

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДЕРЖАВНИЙ ЗАКЛАД «ПІВДЕННОУКРАЇНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ  
ПЕДАГОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ К. Д. УШИНСЬКОГО»

Кваліфікаційна наукова  
праця на правах рукопису

**ДРАГОМЕРЕЦЬКА ОЛЕНА АНАТОЛІЙВНА**

УДК 669-176+539.219.2:537.624.8+537.622.4

**ДИСЕРТАЦІЯ**

**ВПЛИВ ОРІЄНТАЦІЇ КРИСТАЛІВ І ОСТАТОЧНИХ НАПРУЖЕНЬ НА  
КОЕРЦИТИВНУ СИЛУ ДЕЯКИХ СПЛАВІВ ЗАЛІЗА**

01.04.07 – фізики твердого тіла

фізико-математичні науки

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

---

О.А. Драгомерецька

Науковий керівник – Шкатуляк Наталія Михайлівна,  
кандидат фізико-математичних наук, доцент

Одеса – 2017

## АНОТАЦІЯ

*Драгомерецька О. А.* Вплив орієнтації кристалів і залишкових напруженень на коерцитивну силу деяких сплавів заліза. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук зі спеціальності 01.04.07 – фізики твердого тіла. – Державний заклад «Південноукраїнський національний університет імені К. Д. Ушинського», Одеса, 2017.

Дисертацію присвячено розробці фізичної моделі зв'язку коерцитивної сили з характеристиками міцності та пластичності, кристалографічною текстурою, залишковими напруженнями решітки та розміром її кристалітів у деяких сплавах заліза та конструкційних стальях для використання у прогнозуванні їх безпечної експлуатації. Коерцитивна сила  $H_c$  є перспективною для вивчення структурного стану феромагнітних матеріалів завдяки її високій структурній чутливості та можливості виміру неруйнівним методом за допомогою портативних коерцитиметрів. Не зважаючи на те, що механізми виникнення анізотропії коерцитивної сили феромагнітних конструкційних матеріалів і зв'язок цієї анізотропії з механічними та структурними характеристиками з'ясовані не до кінця, магнітний метод застосовують для оцінки напруженого стану сталевих конструкцій. При цьому часто остається без уваги вплив на коерцитивну силу кристалографічної текстури, яка може бути як резервом підвищення міцності матеріалу (текстурне зміцнення), так і джерелом виробничих втрат при утворенні фестонів при штампуванні чи глибокій витяжці. Але дані про роль і внесок кристалографічної текстури в анізотропію  $H_c$  феромагнітних полікристалічних конструкційних матеріалів дуже скудні.

У цій роботі за допомогою портативних коерцитиметрів визначено коерцитивну силу у різних напрямках монокристалів, а також полікристалах сплаву Fe-3%Si. Встановлено, що анізотропія коерцитивної сили в них обумовлена впливом магнітної кристалографічної складової. Знайдено

закономірності впливу, виду та ступеня деформації, обумовленою впливом холодної прокатки та відпалу на коерцитивну силу полікристалів сплаву Fe-3% Si. Показано, що після подальшої прямої та поперечної холодної прокатки сплаву анізотропія коерцитивної сили обумовлена, в основному, впливом форми і розміру зерен. Встановлено кореляційні зв'язки та відповідні рівняння регресії коерцитивної сили на характеристики текстури та розміри зерен сплаву з коефіцієнтами надійності апроксимації не менше 0,95.

Встановлено, що досліджувані аустенітно-нестабільні сталі після гарячої прокатки мають двофазну структуру аустеніту і мартенситу, об'ємні частки та текстура яких залежить від хімічного складу сталі. Величина коерцитивної сили та її анізотропія в досліджуваних аустенітно-нестабільних сталях визначається кількістю мартенситу і характером його текстури. Залишкові пружні напруження, що виникають при мартенситних перетвореннях в процесі прокатки, вносять ізотропний внесок у коерцитивну силу.

Знайдено, що при інтенсивній пластичній деформації сталі 10Г2 за методом гвинтової екструзії коерцитивна сила зростає до 8 А/см внаслідок подрібнення зерна до 4 мкм. При подальшій деформації зразка сталі 10Г2 прокаткою уздовж осі гвинтової екструзії розвивається переважно типова текстура прокатки сталі, при цьому переважають компоненти {111}, які паралельні площині прокатки. Зерна значно подовжуються в НП, що сприяє зменшенню коерцитивної сили до 5,7 А/см.

При подальшій деформації зразка прокаткою упоперек осі гвинтової екструзії більш інтенсивно формуються орієнтування з площинами {001} паралельними площині прокатки. Анізотропія коерцитивної сили обумовлена, в основному, впливом магнітної кристалографічної складової.

Встановлено, що у зразках циліндричної форми зі сталі 15Х5М після тривалої експлуатації анізотропія коерцитивної сили виникає, в основному, завдяки кристалографічній магнітній анізотропії, обумовленою текстурою. Знайдено анізотропію коерцитивної сили в зразках циліндричної форми із нержавіючої сталі 08Х18Н10Т. За допомогою рентгенівського фазового аналізу

магнітна фаза не виявляється. Це свідчить про більшу структурну чутливість коерцитивної сили порівняно з рентгенівським фазовим аналізом.

У сталі 09Г2С встановлено істотні кореляційні зв'язки та відповідні рівняння регресії коерцитивної сили з межею міцності, умовою межею плинності та відносним подовженням з коефіцієнтами надійності апроксимації не нижче 0,89. Основною причиною анізотропії коерцитивної сили є кристалічна магнітна анізотропія, обумовлена текстурою.

Запропоновано фізичну модель, що пояснює виникнення анізотропії коерцитивної сили, викликаної магнітної кристалографічної складової. Анізотропія коерцитивної сили виникає унаслідок різної роботи переорієнтації вектора намагніченості кристалів у зовнішньому магнітному полі, прикладеному в різних кристалографічних напрямках.

Практичне значення отриманих результатів дослідження:

1. Запропонована модель виникнення анізотропії коерцитивної сили внаслідок різної величини роботи перемагнічування кристалів при переході від напрямку легкого намагнічування до інших напрямків намагнічування може бути використана для розвитку теорії намагнічування з урахуванням кристалографічної текстури.

2. Встановлено, що ізотропний вплив пружних напружень, які виникають у процесі прокатки полікристалів сплаву Fe-3%Si, та анізотропний вплив форми та розміру зерен на коерцитивну силу після відпалу можуть бути використані при розробці неруйнівного методу контролю структурного стану сталі за коерцитивною силою.

3. Результати дослідження текстури, механічних характеристик і коерцитивної сили зразків сталей 09Г2С, 15Х5М і 08Х18Н10Т циліндричної форми після тривалої експлуатації розширюють сукупність даних зі зв'язку механічних і магнітних характеристик різних конструкційних сталей. Це може бути використано для прогнозування терміну безпечної експлуатації цих матеріалів.

4. Знайдено кореляційні зв'язки коерцитивної сили з механічними

характеристиками сталі 09Г2С, які можуть бути використані для контролю напруженого-деформованого стану сталі в процесі експлуатації.

5. Встановлена залежність величини коерцитивної сили та її анізотропії в аустенітно-нестабільних стальах від хімічного складу, кількості мартенситу та характеру його текстури буде використана для розробки нових ПНП-сталей із заданими властивостями.

6. Виявлено висока чутливість коерцитивної сили до фазового складу аустенітних сталей типу 08Х18Н10Т після зовнішніх впливів буде використана для розробки неруйнівного метода контролю фазового складу за виміром коерцитивної сили.

*Ключові слова:* текстура, мікроструктура, напруження, розмір зерен, анізотропія, коерцитивна сила, механічні властивості кореляція, регресія.

## ABSTRACT

*Dragomeretska O. A. Impact of Crystals and Residual Stresses' Orientation on the Coercive Force of Some Ferroalloys. – Qualifying scientific work on the manuscript.*

The thesis for obtaining Candidate's degree of Physical and Mathematical Sciences by specialty 01.04.07 – Solid State Physics. – South Ukrainian National Pedagogical University named after K. D. Ushynsky, Odesa, 2017.

The thesis deals with the development of a physical model of the correlations between the coercive force and the characteristics of strength and ductility, crystallographic texture and residual stresses of the lattice and its structural elements' sizes in some ferroalloys and structural steels for the prediction of their safe operation. The coercive force, due to its high structural sensitivity and possibilities of its measuring by non-destructive method using portable coercimeters is a promising field in studying the structural state of ferromagnetic materials. Despite the fact the mechanisms of the occurrence of coercive force's anisotropy of ferromagnetic structural

materials and its relationship with mechanical and structural characteristics are still understudied, the magnetic method is frequently used to estimate the steel's stress state. As a rule, nobody pays attention to the influence of coercive force on the crystallographic texture, which can be both the reserve of material properties increase (texture strengthening) and a source of production losses in case of festoons formation in the process of stamping or deep drawing. But one can find very few data in the scientific literature about the role and contribution of crystallographic texture in the coercive force anisotropy of polycrystalline ferromagnetic structural materials.

That is why the study of the texture and correlations of mechanic characteristics and coercive force is considered to be quite relevant, which can be explained by the fact that these correlations make it possible to use the measurement of coercive force in a more efficient way as a method of non-destructive control of materials' structure.

In this work, the coercive force in different directions in single crystals and polycrystalline of factory supply alloy Fe-3% Si with the help of the nondestructive method using portable coercimeters has been determined. It has been found that the anisotropy of coercive force is caused by the influence of a crystallographic magnetic component. Some regularities of the kind and deformation degree of cold rolling as well as of annealing effect on coercive force of the alloy Fe-3% Si have been found. The coercive force anisotropy is mainly caused by the shape and size of the grains after further direct and transverse cold rolling of alloy. Some linear correlations and corresponding regression equations of the coercive force on texture characteristics and grains sizes have been revealed. The approximation reliability coefficients are not less than 0.95.

It has been also found that austenitic-unstable steels after hot rolling have dual phase structure of austenite and martensite, whose volume components and texture depend on the chemical composition and deformation degree. The magnitude of the coercive force and its anisotropy in the austenitic-unstable steels is determined by the amount of martensite and the character of its texture. The residual elastic stresses arising

during the martensitic transformations in the process of rolling make an isotropic contribution to the coercive force.

Besides, it has been determined that the value of coercive force of the steel 10G2 has increased to 8 A/cm due to grain refinement to 4 microns after severe plastic deformation by the method of twist extrusion. Components of the texture, at which {111} planes lie parallel to the rolling plane are formed mainly due to further rolling extruded steel sample 10G2 along the extrusion axis. At this, grains are significantly elongated in the rolling direction that helps reducing the coercive force in the rolling direction to 5.7 A/cm. During the subsequent rolling of the sample transversely to the extrusion the orientations with {001} planes parallel to the rolling plane axis are more intensively formed. The coercive force anisotropy is mainly influenced by a crystallographic magnetic component.

The coercive force anisotropy in cylindrical samples made of heat resistant steel 15Cr5M after long use occurs mainly due to crystallographic magnetic anisotropy, which is primarily caused by the texture. The anisotropy of coercive force has been found in cylindrical samples made of heat resistant stainless steel 08Cr18N10T while the magnetic phase has not been found by X-ray diffraction analysis. This indicates the greater structural sensitivity of the coercive force compared to the X-ray phase analysis.

Some significant linear correlations and corresponding regression equations of the coercive force on the tensile strength, yield strength and elongation with the approximation reliability coefficients not lower than 0.89 have been found in the steel 09G2S cut out from the petroleum distillation column after long use. The main reason for the coercivity anisotropy is crystal magnetic anisotropy determined by the texture. The physical model that explains the emergence of coercive force anisotropy caused by magnetic crystallographic component has been presented in the work. The coercive force anisotropy appears due to the different reorienting work of magnetization vector of crystals in the external magnetic field applied in different crystallographic directions.

The following research outcomes have been obtained which are considered to be the practical relevance the study:

1. The suggested model of the occurrence of coercive force anisotropy due to different value of work of crystals magnetization in the process of transferring from easy magnetization to other magnetization directions can be used for the development of the theory of magnetization considering the crystallographic texture.

2. It has been found that the isotropic influence of elastic stresses arising in the process of rolling polycrystalline alloy Fe-3% Si, and anisotropic impact of the shape and size of grains on the coercive force after annealing can be used for developing a non-destructive method of monitoring structural state of steel in the coercive force.

3. The results of examining the texture, mechanical properties and coercive force of steel samples 09G2S, 15Cr5M and 08Cr18N10T of cylindrical shape after the prolonged use expand the amount of data about mechanical and magnetic properties of different structural steels. This can be used to predict the period of these materials' safe run.

4. Some correlations between the coercive force and the mechanical properties of 09G2S steel have been found. They can be used for controlling stress-strain state of steel in service.

5. The dependence of the value of the coercive force and its anisotropy in austenitic-unstable steels chemical composition, the amount of martensite and the nature of its texture can be used to develop new TRIP-alloy steels with specified properties.

6. The revealed high sensitivity of the coercive force to the phase composition of austenitic steels of 08Cr18N10T kind after external mechanical impacts can be used for developing non-destructive methods of phase composition controlling by measuring the coercive force.

**Keywords:** texture, microstructure, stress, grain size, anisotropy, coercivity, mechanical properties, correlation, regression.

## **СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ РОБІТ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ**

1. Dragomeretskaya E. A. Effect of texture on mechanical and magnetic properties of steel from the petroleum distillation column / E. A. Dragomeretskaya //

Computer modelling & new technologies. – 2016. – Vol. 20, №. 4. – P. 48-51. – URL: [http://www.cmnt.lv/upload-files/ns\\_54art07\\_CMNT2004\\_Dragomeretskaya.pdf](http://www.cmnt.lv/upload-files/ns_54art07_CMNT2004_Dragomeretskaya.pdf)

2. Dragomeretskaya E. A. Texture and coercive force of the metal of furnace tube coils / N. M. Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, V. V. Usov, M. D. Rabkina, A. L. Palienko // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2016. – Issue 1. – pp. 29-37. – DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.029-037. – URL: <http://dream-journal.org>

3. Dragomeretskaya E. A. Effect of Alternating Bending and Texture on Anisotropic Damage and Mechanical Properties of Stainless Steel Sheets / V. V. Usov, N. M. Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, E. S. Savchuk, D. V. Bargan G. V. Daskalitsa // Mechanics, Materials Science & Engineering. – 2016. – Vol. 6. – P. 56-61. – URL: <https://issuu.com/mmsejournal/s/n6doc>

4. Dragomeretskaya E. A. Effect of the Strain Kind on the Texture and Microstructure of Low-Alloyed Steel / N. M. Shkatulyak, V. V. Usov, E. S. Savchuk, E. A. Dragomeretskaya, D. V. Bargan // International Journal of Metals. – 2016. – P. 1-8. – URL: <http://dx.doi.org/10.1155/2016/5021749>

5. Dragomeretskaya E. A. Anisotropy of coercive force of single crystals and sheets of silicon iron with different texture / N. M Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, V. V Usov // International Journal of Electromagnetics, (IJEL). – 2015. – Vol. 1, №. 1. – P. 1-11. – URL: <http://airccse.com/ijel/papers/1115ijel01.pdf>

6. Драгомерецкая Е. А. Кристаллографическая ориентация кремнистого железа и анизотропия коэрцитивной силы / В. В. Усов, Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая // Ресурс и диагностика мат-лов и конструкций : материалы VIII Междунар. науч.-техн. конф. (27-30 мая 2014 р., г. Екатеринбург, Россия). – Екатеринбург, 2014. – URL: <http://www.imach.uran.ru/conf/mp2014/mp4.htm>

7. Драгомерецька О. А. Текстура та її зміни під дією знакозмінного згину сплаву магнію ZE10 / Н. М. Шкатуляк, О. А. Драгомерецька, С. В. Санькова // ЕВРИКА-2013 : матеріали Міжнар. конф. студ. і молодих науковців з теор. та експер. фізики (15-17 травня 2013р., м. Львів). – Львів : Вид-во Львівського на. ун-ту ім. Івана Франка, 2013. – С. 14.

8. Драгомерецкая Е. А. Природа анизотропии коэрцитивной силы в кремнистом железе после деформации и отжига / Е. А. Драгомерецкая // Физико-химия и технология неорганических материалов : материалы XI Международ. конф. молод. ученых и аспирантов (16-19 октября 2014р., г. Москва,). – М. : ИМЕТ РАН, 2014. – С. 113-114. – URL: [http://files.imetran.ru/2014/Sbornik\\_MolUch2014.pdf](http://files.imetran.ru/2014/Sbornik_MolUch2014.pdf)

9. Драгомерецкая Е. А. Анизотропия коэрцитивной силы в монокристаллах и текстурованных листах сплава железа / Н. М. Шкатуляк, В. В. Усов, Е. А. Драгомерецкая // Развитие информ.-ресурс. обеспеч. образования и науки в горно-металлург. отрасли и на транспорте : матеріали міжнар конф. (27-28 вересня 2014р., м. Дніпропетровськ). – Д. : НГУ, 2014. – С. 138-147. <http://sci-forum.net.ua/DIRPSEMMTS2014/>

10. Драгомерецкая Е. А. Влияние горячей прокатки на текстуру аустенита и мартенсита ПНП - сталей с различным химсоставом / Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая, В. В. Усов // Деформация и разрушение материалов и наноматериалов: сборник материалов VI Междунар. конф. (10-13 ноября 2015 г., г. Москва, Россия). – М. : ИМЕТ РАН, 2015 – С. 210-212. – URL: [http://files.imetran.ru/SbornikDFMN/Sbornik\\_DFMN2015.pdf](http://files.imetran.ru/SbornikDFMN/Sbornik_DFMN2015.pdf)

11. Dragomeretskaya E. A. Texture and magnetic properties of trip-steels / E. A. Dragomiretskaya, N. M. Shkatulyak, V. V. Usov // Topical Problems of Semiconductor Physics : Materials of IX International Conference (May 16-20, 2016, Truskavets, Ukraine). – Truskavets, 2016. – P. 43-45.

12. Драгомерецкая Е. А. Влияние химсостава на текстуру и анизотропию коэрцитивной силы горячекатанных аустенитно-неустойчивых сталей / Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая, В. В. Усов // Современные инновационные технологии подготовки инженерных кадров для горной промышленности и транспорта : збірник наук. праць міжнар. конф. (26-27 травня 2016 р., м. Дніпропетровськ). – Дніпропетровськ, 2016. – С. 143-150. – URL: <http://okmm.nmu.org.ua/ua/2016/Shkatulyak.pdf>

13. Драгомерецкая Е. А. Текстура, механические свойства и коэрцитивная сила стального резервуара / Н. М. Шкатуляк, Е. С. Савчук, Е. А. Драгомерецкая // Механические свойства современных конструкционных материалов : сборник материалов междунар. науч. чтений им. чл.-кор. РАН И. А. Одинга (6-7 сентября 2016 г., г. Москва, Россия). – М. : ИМЕТ РАН, 2016. – С. 147-148  
[http://files.imetran.ru/2016/oding/sbornik\\_oding\\_2016.pdf](http://files.imetran.ru/2016/oding/sbornik_oding_2016.pdf)

## ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ ТА ПОЗНАЧЕНЬ.....	14
ВСТУП.....	15
РОЗДІЛ 1. ОГЛЯД МАГНІТНИХ ЯВИЩ І ТЕКСТУРИ.....	23
1.1. Основні характеристики феромагнетиків.....	23
1.2. Коерцитивна сила і структура металу.....	29
1.3. Огляд кореляції між магнітними параметрами, структурою і механічними властивостями.....	38
1.4. Текстура та її опис.....	42
Висновки до розділу 1.....	57
РОЗДІЛ 2. МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	59
2.1. Матеріали та їх підготовка до дослідження.....	59
2.2. Вимірювання коерцитивної сили.....	63
2.3. Дослідження текстури і мікроструктури.....	65
Висновки до розділу 2.....	66
РОЗДІЛ 3. АНІЗОТРОПІЯ КОЕРЦИТИВНОЇ СИЛИ МОНОКРИСТАЛІВ І ТЕКСТУРОВАНИХ ЛИСТІВ СПЛАВУ Fe-3%Si.....	68
3.1. Коерцитивна сила в монокристалах сплаву Fe-3%Si.....	68
3.2. Вплив деформації прокаткою на текстуру листів сплаву Fe-3%Si.....	69
3.3. Вплив орієнтації кристалів і залишкових напружень на коерцитивну силу в листах сплаву Fe-3% Si.....	71
Висновки до розділу 3.....	79
РОЗДІЛ 4. АНІЗОТРОПІЯ КОЕРЦИТИВНОЇ СИЛИ І ТЕКСТУРА В ДЕЯКИХ КОНСТРУКЦІЙНИХ СТАЛЯХ.....	82
4.1. Вплив хімічного складу, текстури та пружних напружень на коерцитивну силу та її анізотропію в гарячекатаних аустенітно-нестабільних сталях.....	82
4.2. Вплив виду та ступеня деформації на текстуру, мікроструктуру та коерцитивну силу низьколегованої сталі 10Г2.....	89
4.3. Текстура і коерцитивна сила після тривалої експлуатації теплостійкої	

сталі 15Х5М та жаростійкої сталі 08Х18Н10Т.....	99
4.4. Текстура, механічні властивості та коерцитивна сила зразків циліндричної форми з низьколегованої сталі 09Г2С після тривалої експлуатації.....	105
Висновки до розділу 4.....	112
ВИСНОВКИ.....	117
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	119
ДОДАТКИ.....	132
Додаток 1.....	132

## ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ ТА ПОЗНАЧЕНЬ

- ГЦК – гранецентрована кубічна;  
 ОЦК – об'ємноцентрована кубічна;  
 НП – напрямок прокатки;  
 ПН – поперечний напрямок;  
 НН – напрямок нормалі;  
 ДН – діагональний напрямок;  
 ПФ – полюсна фігура;  
 ППФ – пряма полюсна фігура;  
 ЗПФ – зворотна полюсна фігура;  
 ФРО – функція розподілу орієнтацій (кристалів);  
 $H_c$  – коерцитивна сила;  
 $I_S$  – намагніченість насилення;  
 $\lambda_S$  – магнітострикція насилення;  
 $\mu$  – відносна магнітна проникність;  
 ПНП – пластичність наведена перетворенням;  
 ПД – інтенсивна пластична деформація;  
 ГЕ – гвинтова екструзія.

## ВСТУП

**Актуальність теми.** Коерцитивна сила є однією з основних характеристик феромагнетиків. Коерцитивна сила суттєво залежить від структури матеріалу, тобто може значно змінюватися в результаті невеликих змін металургійної обробки і хімічного складу матеріалу [1]. Це робить дуже перспективним застосування методів дослідження не стандартизованих магнітних характеристик, зокрема, коерцитивної сили, для вивчення структурного стану феромагнітних конструкційних матеріалів [2]. Так, показано, що коерцитивна сила є інформативним параметром для оцінки рівня накопичених втомних пошкоджень [3]. Пропонується використовувати вимірювання коерцитивної сили як спосіб експрес-оцінки підвищення міцності при подрібненні зерна при інтенсивній пластичній деформації сталей типу СтЗсп [4], а також для ефективного контролю втомного стану металу [5] і оцінки внутрішньої напруги в трубах зі сталей контролльованої прокатки типу Х70 [6]. Відомо, що коерцитивна сила є анізотропною в феромагнітних кристалах. Теорія анізотропії магнітних властивостей феромагнітних кристалів була побудована, в значній мірі, ще Акуловим [7]. Явище анізотропії коерцитивної сили в полікристалічних феромагнітних конструкційних матеріалах досліджували автори [8] в сплавах Ст2, Ст4 при ізотермічній деформації розтягом і встановили залежність анізотропії коерцитивної сили від рівня напружено-деформованого стану в умовах плоского напруженого стану. Однак причини і механізми виникнення анізотропії коерцитивної сили феромагнітних полікристалічних конструкційних матеріалів і зв'язок цієї анізотропії з механічними та структурними характеристиками з'ясовані не до кінця. Так, авторами [9-11] було встановлено, що одним з головних структурних станів, що відповідає за шарувато-крихкі руйнування сталей контролльованої прокатки є несприятлива кристалографічна текстура. У той же час дані про роль і внесок кристалографічної текстури в анізотропію коерцитивної сили феромагнітних полікристалічних конструкційних матеріалів практично відсутні. Відомо, що кристалографічна текстура є одним із головних

структурних станів конструкційних матеріалів. Текстура може слугувати одним з резервів підвищення міцності властивостей (для титанових сплавів до 20% [12]), економити витрати енергії на перемагнічування (трансформаторна сталь). В інших випадках текстура може стати джерелом виробничих втрат, наприклад, при штампуванні або глибокій витяжці за рахунок утворення фестонів [13].

Тому досить актуальним є дослідження текстури та кореляційних залежностей механічних характеристик і коерцитивної сили, оскільки ці кореляційні залежності дозволяють більш ефективно використовувати вимірювання коерцитивної сили як способу неруйнівного контролю структури матеріалів.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами і темами.** Дисертація є частиною експериментальних і теоретичних досліджень процесів формування текстури та анізотропії фізико-механічних властивостей, які проводяться кафедрою фізики Державної установи «Південноукраїнський національний педагогічний університет імені К. Д. Ушинського». Дисертація виконувалась, зокрема, в рамках наукових тем «Дослідження впливу напружене-деформованого стану та текстуроутворення на анізотропію властивостей твердого тіла» (Державний реєстраційний № 0109U000216), а також «Мульти масштабне моделювання процесу пластичної деформації текстурованих полікристалів» (Державний реєстраційний № 0114U000002).

При виконанні цих науково-дослідних робіт автором досліджені закономірності формування кристалографічної текстури, мікроструктури і анізотропії фізико-механічних характеристик сплавів заліза з кремнієм, феромагнітних конструкційних сплавів заліза, деформованих прокаткою, знакозмінним вигином, а також розроблені фізичні моделі, які дозволяють описувати зміни властивостей в залежності від виду та ступеня деформації.

**Метою роботи** є розробка фізичної моделі зв'язку коерцитивної сили з кристалографічною текстурою, характеристиками міцності та пластичності, залишковими напруженнями решітки, розмірами кристалітів у деяких сплавах заліза і конструкційних стальях для використання у прогнозуванні їх безпечної експлуатації.

Досягнення зазначененої мети зумовило необхідність вирішення таких завдань:

1. Встановити зв'язок анізотропії коерцитивної сили з кристалографічною орієнтацією монокристалів кременистого заліза.
2. Встановити зв'язок кристалографічної текстури з анізотропією коерцитивної сили в полікристалічному сплаві заліза Fe-3%Si.
3. Дослідити вплив ступеня деформації холодною прокаткою та відпалу на коерцитивну силу сплаву заліза Fe-3%Si і встановити зв'язок коерцитивної сили з характеристиками текстури, розмірами і формою зерен.
4. Знайти закономірності впливу текстури на коерцитивну силу конструкційних феромагнітних і аустенітно-нестабільних сталей.
5. Розробити фізичну модель зв'язку коерцитивної сили з кристалографічною орієнтацією кристалів, напруженнями решітки та формою і розміром кристалітів деяких конструкційних сталей для встановлення закономірностей взаємозв'язку з характеристиками міцності та пластичності.

**Об'єкт дослідження.** Кристалографічна текстура, мікроструктура, анізотропія коерцитивної сили, механічні характеристики при одноосьовому розтязі у сплавах на основі заліза після деформації прокаткою і відпалу.

**Предмет дослідження.** Монокристали та полікристали кременистого заліза Fe-3%Si, зразки низьколегованої сталі 10Г2 після гвинтової екструзії та подальшої прокатки, зразки низьколегованої сталі 09Г2С, тепlostійкої сталі 15Х5М і нержавіючої сталі 08Х18Н10Т після тривалої експлуатації, аустенітно-нестабільні сталі різного хімічного складу.

**Методи дослідження.** Рентгенівський аналіз текстури і субструктур кристалічних тіл, металографічний аналіз, методи механічних випробувань полікристалів, неруйнівний метод вимірювання коерцитивної сили за допомогою коерцитиметрів, комп'ютерне моделювання.

### **Наукова новизна одержаних результатів:**

1. Запропоновано фізичну модель виникнення анізотропії коерцитивної сили при накладанні зовнішнього магнітного поля в різних кристалографічних

напрямках за рахунок різної роботи намагнічування кристалів у текстуркованому полікристалі.

2. Встановлено, що при деформації холодною прокаткою полікристалів сплаву Fe-3%Si збільшується коерцитивна сила в 2 рази, при незмінному характері анізотропії. Це може бути пов'язано з залишковими напруженнями після прокатки.

3. Показано, що після дорекристалізаційного відпалу прокатаних листових зразків полікристалів сплаву Fe-3%Si з текстурою, при якій в площині листа розташовано сімейство кристалографічних площин  $\{001\}$ , анізотропія коерцитивної сили зумовлена не текстурою та пружними напруженнями, а формою і розмірами зерен після прокатки внаслідок особливостей динаміки доменної структури.

4. Уперше досліджено кристалографічну текстуру та анізотропію коерцитивної сили циліндричних зразків зі сталей 15Х5М і 08Х18Н10Т після довготривалої експлуатації. Встановлено, що у сталі 15Х5М має місце анізотропія коерцитивної сили: її величина в осьовому і кільцевому напрямках склада 6,84 і 6,14 А/см, відповідно. Показано, що ця анізотропія обумовлена величиною роботи по переорієнтації вектора намагніченості від напрямку легкого намагнічування  $<100>$  до накладення поля, до напрямку важкого намагнічування  $<110>$  при накладенні магнітного поля внаслідок магнітної кристалографічної анізотропії.

5. Встановлено, що текстура циліндричних зразків зі сталі 08Х18Н10Т відрізняється від звичайної текстури прокатки аустенітних сталей наявністю текстури зсуву  $\{hkl\} <110>$  і двійниковых орієнтувань, площини яких  $\{332\}$  паралельні бічній циліндричній поверхні. Показано, що метод вимірювання коерцитивної сили виявився більш чутливим до зміни фазового складу нержавіючої сталі порівняно з рентгенівським фазовим аналізом, оскільки виявлено наявність магнітної фази і анізотропію коерцитивної сили у текстуркованих циліндричних зразках зі сталі 08Х18Н10Т, на відміну від рентгенівського фазового аналізу.

6. Структура аустенітно-нестабільних сталей після гарячої прокатки

складається з аустенітної і мартенситної фаз, частка яких і текстура залежить від хімічного складу сталі. Величина коерцитивної сили та її анізотропія в цих аустенітно-нестабільних стальах визначається кількістю мартенситної фази і характером її текстури.

7. Уперше проведено дослідження механічних властивостей, коерцитивної сили та текстури зразків циліндричної форми сталі 09Г2С, які вирізані в різних кристалографічних напрямках, після тривалої експлуатації. Знайдено значущі кореляційні зв'язки коерцитивної сили  $H_c$  з механічними характеристиками: межею міцності  $\sigma_m$ , умовою межею плинності  $\sigma_{0.2}$ , відносним подовженням  $\varepsilon$  з коефіцієнтами надійності апроксимації не менше 0,96. Показано, що причиною анізотропії коерцитивної сили у цих матеріалах є магнітна кристалографічна анізотропія, обумовлена характером текстури.

#### **Практичне значення отриманих результатів дослідження:**

1. Запропонована модель виникнення анізотропії коерцитивної сили внаслідок різної величини роботи перемагнічування кристалів при переході від напрямку легкого намагнічування до інших напрямків намагнічування може бути використана для розвитку теорії намагнічування з урахуванням кристалографічної текстури.

2. Встановлено, що ізотропний вплив пружних напружень, які виникають у процесі прокатки полікристалів сплаву Fe-3%Si, та анізотропний вплив форми та розміру зерен на коерцитивну силу після відпалу можуть бути використані при розробці неруйнівного методу контролю структурного стану сталі за коерцитивною силою.

3. Результати дослідження текстури, механічних характеристик і коерцитивної сили зразків сталей 09Г2С, 15Х5М і 08Х18Н10Т циліндричної форми після тривалої експлуатації розширяють сукупність даних зі зв'язку механічних і магнітних характеристик різних конструкційних сталей. Це може бути використано для прогнозування терміну безпечної експлуатації цих матеріалів.

4. Знайдено кореляційні зв'язки коерцитивної сили з механічними

характеристиками сталі 09Г2С, які можуть бути використані для контролю напружене-деформованого стану сталі в процесі експлуатації.

5. Встановлена залежність величини коерцитивної сили та її анізотропії в аустенітно-нестабільних стальах від хімічного складу, кількості мартенситу та характеру його текстури буде використана для розробки нових ПНП-сталей із заданими властивостями.

6. Виявлено висока чутливість коерцитивної сили до фазового складу аустенітних сталей типу 08Х18Н10Т після зовнішніх впливів буде використана для розробки неруйнівного метода контролю фазового складу за виміром коерцитивної сили.

**Особистий внесок здобувача.** У наукових працях, опублікованих у співавторстві, дисерантка брала участь у постановці та обґрунтуванні задач, аналізі результатів, проведенні досліджень текстури, мікроструктури, а також в обговоренні отриманих експериментальних даних, їх обробці та підготовці наукових праць до публікацій.

Усі результати, що складають основний зміст дисертації, отримано особисто автором, а саме:

1. Проведено рентгенівські та металографічні дослідження зразків сталі.
2. Виконано математичну обробку результатів та встановлено основні закономірності формування текстури досліджених сплавів заліза.
3. Проаналізовано результати механічних випробувань і визначено величини меж міцності, плинності та відносного подовження зразків.
4. Проведено вимірювання коерцитивної сили.
5. Встановлено значущі кореляційні зв'язки та знайдено відповідні рівняння регресії між параметрами текстури, механічними характеристиками та коерцитивною силою досліджуваних сплавів заліза.
6. Запропоновано фізичну модель анізотропії коерцитивної сили, яка полягає в тому, що анізотропія коерцитивної сили за відсутності зовнішніх напружень виникає унаслідок обумовленої кристалографічною текстурою різної величини роботи перемагнічування кристалів при переході від напрямку легкого

намагнічування до напрямів важкого намагнічування.

**Апробація результатів дисертації.** Основні результати роботи доповідалися і обговорювалися на таких конференціях: Міжнародній конференції студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики ЕВРИКА-2013 (Львів, Україна, 2013); XI Міжнародній щорічній конференції молодих науковців і аспірантів «Фізико-хімія і технологія неорганічних матеріалів» (Москва, Ін-т металургії імені А. А. Байкова РАН, 2014); VIII Міжнародній науково-технічній конференції «Механіка, ресурс і діагностика матеріалів і конструкцій» (Єкатеринбург, Росія, 2014); Міжнародній конференції «Розвиток інформаційно-ресурсного забезпечення освіти і науки в гірничо-металургійній галузі та на транспорті» (Дніпропетровськ, Україна, 2014); Міжнародній конференції «Деформація та руйнування матеріалів і наноматеріалів» (Москва, Ін-т металургії імені А.А. Байкова РАН, 2015); IX International Conference on Topical Problems of Semiconductor Physics (Truskavets, Ukraine, 2016); Міжнародній конференції «Сучасні інноваційні технології підготовки інженерних кадрів для гірничої промисловості та транспорту 2016» (Дніпропетровськ, Україна 2016); Міжнародних наукових читаннях імені чл.-кор. АН СРСР I. A. Одінга «Механічні властивості сучасних конструкційних матеріалів», (Москва, Ін-т металургії імені А. А. Байкова РАН, 2016).

**Обґрунтованість та достовірність** одержаних результатів обумовлена використанням сучасних методів рентгенівського текстурного експерименту і методів визначення анізотропії властивостей, що вивчаються, використанням сучасних методів математичного моделювання фізичних процесів, порівнянням експериментальних даних з відповідними теоретичними й експериментальними даними відомими з літератури, сучасною обробкою результатів, відповідністю висновків загальноприйнятим уявленням.

**Публікації.** Основні положення дисертаційної роботи опубліковано в 13 наукових працях. У тому числі в реферованих наукових міжнародних журналах опубліковано 5 статей, одна з яких надрукована у виданні, яке індексується базою даних Scopus. Додатково результати дисертації роботи висвітлені в 8 тезах і

матеріалах міжнародних наукових конференцій.

**Структура і обсяг дисертації.** Дисертація складається зі вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаних джерел зі 110 найменувань. Робота викладена на 134 сторінках і включає 47 рисунків і 15 таблиць.

## РОЗДІЛ 1

### ОГЛЯД МАГНІТНИХ ЯВИЩ І ТЕКСТУРИ

#### 1.1. Основні характеристики феромагнетиків

Феромагнетики – це особливий клас магнетиків, здатних володіти намагніченістю за відсутності зовнішнього магнітного поля. За своїм найпоширенішим представником – залізом – вони отримали назву феромагнетиків. Феромагнетизмом володіють, в основному, кристалічні речовини [14, 15]. До їх числа відносяться так звані перехідні елементи таблиці Менделєєва: залізо (Fe), кобальт (Co) і нікель (Ni).

