

043
Г635
✓
МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
С С С Р

ЧЕЛЯБИНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
ИМ. ЛЕНИНСКОГО КОМСОМЛА

На правах рукописи

Инж. Гольдштейн В.Я.

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ТЕКСТУРООБРАЗОВАНИЯ
ТРАНСФОРМАТОРНОЙ СТАЛИ

Специальность 320
"Металловедение и термическая обработка
металлов"

Автореферат диссертации на
соискание ученой степени
кандидата технических наук

г. Челябинск.
1969

Работа выполнена в лаборатории физики металлов Челябинского научно-исследовательского института металлургии.

Научный руководитель - профессор, доктор технических наук ГОРЕЛИК С.С.

Официальные оппоненты: профессор, доктор технических наук ШТЕЙНБЕРГ М.М.; кандидат технических наук, старший научный сотрудник СОКОЛОВ Б.К.

Ведущее предприятие - Магнитогорский металлургический комбинат.

Автореферат разослан "___" _____ 1969г.

Защита диссертации состоится "___" _____ 1969г. на заседании Совета по присуждению ученых степеней Челябинского политехнического института /г. Челябинск, 44, проспект им. В.И. Ленина, 76, главный корпус, телефон 39-39-64/.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке института.

Просим Вас и сотрудников Вашего учреждения, интересующихся темой диссертации, принять участие в заседании Ученого Совета или прислать отзывы /в 2-х экземплярах/, заверенные печатью.

Ученый секретарь Совета -
доцент, канд. техн. наук *В. Гончар* /В.Н. Гончар/



МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
С С С Р.

ЧЕЛЯБИНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
ИМ. ЛЕНИНСКОГО КОМСОМОЛА

На правах рукописи

Инж. Гольдштейн В.Я.

ИССЛЕДОВАНИЕ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ТЕКСТУРООБРАЗОВАНИЯ
ТРАНСФОРМАТОРНОЙ СТАЛИ

Специальность 320
"Металловедение и термическая обработка
металлов"

05.16.01

Автореферат диссертации на
соискание ученой степени
кандидата технических наук



г. Челябинск .
1969

Работа выполнена в лаборатории физики металлов Челябинского научно-исследовательского института металлургии.

Научный руководитель - профессор, доктор технических наук ГОРЕЛИК С.С.

Официальные оппоненты: профессор, доктор технических наук ШТЕЙНБЕРГ М.М.; кандидат технических наук, старший научный сотрудник СОКОЛОВ Б.К.

Ведущее предприятие - Магнитогорский металлургический комбинат.

Автореферат разослан "___" _____ 1969г.

Защита диссертации состоится "___" _____ 1969г. на заседании Совета по присуждению ученых степеней Челябинского политехнического института /г.Челябинск, 44, проспект им. В.И.Ленина, 76, главный корпус, телефон 39-39-64/.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке института.

Просим Вас и сотрудников Вашего учреждения, интересующихся темой диссертации, принять участие в заседании Ученого Совета или прислать отзывы /в 2-х экземплярах/, заверенные печатью.

Ученый секретарь Совета -
доцент, канд. техн. наук *В.Н. Гончар* /В.Н. Гончар/

Повышение качества электротехнических материалов является одной из важнейших народнохозяйственных задач. Среди электротехнических материалов особого внимания заслуживает трансформаторная сталь, свойства которой во многом определяют технический уровень и экономичность работы большинства электрических машин и преобразователей. Учитывая актуальность и важность этой проблемы, советские и зарубежные ученые за последние годы выполнили значительное количество работ по совершенствованию технологии производства трансформаторной стали и повышению ее качества.

Одним из основных путей улучшения электромагнитных свойств трансформаторной стали является совершенствование ее кристаллографической текстуры, формирующейся в процессе холодной прокатки и окончательного высокотемпературного отжига. Освоение производства холоднкатаной текстурованной стали уже позволило снизить удельные потери на перемагничивание более чем в два раза по сравнению с потерями в нетекстурованной стали. Вместе с тем, достигнутые результаты, несомненно, не являются предельными, так как в лабораторных условиях в ряде случаев удается добиться значительно более высоких свойств. Однако стабильному получению таких результатов в промышленных условиях препятствует недостаточная изученность многих сторон процесса текстуробразования.

К числу наименее выясненных в настоящее время вопросов текстуробразования при рекристаллизации относятся такие кардинальные вопросы, как:

- а) механизм образования зародышей новых зерен при первичной рекристаллизации;
- б) факторы, определяющие ориентировку зародышей и первично рекристаллизованных зерен;
- в) сущность ориентационных соотношений между текстурами деформации и рекристаллизации;
- г) роль полигонизации в формировании текстур отжига;

д) причины, приводящие к избирательному росту зерен при вторичной рекристаллизации и др.

Такое обилие невыясненных вопросов в значительной степени обусловлено сложностью явления и недостаточным вниманием, уделяемым изучению макро- и микронеоднородностей деформированной трансформаторной стали и их влиянию на структурные и текстурные изменения, происходящие при нагреве. Выполненные в последние годы работы по изучению этих процессов в деформированных монокристаллах высокой чистоты дали ценные и интересные результаты. Однако применимость полученных закономерностей к поликристаллическим материалам технической чистоты и особенности, возникающие в таких случаях, требуют специальных исследований.

Целью настоящего исследования явилось изучение процессов текстурообразования и рекристаллизации, развивающихся в холодной прокатанной трансформаторной стали при окончательном отжиге, и установление взаимосвязи этих процессов с характером и особенностями структуры, образовавшейся при холодной прокатке.

