

УДК 669.14.018.5:621.785.3

## ОСОБЕННОСТИ АЗОТИРОВАНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО СПЛАВА Fe – 3 % Si

*Лобанов М.Л., д.т.н., профессор кафедры термообработки  
и физики металлов (mllobanov@pm.convex.ru)*

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина  
(620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19)

**Аннотация.** Методами спектрального химического и микрорентгеноспектрального анализов, а также методом спектрального анализа тлеющего разряда (GD-OES), позволяющим определять концентрации элементов послойно, исследованы особенности процесса азотирования технического сплава Fe – 3 % Si в интервале температур 500 – 1000 °С. Азотирование проводилось с использованием оригинальной установки, в которой инертный газ-носитель (95 % N<sub>2</sub> + 5 % H<sub>2</sub>) насыщался парами NH<sub>3</sub>, проходя через водный раствор последнего. Установлены оптимальные параметры процесса азотирования. При азотировании сплава Fe – 3 % Si после обезуглероживающего отжига основное количество азота находится в подповерхностном слое материала за зоной внутреннего окисления в виде дисперсной фазы Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. Повышение азотирующего потенциала атмосферы приводит к формированию в зоне внутреннего окисления аустенита, что ухудшает формирование электроизоляционного покрытия при последующей обработке. В процессе высокотемпературного отжига при нагреве ранее азотированного сплава Fe – 3 % Si наблюдается уменьшение концентрации азота. Перед началом процесса аномального роста зерен остаточное количество азота соответствует концентрации алюминия в материале.

**Ключевые слова:** технический сплав Fe – 3 % Si, рекристаллизационно-обезуглероживающий отжиг, азотирование, высокотемпературный отжиг, нитриды, аустенит, электроизоляционное покрытие.

В последнее время в мировом производстве электротехнической анизотропной стали (ЭАС, трансформаторная сталь, технический сплав Fe – 3 % Si) все больше возрастает доля материала, изготовленного по методу приобретенного ингибитора [1 – 4]. Производство ЭАС по этому методу в качестве обязательной технологической операции включает химико-термическую обработку (ХТО), а именно, азотирование стальной полосы после рекристаллизационно-обезуглероживающего отжига в атмосфере, содержащей аммиак (NH<sub>3</sub>).

Химико-термическая обработка технического сплава Fe – 3 % Si характеризуется рядом отличительных особенностей по сравнению с широко распространенной операцией азотирования как поверхностной упрочняющей обработкой сталей. Основное отличие состоит в том, что азотирование сплава Fe – 3 % Si имеет целью не образование покрытия в виде достаточно тонкого слоя, а создание во всем объеме материала мелкодисперсной фазы (AlN), замедляющей собирательную рекристаллизацию при следующем за ХТО высокотемпературном отжиге. Следствием этого является сравнительно низкое количество азота, внедряемое в сплав, и, соответственно, сверхкороткие времена (секунды, максимально – минуты) ХТО [5 – 7].

Другой отличительной чертой ХТО сплава Fe – 3 % Si является то, что азотирование проводится после рекристаллизационно-обезуглероживающего отжига, в результате которого фазовый состав и структура поверхности оказываются существенно измененными по отношению к основному объему материала [8]. Таким образом, азотируется не собственно сплав Fe – 3 % Si, а

созданная на его поверхности в результате предшествующей обработки зона внутреннего окисления.

Также при азотировании сплава Fe – 3 % Si необходимо учитывать, что оно не является окончательной обработкой материала. При следующем за ХТО высокотемпературном отжиге (ВТО) в процессе нагрева за счет взаимодействия ранее нанесенного термостойкого покрытия (порошкообразный MgO) с поверхностью материала на ней образуется так называемый грунтовый слой (Mg, Fe)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> – важная существенная часть необходимого для ЭАС электроизоляционного покрытия. На окончательной стадии ВТО за счет взаимодействия поверхности с водородной атмосферой происходит рафинирование материала от неметаллических примесей (в основном серы и азота), имеющее целью снижение удельных магнитных потерь готового продукта. Таким образом, для обеспечения необходимого качества ЭАС азотирование не должно влиять (по крайней мере существенно) на протекающие при высокотемпературном отжиге в поверхности стали процессы.

Цель настоящей работы – установление особенностей азотирования поверхности сплава Fe – 3 % Si и их влияния на процессы, реализующиеся в материале при следующем за ХТО высокотемпературном отжиге.