Антиферомагнетиками є кристалічні речовини, що мають дві підгратки, у яких магнітні моменти протилежні й однакові (наприклад, хром, марганець, цезій, неодим, самарій тощо).

Феримагнетики – це такі матеріали, у яких магнітні моменти сусідніх підграток неоднакові (наприклад, ферити  $MnO \cdot Fe_2O_3$ ,  $BaO \cdot 6Fe_2O_3$ ,  $(NiO \cdot ZnO) Fe_2O_3$ ,  $Li_2O \cdot Fe_2O_3$  та інші).

Спонтанна намагніченість феромагнетиків є наслідком електричної взаємодії електронів. Ця взаємодія, що приводить до стану спонтанної намагніченості феромагнетиків, є особливою квантовою взаємодією, яка зв'язує обмінною взаємодією. При температурах менших певної температури – температури Кюорі  $Q_K$ , тобто  $T < Q_K$ , будь-яке феромагнітне тіло складається з доменів – малих областей з лінійними розмірами порядку 1-10 мкм, усередині яких існує найбільша намагніченість, яка дорівнює  $I_S$  – намагніченості насичення. Домени – це так звані області спонтанної намагніченості.

Домени за Я. І. Френкелем і В. Гейзенбергом [1] виникають у результаті дії сил обмінної взаємодії між атомами. Якщо у атомів металів є незаповнені електронні оболонки, в яких спіни електронів повністю не компенсуються, і якщо радіус (діаметр  $d$ ) цих оболонок малий порівняно з відстанню між ядрами в гратці

(міжатомною відстанню  $a$ ), то між некомпенсованими спінами виникає особлива взаємодія, яка є обмінною. Цим умовам відповідають атоми перехідних елементів. Енергію  $A$ , що виникає в результаті обміну електронами споріднених атомів, називають обмінною енергією або інтегралом обмінної енергії.

При позитивному інтегралі обмінної енергії  $A$ , (рис. 1.1), що відповідає мінімуму електростатичної енергії, виникає паралельна орієнтація спинів.

Якщо знак  $A$  негативний (рис. 1.1) енергетично вигідно антипаралельне розташування спинів.



Рис. 1.1. Схематична залежність інтеграла обмінної енергії  $A$  від відношення міжатомної відстані  $a$  до діаметру незаповненою електронною оболонки  $d$ .

Числове значення і знак інтеграла  $A$  залежить від ступеня перекриття електронних оболонок, тобто залежить від відстані між атомами. На рис. 1.1 показано, що при  $a/d > 1,5$  відбувається переход від антіферомагнітного стану до феромагнітного.

Хоча обмінна взаємодія в металах носить більш складний характер, ніж це випливає з теорії Френкеля-Гейзенберга, зазначена теорія дозволяє якісно пояснити причину спонтанної намагніченості. Критерієм феромагнетизму є існування незаповнених внутрішніх електронних оболонок, радіус яких має бути малий порівняно з відстанню між ядрами в гратці.

У результаті обмінної взаємодії спіни електронів орієнтуються паралельно один одному всередині невеликих областей – доменів. Усередині домену виникає досить сильне магнітне поле, так що домен виявляється намагніченим до насищення. Кожен домен, крім того, характеризується певним значенням і

напрямком вектору магнітного моменту всього домену (рис. 1.2, а)

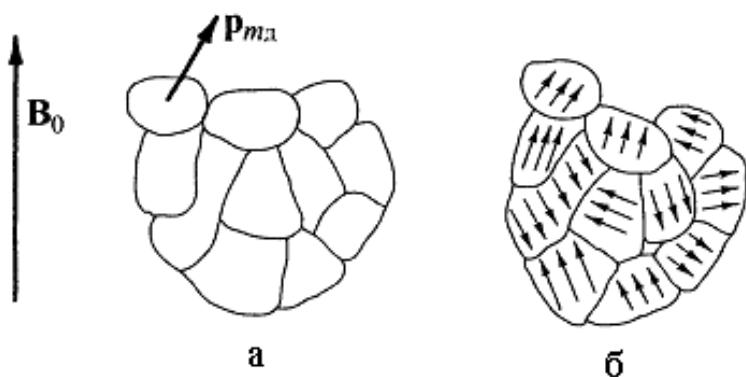


Рис. 1.2. Схема доменної структури феромагнетику: а – вектор магнітного моменту домену  $\vec{P}_{m\Delta}$ ; б – доменна структура ненамагніченого феромагнетику.

За відсутності зовнішнього магнітного поля вектори магнітних моментів окремих доменів орієнтовані всередині феромагнетику абсолютно невпорядковано, так що сумарний магнітний момент усього тіла дорівнює нулю (рис. 1.2, б).

Під впливом зовнішнього магнітного поля у феромагнетиках відбувається поворот уздовж поля магнітних моментів не окремих атомів або молекул, як у парамагнетиках, а цілих областей спонтанної намагніченості – доменів. Дія поля на домени на різних стадіях процесу намагнічування виявляється різною. Спочатку, при слабких полях, спостерігається зсув границь доменів, в результаті відбувається збільшення тих доменів, моменти яких складають менший кут із зовнішнім полем  $\vec{H}$ , за рахунок доменів, моменти яких складають більший кут. Це відбувається до тих пір, поки домени з меншим кутом не поглинуть повністю енергетично менш вигідні домени. На наступному етапі відстежуємо поворот магнітних моментів доменів у напрямку поля. При цьому магнітні моменти електронів у межах доменів повертаються одночасно, без порушення паралельності. Такі процеси є незворотними, що і є причиною гістерезису намагніченості I (рис. 1.3).

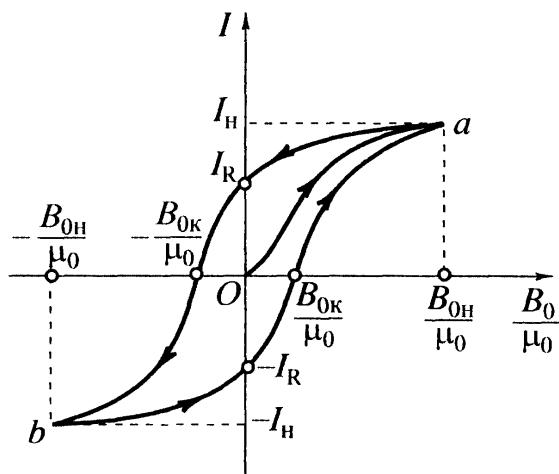


Рис. 1.3. Петля магнітного гістерезису.

При зменшенні індукції  $B_o$  зовнішнього поля в намагніченому феромагнетику відбувається поступова дезорієнтація областей спонтанної намагніченості. Однак і за відсутності зовнішнього поля частина магнітних моментів доменів залишається орієнтованою, і цим пояснюється існування залишкової намагніченості і можливість створення постійних магнітів.

Тепловий рух атомів феромагнітних речовин сприяє зменшенню залишкової намагніченості. Тому з підвищенням температури залишкова намагніченість зменшується. При досягненні температури, яка дорівнює точці Кюрі, залишкова намагніченість  $I_R$  (рис. 1.3) повністю зникає – області спонтанної намагніченості розпадаються, і речовина втрачає феромагнітні властивості.

**Основні характеристики магнітних матеріалів.** Напруженість  $\vec{H}$  та індукція  $\vec{B}$  – векторні величини, які є силовими характеристиками магнітного поля. У вакуумі,  $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$ , де  $\mu_0$  – магнітна постійна або магнітна проникність вакууму

$$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Гн/м.}$$

У магнітному середовищі магнітна проникність  $\mu$  пов'язує магнітну індукцію  $\vec{B}$  з напруженістю магнітного поля  $\vec{H}$ :

$$\vec{B} = \mu_0 \mu \vec{H}, \quad (1.1)$$

де  $\mu$  – відносна магнітна проникність речовини.

Для феромагнетиків рівняння (1.1) є справедливим у випадку для слабких

магнітних полів. Залежно від посилення поля з'являється явище гістерезису, коли при збільшенні напруженості та від подальшого зменшення напруженості значення  $B$  і  $H$  не збігаються один з одним. При цьому вираз (1.1) має сенс тільки при збільшенні напруженості протягом першого циклу намагнічування.

**Магнітна проникність.** У техніці використовується кілька десятків видів магнітної проникності залежно від конкретних застосувань магнітного матеріалу.

### Абсолютна проникність

$$\mu_a = B/H \quad (1.2)$$

### Відносна проникність

$$\mu = \frac{\vec{B}}{\mu_0 \vec{H}}. \quad (1.3)$$

Залежність  $\mu = f(H)$  показана на рис. 1.4.

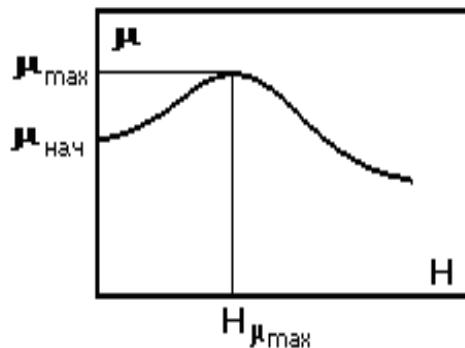


Рис. 1.4. Залежність магнітної проникності  $\mu$  від напруженості магнітного поля  $H$ .

**Початкова і максимальна проникність** є окремими випадками проникності

$$\mu_{\text{нач}} = \lim_{H \rightarrow 0} \frac{B}{\mu_0 \cdot H}; \quad \mu_{\text{макс}} = \frac{B_{\mu_{\text{макс}}}}{\mu_0 \cdot H_{\mu_{\text{макс}}}}. \quad (1.4)$$

При одночасній дії на магнітний матеріал постійного  $H_o$  і змінного  $H$ -магнітних полів за умови  $H \ll H_o$  вводять поняття диференціальної проникності  $\mu_{\text{диф}}$

$$\mu_{\text{диф.}} = \frac{1}{\mu_0} \cdot \frac{dB}{dH} \quad (1.5)$$

**Намагніченість**  $\vec{I}_S$  будь-якої речовини в магнітному полі можна визначити як відношення сумарного магнітного моменту  $M$  матеріалу до одиничного об'єму

V:

$$\vec{I} = \frac{\vec{M}}{V}. \quad (1.6)$$

Намагніченість залежить від поля, що намагнічує  $H$ :

$$\vec{I} = \chi_{\mu} \cdot \vec{H}, \text{ A/m}, \quad (1.7)$$

де  $\chi_{\mu}$  – магнітна сприйнятливість речовин є безрозмірною величиною, яка характеризує здатність до намагнічування. Значення  $\mu$  і  $\chi_{\mu}$  зв'язані так:

$$\mu = \chi_{\mu} + 1. \quad (1.8)$$

Намагніченість є характеристикою середовища. Аналогічно поляризації середовища в електричному полі намагніченість складається з намагніченостей окремих атомів, які називаються магнітними моментами атомів

$$\vec{M} = \sum \vec{m}_i. \quad (1.9)$$

**Енергія магнітного поля.** При намагнічуванні енергія магнітного поля феромагнетику виражається так:

$$W = \frac{\vec{B} \vec{H}}{2} = \frac{\mu_0 \mu \vec{H}^2}{2} = \frac{\vec{B}^2}{2\mu_0 \mu}. \quad (1.10)$$

**Крива намагніченості.** Кривою намагніченості називають залежність намагніченості  $I$  від напруженості  $H$  зовнішнього магнітного поля (рис. 1.5, а), а також залежність індукції магнітного поля  $B$  у речовині від напруженості зовнішнього магнітного поля  $H$  (рис. 1.5, б)

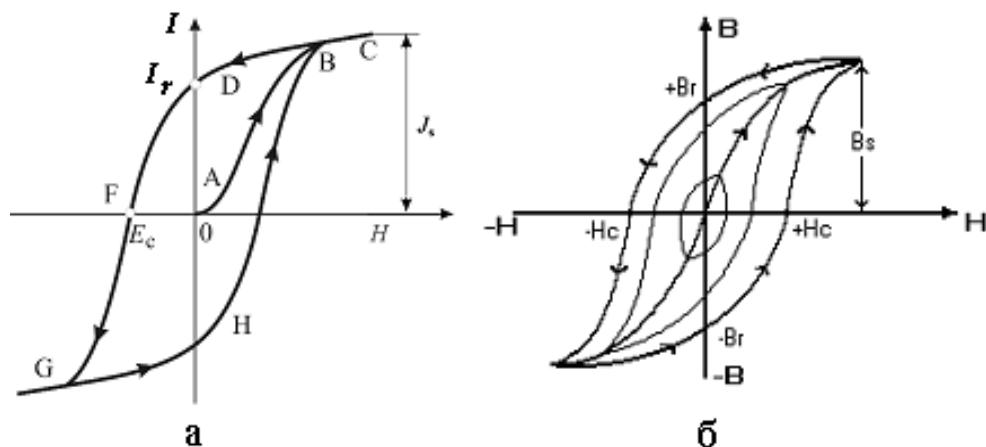


Рис. 1.5. Крива намагніченості: а –  $I = f(H)$ ; б –  $B = f(H)$ .

**Магнітний гістерезис.** Магнітний гістерезис визивається незворотними

процесами намагнічування. Хід кривих намагніченості на рис. 1.5 показаний стрілками. До основних параметрів петлі гістерезису відносяться:

- $B_S$  – індукція насычення і  $I_S$  – намагніченість насычення;
- $B_r$  – залишкова індукція і  $I_r$  – залишкова намагніченість;
- $H_c$  – коерцитивна сила (*від лат. coērcitio — утримування* – напруженість розмагнічуючого поля, при якій залишкова намагніченість  $I_r$  (рис. 1.5, а) або залишкова індукція  $B_r$  (рис. 1.5, б) стає рівною нулю).

Для різних значень  $H$  можна отримати сімейство петель гістерезису (рис. 1.5, б). Петля гістерезису при  $B_S$  називається граничною. Плавну лінію, яка з'єднує вершини петель на рис. 1.5, б, називають основною кривою намагнічування.

## 1.2. Коерцитивна сила і структура металу

Коерцитивна сила  $H_c$  досить суттєво залежить від структури матеріалу, тобто може значно змінюватися в результаті невеликих змін металургійної обробки та хімічного складу матеріалу. Наприклад, величина коерцитивної сили є однією з найбільш важливих критеріїв при відборі феромагнетиків для практичного застосування. Так, коерцитивна сила може змінюватися в  $5\text{-}10^6$  разів. Наприклад, від 600 ерстед (47,7 кА/м) у магніті динаміка (сплав альніко 5) і 20 000 (1 591,5 кА/м) в спеціальних високостійких магнітах (Fe-Pt) до значення 0,5 (39,8 А/м) в силових трансформаторах (сплав залізо-кремній) або 0,004 (0,32 А/м) в імпульсних трансформаторах (сплав супермалой, що складається з 79% нікелю, 16% заліза і 5% молібдену) [16].

Загальновідомо, що явище магнітного гістерезису (залишкова індукція, коерцитивна сила) обумовлено незворотним намагнічуванням. Незворотне намагнічування здебільшого обумовлено зміщенням міждоменної границі, якщо тіло складається з великих феромагнітних кристалів, які безпосередньо прилягають один до одного [1, 7, 14, 15].

Якщо ж тіло складається з дрібних однодоменних феромагнітних частинок, ізольованих одна від одної слабомагнітною речовиною так, що їх магнітною взаємодією можна знехтувати, то незворотне намагнічування обумовлено обертанням вектору намагніченості кожного ізольованого домену [1, 7, 14, 15]. Критична величина зерна  $d_{kp}$ , при якій виникають однодоменні структури, для заліза, зокрема,  $d_{kp} \approx 0,05$  мкм [15].

Так загалом коерцитивну силу, яка викликана незворотними процесами обертання, можна уявити як суму наступних складових: кристалографічної магнітної анізотропії, внутрішніх пружних напружень, що виникають за наявності дефектів кристалічної решітки, дробленням кристалів і їх подовженням при деформації [15].

Магнітна анізотропія є досить інтенсивною в монокристалах феромагнетиків. Вона проявляється за наявності осей легкого намагнічування  $I_s$ , уздовж яких направлені вектори спонтанної намагніченості феромагнітних доменів [1, 7, 14, 15]. На рис. 1.6, 1.7 представлена криві намагнічування в різних напрямках монокристалів заліза і нікелю.

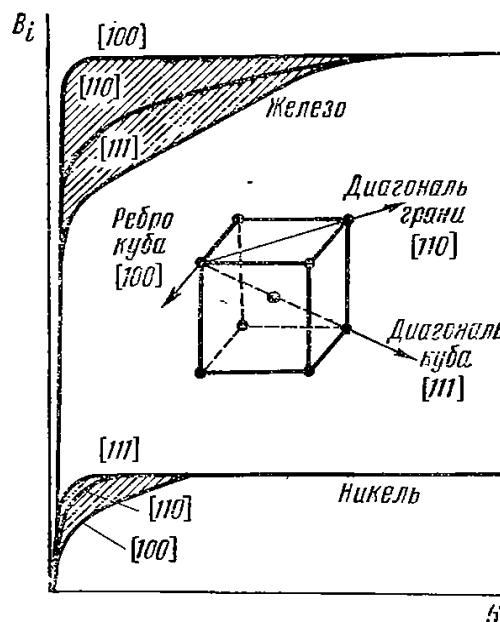


Рис. 1.6. Криві намагнічування в різних напрямках монокристалів заліза і нікелю [15].

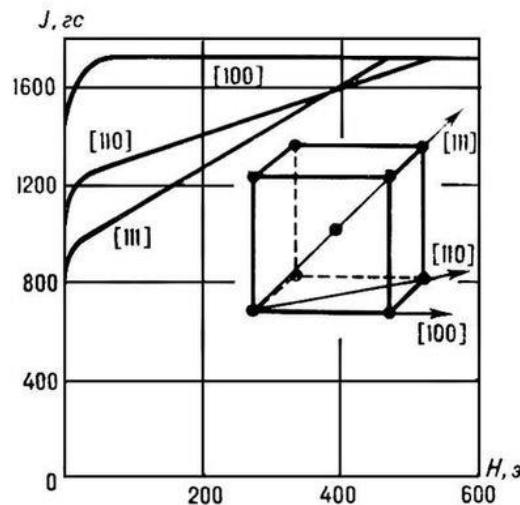


Рис. 1.7. Магнітна анізотропія кубічних монокристалів заліза [15].

На рис. 1.6, 1.7 наведені криві намагнічування для трьох головних кристалографічних осей [100], [110] і [111] кристала заліза.  $I$  – намагніченість, в гаусах ( $\Gamma$ с),  $H$  – напруженість поля, що намагнічує, в ерстедах (Е). ( $1\text{E} = 79,58 \text{ A/m} \approx 0,8 \text{ A/cm}$ ,  $1 \text{ Гс} = 10^{-4} \text{ Тл} = 1 \text{ Вб}/\text{м}^2$ ) [15].

Криві показують, що кристали є магнітоанізотропними. Напрямками легкого намагнічування для монокристала заліза є ребра куба (напрямки  $<100>$ ), а для монокристала нікелю – просторові діагоналі (напрямки  $<111>$ ). Важкій намагніченості для заліза відповідають просторові діагоналі, для нікелю – ребра куба.

За відсутності зовнішнього поля і внутрішніх напружень у тілі намагніченість домену спрямована уздовж осі легкого намагнічування.

Мірою магнітної анізотропії для цього напрямку в кристалі є робота зовнішнього магнітного поля, яка необхідна для повороту вектору  $I_s$  з положення уздовж осі найбільш легкого намагнічування, у нове положення – уздовж зовнішнього поля. Ця робота при постійній температурі визначає вільну енергію магнітної анізотропії  $W_k$ . Енергія, необхідна для намагнічування одиниці об'єму речовини, визначається як [17]

$$W_k = K_0 + K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + K_3 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2)^2 \quad (1.11)$$

де  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  – константи анізотропії  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$  – косинуси кутів між

напрямком намагнічування і трьома напрямками осей координат у кристалі – [100], [010] и [001]. Константа  $K_0$  не залежить від напрямку та може не враховуватись. Для приблизного розрахунку в деяких випадках можна обмежитися тільки величиною  $K_1$ , оскільки  $K_2$  і  $K_3$  за порядком величини значно менші  $K_1$  і, крім того, величини косинусів кутів  $\alpha$  ( $<1$ ) входять у відповідні складові в ступені 6 та 8.

Величина і знак першої константи природної кристалографічної магнітної анізотропії визначаються атомною структурою речовини, а також залежать від температури, тиску тощо. Наприклад, у залізі при кімнатній температурі  $K_1 = 4,2 \cdot 10^4$  Дж/м<sup>3</sup>, а в нікелі  $K_1 = -0,34 \cdot 10^3$  Дж/м<sup>3</sup> [17, с. 89].

Феромагнетик при намагнічуванні змінює свої лінійні розміри та форму [17, с. 79]. Зміна форми кожного домену в багатодоменному кристалі (полікристалічному тілі) наштовхується на перешкоди, які утворюються під впливом сусідніх доменів, і виникають пружні напруження. У змінному магнітному полі виникає магнітострикція технічного намагнічування  $\lambda_S(\Delta l/l)_S$  [17, с. 58]. Величина  $\lambda_S$  анізотропна і залежить від напрямку (у кубічному кристалі  $\lambda_{100} \neq \lambda_{110} \neq \lambda_{111}$ ).

Так, наприклад, для будь-якого напрямку в такому кристалі поздовжня магнітострикція визначається рівнянням:

$$\lambda_S = \lambda_{100} + 3(\lambda_{111} - \lambda_{100})(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2), \quad (1.12)$$

де  $\alpha_{ij}$  – напрямні косинуси відносно до кристалографічних осей кубічного кристала. Члени великих ступенів були відкинуті внаслідок меншості порядку їх величин [17, с. 57].

Наприклад, залізо (позитивна магнітострикція), при намагнічуванні порівняно зі слабкими полями, дещо подовжується, при цьому поперечний переріз зразка зменшується [17, с. 81]. На підставі принципу Ле-Шательє про протидію системи діючих на неї сил, витікає, що пружне стиснення залізного зразка буде перешкоджати його намагнічуванню, а розтяг – сприяти.

Отже, при пружному розтязі, магнітна проникність зросте, а коерцитивна сила зменшиться. При пружному стисненні, навпаки, – магнітна проникність зменшиться, а коерцитивна сила зросте. Це справедливо для будь-якого полікристалічного зразка. При позитивній магнітострикції напрямок пружного розтягу є напрямком легкого намагнічування, якщо робота з подолання перешкод, пов'язаних з магнітострикцією, переважає над роботою з подолання перешкод, пов'язаних з кристалічною магнітною анізотропією.

У разі негативної магнітострикції (наприклад, у нікелі) пружне стиснення полегшувало б процес намагнічування і розмагнічування, а розтяг ускладнював ці процеси.

При намагнічуванні, наприклад, стисненого зразка заліза або розтягнутого зразка нікелю, виникає додаткова енергія, рівна приблизно  $\lambda_s \sigma$  (з точністю до числового коефіцієнта порядку одиниці), де  $\sigma$  – напруга від зовнішніх сил, а  $\lambda_s$  – магнітострикція насичення. Ця енергія відіграє важливу роль при досить сильних навантаженнях або при замалому значенні константи кристалічної анізотропії  $K$ , тобто при  $\lambda_s \sigma \gg K$ .

Тут також враховується магнітострикція насичення  $\lambda_s$ , оскільки кожен домен намагнічений до насичення. Під впливом кристалічної анізотропії і зовнішніх сил встановлюється найвигідніший напрям спонтанного намагнічування (вектору  $\vec{I}_s$ ) у кожному домені, відповідний мінімуму енергії. Зміна цього напрямку пов'язана з додатковою енергією  $K_{\phi} = \alpha K + \beta \lambda_s \sigma$ , яка називається ефективною константою магнітної анізотропії. Вона складається з енергії кристалічної анізотропії ( $K$ ) і магнітопружної енергії. Коефіцієнти  $\alpha$  і  $\beta$  мають значення порядку одиниці [17, с. 83].

Зазначимо, що поняття  $K_{\phi}$  може бути поширене і на феромагнетик, на який зовнішні сили не діють. Так,  $\sigma$  є величиною внутрішніх напруженень, які виникають у результаті наклепу, розбиття зерен полікристалів на блоки когерентного розсіювання та інші недосконалості кристалів, з яких складається тіло [17, с. 83].

Для повністю ізотропного в магнітному відношенні феромагнетику коерцитивна сила визначається тільки анізотропією форми частинки. Якщо частка має форму еліпсоїда обертання, а зовнішнє поле, протилежне початковому напрямку намагніченості, паралельно головній (довгій) осі, то енергія намагнічування визначається формулою [15, с. 88]:

$$W_N = \frac{1}{2} \mu_0 I_s^2 (N_a \cos^2 \theta + N_b \sin^2 \theta) + \mu_0 H J_s \cos \theta, \quad (1.13)$$

де  $N_a$  – коефіцієнт розмагнічування (фактор розмагнічування) в напрямку головної осі еліпсоїда;  $N_b$  – коефіцієнт розмагнічування (фактор розмагнічування) в будь-якому напрямку, перпендикулярному головній осі;  $\theta$  – кут між векторами  $\vec{H}$  и  $\vec{J}_s$ .

Виникнення фактору розмагнічування обумовлено тим, що на практиці у більшості випадків магнітний ланцюг є розімкнутим, тобто містить повітряний зазор. У тілі з повітряним зазором виникає розмагнічуюче поле, яке спрямоване назустріч зовнішньому намагнічуючому полю. Розмагнічуюче поле пропорційне намагніченості  $I$

$$H_p = N_p I. \quad (1.14)$$

Фактор розмагнічування у більшості випадків залежить від форми тіла. Точне значення мають лише намагнічені тіла у формі еліпсоїда обертання. Для циліндра, як і для еліпсоїда,  $N_p$  залежить від відношення довжини  $l$  до діаметру поперечного перерізу  $d$ . Наприклад, для кулі  $N_p = 1/3$ , для нескінченного циліндра, поздовжня вісь якого перпендикулярна зовнішньому полю,  $N_p = 1/2$  і зміниться, якщо циліндр розташувати по-іншому і т. д. (див., наприклад, [17, с. 73]).

Тіла є неоднорідно намагніченими, практично в більшості випадків. У таких тілах  $I$ , а, отже, і  $N_p$  у різних точках різні. Тому використовують деякі усереднені значення, які визначаються за наближеними формулами або довідковими таблицями для тіл заданої форми [15].

Загалом, як згадувалося вище, коерцитивну силу можна уявити як суму трьох

складових: кристалографічної магнітної анізотропії, внутрішніх пружних напружень, що виникають при наявності дефектів кристалічної решітки, та дробленням кристалів і їх видовженням [15, с. 90]:

$$H_c = H_c^K + H_c^\sigma + H_c^N, \quad (1.15)$$

де перший доданок обумовлено кристалічною магнітною анізотропією

$$H_c^K = a \frac{K_1}{\mu_0 I_s}, \quad (1.16)$$

де  $0,5 \leq a \leq 2$ .

Другий доданок обумовлено внутрішньою напругою  $\sigma$

$$H_c^\sigma = b \frac{\lambda_s \sigma}{\mu_0 I_s}, \quad (1.17)$$

де  $b = 1,5, \dots, 3$  – числовий коефіцієнт.

Третя складова пов’язана з видовженням структурних складових

$$H_c^N = \tilde{n} |N_b - N_a| I_s \quad (1.18)$$

де  $c = 0,48$  – числовий коефіцієнт.

Максимально можливе для такої речовини значення відповідає сильно витягнутій частці, для якої можна вважати, що  $N_b = N_a = 1/2$  [15, с. 89]. Тоді

$$H_c^N = I_s / 2.$$

Максимальні значення коерцитивної сили, зумовлені різними причинами, дрібних (однодоменних) частинок наведені в табл. 1.

Таблиця 1.1

Максимальні значення коерцитивної сили дрібних (однодоменних) часток, обумовлених різними причинами [15, с. 89]

Причина	Вираз для $H_c$	Максимальне значення $H_c$ , А/см		
		Fe	Co	Ni
Кристалографічна анізотропія	$2K_1/\mu_0 I_s$	400	4800	110
Анізотропія форми	$I_s/2$	8500	7000	2520
Анізотропія механічних напружень	$3\lambda_s \sigma / \mu_0 I_s$	480	480	3200

Відомо, що намагніченість насычення твердих розчинів, як і чистих металів, не є структурно чутливою властивістю і практично не залежить від наклепу (за відсутності упорядкування), величини зерна, кристалічної орієнтації тощо. [17, с. 99]. Константи анізотропії і магнітострикції  $K$  і  $\lambda_S$  можна вважати структурно нечутливими властивостями. Константи  $K$  и  $\lambda_S$  залежать від складу феромагнітного твердого розчину, хоча вказати на будь-які загальні закономірності цієї залежності на сьогодні неможливо [17, с. 99]. У більшості випадків  $K$  зменшується зі збільшенням легування [17, с. 99].

До структурно чутливих властивостей відносяться магнітна проникність, індукція насычення, залишкова індукція, втрати на гістерезис і коерцитивна сила. Між проникністю і коерцитивною силою існує хороша кореляція [17, с. 89]:  $H_c$  пропорційна  $\mu_a$  ( $\mu_a = \frac{B}{H}$ ).

Як відомо, холодна пластична деформація (нижче температури рекристалізації) викликає спотворення кристалічної решітки. Внутрішні напруження, обумовлені спотвореннями решітки, ускладнюють процеси намагнічування і розмагнічування заліза й інших феромагнітних металів. Магнітна проникність при наклепі знижується тим значніше, чим більше ступінь обтиску. Коерцитивна сила, навпаки, зростає з підвищенням ступеня обтиску (рис. 1.8).

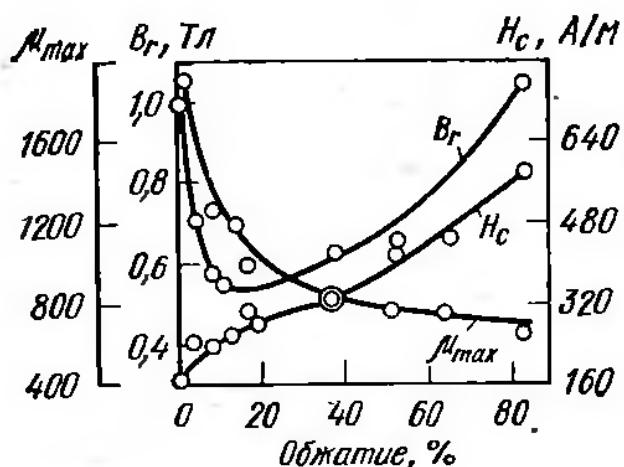


Рис. 1.8. Залежність магнітних властивостей від обтиску при наклепі [17].

Відповідні залежності  $H_c$  і  $\mu_{max}$  від ступеня деформації отримано під час випробування залізного дроту з 0,07% С. Різні ступені обтиснення досягнуті шляхом холодного протягання відпалених дротів діаметром 4,1-9,7 мм на один і той же розмір 4,0 мм [17, с. 100]. Коерцитивна сила  $H_c$  при наклепі зростає, а  $\mu_{max}$  зменшується.

Рекристалізаційний відпал діє протилежно наклепу. Відпал підвищує проникність і знижує коерцитивну силу і втрати на гістерезис. Значення цих магнітних властивостей повертаються приблизно до вихідних величин, які мали місце до наклепу.

Як енергія втрат  $W$ , так і максимальна магнітна проникність  $\mu_{max}$  змінюються вже при температурах відпалу, що лежать нижче температури рекристалізації (для заліза 520°C), обумовлених процесами повернення, які протікають при цих температурах. При повній рекристалізації залишкова індукція також повертається в початковий стан.

У тому ж напрямку, що і наклеп, впливає на магнітні властивості заліза подрібнення зерна (збільшення поверхні границь зерен). Чим дрібніше зерно фериту, тим більше коерцитивна сила [17, с. 101] і втрати на гістерезис, і тим менше магнітна проникність. Це пояснюється тим, що границі зерен також є фактором, що перешкоджають поширенню намагнічування. На границях зерен, на стику двох різноорієнтованих кристалітів, має місце спотворення кристалічної решітки.

Підвищення коерцитивної сили  $H_c$  у результаті загартування сталі обумовлено в основному утворенням мартенситу (рис. 1.9). Така тенденція пояснюється виникненням внутрішніх напружень [17]. Величина  $j_s = \mu_0 I_s$ , виражена в Тл, являє собою внутрішню індукцію насичення,  $I_s$  – намагніченість насичення.

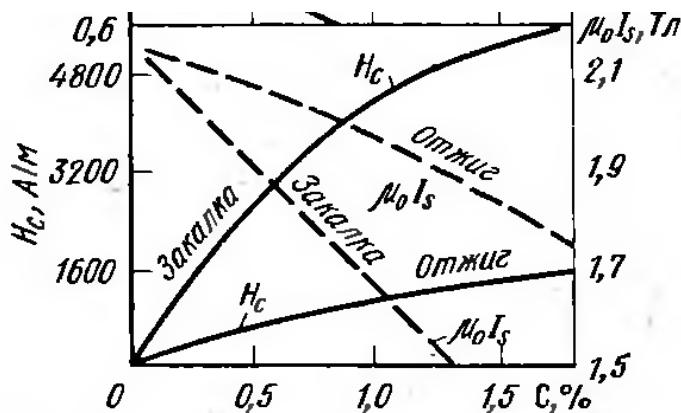


Рис. 1.9. Магнітні властивості сталі при відпалі та загартуванні [17].

В основному, як згадувалося вище, коерцитивну силу можна представити як суму трьох складових: кристалографічної магнітної анізотропії  $H_c^K$ , внутрішніх пружних напружень  $H_c^\sigma$ , що виникають при наявності дефектів кристалічної решітки, і подрібненням кристалів і їх витягуванням  $H_c^N$  [15]:

$$H_c = H_c^K + H_c^\sigma + H_c^N = a \frac{K_1}{\mu_0 I_S} + b \frac{\lambda_s \sigma}{\mu_0 I_S} + c |N_b - N_a| I_S, \quad (1.19)$$

де  $a, b, c$  – числові коефіцієнти;  $K_1$  – константа магнітної анізотропії;  $\mu_0$  – магнітна постійна;  $I_S$  – намагніченість насичення;  $\lambda_s$  – магнітострикція насичення;  $\sigma$  – внутрішні пружні напруження;  $N_a$  – коефіцієнт розмагнічування в напрямку головної осі частки у формі еліпсоїда;  $N_b$  – коефіцієнт розмагнічування в будь-якому напрямку, перпендикулярному до головної осі.

### 1.3. Огляд кореляції між магнітними параметрами, структурою і механічними властивостями

В основу надійної і безаварійної роботи металевої конструкції або споруди закладено відомий запас міцності та належний режим експлуатації. Як правило, нормативний термін експлуатації розрахований на 10-20 років безпечної роботи [18]. Далі необхідно проводити технічну діагностику й експертну оцінку можливості подальшої безаварійної експлуатації. Така оцінка, як уже згадувалося,

пов'язана з проведенням різного роду механічних випробувань і структурних досліджень стану металу, що вимагає застосування руйнівних методів відбору проб з металоконструкції. Тому пошук адекватних надійних методів неруйнівного контролю структури і механічних властивостей металу після певного терміну експлуатації є важливою проблемою фізики міцності і пластичності.

На цей час отримано певні залежності магнітних і фізико-механічних характеристик різних конструкційних сталей [19-29]. Одним з найбільш структурно-чутливих магнітних параметрів до зміни структурного стану в процесі статичних і динамічних (циклічних) навантажень сталей відзначається коерцитивна сила. Ця характеристика є чутливою до товщини металу, розміру зерен, наявності включень, їх витягнутості, залишкових напружень і тому більш інформативна, ніж, наприклад, дефектоскопія [24].

На жаль, на сьогодні загальна теорія магнітного структурного аналізу відсутня, тому основним методом отримання інформації про структуру за даними вимірювання магнітних характеристик є встановлення кореляційних залежностей між магнітними параметрами, структурою і механічними властивостями для кожного типу сталі [18]. Так, для сталей, що містять до 0,2% C, експериментально знайдено [18-29] кореляційні зв'язки з коефіцієнтами кореляції не менше 0,8 коерцитивної сили  $H_c$  з:

- щільністю дислокацій  $\rho$

$$H_c = C \sqrt{\rho}; \quad (1.20)$$

- розміром зерна  $d_\zeta$

$$H_c = C_1 \frac{1}{d_\zeta}; \quad (1.21)$$

- кількістю включень  $Y$  у стялях

$$H_c = C_3 Y^m \quad (m=0,5-1); \quad (1.22)$$

- внутрішніми напруженнями  $\sigma_{\text{вн}}$ , які припадають на одиницю довжини, і ширину міждоменної границі  $\delta$

$$H_c = \frac{\delta\lambda_s}{I_s} \frac{\sigma_{sh}}{\Delta x}; \quad (1.23)$$

- величиною пластичної деформації  $\varepsilon$

$$H_c = H_c^0 + k\sqrt{\varepsilon}, \quad (1.24)$$

де  $H_c^0$  – величина коерцитивної сили недеформованого металу;  $k$  – коефіцієнт;

- орієнтацією напрямку зовнішнього поля

$$H_c = H_c^{min} + \kappa(1 - \cos \theta), \quad (1.25)$$

де  $H_c^{min}$  відповідає напрямку легкого намагнічування;  $\theta$  – кут між напрямком осі легкого намагнічування і напрямком вимірювання;  $\kappa$  – деяка константа.

