

## МАГНИТНЫЙ АНАЛИЗ ПРОЦЕССОВ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ОТЖИГЕ ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННОГО НИКЕЛЯ

© 2022 г. В.Н. Костин<sup>1\*</sup>, В.Н. Перов<sup>1</sup>, Л.В. Михайлов<sup>1</sup>, Е.Д. Сербин<sup>1</sup>, О.Н. Василенко<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, Россия 620108 Екатеринбург,  
ул. Софьи Ковалевской, 18  
E-mail: \*kostin@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 15.09.2022; после доработки 27.09.2022  
Принята к публикации 30.09.2022

Исследовано изменение комплекса магнитных свойств при увеличении температуры отжига холоднодеформированного технически чистого никеля. Показано, что возврат приводит к монотонному изменению магнитных свойств, связанному со снятием внутренних напряжений и уменьшением плотности дислокаций в деформированных зернах. Установлено, что появления в структуре металла рекристаллизованных зерен вызывает изменение формы предельной петли гистерезиса материала и появление двух пиков полевой зависимости дифференциальной магнитной проницаемости на нисходящей и восходящей ветвях петли. Изменение соотношения объемов деформированных и рекристаллизованных зерен отражается на соотношении пиков. Завершение рекристаллизации снова приводит к единственному пику на полевой зависимости дифференциальной проницаемости. Установленные закономерности могут быть использованы для анализа процессов рекристаллизации никеля.

*Ключевые слова:* возврат, рекристаллизация, коэрцитивная сила, остаточная магнитная индукция, полевая зависимость дифференциальной проницаемости.

**DOI:** 10.31857/S0130308222110033, **EDN:** BUDFVE

Никель широко используется в различных отраслях промышленности, начиная с производства легированной стали [1, 2] и заканчивая сплавами, применяемыми в высокотехнологичной медицине [3] и машиностроении [4]. Добавка никеля в сплавы увеличивает их прочность, пластичность, износостойкость, коррозионную стойкость, улучшает другие эксплуатационные свойства. Несмотря на давнюю историю применения, интерес к исследованию свойств никеля и сплавов на его основе не ослабевает [5—7].

Никель является типичным ферромагнетиком [8, 9]. В отличие от железа и сталей он имеет значительно большее число 90-градусных доменных границ, большую по модулю отрицательную магнитострикцию во всем диапазоне полей и, соответственно, высокую чувствительность магнитных свойств к структурно-фазовому и напряженно-деформированному состояниям материала [9]. Исследования магнитных свойств холоднодеформированного никеля при вариации режимов отжига может дать новые сведения о взаимосвязях магнитных и структурных характеристик никеля, а также определить новые магнитные параметры оценки его напряженно-деформированного состояния. Такие сведения могут быть полезны для структуроскопии широкого класса железо-никелевых сплавов. Кроме того, сопоставление свойств никеля со свойствами сталей может показать новые возможности магнитострикционных и магнитоупругих методик контроля напряженно-деформированного состояния ферромагнетиков [10, 11].

### ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Исследуемые образцы были изготовлены путем холодной прокатки в валках пластины из технического чистого никеля. Определенная по изменению площади поперечного сечения деформация составила 60 %. Затем из пластины были вырезаны образцы и шлифовкой доведены до размера 5,4×5,4×65 мм. Отжиг образцов проводился в муфельной печи при различных температурах в течение 1 часа с последующим охлаждением на воздухе.

Кривые намагничивания и предельные петли гистерезиса образцов были измерены в замкнутой цепи (т.е. исследованы магнитные свойства вещества) с помощью измерительного комплекса REMAGRAPH C-500 производства фирмы Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH, Германия (<http://www.magnet-physik.de/1.html>). Максимальная величина намагничивающего поля равнялась 50 кА/м. Погрешность измерения намагниченности не превышала 2 %, погрешность измерения поля — 1 %.

Полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости  $\mu_a(H)$  определяли путем аппроксимации и последующего дифференцирования зависимости  $B(H)$  на нисходящей ветви предельной петли гистерезиса с использованием оригинальной программы [11]. Погрешность

определения проницаемости не превышала 10 %.

Образцы для металлографических исследований шлифовали, полировали, затем травили смесью азотной и ледяной уксусной кислот в соотношении 1:1 (ГОСТ 21073.0—75, с. 7). Размер зерна определяли методом подсчета пересечений зерен (ГОСТ 21073.3—75) с использованием микроскопа Neophot 32.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ИНТЕРПРЕТАЦИЯ

На рис. 1—9 представлены фрагменты петель гистерезиса (*a*) и полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости на нисходящей ветви петли гистерезиса (*б*), а на рис. 10 приведены зависимости ряда других магнитных свойств образцов, отожженных при различных температурах в диапазоне (100—900) °С.

