

Р.И. Малинина, В.С. Шубаков, Э.Х. Жукова, Д.Г. Жуков

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА И СВОЙСТВА ПЛАСТИЧЕСКИ ДЕФОРМИРУЕМОГО ВЫСОКОКОЭРЦИТИВНОГО СПЛАВА Х30К15В2МТ*

Аннотация. Исследованы структурные превращения, магнитные и механические свойства в пластически деформируемом высококоэрцитивном сплаве Fe – 15 % Co – 30 % Cr – 2 % W – 1 % Mo – 1 % Ti. Металлографическими и рентгеновскими методами показано, что помимо существования однофазного α -твердого раствора в районе 1220 – 1180 °С в сплаве существует область метастабильной α -фазы при 670 – 700 °С. Отжиг сплава после холодной деформации в этой области не вызывает рекристаллизации и сопровождается лишь развитием процессов возврата и полигонизации. Установлена взаимосвязь магнитных и механических свойств сплава с исходным состоянием однофазного α -твердого раствора, с его структурой. Показано, что в зависимости от исходного состояния однофазного α -твердого раствора на сплаве могут быть получены либо высокие магнитные, либо механические свойства.

Ключевые слова: сплавы Fe–Cr–Co, постоянные магниты, нанокристаллические сплавы, магнитные свойства, механические свойства.

HEAT TREATMENT AND PROPERTIES OF PLASTICALLY DEFORMED HIGH COERCIVITY Fe – 30 % Cr – 15 % Co – 2 % W – 1 % Mo – 1 % Ti ALLOY

Abstract. The structural transformation, magnetic and mechanical properties in plastically deformed high coercivity Fe – 15 % Co – 30 % Cr – 2 % W – 1 % Mo – 1 % Ti alloy were investigated. Metallographic and x-ray methods showed that in addition to the single-phase α -solid solution at the 1220 – 1180 °C in the alloy there is a region of the metastable α -phase at 670 – 700 °C. Annealing of the alloy after cold deformation at this temperatures does not course recrystallization and it is accompanied by polygonization processes. The correlation between the magnetic and mechanical properties of the alloy with the initial state-phase α -solid solution and it's structure is established. It is shown that, depending on the initial state of a single-phase α -solid solution alloy can be obtained high magnetic or mechanical properties.

Keywords: alloys of Fe–Cr–Co, permanent magnets, nanocrystalline alloys, magnetic properties, mechanical properties.

Пластически деформируемые высококоэрцитивные сплавы на основе системы Fe–Co–Cr как правило используются с применением легирующих элементов. Одни из этих элементов, такие как Si, Ti, V, Al, Nb, служат главным образом для расширения у сплавов области существования однофазного α -твердого раствора, снижения температуры закалки и улучшения их прокаливаемости. Другие α -стабилизаторы, как Mo, W, применяют преимущественно для повышения коэрцитивной силы. Высококоэрцитивное состояние в сплавах Fe–Co–Cr–Mo и Fe–Co–Cr–W возникает в результате расслоения однофазного α -твердого раствора на две изоморфные когерентные фазы: α_1 -фазу, содержащую преимущественно Fe и Co и обладающую высокой намагниченностью насыщения, и α_2 -фазу на основе Cr, обогащенную Mo и W и имеющую низкую намагниченность насыщения. Обогащение α_2 -фазы Mo и W, элементами, обладающими большим атомным радиусом, сопровождается увеличением разности периодов решеток α_1 и α_2 -фаз, увеличением упругих напряжений между ними, ростом анизотропии формы выделений α_1 -фазы и соответственно коэрцитивной силы сплавов. Однако, если легированию сплавов Fe–Co–Cr молиб-

деном посвящено большое число публикаций, то легирование их вольфрамом, имеющим несколько больший атомный радиус, рассматривается лишь в весьма ограниченном количестве работ [1, 2] и касаются они, главным образом, сплавов с относительно небольшим (до 24 %) содержанием Cr, которые уступают по уровню коэрцитивной силы сплавам с более высоким содержанием Cr. Кроме того, не достаточно полно освещается вопрос влияния исходного состояния однофазного α -твердого раствора на развитие в сплавах высококоэрцитивного распада, а широко используемая перед изотермической термомагнитной обработкой закалка от повышенных температур из области стабильного существования однофазного α -твердого раствора не всегда оказывается приемлемой. В связи с этим, целью данной работы было определение уровня магнитных свойств сплава, содержащего повышенное количество Cr и одновременно легированного молибденом и вольфрамом Fe – 15 % Co – 30 % Cr – 2 % W – 1 % Mo – 1 % Ti, а также выяснение влияния исходного структурного состояния однофазного α -твердого раствора на основные параметры изотермической термомагнитной обработки, магнитные и механические свойства сплава.