Вищезазначені дані підтверджують можливість контролю механічних властивостей і структурного стану металевих конструкцій на основі встановлення кореляційних залежностей між характеристиками міцності і магнітними характеристиками, що передбачено чинним міждержавним стандартом [30]. На цій основі для деяких сталей були встановлені критичні значення величини коерцитивної сили  $H_c^{kp}$ . Наприклад, для сталі ВСтЗсп5  $H_c^{kp} = 6$  А/см; для сталі 09Г2С  $H_c^{kp} = 8$  А/см; для сталі марки Дс  $H_c^{kp} = 9$  А/см. Ці результати можуть бути використані для прогнозування впливу діючих напружень для встановлення потенційної небезпеки експлуатації посудин, що працюють під тиском (наприклад, кисневих балонів), а також для проведення своєчасного ремонту металоконструкцій без трудомістких випробувань на втому за результатами випробувань зразків з такого ж металу при статичному одноосьовому розтязі і в режимі малоциклової втоми [31].

Хоча в цитованих вище роботах згадується анізотропний метал, який знаходиться під дією стискаючих і розтягуючих навантажень у важконапруженому стані, і підкреслюється, що необхідно розуміти характер розподілу напружень у контролюваній зоні, мова йде, перш за все, про спрямованість напружень. Однак текстурні ефекти залишаються дослідженими недостатньо.

Дослідження зв'язку текстури з анізотропією магнітних властивостей, в

основному, проводилися на трансформаторних сталях (наприклад, [32-34]), оскільки за рахунок створення в цих матеріалах сприятливої текстури може бути зменшено втрати на перемагнічування.

У той же час дослідженням анізотропії коерцитивної сили і її зв'язку з механічними властивостями конструкційних сталей присвячено значно меншу кількість досліджень. З цієї точки зору заслуговує на увагу робота [35], в якій проведено комплексне дослідження впливу текстурних і структурних факторів на коерцитивну силу сталі 05kp. У нашій роботі досліджено розподіл полюсної щільності  $P_{hkl}$  й оцінено обумовлене деформацією фізичне розширення  $\Delta\beta$  рентгенівських дифракційних ліній в напрямку прокатки (НП) і поперечному напрямку (ПН) для рулонної сталі, трубної заготовки і трубних зразків з деформацією внутрішнім тиском на 8% і 18%. Показано, що в трубних зразках виявлено переважну витягнутість зерен в кільцевому напрямку, що збігається з НП листа (механічна текстура). Крім того, встановлено лінійну кореляцію величини коерцитивної сили  $H_c$  в НП і ПН з полюсною щільністю і розширенням відповідних дифракційних ліній з ростом ступеня деформації.

У роботі [36] за допомогою жорсткого рентгенівського синхротронного випромінювання «на просвіт» з побудовою тривимірної функції розподілу орієнтацій (ФРО) досліджена текстура, а також коерцитивна сила в трубі з феритної низьковуглецевої сталі при проведенні випробувань на втому та міцність при руйнуванні після циклічних навантажень гідрравлічним тиском. Показано, що на основі контролю коерцитивної сили в трубі до випробування може бути зроблений прогноз про можливе руйнування. Виявлено також, що коерцитивна сила й інтенсивність текстури зростають у ділянках труби, найбільш деформованих при руйнуванні після циклічних навантажень гідрравлічним тиском.

Таким чином, дослідження зв'язку текстури та супутніх орієнтаційних ефектів напруженість і розмірів кристалітів з коерцитивною силою залишається актуальним.

## 1.4. Текстура та її опис

Кристалографічною текстурою називають переважну орієнтацію відповідних кристалографічних площин і напрямків у різних зернах полікристалу щодо його зовнішніх площин і напрямків [37].

Текстура виникає в результаті спрямованого зовнішнього впливу, наприклад, у процесі деформації, при кристалізації в умовах значного градієнта температур, у магнітному або електричному полі, при конденсації з пара на підложку та ін. Наявність переважної орієнтації кристалів посилює анізотропію властивостей матеріалу і може істотно змінити експлуатаційні характеристики зразка. Тому можливість створення текстури слід враховувати при проведенні різних технологічних процесів [37].

Якщо всі кристаліти полікристалу мають одну переважну орієнтацію, то текстуру називають однокомпонентною. Якщо в зразку є кілька груп кристалів, кожен з яких характеризується своєю орієнтацією, то текстуру називають багатокомпонентною.

У реальних умовах орієнтування частин кристалітів у текстуріованому матеріалі відхиляються на певний кут від ідеального положення відносно напрямку сил. Це явище називають розсіюванням текстури. Ступінь розсіювання текстури в основному є тим більшим, чим слабкіші сили, що діють на матеріал (наприклад, ступінь деформації).

**Класифікація текстур за симетрією просторого розподілу орієнтування зерен [38].**

Аксіальна текстура або по-іншому, необмежена, осьова – це тип текстури, який виникає, коли певні кристалографічні напрямки  $\langleuvw\rangle$  (вісь текстури) у всіх зернах встановлюються паралельно будь-якому зовнішньому напрямку (осі спрямованості). Позначення текстури –  $\langleuvw\rangle$ , де  $\langleuvw\rangle$  – індекси кристалографічного напрямку, орієнтованого у напрямках сили, що викликала утворення текстури. Чим більший кут, на який напрямок  $\langleuvw\rangle$  у деяких частинах кристалітів відхиляється від напрямку ідеальної осі текстури, тим більший

ступінь розсіювання текстури.

Багатокомпонентна осьова текстура записується як  $\langle u_1 v_1 w_1 \rangle + \langle u_2 v_2 w_2 \rangle + \dots$ . Усі можливі варіанти розташування зерен в матеріалі з аксіальної текстурою можна уявити за допомогою обертання монокристалу навколо напрямку  $\langleuvw\rangle$ , який встановлено вздовж осі орієнтування. Аксіальна текстура утворюється під впливом сил, що діють переважно в одному напрямку (волочіння, екструзія, стиск, осадження з газового середовища, кристалізація та ін.). Аксіальну текстуру іноді називають текстурою волочіння.

Текстура конусного волокна (спіральна) характеризується тим, що напрямки  $\langleuvw\rangle$  утворюють навколо осі орієнтування конус з кутом напіврозкриття  $\phi$ . Такою текстурою володіють, наприклад, плівки металу, напиляного на трубчасті вироби. Якщо  $\phi = 0$ , виникає осьова текстура, при  $\phi=90^\circ$  – кільцева текстура.

Текстура прокатки (інша назва – обмежена) характеризується тим, що певні площини  $\{hkl\}$  у всіх зернах паралельні одній зовнішньої площині, а напрямки  $\langleuvw\rangle$ , що лежать в цих площинах, паралельні одному напрямку.

У таких структурах зерна не мають обертального ступеня свободи. Обмежена текстура утворюється в тому випадку, коли на зразок діяли сили в декількох напрямках. Типовим прикладом обмеженої текстури служить текстура, що виникає при прокатці. Текстура прокатки утворюється в результаті дії сил стиснення в напрямку, перпендикулярному площині прокатки, яка називається НН (напрямок нормалі до площини прокатки), і сил розтягу вздовж напрямку прокатки, який називається НП. У разі текстури прокатки певні площини  $\{hkl\}$  в зернах полікристала виявляються паралельними площинами прокатки, а напрямки  $\langleuvw\rangle$  – паралельними НП. При сильній однокомпонентній текстурі прокатки кристаліти виявляються практично позбавленими ступенів свободи, і полікристалічний матеріал стає подібним відповідним чином орієнтованому блочному монокристалу.

Схеми розташування кристалітів у текстурованих матеріалах наведені на рис. 1.10.

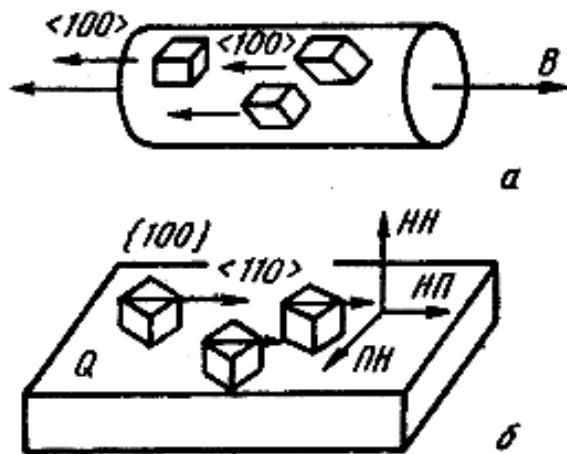


Рис. 1.10. Ідеальна текстура в металах з кубічною граткою: (а) – аксіальна текстура (текстура волочіння)  $<100>$ ; В – вісь волокна; (б) – обмежена текстура (текстура прокатки)  $\{100\} <110>$ ; Q – площа листа; НП – напрямок прокатки; НН – нормаль до площини Q, ПН – нормаль до НП і НН, яка лежить в площині Q.

Текстуру прокатки в загальній формі позначають символом  $\{hkl\} <uvw>$ . Індекси  $\{hkl\}$  і  $<uvw>$  пов’язані між собою умовою зональності (напрямок НП лежить у площині прокатки), яке виражається як

$$hu + kv + lw = 0. \quad (1.26)$$

Розсіювання текстури прокатки означає, що площини  $\{hkl\}$  у частині зерен декілька відхилені від площини листа, а напрямки  $<uvw>$  – не строго паралельні НП.

Багатокомпонентна текстура характеризується наявністю декількох переважних орієнтувань. Позначення багатокомпонентної текстури має вигляд:

$$\{h_1k_1l_1\} <u_1v_1w_1> + \{h_2k_2l_2\} <u_2v_2w_2> + \dots \quad (1.27)$$

Опис текстури заснований на визначенні орієнтування кристала в будь-якій системі координат. Вибір системи координат визначає спосіб опису текстури. Текстура полікристалічного агрегату описується чотирма координатами, три з яких визначають орієнтування, а четверта – ймовірність цього орієнтування. Однак, варто зазначити, що найбільшого поширення набули тривимірні способи описування текстури (наприклад, прямі і зворотні полюсні фігури), це пояснюється меншими методичними труднощами такого опису.

**Опис орієнтації окремого кристала.** Поняття орієнтації є одним з

основних в аналізі текстури. Для того щоб описати орієнтацію кристала, необхідно задати його координатну систему  $K_{kp}$ , пов'язану з певними напрямками в кристалі, і систему координат, пов'язану з полікристалічним зразком  $K_{zp}$  (зовнішня система координат), осями якої є характерні напрямки зразка. Як осі системи координат  $K_{kp}$  зазвичай, вибирають напрямки, пов'язані з елементами симетрії вищого порядку для відповідної кристалічної структури. Для кубічних кристалів як осі координат  $x, y, z$  зазвичай використовують напрямки ребер куба, виражені через індекси Міллера  $[100], [010], [001]$ . Оси координат, наприклад, для листового зразка, отриманого прокаткою,  $X, Y, Z$  – це напрямок прокатки (НП), поперечний напрямок (ПН) і напрям нормалі (НН) до листа (рис. 1.11).

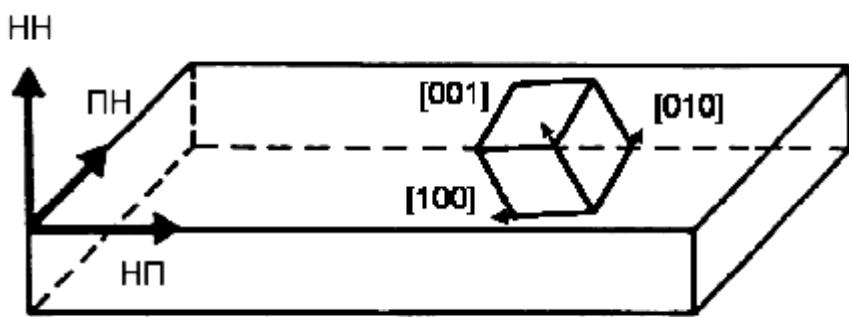


Рис. 1.11. Опис орієнтувань окремого кристала.

Опис обертання координатних систем, а, отже, і опис орієнтації можна здійснити різними способами. Найбільшого поширення в текстурному аналізі отримало описування обертання за допомогою індексів Міллера і за допомогою ейлерових кутів.

**Опис орієнтації за допомогою індексів Міллера.** Для наочного опису кристалографічних площин і нормалей до них застосовуються індекси Міллера [16]. Для визначення індексів Міллера знаходять точки перетину площини кристалічної решітки з осями координат і переводять результат в одиниці постійних решітки  $a, b, c$ . Потім беруть зворотні значення отриманих чисел і приводять їх до найменшого цілого кратного кожного з чисел. Результат, взятий у круглі дужки ( $hkl$ ) і являє собою індекси Міллера (рис. 1.12). Для опису орієнтацій при аналізі текстури застосовуються індекси Міллера кристалографічної площини

$(hkl)$ , яка перпендикулярна напрямку  $Z$  системи координат зразка, наприклад, ПН в площині листа, а індексами  $[uvw]$  кристалографічного напрямку, який збігається з віссю  $X$  зовнішньої системи координат (з НП листа). Такий спосіб орієнтування називається ідеальним орієнтуванням або ідеальним положенням кристала в системі координат полікристала.

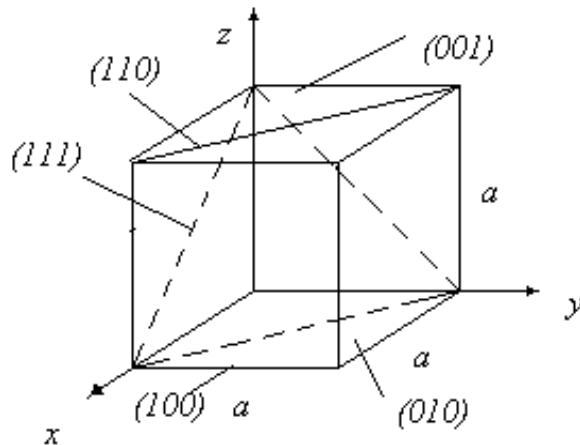


Рис. 1.12. Індекси Міллера.

Завдання індексів  $(hkl)$   $[uvw]$ , природно, визначає і індекси поперечного напрямку листа.

В силу симетрії кристалічної решітки еквівалентні орієнтування можна отримати довільною перестановкою і зміною знаків у індексах  $(hkl)$ . Вибір індексів  $[uvw]$  при цьому обмежено умовою [38]:

$$hu + kv + lw = 0 \quad (1.28)$$

Матрицю обертання  $g$  можна виразити через  $(hkl)$   $[uvw]$  наступним чином:

$$g = \begin{pmatrix} \frac{u}{R_1} & \frac{kw - lv}{R_1 R_2} & \frac{h}{R_2} \\ \frac{v}{R_1} & \frac{lu - hw}{R_1 R_2} & \frac{k}{R_2} \\ \frac{w}{R_1} & \frac{hv - ku}{R_1 R_2} & \frac{l}{R_2} \end{pmatrix}, \quad (1.29)$$

$$\text{де } R_1 = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}, \quad R_2 = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}.$$

Індекси Міллера є ціличисловими, і будь-яка функція від орієнтації буде в такому випадку функцією від шести ціличислових параметрів  $h, k, l, u, v, w$ :

$$f(g) = F(h, k, l, u, v, w). \quad (1.30)$$

У цьому й полягає основний недолік застосування індексів Міллера для опису безперервного розподілу кристалів за орієнтаціями. Для зазначеної мети зручніше застосовувати три незалежні параметри, наприклад, три кути Ейлера.

**Опис орієнтації за допомогою кутів Ейлера.** У текстурному аналізі найчастіше застосовують ейлерове уявлення орієнтацій [38]. При цьому система координат кристала спочатку обертається навколо осі Z на кут  $\varphi_1$ , потім навколо осі X в новому положенні тіла на кут  $\Phi$  і, нарешті, ще раз навколо осі Z в її остаточному положенні на кут  $\varphi_2$  (рис. 1.13).

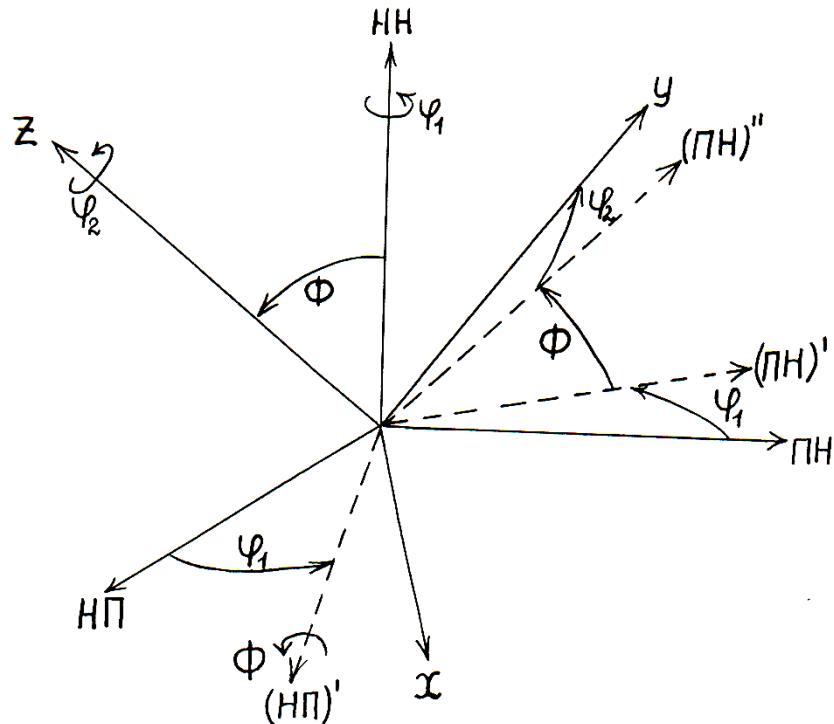


Рис. 1.13. Ейлерові кути  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ .

Кути  $\varphi_1$  і  $\varphi_2$  можуть при цьому змінюватися від 0 до  $2\pi$ . У той же час кут  $\Phi$  (кут між початковим і новим положеннями осі Z) змінюється в межах від 0 до  $\pi$ . Різним значенням  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ , які змінюються в зазначених межах, відповідають різні обертання.

Виняток становлять випадки, коли  $\Phi = 0$  або  $\Phi = \pi$ . При  $\Phi = 0$  обертання є поворотом навколо осі Z на кут  $\varphi_1 + \varphi_2$ , а при  $\Phi = \pi$  – на кут  $\varphi_1 - \varphi_2$ . Це означає, що в просторі кутів Ейлера не існує операції інверсії. Тому має місце певна

неоднозначність в описі обертання, коли різним парам  $\varphi_1$  і  $\varphi_2$  може відповідати одне і теж обертання.

Матриця обертання  $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  – це так зване множення матриць послідовних обертань на кути  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ :

$$g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = g(\varphi_1) \cdot g(\Phi) \cdot g(\varphi_2). \quad (1.31)$$

Матриці обертання  $g(\varphi_1), g(\Phi), g(\varphi_2)$  мають вигляд:

$$\begin{aligned} g(\varphi_1) &= \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}, & g(\Phi) &= \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \phi & \sin \phi \\ 0 & -\sin \phi & \cos \phi \end{pmatrix}, \\ g(\varphi_2) &= \begin{pmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}. \end{aligned} \quad (1.32)$$

При послідовному виконанні обертань їх матриці перемножуються [38].

Тому:

$$g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\sin \phi \cos \varphi_1 & \cos \phi \end{pmatrix} \quad (1.33)$$

Якщо в матриці (1.33) підставити  $\pi - \varphi_2$  замість  $\varphi_1$  і  $\pi - \varphi_1$  замість  $\varphi_2$ , то матриця (1.33) заміниться транспонованою матрицею. Оскільки матриця  $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  ортогональна, то зворотна матриця  $g^{-1}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  збігається з транспонованою матрицею  $g_T(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ . Із цього випливає, що

$$g^{-1}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = g(\pi - \varphi_1, \Phi, \pi - \varphi_2). \quad (1.34)$$

Кути Ейлера  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  широко використовуються для опису орієнтувань при аналізі текстури. У ряді робіт застосовуються кути Ейлера  $\Phi, \psi, \theta$ , які пов'язані з  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  простими спiввiдношеннями:

$$\phi = \varphi_1 - \frac{\pi}{2}, \quad \Psi = \varphi_2 + \frac{\pi}{2}, \quad \theta = \Phi. \quad (1.35)$$

**Прямі та зворотні полюсні фігури.** У 1921 році дослідник Вефер запропонував описувати текстуру за допомогою полюсних фігур [37]. Прямою полюсною фігурою (ППФ) називають графічне зображення (стереографічна

проекція) функції щільності розподілу  $P_{hkl}$  нормалей (полюсів) до певної кристалографічної площини ( $hkl$ ) монокристала  $K_{\text{кр}}$  у системі координат, пов'язаної з полікристалічним зразком  $K_{\text{зр}}$ . Таким чином, кожна точка прямої полюсної фігури являє собою щільність ймовірності того, що виділений напрямок у монокристалі збігається з певними напрямками в зразках. Напрямок нормалі до площини ( $hkl$ ) в системі координат зразка задається полярним кутом  $\alpha$  і азимутним  $\beta$  ( $\beta = \varphi_1 - \pi$ ). Так, функція розподілу  $P_{hkl}$  задається в вигляді  $P_{hkl}(\alpha, \beta)$  (рис. 1.14).

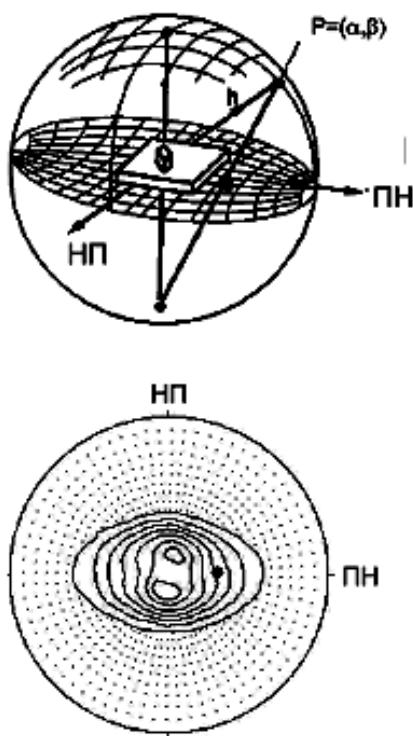


Рис. 1.14. Кутові параметри  $\alpha, \beta$ , що визначають положення нормалі до площини ( $hkl$ ).

Зворотною полюсною фігурою (ЗПФ) називають графічне зображення (стереографічна проекція) функції розподілу певного напрямку в зразку по системі координат, пов'язаної з кристалом. Таким чином, кожна точка зворотної полюсної фігури є щільністю ймовірності того, що виділений напрям в зразку збігається з різними напрямками в кристалі. Зворотна полюсна фігура будується в області стандартного трикутника, тобто трикутника, утвореного трьома головними напрямками на стандартній проекції кристала. Для кубичної сингонії

це напрямки [001], [011] і [111], для тетрагональної – [001], [100] і [110] тощо. Навколо різних полюсів на стандартному трикутнику проставляються відповідні їм значення  $P_{khl}^o(\alpha, \beta)$ , визначені експериментально. Приклад ЗПФ зразка сталі наведено на рис. 1.15.

Зворотна полюсна фігура дає можливість кількісно визначити частки різних компонент текстури, а також оцінити їх розсіювання.

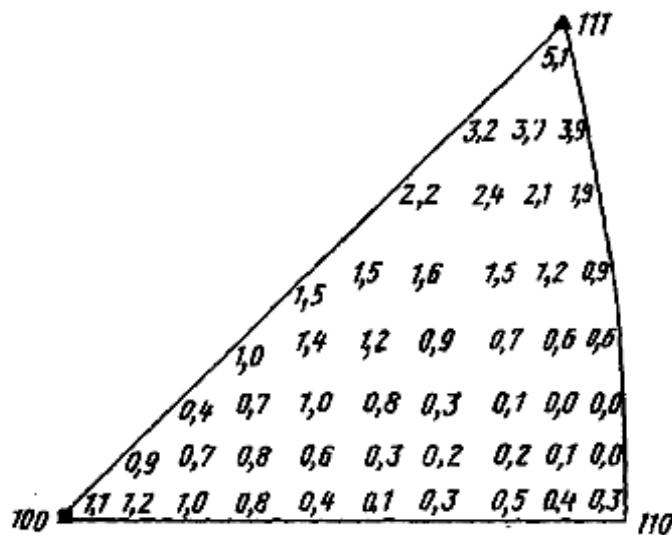


Рис. 1.15. ЗПФ маловуглецевої сталі для глибокої витяжки [37].

Одним із способів побудови зворотних полюсних фігур є визначення інтегральної інтенсивності відображень при зйомці на дифрактометрі у звичайній геометрії із фокусуванням за Брэгг-Брентано (рис. 1.16) [39].

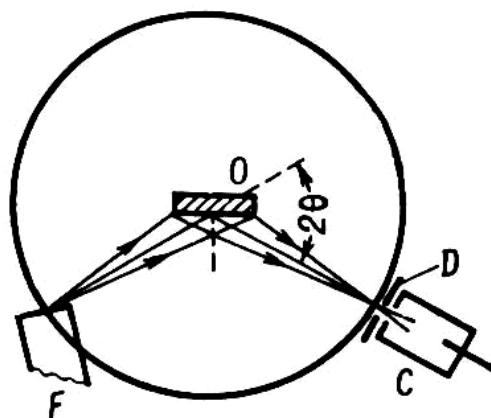


Рис. 1.16. Схема фокусування променів у рентгенівському гоніометрі за Брэгг-Брентано для дослідження полікристалічних зразків; F – фокус рентгенівської трубки; O – плоский зразок; D – щілина лічильника; C – лічильник;  $2\theta$  – кут відображення [39].

З огляду на це реєструється відображення від площин, паралельних поверхні зразка. Для побудови зворотних полюсних фігур реєструють повну дифрактограму зразка в усьому діапазоні кутів. Зйомку проводять на жорсткому (Мо-К $\alpha$  або Ag-К $\alpha$ ) випромінюванні, щоб отримати більше відображень різного типу та проаналізувати якомога більше полюсів на зворотних полюсних фігурах. Зразки для зйомки вирізають так, щоб цей напрямок (наприклад, напрямок прокатки) збігався з нормальню до площини зразка.

Інтегральна інтенсивність лінії  $HKL$  у відсутності текстури визначається цілою низкою чинників і геометрією зйомки. У текстуровані зразку інтенсивність відображення посилюється, якщо площини  $\{hkl\}$  орієнтовані переважно паралельно поверхні зразка і падає, якщо таке орієнтування в зразку відсутнє.

Інтегральна інтенсивність лінії  $HKL$  для текстурованого зразка

$$I_{HKL}^T = k_T P_{hkl} M_{hkl}, \quad (1.36)$$

а для зразка без текстури

$$I_{HKL}^0 = k_0 P_0 M_{hkl} \quad (1.37)$$

де  $k$  – коефіцієнти пропорційності, які визначаються множниками інтенсивності і умовами експерименту,  $P$  – полюсна щільність (кількість нормалей до сукупності площин  $\{hkl\}$  на одиницю площини сфери вузла оберненої гратки),  $M_{hkl}$  – фактор повторюваності.

Можна вважати, що наведена полюсна щільність пропорційна відношенню інтенсивності лінії  $HKL$  у текстурованому і безтекстурному зразках:

$$P_{hkl} = \frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0} K \quad (1.38)$$

де  $P_{hkl}$  – відносна полюсна щільність, яка показує, у скільки разів ймовірність для  $\{hkl\}$  бути паралельною площині текстурованого зразка відрізняється від такої в безтекстурному ( $P_{hkl} \geq 0$ ).

Коефіцієнт  $K$  залежить від множників інтенсивності й умов експерименту і

може бути розрахований з урахуванням всіх зареєстрованих відображень. Якщо  $K=1$ , то відносна полюсна щільність  $P_{hkl}$  прямо знаходиться з (1.37) і наноситься біля відповідного полюса зворотної полюсної фігури. Якщо припущення  $K = 1$  є некоректним, то для знаходження величини  $K$  підсумуємо (1.38) по всіх  $n$  зареєстрованим  $HKL$ , приймаючи  $P_0 = 1$ , і отримаємо

$$\sum_n \frac{I_{HKL}^T}{I_{HKL}^0} = K \sum_n P_{hkl} = K \frac{\sum_n P_{hkl}}{P_0}. \quad (1.39)$$

Морріс [40, 41] запропонував як нормувальний коефіцієнт у (1.39) використовувати наступне відношення

$$K = \frac{1}{\sum_{\Delta} A_{hkl} I_{hkl}^T / I_{hkl}^0}, \quad (1.40)$$

де  $A_{hkl}$  є тією частиною кристалітів, які відображають рентгенівське випромінювання від площин  $\{hkl\}$ . Величини  $A_{hkl}$  обчислюються як відношення площі області, яка оточує нормаль до площини  $(hkl)$ , до загальної площі поверхні стереографічного трикутника. Площі таких областей можуть бути визначені графічно за допомогою планіметру. Зазначені області обмежені великими колами, що ділять навпіл кутові відстані між сусідніми нормальними на стереографічній проекції. Сума  $A_{hkl}$  має буди рівна одиниці (тобто,  $\sum_{\Delta} A_{hkl} = 1$ ).

Таким чином

$$P_{hkl} = \frac{I_{hkl}^T / I_{hkl}^0}{\sum_{\Delta} A_{hkl} I_{hkl}^T / I_{hkl}^0} \quad (1.41)$$

де  $I_{hkl}^T$  – інтегральна інтенсивність лінії  $\{hkl\}$  в текстуркованому зразку,  $I_{hkl}^0$  – те ж для зразка без текстири.

Виділений напрямок в зразку в системі координат кристала задається за допомогою полярного кута  $\Phi$  і азимутального кута  $\gamma$  ( $\gamma = \varphi_1 - \pi$ ). Таким чином,

функція розподілу  $P_{khl}^o(\Phi, \gamma)T$  задається у виді (рис. 1.17, а).

Для листового полікристалічного зразка розрізняють  $P_{khl}^o(\alpha, \beta)$ : НН – зворотна полюсна фігура напрямків нормалі до листа, НП – зворотна полюсна фігура напрямку прокатки і ПН – зворотна полюсна фігура поперечного напрямку (рис. 1.17, б).

Спочатку полюсні фігури визначалися за допомогою рентгенівського фотографічного методу. З появою рентгенівського дифрактометру значно виросли можливості отримання кількісних полюсних фігур. Однак аналіз полюсних фігур як і раніше зводиться до визначення декількох ідеальних орієнтувань (не більше 10).

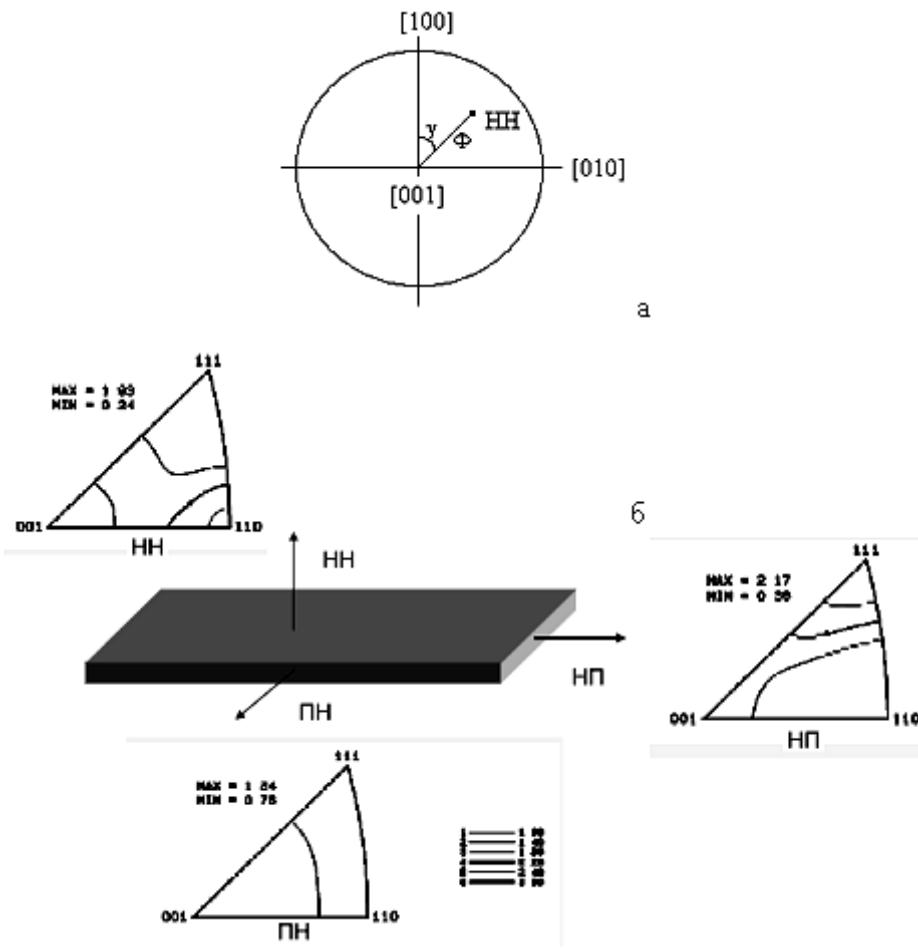


Рис. 1.17. Зворотні полюсні фігури.

**Функція розподілу орієнтувань кристалів.** Необхідність кількісного визначення анізотропії властивостей полікристалічних матеріалів, виходячи з їх текстури, привела до розробки аналізу текстури за допомогою тривимірної

текстури функції або іншими словами, тривимірної функції розподілу орієнтацій (ФРО) кристалів, дані якої містяться в полюсних фігурах в неявній формі.

Уперше текстурну функцію ввів науковець А. С. Віглін у 1960 році, який позначив через  $dV$  сукупність об'ємів усіх частин зразка з орієнтацією  $g$  (точка з координатами  $\varphi_1 \Phi, \varphi_2$  в ейлеровому просторі орієнтацій) у межах елемента орієнтацій  $dg$ . Через  $V$  позначимо загальний об'єм зразка [42]. Тоді функція розподілу орієнтацій (текстурна функція за Вігліним) буде визначена як

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg, \quad (1.42)$$

де  $f(g)$  – функція розподілу орієнтацій. Ця функція, визначена в просторі орієнтацій ейлерових кутів, де кожній точці ставиться у відповідність імовірність присутності в зразку об'єму  $dv$  кристалів з орієнтацією, яка лежить у межах орієнтацій  $g + dg$ . Таким чином,  $f(g)$  повністю і однозначно описує текстуру матеріалу [42]. Функція  $f(g)$  нормована так, що [43]

$$\int f(g) = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^{2\pi} d\varphi_1 \int_0^\pi d\Phi \int_0^{2\pi} d\varphi_2 f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \sin \Phi = 1. \quad (1.43)$$

Функція  $f(g)$  є функцією від трьох змінних. Наочне графічне зображення такої функції представлене на рис. 1.18, а. Зазвичай функцію розподілу орієнтацій зображають у вигляді плоских перетинів, тобто функцій від двох змінних при постійному значенні третьої змінної (рис. 1.18, б).

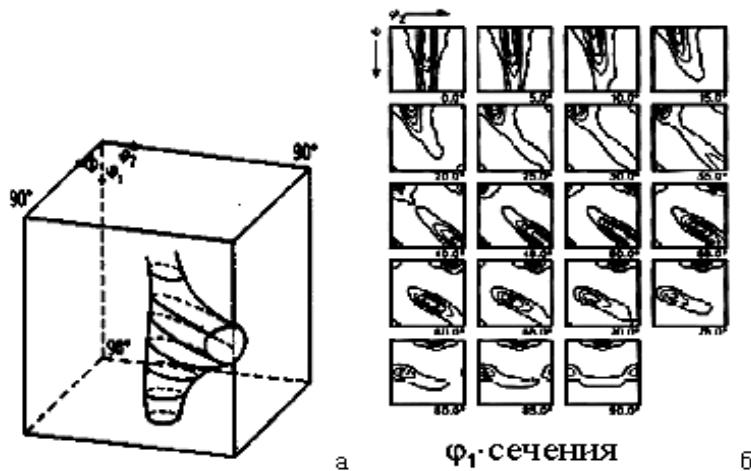


Рис. 1.18. Трьохмірна ФРО [42].

