся или переходящих одна в другую.

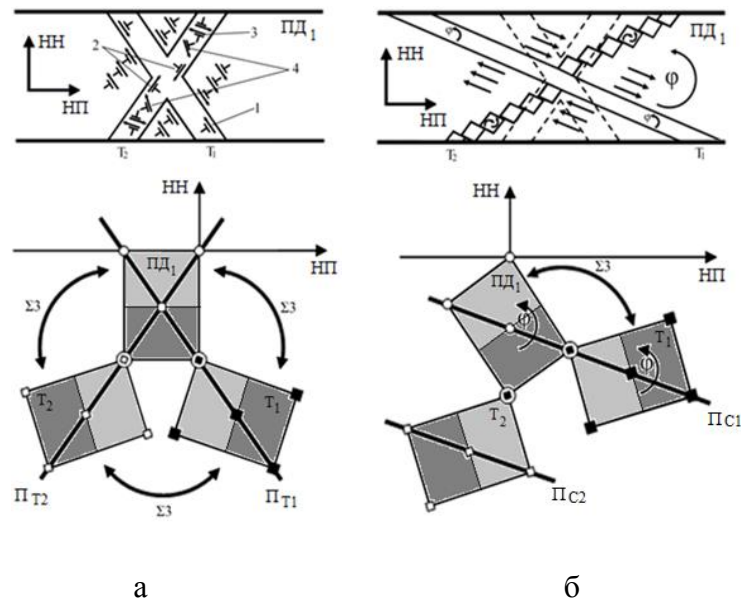


Рисунок 6 – Модель сохранения ориентационной связи при деформации ребрового монокристалла: а – действующие системы скольжения и ориентационная связь кристаллических решеток матрицы и двойников в начальной стадии деформации; б – двойники после значительной деформации (ϕ – угол поворота решетки при деформации)

В четвертой главе рассмотрена рекристаллизация ранее деформированных монокристаллов Fe-3% Si.

В результате градиентного отжига ранее деформированных образцов ($\epsilon \sim 50\%$) были зафиксированы различные стадии первичной рекристаллизации (ПР). Текстура полностью рекристаллизованного материала является преимущественно ребровой с рассеянием до 20° по всем углам. Исследование стадии роста новых зерен показало, что зерна ПР с ориентировками близкими к $(110)[001]$ формируются на двойниках деформации, в переходных полосах и ПС обоих типов.

В областях с низкой плотностью деформационных двойников, преимущественными местами зарождения являются переходные полосы и ПС (Рисунок 7). Растущие зерна на начальной стадии ПР обладают явно выраженной вытянутостью вдоль полос, что указывает на предпочтительное направление их роста. По-видимому, процесс роста первично рекристаллизованного зерна вдоль любого элемента мезоструктуры (двойника, переходной полосы, ПС) можно рассматривать, как смачивание («wetting») их границы, которая

во всех исследованных случаях является специальной и выступает в роли хорошей подложки для зарождения и распространения нового совершенного кристаллита.

Зерна, растущие при ПР из переходных полос и ПС, с ориентировками $\sim \{110\}\langle 001\rangle$ (Рисунок 7, а, б), имеют с деформированной матрицей участки специальных границ $\Sigma 9$, $\Sigma 11$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$ (Рисунок 8, в). Данные специальные границы соответствуют разориентациям, ранее зафиксированным между деформационными полосами и между ПД и ПС. Это позволяет предположить, что зарождение новых зерен в процессе ПР связано с наличием участков специальных границ между всеми элементами мезоструктуры. Так же с помощью ориентационной микроскопии можно наблюдать подстройку перефирии объемов растущего зерна под определенные специальные разориентации (Рисунок 7).

Можно выделить несколько механизмов зарождения зерен, связанных с двойниками. Большинство зародышей ПР образуется на двойниках, как на подложках. Подобные зерна на начальной стадии ПР растут преимущественно вдоль границ двойников. Также возможно формирование зародыша внутри двойника, с последующим его разрастанием в деформированную матрицу.

