

УДК 539.374

СПЕЦИАЛЬНЫЕ ГРАНИЦЫ В ПРОЦЕССЕ ВТОРИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ*

Лобанов М.Л.¹, д.т.н., профессор кафедры «Термообработка и физика металлов» (m.l.lobanov@urfu.ru)

Русаков Г.М.^{1,2}, к.ф.-м.н., доцент кафедры «Термообработка и физика металлов», старший научный сотрудник (germanrusakov@yandex.ru)

Редикульцев А.А.¹, к.т.н., доцент кафедры «Термообработка и физика металлов» (redikultsev@mail.ru)

Карабаналов М.С.¹, к.т.н., доцент кафедры «Термообработка и физика металлов» (m.s.karabanalov@urfu.ru)

Лобанова Л.В.¹, инженер кафедры «Термообработка и физика металлов» (m.l.lobanov@urfu.ru)

¹ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина (620002, Россия, Екатеринбург, ул. Мира, 19)

² Институт физики металлов УрО РАН (620219, Россия, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18)

Аннотация. В исходном поликристаллическом сплаве Fe – 3 % Si методами ориентационной микроскопии (EBSD) исследованы различные стадии процесса низкотемпературного аномального роста зерен. На всех образцах была получена сравнительно низкая магнитная индукция $B_{800} = 1,62 \div 1,72$ Тл, соответствующая отклонению оси легкого намагничивания [001] кристаллитов от направления прокатки на угол $12 - 20^\circ$. Показано, что текстура вторичной рекристаллизации описывается ориентировками $\{110\}<115>$, мелкие зерна, находящиеся между аномально растущими кристаллитами (матрица вторичной рекристаллизации), имеют сильно рассеянную (близкую к аксиальной) текстуру $\{hkl\}<001>$. Показано, что ориентации выросших зерен близки к ориентациям, находящимся в разориентировке $\Sigma 5$ к большинству кристаллитов, составляющих поглощаемую матрицу. Установлено, что аномально растущие зерна в последнюю очередь поглощают кристаллиты, имеющие с ними специальные границы $\Sigma 3$ или $\Sigma 17b$.

Ключевые слова: сплав Fe – 3 % Si, текстура, холодная деформация, первичная рекристаллизация, вторичная рекристаллизация, специальные границы.

DOI: 10.17073/0368-0797-2016-6-409-413

Вторичная рекристаллизация (ВР) является значимым процессом, происходящим в особых условиях при термической обработке металлов и сплавов, и может кардинально изменять их функциональные свойства. Наиболее известным является использование аномального роста зерен для формирования острой ребровой текстуры (110)[001] (текстура Госса) в однофазном сплаве Fe – 3 % Si (электротехническая анизотропная сталь (ЭАС)), определяющей уникальные магнитные свойства этого сплава [1 – 5]. Однако до настоящего времени общепризнанной теории ВР не существует.

До настоящего момента интенсивно обсуждается роль специальных границ в формировании зароды-

шей вторичной рекристаллизации [6 – 11]. Еще в работе [12] высказано предположение, что формирование острой ребровой текстуры в ЭАС связано с наличием в первично рекристаллизованной структуре зерен с ориентировкой (110)[001], имеющих специальную границу $\Sigma 9$ с сильно выраженными в матрице ВР ориентировками $\{111\}<112>$. В работе [13] экспериментально показано, что специальная разориентация $\Sigma 9$ или близкие к ней (по оси и углам поворота) $\Sigma 19a$, $\Sigma 27a$, $\Sigma 33a$ в действительности могут играть основную роль в процессе вторичной рекристаллизации в материале с острой однокомпонентной текстурой.

Появление во вторично рекристаллизованной структуре зерен с ориентациями, сильно отклоненными от ребровой, связывается в работе [12] с наличием между кристаллитами специальной разориентации $\Sigma 5$. При этом достоверных экспериментальных доказательств роли специальных границ, отличных от $\Sigma 9$, в процессе ВР нет.

* Работа выполнена на оборудовании лаборатории структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов ЦКП УрФУ при финансовой поддержке постановления № 211 Правительства Российской Федерации, контракт № 02.А03.21.0006 и в рамках государственного задания Министерства образования и науки РФ, проект № 11.1465.2014/К.