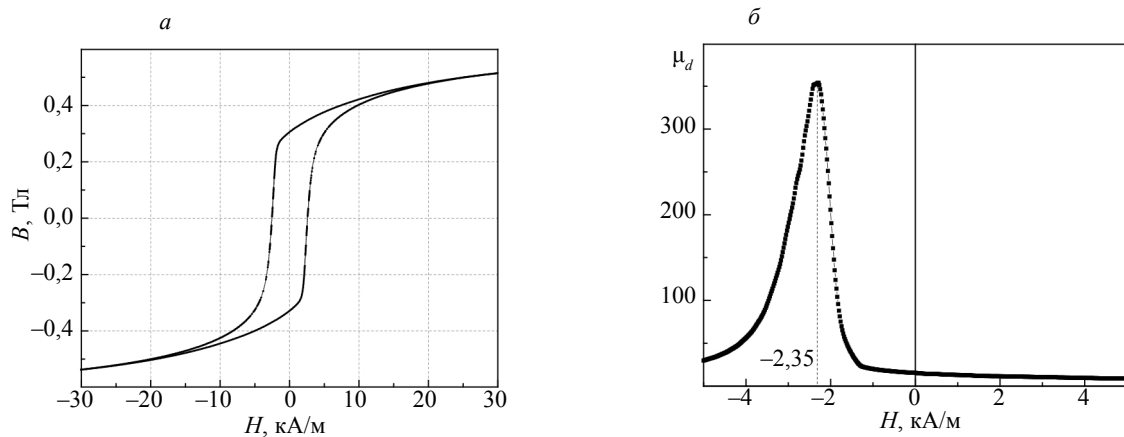


Рис. 1. Фрагмент предельной петли магнитного гистерезиса (*a*) и полевая зависимость дифференциальной магнитной проницаемости на нисходящей ветви петли (*б*) холоднотекстурированного и отожженного при  $T_{\text{отж}} = 100$  °С никеля.

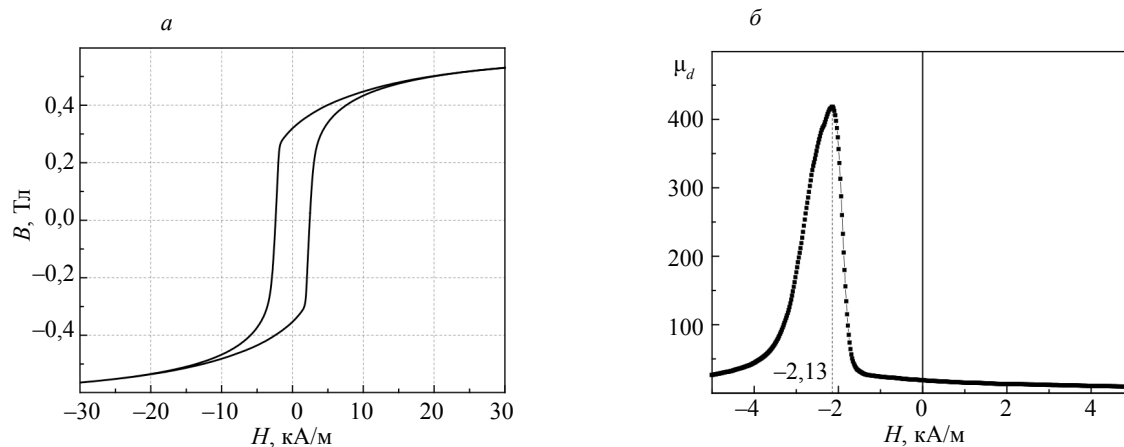


Рис. 2. То же, что на рис. 1,  $T_{\text{отж}} = 200$  °С.

Как видно из рис. 1—4, при увеличении  $T_{\text{отж}}$  до 400 °С форма петель гистерезиса и зависимости  $\mu_d(H)$  не имеют каких-то существенных особенностей. Имеется единственный пик дифференциальной магнитной проницаемости, причем по модулю поле максимума величины  $\mu_d$  (см. числа в поле рис. 1—4) несколько меньше, но достаточно близко к величине коэрцитивной силы  $H_c$  (см. далее рис. 10). Как видно из рис. 10, увеличение  $T_{\text{отж}}$  до 400 °С приводит к значительному (примерно в 4 раза) уменьшению величины  $H_c$  и двукратному росту максимальной магнитной проницаемости