Исследования были выполнены на сплаве Fe – 29,2 % Cr – 14,6 % Co – 1,8 % W – 0,5 % Ti – 0,72 % Mo, выплавленном в индукционной печи в атмосфере аргона

* Работа проведена в рамках Государственного задания Министерства образования и науки РФ, проект № 7.3065.2011.

в основном тигле и разлитом в слиток $16 \times 30 \times 120$ мм. Далее слиток подвергли горячей пластической деформации при $1100 - 1200$ °С, которую завершали закалкой с 1200 °С на однофазный твердый раствор, и последующей холодной прокатке на полосу толщиной $0,7$ мм. Исходные образцы в деформированном состоянии с обжатием 70 % представляли собой пластинки $15 \times 10 \times 0,7$ мм. Термообработку проводили в печах электросопротивления, температуру измеряли и контролировали с помощью контроллера ОВЕН ТРМ210 с точностью измерения ± 2 °С и точностью воспроизведения/поддержания температуры $\pm 0,2$ °С. Термомагнитную обработку выполняли в печи, помещенной между полюсами электромагнита с напряженностью магнитного поля 240 кА/м.

Магнитные свойства образцов были измерены на гистерезисграфе УИФИ-400/5-003. Точность измерения коэрцитивной силы jH_c и намагниченности составляла 2 %, энергетического произведения $(BH)_{\max}$ – до 4 %. Рентгеновские дифракционные спектры были получены на дифрактометре ДРОН-3М. Твердость определяли методом Виккерса, который заключается во вдавливании правильной четырехугольной алмазной пирамиды с углом 136° между противоположными гранями.

Микроструктуру изучали на микроскопе МИМ-7 при увеличении до 350 . Шлифы были изготовлены по стандартной методике путем механической шлифовки и полировки, а затем электролитического травления в электролите, состоящем из 880 мл ортофосфорной кислоты и 120 г хромового ангидрида при напряжении в цепи $5 - 10$ В (при плотности тока $0,01 - 0,02$ А/см²), время травления $20 - 30$ с до появления четких границ зерен.

Для выяснения влияния исходного структурного состояния однофазного α -твердого раствора на основные параметры изотермической термомагнитной обработки, магнитные и механические свойства сплава в работе были рассмотрены три варианта его получения. В качестве первого варианта была использована обработка, которая включала закалку сплава на однофазный α -твердый раствор и последующую холодную деформацию со степенью обжатия $70 - 80$ %. Второй вариант обработки дополнительно включал отжиг холодно деформированных образцов при $650 - 700$ °С в предполагаемой области температур существования метастабильной α -фазы. При третьем варианте обработки холоднокатаные образцы отжигали в области температур $1180 - 1220$ °С, где α -фаза существует стабильно. Микроструктура однофазного α -твердого раствора, полученного по первому варианту, состоит из сильно вытянутых вдоль направления прокатки зерен с большим количеством линий скольжения (рис. 1, а). Границы многих зерен и линии скольжения практически сливаются и неразличимы, так как α -твердый раствор из-за сильного наклепа и наличия в нем большого числа дефектов приобретает ту же травимость, как границы и линии скольжения. Микроструктура сплава