В настоящей работе ставилась задача исследования роли специальных границ в процессе ВР, результатом которой является максимально рассеянная текстура.

В качестве материалов для проведения исследований использовали образцы электротехнической анизотропной стали нитридно-медного варианта технологии после горячей прокатки [4, 5].

Образцы прокатывали без промежуточного отжига на конечную толщину 0,30 мм. Далее их подвергали рекристаллизационно-обезуглероживающему отжигу в атмосфере увлажненного (температура точки росы 20 °С) азотного защитного газа (95 % N_2 и 5 % H_2) в течение пяти минут при температуре 820 °С. Затем в водородной атмосфере проводили высокотемпературный отжиг образцов по режиму: нагрев с произвольной скоростью до 400 °С; нагрев со скоростью 15 °С/ч с 400 до 1150 °С; выдержка в течение 10 ч при 1150 °С; охлаждение с печью. После обработки на образцах в однополосочном аппарате TWM-8S измеряли магнитную индукцию B при фиксированном значении напряженности магнитного поля 800 А/м (как характеристику, максимально коррелирующую со степенью совершенства кристаллографической текстуры [14]). Погрешность определения магнитной индукции $\pm 0,5$ % (± 2 единицы последнего разряда). Все полученные данные усредняли по десяти измерениям.

С целью определения эффективной температуры начала вторичной рекристаллизации и исследования начальной стадии аномального роста зерен часть образцов подвергали градиентному отжигу. В образцах фиксировали эффективную температуру начала ВР ($T_{нвр}$) как температуру появления в структуре зерен, имеющих размер, заметно превышающий толщину образца.

Исследования микроструктуры проводили на электронном микроскопе JEOL JSM6490LV с приставкой Oxford Instruments (EBSD). В качестве лабораторной принята система координат, оси которой связаны с направлением холодной прокатки (НП), нормалью к ее плоскости (НН) и перпендикулярным им направлением (ПН). Таким образом, все три направления образуют правую тройку векторов.

Структура и текстура технического сплава Fe – 3 % Si после вторичной рекристаллизации

Выбранная для проведения исследований схема обработки технического сплава Fe – 3 % Si не совпадает ни с одним из известных промышленных способов производства электротехнической анизотропной стали [4]. При подобной обработке в металле будет проходить ВР, но конечная структура не будет обеспечивать необходимые для ЭАС магнитные свойства.

По результатам обработки на всех образцах была получена сравнительно низкая ($B_{800} = 1,62 \div 1,72$ Тл) магнитная индукция. Такая магнитная индукция соответствует примерному отклонению оси [001] от направ-

ления прокатки на углы α и β величиной 12 – 20° [14].

Проведенный металлографический анализ полученных образцов (рис. 1, а) показал, что их структура состоит из крупных вторичнорекристаллизованных зерен со средним размером примерно 5 мм. Зерна характеризуются наличием развитых границ.

Для исследования ориентации зерен вдоль направления, параллельного НП, с шагом 15 мм были вырезаны образцы, которые собирали в пакеты и исследовали в НП в сканирующем электронном микроскопе (метод EBSD). Съемку дифрагированного излучения проводили с малых равных областей, каждая из которых соответствовала единственному вторичнорекристаллизованному зерну (рис. 1, б); за один раз проводили съемку приблизительно с 50 зерен. Окончательные прямые полюсные фигуры (ППФ) получали наложением двух ППФ друг на друга с целью получения статистически более значимого результата (рис. 1, в – д).

Проведенные таким образом исследования ориентировок отдельных зерен показали, что в результате ВР в образцах технического сплава Fe – 3 % Si сформирована ребровая текстура (110)[001] с существенным рассеянием по всем углам (до 30°). При этом в структуре практически отсутствуют вторичнорекристаллизованные зерна с острой ориентировкой (110)[001]. Полученную в результате эксперимента интегральную ориентировку можно трактовать как текстуру, состоящую из двух рассеянных в среднем на 15° компонент {110}<115>. Центры рассеяния таких компонент отклонены по углу α от идеальной ориентировки (110)[001] примерно на 16°.