В качестве исходного материала исследования использовались горячекатаные образцы технического сплава Fe – 3 % Si, по химическому составу близкие к ЭАС нитридно-медного варианта производства [3] с повышенным содержанием Al и более низкой концентрацией Cu, толщиной 2,5 мм. Химический состав сплава в исходном состоянии следующий: 0,031 % C; 3,11 % Si; 0,15 % Mn; 0,012 % S; 0,03 % Al; 0,011 % N;

0,38 % Cu; 0,009 % P; 0,04 % Ni; 0,03 % Cr; 0,005 % Ti, остальное – Fe и примеси.

Образцы прокатывались на лабораторном стане на толщину 0,27 и 0,65 мм. После этого проводились рекристаллизационно-обезуглероживающий отжиг и/или ХТО. Рекристаллизационно-обезуглероживающий отжиг осуществляли во влажном азотном защитном газе (95 % N<sub>2</sub> + 5 % H<sub>2</sub>) с температурой точки росы 20 °С при 820 °С в течение 3 – 8 мин (в зависимости от толщины холоднокатаных образцов).

Азотирование проводили по оригинальной методике, разработанной на основе идеи инженера Д.Ю. Кетова. Базой для лабораторной установки служила трубчатая печь, оборудованная газоподводом азотного защитного газа. Подачу газа в печь осуществляли через скруббер, который заполняли водным раствором аммиака (аммиачной водой) с концентрациями NH<sub>3</sub> от 3 до 25 %. Скруббер был помещен в термостат для поддержания одинаковой температуры раствора в течение всего процесса азотирования. Газ, проходя через скруббер, насыщался парами аммиака, после чего попадал в печное пространство, где находились образцы сплава. Для того, чтобы минимизировать дополнительное окисление материала парами воды в процессе азотирования, температуру в скруббере поддерживали близкой к нулю градусов за счет добавок в аммиачную воду кусков льда. Варьируемыми параметрами при азотировании являлись концентрация аммиака в водном растворе, время и температура обработки материала.

Часть образцов после ХТО подвергали высокотемпературному отжигу по режиму: нагрев с печью до 400 °С, от 400 до 1150 °С нагрев со скоростью 15 °С/ч, при 1150 °С выдержка в течение 10 ч, далее охлаждение с печью. До 1150 °С образцы отжигались в сухом азотном защитном газе, высокотемпературная выдержка и охлаждение осуществлялись в атмосфере чистого водорода. Во время нагрева при температурах 750, 850, 900, 950 и 1050 °С из печи извлекались контрольные образцы для определения концентрации азота. Перед ВТО все образцы покрывались суспензией MgO, которая затем высушивалась в течение нескольких минут при температуре примерно 200 °С с целью получения термостойкого покрытия.

Качественное распределение азота в поверхностной области образцов определяли на аппарате GDA-750 (анализатор тлеющего разряда) [8]. Для прецизионных измерений концентрации азота использовали спектральный анализатор «ELTRA» (приборная точность измерения ±0,0001 % (по массе)). При работе на анализаторе «ELTRA» для сравнения дополнительно использовали образцы двух электротехнических сталей, существенно отличающихся от исследуемых содержанием алюминия (0,08 и 0,6 % (по массе)). В работе также применялась оптическая металлография и растровая электронная микроскопия с электронно-зондовым микроанализом на аппарате «Camebax».

Образцы прокатывали до толщины 0,65 мм (холодная прокатка – ХП), после чего часть из них обезуглероживали (ОО), т.е. (ХП + ОО). Далее все образцы азотировали в течение 10 мин при температурах 550, 700, 800, 900, 1000 °С, используя 5 %-ный раствор аммиака в воде. После ХТО определяли объемную концентрацию азота в материале. Влияние состояния поверхности сплава Fe – 3 % Si на результаты азотирования представлено следующими данными:

до ХТО	Содержание азота, % (по массе)				
	после ХТО при температурах, °С				
	550	700	800	900	1000
<u>0,011</u>	<u>0,016</u>	<u>0,143</u>	<u>0,081</u>	<u>0,019</u>	<u>0,013</u>
0,011	0,012	0,065	0,033	0,014	0,013

Примечание. В числителе – обработке, предшествующей ХТО, служила ХП, в знаменателе – ХП + ОО.

Результаты проведенных экспериментов показали, что при всех температурах ХТО происходит увеличение концентрации азота, но с различной интенсивностью. При температуре 550 °С содержание азота повышается незначительно, при 700 °С достигалось максимальное его содержание, при 800 °С азота было меньше, но также достаточно велико по сравнению с содержанием при более высоких температурах.