после отжига холодно деформированных образцов при $650 - 700$ °С представлена на рис. 1, б, в, из которых следует, что отжиг деформированных образцов при 650 и 700 °С приводит к развитию в них процессов возврата и полигонизации, снижению внутренних напряжений. Рекристаллизация в сплаве при этих температурах не наблюдается. Однако, помимо процессов возврата и полигонизации, в сплаве при этих температурах могут происходить и другие превращения: высококоэрцитивный распад, выделение χ - или σ -фазы. Для уточнения температурных границ области существования метастабильной α -фазы в сплаве, прошедшем холодную пластическую деформацию, были проведены исследования его твердости и фазового состава после отжига в течение 1 ч в интервале температур $630 - 730$ °С (рис. 2). Из приведенной на рис. 2 кривой зависимости твердости от температуры отжига следует, что на ней можно выделить три участка. На участке $630 - 670$ °С твердость сплава имеет повышенные значения $3,9 - 2,6$ ГПа, что, по-видимому, связано с развитием в нем высококоэрцитивного распада. На участке $675 - 700$ °С твердость сплава минимальна и составляет $2,3$ ГПа. Рентгеновский фазовый анализ фиксирует у образцов, прошедших отжиг при $675 - 700$ °С, только ОЦК-фазу. При температурах отжига $710 - 730$ °С твердость сплава резко увеличивается до $4,5$ ГПа, а на рентгенограммах кроме отражений от ОЦК-фазы появляются отражения от σ -фазы. Таким образом, после обработки по второму варианту: холодной деформации и отжига в течение 1 ч при температурах $675 - 700$ °С, сплав представляет однофазный α -твердый раствор, прошедший возврат и полигонизацию. Микроструктура сплава после третьего варианта обработки, отжига в течение 15 мин при 1200 °С, показана на рис. 1, г. Она представлена кристаллитами, характерными для металла, прошедшего рекристаллизацию. Возникшие в ходе отжига при 1200 °С кристаллиты являются достаточно совершенными и в значительной мере лишены дефектов, вызванных холодной пластической деформацией.

Полученные три структурных варианта однофазного α -твердого раствора были использованы для обработки сплава на высококоэрцитивное состояние. После каждого варианта получения однофазного α -твердого раствора образцы проходили изотермическую термомагнитную обработку (ИТМО) в интервале температур $630 - 650$ °С с шагом 10 °С и временем выдержки от 30 до 60 мин. Далее все образцы подвергали отпуску по режиму: 605 °С 5 ч + 580 °С 1 ч + 560 °С 3 ч + 540 °С 5 ч. На рис. 3 представлена коэрцитивная сила образцов, прошедших перед обработкой на высококоэрцитивное состояние только холодную пластическую деформацию. Из рис. 3 следует, что коэрцитивная сила сплава, прошедшего перед ИТМО холодную пластическую деформацию, весьма чувствительна как к температуре, так и к продолжительности ИТМО. Наибольшее значение коэрцитивной силы, а также остаточной индук-

