



УДК 669-176:537.624.8

АНИЗОТРОПИЯ КОЭРЦИТИВНОЙ СИЛЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ И ТЕКСТУРОВАННЫХ ЛИСТАХ СПЛАВА ЖЕЛЕЗА

Н.М. Шкатуляк¹, В.В. Усов², Е.А. Драгомерецкая³

¹кандидат физико-математических наук, приват-профессор кафедры физики, Государственное высшее учебное заведение «Южно-украинский национальный педагогический университет им. К.Д. Ушинского», г. Одесса, Украина, e-mail: shkatulyak@mail.ru

²доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедры общетехнических дисциплин и технологического образования, Государственное высшее учебное заведение «Южно-украинский национальный педагогический университет им. К.Д. Ушинского», г. Одесса, Украина, e-mail: valentin_usov50@mail.ru

³аспирант кафедры физики, Государственное высшее учебное заведение «Южно-украинский национальный педагогический университет им. К.Д. Ушинского», г. Одесса, Украина, e-mail: dragomeretskaya@bk.ru

Аннотация. Неразрушающим методом исследованы закономерности анизотропии коэрцитивной силы как в монокристаллах с поверхностью (001), так и листовых полуфабрикатах сплава Fe – 3 % Si с различной текстурой. Обсуждаются механизмы возникновения анизотропии коэрцитивной силы.

Ключевые слова: коэрцитивная сила, анизотропия текстура, монокристалл, листовой полуфабрикат, сплав Fe – 3 % Si

ANISOTROPY OF THE COERCIVE FORCE IN SINGLE CRYSTALS AND TEXTURED SHEETS OF IRON ALLOY

Nataliya Shkatulyak¹, Valentin Usov², Elena Dragomeretskaya³

¹candidate of physical and mathematical sciences, private professor of Physics Department, State Higher Educational Institution “South Ukrainian National Pedagogical University named after K.D. Ushinsky”, Odessa, Ukraine, e-mail: shkatulyak@mail.ru

²Doctor of physical and mathematical Sciences, Professor, Head of Department of technical disciplines and technology education, State Higher Educational Institution “South Ukrainian National Pedagogical University named after K.D. Ushinsky”, Odessa, Ukraine, e-mail: valentin_usov50@mail.ru,

³Postgraduate student of the Department of Physics, State Higher Educational Institution “South Ukrainian National Pedagogical University named after K.D. Ushinsky”, Odessa, Ukraine e-mail: dragomeretskaya@bk.ru

Abstract. In this paper we investigate by means non destructive method the regularities of anisotropy of coercive force both single crystals with the orientation of surfaces parallel (001) so and the polycrystalline sheets of alloy Fe - 3% Si with different texture. The mechanisms of anisotropy of coercive force are discussed.



Keywords: coercive force, anisotropy, texture, single crystal, semi finished sheet, alloy Fe - 3% Si.

Введение. Измерение уровня коэрцитивной силы – весьма перспективный магнитный метод исследования структурного состояния ферромагнитных конструкционных материалов [1], широко применяемых в машиностроении и горном металлургическом оборудовании. В ряде работ (например, [2, 3]) показана возможность оценки структурного состояния ферромагнитных материалов, уровня накопленных ими усталостных повреждений, величины внутренних напряжений путем измерения коэрцитивной силы H_c , которая является основной характеристикой петли магнитного гистерезиса и по определению не зависит от геометрических размеров образца. В общем случае коэрцитивную силу можно представить как сумму составляющих, обусловленных кристаллографической магнитной анизотропией, возникающими при наличии дефектов кристаллической решетки внутренними упругими напряжениями, и измельчением кристаллов и их вытянутостью [4].

Значительное количество работ посвящено исследованию анизотропии намагниченности в переменных и вращающихся магнитных полях, магнитных потерь, магнитострикции и коэрцитивной силы в монокристаллических образцах кремнистого железа и листах с текстурой Госсса $\{011\}\langle 100 \rangle$ [5-9]. Анизотропные характеристики при этом, как правило, измеряют на образцах, вырезанных в соответствующих направлениях, или дисках.