При сравнении количества азота в сериях ХП и ХП + ОО видно, что при всех температурах среднее содержание элемента меньше при ХТО, проходившей после рекристаллизационно-обезуглероживающего отжига.

Различное проникновение азота, вероятно, происходит из-за разного состояния поверхности образцов. Образцы, проходившие ХТО при 550 °С, отличались состоянием структуры: деформированная для серии ХП и рекристаллизованная для ХП + ОО. Однако при более высоких температурах первичная рекристаллизация проходила в деформированном материале за время, не превышающем нескольких десятков секунд (в процессе нагрева), т.е. существенно меньшем периода выдержки при ХТО. Также нельзя считать существенным отличием между образцами разницу в концентрации углерода примерно 0,03 % (по массе).

В процессе рекристаллизационно-обезуглероживающего отжига на поверхности сплава Fe – 3 % Si образуется зона внутреннего окисления (ЗВО), имеющая сложную многослойную структуру с выделением в ней до 30 % (по объему) фазы SiO<sub>2</sub> [8]. Причем при повышенных температурах (≥ 850 °С) на поверхности возможно образование тонкого сверхплотного оксидного слоя, полностью блокирующего процессы как обезуглероживания, так и развития окисления.

Следует учесть, что полностью исключить формирование ЗВО в процессе ХТО не удалось, так как даже при температуре точки росы, близкой к нулю, азотирующая атмосфера содержала пары воды. Последнее

явилось критичным для азотирования образцов обеих серий при температурах 900 и 1000 °С. Таким образом, можно заключить, что именно наличие ЗВО на поверхности сплава является причиной затруднения азотирования, причем чем выше температура ХТО, тем сильнее сказывается этот эффект за счет изменения структуры и фазового состава ЗВО.

Образцы, прокатываемые до толщины 0,27 мм, подвергались рекристаллизационно-обезуглероживающему отжигу, после чего азотировались при 780 °С в течение 20 – 120 с с использованием водного раствора аммиака с концентрацией 5 – 10 %. В результате обработки образцы содержали от 0,015 до 0,06 % (по массе) азота.

Химический анализ образцов, с которых последовательно стравливались поверхностные слои, показал, что после ХТО весь азот, внедренный в металл, находится в поверхностном слое, толщина которого составляла не более 20 мкм. Металлографические исследования образцов не показали сколько-либо существенных изменений их структуры. Лишь при самых больших оптических увеличениях (около 1000 крат) в подповерхностном слое наблюдались мелкодисперсные выделения, идентификация которых не представлялась возможной.

Для однозначного определения фаз, в которых преимущественно находится азот, была проведена обработка образцов в течение 1 ч. Концентрация азота в стали после ХТО составляла около 1 % (по массе). Металлографические исследования показали наличие в подповерхностной области большого числа сравнительно мелких округлых выделений, а также на расстоянии 40 мкм от поверхности крупных частиц (до 20 мкм), легко поддающихся идентификации на микроанализаторе (рис. 1, а, б). Частицы обоих типов располагались преимущественно по границам зерен.

Исследование химического состава, проведенное с использованием электронно-зондового микроанализа,

показало, что частицы, формирующиеся в структуре сплава в процессе азотирования, из сравнительно тяжелых элементов содержат только кремний (рис. 1, б).

Для однозначной идентификации фазы, образующейся при азотировании, дополнительно была использована методика фазового анализа, специально разработанная для аппарата «ELTRA». Общая концентрация элемента, измеряемая прибором, является интегральной характеристикой – площадью под кривой, которая представляет собой количество азота, выделяемого из образца в единицу времени (рис. 2). При стандартной методике анализа эта кривая состоит из нескольких максимумов, накладывающихся друг на друга. Каждый из максимумов соответствует определенным фазам, содержащимся в сплаве, т.е. разным нитридам, которые в зависимости от их стабильности диссоциируют при разных температурах. В соответствии с химическим составом технических сплавов Fe – 3 % Si такими нитридами могут быть Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN, TiN. Для более точного разделения пиков на интегральной кривой был разработан специальный режим анализа, при котором тепловая мощность, подаваемая на образец (температура, при которой находится образец), изменяется не непрерывно, а ступенчато, т.е. подается определенный уровень мощности, при котором фиксируется только один максимум. После того, как кривая, соответствующая этому пику, выходит на минимум, мощность возрастает до величины, обеспечивающей появление второго пика и так далее до момента, когда азот из образца перестает выделяться.