Работа состоит из VII глав. В литературном обзоре анализируются существующие теории текстурообразования при отжиге; основное внимание при этом уделено рассмотрению механизмов образования зародышей первичной и вторичной рекристаллизации.

Во II главе приведены сведения о методике и материале исследования. В III, IV, V, VI и VII главах описаны и обсуждены основные экспериментальные результаты работы.

Диссертация содержит 129 стр. машинописного текста и 84 рисунка. Библиография представлена 257 источниками.

1. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ.

Работа проводилась на образцах пяти промышленных плавок, отобранных на исследование после 1-ой холодной прокатки на Магнитогорском металлургическом комбинате. Светлый отжиг проводили по двум режимам:

- а) при 1073°K с выдержкой в течение 24-х часов,
- б) при 1173°K с выдержкой в течение 100 часов.

Затем образцы подвергали второй холодной прокатке с толщиной 1 мм до 0,35 мм, после чего их нагревали до различных температур в лабораторной вакуумной печи (разрежение $\sim 10^{-4}$ мм рт. ст./ $1,33 \cdot 10^{-2}$ н/м²). Различные режимы светлого отжига имели целью получить две группы образцов одинакового состава, но отличающихся более чем в 20 раз по размеру зерен. Это позволило более детально изучить процессы, развивающиеся при нагреве в объеме и по границам деформированных кристаллитов, и получить дополнительную информацию о влиянии микролокальных особенностей структуры на текстурные изменения при рекристаллизации.

Изучение структуры образцов в деформированном состоянии и на различных этапах их отжига осуществлялось в основном методом электронной микроскопии тонких фольг "на просвет" с параллельным использованием электронографической техники. Фольги готовили химической полировкой и просматривали в микроскопе УЭМВ-100 при ускоряющем напряжении 100 кВ.

При использовании методов оптической металлографии о дислокационной структуре судили по ямкам травления, а об ориентировке кристаллитов либо их участках - по фигурам травления. О направлении миграции границ зерен судили по канавкам термического травления.

Рентгеновское изучение текстур проводили по полюсным фигурам, полученным дифрактометрическим методом с использованием текстурной приставки. Конструкция приставки предусматривала возвратно-поступательное движение образца. Съемки вели в железном излучении методом "на отражение". Дополнительно о выраженности различных компонент текстуры судили по результатам отношений интегральных интенсивностей различных интерференционных максимумов исследуемых образцов к соответствующим максимумам бестекстурного эталона

$$G(h_1k_1l_1) = I^{обс}(h_1k_1l_1) / I^{рф}(h_1k_1l_1)$$

При определении размеров зерен и их ориентировок, помимо металлографического метода, использовали данные о величине флуктуаций интенсивности на дифрактометрических кривых, полученных по методу Варрета.

Величину максимальной внутриверенной разориентировки определяли как разность между радиальным уширением рефлекса от отдельного кристаллита, записанного при качании образца и неподвижном счетчике, и шириной линии от того же зерна, полученной при синхронном вращении образца и счетчика. Съемки осуществлялись на аппарате ДРОН-1. Для улучшения геометрии съемки и обеспечения расщепления дублета на первых линиях на трубку устанавливали дополнительную щель (0,03 мм), что позволило уменьшить угол сходимости в горизонтальном направлении до 15'. Значение удельной внутриверенной разориентировки определяли из отношения максимальной разориентировки к размеру кристаллита, величину которого определяли по амплитуде интенсивности на кривой качания.

Об изменении тонкой структуры в процессе дорекристаллизационного отжига судили по ширине рентгеновских интерференций $(110)_{\Delta_1}$ и $(310)_{\Delta_1}$. Кроме того, в отдельных случаях измеряли микротвердость и магнитные свойства (потери на перемагничивание, электромагнитную индукцию).

II. ТЕКСТУРА И СТРУКТУРА ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

Изучение текстуры образцов после 2-ой холодной прокатки показало, что основными ее компонентами являются: $(111)/112/$; $(100)/011/$; $(112)/110/$ ($G(111) : G(100) : G(112) \approx 5:3:2$). При этом рассеяние текстуры по направлению прокатки превосходит ее рассеяние по плоскости.

Анализ текстур после различных технологических операций свидетельствует, что в процессе повторяющихся циклов "холодная прокатка - рекристаллизация" постепенно происходит усиление компоненты $(111)/112/$.

Проведенное в работе изучение распределения текстуры по сечению холоднотянутых листов показывает, что сведения, имеющие - ся по этому вопросу в литературе, основанные на результатах определения текстуры только в поверхностном и центральном слоях листа, недостаточно полно отражают реальную картину. Исследование текстуры в различных слоях сечения (через каждые 0,02 мм) свидетельствует, что центральные и особенно поверхностные слои характеризуются сравнительно рассеянной текстурой. В промежуточных приповерхностных слоях компонента (111)/112/ выражена наиболее четко.

Опытами по выяснению влияния условий холодной прокатки на развитие текстурной неоднородности по сечению показано, что рассеяние текстуры в поверхностных слоях зависит от величины контактного трения. Уменьшение сил трения (за счет использования высокоэффективной технологической смазки) способствует развитию острой текстуры в поверхностных слоях, тогда как увеличение сил трения приводит к усилению рассеяния текстуры. На степень неоднородности текстуры внутренних слоев величина контактного трения не оказывает заметного влияния. Анализ возможных факторов, влияющих на развитие текстур деформации, позволяет считать, что характер рассеяния текстуры во внутренних слоях является следствием структурной и, в меньшей мере, химической неоднородности по сечению. Структурная неоднородность (наличие у поверхности мелких зерен и более крупных в центральных слоях полосы) развивается при горячей прокатке и сохраняется при последующих операциях вплоть до начала вторичной рекристаллизации при окончательном высокотемпературном отжиге.