Для аналізу функцій розподілу орієнтацій зазвичай використовують спеціальні карти у вигляді перерізів по кутах Ейлера  $\Phi = \text{const}$  (для матеріалів з ГЦК – граткою) або  $\varphi_1 = \text{const}$  (для матеріалів з ОЦК – граткою) [38, 43]. На цих картах точками показано розташування ідеальних орієнтувань, які відповідають певним кутам Ейлера.

У дослідженні [44] запропоновано метод розрахунку ФРО в просторі ідеальних орієнтувань із двох зворотних полюсних фігур: зворотних полюсних фігур напрямку нормалі (ЗПФ НН) і зворотних полюсних фігур напрямку прокатки (ЗПФ НП). Зйомка ЗПФ експериментально є менш трудомісткою. При цьому ФРО представлено наочно у вигляді сукупності ідеальних орієнтувань текстури. Сутність методу полягає в наступному. Орієнтація зразка в системі координат кристала може бути повністю задана орієнтацією двох нормалей ( $\vec{n}_1$ ) і ( $\vec{n}_2$ ) до непаралельних площин зразка (наприклад, ПН і НП). Якщо позначити ФРО як  $f(\vec{n}_1, \vec{n}_2)$ , то значення функції розподілу орієнтацій в досліджуваних точках простору  $(\vec{n}_1, \vec{n}_2)$  можуть бути знайдені безпосередньо з експериментальних зворотних полюсних фігур. Щільність ймовірності події, що певний напрямок кристала співпаде з виділеним напрямком зразка, дорівнює полюсній щільності у відповідній точці ЗПФ. При цьому зворотна полюсна фігура має бути нормована. На першій зворотній полюсній фігурі таке нормування проводиться по всій півсфері проекцій, а на другій – лише по колу, яку описує ( $\vec{n}_2$ ) при обертанні навколо ( $\vec{n}_1$ ). Тоді щільність ймовірності того, що існує орієнтація  $(\vec{n}_1, \vec{n}_2)$ , буде дорівнювати добутку нормованих вищевказаним способом полюсних щільностей в точках зі сферичними координатами  $(\alpha_1, \beta_1)$  і  $(\alpha_2, \beta_2)$  на відповідних зворотних полюсних фігурах. Ця величина є функцією розподілу орієнтацій:

$$f(g) = f(\alpha_1, \beta_1, \alpha_2, \beta_2) = \frac{\int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} P_{n_1}(\alpha_1, \beta_1) \cdot P_{n_2}(\alpha_2, \beta_2)}{\int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} \sin \alpha_1 d\alpha_1 d\beta_1 \int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} P_{n_2}(\alpha_2, \beta_2) d\beta_2} \quad (1.44)$$

Змінні  $(\alpha_1, \beta_1, \alpha_2, \beta_2)$  не є незалежними, так як в зразку між виділеними напрямами існує жорсткий зв'язок, який може бути заданий співвідношенням:

$$\vec{n}_1 \cdot \vec{n}_2 = \text{const.} \quad (1.45)$$

У чисельнику (1.44) стоять добутки значень полюсної щільності для тих нормалей, які пов'язані умовою (1.45).

Якщо використовувати як орієнтаційний простір, простір ідеальних орієнтувань  $\{hkl\} <uvw>$ , заданих індексами Міллера [38, 39]:

$$\begin{pmatrix} \frac{u}{R_1} & \frac{v}{R_1} & \frac{w}{R_1} \\ \frac{kw - lu}{R_1 R_2} & \frac{lu - hv}{R_1 R_2} & \frac{hv - ku}{R_1 R_2} \\ \frac{h}{R_2} & \frac{k}{R_2} & \frac{l}{R_2} \end{pmatrix}, \quad (1.46)$$

де  $R_1 = \sqrt{(u^2 + v^2 + w^2)}$ ;  $R_2 = \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$ . Далі вводяться позначення для зворотних полюсних фігур напрямку нормалі і зворотних полюсних фігур напрямку прокатки, відповідно

$$P_{\vec{n}_1} = P_{hkl}^{\text{HH}}; P_{\vec{n}_2} = P_{uvw}^{\text{HP}} \quad (1.47)$$

Співвідношення (1.45) може бути представлено у вигляді

$$hu + kv + lw = 0, \quad (1.48)$$

Вираз (1.44) можна представити як

$$f(hkl)[uvw] = \frac{P_{hkl}^{\text{HH}} \cdot P_{uvw}^{\text{HP}}}{\sum_i (P_{hkl}^{\text{HH}} \sum_j P_{uvw}^{\text{HP}})}. \quad (1.49)$$

У зазначеній формулі чисельник є добутком значень полюсних щільностей ЗПФ НН і ЗПФ НП для значень  $(hkl)$  і  $(uvw)$ , пов'язаних з (1.48). У знаменнику

підсумовування в дужках проводиться за таким  $j$  значенням полюсних щільностей зворотних полюсних фігур напрямку прокатки,  $(uvw)$  яких на колі проекцій пов'язані з  $i$ -тим  $(hkl)$  на зворотних полюсних фігурах напрямку нормалі рівнянням (1.48); підсумовування по  $i$  здійснюється за всіма значеннями  $P_{hkl}^{HN}$  на півсфері.

## Висновки до розділу 1

1. Феромагнетизм і феримагнетизм виникає в кристалічних речовинах й обумовлений обмінною взаємодією електронів атомів з незаповненими оболонками. У результаті в кристалі виникають мікроскопічні області (домени розміром 1 ... 10 мкм) спонтанної намагніченості, магнітні моменти яких орієнтуються уздовж зовнішнього магнітного поля. Так сумарне магнітне поле в феромагнетику значно (в  $10^{10}$  раз) збільшується.

2. Коерцитивна сила – це напруженість поля, яка повністю розмагнічує зразок. Коерцитивна сила залежить від структури матеріалу та може бути застосована для характеристики структури і властивостей конструкційних матеріалів.

3. Коерцитивна сила, яка обумовлена незворотними процесами зсуву границь магнітних доменів, є анізотропною. У загальному випадку ця анізотропія може бути представлена сумаю трьох складових: кристалографічною магнітною анізотропією, внутрішніми пружними напруженнями, що виникають у кристалах зі спотвореною граткою, і подрібненням кристалів і їх видовженням.

4. Причини і механізми виникнення анізотропії коерцитивної сили феромагнітних конструкційних матеріалів і зв'язок цієї анізотропії з механічними та структурними характеристиками не з'ясовані до кінця.

5. Кристалографічною текстурою називають переважне розташування головних осей кристалів по відношенню до головних осей полікристалічного зразка.

6. Дослідження текстури проводять за допомогою прямих полюсних фігур або зворотних полюсних фігур.

7. Для опису текстури використовують тривимірну функцію розподілу кристалів за орієнтацією (ФРО) й ідеальні орієнтування. Ідеальні орієнтування описують, вказуючи індекси сукупності площин  $\{hkl\}$  паралельних певній площині полікристалів (наприклад, площини прокатки), й індекси сукупності кристалографічних напрямків, які збігаються з певним напрямком у полікристалі (наприклад, з напрямком прокатки), у вигляді  $\{hkl\} <uvw>$ .

## РОЗДІЛ 2

### МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

#### **2.1. Матеріали та їх підготовка до дослідження**

Матеріалами для проведення дослідження слугували монокристали і текстуроюовані полікристали сплаву Fe-3%Si, аустенітно-нестабільні (ПНП) сталі, зразки циліндричної форми низьколегованої 09Г2С після тривалого використання, зразки тепlostійкої хромомолібденової сталі 15Х5М і жароміцної нержавіючої сталі 08Х18Н10Т, які піддавали довготривалій експлуатації.

**Монокристали сплаву Fe-3%Si.** Монокристали були отримані методом рекристалізації [45] при температурі 800°C після критичної деформації розтягом тонкої (0,2 мм) пластини. На рис. 2.1 представлено знімки монокристалів кременистого заліза Fe-3%Si. Кристали мали розміри  $\approx (10 \times 6)$  см. Границі кристалів для наочності обведені олівцем і пронумеровані. Орієнтації кристалів щодо листа було визначено рентгенівським методом Лауе [39]. Усі кристали на рис. 2.1 орієнтовані кристалографічною площинами (110) паралельно площині пластини. Напрямок [100] зазначено на рис. 2.1. У великих монокристалах коерцитивну силу  $H_c$  вимірювали в напрямку [100] ( $H_{c001}$ ), і напрямках, відхилених від [100] на кути 45° ( $H_{c110}$ ) і 90° ( $H_{c010}$ ), що лежать у площині монокристалів (110).

**Полікристали сплаву Fe-3%Si.** Вихідним матеріалом слугував листовий напівфабрикат кременистого заліза Fe-3%Si товщиною 2,5 мм з рівноосьовими зернами (середній розмір зерна  $\sim 22$  мкм). У полікристалах Fe-3%Si коерцитивну силу  $H_c$  вимірювали в напрямку прокатки ( $H_{c\text{НП}}$ ), діагональному напрямку ( $H_{c\text{ДН}}$ , тобто в НП + 45°) і поперечному напрямку ( $H_{c\text{ПН}}$ ) листа.

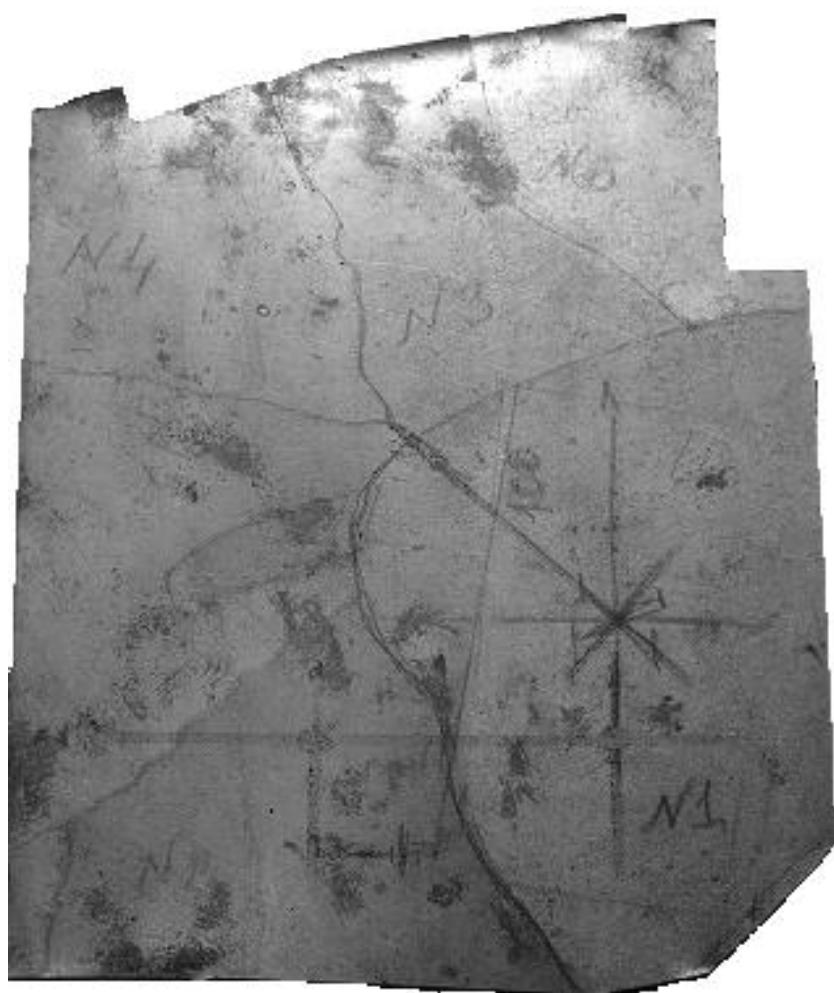


Рис. 2.1. Знімок монокристалів сплаву Fe-3%Si.

На наступному етапі вихідний лист прокатали в напрямку прямої прокатки при кімнатній температурі малими обтисненнями (~ 3-5%) на лабораторному прокатному стані з діаметром валків 180 мм до товщини 1,5 мм. Від прокатаного таким чином листа відрізали частину, яку піддавали прокатці в напрямку, зміненому на 90° (поперечна прокатка), до кінцевої товщини 1,17 мм. Після прямої і поперечної прокаток вимірювали коерцитивну силу у зазначених вище напрямках. Потім прокатані листи для зняття наклепу піддавали дорекристалізаційному відпалу протягом 1 години при 450°C. Після відпалу знову вимірювали коерцитивну силу в зазначених вище напрямках листів.

**Зразки аустенітно-нестабільних (ПНП) сталей.** Хімічний склад сталей зазначений у табл. 2.1.

Зразки сталей після аустенітизації протягом 1 години при температурі 1100°C, витягнувши з печі, піддавали прокатці з обтисненням 50% за один прохід

і 71% за два проходи на лабораторному стані з діаметром валків 180 мм з подальшим природним охолодженням на повітрі. Коерцитивну силу вимірювали за допомогою портативного коерцитиметра КРМ-Ц-К2М в напрямку прокатки (НП), діагональному напрямку (ДН, тобто в НП + 45°) і поперечному напрямку (ПН).

Таблиця 2.1

## Хімічний склад аустенітно-нестабільних (ПНП) сталей

№ сталі	Масова частка в %							
	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Mo
1	0,22	0,34	1,62	8,90	8,10	0,018	0,013	< 0,1
2	0,31	2,0	1,78	8,60	0,16	0,029	0,012	< 0,1
3	0,17	0,60	0,20	16,60	6,60	0,016	0,019	< 0,1

**Зразки сталей 15Х5М і 08Х18Н10Т.** Зразки циліндричної форми сталі 15Х5М діаметром 219 мм з товщиною стінки 9 мм досліджували після експлуатації близько 270 000 годин. Зразки циліндричної форми сталі 08Х18Н10Т діаметром 152 мм з товщиною стінки 8 мм досліджували після 140 000 годин експлуатації. Довжина досліджуваних зразків була 1000 мм. Коерцитивну силу вимірювали в тангенціальному (кільцевому) напрямку ( $H_c \perp$ ) і в осьовому напрямку ( $H_c //$ ) не менше 5 разів на різних ділянках. За величину коерцитивної сили у відповідному напрямку приймали середнє арифметичне значення.

**Низьколегована сталь 10Г2.** Вихідним матеріалом слугували циліндричні заготовки зі сталі 10Г2. Хімічний склад сталі: С - 0,14%; Mn – 1,66%; S – 0,035%; P – 0,035%, Ni – 0,30%, Cr – 0,30%, Cu – 0,30%. Заготовки поміщали в матрицю [46] з гвинтовим каналом (з параметрами  $\beta_{\max} = 60^\circ$ ,  $h = 50$  мм), переріз якого, ортогональний осі пресування, постійний уздовж цієї осі. Кут нахилу γ гвинтової лінії до осі пресування змінюється по висоті  $h$  матриці, причому на її початковому і кінцевому ділянках він дорівнює нулю (рис. 2.2).

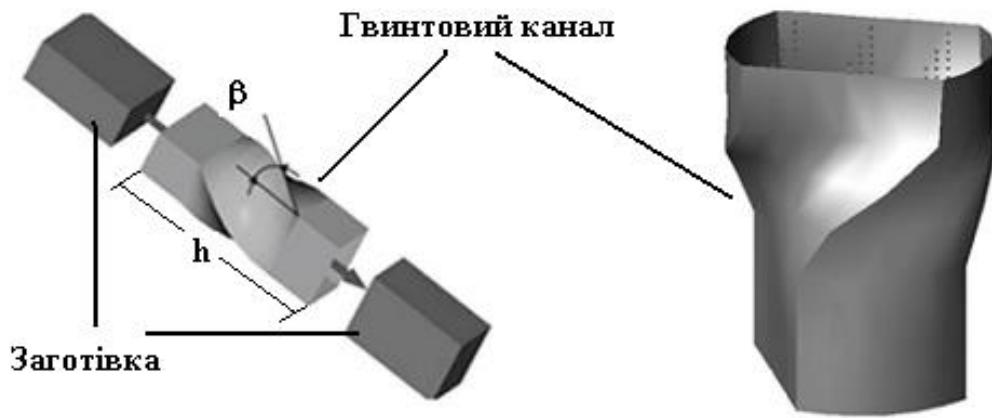


Рис. 2.2. Схема обробки гвинтовою екструзією.

Зразок сталі після інтенсивної пластичної деформації методом гвинтової екструзії (ГЕ) [46] мав циліндричну форму перерізом  $18 \times 28$  мм, довжиною 100 мм.

Обробку проводили при таких параметрах:

- температура нагріву контейнера і матриці для сталі 673 К;
- швидкість деформування 3 мм/с;
- швидкість деформації  $0,2 \div 1$  ( $\text{c}^{-1}$ );
- тиск ГЕ 200 МПа;

У процесі екструзії було проведено 2 проходи.

Зі сталі після ГЕ були вирізані заготовки товщиною 5 мм для подальшої прокатки уздовж осі екструзії і перпендикулярно її осі, а також відповідні зразки для текстурних досліджень і вимірювання коерцитивної сили.

Прокатку проводили при кімнатній температурі на лабораторному стані з діаметром валків 180 мм малими обтисненнями ( $\approx 3\text{-}5\%$ ) до 56 і 80% деформації за товщиною, що відповідало 0,82 і 1,6 істинної логарифмічної деформації ( $\varepsilon$ ).

**Низьколегована сталь 09Г2С.** Зразки циліндричної форми товщиною 20 мм сталі 09Г2С (хімічний склад: 0,11% C; 1,47% Mn; 0,70% Si; 0,13% Cr; 0,05% Ni; 0,06% V; 0,02% Al; 0,02% P; 0,009% S; 0,05% Cu; 0,04% Nb; 0,03% Mo) (рис. 2.3) досліджували після тривалого використання.

Циліндричні зразки для механічних випробувань на одноосьовий розтяг (рис. 2.4) з діаметром робочої частини 3 мм були вирізані з фрагмента колони через кожні  $15^\circ$  від поздовжнього напрямку (НП) до поперечного напрямку (ПН).



Рис. 2.3. Фрагмент зразка циліндричної форми зі сталі 09Г2С.



Рис. 2.4. Зразок після випробувань на одноосьовий розтяг.

Механічні випробування проводили на установці 1246-Р, швидкість переміщення активного захвату 2 мм/хв. Механічні характеристики визначали за стандартними методиками [47, 48]. Середнє арифметичне значення результатів випробувань трьох зразків у кожному з вищевказаних напрямків були прийняті як значення відповідної механічної характеристики.

## 2.2. Вимірювання коерцитивної сили

Коерцитивну силу  $H_c$  вимірювали неруйнівним методом за допомогою магнітного аналізатора (коерцитиметра) КРМ-Ц-МА (рис. 2.5) у відповідних зазначених вище напрямках.

Установка струму, що намагнічує мас робочий діапазон  $-2,5...+2,5$  А. Індукція вимірюється в проміжку значень  $-1,5...+1,5$  Тл. Коерцитивний показник сили обчислюється в діапазоні  $0,5...60,0$  А/см. Максимальна похибка не

перевищує 2%. Розміри датчика (приставний електромагніт  $13 \times 12 \times 7,5$  см) [49].



Рис. 2.5. Магнітний аналізатор (коерцитиметр) КРМ-Ц-МА.

Частина вимірювань коерцитивної сили була проведена за допомогою магнітного структуроскопа (коерцитиметра) КРМ-Ц-К2М (рис. 2.6).



Рис. 2.6. Структуроскоп (коерцитиметр) КРМ-Ц-К2М [24].

Важливою перевагою описаного приладу є те, що показання приладу залежать тільки від властивостей металу і не залежать від таких чинників, що заважають – захисне покриття (фарба, плівка та ін.) товщиною до 6 мм на контролюваному металі або еквівалентні такому зазору – корозія, шорсткість, кривизна поверхні тощо [24].

У цих пристроях перетворювачем є приставний електромагніт, що має знімні полюсні наконечники і датчик Холла, вбудований у магнітний ланцюг. Принцип роботи пристройв полягає в намагнічуванні контролюваної ділянки деталі шляхом накладення на нього приставного електромагніту з подальшим розмагнічуванням його наростаючим полем, фіксації напруженості поля, що відповідає коерцитивній силі матеріалу  $H_c$ , вимірюванні амплітуди сигналу, отриманого з датчика Холла.

Для забезпечення більш точних і стабільних значень коерцитивної сили

уздовж осі трубчастого зразка застосовували спеціальне пристосування, за допомогою якого полюсні наконечники датчика коерцитиметра розташовувалися строго в осьовому напрямку. Для вимірювань коерцитивної сили в кільцевому напрямку для матеріалів діаметром більше 40 мм пристосування не потрібно, оскільки датчик займає стійке положення. Квадратні полюсні наконечники датчика мали розміри  $33 \times 33$  мм, відстань між внутрішніми сторонами яких склала 32,4 мм.

### 2.3. Дослідження текстури і мікроструктури

Текстуру вивчали рентгенівським методом на дифрактометрі ДРОН-3М за геометрією Брега-Брентано (рис. 1.15) з побудовою зворотних полюсних фігур (ЗПФ) [39]. На дифрактометрі ДРОН-3М проводили сканування по кутах  $\theta - 2\theta$  у випромінюванні Ка – молібдену. Записували дифрактограми ліній (110), (200), (211), (220), (310), (222), (321), (400) для фериту сталей (ОЦК-гратки) і відповідного зразка без текстури. Для текстурованих зразків аустеніту сталей і відповідного зразка без текстури фіксували дифракційні віддзеркалення від кристалографічних площин (111), (200), (220), (311), (222), (331), (420), (422), (531), (620), (533), (640), (642), (733), (664), (931). Зразки без текстури виготовлено з дрібних рекристалізованих тирс відповідних фаз. Як полюсну щільність використовували відносини інтегральних інтенсивностей ліній дифракції досліджуваних зразків та еталона з нормуванням за Морісом [40, 41]. Наведена полюсна щільність  $P_{hkl}$  є пропорційною відношенню інтенсивності лінії  $(hkl)$  у текстурованому зразку і зразку без текстури (підрозділ 1.3).

У мірі необхідності нами були розраховані ФРО для сталі 09Г2С у просторі ідеальних орієнтувань за методикою, описаною в підрозділі 1.3.

Мікроструктуру досліджували в режимі відображення від площини прокатки зразків за допомогою металографічних мікроскопів «Неофот-32» і МІМ-7 з камерою VEB-E-TREK DEM 200, що дозволило виводити зображення

мікроструктур на екран комп'ютера. Досліджувані поверхні перед дослідженням були механічно відполіровані та протравлені в 5% розчині пікринової кислоти в етанолі.

## Висновки до розділу 2

1. Матеріалами для проведення дослідження слугували монокристали і текстурковані полікристали сплаву Fe-3%Si, аустенітно-нестабільні (ПНП) сталі, зразки циліндричної форми зі сталі 09Г2С, після тривалого використання, зразки тепlostійкої хромомолібденової сталі 15Х5М і жароміцної нержавіючої сталі 08Х18Н10Т, які піддавали довготривалій експлуатації.

2. У великих монокристалах Fe-3%Si коерцитивну силу  $H_c$  виміряли в напрямку [100] ( $H_{c001}$ ), і напрямках, відхилених від [100] на кути 45° ( $H_{c110}$ ) і 90° ( $H_{c010}$ ), що лежать у площині монокристалів (001).

3. У полікристалічних листових аустенітно-нестабільних (ПНП) стальях, вихідному сплаві Fe-3%Si, після прямої і поперечної прокаток, а також після відпалу коерцитивну силу  $H_c$  вимірювали в напрямку прокатки ( $H_{cнп}$ ), діагональному напрямку ( $H_{cдн}$ , тобто в НП + 45°) і поперечному напрямку ( $H_{cпн}$ ) листа.

4. У зразках циліндричної форми зі сталей 15Х5М і 08Х18Н10Т після 270 000 і 140 000 годин експлуатації, відповідно, коерцитивну силу вимірювали в тангенціальному (кільцевому) напрямку ( $H_c \perp$ ) й уздовж осі ( $H_c //$ ) зразків не менше 5 разів на різних ділянках. Як величину коерцитивної сили у відповідному напрямку брали середнє арифметичне значення.

5. У зразках циліндричної форми зі сталі 09Г2С після тривалого використання коерцитивну силу вимірювали через кожні 15° від поздовжнього напрямку (НП) до поперечного напрямку (ПН) за допомогою накладання на поверхню зразків приставного електромагніту коерцитиметра. У цих самих

напрямках проводили механічні випробування на одноосьовий розтяг і визначали механічні характеристики: межу міцності, умовну межу плинності, відносне подовження.

6. Механічні випробування на одноосьовий розтяг проводили на установці 1246-Р, швидкість переміщення активного захвау 2 мм/хв. Механічні характеристики визначали за стандартними методиками в напрямку прокатки, в напрямку під кутом  $45^0$  до напрямку прокатки і в поперечному напрямку.

7. Коерцитивну силу вимірювали за допомогою магнітного аналізатора КРМ-Ц-МА (максимальна похибка не перевищує 2% [50]) і магнітного структуроскопа КРМ-Ц-К2М.

8. Текстуру досліджували рентгенівським методом з побудовою зворотних полюсних фігур напрямку нормалі (НН), напрямку прокатки (НП), діагонального напрямку (тобто НП +  $45^0$ ) і поперечного напрямку (ПН). За цими даними розраховували ФРО в просторі ідеальних орієнтувань.

9. Мікроструктуру досліджували за допомогою металографічних мікроскопів МІМ-7 і Неофот-32, використовуючи Veb-камеру E-TREK DEM 200 для виведення зображення структури на монітор комп'ютера.

## РОЗДІЛ 3

### АНІЗОТРОПІЯ КОЕРЦИТИВНОЇ СИЛИ МОНОКРИСТАЛІВ І ТЕКСТУРОВАНИХ ЛИСТІВ СПЛАВУ Fe-3%Si

#### 3.1. Коерцитивна сила в монокристалах сплаву Fe-3%Si

Вимірювання коерцитивної сили було проведено [50-52] на великих (розміром  $\approx 10 \times 6$  см) (рис. 2.1) монокристалах кременистого заліза, вирощених шляхом рекристалізації після критичної деформації розтягу тонкої (0,2 мм) пластиини. Коерцитивну силу вимірювали з використанням магнітного аналізатора КРМ-Ц-МА, який попередньо намагнічує зразок до насыщення, розмагнічує його до нуля і піддає електронний обробці повну петлю магнітного гістерезису з оцінкою величини коерцитивної сили  $H_c$ . Максимальна похибка не перевищує 2% [49]. У великих монокристалах  $H_c$  вимірювали в напрямку [100] ( $H_{c001}$ ), і напрямках, відхилених від [100] на кути  $45^\circ$  ( $H_{c110}$ ) і  $90^\circ$  ( $H_{c010}$ ), що лежать у площині монокристалів (001). Результати вимірювання коерцитивної сили  $H_c$  в монокристалах Fe-3%Si орієнтування (001) [110], які ми отримали усередненням 5 зерен, представлені в табл. 1. Видно, що максимальне значення  $H_c$  спостерігається в напрямку осі середнього намагнічування, який збігається з кристалографічним напрямком [110] [15].

Таблиця 3.1

Коерцитивна сила в різних напрямках площини (001) монокристалів  
кременистого заліза Fe-3%Si

Коерцитивна сила, А/см		
$H_{c001}$	$H_{c110}$	$H_{c010}$
0,45	0,55	0,4

### 3.2. Вплив деформації прокаткою на текстуру листів сплаву Fe-3%Si

Нижче представлені результати дослідження текстури в листах полікристалічного сплаву Fe-3%Si у вихідному стані та після прямої та поперечної прокатки [51, 52].

На рис. 3.1 представлено зворотні полюсні фігури вихідного листа сплаву Fe-3%Si.

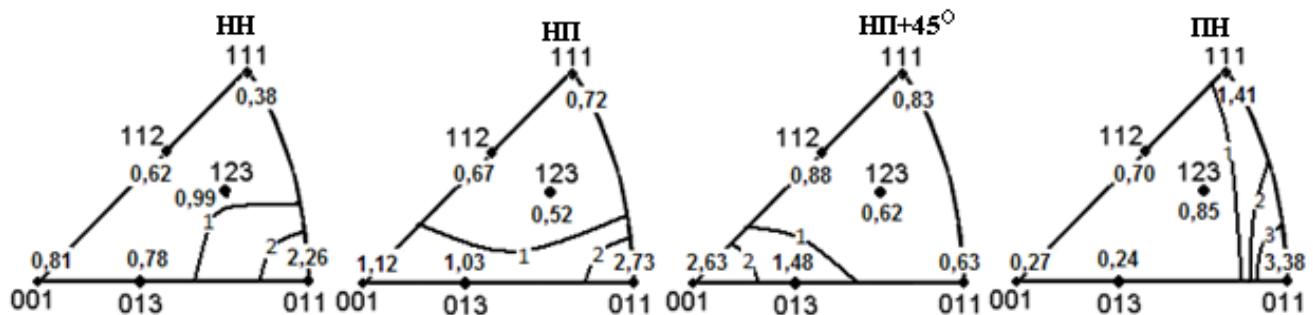


Рис. 3.1. Зворотні полюсні фігури вихідного листа сплаву Fe-3 %Si товщиною 2,5 мм.

На зворотних полюсних фігурах НН спостерігається максимум 2,26 полюсної щільності в полюсі  $\langle 011 \rangle$ . Це означає, що кристалографічні площини сімейства  $\{011\}$  лежать паралельно площині вихідного листа.

При цьому має місце безперервний розподіл полюсної щільності уздовж діагоналі  $\langle 001 \rangle - \langle 011 \rangle$  на ЗПФ НП. Максимальне її значення 2,73 відповідає полюсу  $\langle 011 \rangle$ .

На зворотних полюсних фігурах НП + 45° максимум полюсної щільності має місце в полюсі  $\langle 001 \rangle$ .

У той же час на зворотних полюсних фігурах ПН спостерігається безперервний розподіл полюсної щільності вздовж діагоналі стереографічного трикутника  $\langle 011 \rangle - \langle 111 \rangle$  з максимумом 3,38 в полюсі  $\langle 011 \rangle$ . На підставі описаного вище розподілу орієнтацій на рис. 3.1 можна зробити висновок про те, що в початковому листі сплаву Fe-3%Si утворюється обмежена осьова текстура з віссю  $\langle 110 \rangle$  паралельною НП. Ця текстура може бути описана за допомогою комбінації ідеальних орієнтацій  $\{011\} \langle 100 \rangle + \{011\} \langle 533 \rangle$  з приблизно однаковим об'ємним вмістом.

На рис. 3.2 представлено ЗПФ листа полікристалічного сплаву Fe-3%Si після прямої прокатки до товщини 1,5 мм.

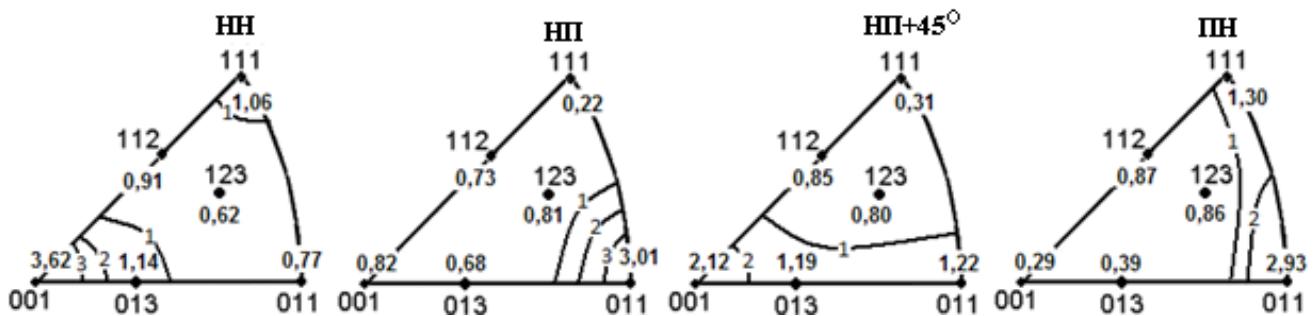


Рис. 3.2. Зворотні полюсні фігури листа сплаву Fe-3%Si після прямої прокатки до товщини 1,5 мм.

Отже, можна зазначити, що максимум полюсної щільності 3,62 відповідає полюсу  $\langle 001 \rangle$  на зворотних полюсних фігурах напрямку прокатки. Підвищена полюсна щільність 1,06 спостерігається також в полюсі  $\langle 111 \rangle$ . Це означає, що кристалографічні площини  $\{001\}$  і  $\{111\}$  розташовані паралельно площині прокатки. У той же час має місце максимум 3,01 в полюсі  $\langle 110 \rangle$  на ЗПФ напрямку прокатки. Безперервний розподіл полюсної щільності вздовж  $\langle 011 \rangle - \langle 111 \rangle$  діагоналі стереографічного трикутника спостерігається на ЗПФ НП + 45°.

Вищеописаний розподіл полюсної щільності на ЗПФ листа після прямої прокатки до 1,5 мм за товщиною свідчить про розвиток обмеженої осьової структури, яка може бути описана як сукупність ідеальних орієнтувань  $\{001\} \langle 110 \rangle + \{111\} \langle 110 \rangle$  з наближеним змістом 77 і 23% за об'ємом відповідно.

Відомо, що прокатка зі зміною напрямку прокатки на 90° сприяє формуванню в листових полікристалах з ОЦК гратками гострої текстури Госса  $\{001\} \langle 110 \rangle$  [53].

На рис. 3.3 представлено зворотні полюсні фігури листа полікристалічного сплаву Fe-3%Si після деформації прокаткою до товщини 1,17 мм в напрямку, зміненому на 90° по відношенню до початкового напрямку прокатки (поперечна прокатка). Отже, можна зазначити, що після поперечної прокатки в листі сформувалася текстура повернутого куба типу  $\{001\} \langle 110 \rangle$ .

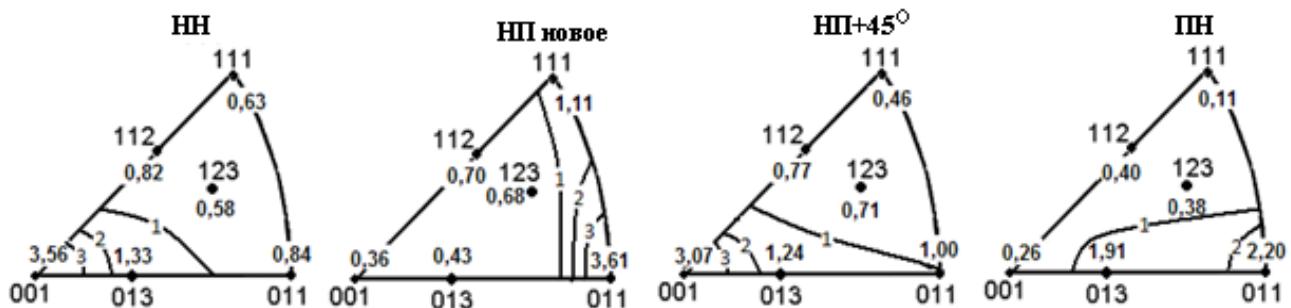


Рис. 3.3. Зворотні полюсні фігури листа сплаву Fe-3%Si після поперечної прокатки до товщини 1,17мм.

### 3.3. Вплив орієнтації кристалів і залишкових напруженень на коерцитивну силу в листах сплаву Fe-3% Si

Результати вимірювання коерцитивної сили у вихідному листі наведено в табл. 3.2.

Таблиця 3.2

Коерцитивна сила в вихідному листі сплаву Fe-3% Si

Тип текстури	Коерцитивна сила $H_c$ , А/см		
	$H_{c\text{НП}}$	$H_{c\text{ДН}}$	$H_{c\text{ПН}}$
{011} <100> + {011} <533>	2,04	2,31	2,40

Отже, можна зазначити, що має місце анізотропія коерцитивної сили. Мінімальне значення коерцитивної сили спостерігається в НП, максимальне – в ПН, а в ДН, тобто в напрямку під кутом  $45^\circ$  до НП, – проміжне значення.

У роботі [32] було проаналізовано анізотропні магнітні властивості двох марок електротехнічної сталі з 3,25% кремнієм з текстурою Госса. Було показано, що зміни напруженості  $H$  поля, що намагнічує в сталі прямо пропорційні внутрішній енергії  $W_k$  магнітної анізотропії кубічного монокристала. При цьому максимум величин як коерцитивної сили, так і внутрішньої енергії магнітної анізотропії відповідав напрямку важкого намагнічування [111], що лежить під кутом  $55^\circ$  до НП в листі з гострою

текстурою Госса.