Идентификацию нитрида TiN осуществляли с помощью метода эталонов. К образцу анализируемого сплава добавляли малое количество порошка TiN, после чего производили анализ. Проведенные исследования показали, что при такой процедуре на интегральной кривой возрастал последний пик, поскольку нитрид титана является наиболее стабильным из выше перечисленных нитридных фаз, т.е. диссоциирует при более

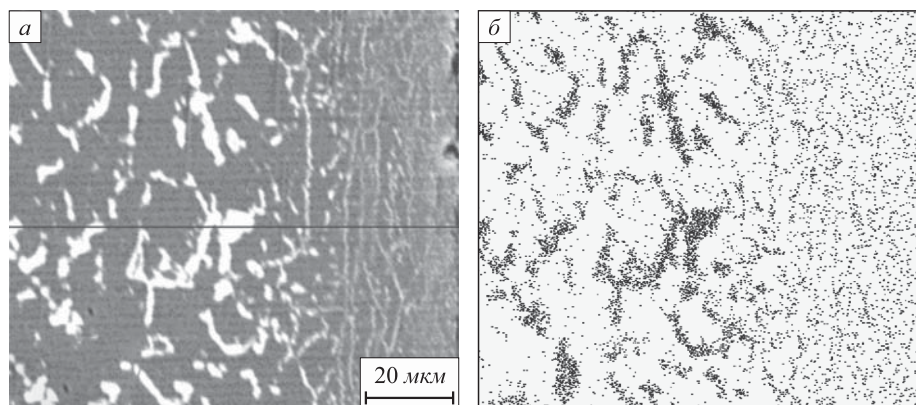


Рис. 1. Микроструктура азотированного сплава Fe – 3 % Si (время ХТО 1 ч, температура ХТО 780 °С): а – изображение в поглощенных электронах; б – в характеристическом рентгеновском излучении кремния

Fig. 1. Microstructure of nitrided Fe – 3 % Si alloy (time of thermochemical treatment is – 1 hour, temperature – 780 °С): а – absorbed electron image; б – silicon characteristic xeroradiography

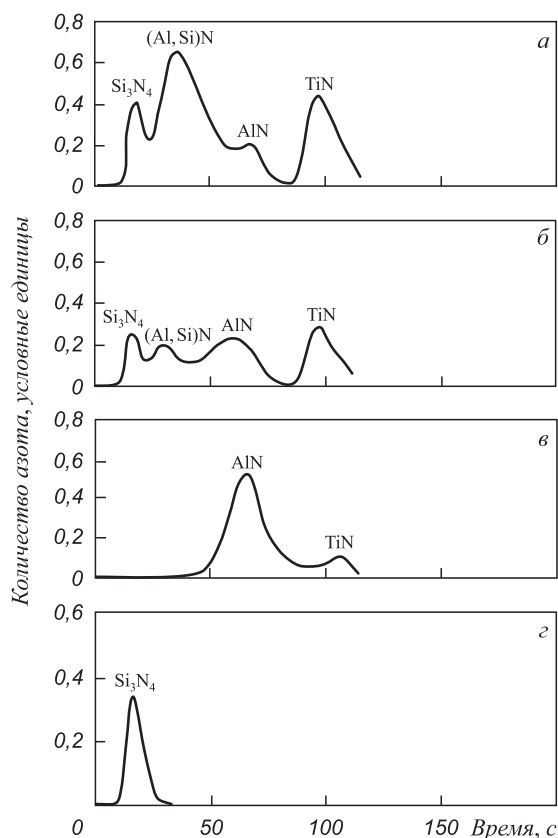


Рис. 2. Интенсивность выделения азота из образцов сплава Fe – 3 % Si с различным содержанием алюминия при фракционном химическом анализе на аппарате «ELTRA»:  
 а – 0,03 % Al; б – 0,08 % Al; в – 0,6 % Al; г – 0,03 % Al; концентрация азота (после азотирования) около 1,0 %

Fig. 2. Intensiveness of nitrogen emission from Fe – 3 % Si alloy with different content of aluminum during fractional chemical analysis made using “ELTRA”:

а – 0,03 % Al; б – 0,08 % Al; в – 0,6 % Al; г – 0,03 % Al; nitrogen concentration (after nitriding) is near 1,0 %

высоких температурах. Идентификацию остальных пиков проводили на основе сравнительного анализа интегральных кривых, записанных со сплавов, отличающихся количеством в них алюминия. Отмечено, что у сплава Fe – 3 % Si, содержащем примерно 0,025 % (по массе) Al, в случае записи с хорошим разделением пиков фиксируются четыре максимума (рис. 2, а). С увеличением количества алюминия в стали с 0,03 до 0,08 % наблюдается: во-первых, исчезновение первого пика, а во-вторых, перераспределение интенсивности между вторым и третьим пиками – второй максимум уменьшается, третий – возрастает (рис. 2, б). Дальнейшее увеличение алюминия в сплаве до 0,6 % приводит к фиксации только третьего пика (рис. 2, в). Поскольку нитрид алюминия является существенно более стабильной фазой, чем  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , можно предполагать, что третий пик на интегральной кривой соответствует нитриду AlN.