Начальные стадии процесса вторичной рекристаллизации

Структура металла на начальных стадиях ВР показана на рис. 2. Эффективная температура начала вторичной рекристаллизации для всех образцов оказалась равной приблизительно 900 °С; очевидно, что реальная температура начала вторичной рекристаллизации составляет величину на несколько десятков градусов меньше.

Формирование центров ВР происходило преимущественно в подповерхностной области, в горизонтах, отстоящих от поверхности на 1/10 – 1/6 толщины образцов (рис. 2). Интересно отметить, что исследуемые области структуры содержали существенно большее количество аномально растущих зерен на единицу площади поверхности, чем фиксируется в материале, где полностью прошла вторичная рекристаллизация. Не все вторично рекристаллизованные зерна дорастают до макроразмеров, часть из них поглощается другими растущими кристаллитами.

На рис. 2, в показана структура области, содержащей одно аномально растущее зерно. По ППФ (рис. 2, г) можно сделать вывод, что растущее зерно, ось [001] ко-

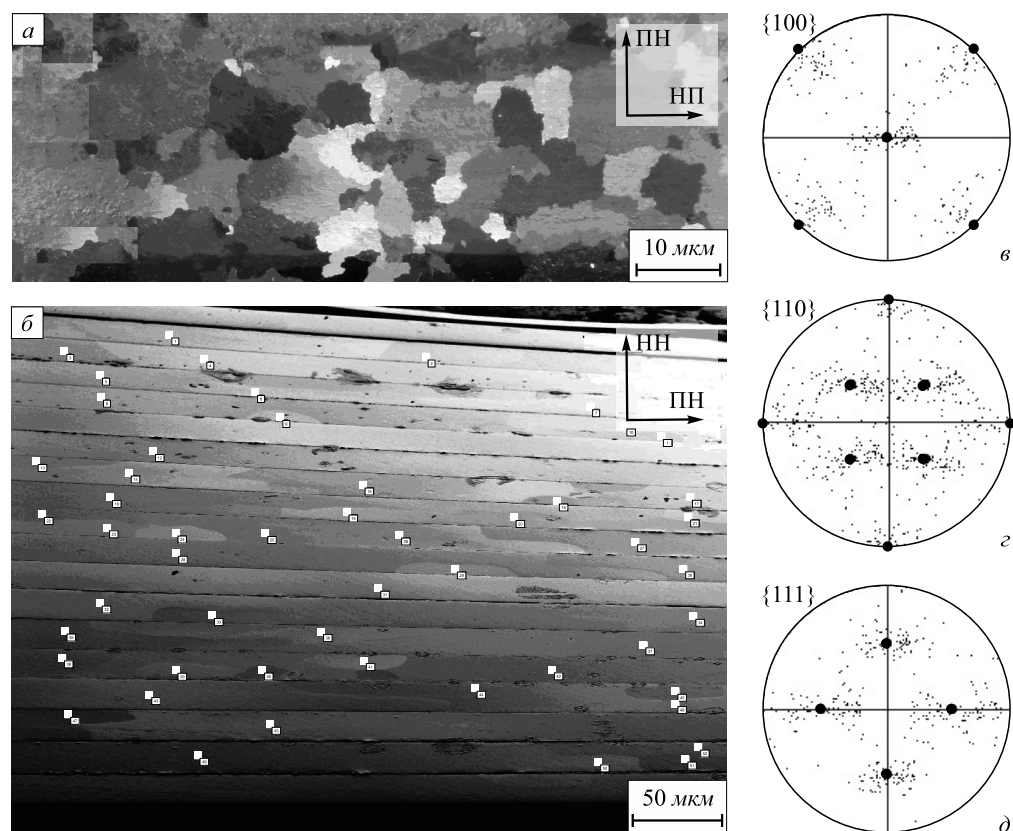


Рис. 1. Макроструктура и текстура образцов технического сплава Fe – 3 % Si после вторичной рекристаллизации ($B_{800} = 1,67$ Тл):
 а – макроструктура; б – структура (в отраженных электронах) наборов пластин с указанием мест анализа ориентировок зерен (□);
 в – д – ППФ {100}, {110}, {111} отдельных зерен (● – полюса идеальной ориентировки (110)[001])

