

05

## Получение кубической текстуры в лентах Fe—Ni-сплавов

© И.В. Гervasьева, Д.П. Родионов, Ю.В. Хлебникова, А.П. Потапов

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург

E-mail: gervasy@imp.uran.ru, yulia\_kh@imp.uran.ru

Поступило в Редакцию 15 декабря 2010 г.

Установлено, что, несмотря на значительное изменение параметра кристаллической решетки никеля при легировании его железом в широком диапазоне концентраций, текстура деформации в исследованных сплавах подобна текстуре деформации чистого никеля, что дает возможность получать в результате первичной рекристаллизации совершенную кубическую текстуру. Показано, что использование двухступенчатых отжигов или отжигов с замедленным нагревом позволяет еще более повысить остроту кубической текстуры в этих сплавах.

Железо-никелевые сплавы широко используются в качестве магнитомягких материалов [1]. Сплав Fe—36%Ni, так называемый инвар, используется благодаря своему свойству сохранять размеры в широком диапазоне температур [2]. В последние годы ленты из Fe—Ni сплавов применяются в качестве подложек для ВТСП-проводников, например, в работе [3] — из сплава Ni—50%Fe. Во всех случаях важнейшей характеристикой готового материала является кристаллографическая текстура. Для эпитаксиального нанесения последующих слоев на ленту-подложку в ВТСП-композициях нужна очень острая текстура  $\{100\}\langle 001\rangle$ , которая формируется в процессе первичной рекристаллизации холоднокатаной с высокой степенью деформации ленты (97—99%). В качестве магнитомягких материалов используются сплавы с разным соотношением железа и никеля, в некоторых сплавах присутствует кубическая текстура, острота ее специально не регламентируется, однако ясно, что для тех составов, в которых направлением легкого намагничивания является  $\langle 001\rangle$  (содержание железа более 25%), степень остроты кубической текстуры в значительной степени определяет уровень магнитных свойств. Образование кубической текстуры в процессе первичной рекристаллизации гранцентрированных кубических материалов определяется рядом технологических условий и химическим составом

металлов и сплавов, которые в большинстве своем устанавливались эмпирически. Это, в частности, как можно более мелкий исходный размер зерна и высокая степень деформации при холодной прокатке ( $\geq 95\%$ ) [4]. Текстуры деформации гранецентрированных кубических металлов делят на 3 типа [5] в зависимости от величины энергии дефектов упаковки (ЭДУ). Считается, что в материалах с низкой ЭДУ, таких как  $\alpha$ -латунь, получает развитие только компонента  $\{110\}\langle 112 \rangle$  — **В**. В материалах с высокой ЭДУ, таких как Al, компоненты **S**  $\{123\}\langle 634 \rangle$  и **C**  $\{112\}\langle 111 \rangle$  преобладают в текстуре деформации. В материалах со средними значениями ЭДУ, например в меди, присутствуют все компоненты — **C**, **S** и **В**. В материалах с текстурой деформации типа меди (материалы со средней и высокой ЭДУ) после первичной рекристаллизации формируется кубическая текстура  $\{100\}\langle 001 \rangle$ , а в материалах с текстурой деформации типа латуни, т.е. с низкой ЭДУ, кубическая текстура не образуется. Легирование уменьшает ЭДУ, что, в свою очередь, приводит к изменению типа текстуры деформации. С помощью количественного метода трехмерного анализа текстуры [6] нами был исследован процесс изменения компонентного состава текстуры деформации и образования кубической ориентировки после первичной рекристаллизации в ряде двойных сплавов на основе никеля [7].

В данной работе исследованы закономерности формирования текстуры деформации и первичной рекристаллизации в Fe–Ni-сплавах в зависимости от состава сплавов и условий отжига. Материалом для исследования служили сплавы с разным содержанием железа и никеля (wt.%): сплав № 1 (71.1% Ni), сплав № 2 (50% Ni), сплав № 3 (36% Ni), выплавленные в лабораторных условиях в алундовых тиглях в атмосфере аргона в вакуумной индукционной печи. Для сплавов № 2 и 3 использовался никель 99.99%, Fe карбонильное — 99.97%. Сплав № 1 содержал больше примесей (0.1% Si и 0.3% Cu). Для сравнения использовали ленты из никеля чистотой 99.97%. После выплавки слитки ковали, полученные заготовки  $6 \times 6 \times 150$  mm шлифовали и отжигали при  $800^\circ\text{C}$ , 1.5 h. Средняя величина зерна в заготовках сплавов перед холодной прокаткой приведена в таблице. Холодную прокатку заготовок осуществляли на полированных валках до ленты толщиной  $80\text{--}100$   $\mu\text{m}$ , степень холодной деформации составляла 98–99%. Рекристаллизационные отжиги осуществляли в вакууме  $3 \cdot 10^{-5}$  mm Hg. Использовали три режима нагрева: 1 — посадка в печь на  $1000^\circ\text{C}$  и выдержка 1 h; 2 — посадка в печь с температурой  $650^\circ\text{C}$ , нагрев со скоростью  $100^\circ\text{C/h}$  до  $1000^\circ\text{C}$ , выдержка 1 h; 3 — посадка в печь на  $1150^\circ\text{C}$ , выдержка 1 h.