Изучение строения деформированного состояния показало, что холодная прокатка приводит к "сплющиванию" кристаллитов и развитию в них субзеренной структуры. Границы субзерен представляют собой области повышенного скопления дислокаций достаточно большой протяженности (достигающей нескольких сот ангстрем). Ра-

ориентировка по субграницам осуществляется плавно и достигает $3-4^\circ$. По форме различаются вытянутые и равноосные субзерна. Взаимосвязь между параметрами субзерен (их формой, размерами) и ориентировкой деформированных кристаллитов не наблюдается - в пределах зерна структурная неоднородность оказывается большей, чем различия в субструктуре отдельных кристаллитов. Вместе с тем между параметрами субзерен и кривизной решетки в различных микрорегионах (характером разориентировки в них) отмечается определенная корреляция.

По характеру разориентировки в структуре деформированных кристаллитов различаются: полосы матрицы, микрополосы и приграничные области. Кроме того, в структуре матрицы крупнозернистых образцов присутствуют полосы Неймана.

Полосы матрицы представляют собой области, в пределах которых разориентация при переходе от субзерна к субзерну не накапливается. Усредненная по полосе разориентировка близка к нулю.

Смежные полосы матрицы внутри зерна разделяются микрополосами, представляющими собой области шириной $1-2 \text{ мк}$, состоящие из узких субзерен (сегментов), вытянутых вдоль направления микрополосы. Количество субзерен по ширине микрополосы колеблется от 10 до 25. Разориентировка в микрополосах осуществляется серийой дискретных $3-4$ -х градусных поворотов при переходе от сегмента к сегменту и достигает в пределах микрополосы нескольких десятков градусов. В микрополосах большинства кристаллитов (за исключением кристаллитов $(100)/OKL/$) искривление решетки имеет S -образный характер и происходит вокруг оси, лежащей в плоскости прокатки и параллельной направлению микрополосы. При таком характере разориентации в микрополосах кристаллитов $(111)/112/$ обнаруживаются субзерна, имеющие ориентировку $(110)/001/$.

Наряду с микрополосами в приграничных областях также отмечается значительное искривление решетки, зависящее от ориентации смежных кристаллитов по отношению к действующим при дефор-

мации силам. При этом равноосные субзерна полос матрицы по мере приближения к границам приобретают вытянутую форму.

Ш. СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ДОРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННОМ НАГРЕВЕ

Нагрев деформированных образцов в интервале температур возврата не приводит к заметным изменениям ориентировок, но скачивается на параметрах тонкой структуры. Развивающиеся при этом полигонизационные процессы включают в себя аннигиляцию дислокаций, их перестройку с образованием упорядоченной дислокационной структуры и рост субзерен.

В соответствии с задачей исследования основное внимание уделялось изучению особенностей перераспределения дислокаций в различных микрообъемах деформированной матрицы. Было установлено, что в микрополосах и приграничных участках термически активируемое перераспределение дислокаций начинается раньше и развивается более интенсивно, чем в полосах матрицы. Причем в мелкозернистых образцах температурно-временной интервал между началом заметного перераспределения дислокаций в различных микроучастках уже, чем в крупнозернистых, где эти процессы протекают более вяло и неоднородно.

Исследование кинетики разупрочнения различных кристаллитов крупнозернистого образца показало, что независимо от их ориентировки характер разупрочнения не меняется. Вместе с тем неоднородность развивающихся процессов в пределах одного кристаллита оказывается большей, чем разница в усредненной скорости возврата различным образом ориентированных зерен.

Примечательно, что при дорекристаллизационном нагреве продолжается дальнейшая дифференциация структуры в разных участках деформированной матрицы. Как свидетельствуют электрономикроскопические исследования структуры матрицы на различных стадиях дорекристаллизационного отжига в приграничных областях и

особенно в микрополосах, перераспределение дислокаций приводит к формированию подвижных субграниц, росту субзерен (интенсивному на стадиях, предшествующих началу рекристаллизации) и, соответственно, увеличению углов мозаичности.

В полосах матрицы субграницы характеризуются никакой миграционной способностью, и развивающиеся полигонизационные процессы не приводят к заметному огрублению субструктуры и к увеличению углов мозаичности.

1У. СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ НА СТАДИИ ПЕРВИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Изучение кинетики первичной рекристаллизации показало, что развитие этого процесса в образцах различных плавок качественно однотипо, и многие закономерности аналогичны тем, которые имеют место при рекристаллизации других технических материалов. Однако, в поведении исходно мелко- и крупнозернистых образцов наблюдаются определенные количественные отличия. Это касается как развития рекристаллизации (в мелкозернистых образцах рекристаллизация протекает интенсивней), так и ориентационных изменений, сопровождающих ее.

Текстура рекристаллизации мелкозернистых образцов аналогична текстуре деформации с той лишь разницей, что в ней отмечается некоторая тенденция к увеличению ее рассеяния. В текстуре рекристаллизации крупнозернистых образцов появляются компоненты (в частности, $(110)/001$), не обнаруживаемые на плоских фигурах, полученных с деформированных образцов.

Такое различие в результатах первичной рекристаллизации мелко- и крупнозернистых образцов в значительной степени объясняется особенностями зародышеобразования при рекристаллизации.