Fig. 1. Microstructure and texture of the samples of the technical alloy of Fe – 3 % Si after secondary recrystallization ($B_{800} = 1.67$ T):
 а – microstructure; б – structure (in the reflected electrons) of plate sets with the indication of the analysis place of grain orientation (□);
 в – д – straight pole figure {100}, {110}, {111} of certain grains (● – poles of ideal orientation (110)[001])

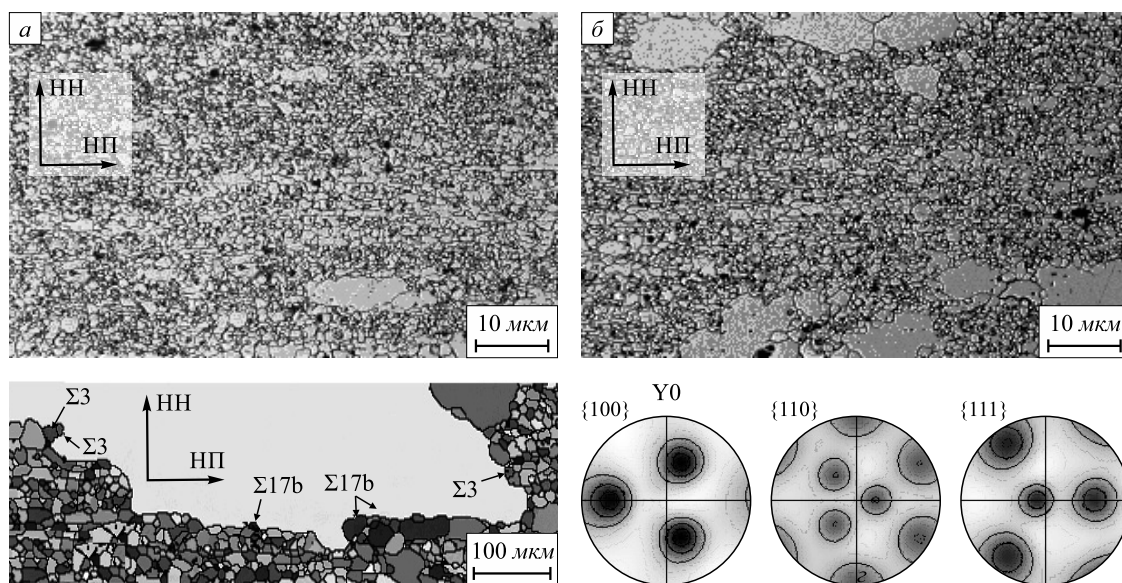


Рис. 2. Начальные стадии вторичной рекристаллизации в образцах сплава Fe – 3 % Si:
 а, б – микроструктура; в – ориентационная карта с указанием специальных границ; г – ППФ {100}, {110}, {111} с области,
 изображенной на поз. в

Fig. 2. Initial stages of the secondary recrystallization in the samples of alloy of Fe – 3 % Si:
 а, б – microstructure; в – orientation chart with the identification of special boards; г – straight pole figure {100}, {110}, {111}
 from the area represented at the position в

торого отклонена от НП примерно на 15° , является характерным представителем кристаллитов полученной в результате низкотемпературной вторичной рекристаллизации структуры.

В ряде случаев внутри аномально растущих зерен наблюдали мелкие кристаллиты практически сферической формы, являющиеся остатками поглощаемой матрицы (рис. 2, в). Также на достаточно гладком фронте аномально растущего зерна иногда наблюдаются непоглощенные отдельные зерна или группы кристаллитов матрицы. Эти кристаллиты имеют с аномально растущим зерном специальные границы $\Sigma 3$ или близкие к ней $\Sigma 17b$ (оси поворотов $\langle 111 \rangle$ и $\langle 221 \rangle$, углы поворотов 60° и 62° соответственно). Данный факт однозначно подтверждает низкую подвижность специальной границы $\Sigma 3$.

Методом ориентационной микроскопии были проведены исследования ориентировок мелких зерен, находящихся между аномально растущими кристаллитами, т.е. матрицы вторичной рекристаллизации (рис. 3, а). Полученные ППФ позволяют идентифицировать текстуру матрицы вторичной рекристаллизации как сильно рассеянную (близкую к аксиальной) ориентировку $\{hkl\} \langle 001 \rangle$.