Анализ, проведенный на азотированных образцах, показал очень сильное увеличение первого пика, что

позволяет говорить о соответствии его нитриду кремния (рис. 2, г). Второй пик на интегральной кривой, по-видимому, соответствует фазе, занимающей промежуточное место по стабильности между нитридами  $\text{Si}_3\text{N}_4$  и AlN, и согласно данным [9], его можно идентифицировать как (Al, Si)N, или в соответствии с более поздними исследованиями [7] – как  $\text{MnSiN}_2$ . Таким образом, на основании результатов двух независимых методик основную фазу, образующуюся в техническом сплаве Fe – 3 % Si при его азотировании, можно однозначно идентифицировать как нитрид кремния  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Проведенные с применением GDA-750 исследования показали, что возможны два типа распределения азота в поверхности, зависящие от количества элемента, внедренного в металл:

- 1) при сравнительно низком содержании азота 0,015 – 0,025 % (по массе) (рис. 3, а) подповерхностный слой практически его не содержит, а вся его основная часть находится за пределами ЗВО;
- 2) в случае более высокого содержания азота 0,03 – 0,04 % (рис. 3, б) основное его количество сосредоточено в ЗВО.

Полученные результаты объясняются следующим образом. При любых температурах (в частности при 700 – 800 °С) растворимость азота в феррите не превышает 0,1 % (по массе) [10], т.е. основная часть азота, внедренного в сплав, не может находиться в твердом растворе.

Согласно диаграммам состояния [10], нитриды железа в данном температурном интервале формироваться не могут. Стабильными являются нитриды AlN и  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Концентрация алюминия в поверхностном слое (как и во всем объеме) очень мала, а кремний практически весь связан с кислородом в  $\text{SiO}_2$ . Таким образом, азот, внедряясь в поверхность металла, диффундирует через ЗВО и образует за ней дисперсные нитриды  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

В случае, когда общее содержание азота в атмосфере и, соответственно, в поверхности сравнительно велико, возможно образование аустенита как фазы, легко растворяющей этот элемент. Возникновение аустенита в поверхности ЭАС при ее азотировании также обуславливается фактом связывания кремния в оксиды и, соответственно, обеднением твердого раствора сильным ферритостабилизирующим элементом [8]. Образовавшийся аустенит растворяет почти весь азот, попадающий в сплав. После ХТО, когда образец остывает до температуры, при которой  $\gamma$ -фаза не может существовать, аустенит распадается на феррит и дисперсные нитриды железа с частичным выходом избыточного азота из ЗВО.

Образцы, прокатанные до толщины 0,27 мм, подвергшиеся рекристаллизационно-обезуглероживающему отжигу и азотированию, проходили ВТО. Количество остаточного азота после ВТО в образцах составляло примерно 0,003 % (по массе) вне зависимости от его

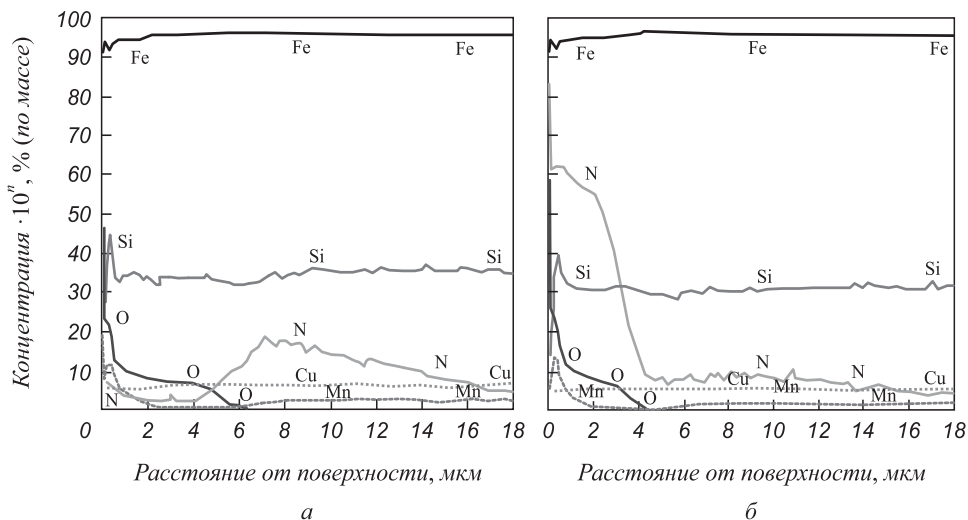


Рис. 3. Распределение элементов в поверхностном слое сплава Fe – 3 % Si после рекристаллизационно-обезуглероживающего отжига и азотирования:

*а* и *б* – средняя концентрация азота в образце примерно 0,02 и 0,04 % (по массе); показатель степени *n* в надписи по оси ординат для Fe равен нулю; для Si, N, O, Cu, Mn – 10

Fig. 3. Elements distribution in surface layer of Fe – 3 % Si alloy after decarbonizing recrystallization annealing and nitriding: *a* and *b* – average nitrogen concentration in sample is near 0,02 and 0,04 % (weight); exponent factor *n* in axis of the ordinates legend for Fe counts to zero; for Si, N, O, Cu, Mn – 10

содержания после ХТО. Результат показывает, что азотирование практически не влияет на процесс рафинирования материала, реализующийся во время высокотемпературной выдержки при ВТО.

По результатам визуального обследования на всех образцах, имевших после ХТО содержание азота меньше 0,025 % (по массе), сформировался однородный темно-серого цвета грунтовый слой с удовлетворительной адгезией к поверхности материала (не отслаивающийся при порезке образцов). В противоположность этому на образцах с исходным (после ХТО) содержанием азота больше 0,030 % грунтовый слой либо не образовывался, либо легко удалялся при очистке от остатков термостойкого покрытия (порошкообразный MgO), т.е. был сравнительно тонким и имел плохую адгезию. Очевидно, что в процессе нагрева при ВТО в образцах с повышенным содержанием азота в ЗВО возникает  $\gamma$ -фаза, наличие которой существенно изменяет кинетику твердофазных реакций и, соответственно, затрудняет процесс формирования форстерита ((Fe,Mg)<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) из существующих в поверхности материала оксидов SiO<sub>2</sub>, MgO и FeO.

В процессе нагрева образцов при ВТО происходило перераспределение азота в материале, особенно сильно заметное в поверхностном слое (рис. 4). При этом объемная концентрация азота при нагреве от 750 до 850 °С сначала несколько возрастала – в среднем примерно на 0,003 % (по массе). Происходило дополнительное азотирование сплава за счет атмосферы (азотного защитного газа). При дальнейшем нагреве наблюдалось уменьшение концентрации азота в материале: сначала сравнительно плавное (при 900 °С средняя концен-

трация азота 0,026 %), а затем резкое (при 950 °С – 0,017 %). При температуре около 1000 °С, наиболее близкой к эффективной температуре начала вторич-

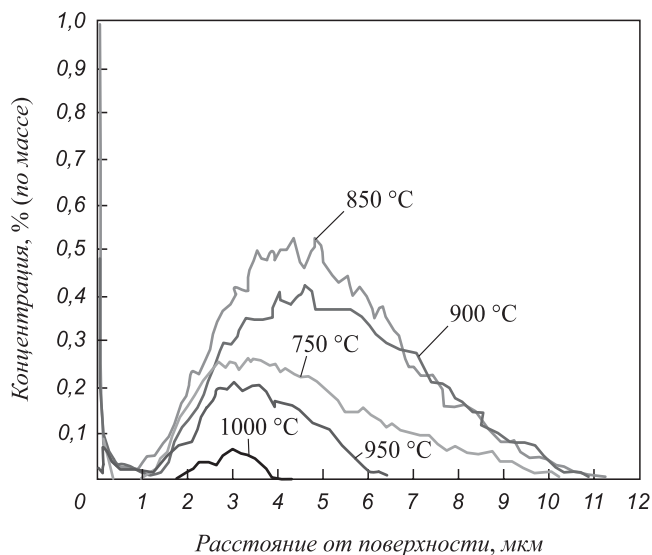


Рис. 4. Перераспределение азота в поверхностном слое сплава Fe – 3 % Si в процессе высокотемпературного отжига. Средняя концентрация азота в данной серии образцов: после азотирования – 0,024 %; при 750 °С – 0,025 %; 850 °С – 0,028 %; 900 °С – 0,026 %; 950 °С – 0,017 %; 1000 °С – 0,016 %; после ВТО – 0,003 %