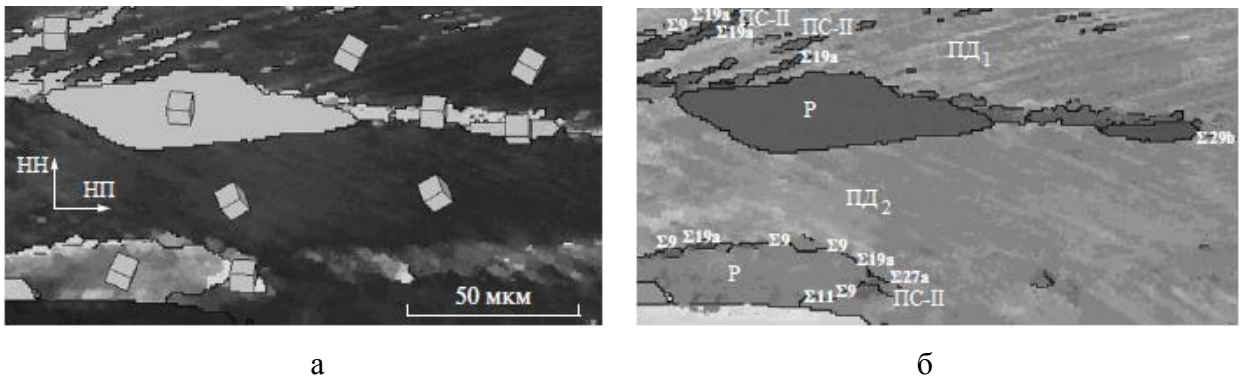


Рисунок 7 – Микроструктура отожженных образцов Fe–3% Si:

а – ориентационная карта с НН с пространственным изображением элементарных ячеек; б – ориентационная карта с НП с выделением специальных границ

Растущие ребровые зерна, происхождение которых связано с двойниками, находятся в специальных разориентациях $\Sigma 9$, $\Sigma 11$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$ и $\Sigma 33a$ с деформированными областями $\{111\}\langle 112\rangle$ (Рисунок 8). Следует отметить, что специальные разориентации $\Sigma 11$, $\Sigma 19a$ и $\Sigma 33a$ можно представить как результат локального рассеяния двух основных разориентаций $\Sigma 9$ и $\Sigma 27a$.

Между участками нерекристаллизованной матрицы и деформационными двойниками преимущественно сохраняется специальная разориентация $\Sigma 3$. Кроме того, в границах $\Sigma 3$ экспериментально фиксируются участки с разориентировками $\Sigma 17b$ и $\Sigma 43c$.

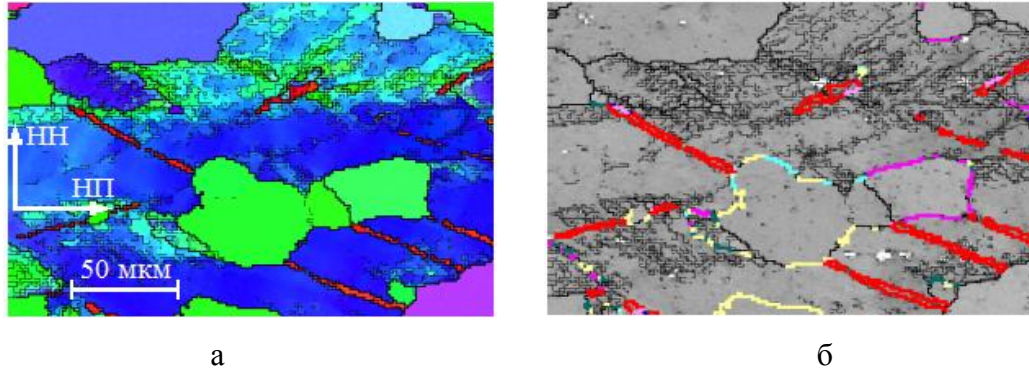


Рисунок 8 – Микроструктура отожженных образцов Fe–3% Si:

а – ориентационная карта с НН; б – ориентационная карта с выделением специальных границ
— – $\Sigma 3$; — – $\Sigma 9$; — – $\Sigma 19a$; — – $\Sigma 33a$

Закономерности формирования структуры и текстуры, зафиксированные при деформации и рекристаллизации исходно ребровых монокристаллов Fe–3% Si, обобщены в виде схемы на рисунке 9.