Согласно работе [12] в случае низкотемпературной ВР ($T_{\text{нвр}} \sim 900^\circ\text{C}$) среди зародышей аномального роста преобладают зерна с ориентировками, близкими к $\{110\} \langle 115 \rangle$ (или $(110)[001] \pm 16^\circ$); такие зерна имеют с ближайшим окружением специальные границы типа $\Sigma 5$. На рис. 3, б – г показаны полюса для всех возможных ориентировок, находящихся в специальной разориентации $\Sigma 5$ по отношению к ориентировкам $\{110\} \langle 115 \rangle$ (основным в текстуре вторичной рекристаллизации). Теоретические полюсные фигуры строили поворотом на угол 37° вокруг кристаллографических осей $\langle 100 \rangle$ [15] для двух ориентировок $\{110\} \langle 115 \rangle$. Полученный результат показывает хорошее совпадение теоретической текстуры (с учетом возможных рассеяний ориентировок) с реальной, и может служить косвенным доказательством доминирующей роли специальных границ $\Sigma 5$ при образовании зародышей аномального роста в процессе низкотемпературной вторичной рекристаллизации, приводящей к рассеянной текстуре.

Выводы. Исследована роль специальных границ в процессе вторичной рекристаллизации, результатом которой является максимально рассеянная текстура. Зафиксировано, что при прохождении низкотемпературной вторичной рекристаллизации (при $T_{\text{нвр}} \leq 900^\circ\text{C}$) в техническом сплаве Fe – 3 % Si преимущественно растут зерна с ориентировками, близкими к $\{110\} \langle 115 \rangle$. При этом мелкие зерна, находящиеся между аномально растущими кристаллитами (матрица вторичной рекристаллизации) имеют сильно рассеянную (близкую к аксиальной) текстуру $\{hkl\} \langle 001 \rangle$. Установлено, что аномально растущие зерна в последнюю очередь поглощают кристаллиты, имеющие с ними специальные

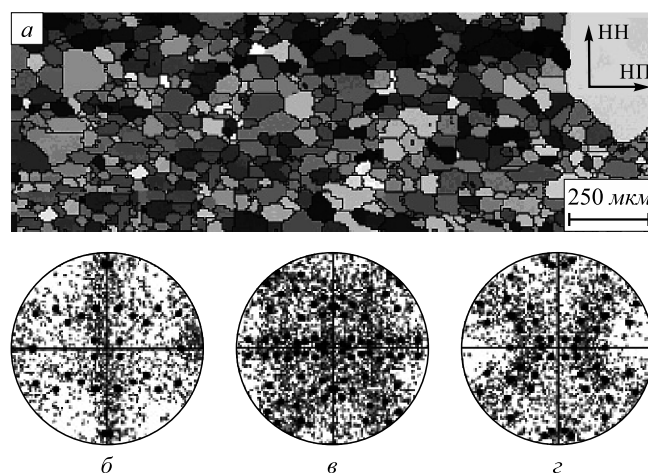


Рис. 3. Микроструктура и текстура области образца сплава Fe – 3 % Si, в которой началась вторичная рекристаллизация: а – ориентационная карта; б – г – ППФ $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$ (● – полюса ориентировок, находящихся в специальной разориентации $\Sigma 5$ по отношению к ориентировкам $\{110\} \langle 115 \rangle$)

Fig. 3. Microstructure and texture of the area of the alloy sample of Fe – 3 % Si in which the secondary recrystallization has begun: а – orientation chart; б – г – straight pole figure $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$ (● – orientation poles, situated in the special misorientation $\Sigma 5$ towards the orientations $\{110\} \langle 115 \rangle$)

границы $\Sigma 3$ или $\Sigma 17b$. Показано, что ориентации зерен, выросших при низкотемпературной вторичной рекристаллизации, близки к ориентациям, находящимся в разориентировке $\Sigma 5$ к большинству кристаллитов, составляющих поглощаемую матрицу.