Имеющиеся стандартные приставные коэрцитиметры позволяют измерять коэрцитивную силу для различных изделий и элементов конструкций, в том числе в полевых условиях. Так, в работе [10] установлена линейная корреляция величины H_c , измеренной неразрушающим методом с помощью коэрцитиметра в направлении прокатки и поперечном направлении, с текстурой и уширением соответствующих дифракционных линий с ростом степени деформации для рулонной стали, трубной заготовки и трубных образцов, деформированных внутренним давлением. Однако закономерности анизотропии H_c , измеренной неразрушающими методами, изучены недостаточно.

Цель работы. Целью данной работы является установление закономерностей анизотропии коэрцитивной силы, измеренной неразрушающим методом, в монокристаллах и листах кремнистого железа Fe-3 % Si с различной текстурой.

Материал и результаты исследований. Исходным материалом послужили: полоса толщиной 0,2 мм сплава железа с 3 % кремния с крупными монокристаллами размером $\approx (10 \times 6)$ см и листовой полуфабрикат



кремнистого железа Fe – 3 % Si (масс.) толщиной 2,5 мм с равноосными зернами (средний размер ~ 22 мкм) в условиях заводской поставки.

Крупные кристаллы были выращены методом рекристаллизации. Ориентацию кристаллов определяли методом Лауэ. Все кристаллы были ориентированы так, что с плоскостью поверхности полосы совпадала кристаллографическая плоскость (001). Кристаллографическую текстуру в листе изучали рентгеновским методом с построением прямых и обратных полюсных фигур (ОПФ) направления нормали (НН) к плоскости листа, направления прокатки (НП), диагонального направления (ДН, то есть НП + 45°) и поперечного направления (ПН).

Коэрцитивную силу H_c измеряли неразрушающим методом с помощью коэрцитиметра КРМ-Ц-МА, который предварительно намагничивает образец до насыщения, размагничивает его до нуля и подвергает электронной обработке полную петлю магнитного гистерезиса с оценкой величины коэрцитивной силы H_c . Максимальная погрешность не превышает 2 % [11]. В крупных монокристаллах H_c измеряли в направлении [100] (H_{c001}), и направлениях, отклоненным от [100] на углы 45° (H_{c110}) и 90° (H_{c010}), лежащих в плоскости монокристаллов (001). В листе H_c измеряли в направлении прокатки ($H_{cНП}$), диагональном направлении ($H_{cДН}$, то есть в НП + 45°) и поперечном направлении ($H_{cПН}$) листа.

Далее исходный лист прокатали в направлении заводской прокатки (прямая прокатка) при комнатной температуре малыми обжатиями ($\sim 3-5$ %) на лабораторном прокатном стане с диаметром валков 180 мм до толщины 1,5 мм. От прокатанного таким образом листа отрезали часть, которую подвергли прокатке в направлении, измененном на 90° (поперечная прокатка), до конечной толщины 1,17 мм. После прямой и поперечной прокатки измерили коэрцитивную силу в указанных выше направлениях. Затем прокатанные листы для снятия наклепа подвергли дорекристаллизационному отжигу в течение 1 часа при 450°C . После отжига вновь измерили коэрцитивную силу в указанных выше направлениях листов.

Результаты измерения H_c в монокристаллах Fe – 3 % Si ориентировки (001)[110], полученные усреднением по 5 зернам, представлены в табл. 1.

Видно, что максимальное значение H_c наблюдается в направлении оси среднего намагничивания, которая совпадает с кристаллографическим направлением [110] [4].



Таблица 1.

Коэрцитивная сила в различных направлениях плоскости (001)
монокристаллов кремнистого железа Fe – 3 % Si

Коэрцитивная сила, А/см		
H_{c100}	H_{c110}	H_{c010}
0,45	0,55	0,4

На рис. 1 представлены ОПФ исходного листа сплава Fe – 3 % Si.