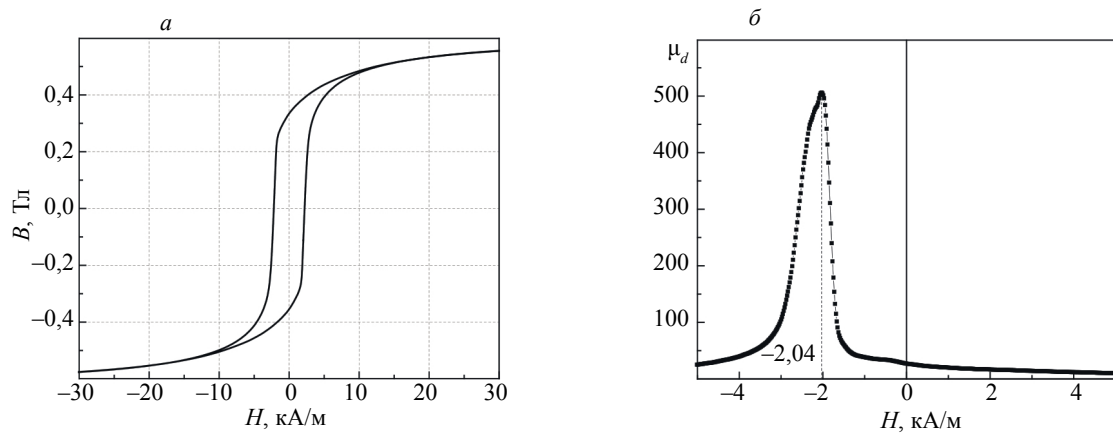
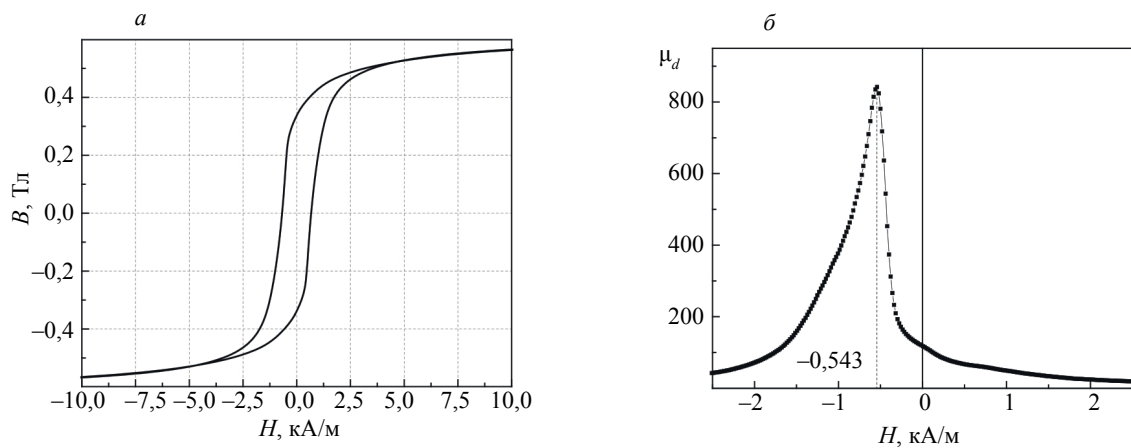


Рис. 3. То же, что на рис. 1,  $T_{отж} = 300$  °С.



в

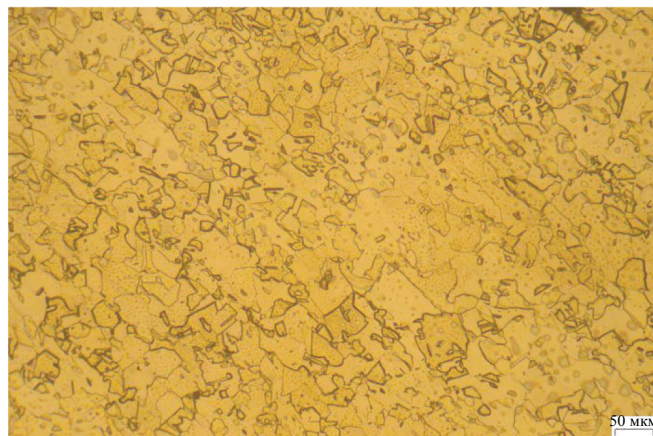


Рис. 4. Фрагмент предельной петли магнитного гистерезиса (а), полевая зависимость дифференциальной магнитной проницаемости на нисходящей ветви петли (б) и микроструктура (в) холоддеформированного и отожженного при  $T_{отж} = 400$  °С никеля.

$\mu_{max}$  на кривой намагничивания. При этом коэффициент Рэлея  $b$ , характеризующий интенсивность процессов необратимого перемагничивания, возрастает более чем в 10 раз — от  $b = 1,9$  м/А до  $b = 21,6$  м/А. Величина остаточной магнитной индукции меняется незначительно. Такое изменение

магнитных свойств может быть связано с процессами возврата [1, 2, 9], т.е. со снятием внутренних напряжений и уменьшением плотности дислокаций. Изменения размеров и формы зерен при этом не происходит.

Известно [1, 2, 8, 9], что температура начала рекристаллизации деформированного технически чистого никеля примерно равна  $400\text{ }^\circ\text{C}$ . Значит при  $T_{\text{отж}} = 500\text{ }^\circ\text{C}$  следует ожидать появления в структуре металла рекристаллизованных зерен [1, 2, 9] и, как видно из рис. 5в, это действительно происходит. Для отожженного при этой температуре образца характерны перегибы на нисходящей и восходящей ветвях петли гистерезиса (рис. 5а). На зависимости  $\mu_d(H)$  имеются два максимума в области отрицательных полей (рис. 5б). Поле максимума I равно  $H_{\mu_d^{\text{max}}}^{\text{I}} = -0,419\text{ кА/м}$ , что близко к коэрцитивной силе данного образца ( $H_c = -0,44\text{ кА/м}$ ). Поле максимума II равно  $H_{\mu_d^{\text{max}}}^{\text{II}} = -0,073\text{ кА/м}$ , т.е. по модулю в шесть раз меньше. Такие результаты свидетельствуют о появлении двух магнитных фаз с различными значениями коэрцитивной силы. Очевидно, это можно связать с появлением в структуре никеля значительного количества новых неискаженных кристаллитов, которые растут, поглощая искаженные деформацией зерна (первичная рекристаллизация [1, 2, 9]). Плотность дислокаций и уровень напряжений в этих новых кристаллитах на порядки меньше, чем в деформированных зернах, и, соответственно, коэрцитивная сила этой фазы также должна быть значительно меньше [8, 9, 12].