Fig. 4. Redistribution of nitrogen in surface layer of Fe – 3 % Si alloy during high temperature annealing. Average concentration of nitrogen in given batch of samples: after nitriding – 0,024 %; at 750 °С – 0,025 %; 850 °С – 0,028 %; 900 °С – 0,026 %; 950 °С – 0,017 %; 1000 °С – 0,016 %; after high temperature annealing – 0,003 %

ной рекристаллизации в ЭАС с нитридными ингибиторами [1], концентрация азота составляла примерно 0,014 – 0,016 % (по массе), т.е. величину, приблизительно соответствующую количеству AlN (в предположении, что весь алюминий в сплаве связан в нитриды). К температуре 1000 °С происходит практически полное выравнивание концентрации азота по толщине образцов (рис. 4).

Полученные результаты, по-видимому, объясняются следующим. После ХТО пришедший в сплав азот содержится в нитридной фазе Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, которая является нестабильной при повышенных температурах (более 850 °С). Вследствие этого в процессе ВТО она растворяется, часть азота, высвободившаяся при диссоциации, связывается в более стабильные нитриды AlN (ингибиторная фаза при аномальном росте зерен), а большая часть азота уходит с поверхности в атмосферу.

Интересно отметить, что при переходе от температуры 750 к 850 °С наблюдается заметное возрастание максимума концентрации азота (рис. 4) при незначительном изменении его объемной концентрации. Предположительно этот эффект связан с образованием в процессе нагрева в подповерхностной области (за ЗВО) отдельных выделений аустенита, которые обогащаются азотом из внутренних горизонтов образцов. При дальнейшем нагреве аустенит начинает растворяться подобно нитридам Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

Таким образом, технологически необходимо при химико-термической обработке технического сплава Fe – 3 % Si добиваться концентрации азота, несколько превышающей необходимое для образования нитрида алюминия, но не приводящее к появлению аустенита в ЗВО. При исходном содержании алюминия от 0,025 до 0,035 % необходимая концентрация азота составляет от 0,015 до 0,020 %.

**Выводы.** Установлено, что при азотировании технического сплава Fe – 3 % Si в интервале температур 500 – 800 °С после обезуглероживающего отжига основное количество азота находится в подповерхностном слое материала за зоной внутреннего окисления в виде дисперсной фазы Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, выделяющейся преимущественно по границам зерен. Повышение азотирующего потенциала атмосферы при ХТО приводит к формированию аустенита в зоне внутреннего окисле-

ния. Появление аустенита в поверхности стали после азотирования существенно ухудшает формирование электроизоляционного покрытия технического сплава Fe – 3 % Si при последующей его обработке. В процессе высокотемпературного отжига при нагреве ранее азотированного сплава наблюдается уменьшение концентрации азота (за счет ухода его в атмосферу). Перед началом реализации процесса аномального роста зерен остаточное количество азота, независимо от его исходного количества, соответствует концентрации алюминия в материале.

*Автор выражает глубокую признательность О.В. Первушиной, С.А. Акулову и А.И. Пятавину за проведение технической части работы.*

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Takahashi N., Harase J. Recent development of technology of grain oriented silicon steel // Proc. Mater. Science Forum. 1996. Vol. 204 – 206. P. 143 – 154.
2. Kubota T., Fujikura M., Ushigami Y. Recent progress and future trend on grain-oriented silicon steel // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2000. Vol. 215 – 216. P. 69 – 73.
3. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Redikul'tsev A.A. Electrotechnical anisotropic steel. Part I. History of development // Metal Science and Heat Treatment. 2011. Vol. 53, no. 7 – 8. P. 326 – 332.
4. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Redikul'tsev A.A. Electrotechnical anisotropic steel. Part II. State-of-the-art // Metal Science and Heat Treatment. 2011. Vol. 53, no. 7 – 8. P. 355 – 359.
5. Пат. № 4979996. США. Process for preparation of grain oriented electrical steel sheet comprising a nitriding treatment / H. Kobayashi, K. Kuroki, M. Minakuchi, K. Yakashiro. Опыл. 25.12.1990.
6. Пат. № 6361621. США. Process for the inhibition control in the production of grain-oriented electrical sheets / S. Fortunati, S. Cicale, G. Abbruzzese. Опыл. 26.03.2002.
7. Chun-Chin Liao, Chun-Kan Hou. Effect of nitriding time on secondary recrystallization behaviors and magnetic properties of grain-oriented electrical steel // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2010. Vol. 322. P. 434 – 442.
8. Lobanov M.L., Gomzikov A.I., Akulov S.V. etc. Decarburizing annealing of technical alloy Fe – 3 % Si // Metal Science and Heat Treatment. 2005. Vol. 47, no. 9 – 10. P. 478 – 483.
9. Ushigami Y., Kurosawa F., Masui H. et al. Precipitation behaviors of injected nitride inhibitors during secondary recrystallization annealing in grain oriented silicon steel // Proc. Mater. Science Forum. 1996. Vol. 204 – 206. P. 593 – 594.
10. Кубашевски О. Диаграммы состояния двойных систем на основе железа / Пер. с англ. – М.: Металлургия, 1985. – 184 с.