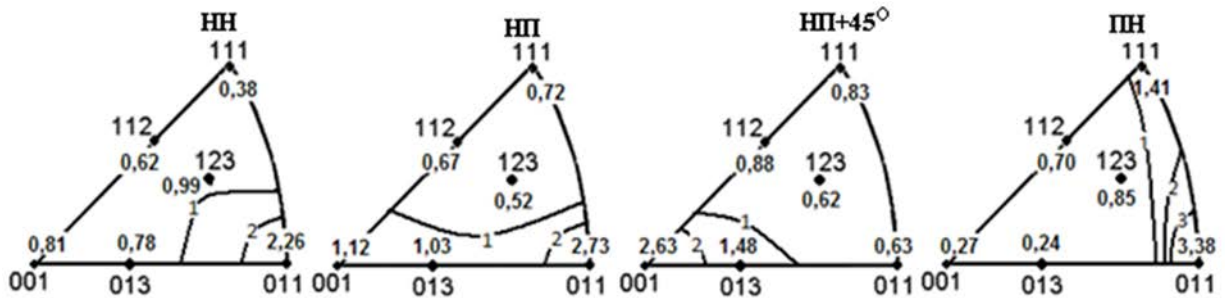


Рисунок 1. ОПФ исходного листа сплава Fe – 3 % Si толщиной 2,5 мм

Распределение полюсной плотности на рис. 1 может быть описано комбинацией идеальных ориентировок $\{011\}\langle 100 \rangle + \{011\}\langle 533 \rangle$ с примерно одинаковым объемным содержанием.

На рис. 2 видно, что после прямой прокатки до толщины 1,5 мм в листе сплава Fe – 3 % Si сформировалась текстура $\{001\}\langle 110 \rangle + \{111\}\langle 110 \rangle$ с примерным объемным содержанием 77 и 23 %.

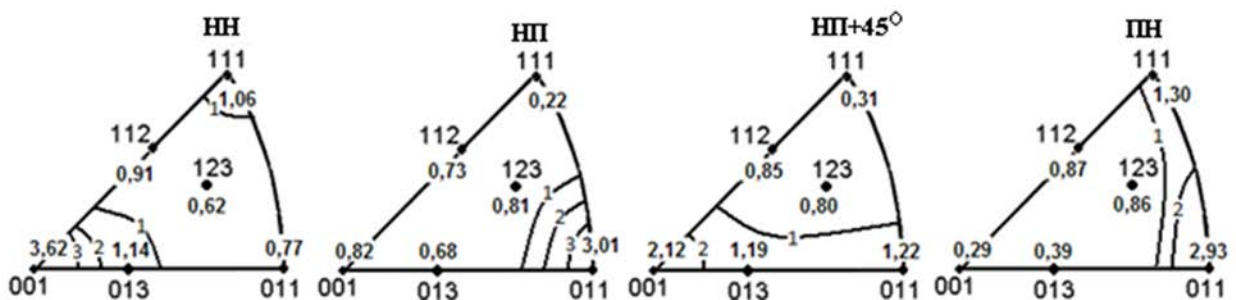


Рисунок 2. ОПФ листа сплава Fe – 3 % Si после прямой прокатки до толщины 1,5 мм

На рис. 3 видно, что после поперечной прокатки в листе сформировалась текстура повернутого куба типа $\{001\}\langle 110 \rangle$.

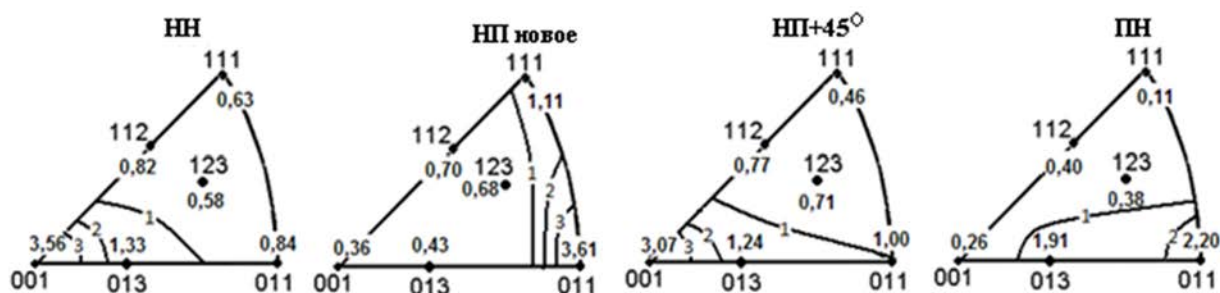


Рисунок 3. ОПФ листа сплава Fe – 3 % Si после поперечной прокатки до толщины 1,17мм

Результаты измерения коэрцитивной силы в исходном листе представлены в табл. 2.