Анізотропію коерцитивної сили в листах, як ізотропної, так і анізотропної електротехнічної сталі з текстурою Госса відзначали раніше в дослідженнях [33]. При цьому мінімальне значення  $H_c$ , було знайдено в напрямку [100], яке розташоване в НП для текстурованої сталі, а максимальне – у напрямку [110], що лежить в ПН, але не під  $55^\circ$  до НП, у якому лежить напрям [111] у листах з текстурою Госса. Аналогічну поведінку коерцитивної сили в трансформаторній сталі з 3,2%Si з текстурою Госса було відзначено в [34], де було показано, що стінки  $180^\circ$  доменів при такій текстурі орієнтовані паралельно НП. Коли поле прикладено в ПН, тобто перпендикулярно  $180^\circ$  доменним стінкам, їх рух неможливий. З огляду на це необоротне обертання на  $90^\circ$  має відбутися до будь-якого руху доменних стінок, а це означає більш низьку початкову проникність для  $90^\circ$  зразка і максимум коерцитивної сили в ПН.

У досліджені [33] намагніченість в зразках Епштейна досліджували в змінних магнітних полях, які вирізані через кожні  $15^\circ$  від напрямку прокатки до поперечного напрямку з листів ізотропної електротехнічної (NO – Non Oriented) й анізотропної текстурованої (GO – Grain Oriented) сталі з 3,5% Si, яка має текстуру Госса. При малій величині індукції зовнішнього поля ( $B = 0,5\text{--}1,02$  Тл) в анізотропній сталі з текстурою Госса вісь легкого намагнічування лежить у НП, а вісь важкого намагнічування – в ПН. У разі високої величини  $B$  вісь важкого намагнічування знаходиться під кутом  $60^\circ$  до НП, а вісь легкого намагнічування – в НП. Такий вплив величини  $\vec{B}$  на орієнтацію осей легкого та важкого намагнічування в [33] пояснюють взаємодією і рухом  $90^\circ$  і  $180^\circ$  стінок доменів при намагнічуванні. Аналогічна поведінка спостерігається і в ізотропній NO сталі при високому рівні індукції. Анізотропія при цьому не така сильна, як у випадку Fe-Si GO сталі [33]. При цьому наголошується, що положення осі анізотропії виявилося безпосередньо пов’язаним з питомими втратами енергії. Найменші втрати спостерігаються у напрямку прокатки (GO і NO) і найвищі значення при  $60^\circ$  в разі GO смуг і, відповідно, при  $90^\circ$  в разі NO смуг.

Анізотропія гістерезисних втрат на монокристалічних дисках з 4% кременистого заліза з поверхнею (110), пов'язана з положенням легких і важких осей намагнічування, також виявлена у дослідженні [54]. Результати були пояснені на основі змін в доменій структурі. Поверхнева енергія доменних стінок, коли дві суміжні стінки зливаються і зникають [54] протягом кожного циклу, може бути перетворена у втрати на гістерезис.

Аналогічна роль вкладу взаємодії  $180^\circ$  і  $90^\circ$  доменів у коерцитивну силу раніше була представлена в роботі [55], в якій отримано кількісне співвідношення, яке зв'язує величину коерцитивної сили з енергією одиниці об'єму поперечних доменів і їх відносним об'ємом. Результати, отримані за запропонованим співвідношенням, виявилися близькими даних їх експериментів.

Не виключаючи вплив вищевказаних факторів на розвиток спостережуваної анізотропії коерцитивної сили, оцінимо енергію магнітної кристалографічної анізотропії в досліджуваному нами вихідному листі сплаву Fe-3%Si. Внутрішня енергія в досліджуваному феромагнітному матеріалі підпорядковується критерію мінімізації. При однорідній внутрішній структурі матеріалу та відсутності зовнішніх прикладених напружень можна припустити, що коерцитивна сила пов'язана лише з енергією магнітної кристалографічної анізотропії. Енергія магнітної кристалічної анізотропії для матеріалу кубічної системи в першому наближенні [15] може бути виражена як

$$W_k = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) + K_2(\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3), \quad (3.1)$$

де  $K_0$ ,  $K_1$  і  $K_2$  – константи анізотропії;  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  і  $\alpha_3$  – напрямні косинуси намагніченості щодо осей куба.

Константа  $K_0$  не залежить від кута,  $K_2$  мале, його можна не враховувати. Таким чином, енергію кристалографічної анізотропії в першому наближенні можна представити у вигляді

$$W_k \approx K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2). \quad (3.2)$$

Вираз

$$\psi = (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) \quad (3.3)$$

є функцією магнітної анізотропії.

У результаті розрахунку функції  $\Psi$  для зазначених у табл. 3.1 орієнтувань були отримані значення 0,173; 0,312; 0,315 для НП, ДН та ПН, відповідно. Проведений нами кореляційний аналіз показав істотну лінійну кореляцію між значеннями функції  $\Psi$  і  $H_c$  з коефіцієнтом надійності апроксимації  $R^2 = 0,95$ .

Таким чином, характер спостережуваної нами анізотропії коерцитивної сили у вихідному листі сплаву Fe-3%Si може бути пояснений, в основному, впливом енергії магнітної кристалографічної анізотропії.

Результати вимірювання коерцитивної сили після прокатки представлені в табл. 3.3.

Таблиця 3.3

Коерцитивна сила в прокатаних і відпалених листах сплаву Fe-3%Si

Тип текстури	Коерцитивна сила $H_c$ , А/см					
	До відпалу			Після відпалу		
	$H_{c\text{НП}}$	$H_{c\text{ДН}}$	$H_{c\text{ПН}}$	$H_{c\text{НП}}$	$H_{c\text{ДН}}$	$H_{c\text{ПН}}$
Пряма прокатка $\{001\} <110> + \{111\} <110>$	4,5	4,7	4,9	2,4	2,6	2,7
Поперечна прокатка $\{001\} <110>$	4,6	5,2	5,7	2,4	2,6	2,9

У табл. 3.3 показано, що після прокатки (але до відпалу), величина коерцитивної сили значно зросла порівняно з її значенням у вихідному листі. Ймовірно, збільшення коерцитивної сили листів сплаву було викликано залишковими внутрішніми напруженнями після прокатки. Анізотропія коерцитивної сили також простежується. Після відпалу величина коерцитивної сили  $H_{c\_отж}$  зменшилася майже в два рази порівняно з коерцитивною силою  $H_{c\_деформ}$  після прокатки. Ми виявили істотну лінійну кореляцію між значеннями

коерцитивної сили до та після відпалу. Коефіцієнти достовірності апроксимації в цьому випадку не менше 0,96. Це означає, що вплив напружень, обумовлених прокаткою, на коерцитивну силу в листах був ізотропним.

Відпалені після прокатки листи показують анізотропію коерцитивної сили, аналогічну такій, що й у вихідному листі, хоча їх текстура відрізняється від вихідної текстури (рис. 3.1-3.3). Як випливає з табл. 3.3, мінімум після прямої прокатки спостерігається в напрямку прокатки, максимум – в поперечному напрямку, а в діагональному напрямку – проміжне значення. При цьому відстежувана анізотропія не може бути пояснена впливом магнітної кристалографічної анізотропії. Функція анізотропії  $\Psi$ , яка розрахована за співвідношенням (3.3) з урахуванням відповідного об'ємного змісту зазначених орієнтувань, показує максимум у НП і ПН, а мінімум під кутом  $45^\circ$  до НП. Аналогічні результати отримали і для листа після поперечної прокатки. Це не відповідає експериментальним даним табл. 3.2.

Втрати на гістерезис у магнітному полі при обертанні монокристалічного кременистого заліза з вмістом кремнію близько 4% з поверхнею, орієнтованою в площині (001) були дослідженні в більш ранній роботі [56]. Анізотропія втрат на гістерезис практично була відсутня до намагніченості приблизно до 0,71 від насичення. При намагніченості вище зазначеного рівня різниця в рівні втрат на гістерезис уздовж [100] і [110] становила приблизно 8% від середнього значення намагніченості через вплив в зразку поля, що розмагнічує. Коли намагніченість дорівнювала приблизно 0,95 від рівня насичення і більше, то втрати на гістерезис різко зменшилися майже до нуля. Така поведінка гістерезисних втрат в області намагнічування вище 0,71 від насичення була пояснена незворотним рухом стінок магнітних доменів і їх анігіляцією, що було підтверджено спостереженнями динаміки доменної структури, розрахунками та вимірами [57].

Наші вимірювання коерцитивної сили було зроблено, як зазначено вище, з використанням магнітного аналізатора КРМ-Ц-МА, який попередньо намагнічує зразок до насичення. Отже, при намагнічуванні зразків з текстурою, коли

кристалографічні площини {001} розташовані паралельно площині листа, анізотропія коерцитивної сили не може бути пояснена подібними змінами доменної структури.

З огляду на вищесказане, слід згадати ще один фактор впливу на анізотропію коерцитивної сили, а саме, вплив форми і розмірів зерен. Можна припустити, що після відпалу прокатаних листів досліджуваного сплаву, коли в площині листа розташоване сімейство кристалографічних площин {001}, анізотропія коерцитивної сили обумовлена в основному, не текстурою і пружними напруженнями, а формою і розміром зерен після прокатки. Раніше було встановлено, що залежність коерцитивної сили від розміру зерна має вигляд [58]

$$H_c = \frac{A}{d_\zeta} + B, \quad (3.4)$$

де  $A$ ,  $B$  – деякі числові коефіцієнти.

Аналогічні залежності були знайдені й у більш пізніших наукових роботах [59-61].

Оцінимо вплив анізотропії форми і розміру зерна на коерцитивну силу в полікристалічних листах сплаву Fe-3%Si після прокатки і відпалу. Пластична деформація прокаткою була проведена малими обтисненнями за один прохід. Сумарна деформація товщини після прямої прокатки становила близько 40%, і близько 53% після поперечної прокатки. Таким чином, істинна відносна логарифмічна деформація склада 0,5 і 0,76 для прямої і поперечної прокатки, відповідно. У такому випадку деформацію можна вважати однорідною. Застосовуючи принцип Тейлора-Полані [62], ми припускаємо, що кожне зерно деформується так само, як і весь зразок в цілому.

У вихідному листі мікроструктура була представлена рівноосьовими зернами із середнім розміром приблизно 22 мкм [52] (рис. 3.4).

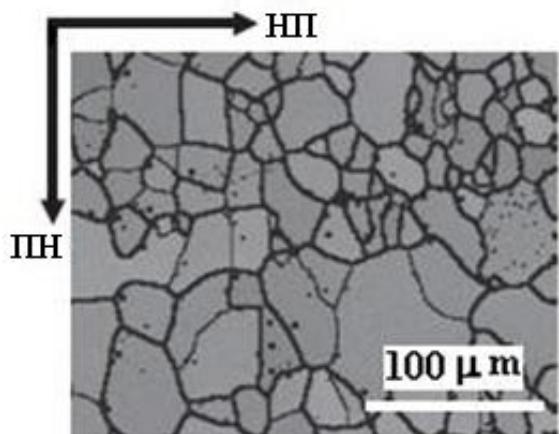


Рис. 3.4. Мікроструктура вихідного зразка сплаву Fe-3%Si.

Після прямої прокатки зерна прийняли форму еліпсоїдів, витягнутих у НП і сплюснутіх у ПН. Середня довжина зерен в НП склала приблизно 55 мкм після прямої прокатки з істинною відносною логарифмічною деформацією 0,5 (рис. 3.5). Середній розмір зерна склав при цьому приблизно 29 мкм у напрямку під  $45^\circ$  до НП, а в ПН середній розмір зерна не змінився, тобто залишився рівним 22 мкм (рис. 3.5).

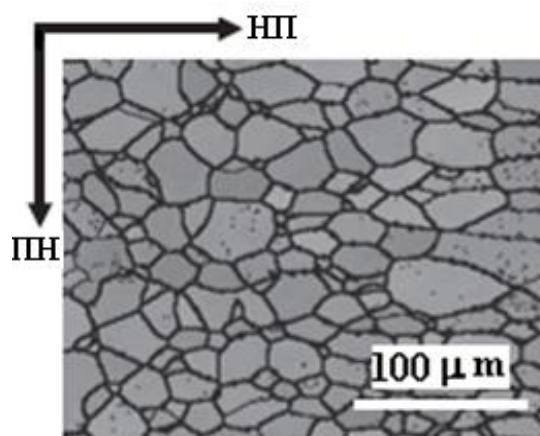


Рис. 3.5. Мікроструктура зразка сплаву Fe-3%Si, після прямої прокатки і наступного відпалу.

Після поперечної прокатки зерна стають ще більше приплюснутими в НП. Середня довжина зерна в новому НП склала 27 мкм, а в старому НП (тобто в новому ПН) залишилася приблизно рівною 55 мкм і 34 мкм під кутом  $45^\circ$  до НП (рис. 3.6).

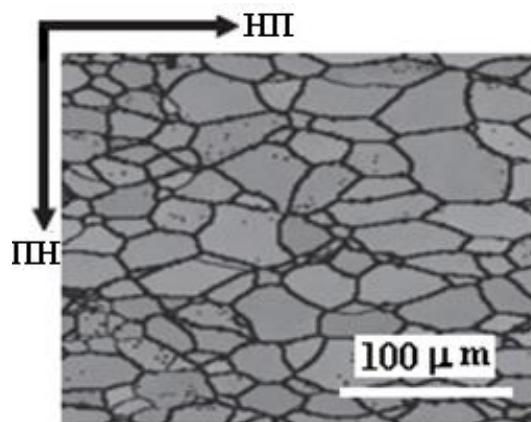


Рис. 3.6. Мікроструктура зразка сплаву Fe-3%Si, після поперечної прокатки і наступного відпалу.

Проведений нами кореляційний аналіз для відповідних напрямів у листах показав наявність тісної лінійної залежності між значеннями коерцитивної сили і величиною зворотної середньому розміру зерна  $\frac{1}{d_\zeta}$ .

Відповідні рівняння регресії мають вигляд:

- для відпаленого листа після прямої прокатки

$$H_c = 11,1 \frac{1}{d_\zeta} + 2,2; \quad (3.5)$$

- для відпаленого листа після поперечної прокатки

$$H_c = -26,5 \frac{1}{d_\zeta} + 3,4. \quad (3.6)$$

Коефіцієнти достовірності апроксимації  $R^2$  склали близько 0,95.

Таким чином, анізотропію коерцитивної сили можна віднести, в основному, до впливу форми та розміру зерен через характер динаміки доменної структури в процесі намагнічування в різних напрямках листового прокату зі сплаву Fe-3%Si з текстурою, коли кристалографічні площини  $\{001\}$  лежать паралельно площині прокатки.

### Висновки до розділу 3

1. Анізотропія коерцитивної сили досліджена за допомогою коерцитиметрів, як у монокристалах з площинами (001), паралельними їх поверхні, так і в листах сплаву Fe-3%Si з різною текстурою.

2. У монокристалах з орієнтацією кристалографічної площини (001), паралельною поверхні смуги, максимальне значення коерцитивної сили у площині пластиини відповідає кристалографічному напрямку [110], яке є віссю середнього намагнічування у сплавах на основі заліза. Анізотропія коерцитивної сили обумовлена кристалографічною магнітною анізотропією.

3. У вихідному листі сплаву Fe-3%Si з текстурою типу {011} <100> + {011} <533> має місце анізотропія коерцитивної сили. Мінімальне значення коерцитивної сили 2,05 А/см спостерігається в напрямку прокатки. Максимум коерцитивної сили 2,40 А/см був знайдений у поперечному напрямку. Проміжне значення 2,31 А/см було знайдене в напрямку під кутом 45° до напрямку прокатки. Таку залежність коерцитивної сили від напрямку в листі пояснююмо впливом кристалографічної анізотропії. Однак вплив на характер анізотропії коерцитивної сили динаміки доменної структури при намагнічуванні в різних напрямках не виключається.

4. У листах полікристалічного сплаву Fe-3%Si після прямої холодної прокатки до товщини 1,5 мм формується текстура типу {001} <110> + {111} <110> з наближеним змістом 77 і 23% за об'ємом відповідно.

5. У листах полікристалічного сплаву Fe-3%Si після холодної прокатки до товщини 1,17 мм у напрямку, зміненому на 90° відносно початкового напрямку прокатки (поперечна прокатка), формується текстура повернутого куба типу {001} <110>.

6. Залишкові напруження після прямої і поперечної холодної прокатки сплаву Fe-3%Si збільшили коерцитивну силу в 2 рази у всіх напрямках листів порівняно з її значенням у вихідному листі після заводської поставки. Відпал для

зняття напружень протягом 1 години при 450°С зменшив величину коерцитивної сили в 2 рази.

7. Анізотропія коерцитивної сили після холодної прокатки та відпалу в листах сплаву Fe-3%Si з текстурою, коли кристалографічні площини {001} лежать паралельно площині прокатки, обумовлена, в основному, впливом форми і розміру зерен, що підтверджується наявністю значного лінійного кореляційного зв'язку (з коефіцієнтом кореляції 0,95) величини коерцитивної сили з величиною зворотного розміром зерен.

### **Наукові праці, в яких опубліковано основні наукові результати дисертації за розділом 3**

1. Dragomeretskaya E. A. Anisotropy of coercive force of single crystals and sheets of silicon iron with different texture / N. M Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, V. V Usov // International Journal of Electromagnetics, (IJEL). – 2015. – Vol. 1, №. 1. – P. 1-11. – URL: <http://airccse.com/ijel/papers/1115ijel01.pdf>

2. Драгомерецкая Е. А. Кристаллографическая ориентация кремнистого железа и анизотропия коэрцитивной силы / В. В. Усов, Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая // Ресурс и диагностика мат-лов и конструкций : материалы VIII Междунар. науч.-техн. конф. (27-30 мая 2014 р., г. Екатеринбург, Россия). – Екатеринбург, 2014. – URL: <http://www.imach.uran.ru/conf/mp2014/mp4.htm>

3. Драгомерецкая Е. А. Природа анизотропии коэрцитивной силы в кремнистом железе после деформации и отжига / Е. А. Драгомерецкая // Физико-химия и технология неорганических материалов : материалы XI Международ. конф. молод. ученых и аспирантов (16-19 октября 2014р., г. Москва,). – М. : ИМЕТ РАН, 2014. – С. 113-114. – URL: [http://files.imetran.ru/2014/Sbornik\\_MolUch2014.pdf](http://files.imetran.ru/2014/Sbornik_MolUch2014.pdf)

4. Драгомерецкая Е. А. Анизотропия коэрцитивной силы в монокристаллах и текстурованных листах сплава железа / Н. М. Шкатуляк, В. В. Усов,

Е. А. Драгомерецкая // Развитие информ.-ресурс. обеспеч. образования и науки в горно-металлург. отрасли и на транспорте : матеріали міжнар конф. (27-28 вересня 2014р., м. Дніпропетровськ). – Д. : НГУ, 2014. – С. 138-147. <http://sci-forum.net.ua/DIRPSEMMTS2014/>

## РОЗДІЛ 4

### АНІЗОТРОПІЯ КОЕРЦИТИВНОЇ СИЛИ І ТЕКСТУРА В ДЕЯКИХ КОНСТРУКЦІЙНИХ СТАЛЯХ

#### **4.1. Вплив хімічного складу, текстури та пружних напружень на коерцитивну силу та її анізотропію в гарячекатаних аустенітно-нестабільних стальах**

Довгострокове використання виробів, конструкцій та інженерних споруд у складних умовах температури і навантаження часто викликає суттєві зміни у вихідній структурі та деградацію фізико-механічних властивостей матеріалів. Це може привести до передчасного виходу з ладу обладнання, а в подальшому – аварії.

У стальах і сплавах зі структурою метастабільного аустеніту мартенситні перетворення спричиняються під дією прикладених напружень. Раніше було показано [63, 64], що при прогнозуванні властивостей вищезгаданих сталей необхідно брати до уваги, що в процесі деформації відбувається одночасна зміна характеристик структури та міцності вихідної пластичної аустенітної та створюваної фази, що змінює, – мартенситу деформації. Однак структурні аспекти впливу (зокрема, текстури) аустеніту на інтенсивність текстури мартенситу і анізотропію магнітних властивостей залежно від хімічного складу і температурно-силових умов деформування таких сталей вивчені недостатньо. У зв'язку із цим для діагностики поточного структурного стану конструкційних аустенітно-нестабільних сталей перспективним є застосування неруйнівних методів, зокрема, магнітних [65] поряд з рентгенівськими методами. Використання магнітних методів є ефективним для вивчення аустенітно-нестабільних сталей унаслідок змін їх магнітних характеристик, викликаних виникненням у їх структурі феромагнітного мартенситу, а також і зміни співвідношення між магнітною ( $\alpha$ -мартенсит) і немагнітною (аустеніт) фаз у процесі деформації [64].

Нижче викладені результати наших досліджень текстури аустеніту і мартенситу і зміна коерцитивної сили в аустенітно-нестабільних стальах різного хімічного складу після гарячої прокатки [66, 67].

Для наочності повторимо хімічний склад досліджених аустенітно-нестабільних сталей (табл.4.1).

Таблиця 4.1

## Хімічний склад аустенітно-нестабільних сталей

№ сталі	Масова частка в %							
	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Mo
1	0,22	0,34	1,62	8,90	8,10	0,018	0,013	< 0,1
2	0,31	2,0	1,78	8,6	0,16	0,029	0,012	< 0,1
3	0,17	0,60	0,20	16,60	6,60	0,016	0,019	< 0,1

Для наближеного визначення характеру структури хромонікелевих сплавів заліза зазвичай користуються діаграмою Шеффлера, попередньо підрахувавши еквівалентні змісти нікелю  $Ni_{\text{екв}}$  і хрому  $Cr_{\text{екв}}$  [68] за співвідношеннями:

$$Ni_{\text{екв}}, \% = Ni + 30C + 30N + 0,5Mn \quad (4.1),$$

$$Cr_{\text{екв}}, \% = Cr + 1,5Si + 2Al + 2Mo \quad (4.2),$$

де позначення елемента відповідають його масовій частці.

Положення в діаграмі Шеффлера, яке визначається  $Cr$ - і  $Ni$ -еквівалентами дають пропорції мартенситу, аустеніту та фериту в отриманій мікроструктурі. Однак на структуру цих сталей впливає також термообробка, пластична деформація та інші фактори.

Діаграму Шеффлера [68] представлено на рис. 4.1. На цій діаграмі точками з цифрами 1, 2, 3 зазначено положення структурного стану досліджуваних нами аустенітно-нестабільних сплавів (табл. 4.1).

На рис. 4.1 видно, що структура досліджуваних нами сталей складається з фаз аустеніту і мартенситу.

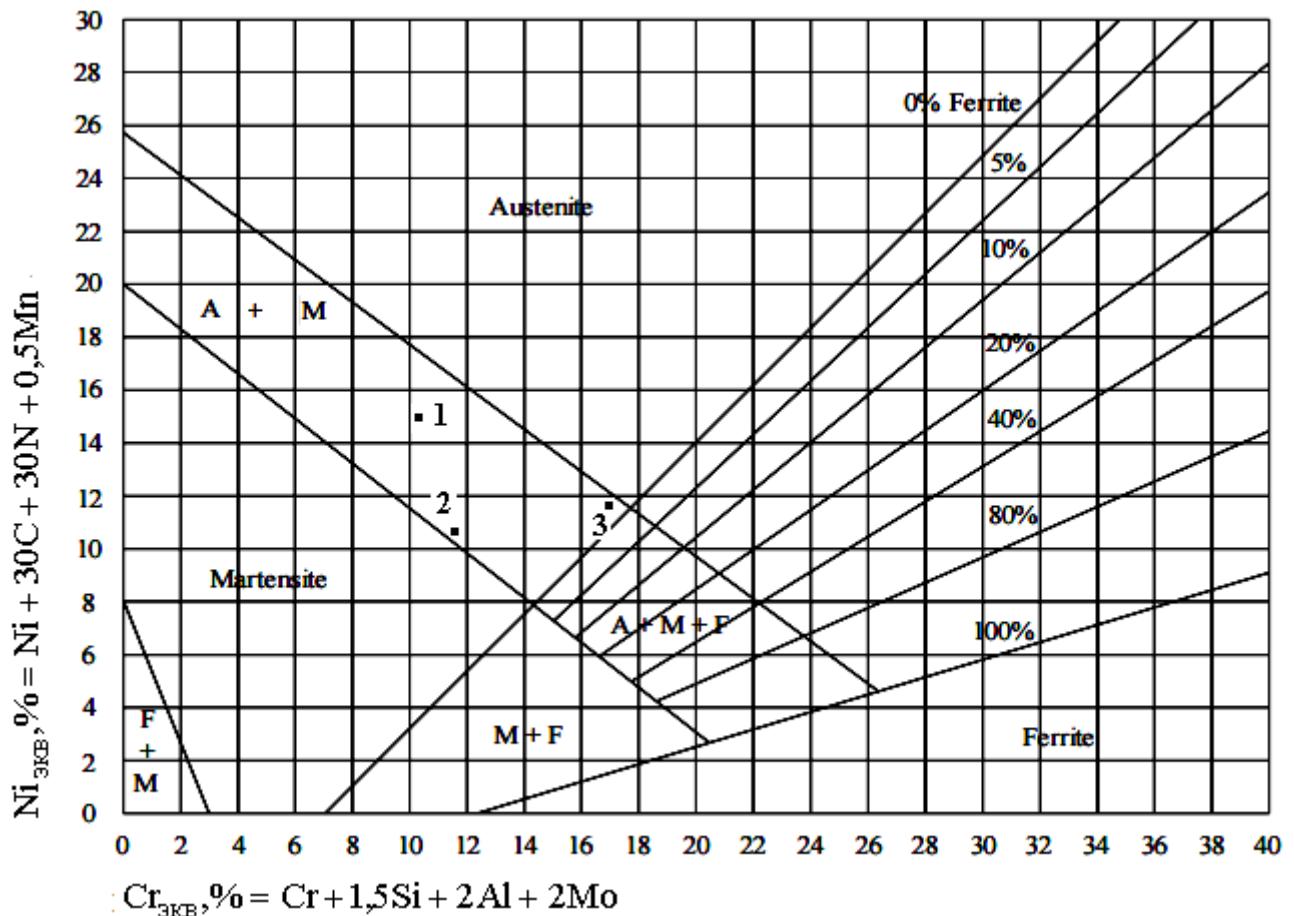


Рис. 4.1. Структурна діаграма Шеффлера [69]. Точки з цифрами 1, 2, 3 – положення досліджуваних сталей (табл. 1).

Результати вимірювання коерцитивної сили представлені в табл. 4.2. Із цієї таблиці видно, що коерцитивна сила в сталях № 1 і № 2 має значну величину порівняно, наприклад, з величиною коерцитивної сили у сплаві Fe-3%Si, як описано в попередньому розділі. Це стає зрозумілим, якщо взяти до уваги, що в процесі прокатки відбувається мартенситне перетворення, і виникають пружні напруження. Анізотропія коерцитивної сили найбільш сильно проявляється в сталі № 1. При цьому максимальне значення спостерігається в НП, найменше – у ПН, а в напрямку під 45° до НП – проміжне значення. Сталь № 2 характеризується найбільшими значеннями, а сталь № 3 – найменшими. При цьому анізотропія проявляється незначною мірою.

Величина коерцитивної сили в досліджуваних аустенітно-нестабільних сталях визначається кількістю магнітної фази, так як аустеніт не феромагнітний.

Таблиця 4.2

Коерцитивна сила у листах аустенітно-нестабільних сталей після гарячої прокатки

№ зразка сталі	Ступінь деформації, %	Коерцитивна сила, $H_c$ , А/см			$H_c$ ср., А/см
		НП	45°	ПН	
1	50	15,3	13,3	10,5	12,4
	71	18,3	16,8	12,8	16,0
2	50	54,9	54,9	54,8	54,9
	71	54,8	54,7	54,8	54,8
3	50	0,7	0,7	0,9	0,8
	71	0,8	0	0	0,3

Найбільш поширеним експериментальним методом аналізу фазового складу матеріалів є метод рентгенівської дифракції. Принципи рентгенівського кількісного аналізу фаз у матеріалах досить добре розроблені й описані у відповідній літературі [69]. Однак їх застосування передбачає хаотичний розподіл зерен за орієнтаціями. Завдання визначення об'ємної частки фаз у текстуртованих матеріалах принципово вирішується з використанням зворотних полюсних фігур, що описують розподіл орієнтувань зовнішньої осі (найчастіше це нормаль до поверхні досліджуваного зразка) щодо внутрішніх кристалографічних осей [69, 70]. У цьому випадку оцінка кількісного вмісту фаз може бути проведена шляхом аналізу інтенсивності дифракційних ліній в широкому 2-тета-діапазоні. Як відомо, сума інтегральних інтенсивностей ліній кожної фази пропорційна об'єму, який займається в опроміненому об'ємі зразка усіма його кристалами. У своєму дослідженні [71] Діксон вивчав холоднокатані сталі (до 93% деформації за товщиною) і знайшов високу точність (похибка  $\approx 5\%$ ), якщо вивчені множинні дифракційні піки.

Проаналізуємо вплив кристалографічної текстури та хімічного складу на величину коерцитивної сили та її анізотропію.

На рис. 4.2. представлено ЗПФ НН аустеніту сталей після гарячої прокатки.

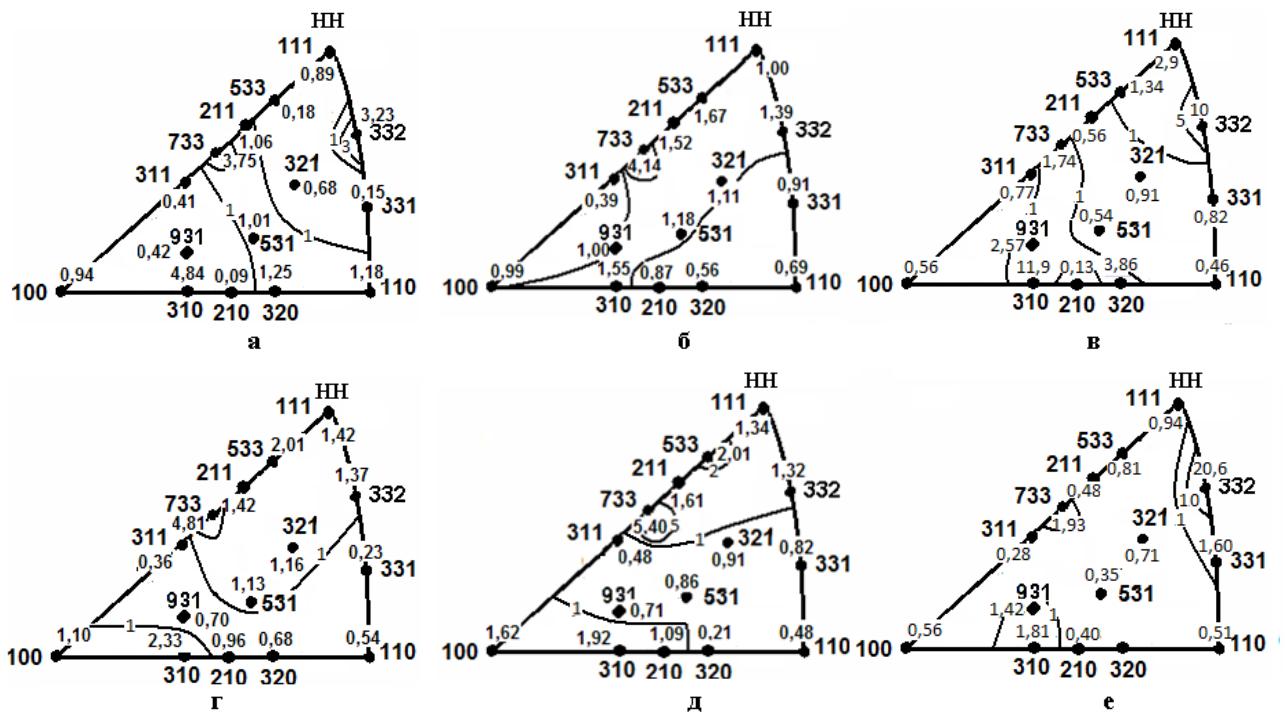


Рис. 4.2. ЗПФ НН фази аустеніту сталей 1, 2, 3. а, б, в – після прокатки на 50 %; г, д, е після прокатки на 71 %, відповідно.

Текстура прокатки фази аустеніту сталі № 1 після прокатки на 50% (рис. 4.2, а) має риси подібні текстурі металів з ГЦК гратками. Основна відмінність полягає в наявності відносно інтенсивного максимуму в полюсі <332>. Цей максимум більшою або меншою інтенсивністю присутній і на інших ЗПФ НН фази аустеніту досліджуваних сталей після прокатки. Утворення цього максимуму пов’язано з появою двійників [40, 67]. Наявність двійників підтверджується на наших знімках мікроструктури (рис. 4.3).

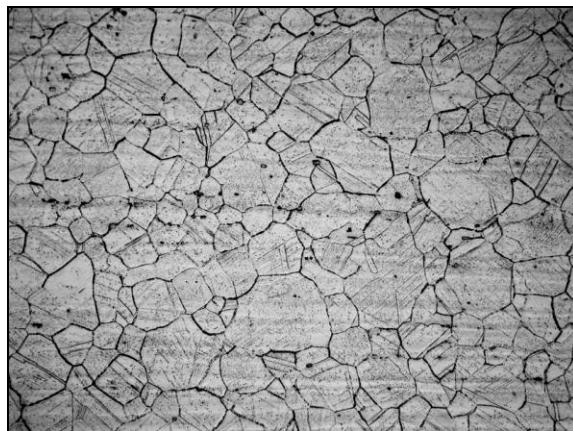


Рис. 4.3. Мікроструктура зразка зі сталі № 1. Знято на мікроскопі «Неофот-32». Збільшення ×200.

Зворотні полюсні фігури НН мартенситу сталей після прокатки представлені на рис. 4.4.

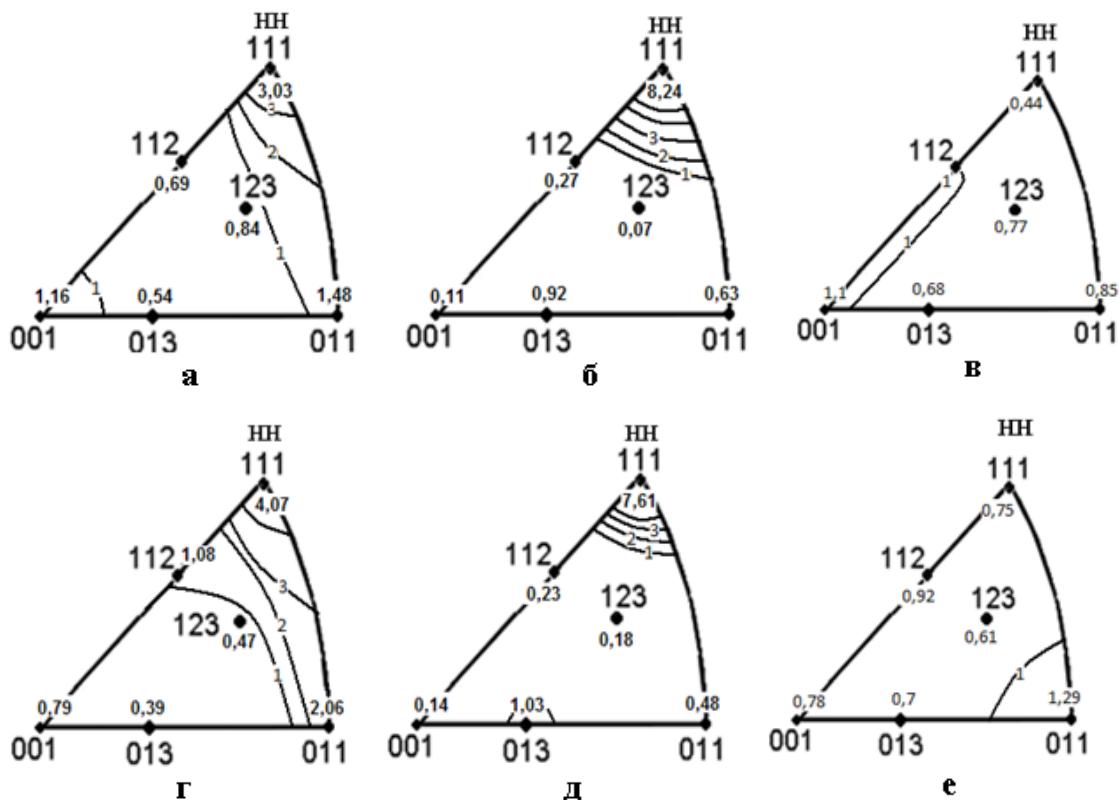


Рис. 4.4. ЗПФ НН фази мартенситу сталей 1, 2, 3. а, б, в – після прокатки на 50%; г, д, е – після прокатки на 71%, відповідно.