Возникновение зародышей рекристаллизации осуществляется не статистически равномерно по объему деформированных кристаллитов, а локализуется по границам зерен, в приграничных областях и микрополосах. Кроме того, в крупнозернистых образцах зародыше-

образование наблюдали в полосах Неймана и около некоторых вclusions. Ориентировки новых зерен, возникших в пределах одного кристаллита, но в различных его участках, могут существенно отличаться друг от друга. Зародыши, которые образуются в объеме деформированных зерен, обычно имеют ориентировку, отличную от окружающей матрицы, а зародыши, возникшие по границам исходных зерен, незначительно отличаются по ориентировке от одного из этих зерен. В случае исходной мелкозернистой матрицы образование зародышей в основном имеет место по границам зерен - отношение числа зародышей, образовавшихся в объеме кристаллитов ($N_{об}$), к числу зародышей, возникших по границам ($N_{гр}$), в мелкозернистой матрице мало и растет по мере увеличения размеров исходных зерен. Следовательно, различие в текстуре рекристаллизации мелко- и крупнозернистых образцов обусловлено различным удельным вкладом в рекристаллизацию таких структурных составляющих, как границы зерен, микрополосы и др.

В результате электронномикроскопического изучения рекристаллизации было установлено, что в различных микрообъемах кристаллитов в соответствии с характером их исходной субструктуры реализуются различные механизмы формирования центров первичной рекристаллизации.

Зародышеобразование по границам зерен осуществляется путем роста некоторых приграничных субзерен миграцией их высокоугловых границ, совпадающих с границами исходных зерен. В первую очередь мигрируют те участки границ, для которых создаются благоприятные условия как в отношении движущей силы миграции, так и в отношении подвижности. Необходимая движущая сила обеспечивается различиями в размерах субзерен и плотности дислокаций по обе стороны высокоугловой границы, что обусловлено неодинаковой ориентацией кристаллитов по отношению к действующим при деформации силам и связанной с этим неоднородностью развития

полигонизационных процессов. На более поздних стадиях зародышеобразования, а также на начальных стадиях, когда миграция высокоугловой границы по каким-либо причинам заторможена, возможно развитие зародышей и в сторону матричных кристаллитов. При этом, ввиду особенностей строения приграничных областей, разориентировка между зародышем и матрицей увеличивается.

Выросшее рекристаллизованное зерно имеет ориентировку такую же, как и исходное субзерно, но вследствие искривления приграничных участков разориентировано на некоторый угол относительно глубинных областей матричного кристаллита.

Зародышеобразование в микрополосах. Зародыши рекристаллизации в этих участках формируются из субзерен в результате миграции их относительно подвижных границ.

По мере роста субзерен в микрополосе развиваются высокоугловые границы, знаменующие начало рекристаллизации. Выросшие новые зерна имеют ту же ориентировку, что и области микрополос, на которых они развились, то есть ориентировка их зависит от характера разориентировки соответствующей микрополосы и от того, в каком месте по сечению ее (в центре или на периферии) образовался зародыш. От кривизны решетки микрополос и строения границ образующих их сегментов в существенной мере зависит и склонность к зародышеобразованию. Причем наибольшая скорость возникновения новых зерен отмечается в отдельных кристаллитах $(111)/112/$. Ориентировки таких зерен заключены в диапазоне от $(110)/001/$ до $(111)/112/$.

Зародышеобразование в приграничных областях, по границам полос матрицы и около включений. Зародыши рекристаллизации в этих микроучастках часто имеют такую ориентировку, которую невозможно объяснить только миграцией границ исходных субзерен. Полученные данные свидетельствуют о том, что в таких случаях в процессе зародышеобразования существенную роль играет враще-

ние и коалесценция субзерен, подобно тому, как это постулировалось Ли и Хью. Термически активируемое перераспределение дислокаций в границах приводит к уменьшению разориентировки между одними субзернами и увеличению между другими, то есть, фактически к относительному развороту субзерен. В результате в структуре образцов перед началом рекристаллизации наблюдаются группы субзерен, об"единенные общими границами. Причем углы разориентировки между субзернами в этих группах меньше, чем углы между такими группами и окружающей матрицей. Такие группы и являются зародышами рекристаллизации. По мере выхода дислокаций из исчезающих (внутренних) границ разориентировка по наружным границам увеличивается и становится возможным дальнейшее развитие зародышей как коалесценцией, так и миграцией образующихся высокоугловых границ.

Анализ дислокационной структуры исчезающих границ на различных стадиях коалесценции показывает, что сначала границы слабо разориентированных субзерен превращаются в малоугловые границы наклонного типа (это связано с большей подвижностью винтовых дислокаций в субграницах) и лишь потом происходит удаление краевых дислокаций. Примечательно, что перераспределение дислокаций малоугловых границ и исчезновение последних, как правило, начинается с периферии зародыша и постепенно распространяется к его центру. Развивающаяся в результате этого неравномерная плотность дислокаций по длине границ вызывает упругие искажения решетки. Последнее предполагает активизацию коалесценции под воздействием внутренних напряжений. Такими напряжениями могут быть остаточные напряжения; напряжения между субзернами различных микрорегионов, характеризующихся неравномерным развитием полигонизационных процессов; напряжения, обусловленные присутствием частиц второй фазы и т.д. С этим, по-видимому, и связано, что рекристаллизация по механизму коалесценции имеет преимущественно в приграницных участках и слабо выражена.