Таблица 2.

Коэрцитивная сила в исходном листе сплава Fe – 3 % Si

Тип текстуры	Коэрцитивная сила H_c , А/см		
	$H_{снп}$	$H_{сдн}$	$H_{спн}$
{011}<100>+{011}<533>	2,04	2,31	2,40

Видно, что имеет место анизотропия коэрцитивной силы. Минимальное значение коэрцитивной силы наблюдается в НП, максимальное – в ПН, а в ДН, то есть в направлении под углом 45° к НП, – промежуточное значение.

В работе [8] были исследованы анизотропные магнитные свойства двух марок электротехнической стали с 3,25 % кремния с текстурой Госсса. Было показано, что изменения напряженности H намагничивающего поля в стали прямо пропорциональны внутренней энергии W_k магнитной анизотропии кубического монокристалла. При этом максимум величин как H , так и W_k соответствовал направлению трудного намагничивания [111], лежащего под углом 55° к НП в листе с острой текстурой Госсса.

Анизотропию коэрцитивной силы в листах, как изотропной, так и анизотропной электротехнической стали с текстурой Госсса отмечали ранее в исследованиях [12]. При этом минимальное значение H_c было найдено в направлении [100], которое расположено в НП для текстурированной стали, а максимальное – в направлении [110], лежащее в ПН, но не под 55° к НП, в котором лежит направление [111] в листах с текстурой Госсса. Аналогичное поведение коэрцитивной силы в трансформаторной стали с 3,2 % Si с текстурой Госсса было отмечено в [13], где было показано, что стенки 180° доменов при такой текстуре ориентированы параллельно НП. Когда поле приложено в ПН, то есть перпендикулярно 180° доменным стенкам, их движение невозможно. В этом случае необратимое вращение на 90°



должно произойти до любого движения доменных стенок, а это означает более низкую начальную проницаемости для 90° образца и максимум коэрцитивной силы в ПН.

В работе [9] исследовали в переменных магнитных полях намагниченность в образцах Эпштейна, вырезанных через каждые 15° от НП до ПН из листов изотропной электротехнической (NO – Non Oriented) и анизотропной текстурованной (GO – Grain Oriented) стали с 3,5 % Si, имеющую текстуру Госсса. При малой величине индукции внешнего поля ($B = 0,5 - 1,02$ Тл) в анизотропной стали с текстурой Госсса ось легкого намагничивания лежит в НП, а ось трудного намагничивания – в ПН. В случае высокой величины B ось трудного намагничивания находится под углом 60° к НП, а ось легкого намагничивания – в НП. Такое влияние величины B на ориентацию осей легкого и трудного намагничивания в [9] объясняют взаимодействием и движением 90° и 180° стенок доменов при намагничивании. Аналогичное поведение наблюдается и в изотропной NO стали при высоком уровне индукции. Анизотропия при этом не такая сильная, как в случае Fe-Si GO стали [9]. При этом отмечается, что положение оси анизотропии оказалось непосредственно связанным с удельными потерями энергии. Наименьшие потери наблюдаются в направлении прокатки (GO и NO) и самые высокие значения при 60° в случае GO полос и, соответственно, при 90° в случае NO полос.

Анизотропия гистерезисных потерь на монокристаллических дисках из 4% кремнистого железа с поверхностью (110), связанная с положением легкой и трудной осей намагничивания, обнаружена также в работе [7]. Результаты были объяснены на основе изменений в доменной структуре. Поверхностная энергия доменных стенок, когда две смежные стенки сливаются и исчезают [7] в течение каждого цикла, может быть преобразована в потери на гистерезис.