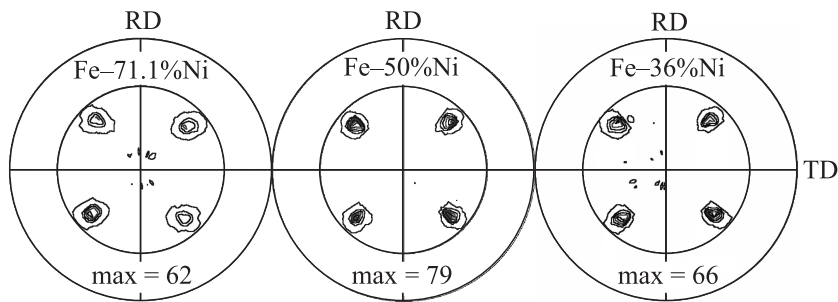
Степень деформации, размер исходного зерна, параметр решетки, объемная доля основных компонент текстуры в деформированных образцах и показатели рассеяния кубической текстуры рекристаллизации в исследованных сплавах после окончательного отжига

№ сплава	Содержание Ni, wt. % at. %	Степень деформации $\epsilon$ , %	Размер исходного зерна, $\mu\text{m}$	Параметр решетки, $\text{\AA}$	Текстура деформации, объемная доля, %				Значение полюсной плотности на полюсной фигуре {111}, а.е. полуширина линии {200} при повороте вокруг TD, deg		
					S {123} {634}	C {112} {111}	B {011} {211}	Условная острота текстуры	1000°C, 1 h	650°C + 1000°C, 1 h	1150°C, 1 h
	Чистый Ni	98.8	30	3.5240	30.6	17.1	17.0	64.7	$\frac{47}{6.3}$	—	SR
1	$\frac{71.1}{70.0}$	98.0	27	3.5590	27.3	13.8	13.4	54.5	$\frac{62}{-}$	—	—
2	$\frac{50.0}{48.8}$	99.0	41	3.5858	29.6	17.4	6.7	53.7	$\frac{79}{4.77}$	$\frac{100}{4.75}$	$\frac{120}{4.60}$
3	$\frac{36.0}{34.9}$	99.0	90	3.5940	31.5	19.5	7.0	58.0	$\frac{66}{5.85}$	$\frac{88}{-}$	—

Письма в ЖТФ, 2011, том 37, вып. 14

Для определения текстур деформации и рекристаллизации использовали рентгеновскую съемку внутренней части полюсных фигур „на отражение“ до  $\alpha = 65^\circ$ . Съемку полюсных фигур  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  и  $\{311\}$  производили с шагом  $5^\circ$  в излучении  $\text{Co-K}_{\alpha 1}$  на рентгеновском дифрактометре с автоматизированной текстурной приставкой. Исследование текстуры деформированных образцов осуществляли путем анализа функций распределения ориентаций (ФРО) по методу Бунге [6] по четырем неполным полюсным фигурам с числом членов разложения ряда 22. Текстуры рекристаллизации анализировали по полюсным фигурам  $\{111\}$ , построенным в одинаковых уровнях средней полюсной плотности. Интенсивность и рассеяние кубической текстуры оценивали по максимальному значению полюсной плотности на полюсной фигуре  $\{111\}$  и по полуширине максимума  $\{200\}$  при повороте образца в гониометре вокруг ПН (направления, перпендикулярного направлению прокатки НП) в  $\text{Co-K}_{\alpha 1}$ -излучении. В лентах после разных режимов окончательного отжига определяли магнитную индукцию в поле 50 Ое (3979 А/м) и коэрцитивную силу с использованием фотокомпенсационного гальванометра Ф190 в соленоиде с максимальным значением магнитного поля 50 Ое. Значения получали усреднением измерений трех образцов.