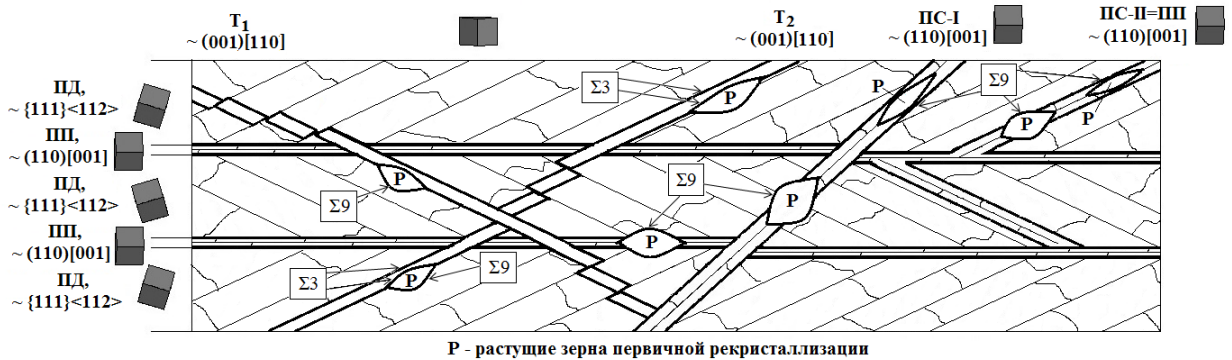


Рисунок 9 – Начало рекристаллизации в ранее деформированном монокристалле Fe–3% Si с исходно ребровой ориентировкой (схема)

При рассмотрении механизмов формирования текстуры с точки зрения получения СЭАС ранее первичнорекристаллизованные образцы подвергались дальнейшему нагреву, в процессе которого реализовалась вторичная рекристаллизация (ВР). Интересным фактом является то, что вторичнорекристаллизованные зерна СЭАС занимают объемы вторичнорекристаллизованных зерен исходной заготовки (ЭАС).

На характер протекания ВР оказывали влияние параметры предшествующей обработки материала (исходная ориентировка монокристалла, степень его деформации при холодной прокатке, кинетика протекания ПР и т.д.), которые находили свое отражение в особенностях сформированной при ПР структуры (размеры и морфология зерен, острота основной компоненты текстуры, наличие и совершенство слабых ориентировок и т.п.).

Вторичнорекристаллизованные зерна существенно отличались ориентировками от первичнорекристаллизованных кристаллитов. То есть в случае промышленного производства стали ВР следует избегать.

С целью выявления кристаллической взаимосвязи вторичнорекристаллизованных зерен и зернами матрицы проводили исследования отдельных «зерен» исходной ЭАС, в которых большая часть объема была занята ВР зернами, но при этом сохранялись участки с первичнорекристаллизованными зернами (Рисунок 10, а, б).