В полосах матрицы из-за отсутствия больших разориентировок (отсутствия необходимого избытка дислокаций одного знака) процесс ограничивается стадией рекристаллизации "in situ" и практически не доходит до формирования зародышей, отделенных высокоугловыми границами.

Рост зародышей рекристаллизации. Конфигурация развивающихся зародышей свидетельствует, что миграция их границ осуществляется под воздействием градиента напряжений по разные стороны границы и под влиянием зернограницной энергии. Анизотропия скорости роста зародышей в значительной мере обусловлена неравномерностью распределения искажений в деформированной матрице и разориентировкой между зародышем и матрицей.

С целью выяснения природы "зародышей" вторичной рекристаллизации была прослежена ориентационная зависимость скорости роста зерен при первичной рекристаллизации. Вопрос сводился к следующему: растут ли зерна (110)/001/ в деформированной матрице (111)/112/ быстрее, чем зерна другой ориентации, и если это так, то приводит ли такой рост к тому, что к концу первичной рекристаллизации зерна (110)/001/ становятся наиболее крупными в структуре.

При решении этого вопроса сопоставляли размеры наиболее крупных зерен (110)/001/ и зерен иной ориентировки, развивающихся из одних и тех же микрополос деформированных кристаллитов (111)/112/. В качестве исследуемого материала использовали крупнозернистые образцы, отожженные таким образом, что новые зерна, растущие на смежных микрополос, не сталкивались друг с другом. Было проанализировано 200 микрополос. В 167 случаях зерна (110)/001/ оказались более крупными. Это свидетельствует о большей скорости их роста в матрице (111)/112/ по сравнению со скоростью роста зерен небрововой ориентировки. Вместе с тем, проведенный металлографический и рентгеновский анализ структур образцов промышленной (мелкозернистой) трансформаторной стали

на различных стадиях первичной рекристаллизации показал, что зерна (110)/001/ не являются самыми крупными. Это объясняется тем, что инкубационный период зародышеобразования в микрополосах более длительный, чем при зародышеобразовании по границам зерен. В случае исходной мелкозернистой структуры образующиеся по границам центры в значительной мере успевают прорасти вглубь деформированных кристаллитов еще до зародышеобразования в микрополосах. В результате заметно уменьшается объем, в котором оказывается возможным относительно свободное от столкновений развитие зерен, возникающих в микрополосах. Поэтому зерна (110)/001/, несмотря на большую миграционную способность их границ в матрице (111) /112/, не успевают на стадии первичной рекристаллизации обогнать в размерах зерна, инкубационный период зародышеобразования которых существенно короче.

У. РОСТ РЕКРИСТАЛЛИЗОВАННЫХ ЗЕРЕН.

ФОРМИРОВАНИЕ ЗАРОДЫШЕЙ ВТОРИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ.

Рост рекристаллизованных зерен на более поздних стадиях отжига сопровождается развитием заметной равнозернистости. При этом большинство наиболее крупных зерен имеет ориентировку близкую к ребровой. Поскольку по завершению первичной рекристаллизации в мелкозернистой матрице зерна (110)/001/ не были самыми крупными, разрастание их трудно объяснить только влиянием сил зернограницного натяжения. В качестве других факторов, предопределяющих их рост, могут выступать либо объемная, либо поверхностная энергия. В связи с этим было предпринято исследование тонкой структуры рекристаллизованных зерен. Результаты исследования их дислокационной структуры методами электронной и оптической микроскопии, данные рентгеновского определения удельной внутривзеренной разориентировки, а также результаты определения микротвердости свидетельствуют о том, что степень совершенства кристаллической решетки различных зерен мо-

жет быть существенно неодинаковой. Это различие обусловлено в основном механизмом и местом возникновения зародышей при первичной рекристаллизации. Зерна, образующиеся в микрополосах миграцией границ отдельных субзерен, более совершенны, чем зерна, возникшие по механизму коалесценции. В последнем случае велика вероятность сохранения в них некоторых дислокационных границ. Разориентировка по таким границам, определяемая из подсчета плотности дислокаций в них, достигает $30'$, что согласуется с данными рентгеновского анализа. Присутствие дислокаций, дислокационных границ и окружающих их вакансионных атмосфер повышает упругую энергию решетки этих зерен. Кроме того, на совершенстве рекристаллизованных зерен сказывается наличие в их объеме частиц второй фазы. Зародыши рекристаллизации, возникающие около включений или по границам исходных зерен (где преимущественно располагаются частицы второй фазы) или пересекающие в процессе своего развития исходные границы, содержат большее количество частиц, чем зародыши, возникающие в объеме деформированных кристаллитов (в микрополосах). Присутствие частиц само по себе, и в еще большей мере различие в коэффициентах термического расширения материала частиц и матрицы, ведет к возникновению при нагреве дополнительных напряжений, которые могут превысить предел упругости.

Была проведена приближенная оценка вклада, вносимого на наблюдаемый различием совершенства зерен в движущую силу миграции их границ. При этом допускалось, что все зерна двумерные, имеют гексагональную форму, в процессе миграции границы остаются прямыми и параллельными самим себе; удельная поверхностная энергия зерен одинакова. Тормозящее влияние сегрегаций и включений не учитывалось. Данные расчета свидетельствуют, что:

а) зерно $(110)/001/$ в окружении идентичных по размерам зерен типа $(111)/112/$ расти не может и под действием сил зернограницного натяжения должно быть поглощено;

б) зерно (110)/001/ будет устойчивым и сможет расти, если оно более чем в 2 раза превышает по размерам окружающие матричные кристаллиты, или в случае большего совершенства его кристаллической решетки.