Текстура фази мартенситу у сталі № 1 може бути описана як комбінація орієнтувань  $\{001\}\langle100\rangle + \{110\}\langle100\rangle + \{111\}\langle110\rangle$  після деформації на 50% (рис. 4.4, а). Перший з вищевказаних компонентів, пов’язаний з динамічною рекристалізацією, зникає після ступеня деформації на 71% сталі № 1 (рис. 4.4, г).

Текстура мартенситу сталі № 2 може бути описана як комбінація орієнтувань  $\{111\}\langle110\rangle$ .

Текстура мартенситу сталі № 3 найменш інтенсивна. Після деформації на 50% текстура може бути описана як  $\{001\}\langle110\rangle + \{112\}\langle110\rangle$ , а після деформації на 71% –  $\{011\}\langle100\rangle$ .

У табл. 4.3 представлено зміст фаз мартенситу  $\alpha'$  і аустеніту  $\gamma$  у відсотках, яке отримано за допомогою аналізу полюсної щільності на зворотних полюсних фігурах НН на рис. 4.2 і 4.4.

Зміст мартенситу  $\alpha'$  та аустеніту  $\gamma$  у сталях після гарячої прокатки

Сталь	$\varepsilon=50\%$			$\alpha', \%$	$\gamma, \%$	$\varepsilon=71\%$			$\alpha', \%$	$\gamma, \%$				
	$\Sigma P_{hkl}$					$\Sigma P_{hkl}$								
	$\alpha'$	$\gamma$	$(\gamma + \alpha')$			$\alpha'$	$\gamma$	$(\gamma + \alpha')$						
№1	7,73	20,09	27,82	27,8	72,2	8,87	20,22	29,09	30,5	69,5				
№2	10,25	18,98	29,23	35,1	64,9	9,68	20,78	30,46	31,8	68,2				
№3	4,84	39,00	43,84	11,0	89,0	5,05	40,00	45,05	11,2	88,8				

Як згадувалося вище, загалом коерцитивну силу можна уявити як суму складових, обумовлених кристалографічною магнітною анізотропією, що виникають за наявності дефектів кристалічної решітки внутрішніми пружними напруженнями, подрібненням кристалів та їх витягнутістю.

Наші розрахунки за співвідношеннями (3.2) і (3.3) показали, що характер кристалографічної магнітної анізотропії відповідає показаному в табл. 4.2 характеру анізотропії коерцитивної сили для сталі № 1. З ростом ступеня деформації сталі № 1 збільшується інтенсивність деформаційного мартенситного перетворення, зростають пружні напруження і подрібнення кристалів. При цьому, як видно в табл. 4.2, коерцитивна сила зростає, але характер анізотропії практично не змінився. Отже, залишкові пружні напруження, що виникають у процесі прокатки при мартенситних перетвореннях, вносять ізотропний внесок у коерцитивну силу. Аналогічний вплив залишкових пружних напружень спостерігаємо під час холодної прокатки полікристалічного сплаву Fe-3%Si (підрозділ 3.2).

З табл. 4.2 видно, що коерцитивна сила максимальна в сталі №2. При цьому її анізотропія мінімальна. На рис. 4.3 видно, що найбільш інтенсивна текстура мартенситу у сталі № 2. Текстура мартенситу сталі № 2 може бути описана як  $\{111\}\langle110\rangle$ , як зазначено вище. Це обумовлено, ймовірно, інтенсивним деформаційним мартенситним перетворенням у процесі гарячої деформації сталі № 2. Виходячи з опису експериментальної текстури зразків сталі № 2, можна

припустити, що ймовірними орієнтаційними перетвореннями могли бути перетворення Пітча типу  $(110)_{\gamma} \parallel (111)_{\alpha}$ ;  $[001]_{\gamma} \parallel [\bar{1}10]_{\alpha}$  [72]. У цьому випадку паралельно площині прокатки листа сталі №2 будуть розташовані кристалографічні площини  $\{111\}$ , а паралельно напрямку прокатки – кристалографічні напрямки  $<110>$ .

Наші розрахунки за співвідношенням (3.2) і (3.3) показали, що при такій текстурі кристалографічна магнітна анізотропія мінімальна. У той же час, досить імовірним є виникнення пружних напружень і подрібнення кристалів у процесі деформаційного мартенситного перетворення в сталі №2. У результаті внесок всіх вищезазначених факторів зумовив високе значення коерцитивної сили в сталі №2 і мінімальну анізотропію.

При прокатці сталі №3 деформаційне мартенситне перетворення відіграє незначну роль, оскільки інтенсивність текстури мартенситу порівняно зі стальми №1 і №2 мінімальна. Це проявляється також при вимірюванні коерцитивної сили, яка мінімально виявлена в сталі №3.

#### **4.2. Вплив виду та ступеня деформації на текстуру, мікроструктуру та коерцитивну силу низьколегованої сталі 10Г2**

Останнім часом для отримання об'ємних ультрадрібнозернистих матеріалів усе частіше застосовуються методи інтенсивної пластичної деформації (ІПД), такі як крутіння під високим тиском, всебічне кування, рівноканальне кутове пресування, накопичене з'єднання прокаткою, циклічна екструзія і стиснення, повторювання гофрування і випрямлення, гвинтова екструзія (ГЕ) [48]. Методом ГЕ можуть бути отримані довгомірні високоточні профілі (у тому числі, профілі з циліндричним осьовим каналом), які є найбільш ефективними типами металевих напівфабрикатів у машинобудуванні [74]. Ніякі інші відомі методи інтенсивної пластичної деформації не дозволяють отримувати продукцію такого типу [75]. Різні процеси інтенсивної пластичної деформації показані в загальних рисах у

[48], а деякі структурні аспекти та унікальні властивості об'ємних ультрадрібнозернистих матеріалів і перспективи їх застосування представлена в [76].

У той же час текстурою аспектам структури, що формується при інтенсивній пластичній деформації, присвячена обмежена кількість робіт, у яких досліджували, в основному, розвиток текстури за допомогою рівноканального кутового пресування [77-79] або накопиченого з'єднання прокаткою [80]. У роботі [81] була досліджена кристалографічна текстура при гвинтовій екструзії міді, алюмінію (ГЦК-гратка), низьколегованої сталі (ОЦК-гратка), а стаття [82] присвячена вивченю формування текстури при гвинтовій екструзії гексагонального титану. У двох останніх вищевказаних дослідженнях показано, що текстура містить в основному аксіальні компоненти зсуву із залишками орієнтувань прокатки і що формування текстури відбувається, завдяки активізації, як систем ковзання, так і шляхом вихрового руху роздроблених зерен, подібних турбулентній течії рідини.

Управління текстурою і обумовленою нею анізотропією фізико-механічних властивостей є одним із головних завдань сучасного металознавства. Розробка технологій, що дозволяють створювати в листах оптимальну структуру, може слугувати важливим резервом поліпшення властивостей виробів за багатьма параметрами. Такі технологічні процеси зазвичай включають у себе комбінацію різних видів пластичної деформації і термообробки. Наприклад, форма кінцевого продукту, отриманого за допомогою рівноканального кутового пресування, обмежується бруском або прутком з круглим або квадратним поперечним перерізом. Ця форма підходить при використанні операцій кування, але не підходить для отримання матеріалу у формі листів і плит. Для того щоб подолати цей недолік рівноканального кутового пресування, в роботі [83] досліджено комбінований процес рівноканального кутового пресування і звичайної прокатки FeCoV сплаву. Аналогічна обробка була застосована для алюмінієвого сплаву 8112 [84], а також для комерційного Al-Mg сплаву [85]. У трьох останніх згаданих роботах детально досліджено зміну структури сплавів, механічні властивості, але

текстура залишена без уваги.

Текстура, як відомо, є основною причиною анізотропії механічних властивостей полікристалічних тіл [45]. У зв'язку з цим важливо дослідити можливість впливу на текстуру заготовки, після гвинтової екструзії, шляхом її подальшої деформації, відмінної від гвинтової екструзії. Для довгомірних профілів це може бути, наприклад, прокатка або гідроекструзія. Основним видом деформації в цих процесах є подовження профілю уздовж його осі, в той час як основний вид деформації при гвинтовій екструзії – простий зсув у площині, перпендикулярній осі екструзії [74].

Нижче наведено результати наших досліджень текстури низьколегованої сталі 10Г2 на двох стадіях холодної деформації [86]. На першому етапі зразки піддавали ГЕ [81], на другому – зразки після ГЕ піддавали холодній прокатці як уздовж, так і поперек осі екструзії.

На рис. 4.5 представлений ЗПФ досліджуваних зразків сталі після ГЕ.

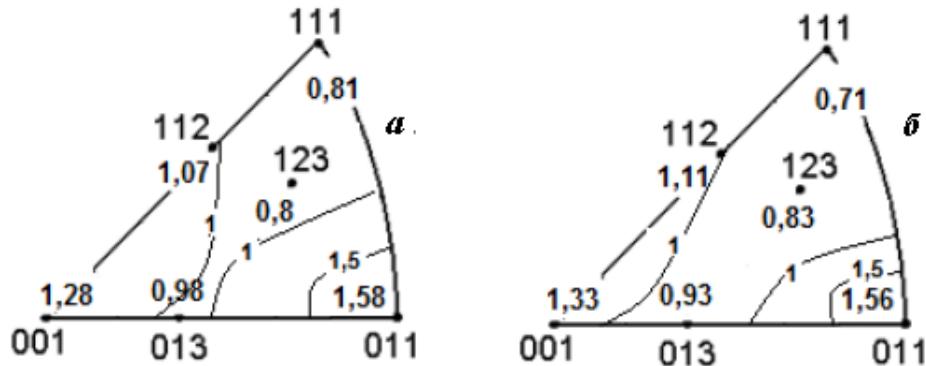


Рис. 4.5. Експериментальні зворотні полюсні фігури сталі 10Г2 після ГЕ: а, б – паралельно і перпендикулярно осі гвинтової екструзії, відповідно.

Максимальне значення полюсної щільності спостерігається в полюсі  $<110>$ , як у напрямку осі гвинтової екструзії (1,58), так і поперек її осі (1,56). Друге за величиною значення полюсної щільності відповідає полюсу  $<100>$  (відповідно, 1,28 і 1,33).

На рис. 4.6 представлено мікроструктуру сталі після гвинтової екструзії. Середній розмір зерна після 2-х проходів гвинтової екструзії склав приблизно 4 мкм. Простежуються вихороподібні сліди деформації. На знімках

мікроструктури видно, що границі зерен звивисті та виявляють тенденцію до закручування.

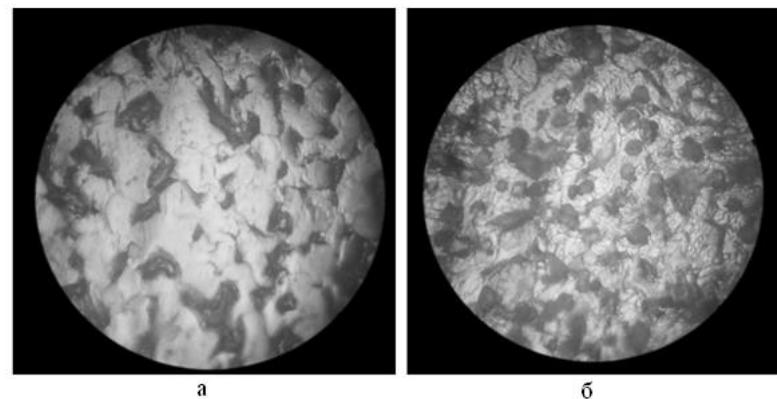


Рис. 4.6. Мікроструктура сталі 10Г2 після ГЕ (2 проходи); а – паралельно осі екструзії; б – перпендикулярно осі екструзії. Збільшення  $\times 600$ .

При звичайній аксіальній текстурі розподіл орієнтацій кристалів навколо осі текстури повністю хаотичне, як це видно на прикладі аксіальної ідеалізованої текстури  $<100>$  (рис. 4.7).

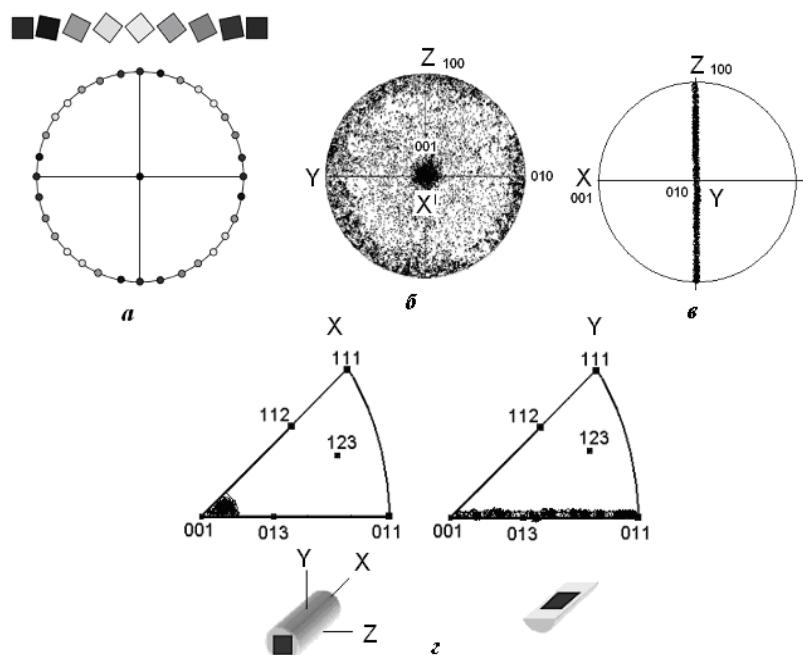


Рис. 4.7. Ідеалізована аксіальна текстура з напрямком  $<100>$  паралельним осі ГЕ: а – схема розподілу кристалів при розгляді з боку осі ГЕ; б – ППФ  $\{100\}$  – вісь зразка збігається з напрямком ГЕ (Х); в – ППФ  $\{100\}$  – вісь зразка збігається з поперечним напрямком (Y) до ГЕ; Z – напрямок нормалі до осі ГЕ; г – ЗПФ Х і Y відповідно.

При «циліндричній» текстурі відповідний кристалографічний напрям завжди збігається з радіальним напрямком у зразку, як це схематично показано на рис. 4.8.

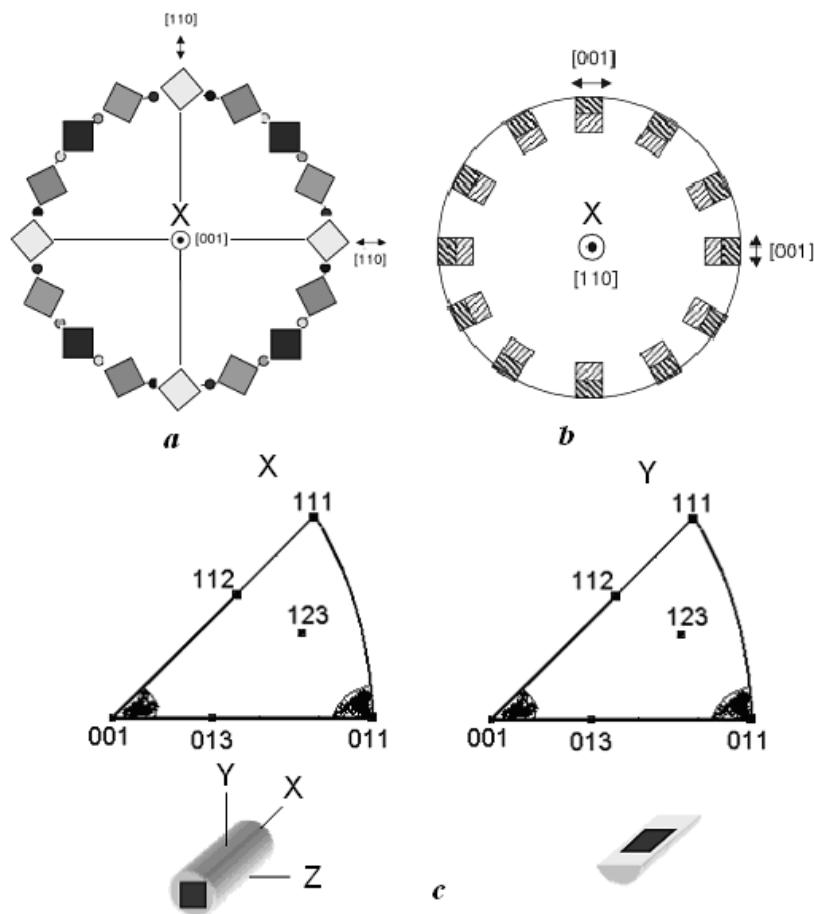


Рис. 4.8. Схематичний розподіл кристалів у зразку при циліндричній текстурі: а – вісь зразка збігається з кристаллографічною віссю [001]; б – вісь зразка збігається з кристаллографічною віссю [110]; в – ідеальні зворотні полюсні фігури; Х, Y, Z – то ж, що і на рис. 4.7.

Так, у дроті з ніобію, отриманого гарячим пресуванням (swaged wire) при істинній деформації 2,3, була виявлена циліндрична текстура з віссю  $<110>$  паралельній осі дроту. Площини {001} при цьому розташовувалися паралельно поверхні дроту [87]. Також було показано, що циліндричні текстири, як правило, формуються у процесі виготовлення дротів металів з об'ємноцентрованою кубічною граткою [88].

Порівняння експериментальних ЗПФ (рис. 4.5) з теоретичними полюсними фігурами (рис. 4.7 і 4.8) дозволяє дійти висновку, що розподіл орієнтацій

кристалів, представлених на рис. 4.5, є специфічним і може бути описаний як подвійна «циліндрична» аксіальна текстура з напрямками  $<110>$  і  $<100>$  паралельними осі ГЕ (вісь X на рис. 4.7, 4.8).

Формування циліндричної аксіальної текстури зазначеного вище типу раніше було встановлено в ОЦК сплавах системи Fe-Al після екструзії через циліндричну волоку при досить високих температурах ( $850^{\circ}$ - $1300^{\circ}$  C) [89].

Виникнення вищезгаданої циліндричної аксіальної текстури може бути пояснено, наприклад, таким чином [89]: при осесиметричному розтязі у всіх випадках розвивається  $<110>$  волокниста текстура. Зерна з віссю розтягу [011] мають [100] і [011] напрямки перпендикулярні до неї (рис. 4.9).

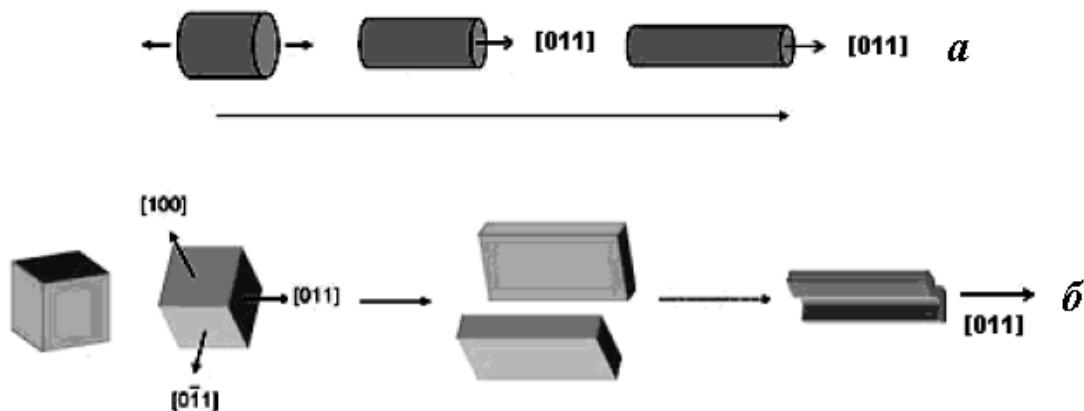


Рис. 4.9. Принцип «керлінгу» (обгортання, завивання), який відбувається в процесі аксіальної симетричної деформації зразка вздовж  $<110>$  осі (a); деформація зерна (b).

Такі ортогональні напрямки поводяться по-різному. Так, зерна з віссю волокна  $<110>$  будуть переважно деформуватися чистим зсувом, шляхом плоскої деформації. Однак оскільки загальна деформація агрегатів має осьову симетрію, то для того щоб послабити напруження несумісності, може мати місце обгортання або завивання навколо осі розтягу, тобто, так званий «керлінг» (curling) (рис. 4.9) [89]. Формування {001} аксіальної текстури було виявлено в процесі одноосьового стискання зразків сталі Fe-3% Si при температурах від 1023 K до 1173 K і швидкостях деформації від  $4.6 \times 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  до  $5.6 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  [90]. Якщо взяти до уваги експериментальні полюсні фігури (рис. 4.5) і мікроструктуру (рис. 4.6),

дуже вірогідна реалізація «керлінгу» (curling) [89] при формуванні текстури також у процесі ГЕ. Тим більше, що при ГЕ присутній сильний компонент кручення при вихровому русі фрагментів роздроблених зерен, певною мірою подібний турбулентному потоку рідини [91]. Такий вихороподібний рух кристалітів відображається на знімку мікроструктури (рис. 4.6).

Далі на рис. 4.10 представлено мікроструктура сплаву, який прокатали після гвинтової екструзії.

Видно, що після прокатки до  $\varepsilon = 0,82$  границі зерен ще несуть ознаки завихрення, які залишилися після гвинтової екструзії. Прокатка уздовж осі ГЕ до ступеня деформації 1,61 привела до значної витягнутості зерен у НП. При прокатці поперек осі ГЕ до ступеня деформації 1,61 витягнутість зерен є помітно меншою.

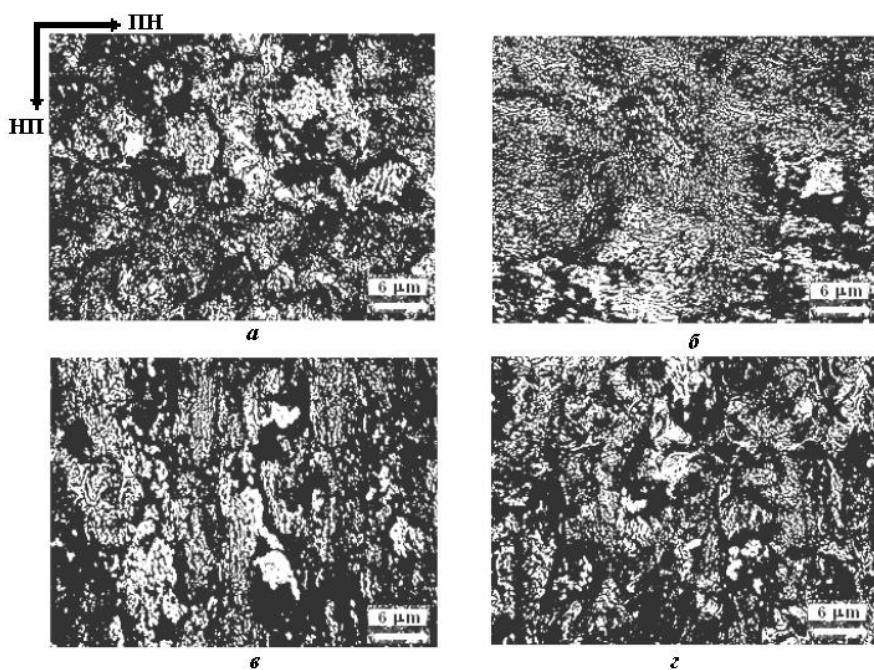


Рис. 4.10. Мікроструктура сталі 10Г2, прокатаної після гвинтової екструзії: а, в – прокатка уздовж осі ГЕ; б, г – прокатка поперек осі ГЕ; а, б –  $\varepsilon = 0,82$ ; в, г –  $\varepsilon = 1,61$ . Знято від площини прокатки.

Важливі компоненти текстури прокатки низьковуглецевої сталі розташовані уздовж трьох волокон орієнтації [92]:

- 1)  $\alpha$ -fibre – вісь волокна  $<110>$  розташована паралельно напрямку прокатки, включаючи головні компоненти  $\{001\} <110>$ ,  $\{112\} <110>$ , і  $\{111\} <110>$ .

2)  $\gamma$ -fibre – вісь волокна  $<111>$  паралельна нормальному напрямку, включаючи головні компоненти  $\{111\} <110>$  і  $\{111\} <112>$ .

3)  $\varepsilon$ -fibre – вісь волокна  $<110>$  паралельна поперечному напрямку, включаючи головні компоненти  $\{001\} <110>$ ,  $\{111\} <112>$ ,  $\{554\} <225>$  і  $\{011\} <100>$ .

На рис. 4.11 представлена ЗПФ НН сталі 10Г2 після прокатки зразків, після ГЕ. Видно, що формується типова текстура прокатки сталі, яка може бути описана двома волокнами орієнтації 1) і 2) з трьох вищевказаних.

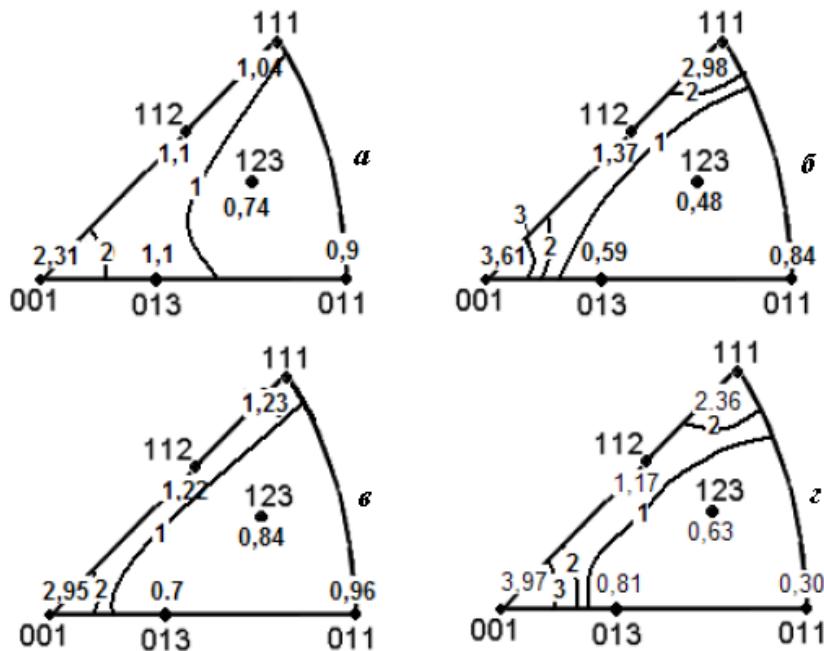


Рис. 4.11. Експериментальні ЗПФ НН сталі 10Г2: а, б – подальша прокатка уздовж осі ГЕ; в, г – подальша прокатка поперек осі ГЕ; а, в –  $\varepsilon = 0,82$ ; б, г –  $\varepsilon = 1,61$ .

Проведемо аналіз об'ємного змісту орієнтувань. Будемо вважати, що компонентний склад текстури досліджуваних зразків представлений зображеними на ЗПФ НН шістьма орієнтуваннями. Зазначимо, що сумарна полюсна щільність на ЗПФ НН пропорційна об'ємному змісту всіх орієнтацій і становить 100%. Тепер знайдемо об'ємний вміст кожного орієнтування за співвідношенням

$$\frac{\Delta V}{V} \cdot 100\% = \frac{P_{hkl}}{\sum P_{hkl}} \cdot 100\% \quad (4.3)$$

Проведений аналіз орієнтувань показав, що при прокатці уздовж осі ГЕ зростом ступеня деформації швидше розвиваються компоненти текстури з

площинами {111} паралельними площині прокатки. Так, після ГЕ зазначені компоненти текстури займають близько 12% за об'ємом, після прокатки уздовж осі ГЕ з  $\varepsilon = 0,82$  – близько 14%, а після прокатки уздовж осі ГЕ з  $\varepsilon = 1,61$  – близько 30% (табл. 4.4). У той же час видно, що об'ємний вміст орієнтувань з площинами {100} паралельними площині прокатки досить великий.

При прокатці поперек осі ГЕ більш інтенсивно формуються орієнтування кристалів з площинами {001} паралельними площині прокатки. Так, після ГЕ зазначені компоненти текстури займають близько 20% за об'ємом, після прокатки поперек осі ГЕ з  $\varepsilon = 0,82$  – близько 37%, а після прокатки уздовж осі ГЕ з  $\varepsilon = 1,61$  – близько 43% (табл. 4.5). Поряд з вищевказаними орієнтуваннями зазначений об'єм, який він займає кристалами з орієнтуваннями {111} паралельними площині прокатки, також зростає, але не так швидко.

Таблиця 4.4

Об'ємний вміст орієнтувань після гвинтової екструзії і подальшої прокатки уздовж осі ГЕ

hkl	ГЕ уздовж осі	Прокатка після ГЕ	Прокатка після ГЕ
		уздовж осі ГЕ $\varepsilon = 0,82$	уздовж осі ГЕ $\varepsilon = 1,61$
	$\Delta V/V, \%$	$\Delta V/V, \%$	$\Delta V/V, \%$
110	24,2	12,5	8,5
200	19,6	32,1	36,6
211	16,4	15,3	13,9
310	15,0	15,3	6,0
222	12,4	14,5	30,2
321	12,3	10,3	4,9

Така відмінність у співвідношенні компонентного складу обумовлена певними відмінностями в механізмах пластичної деформації. Ймовірно, під час прокатки уздовж осі ГЕ формування текстури переважно протікало при ковзанні дислокацій системами {110} <111>, а при прокатці поперек осі ГЕ переважало

ковзання дислокацій системами {110} <100> [18].

Коерцитивна сила зразків сталі 10Г2 уздовж осі зразка після ГЕ мала значення близько 8 А/см. Це помітно вище порівняно, наприклад, з іншими конструкційними стальми ( $\approx 2\text{-}6$  А/см [31]). Подальший відпал для зняття напружень протягом 1 години при температурі 450°C практично не вплинув на величину коерцитивної сили. Її значення після відпалу склало 7,6 А/см. Таким чином, залишкові напруження після гвинтової екструзії мають незначний вплив на коерцитивну силу. Це стає зрозумілим, якщо врахувати, що при гвинтовій екструзії здійснюється знакозмінна деформація. Така деформація сприяє релаксації внутрішніх напружень у металі за рахунок його інтенсивної фрагментації (подрібнення зерен) [48].

Таблиця 4.5

Об'ємний вміст орієнтувань після гвинтової екструзії і подальшої прокатки поперек осі ГЕ

hkl	ГЕ поперек вісі	Прокатка після ГЕ поперек осі ГЕ $\varepsilon = 0,82$	Прокатка після ГЕ поперек осі ГЕ $\varepsilon = 1,61$
		$\Delta V/V, \%$	$\Delta V/V, \%$
110	24,1	12,2	3,2
200	20,6	37,3	43,0
211	17,2	15,4	12,7
310	14,4	8,9	8,8
222	11,0	15,6	25,5
321	12,8	10,6	6,8

Підвищення коерцитивної сили після гвинтової екструзії, ймовірно, обумовлено подрібненням зерна сталі 10Г2 у процесі двох проходів при гвинтовій екструзії до 4 мкм. Зміна зовнішнього поля при зміні коерцитивної сили, як відомо, викликає гістерезис намагнічування феромагнітного матеріалу. Границі зерен є перешкодами для руху стінок при перемагнічуванні. Тому, відповідно до

теорії, підвищення коерцитивної сили, обернено пропорційно середньому розміру зерна [58-61], як це було встановлено нами під час прокатки сплаву Fe-3% Si.

Після прокатки екструдованих зразків уздовж осі екструзії було виявлено зменшення величини коерцитивної сили в напрямку прокатки до 5,7 A/см за рахунок подовження зерен.

Після прокатки екструдованих зразків сталі 10Г2 поперек осі гвинтової екструзії мала місце анізотропія коерцитивної сили. Максимальне її значення 6,5 A/см було зафіковано в ПН, мінімальне 5,0 A/см – в НП + 45°, а в НП – 6,0 A/см. Проведений нами аналіз анізотропії показав, що між значеннями функції анізотропії  $\psi$  розрахованої за співвідношенням (3.2) і (3.3) з урахуванням об'ємного змісту орієнтувань, показаних у табл. 4.4, і величиною коерцитивної сили має місце лінійна кореляція з коефіцієнтом надійності апроксимації 0,96 .

Таким чином, анізотропія коерцитивної сили після прокатки екструдованої сталі поперек осі гвинтової екструзії обумовлена, в основному, анізотропією магнітної кристалічної енергії.

#### **4.3. Текстура і коерцитивна сила після тривалої експлуатації тепlostійкої сталі 5Х15М і жаростійкої сталі 08Х18Н10Т**

Тепlostійкі сталі типу 15Х5М і жаростійкі сталі типу 08Х18Н10Т застосовуються переважно для виготовлення обладнання в нафтопереробних комплексах [93]. Вищезазначені види сталі регламентуються ГОСТами, зокрема за хімічним складом і механічними властивостями. Однак характеристики структури, що мають при цьому визначальне значення, зокрема кристалографічна текстура, не мають відображення в нормативних документах. Раніше проводилися дослідження формування текстури в зразках вищезазначених сталей, що мають ортотропну симетрію після гарячої і холодної прокатки [94]. Однак в зразках, що мають циліндричну форму після обробки тиском таких сталей, текстура практично не досліджена. У той же час несприятлива кристалографічна текстура

полегшує поширення крихких шаруватих тріщин [95, 96], що може привести до виходу з ладу обладнання, виготовленого з цих сталей.

Як зазначалося вище, перспективним є моніторинг структурного стану і деградації елементів конструкцій і систем із феромагнітних матеріалів неруйнівним методом за допомогою вимірювання коерцитивної сили. Однак для впровадження цього методу в практику контролю необхідно досліджувати кореляцію коерцитивної сили з характеристиками структури, зокрема, кристалографічною текстурою.

Нижче наведено результати наших досліджень кристалографічної текстури і коерцитивної сили в зразках циліндричної форми з хромомолібденової сталі 15Х5М і нержавіючої аустенітної сталі 08Х18Н10Т [97] після тривалої експлуатації.

Зворотні полюсні фігури зразків циліндричної форми зі сталі 15Х5М представлені на рис. 4.12. З огляду на вищезазначене, можна констатувати, що на зворотних полюсних фігурах напрямку нормалі циліндричного зразка зі сталі 15Х5М спостерігається два максимуми полюсної щільності. Один величиною 2,29 – в полюсі  $<001>$  і 1,39 – в полюсі  $<110>$ .

Аналогічний розподіл полюсної щільності на зворотних полюсних фігурах напрямку прокатки, але з іншими значеннями максимумів.

На зворотних полюсних фігурах поперечного напрямку має місце один максимум полюсної щільності 1,48 у полюсі  $<110>$ . Аналіз показав, що текстура може бути описана комбінацією ідеальних орієнтувань  $\{001\} <110> + \{110\} <100>$ . Тут і надалі цифри у фігурних дужках означають індекси Міллера сімейства кристалографічних площин, паралельних поверхні циліндричного зразка. Цифри в кутових дужках означають індекси Міллера сімейства кристалографічних напрямків, що належать до вищевказаних кристалографічних площин і збігаються з напрямом осі циліндричного зразка.

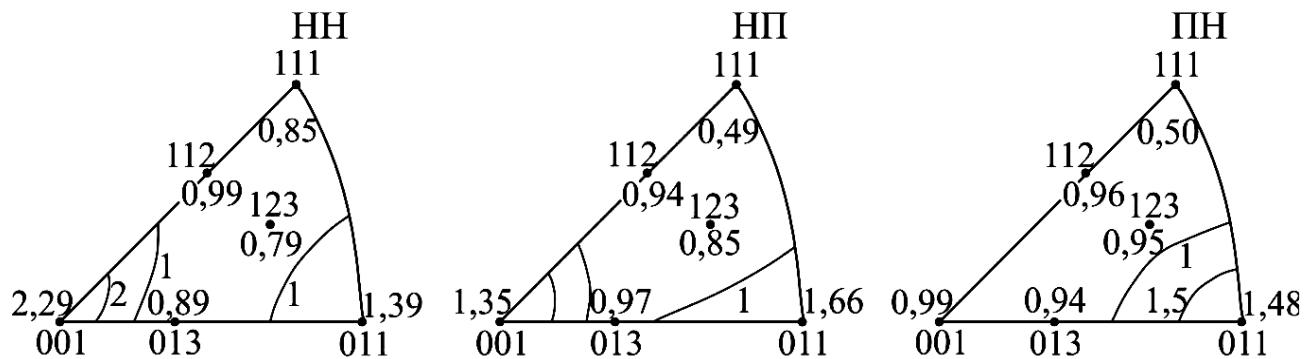


Рис. 4.12. Текстура зразків циліндричної форми зі сталі 15Х5М після тривалої експлуатації.