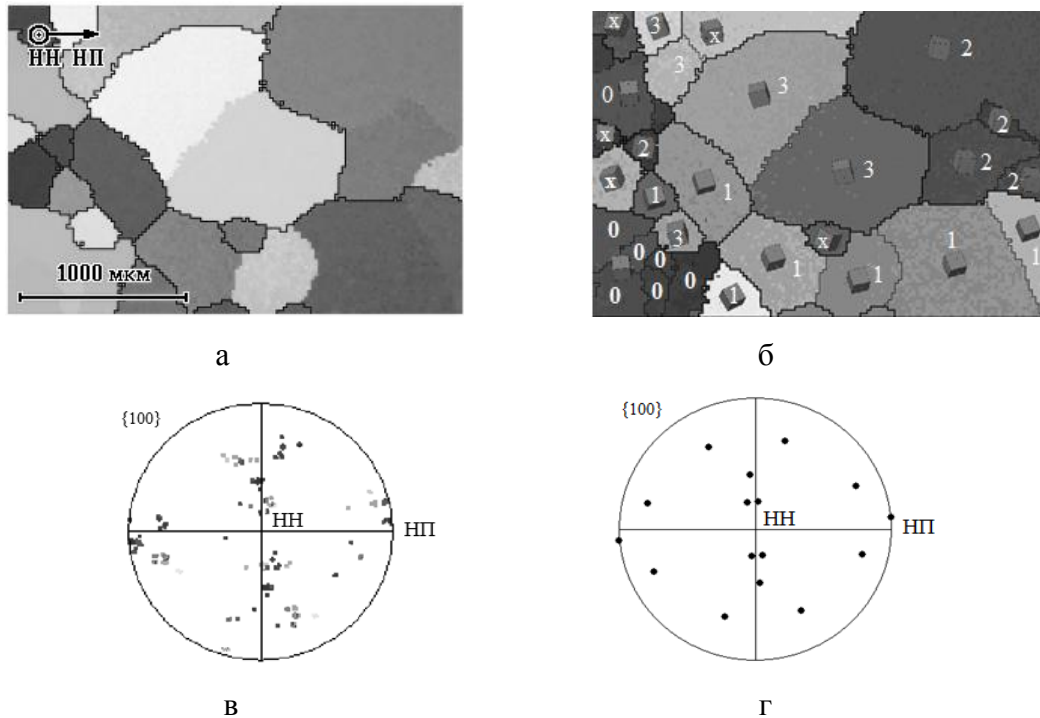


Рисунок 10 – Микроструктура частично вторичнорекристаллизованного образца: а – ориентационная карта с НН; б – ориентационная карта с НП с нанесенными основными ориентировками, 0 – ориентировка ПР близкая к $(110)[001]$, отклоненная от НП на $\sim 5^\circ$; 1-3 – ориентировки ВР; в – ППФ $\{100\}$ с области на «б»; г – теоретически построенная ППФ $\{100\}$ в предположении, что при ВР выросли зерна, имеющие с ориентировкой «0» специальную границу $\Sigma 19a$

Проведенные исследования показали, что основные ориентировки всех вторичнорекристаллизованных зерен можно свести к трем основным (Рисунок 10, б),

полученным поворотом ребровой ориентировки ПР, вокруг осей $\langle 110 \rangle$ на углы близкие к 30° . То есть ориентировки ВР находятся по отношению к текстуре ПР в специальных разориентациях $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$ (или близким к ней $\Sigma 9$, $\Sigma 33a$). Последнее позволяет утверждать, что при ВР прежде всего растут зерна, имеющие с ориентировкой матрицы близкой к $(110)[001]$ соответствующие специальные границы (Рисунок 10, в, г).

В пятой главе проведено исследование влияния технологических параметров производства СЭАС на конечную структуру и свойства.

Было изготовлено 4 серии образцов-полосок, которые отличались друг от друга содержанием меди и совершенством текстуры: $(110)[001]$: 3.1 – «без меди» с «острой» текстурой; 3.2 – «без меди» с «рассеянной» текстурой; 4.1 – «с медью» с «острой» текстурой и 4.2 – «с медью» с «рассеянной» текстурой (Таблица 3).

Образцы серии «4.1» при их прокатке в сверхтонкие толщины оказались нетехнологичными (разрушались при прокатке). Уже при прокатке в толщину 0,1 мм в них массово образовывались трещины. В конечную толщину 0,05 мм не удалось прокатать ни одного образца. Металлографические исследования показали, что разрушение при холодной прокатке связано с процессом деформационного двойникования.