Приведенные объяснения подтверждаются данными рис. 6. Видно, что увеличение  $T_{\text{отж}}$  до  $600\text{ }^\circ\text{C}$  привело к резкому росту «низкокоэрцитивного» максимума II и соответствующему увеличению максимальной величины дифференциальной проницаемости  $\mu_d$ . Поля максимумов I ( $H_{\mu_d^{\text{max}}}^{\text{I}} = -0,306\text{ кА/м}$ ) и II ( $H_{\mu_d^{\text{max}}}^{\text{II}} = -0,046\text{ кА/м}$ ) уменьшились в сравнении с образцом, отожженным при  $500\text{ }^\circ\text{C}$ . Это связано с увеличением объема неискаженных зерен за счет оставшихся деформированных, а также с продолжающимся уменьшением средней плотности дислокаций и величины внутренних напряжений в материале.

Указанные процессы продолжают при увеличении  $T_{\text{отж}}$  до  $700\text{ }^\circ\text{C}$  (рис. 7). Видно, что связанный с деформированными зернами пик I практически исчезает. При этом существенно растет

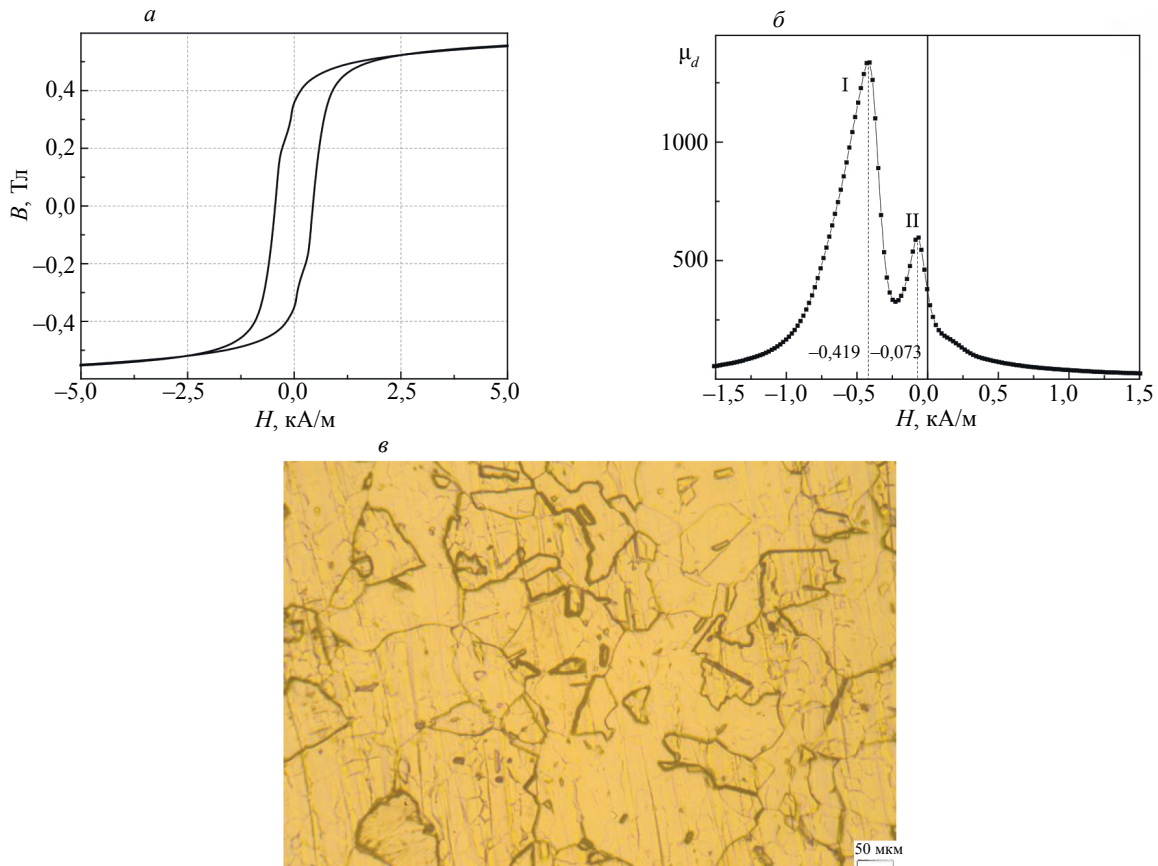


Рис. 5. То же, что на рис. 4,  $T_{\text{отж}} = 500\text{ }^\circ\text{C}$ .