Аналогичная роль вклада взаимодействия 180° и 90° доменов в коэрцитивную силу ранее была представлена в работе [5], в которой получено количественное соотношение, связывающее величину H_c с энергией единицы объема поперечных доменов и их относительным объемом. Результаты, полученные по предложенному соотношению, оказались близкими данным их экспериментов.

Не исключая влияния вышеуказанных факторов на развитие наблюдаемой анизотропии коэрцитивной силы, оценим энергию магнитной кристаллографической анизотропии в исследуемом нами исходном листе сплава Fe – 3 % Si. Внутренняя энергия в исследуемом ферромагнитном материале подчиняется критерию минимизации. При однородной внутренней структуре материала и отсутствии внешнего приложенного напря-



жения можно предположить, что коэрцитивная сила связана лишь с энергией магнитной кристаллографической анизотропии. Энергия магнитной кристаллической анизотропии W_k для материала кубической системы в первом приближении может быть выражена как [4]

$$W_k \approx K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2) \quad (1)$$

Назовем выражение

$$\psi = (\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2) \quad (2)$$

функцией анизотропии магнитокристаллической энергии.

В результате расчета функции Ψ для указанных в табл. 2 ориентировок были получены значения 0,173; 0,312; 0,315 для НП, ДН и ПН, соответственно. Проведенный нами корреляционный анализ показал тесную линейную корреляцию между значениями функции Ψ и H_c с коэффициентом надежности аппроксимации $R^2 = 0,95$.

Таким образом, характер наблюдаемой нами анизотропии коэрцитивной силы в исходном листе сплава Fe – 3 % Si может быть объяснен, в основном, влиянием энергии магнитной кристаллографической анизотропии.

Результаты измерения коэрцитивной силы после прокатки представлены в табл. 3.

Таблица 3.

Коэрцитивная сила в прокатанных листах сплава Fe – 3 % Si

Тип текстуры	Коэрцитивная сила H_c , А/см					
	До отжига			После отжига		
	$H_{cНП}$	$H_{cДН}$	$H_{cПН}$	$H_{cНП}$	$H_{cДН}$	$H_{cПН}$
Прямая прокатка {001}<110>+ {111}<110>	4,5	4,7	4,9	2,4	2,6	2,7
Поперечная прокатка {001}<110>	4,6	5,2	5,7	2,4	2,6	2,9

В табл. 3 видно, что после прокатки (но до отжига) величина коэрцитивной силы значительно выросла по сравнению с ее значением в исходном листе. По всей вероятности увеличение коэрцитивной силы в листах сплава обусловлено возникновением напряжений при прокатке. При этом анизотропия H_c также имеет место. После отжига величина H_c уменьшилась почти вдвое по сравнению с H_c после прокатки. При этом нами установлены тесные корреляционные линейные связи между значениями коэрцитивной силы до и после отжига с коэффициентами надежности аппроксимации R^2 не меньше 0,96. Это означает, что напряжения, возникшие при прокатке, оказали изотропное влияние на коэрцитивную силу листов.



Отожженные после прокатки листы показывают анизотропию коэрцитивной силы, аналогичную таковой в исходном листе, хотя их текстура отличается от исходной текстуры (рис. 1–3). Как следует из табл. 3, минимум H_c после прямой прокатки наблюдается в НП, максимум – в ПН, а в ДН – промежуточное значение. При этом наблюдаемая анизотропия не может быть объяснена влиянием магнитной кристаллографической анизотропии. Функция анизотропии ψ , рассчитанная по (2) с учетом соответствующего объемного содержания указанных ориентировок, показывает максимум в НП и ПН и минимум под углом 45° к НП. Аналогичные результаты получаются и для листа после поперечной прокатки. Это не соответствует экспериментальным данным в табл. 3.