Результаты исследований подтвердили возможность получения СЭАС с высокими магнитными свойствами из заготовки (ЭАС) с исходной рассеянной текстурой. Парно проведенное сравнение результатов одинаковых обработок серий образцов, отличавшихся в исходном состоянии совершенством текстуры $(110)[001]$, показало, что при использовании заготовки с рассеянной текстурой, конечные магнитные свойства СЭАС оказываются как минимум не хуже (для большинства отдельных образцов – лучше), чем свойства СЭАС, произведенной из заготовки с совершенной текстурой (Таблица 3). Самые высокие значения магнитной индукции, соответствующие наиболее совершенной текстуре $(110)[001]$, зафиксированы у образцов СЭАС, произведенных из ЭАС, содержащей медь $\sim 0,5$ мас. %, с исходно рассеянной текстурой, прокатанных в толщину 0,05 мм, прошедших окончательный отжиг при 1050°C .

Наличие меди в тонкой ЭАС повышает магнитные свойства готового продукта за счет увеличения степени совершенства текстуры, но при этом заметно увеличивает средний размер вторичнокристаллизованных зерен. Оба данных фактора (медь и крупное зерно) затрудняют прокатку заготовки (ЭАС) в сверхтонкую толщину (СЭАС).

Также наличие меди в электротехнической стали приводит к повышению температур начала как ПР, так и ВР. Первое может улучшать текстуру ПР и соответственно магнитные свойства готового продукта. Второе позволяет проводить отжиг на ПР в более высокотемпературной области (без прохождения ВР), что в свою очередь приводит к более

качественной рафинировке стали от вредных примесей. Проведенные исследования показывают, что температура отжига для СЭАС может быть повышена на 40-60 °С.

Предложен способ производства СЭАС. Предлагаемый способ включает изготовление ЭАС, содержащую медь, с рассеянной госсовской текстурой, путем выплавки, горячей прокатки, холодной прокатки в промежуточную толщину, обезуглероживающий отжиг, холодной прокатки в конечную толщину, дополнительного кратковременного рекристаллизационного отжига, высокотемпературного отжига, холодную прокатку в сверхтонкую толщину и рекристаллизационный отжиг. Дополнительный рекристаллизационный отжиг введен для получения рассеянной госсовской текстуры вторичной рекристаллизации в ЭАС.

Таблица 3 – Химический состав, магнитные свойства, параметры макроструктуры ЭАС и параметры обработки

№ образца ЭАС	Содержание Cu, мас. %	B_{800} мин.-макс. среднее, Тл	Средний угол отклонения оси [001] от НП (α), °	Средний размер зерна, мм	Толщина, мм	Температура отжига, °С	B_{2500} мин.-макс. среднее, Тл
3.1	0,05	$\frac{1,82-1,86}{1,84}$	8	22	0,1	1000	$\frac{1,90-1,92}{1,91}$
						1050	$\frac{1,65-1,91}{1,71}$
					0,05	1000	$\frac{1,91-1,94}{1,92}$
						1050	$\frac{1,65-1,75}{1,69}$
3.2	0,05	$\frac{1,64-1,71}{1,68}$	16	7	0,1	1000	$\frac{1,90-1,93}{1,91}$
						1050	$\frac{1,70-1,91}{1,74}$
					0,05	1000	$\frac{1,92-1,94}{1,93}$
						1050	$\frac{1,71-1,92}{1,75}$
4.1	0,5	$\frac{1,86-1,90}{1,88}$	6	31	0,1	1000	$\frac{1,91-1,93}{1,92}$
						1050	$\frac{1,91-1,94}{1,93}$
					0,05	Материал разрушался при холодной прокатке	
4.2	0,5	$\frac{1,65-1,71}{1,69}$	15	9	0,1	1000	$\frac{1,90-1,93}{1,93}$
						1050	$\frac{1,91-1,94}{1,93}$
					0,05	1000	$\frac{1,92-1,96}{1,94}$
						1050	$\frac{1,93-1,97}{1,95}$