Поступила 5 декабря 2013 г.

#### NITRIDING PECULIARITIES OF Fe – 3 % Si TECHNICAL ALLOY

**Lobanov M.L., Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair of Physics and Heat Treatment of Metals**  
(m1lobanov@pm.convex.ru)

Ural Federal University named after the first President of Russia  
B.N. Yeltsin (19, Mira str., Ekaterinburg, 620002, Russia)

**Abstract.** Nitriding of the Fe – 3 % Si alloy was studied by spectral chemical analysis and scanning electron microscopy with local X-ray analysis. In-depth chemical composition was determined by glow discharge optical emission spectrometry (GD-OES). The process has been studied in the 500 – 1000 °С temperature range. Nitriding was performed in the proprietary system using (95 % N<sub>2</sub> + 5 % H<sub>2</sub>) inert carrier gas ammoniated by passing through NH<sub>3</sub> aqueous solution. Parameters of the

nitriding were optimized. Nitriding of the Fe – 3 % Si alloy was performed after decarburization annealing. Most of nitrogen in the form of disperse Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> phase is located in the near-surface region just after the inner oxide layer. Increasing the nitriding potential caused the austenite formation in the internal oxidation layer that should impair the insulating coating formation in the subsequent processing. The nitrogen content in the nitrided Fe – 3 % Si alloy decreased during the high temperature annealing; the remaining nitrogen content became equal to the aluminum content right before the beginning of abnormal grain growth.

**Keywords:** Fe – 3 % Si technical alloy, recrystallization-decarburizing annealing, nitriding, high-temperature annealing, nitride, austenite, electrical insulating coating.

#### REFERENCES

1. Takahashi N., Harase J. Recent development of technology of grain oriented silicon steel. *Proc. Mater. Science Forum*. 1996. Vol. 204–206, pp. 143–154.
2. Kubota T., Fujikura M., Ushigami Y. Recent progress and future trend on grain-oriented silicon steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2000. Vol. 215–216, pp. 69–73.
3. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Redikul'tsev A.A. Electrotechnical anisotropic steel. Part I. History of development. *Metal Science and Heat Treatment*. 2011. Vol. 53, no. 7–8, pp. 326–332.
4. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Redikul'tsev A.A. Electrotechnical anisotropic steel. Part II. State-of-the-art. *Metal Science and Heat Treatment*. 2011. Vol. 53, no. 7–8, pp. 355–359.
5. Kobayashi H., Kuroki K., Minakuchi M., Yakashiro K. *Process for preparation of grain oriented electrical steel sheet comprising a nitriding treatment*. Patent USA no. 4979996. 1990.
6. Fortunati S., Cicale S., Abbruzzese G. *Process for the inhibition control in the production of grain-oriented electrical sheets*. Patent USA no. 6361621. 2002.
7. Chun-Chin Liao, Chun-Kan Hou. Effect of nitriding time on secondary recrystallization behaviors and magnetic properties of grain-oriented electrical steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2010. Vol. 322, pp. 434–442.
8. Lobanov M.L., Gomzikov A.I., Akulov S.V. etc. Decarburizing annealing of technical alloy Fe – 3 % Si. *Metal Science and Heat Treatment*. 2005. Vol. 47, no. 9–10, pp. 478–483.
9. Ushigami Y., Kurosawa F., Masui H. et al. Precipitation behaviors of injected nitride inhibitors during secondary recrystallization annealing in grain oriented silicon steel. *Proc. Mater. Science Forum*. 1996. Vol. 204–206, pp. 593–594.
10. Kubaschewski Ortrud. *Iron – binary phase diagrams*. Berlin, 1982. (Russ.ed.: Kubashevski O. *Diagrammy sostoyaniya dvoynykh sistem na osnove zheleza: Sprav.* Moscow: Metallurgiya, 1985. 184 p.).

**Acknowledgements.** Author thanks Pervushina O.V., Akulova S.A. and Pyatygin A.I. for carrying out the technical part of the work.

Received December 5, 2013