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 – 145.
2. Günther K., Abbruzzese G., Fortunati S., Ligi G. Recent Technology Developments in the Production of Grain-oriented Electrical Steel // Steel research int. 2005. Vol. 76. No. 6. P. 413 – 421.
3. Xia Z., Kang Y., Wang Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2008. Vol. 254-255. P. 307 – 314.
4. 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.
5. 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.
6. Homma H., Hutchinson B. Orientation dependence of secondary recrystallization in silicon-iron // Acta Mater. 2003. Vol. 51. P. 3795 – 3805.
7. Ko K.-J., Rollett A. D., Hwang N.-M. Abnormal grain growth of Goss grains in Fe – 3 % Si steel driven by sub-boundary-enhanced solid-state wetting: Analysis by Monte Carlo simulation // Acta Materialia. 2010. Vol. 58. P. 4414 – 4423.
8. Park H.-K., Kang J.-H., Park C.-S., Han C.-H., Hwang N.-M. Pancake-shaped growth of abnormally-growing Goss grains in Fe – 3 % Si steel approached by solid-state wetting // Materials Science and Engineering A. 2011. Vol. 528. Issues 7-8. P. 3228 – 3231.
9. Imamura T., Shingaki Y., Hayakawa Y. Effect of Cold Rolling Reduction Rate on Secondary Recrystallized Texture in 3 Pct Si – Fe

- Steel // Metallurgical and materials transactions A. 2013. Vol. 44A. No. 4. P. 1785 – 1792.
10. Kumano T., Haratani T. and Ushigami Y. The Relationship between primary and secondary recrystallization texture of grain oriented silicon steel // *ISIJ Int.* 2002. Vol. 42. P. 440 – 449.
 11. Демаков С.Л., Водолазский Ф.В., Водолазский В.Ф., Попов А.А. Текстурное торможение рекристаллизации в титановом сплаве TC6 // *Металлург.* 2010. № 10. С. 32 – 38.
 12. Shimizu R., Harase J. and Dingley D.J. Prediction of secondary recrystallization in Fe – 3 % Si by three-dimensional texture analysis // *Acta Mater.* 1990. Vol. 38. P. 973 – 978.
 13. Redikul'tsev A.A., Lobanov M.L., Rusakov G.M. and Lobanova L.V. Secondary Recrystallization in Fe – 3 % Si Alloy with (110)[001] Single-Component Texture // *The Physics of Metals and Metallography.* 2013. Vol. 114. No. 1. P. 33 – 40.
 14. Homma H., Hutchinson B., Kubota T. The production mechanism of extensively sharp Goss orientation in HI-B material // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 2003. Vol. 254-255. P. 331 – 333.
 15. Грабский М.В. Структура границ зерен в металлах. – М.: Металлургия, 1976. – 160 с.

Поступила 26 апреля 2016 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2016. VOL. 59. NO. 6, pp. 409–413.

SPECIAL BORDERS IN THE SECONDARY RECRYSTALLIZATION

**M.L. Lobanov¹, G.M. Rusakov^{1,2}, A.A. Redikul'tsev¹,
M.V. Karabanalov¹, L.V. Lobanova¹**

¹ Ural Federal University named after the first President of Russia
B.N. Yeltsin, Ekaterinburg, Russia

² Institute of Metal Physics UB RAS (IMP UB RAS), Ekaterinburg,
Russia

Abstract. In the initial polycrystalline alloy Fe – 3 % Si different stages of low-temperature abnormal grain growth have been studied using orientation microscopy techniques (EBSD). All the samples have been characterized by comparatively low magnetic induction $B_{800} = 1.62 - 1.72$ T, which corresponds to the axis deviation of easy magnetization [001] of crystals from the direction of rolling to the angle of 12 – 20°. It has been shown that the texture of the secondary recrystallization is described by the orientations {110} <115>, small grains, situated among anomalously growing crystals (the matrix of the secondary recrystallization), have a heavily scattered (close to the axial one) texture {hkl} <001>. It is shown that the orientation of the grown grains is close to the orientations situated in misorientation $\Sigma 5$ to most of the crystallites constituting the absorbed matrix. It has been found out that abnormally growing grains in the last turn absorb the crystallites having with them special $\Sigma 3$ or $\Sigma 17b$ boundaries.

Keywords: alloy Fe – 3 % Si, texture, cold deformation, primary recrystallization, secondary recrystallization, special borders.