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведения диссертационной работы достигнута поставленная цель и получены следующие результаты:

1. Показано, что переходные полосы, формирующиеся в процессе холодной прокатки монокристалла Fe-3%Si с исходной ориентацией (110)[001], представляют собой деформационные полосы, в которых в процессе деформации происходит динамическое сохранение ориентировки (110)[001].

2. Установлено, что полосы сдвига, возникающие в процессе деформации монокристалла Fe-3%Si с исходной ориентацией (110)[001], габитус которых наклонен к плоскости прокатки под углом $\sim 17^\circ$ (ПС-II, диффузные ПС), являются не полосами сдвига в традиционном понимании, а сечениями плоскостью шлифа переходных полос на стадии их формирования.

3. Показано, что исходные ориентировки (110)[001] $\pm\alpha$ с углом α от 0 до $\leq 17^\circ$ в процессе прокатки со степенью деформации $\geq 50\%$ переориентируется в практически точные {111}<112>. Ориентировки, угол α которых превышает 17° , переориентируются в ориентировки близкие к {112}<110>.

4. Установлено, что в процессе деформации монокристаллов с исходными ориентировками близкими к (110)[001] между наиболее отклоненными друг от друга деформационными полосами возникают специальные разориентации: $\Sigma 9$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$. Все обнаруженные специальные разориентации, составляют одно «семейство» взаимных разориентировок, которые образуются поворотом кристаллической решетки вокруг оси <110> на близкие углы. При дальнейшей деформации специальные разориентации между элементами структуры сохраняются как энергетически устойчивые объекты.

5. Зафиксировано, что возникающая в процессе деформационного двойникования специальная разориентация $\Sigma 3$, при увеличении степени деформации либо сохраняется, либо преобразуется в близкие к ней $\Sigma 17b$, $\Sigma 43c$. Предложена модель сохранения специальной разориентации $\Sigma 3$ за счет взаимодействия различных систем скольжения в двойниках и деформационных полосах.

6. Установлено, что первичнорекристаллизованные зерна с ориентациями близкими к (110)[001], зарождающиеся в переходных полосах, в полосах сдвига и на границах двойников имеют с деформированной матрицей участки специальных границ $\Sigma 9$, $\Sigma 11$, $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$ и $\Sigma 29b$. Зарождение новых зерен связано с формированием участков соответствующих специальных границ между элементами структуры.

7. Зафиксировано, что в процессе роста зерен происходит подстройка кристаллической решетки их приграничных областей под ориентации деформированной матрицы.

8. Показано, что выросшие при вторичной рекристаллизации зерна в материале с рассеянной текстурой (110)[001], связаны с первичнорекристаллизованной матрицей специальной разориентацией $\Sigma 9$ (или близкими к ней $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$). Это позволяет утверждать, что аномальный рост зерен реализуется за счет движения специальных границ.

9. Установлено, что наличие $\sim 0,5$ мас. % меди в исходных монокристаллах Fe-3%Si (ЭАС) приводит к усилению процесса двойникования при холодной прокатке, к протеканию первичной рекристаллизации в более высокотемпературном интервале и к повышению эффективной температуры вторичной рекристаллизации на 40-60 °С.

10. Показано, что для получения совершенной текстуры (110)[001] сверхтонкой электротехнической анизотропной стали, производимой по методу Литтманна с содержанием меди $\sim 0,5$ мас. %, возможно использовать в качестве исходного материала электротехническую сталь с рассеянной ребровой текстурой.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК:

1. Беляевских А.С. Специальные разориентации и текстурная наследственность в техническом сплаве *Fe-3%Si* / Г.М. Русаков, М.Л. Лобанов, А.А. Редикульцев, А.С. Беляевских // Физика металлов и металловедение. – 2014. – Т. 115. – №8. – С. 827-838 (0,8 п.л./0,4 п.л.).