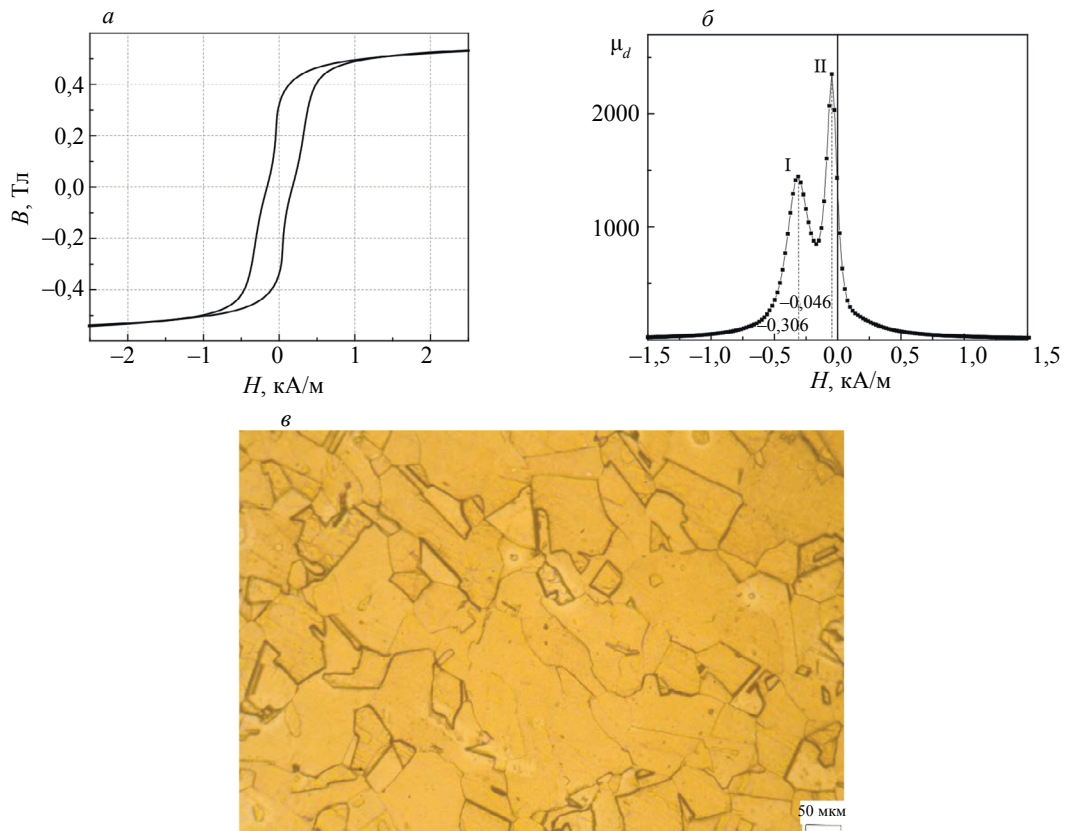


Рис. 6. То же, что на рис. 4,  $T_{отж} = 600$  °C.

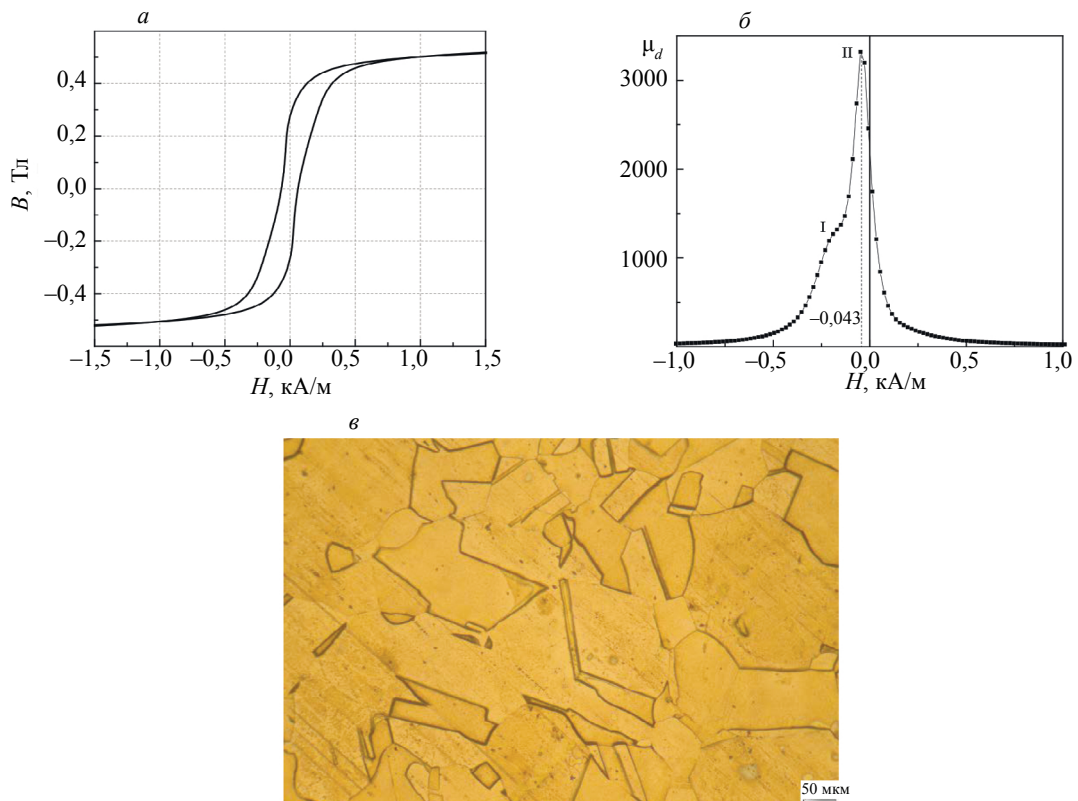


Рис. 7. То же, что на рис. 4,  $T_{отж} = 700$  °C.