Ранее в работе [6] исследовали гистерезисные потери в магнитном поле при вращении монокристалла кремнистого железа с содержанием кремния около 4 % с поверхностью, ориентированной в плоскости (001). Анизотропия гистерезисных потерь практически отсутствовала до намагниченности примерно 0,71 от насыщения. При намагниченности выше указанного уровня различие в гистерезисных потерях, измеренных в направлении [100] и [110] составила примерно 8 % от среднего значения намагниченности за счет влияния размагничивающего поля в образце. В области намагничивания $\approx 0,95$ от уровня насыщения и выше гистерезисные потери резко уменьшаются практически до нуля. Такое поведение гистерезисных потерь в области намагничивания выше 0,71 от насыщения было объяснено необратимым движением стенок магнитных доменов и их аннигиляцией, что было подтверждено наблюдениями динамики доменной структуры, расчетами и измерениями.

Наши измерения коэрцитивной силы были выполнены, как упоминалось выше, с помощью коэрцитиметра КРМ-Ц-К2М, который предварительно намагничивает образец до насыщения. Поэтому можно предположить, что после отжига прокатанных листов исследуемого сплава с текстурой, при которой в плоскости листа расположено семейство кристаллографических плоскостей {001}, анизотропия H_c обусловлена в основном, формой и размером зерен после прокатки, а не текстурой и упругими напряжениями.

Зависимость коэрцитивной силы от размера зерна d_3 в общем случае имеет вид [14]

$$H_c = \frac{A}{d_3} + B \quad (3)$$

где A, B – некоторые числовые коэффициенты.

Аналогичные зависимости были найдены и в более поздних работах [15-17].



Общая истинная относительная логарифмическая деформация составила 0,5 и 0,76 для прямой и поперечной прокаток, соответственно. В таком случае деформацию можно считать однородной. Применяя принцип Тейлора – Поляни [18], будем считать, что каждое зерно деформируется так же, как и весь образец в целом. Проведенный нами корреляционный анализ величины зерна и коэрцитивной силы в НП, ДН и ПН после прокатки в отожженных листах показал наличие тесных линейных связей между значениями H_c и $1/d$. Коэффициенты надежности аппроксимации R^2 составили $\approx 0,99$.

Таким образом, анизотропия коэрцитивной силы в прокатанных листах сплава Fe – 3 % Si с текстурой, при которой параллельно плоскости прокатки лежат кристаллографические плоскости {001} обусловлена, в основном, формой и размером зерен вследствие особенностей динамики доменной структуры.

Вывод. В монокристаллах с поверхностью (001) максимальное значение коэрцитивной силы найдено в направлении оси среднего намагничивания, которая совпадает с кристаллографическим направлением [110]. Минимум коэрцитивной наблюдается в направлениях [100] и [010] в соответствии с магнитокристаллической анизотропией.

В листе сплава Fe-3 % Si толщиной 2,5 мм с текстурой {011}<100>+{011}<533> минимальное значение коэрцитивной силы наблюдается в направлении прокатки, максимальное – в поперечном направлении, а промежуточное ее значение найдено в направлении под углом 45° к направлению прокатки, что обусловлено влиянием магнитокристаллической анизотропии.

В листе после прямой холодной прокатки до 1,5 мм толщины исходного полуфабриката сформировалась текстура {001}<110>+ {111}<110>.

В листе после дальнейшей холодной прокатки в поперечном направлении (поперечная прокатка) до толщины 1,17 мм образовалась текстура {001}<110>.

Анизотропия коэрцитивной силы после прокатки и отжига в листах сплава Fe – 3 % Si с текстурой {001} параллельной плоскости листов обусловлена влиянием формы и размера зерен вследствие особенностей динамики доменной структуры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Корзунин Г.С. Современное состояние контроля некоторых магнитных характеристик анизотропной электротехнической стали (обзор) / Г.С. Корзунин // Дефектоскопия. – 2005. – №10. – С. 23-57.
2. Zakhov V.A. Effect of external stresses on coercive force of carbon steels / V.A.



Zakhov, Borovkova M.A., V.A. Komarov, V.F. Muzhitskii // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1992. – Vol. 28, No. 1. – P. 33–37.