Перше з орієнтувань є типовим для текстури прокатки феритної сталі. Друге – орієнтування так званої текстури Госса [97]. Ця текстура є бажаною в трансформаторній сталі [98]. Формування текстури Госса в трансформаторній сталі пов’язане з протіканням вторинної рекристалізації. У той же час текстура типу {110} <100> є текстурою зсуву в ОЦК-металах і сплавах [99]. Оскільки при виготовленні безшовних труб (з яких виготовляють, зокрема, трубчасті пічні елементи нафтопереробного комплексу), застосовується прокатка зі скощеними валками [100], то вірогідною причиною формування текстури {110} <100> у циліндричному зразку хромомолібденової сталі 15Х5М є наявність деформації зсуву при прокатці.

Результати вимірювання коерцитивної сили приведені в табл. 4.6. Зазначимо, що в зразках має місце анізотропія коерцитивної сили.

У загальному випадку коерцитивну силу можна уявити як суму складових, обумовлених кристалографічною магнітною анізотропією  $H_c^K$ , внутрішніми пружними напруженнями, що виникають при наявності дефектів кристалічної решітки  $H_c^\sigma$ , і подрібненням кристалів та їх витягнутістю  $H_c^N$  [15].

Коерцитивна сила циліндричного зразка зі сталі 15Х5М в осьовому напрямку перевищує її значення в кільцевому напрямку приблизно в 1,11 рази (табл. 4.6).

Коерцитивна сила в сталевих зразках циліндричної форми після тривалої експлуатації

Сталь	Коерцитивна сила $H_c$ , A/см	
	Уздовж осі труби	У кільцевому напрямку
15Х5М	6,8	6,1
08Х18Н10Т	1,15	0,94

Раніше було показано [40], що між полюсною щільністю і величиною коерцитивної сили має місце лінійна кореляція з коефіцієнтом надійності апроксимації більша ніж 0,8. Аналогічний зв'язок простежується і в цьому дослідженні. Розрахунок показав, що відношення  $P_{110}$  в осьовому напрямку в 1,12 рази більше, ніж у кільцевому напрямку. Можна припустити, що анізотропія коерцитивної сили в трубчастих зразках сталі 15Х5М обумовлена, в основному, магнітною кристалографічною анізотропією.

Таким чином, при оцінці структурного стану сталей необхідно брати до уваги вплив кристалографічної текстури.

На рис. 4.13 представлено зворотні полюсні фігури циліндричних зразків нержавіючої сталі 08Х18Н10Т після тривалої експлуатації.

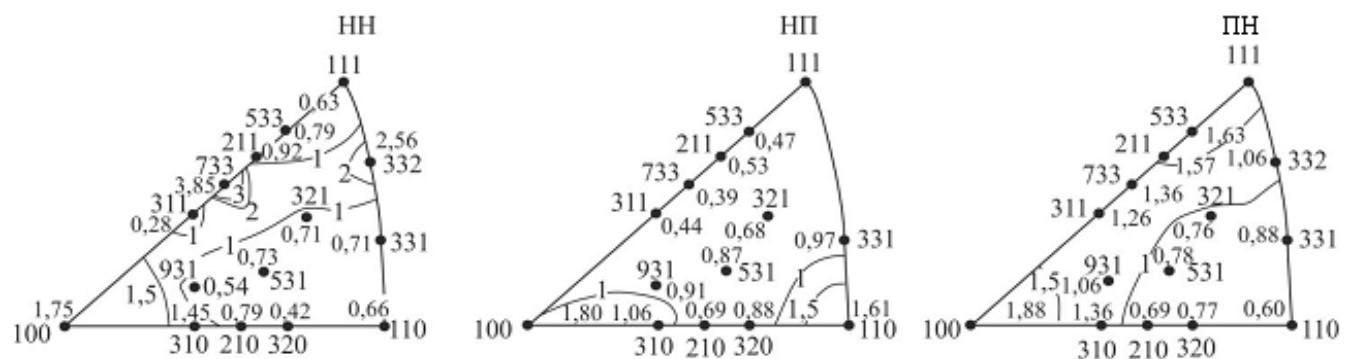


Рис. 4.13. Текстура циліндричних зразків зі сталі 08Х18Н10Т після тривалої експлуатації.

Текстура циліндричних зразків зі сталі 08Х18Н10Т відрізняється від звичайної текстури прокатки аустенітних сталей (рис. 4.13). Видно, що зворотні полюсні фігури нормалі характеризуються широкою смugoю підвищеної

полюсної щільності. Ця смуга починається в полюсі  $<001>$  і простягається до полюса  $<332>$ .

У поєднанні зі зворотними полюсними фігурами напрямку прокатки, де має місце максимум у полюсі  $<110>$  такий розподіл орієнтацій характерний для текстури кручення типу  $\{hkl\} <110> [99]$ , що, ймовірно, обумовлено умовами прокатки безшовних труб. При звичайній текстурі прокатки листів максимум знаходитьться в полюсі  $<112>$  [18, 94]. Другий за величиною максимум полюсної щільності на зворотних полюсних фігурах напрямку нормалі має місце в полюсі  $<332>$ . Утворення цього максимуму тісно пов'язане з двійникуванням [18, 94].

Наявність двійників підтверджується на наших знімках мікроструктури (рис. 4.14). Крім того, спостерігається також максимум 1,75 в полюсі  $<001>$ .

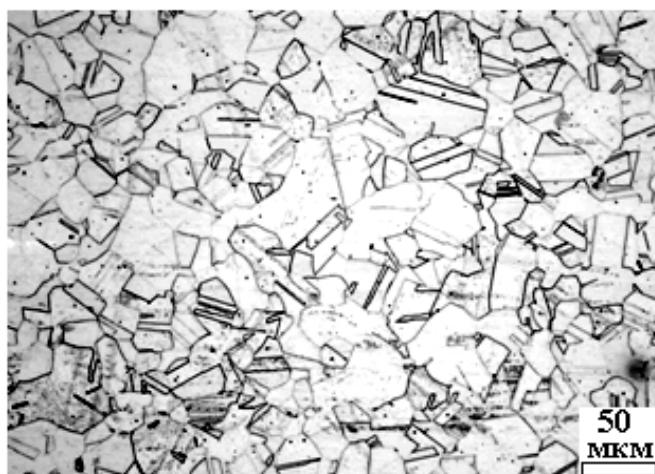


Рис. 4.14. Мікроструктура зразка зі сталі 08Х18Н10Т.

На зворотних полюсних фігурах напрямку прокатки присутні два максимуми полюсної щільності. Один величиною 1,80 спостерігається у полюсі  $<100>$ , а другий – в полюсі  $<110>$  (1,61).

На зворотних полюсних фігурах поперечного напрямку видно наявність двох максимумів полюсної щільності в полюсі  $<100>$  (1,88) і в полюсі  $<111>$  (1,79).

Проведений аналіз показав, що в структурі присутній кубічний компонент текстури  $\{001\} <100>$ , який, ймовірно, пов'язаний з динамічною рекристалізацією в процесі виготовлення конструкцій. Має місце також компонент текстури зсуву  $\{hkl\} <110>$ . Формування компонента з кристалографічними площинами  $\{332\}$

паралельними циліндричної поверхні, може бути, пов'язано з ковзанням по площинах, паралельних границям двійників, яке веде до аномального обертання двійникової матриці до вищевказаної орієнтації {332} [101].

У циліндричних зразках з нержавіючої сталі 08Х18Н10Т, які експлуатувалися при температурах до 400 С, коерцитивна сила уздовж осі циліндра та в кільцевому напрямку склала 1,15 і 0,94 А/см, відповідно, тобто має місце анізотропія коерцитивної сили, незважаючи на те, що аустеніт сталі неферомагнітний. Однак проведений рентгеноструктурний аналіз не виявив наявності мартенситної фази, як наприклад, у [94]. Аналогічні результати отримані нами під час дослідження впливу знакозмінного вигину на текстуру, механічні властивості та пошкодження нержавіючої сталі [97]. Це може бути обумовлено тим, що кристали мартенситу занадто малі. Таким чином, метод вимірювання коерцитивної сили є більш структурно чутливим порівняно з рентгенівським фазовим аналізом.

У нашому дослідженні немає даних про коерцитивну силу і текстуру зразків до їх експлуатації. Те, що циліндричні зразки зі сталі 08Х18Н10Т намагнічені, свідчить про те, що в процесі експлуатації або виготовлення могло відбуватися мартенситне перетворення. Виходячи з експериментальної текстури циліндричних зразків зі сталі 08Х19Н10Т, можна припустити, що ймовірними мартенситними орієнтаційними перетвореннями могли бути перетворення Курдюмова-Закса типу  $\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha$ ,  $\langle\bar{1}10\rangle_\gamma \parallel \langle\bar{1}11\rangle_\alpha$ , [73]. У цьому випадку з осьовим напрямком циліндричного зразка буде збігатися напрямок  $\langle111\rangle$ , а з кільцевим напрямком співпадатиме напрямок  $\langle112\rangle$ . При накладанні зовнішнього магнітного поля вздовж напрямку  $\langle111\rangle$  здійснюватиметься робота з переорієнтації вектора намагніченості кристалів від напрямку  $\langle100\rangle$  (до накладання магнітного поля) до напрямку  $\langle111\rangle$ . Відповідно, при накладанні поля в кільцевому напрямку здійснюватиметься робота з переорієнтації вектора намагнічування від  $\langle100\rangle$  до  $\langle112\rangle$ . Оскільки напрямок  $\langle111\rangle$  є напрямком найважчого намагнічування, то й

робота з переорієнтації вектора намагніченості від  $\langle 100 \rangle$  до напрямку  $\langle 111 \rangle$  є більшою порівняно з роботою з переорієнтації вектора намагніченості від  $\langle 100 \rangle$  до  $\langle 112 \rangle$ . Отже і коерцитивна сила буде більша при накладенні зовнішнього магнітного поля уздовж осі циліндричного зразка, ніж при накладенні магнітного поля у кільцевому напрямку.

#### **4.4. Текстура, механічні властивості та коерцитивна сила зразків циліндричної форми з низьколегованої сталі 09Г2С після тривалої експлуатації**

Низьколеговані сталі типу 09Г2С широко використовуються в обладнанні нафтопереробного комплексу, зокрема, для виготовлення колон ректифікації нафти [103, 104]. У процесі експлуатації вищевказаного обладнання виникає проблема контролю механічних властивостей сталі й оцінки можливості подальшої безпечної експлуатації. Для вивчення механічних характеристик проводять випробування на одноосьовий розтяг, експерименти на втому, тривалу міцність тощо. [105-108]. Ці дослідження передбачають вирізку зразків з ділянок відповідного обладнання, що пов'язано із зупинкою його роботи. Тому розробка методів неруйнівного контролю стану і властивостей сталі є актуальну. Метод вимірювання коерцитивної сили є одним з перспективних неруйнівних методів контролю структурного стану сталі. Як згадувалося вище, основний вплив на коерцитивної сили та її анізотропію надають кристалографічна текстура, форма, розміри зерен і пружні напруження [14, 15, 24, 109]. Однак для контролю структурного стану і механічних характеристик феромагнітних конструкційних сталей за коерцитивною силою є актуальним встановлення кореляційних зв'язків для конкретних сталей, як згадувалося у вступі.

Нижче представлено встановлені нами закономірності анізотропії коерцитивної сили, яка вимірюється за допомогою коерцитиметру, і знайдено взаємозв'язок коерцитивної сили з текстурними характеристиками і механічними

властивостями зразка циліндричної форми з низьколегованої сталі 09Г2С після тривалої експлуатації [110].

Результати механічних випробувань і вимірювань коерцитивної сили представлені в табл. 4.7.

Таблиця 4.7

Механічні властивості та коерцитивна сила зразків циліндричної форми зі сталі 09Г2С після тривалої експлуатації

Кут з НП, °	Межа міцності, $\sigma_B$ , МПа	Умовна межа плинності, $\sigma_{0.2}$ , МПа	Відносне подовження, $\varepsilon = \Delta l / l$ , %	Коерцитивна сила, $H_c$ , А/см
0	400±2,0	255±1,4	31,0±0,4	5,9±0,12
15	405±2,2	258±1,8	30,2±0,4	6,1±0,12
30	416±2,3	265±2,1	28,8±0,4	6,3±0,12
45	425±2,2	272±2,3	28,0±0,4	6,5±0,12
60	421±2,0	268±2,0	28,4±0,4	6,5±0,12
75	417±2,0	266±1,5	29,4±0,4	6,4±0,12
90	415±1,8	260±2,5	30,0±0,4	6,2±0,12

У досліджуваних стаях має місце анізотропія механічних характеристик і коерцитивної сили. Мінімальні значення характеристик властивостей міцності  $\sigma_B$  і  $\sigma_{0.2}$ , та коерцитивної сили  $H_c$  спостерігаються в НП, максимальні їх величини мають місце в ДН (тобто, в НП + 45°), а в ПН вони приймають проміжне значення. Відносне подовження  $\varepsilon$  показує протилежну динаміку.

Коефіцієнт анізотропії  $\eta$  розраховували за формулою

$$\eta = \left( \frac{F_{max} - F_{min}}{F_{min}} \right) \cdot 100\%. \quad (4.4)$$

Тут  $F_{max}$  і  $F_{min}$  максимальне і мінімальне значення відповідної властивості. Коефіцієнти анізотропії  $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0.2}$ ,  $H_c$  і  $\varepsilon$  склали, відповідно, 6,25%; 6,27%; 10,17% і 10,71%.

Аналіз показав, що мають місце значні лінійні кореляційні зв'язки між механічними характеристиками  $\sigma_m$ ,  $\sigma_{0.2}$  і  $\varepsilon$ , з одного боку, і величиною коерцитивної сили  $H_c$  – з іншого. Відповідні рівняння регресії з високими значеннями коефіцієнтів надійності апроксимації  $R^2$  мають вигляд

$$\sigma_B = 38,2H_c + 174,8; R^2 = 0,92; \quad (4.5)$$

$$\sigma_{0.2} = 26,1H_c + 99,6; R^2 = 0,93; \quad (4.6)$$

$$\varepsilon = -4,6H_c + 58,0; R^2 = 0,89. \quad (4.7)$$

На коерцитивну силу та її анізотропію мають, в основному, вплив кристалографічна текстура, форма і розмір зерен, та пружні напруження, як і зазначено вище. Проведений нами металографічний аналіз показав, що досліджувана сталь має типову феритно-перлітну мікроструктуру із середнім розміром зерен 22 мкм (рис. 4.15).

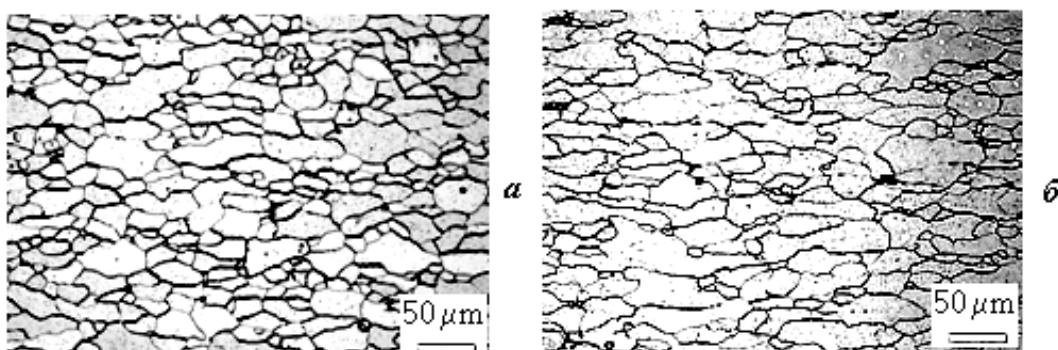


Рис. 4.15. Феритно-перлітна структура зразка циліндричної форми сталі 09Г2С після тривалої експлуатації: (а, б) знімки були зроблені з НП і ПН напрямків.

Мікроструктура на рис. 4.15 не може бути основною причиною анізотропії коерцитивної сили тому що розміри зерен у НП та ПН є практично однаковими. Анізотропію коерцитивної сили у сплавах заліза (в основному в трансформаторній сталі) вивчали раніше, зокрема, в роботах [41, 43, 54-57, 111]. Зазначалося, зокрема в [41], що в листі трансформаторної сталі з гострою текстурою Госса напруженість поля, що намагнічує  $H$  пропорційна внутрішній енергії  $W_k$  магнітної анізотропії кубічного монокристала. Виявилося, що максимальні значення  $H_c$  і  $W_k$  спостерігалися в напрямку, відхиленому від напрямку прокатки листа на  $55^\circ$ . Це відповідає положенню осі важкого

намагнічування [111] в листі з текстурою Госса. Однак, якщо напруженість поля, що намагнічує  $H_0$  менше 200 А/м, то максимальне значення  $H_c$  було знайдено в ПН листа, з яким збігається кристалографічний напрямком [110], а не в напрямку [111]. Такий результат пояснили в [43] з особливістю процесу намагнічування. Було показано, що при напруженості поля  $H_0 < 200$  А/м значення індукції поля  $B_{90} < B_{55}$ . При малій величині індукції зовнішнього поля ( $B = 0,5\text{--}1,02$  Тл) в анізотропній сталі з текстурою Госса вісь важкого намагнічування розташовувалася в ПН. При високих значеннях індукції  $B$  ( $B = 1,03\text{--}1,5$  Тл) вісь важкого намагнічування розташовувалася під кутом  $55^\circ$  до НП. Вісь легкого намагнічування завжди збігалася з напрямком прокатки. У [43 і 56] такий вплив індукції поля, що намагнічує пояснили взаємодією і рухом  $180^\circ$  і  $90^\circ$  стінок доменів при намагнічуванні.

Було встановлено [56, 57], що положення осей легкого і важкого намагнічування пов'язане з втратами енергії. Протилежно орієнтовані  $180^\circ$  домени утворюються, коли зовнішнє магнітне поле докладено в напрямку [100] в площині (110). Втрати при цьому мінімальні. Формування тонких дрібних  $90^\circ$  доменів обумовлює намагніченість в напрямку [110]. У такому випадку втрати на гістерезис пов'язані з розсіюванням енергії при знищенні доменних стінок. Такі доменні структури утворюються значно рідше, коли поле, що намагнічує прикладене в кристалографічному напрямку [111]. Тому втрати в напрямку [111] виявляються менше, ніж втрати в напрямку [110].

Таким чином, значну роль в анізотропії коерцитивної сили грає кристалографічна орієнтація кристалів у полікристалічному матеріалі, тобто текстура.

Текстура полікристалічних тіл являє собою безперервний розподіл орієнтації кристалів. У той же час реальний безперервний розподіл кристалів за орієнтаціями для наочності часто замінюють певними переважними орієнтаціями кристалів, які зазвичай описуються за допомогою ідеальних орієнтацій.

При позначенні ідеальних орієнтацій  $\{hkl\} \langleuvw\rangle$  у циліндричному зразку ми маємо на увазі, що кристалографічні площини сімейства  $\{hkl\}$ , які розташовані

в площині, дотичній до циліндричної поверхні, а також безліч кристалографічних напрямків  $\langle uvw \rangle$ , що належать  $\{hkl\}$  паралельні осі циліндра.

Експериментальні ЗПФ, які ми отримали, представлені на рис. 4.16.

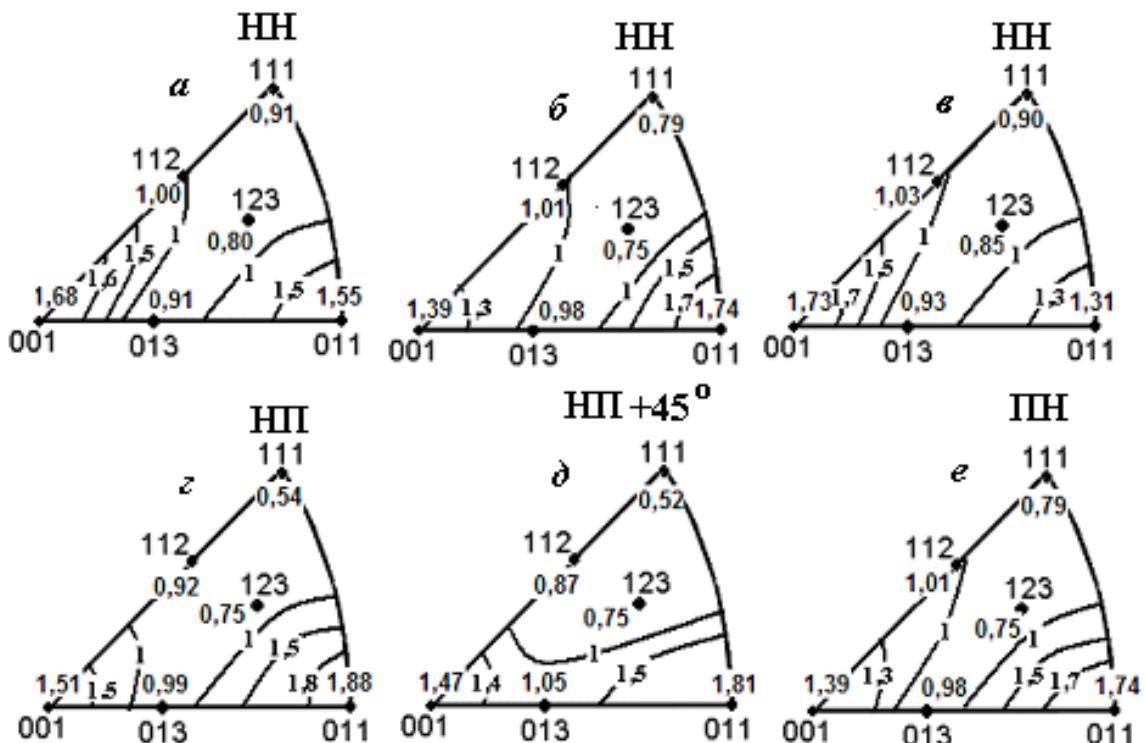


Рис. 4.16. ЗПФ зразків циліндричної форми сталі 09Г2С після тривалої експлуатації: а і в отримано від випуклої й увігнутої поверхні, відповідно; б відповідає середині товщини металу; г-е відповідають НП, НД + 45° і ПН.

На основі рис. 4.16 можна зробити висновок про те, що паралельно бічній циліндричній поверхні металу розташовано сімейства кристалографічних площин  $\{001\}$  і  $\{110\}$ , так як їх полюсна щільність більше, ніж 1, а це відповідає стану без текстури. Кристалографічні напрямки сімейств  $\langle 110 \rangle$  і  $\langle 100 \rangle$  в основному збігаються з НП, НП і НП + 45°.

На основі ЗПФ НН (рис. 4.16, б) і ЗПФ НП (рис. 4.16, г) було розраховано за співвідношенням (1.37) і (1.38) тривимірну ФРО в просторі ідеальних орієнтацій (рис. 4.17).

На основі аналізу ФРО (рис. 4.17) текстура може бути описана як сукупність ідеальних орієнтацій з об'ємним вмістом, які представлені в табл. 4.8.

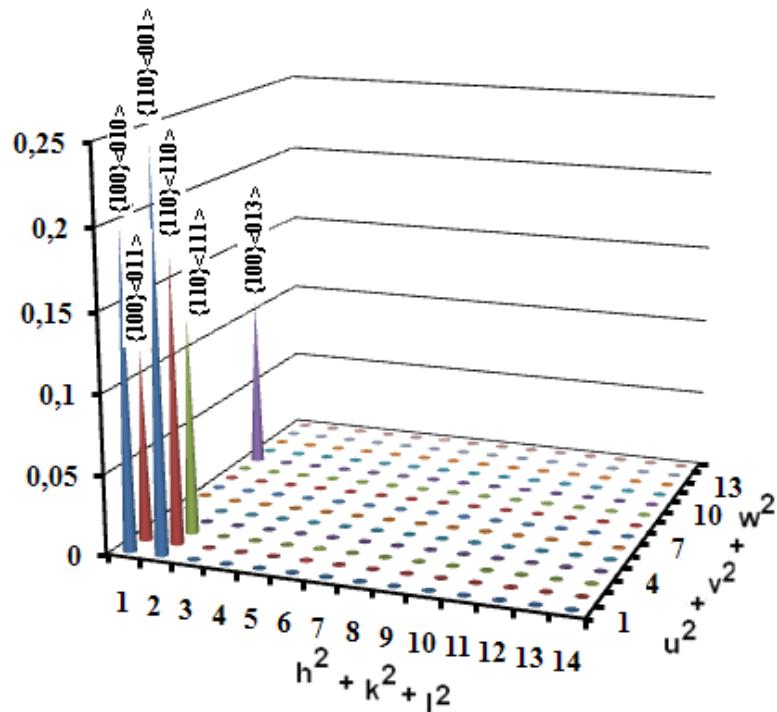


Рис. 4.17. ФРО у просторі ідеальних орієнтацій сталі 09Г2С після тривалої експлуатації.

Таблиця 4.8

Ідеальна орієнтація	{100} <010>	{100} <011>	{100} <013>	{110} <110>	{110} <111>	{110} <001>
Об'ємний зміст	0,20	0,12	0,11	0,18	0,14	0,25

Оцінимо роль кристалографічної текстури в досліджуваній сталі. Із цією метою знайдемо в першому наближенні орієнтаційну залежність функції кристалографічної магнітної анізотропії  $\Psi$  за співвідношенням (3.3). Для цього покажемо напрямні косинуси зазначених у табл. 4.8 ідеальних орієнтувань. Відповідні вирази представлені в табл. 4.9.

Розрахункові числові значення функції  $\Psi$  анізотропії магнітної кристалічної енергії для комбінації ідеальних орієнтувань з відповідним об'ємним вмістом (табл. 4.8) з урахуванням напрямних косинусів (табл. 4.9) наведені в табл. 4.10.

Максимальне значення є в напрямку НП + 45°. Мінімальна величина функції  $\Psi$  спостерігається в НП, а в ПН функція  $\Psi$  має проміжне значення. Це відповідає характеру анізотропії коерцитивної сили (табл. 4.7).

Ідеальні орієнтування сталі 09Г2С та напрямні косинуси

$\{hkl\} <uvw>$	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$
$\{100\} <010>$	$\cos\varphi$	$\sin\varphi \cdot \sin 90^\circ$	$\sin\varphi \cdot \cos 90^\circ$
$\{100\} <011>$	$\cos(\varphi + 45^\circ)$	$\sin(\varphi + 45^\circ) \cdot \sin 90^\circ$	$\sin(\varphi + 45^\circ) \cdot \cos 90^\circ$
$\{100\} <013>$	$\cos(\varphi + 18,43^\circ)$	$\sin(\varphi + 18,43^\circ) \cdot \sin 90^\circ$	$\sin(\varphi + 18,43^\circ) \cdot \cos 90^\circ$
$\{110\} <110>$	$\cos(\varphi + 90^\circ)$	$\sin(\varphi + 90^\circ) \cdot \sin 45^\circ$	$\sin(\varphi + 90^\circ) \cdot \cos 45^\circ$
$\{110\} <111>$	$\cos(\varphi + 54,7^\circ)$	$\sin(\varphi + 54,7^\circ) \cdot \sin 45^\circ$	$\sin(\varphi + 54,7^\circ) \cdot \cos 45^\circ$
$\{110\} <001>$	$\cos \varphi$	$\sin\varphi \cdot \sin 45^\circ$	$\sin\varphi \cdot \cos 45^\circ$

Таблиця 4.10

Розраховані числові значення функції  $\Psi$  енергії магнітної кристалографічної анізотропії

Кут з НП, °	0	15	30	45	60	75	90
$\Psi$	0,090	0,160	0,209	0,242	0,232	0,188	0,149

Проведений нами кореляційний аналіз показав, що має місце істотна лінійна кореляція між значеннями функції  $\Psi$  й експериментальними величинами  $H_c$ .

Відповідне рівняння регресії з коефіцієнтом надійності кореляції  $R^2 = 0,98$  має вигляд

$$\Psi = 0,23H_c - 1,23. \quad (4.7)$$

Таким чином, характер спостережуваної нами анізотропії коерцитивної сили в досліджуваній сталі 09Г2С після тривалої експлуатації може бути пояснений, в основному, впливом енергії магнітної кристалографічної анізотропії.

Кореляційні залежності (4.4)-(4.6) можуть бути використані для контролю механічних характеристик сталі 09Г2С у процесі її подальшої експлуатації.

## Висновки до розділу 4

1. Структура досліджуваних аустенітно-нестабільних сталей після гарячої прокатки є сумішшю аустеніту та мартенситу з текстурою, що залежить від хімічного складу сталі.

2. Об'ємна частка мартенситу залежно від хімічного складу сталі та ступеня деформації склала 28-29% у сталі № 1, 30-35% в сталі № 2, 11% в сталі № 3. Величина коерцитивної сили та її анізотропії в досліджуваних аустенітно-нестабільних стальях визначається кількістю мартенситу і характером його текстури. Залишкові пружні напруження, що виникають у процесі прокатки при мартенситних перетвореннях, вносять ізотропний внесок у коерцитивну силу.

3. Середнє значення коерцитивної сили в сталі №1 після деформації прокаткою на 50% і 71% склало 12,4 А/см і 16 А/см, відповідно. Анізотропія коерцитивної сили в сталі № 1 обумовлена, в основному, кристалографічним фактором. Коерцитивна сила максимальна (54,8 А/см), а її анізотропія мінімальна в сталі № 2, що обумовлено найбільшою об'ємною часткою мартенситу в сталі та текстурою типу  $\{111\}\langle110\rangle$ . У сталі № 3 мінімальна величина коерцитивної сили (0,3-0,8 А/см) і її анізотропія обумовлені мінімальною об'ємною часткою мартенситу і слабкою його текстурою.

4. При гвинтовій екструзії в низьколегованій сталі 10Г2 формується подвійна осьова текстура з напрямками  $<110>$  і  $<100>$  паралельними осі екструзії внаслідок активації механізму деформації кручения, індукованого вихровим рухом фрагментів роздроблених зерен, певною мірою подібним турбулентному потоку рідини.

5. Величина коерцитивної сили 8 А/см після гвинтової екструзії обумовлена подрібненням зерна до 4 мкм.

6. У процесі прокатки після гвинтової екструзії формується типова текстура прокатки сталі  $\{001\} <110>$ ,  $\{112\} <110>$  і  $\{111\} <110>$ . Прокатка екструдованого зразка вздовж осі гвинтової екструзії сприяє переважно розвитку

компоненти текстури з площинами {111} паралельними площині прокатки та значною витягнутістю зерен у НП. Величина коерцитивної сили в напрямку прокатки зменшилася до 5,7 А/см за рахунок подовження зерен.

7. Прокатка екструдованого зразка поперек осі гвинтової екструзії сприяє більш інтенсивному формуванню орієнтувань з площинами {001} паралельними площині прокатки. Анізотропія коерцитивної сили після прокатки сталі поперек осі гвинтової екструзії обумовлена, в основному, анізотропією магнітної кристалічної енергії.

8. Текстура циліндричних зразків з тепlostійкої сталі 15Х5М після 200 000 годин експлуатації може бути описана комбінацією орієнтування типової текстури прокатки сталі {001} <110> і компоненти текстури зсуву {110} <100>. Анізотропія коерцитивної сили має місце: її величина у осьовому і кільцевому напрямку циліндричного зразка склада 6,8 і 6,1 А/см, відповідно. Анізотропія коерцитивної сили в зразках сталі 15Х5М обумовлена, в основному, магнітною кристалографічною анізотропією, що підтверджується наявністю сильних лінійних кореляцій полюсної щільноті на зворотних полюсних фігурах осьового напрямку та кільцевого напрямку (коєфіцієнти кореляції не менше 0,8) з величиною коерцитивної сили у відповідних напрямках.

9. Текстура циліндричних зразків жаростійкої нержавіючої сталі 08Х18Н9Т після 140 000 годин експлуатації відрізняється від звичайної текстури прокатки нержавіючих сталей наявністю текстури зсуву {hkl} <110> і двійниківих орієнтувань {332} <113>. Коерцитивна сила має значення 1,15 і 0,94 А/см в осьовому та кільцевому напрямках, відповідно, хоча рентгенівський фазовий аналіз не зафіксував наявності магнітної фази. Таким чином, метод вимірювання коерцитивної сили має більшу структурну чутливість порівняно з рентгенівським фазовим аналізом.

10. Також має місце анізотропія механічних властивостей і коерцитивної сили в циліндричних зразках сталі 09Г2С після тривалого використання. Мінімальні значення характеристик міцності властивостей і коерцитивної сили

спостерігаються в напрямку циліндричної осі, їх максимальні значення зафіксовані в діагональному напрямку, а в поперечному напрямку, зазначені властивості приймають проміжні значення. Відносне подовження  $\epsilon$  показує протилежну динаміку.

11. Мають місце істотні лінійні кореляції коерцитивної сили з межею міцності, умовою межею текучості та відносним подовженням. Коефіцієнти надійності лінійних наближень склали не менше ніж 0,96.

12. Текстура циліндричних зразків сталі 09Г2С після тривалого використання може бути описана за допомогою комбінації ідеальних орієнтацій  $\{100\} <010>$ ,  $\{100\} <011>$   $\{100\} <013>$ ,  $\{110\} <111>$ ,  $\{110\} <001>$  з об'ємною часткою 0,20; 0,12; 0,11; 0,18; 0,14; 0,25, відповідно.

13. Енергія магнітної кристалографічної анізотропії, яка пов'язана з орієнтацією кристалів (тобто з текстурою), є основним фактором у формуванні анізотропії коерцитивної сили в досліджуваній сталі. Істотна лінійна кореляція (з коефіцієнтом кореляції, щонайменше 0,98) простежується між розрахунковими значеннями функції магнітної енергії кристалографічної анізотропії та вимірюваними значеннями коерцитивної сили.

## **Наукові праці, в яких опубліковано основні наукові результати дисертації за розділом 4**

1. Dragomeretskaya E. A. Effect of texture on mechanical and magnetic properties of steel from the petroleum distillation column / E. A. Dragomeretskaya // Computer modelling & new technologies (Scopus). – 2016. – Vol. 20, №. 4. – P. 48-51. – URL: [http://www.cmnt.lv/upload-files/ns\\_54art07\\_CMNT2004\\_Dragomeretskaya.pdf](http://www.cmnt.lv/upload-files/ns_54art07_CMNT2004_Dragomeretskaya.pdf)
2. Dragomeretskaya E. A. Texture and coercive force of the metal of furnace tube coils / N. M. Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, V. V. Usov, M. D. Rabkina, A. L. Palienko // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2016. – Issue 1. – pp. 29-37. – DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.029-037. – URL:

<http://dream-journal.org>

3. Dragomeretskaya E. A. Effect of Alternating Bending and Texture on Anisotropic Damage and Mechanical Properties of Stainless Steel Sheets / V. V. Usov, N. M. Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, E. S. Savchuk, D. V. Bargan G. V. Daskalitsa // Mechanics, Materials Science & Engineering. – 2016. – Vol. 6. – P. 56-61. – URL: <https://issuu.com/mmsejournal/s/n6doc>

4. Dragomeretskaya E. A. Effect of the Strain Kind on the Texture and Microstructure of Low-Alloyed Steel / N. M. Shkatulyak, V. V. Usov, E. S. Savchuk, E. A. Dragomeretskaya, D. V. Bargan // International Journal of Metals. – 2016. – P. 1-8. – URL: <http://dx.doi.org/10.1155/2016/5021749>

5. Драгомерецкая Е. А. Влияние горячей прокатки на текстуру аустенита и мартенсита ПНП - сталей с различным химсоставом / Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая, В. В. Усов // Деформация и разрушение материалов и наноматериалов: сборник материалов VI Междунар. конф. (10-13 ноября 2015 г., г. Москва, Россия). – М. : ИМЕТ РАН, 2015 – С. 210-212. – URL: [http://files.imetran.ru/SbornikDFMN/Sbornik\\_DFMN2015.pdf](http://files.imetran.ru/SbornikDFMN/Sbornik_DFMN2015.pdf)

6. Dragomeretskaya E. A. Texture and magnetic properties of trip-steels / E. A. Dragomiretskaya, N. M. Shkatulyak, V. V. Usov // Topical Problems of Semiconductor Physics : Materials of IX International Conference (May 16-20, 2016, Truskavets, Ukraine). – Truskavets, 2016. – P. 43-45.