максимальная величина дифференциальной проницаемости до величины  $\mu_d = 3200$  при практически неизменном поле  $H_{\mu_d^{\max}} = -0,043$  кА/м. Можно сделать вывод о том, что первичная рекристаллизация близится к завершению и начинают преобладать процессы собирательной и вторичной рекристаллизации [1, 2, 9]. Это видно из сопоставления рис. 5в, 6в и 7в.

При увеличении  $T_{\text{отж}}$  до 800 °С (см. рис. 8) остается единственный пик, а максимум дифференциальной проницаемости достигает величины  $\mu_d = 3600$  в том же самом поле  $H_{\mu_d^{\max}} = -0,043$  кА/м. При этом коэрцитивная сила падает до минимального значения  $H_c = -0,047$  кА/м. Фактически это означает завершение процессов рекристаллизации. Как следует из табл. 1, средний условный размер зерна  $\hat{L}$  при рекристаллизации возрастает практически в 5 раз.

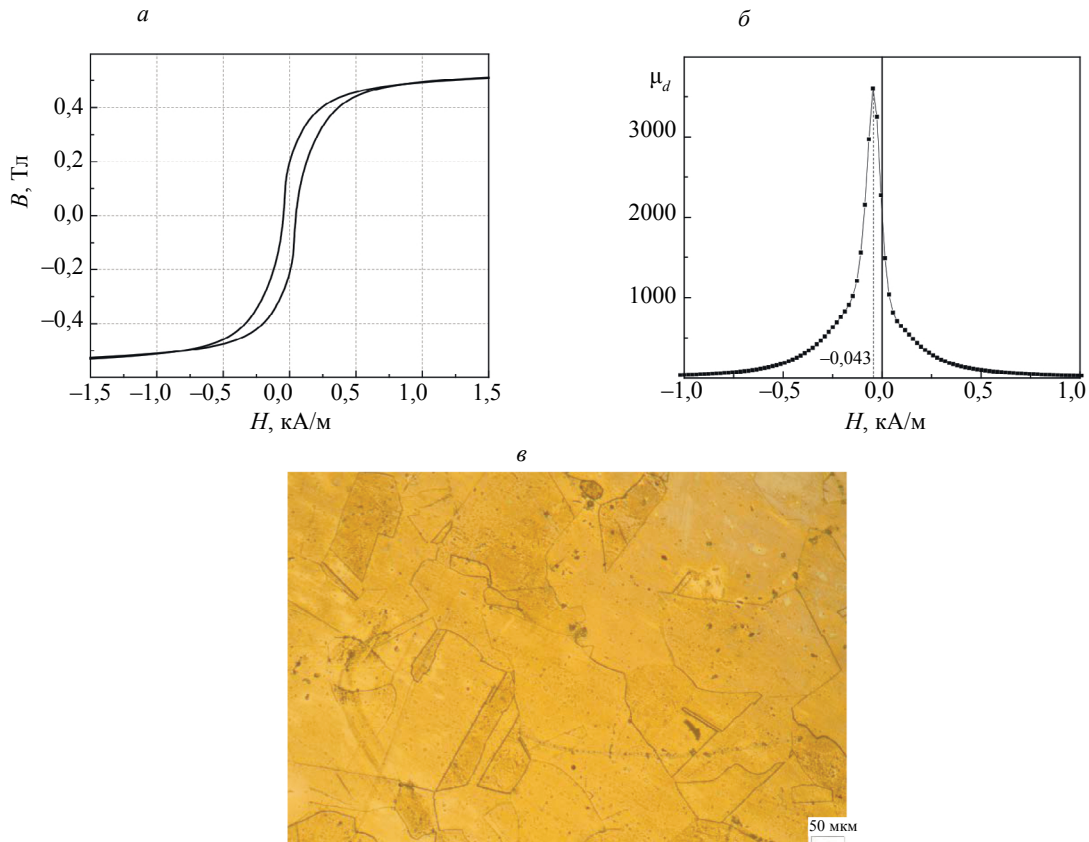


Рис. 8. То же, что на рис. 1,  $T_{\text{отж}} = 800$  °С.