3. Muzhitskii V.F. Magnetic Measurements of Stressed-Strained States and Remaining Service Lives of Steel Structures in Hoisting Machines and Pressurized Vessels / V.F. Muzhitskii, B.E. Popov, G.Ya. Bezlyud'ko // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2001 – Vol. 37, No. 1. – P. 29–36.

4. Преображенский А.А. Магнитные материалы и элементы / Преображенский А.А., Бишард Е.Г. – М.: Высш. шк. – 1986. – 352 с.

5. Küppers D. Coercivity and Domain Structure of Silicon - Iron Single Crystals / D. Küppers, J. Kranz, A. Hubert // Journal of applied physics. – 1968. – Vol. 39, No. 2, P. 608–609.

6. Narita K. Rotational Hysteresis Loss in Silicon-Iron Single Crystal with (001) Surfaces / K. Narita, T. Yamaguchi // IEEE transactions on magnetic. – 1974. – Vol. Mag-10, No. 2. – P. 165-167.

7. Narita K. Rotational and alternating hysteresis losses in 4% silicon-iron single crystal with the {110} surface // K. Narita, T. Yamaguchi // IEEE transactions on magnetic. – 1975. – Vol. Mag-11, No. 6, P 1661-1666.

8. Shirkoohi G.H. Anisotropic Properties of High Permeability Grain-oriented 3.25% Si-Fe Electrical Steel / G.H. Shirkoohi, M.A.M. Arikat // IEEE transactions on magnetic. – 1994. – Vol. 30, No. 2. – P 928–930.

9. Paltanea V. Magnetic Anisotropy in Silicon Iron Alloys / V. Paltanea, G. Paltanea, H. Gavrila // Electrical and Electronic Engineering. – 2012. – Vol. 2, No. 6. – P 383-388.

10. Лобанов Л.М. Анизотропия коэрцитивной силы и текстура деформируемой стали / Л.М. Лобанов, В.А. Нехотящий, М.Д. Рабкина, Усов В.В., Н.М. Шкатуляк, Е.Н. Ткачук // Деформация и разрушение материалов. – 2010. – № 10. – С. 19-24.

11. Номенклатура / Приборы и оборудование для неразрушающего контроля / магнитный анализатор КРМ-Ц-МА <http://promsouz.com/pribori14.html>

12. Soinski M. The Anisotropy of Coercive Force in Cold-Rolled Goss-Texture Electrical Sheets / M. Soinski // IEEE transactions on magnetic. – 1987. – Vol. Mag-23, No. 6. – P. 3878–3881.

13. De Campos M.F. Anisotropy study of grain oriented steels with Magnetic Barkhausen Noise / M.F. De Campos, M. A. Campos, F.J. G. Landgraf, L.R. Padovese // Journal of Physics: Conference Series. – 2011. – Vol. 303. – 012020.

14. Yensen T.D. Magnetic properties of iron as affected by carbon, oxygen and grain-size / T.D. Yensen, N.A. Ziegler // Trans. Amer. Soc. Met. – 1935. – Vol. 23. – P 556–557.

15. Kim Y.H. Iron Loss of Grain Size Controlled Very Thin Grain - Oriented Silicon Steels / Y. H. Kim, M. Ohkawa, K. Ishiyama, and K. I. Arai // IEEE transactions on magnetics. – 1993. – Vol. 29, No. 6. P. 3535 – 3537.

16. Petryshynetsa I. Influence of Microstructure Evolution on the Coercive Forces in Low Silicon Non-Oriented Steels / I. Petryshynetsa, F. Kovaca, V. Stoykaa, J. Boruta // Acta Physica Polonica A. – 2010. – Vol. 118, No. 5. – P. 1013 – 1014.

17. Landgraf F.J.G., da Silveira J. R. F., Rodrigues-Jr D. () “Determining the effect of grain size and maximum induction upon coercive field of electrical steels / F.J.G. Landgraf, da J.R.F. Silveira, Jr.D. Rodrigues // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2011. – Vol. 323. –P. 2335 – 2339.

18. Трефилов В.И. Структура, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена: [монография] / под общ. ред. В.И. Трефилова. – К.: Наук. думка, 1983. – 231 с.