Уже при наличии в матричных кристаллитах хотя бы по одной 0,5 + 1-градусной дислокационной границе, выходящей нормально к границе зерна (110)/001/, возникает движущая сила $\sim 10^4$ н/м², т.е. одного порядка с силами зернограничного натяжения, направленными на поглощение кристаллита (110)/001/аналогичными по размерам кристаллитами текстурованной матрицы (111)/112/.

Эти результаты хорошо согласуются с наблюдаемым усилением компоненты (111)/112/ в процессе собирательной рекристаллизации, и подтверждаются полученными в работе экспериментальными доказательствами миграции границ рекристаллизованных зерен под действием сил объемной энергии. При рассмотрении этого вопроса учитывалось возможное влияние сил поверхностного натяжения и объемная кривизна границ зерен.

Анализ структуры трансформаторной стали на различных стадиях отжига и специальные опыты по реализации вторичной рекристаллизации в тонких образцах, соответствующих различным слоям (по сечению) исходного листа, свидетельствуют, что формирование "зародышей" вторичной рекристаллизации происходит, как правило, не у поверхности и не в центральных слоях листа, а в слое на расстоянии 0,02-0,05 мм от поверхности.

Предпочтительное формирование "зародышей" в приповерхностном слое, являясь следствием текстурной и структурной неоднородности по сечению листа, обусловлено, в первую очередь, тем, что именно здесь компонента (111)/112/ наиболее развита. Поэтому для миграции границ зерен (110)/001/ в этом слое оказываются наиболее благоприятные условия.

Следует отметить, что асимметрия в неоднородности текстуры и структуры по сечению отражается на протекании вторичной рекристаллизации: "зародыши" возникают не одновременно в обоих приповерхностных слоях образца, а быстрее со стороны, соответствующей нижней части сляба при нагреве его перед горячей прокаткой.

Таким образом, полученные данные позволяют считать, что "зародышами" вторичной рекристаллизации становятся те наиболее совершенные кристаллиты первично рекристаллизованной матрицы, которые отличаются от остальных совершенных зерен большими размерами. Этому условию, прежде всего, отвечают зерна ребровой ориентировки:

- они совершенны, поскольку образуются миграцией границ сегментов в микрополосах кристаллитов (111)/112/;
- они растут быстрее и вырастают до больших размеров, чем зерна иных ориентировок, возникшие в тех же микрополосах;
- они крупнее зерен, развивающихся из микрополос других кристаллитов, так как кристаллиты (111)/112/ более склонны к рекристаллизации.

Те из ребровых зерен, которые оказываются недостаточно совершенными или меньшими некоторого критического размера ($R_{кр}$), поглощаются зернами (111)/112/ при собирательной рекристаллизации. По-видимому, величина $R_{кр}$ может меняться в широких пределах в зависимости от локальных особенностей структуры - размеров и совершенства окружающих кристаллитов и собственного совершенства потенциального "зародыша". Поскольку "зародыши" вторичной рекристаллизации возникают в подповерхностном слое, по-верхностная энергия не оказывает существенного влияния на их формирование. Вместе с тем, изменением параметров прокатки можно воздействовать на величину и положение слоя предпочтительного образования "зародышей" вторичной рекристаллизации. Так, уменьшением контактного трения при холодной прокатке удалось

вывести этот "слой" на поверхность. После прорастания "зародышей" на поверхность различия в значениях поверхностной энергии их и кристаллитов окружающей матрицы могут оказывать определенное влияние на их последующее развитие. Подтверждением этому служат данные по влиянию атмосферы отжига на структуру и свойства стали. С увеличением глубины вакуума с 13,3 до $1,83 \cdot 10^{-2}$ н/м² при высокотемпературном отжиге ребровая текстура становится совершенной. Заметно уменьшается отклонение плоскости (110) вторичных зерен от плоскости прокатки. При этом основные характеристики трансформаторной стали улучшаются более, чем на 10%.

На основании известных литературных данных этот эффект можно объяснить тем, что с уменьшением содержания кислорода в металле или кислородосодержащей атмосфере при отжиге поверхностная энергия кристаллографических плоскостей (110)- γ (110) уменьшается интенсивнее, чем γ (h k l). Вследствие этого зерна ребровой ориентировки приобретают дополнительный стимул для своего быстреего развития. Об этом, в частности, свидетельствуют и результаты сопоставления ориентировок растущих зерен на различных этапах вторичной рекристаллизации: среди "зародышей" встречаются кристаллиты, сильно отклоненные от ребровой ориентировки, но после длительного вакуумного отжига практически во всех крупных вторичных зернах плоскость (110) совпадает с плоскостью прокатки.

Предпочтительному росту "зародышей", имеющих ориентировку (110)/001/, наряду с минимальным значением γ (110) способствует и высокая миграционная подвижность их границ в матрице (111)/112/. Однако с повышением температуры отжига выше температуры начала вторичной рекристаллизации различие в скорости миграции границ "зародышей" ребровых и нерёбовых ориентировок уменьшается. Это приводит к тому, что большее количество "зародышей" перерастает во вторичные зерна, что и предопределяет уменьшение как размера зерен, так и степени совершенства ребровой текстуры.

Поскольку общие потери на перемагничивание складываются в основном из потерь на гистерезис (зависящих от совершенства текстуры) и потерь на вихревые токи (уменьшающихся с уменьшением величины зерна), то отжиг желательно проводить при некоторой оптимальной температуре, обеспечивающей наилучшее сочетание электромагнитных свойств.