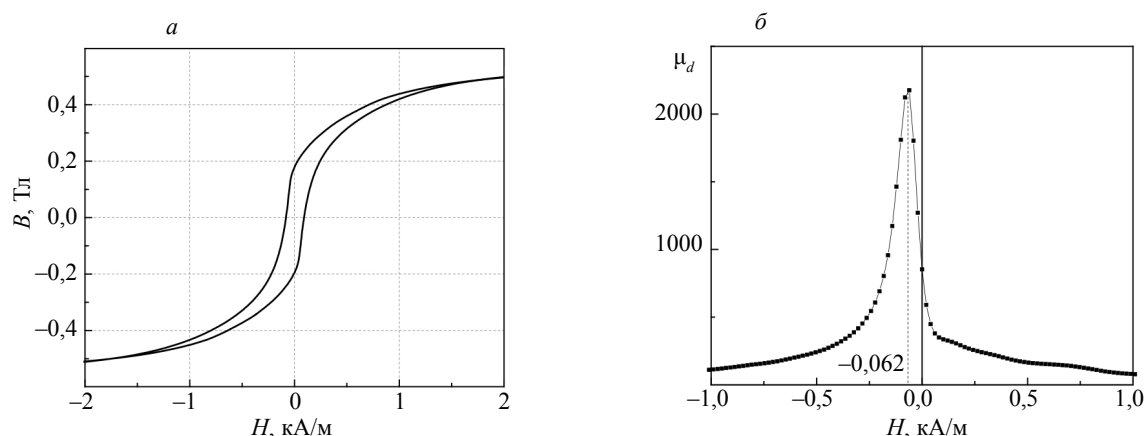
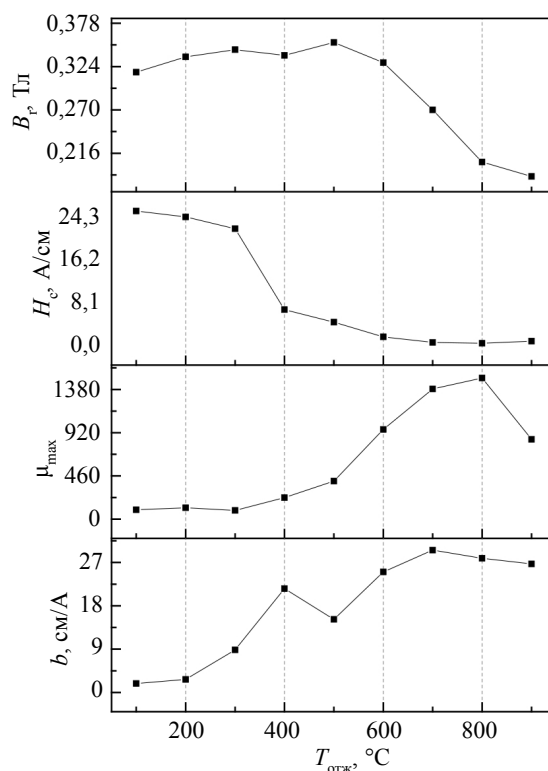
Таблица 1

Увеличение среднего размера зерна при рекристаллизации

$T_{\text{отж}},$ °С	$\hat{L},$ мм
400	0,04
500	0,06
600	0,08
700	0,11
800	0,19

Дальнейшее повышение температуры отжига до 900 °С (см. рис. 9) наоборот привело к росту коэрцитивной силы до значения  $H_c = -0,086$  кА/м, т.е. в 2 раза, и уменьшению максимума дифференциальной проницаемости от  $\mu_d = 3600$  до  $\mu_d = 2150$ . При этом уменьшилась и монотон-




 Рис. 9. То же, что на рис. 1,  $T_{отж} = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ .

 Рис. 10. Зависимости остаточной магнитной индукции  $B_r$ , коэрцитивной силы  $H_c$ , максимальной проницаемости на кривой намагничивания  $\mu_{max}$  и коэффициента Рэлея  $b$  от температуры отжига холоддеформированного никеля.

но возрастающая при увеличении  $T_{отж}$  максимальная проницаемость на кривой намагничивания (см. рис. 10). На нисходящей ветви петли гистерезиса имеется единичный пик в поле  $H_{\mu_{max}} = -0,062 \text{ кА/м}$ . Такое «ухудшение» магнитных свойств можно объяснить увеличением внутренних напряжений в материале, поскольку пропорциональная градиенту температур скорость охлаждения для этого образца была самой высокой.

Как следует из приведенных на рис. 1—10 данных, коэрцитивная сила монотонно уменьшается с ростом  $T_{отж}$  вплоть до  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ . Величины  $\mu_d$  и  $\mu_{max}$  монотонно растут в этом же диапазоне температур отжига. Это обусловлено тем, что происходящее при возврате уменьшение плотности дислокаций и внутренних напряжений, а также происходящее при рекристаллизации увеличение

объема рекристаллизованных зерен за счет деформированных облегчают в целом процессы намагничивания, т.е. материал становится более магнитомягким [8, 9, 12].

Остаточная магнитная индукция  $B_r$  практически не меняется до  $T_{отж} = 500$  °С и монотонно уменьшается практически в 2 раза при дальнейшем увеличении температуры отжига. Это связано с появлением и ростом объема практически свободных от напряжений рекристаллизованных зерен, в которых облегчены процессы смещения доменных границ и роста зародышей обратной магнитной фазы [12, 13].