2. Беляевских А.С. Формирование специальных границ в ОЦК-металлах при больших степенях одноосной деформации / А.С. Беляевских, Г.М. Русаков, М.Л. Лобанов // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2015. – Т. 58. – № 3. – С. 210-211 (0,1 п.л. / 0,05 п.л.)

3. Беляевских А.С. Влияние деформационного старения при холодной прокатке на формирование структуры и свойств технического сплава *Fe-3%Si* / М.Л. Лобанов, А.А. Редикульцев, Г.М. Русаков, А.С. Беляевских // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2015. – Т. 58. – № 7. – С. 520-525 (0,6 п.л. / 0,3 п.л.).

4. Беляевских А.С. Улучшение технологии производства сверхтонкой электротехнической анизотропной стали / А.С. Беляевских, М.Л. Лобанов, Г.М. Русаков, А.А. Редикульцев // Сталь. – 2015. – № 12. – С. 63-67 (0,5 п.л. / 0,3 п.л.).

Патенты:

5. Пат. 2014146833 Российская Федерация, МПК51 С 21 D 8/12. Способ производства сверхтонкой электротехнической анизотропной стали / М.Л. Лобанов, Г.М. Русаков, А.С. Беляевских и др.; заявитель и патентообладатель федеральное государственное автономное

образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»; опубл. 10.06.2016, Бюл. № 16.

Другие публикации:

6. Беляевских А.С. Специальные разориентации в процессах деформации и рекристаллизации монокристаллов технического сплава Fe-3%Si / А.А. Куклина, А.С. Беляевских, М.Л. Лобанов // Сборник научных трудов XIV Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург, 2013. – С. 210-213 (0,4 п.л. / 0,2 п.л.).

7. Беляевских А.С. Переориентация кристаллической решетки в полосах сдвига при деформации кристаллитов сплава Fe-3%Si / А.С. Беляевских, А.А. Куклина, М.Л. Лобанов // Сборник научных трудов XIV Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург, 2013. – С. 207-209 (0,3 п.л. / 0,2 п.л.).

8. Беляевских А.С. Специальные разориентации и текстурная наследственность в техническом сплаве Fe-3%Si / М.Л. Лобанов, Г.М. Русаков, А.А. Редикульцев, А.С. Беляевских // Актуальные проблемы прочности: тезисы докладов 54й международной конференции, Екатеринбург, 11-15 ноября, 2013 г. – Екатеринбург: ФГБУН ИФМ УрО РАН, 2013. – 2013. – С. 13-14 (0,1 п.л. / 0,05 п.л.).

9. Беляевских А.С. Формирование структуры и текстуры сверхтонкой электротехнической анизотропной стали / М.Л. Лобанов, А.С. Беляевских // Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов: сборник материалов XXII Уральской школы металлургов-термистов. – Орск: Издательство ОГТИ, 2014. – С. 57-59 (0,3 п.л. / 0,2 п.л.).

10. Беляевских А.С. Механизмы формирования специальных границ в металлах / А.А. Куклина, А.С. Беляевских, С.В. Данилов, М.Л. Лобанов // Сборник научных трудов XV Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург, 2014. – С. 275-278 (0,4 п.л. / 0,2 п.л.).

11. Беляевских А.С. Моделирование переориентации кристаллической решетки / А.С. Беляевских, Е.М. Лобанова // Сборник научных трудов XV Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург, 2014. – С. 3-6 (0,4 п.л. / 0,3 п.л.).

12. Беляевских А.С. Формирование текстуры и свойств сверхтонкой ЭАС / А.С. Беляевских, Е.А. Макарова // Сборник научных трудов XVI Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург, 2015. – С. 47-49 (0,3 п.л. / 0,2 п.л.).