У1. ВЛИЯНИЕ СТУПЕНЧАТОГО НАГРЕВА ПРИ ОКОНЧАТЕЛЬНОМ ОТЖИГЕ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ТРАНСФОРМАТОРНОЙ СТАЛИ

Несмотря на совершенствование ребровой текстуры при отжиге в атмосфере глубокого вакуума рассеяние направления /001/ продолжает оставаться значительным. С целью изыскания путей дальнейшего уменьшения рассеяния текстуры вторичной рекристаллизации исследовали влияние промежуточных выдержек при ступенчатом нагреве на структуру и свойства стали.

При этом исходили из того, что формирование "зародышей" вторичной рекристаллизации в существенной мере зависит от особенностей структуры первично рекристаллизованной матрицы. В свою очередь, на структуру первичной рекристаллизации могут оказывать влияние такие факторы, как характер дислокационной структуры, сложившейся к началу первичной рекристаллизации, температурные условия развития рекристаллизации и др. При изучении влияния ступенчатого нагрева на структуру и свойства была выбрана следующая схема термообработки: нагрев в вакуумной печи со скоростью $\sim 300^{\circ}/\text{час}$ до температуры промежуточной выдержки, которая варьировалась в интервале $723-1173^{\circ}\text{K}$, дальнейший нагрев до 1373°K с последующей 4-х часовой выдержкой и охлаждением со скоростью $\sim 300^{\circ}/\text{час}$. На обработанных таким образом образцах определяли величину удельных потерь на перемагничивание, электромагнитную индукцию, размер зерен и степень совершенства текстуры.

Было установлено, что одночасовая ступенька в интервале температур $773-823^{\circ}\text{K}$ и $1113-1173^{\circ}\text{K}$ приводит к заметному снижению удельных потерь (на $10+15\%$) и повышению электромагнитной индукции.

Изучение процессов, развивающихся при этих выдержках, свидетельствует, что их влияние обусловлено различными причинами. В случае низкотемпературной промежуточной выдержки проявляется конкурирующее влияние возврата на развитие первичной рекристаллизации. Процессы зародышеобразования относительно затормаживаются в микрополосах и интенсифицируются по границам исходных деформированных зерен. В результате центры рекристаллизации, возникающие в первую очередь по границам исходных кристаллитов, в процессе своего развития прорастают вглубь матричных зерен и поглощают приграничные области микрополос, в которых могли бы образовываться потенциальные "зародыши" вторичной рекристаллизации со значительным отклонением направления /001/ от направления прокатки. Таким образом, низкотемпературная промежуточная выдержка, оказывая влияние на структуру и текстуру первичной рекристаллизации, приводит к уменьшению вероятности появления среди "зародышей" вторичной рекристаллизации зерен с сильным рассеянием по направлению. Однако увеличение длительности выдержки при $773-823^{\circ}\text{K}$ более 1 часа (при данных параметрах нагрева) или повышение температуры до $873-923^{\circ}\text{K}$ приводит к ухудшению электромагнитных свойств. Это связано с тем, что чрезмерное уменьшение количества "зародышей" вторичной рекристаллизации (ввиду значительного уменьшения $N_{об.}$) приводит к укрупнению вторичных зерен, а более длительный интервал развития вторичной рекристаллизации - к возможности роста некоторых зерен неребровой ориентировки, то есть, к уменьшению совершенства текстуры. В случае высокотемпературной промежуточной выдержки ($1113-$

1173°К) в первично рекристаллизованной матрице развивается собирательная рекристаллизация, сопровождающаяся усилением в текстуре компоненты (111)/112/, то есть, создаются благоприятные условия для роста наиболее точно ориентированных ребровых зерен. Этим и обеспечивается совершенство текстуры вторичной рекристаллизации и улучшение электромагнитных свойств трансформаторной стали.

ВЫВОДЫ

1. Изучены структурные изменения и особенности текстурообразования, происходящие при нагреве холоднокатаной трансформаторной стали. Использование в качестве исследуемого материала образцов с различной величиной исходного зерна и применение комплекса современных методов исследования позволило получить некоторые новые данные, облегчающие понимание закономерностей текстурообразования в трансформаторной стали и управление этим процессом.

2. Показано наличие существенной неоднородности структуры трансформаторной стали после второй холодной прокатки как по сечению листа, так и в локальных микрооб"емах отдельных зерен. По характеру субструктуры и разориентировок между различными ее элементами в деформированных кристаллитах различаются полосы матрицы, микрополосы, приграничные области и полосы Неймана.

3. Перераспределение дислокаций, имеющее место при нагреве деформированных образцов, зависит от локальных особенностей их структуры и осуществляется неоднородно. Процессы перераспределения дислокаций развиваются прежде всего в микрооб"емах, характеризующихся значительной кривизной решетки (микрополосах, приграничных областях) и приводят к образованию в них подвижных субграниц, росту субзерен и возникновению центров рекристаллизации. В полосах матрицы заметного огрубления субструктуры и увеличения углов мозаичности не происходит, а субграницы характеризуются низкой миграционной способностью.

4. В микрообъемах, характеризующихся различной дислокационной структурой перед началом рекристаллизации, реализуются различные механизмы зародышеобразования:

а) по границам зерен зародышеобразование осуществляется миграцией отдельных участков высокоугловых границ исходных зерен;

б) в микрополосах и приграничных областях потенциальными зародышами являются отдельные субзерна с наиболее подвижными субграницами. Превращение их в зародыши осуществляется предпочтительно миграцией исходно малоугловых границ, быстро превращающихся в высокоугловые в силу особенностей строения микрополос;

в) около неметаллических включений, в приграничных областях и по границам полос матрицы зародышеобразование осуществляется преимущественно коалесценцией субзерен.