Немонотонное изменение коэффициента Рэлея может быть связано с конкурирующим влиянием увеличения подвижности и уменьшением общей площади доменных границ в материале [14].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Отжиг холоднодеформированного технически чистого никеля приводит к очень значительным изменениям его магнитных свойств: коэрцитивная сила уменьшается более чем в 50 раз, а максимальная магнитная проницаемость растет более чем в 15 раз.

Установлено, что при увеличении  $T_{отж}$  более 400 °С появляются перегибы на нисходящей и восходящей петлях предельных петель магнитного гистерезиса. При этом на полевой зависимости дифференциальной магнитной проницаемости появляются два пика. Это свидетельствует о появлении двух магнитных фаз с различными значениями коэрцитивной силы, что, очевидно, объясняется присутствием в структуре металла деформированных и рекристаллизованных зерен. Увеличение температуры отжига приводит к уменьшению полей пиков и росту «низкокоэрцитивного» пика дифференциальной проницаемости. При  $T_{отж} = 700$  °С наблюдается слияние пиков, а при  $T_{отж} = 800$  °С остается единственный пик на зависимости  $\mu_d(H)$ , что означает завершение рекристаллизации.

Таким образом, по изменению характера полевой зависимости дифференциальной проницаемости можно анализировать процессы рекристаллизации никеля. Дополнительную информацию можно получить из анализа зависимостей от температуры отжига коэрцитивной силы и остаточной магнитной индукции.

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Диагностика», номер госрегистрации 122021000030-1).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Самохоцкий А.И., Кунявский М.Н., Кунявская Т.М., Парфеновская Н.Г., Быстрова Н.А. *Металловедение*. М.: Металлургия, 1990. 416 с.
2. Справочник по конструкционным материалам / Под ред. Б.Н. Арзамасова, Т.В. Соловьевой. М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. 649 с.
3. Wylie C.M., Shelton R.M., Fleming G.J.P., Davenport A.J. Corrosion of nickel-based dental casting alloys // *Dental Materials*. 2007. Is. 23. P. 714—723.
4. Furrer D., Fecht H. Ni-Based Superalloys for Turbine Discs // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*. 1999. Is. 51. P. 14—17.
5. Камышанченко Н.В., Гальцев А.В., Печерина О.А. Изменение макроструктуры и физико-механических свойств технически чистого никеля в процессе отжига в диапазоне 20°С—600°С // *Научные ведомости*. 2012. № 11. С. 145—148.
6. Korsunsky A.M., Hofmann Felix, Abbey Brian, Song Xu, Belnoue Jonathan P., Mocuta Cristian, Dolbnya Igor. Analysis of the internal structure and lattice (mis)orientation in individual grains of deformed CP nickel polycrystals by synchrotron X-ray micro-diffraction and microscopy // *International Journal of Fatigue*. 2012. Is. 42. P. 1—13.
7. Dost R., Zhou Y., Zhang H., Allwood D.A., Inkson B.J. Effect of annealing on the electrical and magnetic properties of electrodeposited Ni and permalloy nanowires // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2020. Is. 499. P. 1—5.
8. Бозорт Р. Ферромагнетизм. М.: ИЛ, 1956. 784 с.
9. Лившиц Б.Г., Крапошин В.С., Линецкий Я.Л. Физические свойства металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1980. 320 с.
10. Путилова Е.А., Задворкин С.М., Веселов И.Н., Пышминцев И.Ю. Исследование структуры и физико-механических свойств перспективной высокопрочной экономно-легированной стали для нефтегазопромысловых труб, эксплуатируемых в экстремальных условиях // *Физика металлов и металловедение*. 2021. № 1. С. 993—1000.
11. Novikov V.F., Kulak S.M., Muratov K.R., Parakhin A.S. Relationship between Magnetoelastic of Magnetoelastic Demagnetization of Steels 60G and 65G and Coercive Force and Magnetostriction // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2022. V. 58. No. 6. P. 479—487. [Новиков В.Ф., Кулак С.М.,



Муратов К.Р. Парихин А.С. Связь магнитоупругой чувствительности магнитоупругого размагничивания сталей 60Г и 65Г с коэрцитивной силой и магнитострикцией // Дефектоскопия. 2022. № 6. С. 62—69.]

12. Чечерников В.И. Магнитные измерения. М.: Изд-во МГУ, 1969. 387 с.

13. Костин В.Н., Василенко О.Н., Сташков А.Н. Обработка экспериментальных данных с использованием кусочно-кубической интерполяции со сглаживанием: свидетельство об официальной регистрации программы для ЭВМ / Свидетельство № 2016610585, Российская Федерация.

14. Вонсовский С.В., Шур Я.С. Ферромагнетизм. М.—Л.: ОГИЗ — Гостехиздат, 1948. 816 с.

15. Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения / Пер. с японского под ред. Р.В. Писарева. М.: Мир, 1987. 420 с.

16. Kostin V.N. Certain Laws of Irreversible Change in the Magnetization of Polycrystalline Ferromagnets // Russian Journal of Nondestructive Testing. 2004. V. 40. No. P. 21—28.