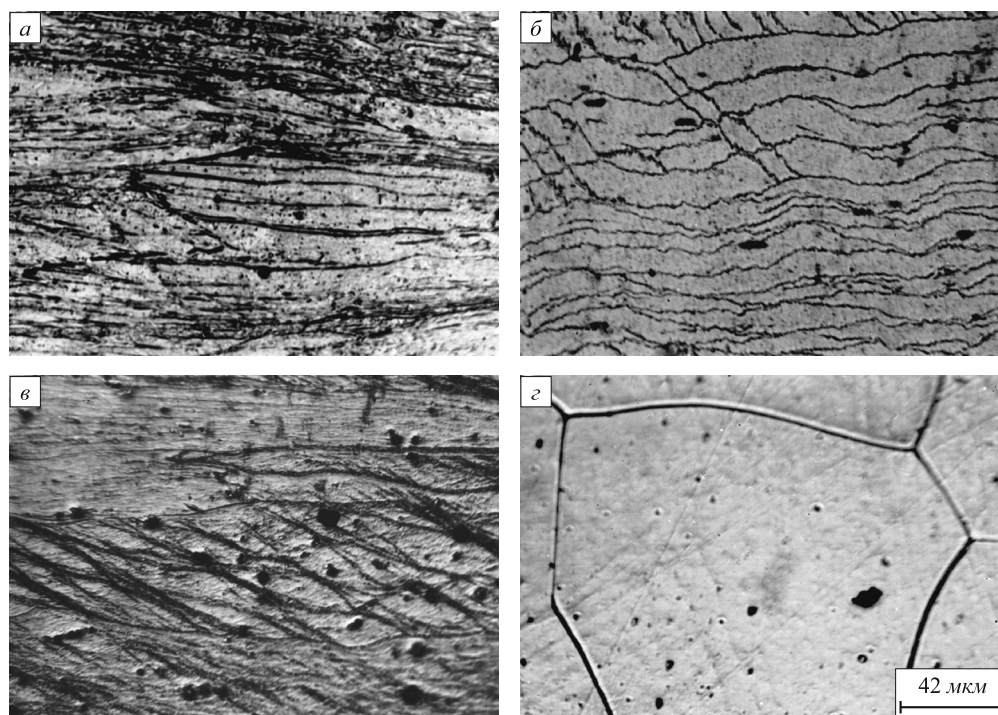


Рис. 1. Микроструктура сплава после: холодной прокатки (а), холодной прокатки и отжига при 650 °С (б), холодной прокатки и отжига при 700 °С (в), холодной прокатки и отжига при 1200 °С (г)

ции и максимального энергетического произведения имеет место, когда температура ИТМО равна 640 °С, а продолжительность составляет 40 мин. Аналогичные зависимости магнитных свойств от режима проведения ИТМО были обнаружены и для других вариантов исходного состояния однофазного α -твердого раствора. Оптимальный режим ИТМО и магнитные свойства после заключительного отпуска для каждого варианта исходного состояния однофазного α -твердого раствора представлены в табл. 1.

Из табл. 1 видно, что исходное состояние однофазного α -твердого раствора не оказывает влияние на оптимальный режим ИТМО. Однако уровень магнитных свойств у различных вариантов исходного состояния однофазного α -твердого раствора оказался различным. Максимальное значение коэрцитивной силы H_c и максимального энергетического произведения $(BH)_{\max}$ наблюдается у образцов, которые перед ИТМО отжигались

в течение 15 мин при 1200 °С и которые содержат минимальное число дефектов. Минимальное значение H_c и $(BH)_{\max}$ имеет место у образцов, которых ИТМО подвергали сразу после деформации и в структуре которых присутствовало максимальное число дефектов. Такое поведение магнитных свойств в зависимости от исходного состояния однофазного α -твердого раствора позволяет предположить, что возникшие в результате холодной пластической деформации сплава дефекты и упругие напряжения искажают структуру высококоэрцитивного распада, происходящего в нем при ИТМО.

В работе были проведены исследования влияния исходного состояния однофазного α -твердого раствора на механические свойства сплава, прошедшего полный цикл термической обработки: ИТМО 640 °С 40 мин +

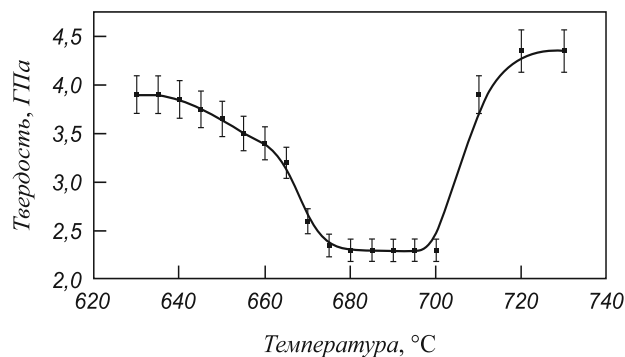


Рис. 2. Зависимость твердости от температуры отжига

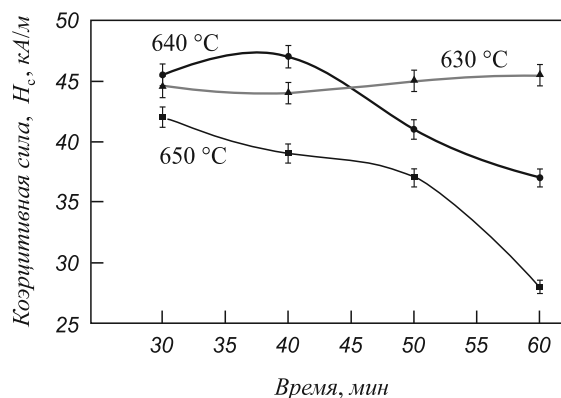


Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы холоднокатанных образцов от температуры и продолжительности ИТМО после заключительного отпуска