7. Драгомерецкая Е. А. Влияние химсостава на текстуру и анизотропию коэрцитивной силы горячекатанных аустенитно-нестабильных сталей / Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая, В. В. Усов // Современные инновационные технологии подготовки инженерных кадров для горной промышленности и транспорта : збірник наук. праць міжнар. конф. (26-27 травня 2016 р., м. Дніпропетровськ). – Дніпропетровськ, 2016. – С. 143-150. – URL: <http://okmm.nmu.org.ua/ua/2016/Shkatulyak.pdf>

8. Драгомерецкая Е. А. Текстура, механические свойства и коэрцитивная сила стального резервуара / Н. М. Шкатуляк, Е. С. Савчук, Е. А. Драгомерецкая // Механические свойства современных конструкционных материалов : сборник

материалов междунар. науч. чтений им. чл.-кор. РАН И. А. Одинга (6-7 сентября 2016 г., г. Москва, Россия/. – М. : ИМЕТ РАН, 2016. – С. 147-148  
[http://files.imetran.ru/2016/oding/sbornik\\_oding\\_2016.pdf](http://files.imetran.ru/2016/oding/sbornik_oding_2016.pdf)

## ВИСНОВКИ

1. Анізотропія коерцитивної сили в монокристалах, а також у полікристалах сплаву Fe-3%Si до прокатки з текстурою типу  $\{011\} <100> + \{011\} <533>$  обумовлена впливом магнітної кристалографічної складової.

2. Після деформації прямою холодною прокаткою в полікристалічному сплаві Fe-3%Si формується текстура типу  $\{001\} <110> + \{111\} <110>$  з об'ємним вмістом 77 і 23%, відповідно. Після подальшої холодної прокатки в поперечному напрямку формується текстура Госса  $\{001\} <110>$ . Анізотропія коерцитивної сили обумовлена, в основному, впливом форми та розміру зерен.

3. Структура аустенітно-нестабільних сталей після гарячої прокатки складається з аустеніту і мартенситу, частка яких і текстура залежить від хімічного складу сталі. Величина коерцитивної сили та її анізотропія в досліджуваних аустенітно-нестабільних сталях визначається кількістю мартенситу і характером його текстури. Залишкові пружні напруження, що виникають при мартенситних перетвореннях в процесі прокатки, роблять ізотропний внесок у коерцитивну силу.

4. При гвинтовій екструзії низьколегованої сталі 10Г2 завдяки вихровому руху фрагментів роздроблених зерен, подібному турбулентному потоку рідини, формується подвійна аксіальна текстура з напрямками  $<110>$  і  $<100>$  паралельними осі екструзії. Коерцитивна сила зростає до 8 А/см внаслідок подрібнення зерна до 4 мкм. При подальшій деформації прокаткою зразка сталі 10Г2 уздовж осі гвинтової екструзії переважно розвиваються компоненти текстури з площинами  $\{111\}$  паралельними площині прокатки. При цьому зерна значно подовжуються в НП, що сприяє зменшенню коерцитивної сили до 5,7 А/см. При подальшій деформації зразка прокаткою упоперек осі гвинтової екструзії більш інтенсивно формуються орієнтування з площинами  $\{001\}$  паралельними площині прокатки. При цьому анізотропія коерцитивної сили обумовлена, в основному, впливом магнітної кристалографічної складової.

5. У зразках циліндричної форми тепlostійкої сталі 15Х5М з ОЦК граткою

сформувалась комбінація текстури прокатки сталі {001} <110> і текстури кручення {110} <100>. Анізотропія коерцитивної сили обумовлена, значною мірою, кристалографічною магнітною анізотропією.

6. Текстура зразків циліндричної форми сталі 08Х18Н10Т з ГЦК граткою відрізняється від звичайної текстури прокатки нержавіючих сталей наявністю текстури кручення {hkl} <110> і двійниковых орієнтувань {332}. Мартенситна фаза не виявляється за допомогою рентгенівського фазового аналізу. Наявність анізотропії коерцитивної сили свідчить про її більшу структурну чутливість порівняно з рентгенівським фазовим аналізом.

7. У сталі 09Г2С встановлено значущі кореляційні зв'язки (з коефіцієнтами кореляції не менше 0,96) коерцитивної сили з межею міцності, умовою межею плинності та відносним подовженням. Основною причиною анізотропії коерцитивної сили є кристалічна магнітна анізотропія, обумовлена текстурою.

8. Анізотропія коерцитивної сили виникає унаслідок різної роботи з переорієнтації векторів намагніченості кристалітів, що були орієнтовані в напрямку легкого намагнічування перед накладанням зовнішнього магнітного поля, до відповідного кристалографічного напрямку, який внаслідок текстури співпадає з напрямком прикладеного зовнішнього магнітного поля.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Киттель К. Физическая теория доменной структуры ферромагнетиков. *Успехи физических наук*. Москва, 1950. Т. XLI. Вып. 4. С. 453—544.
2. Корзунин Г. С. Современное состояние контроля некоторых магнитных характеристик анизотропной электротехнической стали (обзор). *Дефектоскопия*. Екатеринбург, 2005. №10. С. 23—57.
3. Прохоров А. В. Магнитный контроль (по коэрцитивной силе) уровня накопленных усталостных повреждений при циклических нагрузках в сварных соединениях сталей 09Г2С и Ст3сп5. URL: [www.ogbus.ru/authors/Prokhorov/prokh1.pdf](http://www.ogbus.ru/authors/Prokhorov/prokh1.pdf) (дата обращения: 07.10.2014).
4. Иванов А. М., Горохов А. М., Петрова Н. Д., Лукин Е. С. Прочность и коэрцитивная сила конструкционной стали, подвергнутой равноканальному угловому прессованию. URL: <http://www.imach.uran.ru/conf/rkd/doklad/n201.doc> (дата обращения: 12.09.2015).
5. Мужицкий В. Ф., Попов Б. Е., Безлюдько Г. Я. Магнитный контроль напряженно-деформированного состояния и остаточного ресурса стальных металлоконструкций подземных сооружений и сосудов, работающих под давлением. *Контроль. Диагностика*. Москва, 2000. № 9. С. 48—50.
6. Горкунов Э. С., Задворкин С. М, Шершнева Л. С. Оценка внутренних напряжений в трубной стали контролируемой прокатки группы прочности X70. URL: [book.uraic.ru/project/conf/txt/008/2009/dok/175-24.04.09.doc](http://book.uraic.ru/project/conf/txt/008/2009/dok/175-24.04.09.doc) (дата обращения 10.03.2014).
7. Кондорский Е. И. К тридцатилетию советской физики. Работы учёных СССР по ферромагнетизму. *Успехи физических наук*. Москва, 1947. Т. XXXIII. Вып. 2. С. 194—217.
8. Агиней Р. В., Теплинский Ю. А., Кузьбожев А. С., Богданов Н. П. Применение магнитного метода для оценки напряженного состояния стальных конструкций. *Вестник Самарского государственного технического*

университета. Серия: Физико-математические науки. Самара. 2004. Вып. 7. С. 95—97.

9. Усов В. В., Шкатуляк Н. М., Гиренко В. С. и др. Влияние кристаллографической текстуры на склонность к слоисто-хрупкому разрушению низколегированных малоперлитных сталей. *Известия академии наук СССР. Металлы*. Москва, 1990. № 1. С. 120—125.

10. Усов В. В., Шкатуляк Н. М., Гиренко В. С. и др. Влияние кристаллографической текстуры на анизотропию характеристик разрушения низколегированной стали контролируемой прокатки. *Фізико-хімічна механіка металів*. Львів, 1993. Т. 29, № 2. С. 47—52.

11. Лякишев Н. П., Шамрай В. Ф., Эгиз И. В. и др. Кристаллографическая текстура и механические свойства листов стали 09Г2ФБ. *Металлы*. Москва, 2003. №4. С. 93—100.

12. Бецофен С. Я., Рубина Е. Б. Текстурное упрочнение в титановых сплавах: влияние критических напряжений в разных системах скольжения и двойникования. *Металлы*. Москва, 1994. № 4. С. 114—121.

13. Зубцов М. Е. Листовая штамповка. Ленинград, 1980. 432 с.

14. Вонсовский С. В. Магнетизм. Магнитные свойства диа-, пара, ферро-, антиферро-, и феримагнетиков. Москва, 1971. 1032 с.

15. Преображенский А. А., Бишард Е. Г. Магнитные материалы и элементы. Москва, 1986. 352 с.

16. Solymar L., Walsh D. Electrical Properties of Materials. Oxford, 2009. 464 p.

17. Лившиц Б. Г., Крапошин В. С., Линецкий Я. Л. Физические свойства металлов и сплавов. Москва, 1980. 320 с.

18. Попов Б. Е., Мужицкий В. Ф., Безлюдько Г. Я., Долинский В. М., Левин Е. А. Теория и практика магнитной диагностики стальных металлоконструкций. URL: <http://www.nio12.ru/stati/teoriya-i-praktika-magnitnoj-diagnostiki-stalnyx-metallokonstrukcij/> (дата обращения 18.04.2016).

19. Попов В. А., Гудошник В. А., Хорло Н. Ф. О некоторых проблемах мониторинга напряженно-деформированного состояния металлоконструкций подъемных сооружений с применением магнитной структуроскопии. URL: <http://en.tuev-dieks.com/press-center/articles/sobyitiya-v-mire-diagnostiki-i-ekspertiz/o-nekotoryix-problemax-monitoringa-napryazhennodeformirovannogo-sostoyaniya-metallkonstrukcij-podemnyix/> (дата обращения 06.09.2015).
20. Горбаш В. Г., Деленчик М. Н., Павленко П. Н. Неразрушающий контроль в промышленности. Магнитный контроль. *Неразрушающий контроль и диагностика*. Минск, 2011. № 2. С 48—63.
21. Губский С. А., Сухомлин В. И., Волох В. И. Контроль напряженного состояния сталей по коэрцитивной силе. *Машиностроение: сборник научных трудов*. Харьков, 2014. №13. С. 6—10.
22. Бrehаря Г. П., Сухомлин В. И., Волох В. И. Магнитный контроль по коэрцитивной силе сталей 09Г2С, 03пс при деформационных статических нагрузлениях. *Строительство, материаловедение, машиностроение: сб. науч. трудов*. Днепропетровск, 2011. Вып. 59. 184 с.
23. Горкунов Э. С., Мушников А. Н., Задворкин С. М., Якушенко Е. И. Влияние упругой деформации растяжением (сжатием), кручением и гидростатическим давлением на магнитные характеристики трубной стали 09Г2С. *Научни известия на НТСМ*. Болгария, София, 2012. № 1 (133). С. 12—15.
24. Нехотящий В. А., Юхимец П. С., Безлюдько Г. Я. Использование коэрцитивной силы для оценки технического состояния конструкций, работающих под давлением. *Техническая диагностика и неразрушающий контроль*. Киев, 2010. №1. С. 49—53.
25. Матюк В. Ф., Кулагин В. Н. Контроль структуры, механических свойств и напряженного состояния ферромагнитных изделий методом коэрцитиметрии. *Неразрушающий контроль и диагностика*. Минск, 2010. № 3. С. 4—14.
26. Клюев В. В., Мужицкий В. Ф., Горкунов Э. С., Щербинин В. Е.

Неразрушающий контроль: справочник. Т. 6, кн. 1. Москва, 2006. 848 с.

27. Григоров О. В., Губський С. О., Попов В. А., Хорло М. Ф. Метод аналізу вимірювань коерцитивної сили під час технічної діагностики металоконструкцій кранів з різними товщинами елементів. *Метрологія та прилади*. Харків, 2009. № 5. С. 51—55.
28. Большаков В. И., Сухомлин В. И., Волох В. И. Влияние на магнитные свойства тонкой структуры холоднодеформированных низкоуглеродистых сталей. *Строительство, материаловедение, машиностроение: сборник научных трудов*. Днепропетровск, 2012. Вып. 64. С. 167—172.
29. Мацевитый В. М., Безлюдъко Г. Я., Вакуленко К. В., Казак И. Б., Карабин В. В. Некоторые закономерности изменения коэрцитивной силы пластичных (незакаленных) сталей при активном растяжении. *Вестник Национального технического университета "ХПИ": Технологии в машиностроении*. Харьков, 2010. №25. С. 19—24.
30. ГОСТ 30415-96. Сталь. Неразрушающий контроль механических свойств и микроструктуры металлопродукции магнитным методом.
31. Muzhitsky V. F., Popov B. E., Bezladko G. Y. Magnetic Methods and Instrumentation for Inspection of the Ferromagnetic Steel Shattering Process for the Metallic Structures Residual Resource Evaluation of Machines and Vessel Working Under Pressure. *15-th World Conference on Non-Destructive Testing* (Rome, Italy, 15-21 October 2000). Italy, 2000. P. 435.
32. Shirkoohi G. H., Arikat M. A. M. Anisotropic Properties of High Permeability Grain-oriented 3.25% Si-Fe Electrical Steel. *IEEE transactions on magnetics*. 1994. Vol. 30, №. 2. P. 928—930.
33. Fiorillo F., Appino C., Beatrice C., Garsia F. Magnetization process under generically directed field in GO Fe-(3 wt %) Si laminations. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2002. Vol. 242—245. P. 257—260.
34. Paltanea V., Paltanea G., Gavrila H. Magnetic Anisotropy in Silicon Iron Alloys. *Electrical and Electronic Engineering*. 2012. № 2 (6). P. 383—388.
35. Лобанов Л. М., Нехотящий В. А., Рабкина М. Д., Усов В. В.,

Шкатуляк Н. М., Ткачук Е. Н. Анизотропия коэрцитивной силы и текстура деформируемой стали. *Деформация и разрушение материалов*. Москва, 2010. № 10. С. 19—24.

36. Usov V. V., Brokmeier H.-G., Shkatulyak N. M., Rabkina M. D., Nekhotoshchi V. A. Coercive Force, Texture, and Fracture in a Low Carbon Steel Tube. *Russian Metallurgy (Metally)*. Moscow, 2012. No. 5. P. 389—395.

37. Вассерман Г., Гревен И. Текстуры металлических материалов. Москва, 1969. 654 с.

38. Бородкина М. М., Спектор Э. Н. Рентгенографический анализ текстуры в металлах и сплавах. Москва, 1982. 272 с.

39. Горелик С. С., Растворгусев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. Москва, 1970. 366 с.

40. Вишняков Я. Д., Бабареко А. А., Владимиров С. А., Эгиз И. В. Теория образования текстур в металлах и сплавах. Москва, 1979. 343 с.

41. Morris P. R. Reducing the Effects of Nonuniform Pole Distribution in Inverse Pole Figure Studies Citation. *Journal of Applied Physics*. 1959. Vol. 30. P. 595—596.

42. Виглин А. С. Количественная мера текстуры поликристаллического материала. Текстурная функция. *Физика твердого тела*. Москва, 1960. Т.2, № 10. С. 2463—2476.

43. Bunge H.-J. *Mathematische Methoden der Teksturanalyse*. Berlin, 1969. 325 p.

44. Усов В. В., Тарловский В. А. Метод расчета трехмерных функций распределения ориентаций и интегральных характеристик текстуры кубических поликристаллов из обратных полюсных фигур. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. Москва, 1991. №7. С. 25—28.

45. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. Москва, 1962. 582 с.

46. Бейгельзимер Я.Е., Варюхин В. Н., Орлов Д. В., Сынков С. Г. Винтовая экструзия – процесс накопления деформации. Донецк, 2003. 87 с.

47. Фридман Я. Б. Механические свойства металлов. Механические испытания. Конструкционная прочность. Москва, 1974. Ч.2. 368 с.
48. Бернштейн М. Л., Займовский В. А. Механические свойства металлов. Москва, 1979. 495 с.
49. Номенклатура. Приборы и оборудование для неразрушающего контроля. Магнитный анализатор КРМ-Ц-МА. URL: <http://promsouz.com/pribori14.html> (дата обращения 12.03.2014).
50. Усов В. В., Шкатуляк Н. М., Драгомерецкая Е. А. Кристаллографическая ориентация кремнистого железа и анизотропия коэрцитивной силы. *Ресурс и диагностика материалов и конструкций*: Тез. докл. VIII Росс. научн.-техн. конф. (Екатеринбург, 27-30 мая 2014). Екатеринбург. 2014. URL: <http://www.imach.uran.ru/conf/mp2014/mp4.htm>
51. Шкатуляк Н. М., Усов В. В., Драгомерецкая Е. А. Анизотропия коэрцитивной силы в монокристаллах и текстурованных листах сплава железа. *Развитие информационно-ресурсного обеспечения образования и науки в горно-металлургической отрасли и на транспорте*. Материалы международной конференции (Днепропетровск, 27-28 сентября 2014г.). Днепропетровск, 2014. С. 138—147.
52. Shkatulyak N., Dragomeretskaya E., Usov V. Anisotropy of coercive force of single crystals and sheets of silicon iron with different texture. *International Journal of Electromagnetics (IJEL)*. 2015. Vol. 1, № 1. P. 1—11.
53. Брюханов А. А., Усов В. В. Анизотропия модуля Юнга текстурированных листов сплавов ТС6 и ВТ-15 и их упругие константы. *Известия академии наук СССР. Металлы*. Москва, 1985. № 6. С. 135—138.
54. Soinski M. The Anisotropy of Coercive Force in Cold-Rolled Goss-Texture Electrical Sheets. *IEEE transactions on magnetic*. 1987. Vol. 23, № 6. P. 3878—3881.
55. De Campos M. F., Campos M. A., Landgraf F. J. G., Padovese L. R. Anisotropy study of grain oriented steels with Magnetic Barkhausen Noise. *Journal of Physics: Conference Series*. 2011. Vol. 303. №1 P. 012020.

56. Narita K., Yamaguchi T. Rotational and alternating hysteresis losses in 4% silicon-iron single crystal with the {110} surface. *IEEE transactions on magnetic*. 1975. Vol. 11, № 6. P. 1661—1666.
57. Küppers D., Kranz J., Hubert A. Coercivity and Domain Structure of Silicon - Iron Single Crystals. *Journal of Applied Physics*. 1968. Vol. 39, № 2. P. 608—609.
58. Yensen T. D., Ziegler N. A. Magnetic properties of iron as affected by carbon, oxygen and grain-size. *Transaction of American Society for Metetal* 1935. Vol. 23. P 556—557.
59. Kim Y. H., Ohkawa M., Ishiyama K., Arai K. I. Iron Loss of Grain Size Controlled Very Thin Grain-Oriented Silicon Steels. *IEEE transactions on magnetics*. 1993. Vol. 29, № 6. P. 3535—3537.
60. Petryshynetsa I., Kovaca F., Stoykaa V., Boruta J. Influence of Microstructure Evolution on the Coercive Forces in Low Silicon Non-Oriented Steels. *Acta Physica Polonica A*. 2010. Vol. 118, № 5. P. 1013—1014.
61. Landgraf F. J. G., Silveira da J. R. F., Rodrigues Jr. D. Determining the effect of grain size and maximum induction upon coercive field of electrical steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2011. Vol. 323. P. 2335—2339.
62. Трефилов В. И. Структура, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена: монография. Киев, 1983. 231 с.
63. Нижник С. Б., Дмитриева Е. А. О структурной зависимости параметров деформирования и трещиностойкости метастабильных аустенитных сталей. *Проблемы прочности*. Киев, 2012. №3. С. 97—112.
64. Глушец А. М., Капуткина Л. М., Бернштейн М. Л. Влияние горячей деформации аустенита на образование мартенсита деформации в сталях. *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. Москва, 1980. №5. С. 99—103.
65. Gorkunov E. S., Savrai R. A., Makarov A. V., Zadvorkin S. M. Magnetic techniques for estimating elastic and plastic strains in steels under cyclic loading.

*Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures.* 2015. № 2. P. 6—15.

66. Dragomeretskaya E. A., Shkatulyak N. M., Usov V. V. Texture and magnetic properties of trip-steels. *Topical Problems of Semiconductor Physics: Materials of IX International Conference* (Truskavets, Ukraine, May 16 – 20, 2016). Truskavets, 2016. P. 43—45.

67. Шкатуляк Н. М., Драгомерецкая Е. А., Усов В. В. Влияние химсостава на текстуру и анизотропию коэрцитивной силы горячекатанных austenитно-нестабильных сталей. Современные инновационные технологии подготовки инженерных кадров для горной промышленности и транспорта: Сб. науч. тр. междунар. конф. (Днепропетровск, 26-27 мая 2016). Днепропетровск, 2016. С. 143—150.

68. Technical Information. Schaeffler diagram. URL: <https://www.welding-alloys.com/uploads/pdf/tool-box/schaeffler-diagram.pdf> (Last accessed 27.11.2015).

69. Уманский Я. С., Скаков Ю. А., Иванов А. Н., Растворгусев Л. Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Москва, 1982. 632 с.

70. Данилов А. Н., Разов А. И. Рентгенографическое определение объемной доли B-19'-мартенсита в сплавах никель-титан. *Физика твердого тела*. Москва, 2011. Т. 53, № 7. С. 1378—1381.

71. Dickson M. J. The Significance of Texture Parameters in Phase Analysis by X-ray Diffraction. *Journal of Applied Crystallography*. 1969. Vol. 2, № 4. P. 176—180.

72. Cayron C. One-step model of the face-centred-cubic to bodycentred-cubic martensitic transformation. *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*. 2013. Vol. 69, № 5. P. 498—509.

73. Береснев Б. И., Езерский К. И., Трушин Е. В., Каменецкий Б. И. Высокие давления в современных технологиях обработки материалов. Москва, 1988. 244 с.

74. Столяров В. В., Бейгельзимер Я. Е., Орлов Д. В., Валиев Р. З.

Измельчение микроструктуры и механические свойства титана, подвергнутого винтовой экструзии и последующей прокатке. *Физика металлов и металловедение*. Екатеринбург, 2005. Т. 99, № 2. С. 92—99.

75. Валиев Р. З., Александров И. В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. Москва, 2007. 398 с.

76. Alexandrov I. V., Zhilina M. V., Bonarski J. T. Formation of texture inhomogeneity in severely plastically deformed copper. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences. Technical Sciences*. 2006. Vol. 54, № 2. P. 199—208.

77. Alexandrov I., Bonarski J., Tarkowski L., Sitedicov V. Homogeneity of the crystallographic texture and deformation behavior in Cu and Ti under severe plastic deformation. *Archives of Metallurgy and Materials*. 2008. Vol. 53, № 1. P. 237—241.

78. Yapici G. G. Severe Plastic Deformation of Difficult-To-Work Alloys. USA, 2004. – URL: etd-tamu-2004A-MEEN-Yapici-1.pdf (Last accessed 12.10.2016).

79. Salari M., Kazemi J. Formation of nano-sized grains and textural evolution during accumulative roll bonding (ARB) of Copper sheets. *NANOCOM 2010* (Olomouz, Czech Republic 12–14 October 2010). Olomouz, Czech Republic, 2010. URL: [http://www.nanocon.eu/files/proceedings/nanocon\\_10/lists/papers/412.pdf](http://www.nanocon.eu/files/proceedings/nanocon_10/lists/papers/412.pdf).

80. Усов В. В., Шкатуляк Н. М., Брюханов П. А., Бейгельзимер Я. Е. Текстурообразование в металлах и сплавах с кубической решеткой при винтовой экструзии. *Физика и техника высоких давлений*. Донецк, 2011. Т. 21, № 3. С. 102—108.

81. Усов В. В., Шкатуляк Н. М., Брюханов П. А., Бейгельзимер Я. Е. Текстура титана после винтовой экструзии. *Физика и техника высоких давлений*. Донецк, 2011. Т. 21, № 2. С. 103—108.

82. Lai-Zhi Wu, Chen Jun, Du Zhong-Ze, Wang Jing-Tao Microstructures of ultra-fine grained FeCoV alloys processed by ECAP plus cold rolling and their evolutions during tempering. *Transaction Nonferrous Metals Society of China*. 2010.

Vol. 20. P. 602—606.

83. Bahadori Sh., Akbari Mousavi S. A. A., Shahab A R. Sequence effects of twist extrusion and rolling on microstructure and mechanical properties of aluminum alloy 8112. *Journal of Physics: Conference Series*. 2010. Vol. 240, № 1. P. 012132.
84. Park K. T., Lee H.-J., Lee C. S., Shin D. H. Effect of post-rolling after ECAP on deformation behavior of ECAPed commercial Al–Mg alloy at 723 K. *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 393, № 1—2. P. 118—124.
85. Shkatulyak N. M., Usov V. V., Savchuk E. S., Dragomeretskaya E. A., Bargan D. V. Effect of the Strain Kind on the Texture and Microstructure of Low-Alloyed Steel. *International Journal of Metals*. 2016. ID 5021749, 8 pages. URL: <http://dx.doi.org/10.1155/2016/5021749>.
86. Mechanical Properties of Refractory Metal Wires. Technical documentary report No. ML-TDR-64-56. AF Materials laboratory research and technology division Air Force Systems Command Wright-Patterson Air Force Base, Ohio, 1964. URL: [http://www.dtic.mil/cgi-bin/GetTRDoc?Location=U2&doc=FullText&ADNumber=AD002695.pdf](http://www.dtic.mil/cgi-bin/GetTRDoc?Location=U2&doc=FullText&ADNumber=AD002695) (Last accessed 03.11.2015).
87. Leber S. Cylindrical Textures in Tungsten and Other Body Centered Cubic Metals. *Transactions of the American Society for Metals*. 1961. Vol. 53. P. 697—713.
88. Skrotzki W., Tamm R., Kegler K., Oertel C.-G. Deformation and Recrystallization Textures in Iron Aluminides. *Proceedings of the International Conference on Microstructure and Texture in Steels and Other Materials*. (Jamshedpur, India, 2008, February 5—7), Jamshedpur, India, 2008. P. 379—390.
89. Onuki Y., Okayasu K., Fukutomi H. Formation of {001} Fiber Texture in Fe-3 mass. % Si Alloy during Uniaxial Compression Deformation at Elevated Temperatures. *ISIJ International*. 2011. Vol. 51, № 9. P. 1564—1565.
90. Бейгельзимер Я. Е. Некоторые соображения по поводу больших пластических деформаций, основанные на их аналогии с турбулентностью. *Физика и техника высоких давлений*. Донецк, 2008. Т. 18, № 4. С. 77—86.

91. Kestens L., Jacobs S. Texture Control During the Manufacturing of Nonoriented Electrical Steels. *Texture, Stress, and Microstructure.* – 2008. ID 17083. 9 pages. URL: <http://dx.doi.org/10.1155/2008/173083.pdf>.
92. Кузеев И. Р., Тукаева Р. Б., Баязитов М. И., Абызгильдина С. И. Основное оборудование технологических установок НПЗ. Уфа, 2013. 129 с.
93. Kurc-Lisiecka A., Ozgowicz W., Ratuszek W., Chruściel K. Texture and structure evolution during cold rolling of austenitic stainless steel. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering.* 2012. Vol. 52, № 1. P. 22—30.
94. Усов В. В., Шкатуляк Н. М., Гиренко В. С., Рабкина М. Д., Бернацкий А. В., Мусиенко А. П., Щербаков О. Н. Влияние кристаллографической текстуры на склонность к слоисто-хрупкому разрушению низколегированных малоперлитных сталей. *Известия Академии Наук СССР. Металлы.* Москва, 1990. № 1. С. 120—125.
95. Лякишев Н. П., Шамрай В. Ф, Эгиз И. В., Эфрон Л. И., Изотов В. И., Матросов Ю. И. Кристаллографическая текстура и механические свойства листов стали. *Металлы.* Москва, 2003. № 4. С. 93—100.
96. Shkatulyak N. M., Dragomeretskaya E. A., Usov V. V., Rabkina M. D., Palienko A. L. Texture and coercive force of the metal of furnace tube coils. *Diagnostics, Resource and Mechanics of Materials and Structures.* 2016. № 1. P. 29—37.
97. Данилов С. В., Куклина А. А. Текстура горячекатаной электротехнической анизотропной стали. XV международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых: сборник научных трудов (Екатеринбург, 8–12 декабря 2014). Екатеринбург, 2014. С. 293—295.
98. Canova G. R., Kockss U. F., Jonas J. J. Theory of torsion texture development. *Acta Metallurgica.* 1984. Vol. 32, № 2. P. 211—226.
99. Технология изготовления бесшовных (цельнотянутых) труб. URL: <http://www.tehnoarticles.ru/svarkametalla/14.html> (дата обращения 15.05.2015).

100. Singh C. D., Ramaswamy V., Suryanarayana C. Development of rolling textures in an austenitic stainless steel. *Textures and Microstructures*. 1992. Vol. 19. P. 101—121.
101. Usov V. V., Shkatulyak N. M., Dragomeretskaya E. A., Savchuk E. S., Bargan D. V., Daskalitsa G. V. Effect of Alternating Bending and Texture on Anisotropic Damage and Mechanical Properties of Stainless Steel Sheets. *Mechanics, Materials Science & Engineering*. 2016. Vol.6. P. 56—61.
102. Ректификационные колонны для НПЗ и химических производств. URL: <http://www.npz1.ru/rektifikacionnaya-kolonna.shtml> (дата обращения 21.04.2015).
103. ICARUS Reference. Towers, Columns. URL: <http://instruct.uwo.ca/engineering/cbe497/Doc/Icarus/ir08.pdf> (Last accessed 24.06.2015).
104. ДСТУ 4046-2001 Обладнання технологічне нафтопереробних, нафтохімічних та хімічних виробництв. Технічне діагностування. Загальні технічні вимоги. URL: <http://dnop.com.ua/dnaop/act15682.htm> (дата звернення 01.10.2016).
105. НПАОП 0.00-6.09-10 Порядок проведения осмотра, испытания и экспертного обследования установок гидрогенизационных процессов в нефтеперерабатывающем, нефтехимическом и химическом производствах. URL: [http://sop.zp.ua/norm\\_npaop\\_0\\_00-6\\_09-10\\_02\\_ru.php](http://sop.zp.ua/norm_npaop_0_00-6_09-10_02_ru.php) (дата обращения 29.05.2015).
106. Pressure Vessel Inspection Code: In-Service Inspection, Rating, Repair, and Alteration. URL: <https://law.resource.org/pub/us/code/ibr/api.510.2006.pdf> (Last accessed 23.09.2016).
107. Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry. Washington, 2003. URL: [http://www.silcoteck.com/hs-fs/hub/22765/file-815218612-pdf/docs/api\\_rp\\_571.pdf](http://www.silcoteck.com/hs-fs/hub/22765/file-815218612-pdf/docs/api_rp_571.pdf) (Last accessed 17.12.2016).
108. Miyazaki T., Jin H. The Physics of Ferromagnetism. Berlin, 2012. 477 p.
109. Dragomeretskaya E. A. Effect of texture on mechanical and magnetic properties of steel from the petroleum distillation column. *Computer Modelling & New*

*Technologies.* 2016. Vol. 20, № 4. P. 48—51.

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

## **ДОДАТКИ**

### **Додаток 1**

#### **Список публікацій здобувача за темою дисертації та відомості про апробацію результатів дисертації**

##### **В яких опубліковані основні наукові результати дисертації:**

1. Dragomeretskaya E. A. Effect of texture on mechanical and magnetic properties of steel from the petroleum distillation column / E. A. Dragomeretskaya // Computer modelling & new technologies (Scopus). – 2016. – Vol. 20, №. 4. – P. 48-51. – URL: [http://www.cmnt.lv/upload-files/ns\\_54art07\\_CMNT2004\\_Dragomeretskaya.pdf](http://www.cmnt.lv/upload-files/ns_54art07_CMNT2004_Dragomeretskaya.pdf)
2. Dragomeretskaya E. A. Texture and coercive force of the metal of furnace tube coils / N. M. Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, V. V. Usov, M. D. Rabkina, A. L. Palienko // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2016. – Issue 1. – pp. 29-37. – DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.029-037. – URL: <http://dream-journal.org>
3. Dragomeretskaya E. A. Effect of Alternating Bending and Texture on Anisotropic Damage and Mechanical Properties of Stainless Steel Sheets / V. V. Usov, N. M. Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, E. S. Savchuk, D. V. Bargan G. V. Daskalitsa // Mechanics, Materials Science & Engineering. – 2016. – Vol. 6. – P. 56-61. – URL: <https://issuu.com/mmsejournal/s/n6doc>
4. Dragomeretskaya E. A. Effect of the Strain Kind on the Texture and Microstructure of Low-Alloyed Steel / N. M. Shkatulyak, V. V. Usov, E. S. Savchuk, E. A. Dragomeretskaya, D. V. Bargan // International Journal of Metals. – 2016. – P. 1-8. – URL: <http://dx.doi.org/10.1155/2016/5021749>
5. Dragomeretskaya E. A. Anisotropy of coercive force of single crystals and sheets of silicon iron with different texture / N. M Shkatulyak, E. A. Dragomeretskaya, V. V Usov // International Journal of Electromagnetics, (IJEL). – 2015. – Vol. 1, №. 1. – P. 1-11. – URL: <http://airccse.com/ijel/papers/1115ijel01.pdf>

**Які засвідчують апробацію матеріалів дисертаций:**

6. Драгомерецкая Е. А. Кристаллографическая ориентация кремнистого железа и анизотропия коэрцитивной силы / В. В. Усов, Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая // Ресурс и диагностика мат-лов и конструкций : материалы VIII Междунар. науч.-техн. конф. (27-30 мая 2014 р., г. Екатеринбург, Россия). – Екатеринбург, 2014. – URL: <http://www.imach.uran.ru/conf/mp2014/mp4.htm>

7. Драгомерецька О. А. Текстура та її зміни під дією закозмінного згину сплаву магнію ZE10 / Н. М. Шкатуляк, О. А. Драгомерецька, С. В. Санькова // ЕВРИКА-2013 : матеріали Міжнар. конф. студ. і молодих науковців з теор. та експер. фізики (15-17 травня 2013р., м. Львів). – Львів : Вид-во Львівського нац. ун-ту ім. Івана Франка, 2013. – С. 14.

8. Драгомерецкая Е. А. Природа анизотропии коэрцитивной силы в кремнистом железе после деформации и отжига / Е. А. Драгомерецкая // Физико-химия и технология неорганических материалов : материалы XI Международ. конф. молод. ученых и аспирантов (16-19 октября 2014р., г. Москва,). – М. : ИМЕТ РАН, 2014. – С. 113-114. – URL: [http://files.imetran.ru/2014/Sbornik\\_MolUch2014.pdf](http://files.imetran.ru/2014/Sbornik_MolUch2014.pdf)

9. Драгомерецкая Е. А. Анизотропия коэрцитивной силы в монокристаллах и текстурованных листах сплава железа / Н. М. Шкатуляк, В. В. Усов, Е. А. Драгомерецкая // Развитие информ.-ресурс. обеспеч. образования и науки в горно-металлург. отрасли и на транспорте : матеріали міжнар конф. (27-28 вересня 2014р., м. Дніпропетровськ). – Дніпропетровськ: НГУ, 2014. – С. 138-147. <http://sci-forum.net.ua/DIRPSEMMTS2014/>

10. Драгомерецкая Е. А. Влияние горячей прокатки на текстуру аустенита и мартенсита ПНП - сталей с различным химсоставом / Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая, В. В. Усов // Деформация и разрушение материалов и наноматериалов: сборник материалов VI Междунар. конф. (10-13 ноября 2015 г., г. Москва, Россия). – М. : ИМЕТ РАН, 2015 – С. 210-212. – URL: [http://files.imetran.ru/SbornikDFMN/Sbornik\\_DFMN2015.pdf](http://files.imetran.ru/SbornikDFMN/Sbornik_DFMN2015.pdf)

11. Dragomeretskaya E. A. Texture and magnetic properties of trip-steels /

E. A. Dragomiretskaya, N. M. Shkatulyak, V. V. Usov // Topical Problems of Semiconductor Physics : Materials of IX International Conference (May 16-20, 2016, Truskavets, Ukraine). – Truskavets, 2016. – P. 43-45.

12. Драгомерецкая Е. А. Влияние химсостава на текстуру и анизотропию коэрцитивной силы горячекатанных austenитно-нестабильных сталей / Н. М. Шкатуляк, Е. А. Драгомерецкая, В. В. Усов // Современные инновационные технологии подготовки инженерных кадров для горной промышленности и транспорта : збірник наук. праць міжнар. конф. (26-27 травня 2016 р., м. Дніпропетровськ). – Дніпропетровськ, 2016. – С. 143-150. – URL: <http://okmm.nmu.org.ua/ua/2016/Shkatulyak.pdf>

13. Драгомерецкая Е. А. Текстура, механические свойства и коэрцитивная сила стального резервуара / Н. М. Шкатуляк, Е. С. Савчук, Е. А. Драгомерецкая // Механические свойства современных конструкционных материалов : сборник материалов междунар. науч. чтений им. чл.-кор. РАН И. А. Одинга (6-7 сентября 2016 г., г. Москва, Россия/. – М. : ИМЕТ РАН, 2016. – С. 147-148 [http://files.imetran.ru/2016/oding/sbornik\\_oding\\_2016.pdf](http://files.imetran.ru/2016/oding/sbornik_oding_2016.pdf)