DOI: 10.17073/0368-0797-2016-6-409-413

REFERENCES

1. Takahashi N., Harase J. Recent Development of Technology of Grain Oriented Silicon Steel. *Proc. Mater. Science Forum.* 1996, vol. 204-206, pp. 143–145.
2. Günther K., Abbruzzese G., Fortunati S., Ligi G. Recent Technology Developments in the Production of Grain-oriented Electrical Steel. *Steel research int.* 2005, vol. 76, no. 6, pp. 413–421.
3. Xia Z., Kang Y., Wang Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 2008, vol. 254-255, pp. 307–314.
4. 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.
5. 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.
6. Homma H., Hutchinson B. Orientation dependence of secondary recrystallization in silicon-iron. *Acta Mater.* 2003, vol. 51, pp. 3795–3805.
7. Ko K.-J., Rollett A. D., Hwang N.-M. Abnormal grain growth of Goss grains in Fe – 3 % Si steel driven by sub-boundary-enhanced solid-state wetting: Analysis by Monte Carlo simulation. *Acta Materialia.* 2010, vol. 58, pp. 4414–4423.
8. Park H.-K., Kang J.-H., Park C.-S., Han C.-H., Hwang N.-M. Pancake-shaped growth of abnormally-growing Goss grains in Fe – 3 % Si steel approached by solid-state wetting. *Materials Science and Engineering A.* 2011, vol. 528, Issues 7-8, pp. 3228–3231.
9. Imamura T., Shingaki Y., Hayakawa Y. Effect of Cold Rolling Reduction Rate on Secondary Recrystallized Texture in 3 Pct Si – Fe Steel. *Metallurgical and materials transactions A.* 2013, vol. 44A, no. 4, pp. 1785–1792.
10. Kumano T., Haratani T. and Ushigami Y. The Relationship between primary and secondary recrystallization texture of grain oriented silicon steel. *ISIJ Int.* 2002, vol. 42, pp. 440–449.
11. Demakov S.L., Vodolazskii F.V., Vodolazskii V.F., Popov A.A. Textural deceleration of recrystallization in titanium alloy TS6. *Metal Science and Heat Treatment.* 2011, vol. 52, no. 9–10, pp. 487–492.
12. Shimizu R., Harase J. and Dingley D.J. Prediction of secondary recrystallization in Fe – 3 % Si by three-dimensional texture analysis. *Acta Mater.* 1990, vol. 38, pp. 973–978.
13. Redikul'tsev A.A., Lobanov M.L., Rusakov G.M. and Lobanova L.V. Secondary Recrystallization in Fe – 3 % Si Alloy with (110)[001] Single-Component Texture. *The Physics of Metals and Metallography.* 2013, vol. 114, no. 1, pp. 33–40.
14. Homma H., Hutchinson B., Kubota T. The production mechanism of extensively sharp Goss orientation in HI-B material. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* 2003, vol. 254–255, pp. 331–333.
15. Grabskii M.V. *Struktura graniits zeren v metallakh* [Structure of grain borders in metals]. Moscow: Metallurgiya, 1976, 160 p. (In Russ.).

Acknowledgements. The work was fulfilled with the use of the laboratory equipment of structural analysis methods and the properties of materials and nanomaterials of the Ural Federal University at the financial support of enactment no. 211 of the Russian Federation government, contract no. 02.A03.21.0006 and in the frameworks of the state task of the Ministry of education and science RF, project no. 11.1465.2014/K.

Information about the authors:

M.L. Lobanov, Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair “Thermal Treatment and Physics of Metals” (m.l.lobanov@urfu.ru)

G.M. Rusakov, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Assist. Professor Professor of the Chair “Thermal Treatment and Physics of Metals” (germanrusa-kov@yandex.ru)

A.A. Redikul'tsev, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Professor of the Chair “Thermal Treatment and Physics of Metals” (redikul'tsev@mail.ru)

M.V. Karabanalov, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Professor of the Chair “Thermal Treatment and Physics of Metals” (m.s.karabanalov@urfu.ru)

L.V. Lobanova, Engineer of the Chair “Thermal Treatment and Physics of Metals” (m.l.lobanov@urfu.ru)

Received April 26, 2016