Влияние исходного состояния однофазного α -твердого раствора на оптимальный режим ИТМО и магнитные свойства сплава

Состояние однофазного α -твердого раствора	Режим ИТМО	H_c , кА/м	Остаточная индукция B_r , Тл	$(BH)_{max}$, кДж/м
Деформация $\epsilon = 70\%$	640 °С 40 мин	46,9	1,02	23
Деформация $\epsilon = 70\%$ + отжиг 680 °С 30 мин + закалка		52,2	0,8	24
Деформация $\epsilon = 70\%$ + отжиг 1200 °С 15 мин + закалка		54,1	0,95	28

+ многоступенчатый отпуск 605 °С 5 ч + 580 °С 1 ч + 560 °С 3 ч + 540 °С 5 ч. Результаты измерения твердости HV , относительного удлинения δ и предела прочности при растяжении σ_b образцов приведены в табл. 2.

Из табл. 2 следует, что максимальной прочностью и относительным удлинением при растяжении обладают образцы, в которых высококоэрцитивное состояние было получено сразу после деформации. При проведении отжига и уменьшении в сплаве количества дефектов его твердость и прочность понижаются. Особенно сильное снижение прочности сплава наблюдается при использовании после деформации отжига при 1200 °С, когда интенсивно развивается рекристаллизация и происходит быстрый рост зерна.

Таким образом, наилучшее сочетание магнитных и механических свойств у сплава Х30К15В2МТ наблюдается, когда после закалки на однофазный α -твердый раствор и холодной пластической деформации, перед ИТМО его отжигали в однофазной метастабильной области существования α -фазы. Наилучшие магнитные

свойства имеют место, когда перед ИТМО сплав отжигали в однофазной α -области.

Выводы. Исследованы структурные превращения в интервале температур 1220–1180 °С и 730–630 °С. Показано, что помимо существования однофазного α -твердого раствора в районе 1220–1180 °С в сплаве существует область метастабильной α -фазы при 670–700 °С. Отжиг сплава в течение 5–15 мин при 1200 °С после холодной пластической деформации приводит к развитию в нем процессов рекристаллизации. Отжиг сплава в области температур существования метастабильного однофазного α -твердого раствора при 670–700 °С не вызывает рекристаллизации и сопровождается лишь развитием процессов возврата и полигонизации.

Показано, что с уменьшением в ходе термомагнитной обработки в сплаве дефектов холодной пластической деформации происходит повышение его коэрцитивной силы и максимального энергетического произведения. Максимальная величина предела прочности и относительное удлинение сплава имеет место, если его термообработку осуществляли после холодной деформации. Присутствие в сплаве дефектов холодной пластической деформации не отражается на изменении основных параметров его ИТМО.

Таблица 2

Влияние исходного состояния однофазного α -твердого раствора на механические свойства сплава

Состояние однофазного α -твердого раствора	HV , ГПа	δ , %	σ_b , МПа
Деформация $\epsilon = 70\%$	4,74	1,2	1010
Деформация $\epsilon = 70\%$ + отжиг 680 °С 30 мин + закалка	4,60	1,168	815
Деформация $\epsilon = 70\%$ + отжиг 1200 °С 15 мин + закалка	3,27	1,18	240

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Беляцкая М.С., Арабей Е.В., Умпелова А.И. // Физика металлов и металловедение. 1982. Т. 53. № 5. С. 906–910.
2. Белозеров Е.В., Уймин М.А., Ермаков А.Е. // Физика металлов и металловедение. 2008. Т. 106. № 5. С. 489–497.

© 2013 г. Р.И. Малинина, В.С. Шубаков, Э.Х. Жукова, Д.Г. Жуков
Поступила 18 февраля 2013 г.



Авторы статьи, сотрудники кафедры физического материаловедения НИТУ «МИСиС» и редколлегия журнала с пригорбьем сообщают о безвременной кончине профессора, доктора технических наук Малининой Раисы Ивановны в период подготовки настоящей статьи к публикации.