5. Склонность к рекристаллизации различных компонентов текстуры деформированной матрицы не одинакова. Наибольшей склонностью к рекристаллизации обладают отдельные кристаллиты, имеющие ориентировку (111)/112/, наименьшей - кристаллиты (100)/011/. Вместе с тем, первые зародыши рекристаллизации возникают не в объеме, а по границам деформированных зерен.

6. Ориентационные изменения при рекристаллизации в значительной степени обусловлены тем, какой из механизмов зародышеобразования превалирует. При зародышеобразовании миграцией границ субзерен новые зерна имеют ориентировку исходных субзерен; в случае коалесценции ориентировка рекристаллизованного зерна отличается от ориентировки исходных субзерен.

Изменение величины зерна перед холодной прокаткой и степени чистоты металла приводит к изменению вклада отдельных из перечисленных механизмов.

7. Совершенство кристаллической решетки новых зерен не одинаково и зависит от механизма и места их образования при первичной рекристаллизации. Наиболее совершенными являются зерна,

образовавшиеся миграцией границ субзерен микрополос.

8. "Зародышами" вторичной рекристаллизации становятся наиболее совершенные кристаллиты первично рекристаллизованной матрицы, отличающиеся от остальных совершенных зерен большими размерами. Этому условию прежде всего отвечают некоторые кристаллиты ребровой ориентации, возникающие в микрополосах зерен с ориентировкой (111)/112/.

9. Следствием неоднородности текстуры и структуры по сечению холоднокатаного листа трансформаторной стали является предпочтительное формирование "зародышей" вторичной рекристаллизации в подповерхностном слое (на глубине 0,02-0,05 мм от поверхности). Уменьшение величины контактного трения при холодной прокатке способствует уменьшению рассеяния текстуры деформации в поверхностных слоях, в результате чего вероятность формирования "зародышей" в них увеличивается.

10. Вклад поверхностной энергии в развитие вторичной рекристаллизации, незначительный на начальных стадиях процесса, может стать ощутимым после прорастания вторичных зерен к поверхности листа.

11. Улучшению электромагнитных свойств трансформаторной стали способствует:

а) проведение при окончательном высокотемпературном отжиге ступенчатого нагрева с предрекристаллизационной выдержкой, что обеспечивает в готовом листе большее совершенство текстуры (110)/001/ по направлению;

б) усиление в текстуре перед вторичной рекристаллизацией компоненты (111)/112/, благоприятствующей росту зерен (110)/001/. Усиление (111)/112/ достигается осуществлением многократного цикла "холодная прокатка - рекристаллизация", проведением ступенчатого нагрева с выдержкой при температурах (1123-1173°K), предшествующих вторичной рекристаллизации;

в) проведение отжига в атмосфере глубокого вакуума, что способствует росту зерен с наименьшим отклонением плоскости (110) от поверхности листа.

Основное содержание диссертации опубликовано в статьях:

1. Кочнов В.Е., Морозов А.Н., Гольдштейн В.Я., Гершман Р.Л. "Влияние полигонизации на магнитные свойства холоднокатаной стали", Сб. трудов НИИМ "Теория и практика металлургии", 1963, вып. 6, г. Челябинск.
2. Гольдштейн В.Я., Кочнов В.Е., Вербовещая Д.Э., Великов А.М. "О некоторых особенностях текстурообразования в трансформаторной стали", Сб. трудов НИИМ "Теория и практика металлургии", 1965, вып. 8, г. Челябинск.
3. Горелик С.С., Гольдштейн В.Я. "О формировании "зародышей" вторичной рекристаллизации в трансформаторной стали". Физика металлов и металловедение, 1967, т.23, в.4.
4. Горелик С.С., Гольдштейн В.Я. "Рекристаллизация холоднокатаной трансформаторной стали". Физика металлов и металловедение, 1968, т. 26, в.1.
5. Горелик С.С., Гольдштейн В.Я.; Вербовещая Д.Э. "О местах предпочтительного образования "зародышей" вторичной рекристаллизации", Известия ВУЗов, Черная Металлургия, 1968, № 5.
6. Гольдштейн В.Я., Гершман Р.Л., Савинская А.А. "Влияние возврата на первичную рекристаллизацию трансформаторной стали", Сб. "Проблемы металловедения и прогрессивной технологии термической обработки", 1968, г. Минск.
7. Горелик С.С., Гольдштейн В.Я. "Относительно роли об"емной энергии в процессе формирования "зародышей" вторичной рекристаллизации". Физика металлов и металловедение, 1969, т. 27, в.3.

Материалы работы докладывались и обсуждались на:

- Первом Всесоюзном съезждении по текстурам и рекристаллизации, февраль 1965, г. Свердловск;

- Конференции молодых ученых, март 1967, г. Москва, ЦНИИМ;

- Первой межреспубликанской конференции "Новое в термической обработке", февраль 1968, г. Рига;

- Межвузовской конференции Всесоюзного значения по текстурам и рекристаллизации, май 1968, г. Днепропетровск.

По теме диссертации получено авторское свидетельство № 171418 от 27/II-1965 г. "Ступенчатый вакуумный отжиг трансформаторной стали".

№02252 20/Ш-69г. Сдано в печать 21/Ш-69г. формат оумати 60х90/16
Объем 1,76 п.л. Отпечатано на роталпринте ЧПИ Тираж 120 экз.
заказ № 43