В таблице приведены значения объемной доли основных компонент текстуры деформации гранцентрированных кубических металлов:  $\{123\}\langle 634\rangle$ ,  $\{112\}\langle 111\rangle$  и  $\{110\}\langle 112\rangle$ . Как показано в работе [7], для получения после первичной рекристаллизации острой кубической текстуры необходимо, чтобы в текстуре деформации сумма первых двух компонент была больше, чем удвоенная объемная доля последней. Согласно этому эмпирическому соотношению, во всех исследованных сплавах после отжига может образовываться кубическая текстура. Обращает на себя внимание необычно низкое содержание компоненты  $\mathbf{V}$   $\{110\}\langle 112\rangle$ , особенно для сплавов с содержанием никеля 50 и 36%. Это резко отличает сплавы Ni–Fe от сплавов никеля с другими *d*-переходными металлами, в которых с увеличением содержания легирующего элемента объемная доля компонент  $\mathbf{S}$  и  $\mathbf{C}$  падает, а  $\mathbf{V}$  растет. После первичной рекристаллизации в результате отжига  $1000^\circ\text{C}$ , 1 h, в лентах развивается достаточно острая кубическая текстура. На рисунке приведены полюсные фигуры  $\{111\}$  отожженных по такому режиму лент. На каждой полюсной фигуре указаны значения максимальной интенсивности пиков кубической ориентировки  $\{100\}\langle 001\rangle$ .



Полюсные фигуры  $\{111\}$  лент из Fe–Ni-сплавов после прокатки 98.8–99% и рекристаллизационного отжига при 1000°C, 1 h.

Слабые (уровень относительной интенсивности равен 1) некубические ориентировки, наблюдающиеся для сплава с высоким и низким содержанием никеля, могут быть связаны с крупным исходным зерном перед холодной прокаткой в сплаве № 3 и повышенным содержанием примесей в сплаве № 1.

В наших предыдущих работах показано (см., например, [7]), что легирование никеля элементами Cr, Mn, V, Mo, W, Re, Nb приводит к увеличению параметра решетки сплава тем в большей степени, чем больше разница в атомных радиусах никеля и легирующего металла. Увеличение параметра решетки более 3.55 Å не давало возможности после рекристаллизации получить острую кубическую текстуру. В Fe–Ni-сплавах концентрация Fe меняется от 28.9 до 64%, так что параметр решетки сплава при этом возрастает очень сильно (см. таблицу). Это подтверждается и данными монографии [8]. Значения параметра решетки для всех исследованных сплавов значительно превышают предельное значение его для других легирующих *d*-переходных металлов, выше которого невозможно образование кубической текстуры при рекристаллизации. Значит, главным условием, ответственным за переход от текстуры типа меди к текстуре типа латуни, является не степень концентрационного расширения кристаллической решетки, а изменение ЭДУ при легировании. Основной достоверный метод определения — по ширине расщепления дислокаций в электронном микроскопе. Однако в металлах и сплавах с относительно высокой ЭДУ это расщепление настолько мало, что с трудом поддается измерению.

Теоретически описать изменение ЭДУ при легировании, особенно для переходных металлов, до сих пор не удавалось, хотя известно, что это связано с изменением электронной концентрации. В работе [9] приведен график изменения ЭДУ при легировании никеля рядом металлов, из которого видно, что при повышении концентрации железа до 40% ЭДУ сплава понижается более медленно, чем при добавлении других металлов. В работе [10] приведена зависимость значений ЭДУ от концентрации во всей области существования Fe–Ni  $\gamma$ -твердого раствора. При повышении концентрации Fe примерно до 55 wt.% ЭДУ уменьшается от 210 (для чистого Ni) до 100 мДж/м<sup>2</sup>, а при дальнейшем возрастании концентрации (до пограничной для фазового перехода) ЭДУ резко увеличивается до значений около 300 мДж/м<sup>2</sup>. Вероятно, уменьшение значения ЭДУ для сплавов с 50–55% железа в два раза по сравнению с чистым Ni не является критическим с точки зрения изменения типа текстуры деформации сплава.

Далее в работе была изучена возможность повышения остроты кубической текстуры за счет изменения режимов отжига. Обычный тестовый режим отжига состоит в посадке в печь на 1000°C, 1 h. Первый предложенный режим включал в себя посадку в печь на 650°C и медленный нагрев до 1000°C, второй заключался в посадке в печь на 1150°C и выдержке 1 h. Изучение текстуры показало, что оба предложенных режима повышают степень остроты кубической ориентировки. По интенсивности максимумов на полюсных фигурах {111} видно, что медленный нагрев увеличивает интенсивность кубических максимумов в сплаве № 2 с 79 ед. бестекстурного образца при отжиге 1000°C до 100 ед., а для сплава № 3 — с 66 до 88 ед. (см. таблицу). Размер рекристаллизованного зерна при этом несколько возрастает (с 18 до 22  $\mu\text{m}$  для сплава № 2 и с 26 до 37  $\mu\text{m}$  — для сплава № 3), однако вторичная рекристаллизация при исследованных режимах отжига не начинается. Следует отметить, что во всех сплавах при любых режимах отжига размер зерна существенно меньше, чем в чистом никеле, в котором при отжиге 1000°C, 1 h, размер зерна составлял около 50  $\mu\text{m}$ . Кроме того, в чистом никеле при отжиге выше 1100°C начинается вторичная рекристаллизация. Причина повышения остроты кубической текстуры при замедленных режимах отжига, очевидно, заключается в следующем. Считается, что кубические зерна начинают расти раньше остальных при отжиге, так как они обладают меньшей запасенной энергией по сравнению с основными деформационными компонентами [11]. Выдержка

при температурах, близких к началу первичной рекристаллизации, по-видимому, дает возможность сформироваться кубическим зародышам с малым отклонением от идеальной ориентации.

Увеличение остроты кубической текстуры при уменьшении скорости или повышении температуры отжига ведет к повышению уровня магнитомягких свойств. Так, при повышении температуры отжига сплава № 2 с 1000 до 1150°С значения магнитной индукции увеличивались с 1.20 до 1.28 Т, а коэрцитивная сила уменьшалась с 43.0 до 12.7 А/м.

Таким образом, исследование структуры и текстуры деформации и рекристаллизации Fe–Ni-сплавов с низким, средним и высоким содержанием никеля показало, что во всех исследованных сплавах после холодной прокатки 98–99% и рекристаллизации образуется достаточно острая кубическая текстура. Установлено, что проведение медленного нагрева в области температур протекания первичной и собирательной рекристаллизации позволяет повысить остроту кубической текстуры в лентах из Fe–Ni-сплавов. Легирование никеля железом приводит к значительному увеличению параметра решетки сплава, однако, в отличие от легирования другими *d*-переходными металлами, это не приводит к изменению типа текстуры деформации сплавов, что косвенно свидетельствует о незначительном изменении ЭДУ в сторону ее понижения во всей области существования ГЦК Fe–Ni-сплавов.

Работа выполнена при финансовой поддержке программ президиума РАН № 09-П-2-1025 и УрО РАН № 09-И-2-2002.

## Список литературы

- [1] Кекало И.Б., Самарин Б.А. Физическое металловедение прецизионных сплавов. Сплавы с особыми магнитными свойствами. М.: Металлургия, 1989. 496 с.
- [2] Арзамасов Б.Н., Макарова В.И., Мухин Г.Г. и др. Материаловедение. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2002. 648 с.
- [3] Totov R.I., Kurzumovic A., Majoros M. et al. // Supercond. Sci. Technol. 2002. V. 15. P. 598–605.
- [4] Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. М.: Металлургия, 1969. 655 с.
- [5] Вишняков Я.Д., Бабарэко А.А., Владимиров С.А., Эгиз И.В. Теория образования текстур в металлах и сплавах. М.: Наука, 1979. 343 с.

- [6] *Bunge H.J.* Texture Analysis in Materials Science. London: Butterworths, 1982. P. 592.
- [7] *Гервасьева И.В., Соколов Б.К., Родионов Д.П.* и др. // ФММ. 2003. Т. 96. № 2. С. 95–101.
- [8] *Вол А.Е.* Строение и свойства двойных металлических систем. Ч. II. М.: Физматгиз, 1962. С. 793.
- [9] *Gallagher P.C.J.* // Met. Trans. 1970. V. 1. P. 2429–2460.
- [10] *Schramm R.E., Reed R.P.* // Met. Trans. 1976. V. 7A. P. 359–363.
- [11] *Penelle R., Baudin T., Eitter A.L., Solas D.* // Mat. Sci. Forum. 2002. V. 408–412. P. 739–748.