

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФFUЗИЯ

УДК 620.186.5

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПРОЦЕССА ПЕРВИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ВЫСОКОПРОНИЦАЕМОЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПНОЙ СТАЛИ С ДОПОЛНИТЕЛЬНЫМИ ЛЕГИРУЮЩИМИ ДОБАВКАМИ

© 2024 г. А. С. Ролдугина^{а,*}, М. В. Рязанов^а, В. И. Парахин^б

^аПАО НЛМК, пл. Металлургов, 2, Липецк, 398005 Россия

^бГНЦ ФГУП “ЦНИИчермет им. И.П. Бардина”, ул. Радио, 23/9, Москва, 105005 Россия

*e-mail: rolduginaas@gmail.com

Поступила в редакцию 24.10.2023 г.

После доработки 14.03.2024 г.

Принята к публикации 17.03.2024 г.

Данное исследование посвящено вопросу влияния легирования высокопроницаемой электро-технической анизотропной стали оловом и хромом на кинетику процесса первичной рекристаллизации. Было проведено физическое моделирование на сильнодеформированных образцах сплавов различного химического состава. Полученные уравнения кинетики рекристаллизации для сплавов с различным содержанием олова и хрома показывают, что в стали с повышенным содержанием олова и пониженным содержанием хрома наблюдается замедление процесса рекристаллизации. Анализ текстуры на различных этапах рекристаллизации позволяет сделать вывод, что формирование текстуры идет преимущественно по пути ориентированного роста.

Ключевые слова: высокопроницаемая анизотропная сталь, первичная рекристаллизация, легирование оловом

DOI: 10.31857/S0015323024070061, **EDN:** JRJDXZ

ВВЕДЕНИЕ

Высокопроницаемая электротехническая анизотропная сталь (ЭАС) является современным и перспективным материалом для использования в сердечниках трансформаторов. Она превосходит по свойствам ЭАС, произведенные по классической технологии, но является более сложным с точки зрения технологии материалом. Основными отличиями от классической технологии являются низкотемпературный нагрев слэбов перед горячей прокаткой и проведение химико-термической обработки (ХТО) после однократной холодной прокатки с целью получения “приобретенного ингибитора” [1]. ХТО включает в себя обезуглероживание и последующее азотирование.

Известно, что высокие магнитные свойства ЭАС обеспечиваются в первую очередь совершенством кристаллографической текстуры (текстура Госсса), полученной в результате аномального роста зерен при вторичной рекристаллизации (ВР) в процессе окончательного высокотемпературного отжига (ВТО). Микро-

структура и текстура первичной рекристаллизации (ПР), которая формируется на этапе обезуглероживания и азотирования холоднокатаного проката, оказывают значительное влияние на процесс вторичной рекристаллизации и магнитные свойства ЭАС.

Известны определенные закономерности [2], позволяющие делать выводы о том, какие характеристики структуры после первичной рекристаллизации являются благоприятными для успешного протекания процесса ВР и формирования совершенной кристаллографической текстуры. Одним из способов контролировать протекание процесса ПР является легирование стали элементами, склонными к сегрегации на границах зерен (олово, сурьма), и элементами, образующими ингибиторную фазу (в частности, алюминий).

В работе [3] сделаны следующие наблюдения о роли олова в формировании структуры ЭАС: добавление олова приводит к снижению размера зерна после завершения первичной рекристаллизации и к повышению интенсивности текстурной компоненты {110}. Также олово повышает

температуру начала первичной рекристаллизации. Подобный эффект можно объяснить тем, что сегрегация олова на границах зерен “тормозит” процесс рекристаллизации. В работе [4] показано влияние добавления олова на текстуру изотропной электротехнической стали: в сплаве с оловом основной текстурной компонентой по мере роста зерен становится компонента $\{411\}<148>$, в то время как в стали без олова главной компонентой является $\{111\}<112>$, которая изначально доминирует в обоих сплавах на ранних этапах первичной рекристаллизации. Авторами предлагается следующее объяснение: границы зерен с ориентировкой $\{111\}<112>$ менее мобильны, чем границы зерен с ориентировкой $\{411\}<148>$. Сегрегация олова на границах зерен приводит к торможению движения границ, причем эффект торможения проявляется интенсивнее для границ с меньшей мобильностью.

В работе [5] было исследовано влияние добавления хрома в высокопроницаемую ЭАС на процесс первичной рекристаллизации: на формирование микроструктуры и эволюцию текстурных компонент. Авторы сопоставили характеристики процесса первичной рекристаллизации для стали без хрома и стали с 0.13 мас. % хрома (содержание остальных легирующих элементов одинаково). В состоянии после обезуглероживания и азотирования в образце холоднокатаной стали с хромом размер зерен и разница в размере зерен между поверхностью и центром меньше, чем в образце стали без хрома. В образце прокатанной стали без хрома наблюдается значительный рост зерен в центральной части, что оказывает неблагоприятный эффект на протекание ВР: наличие крупных зерен в структуре после первичной рекристаллизации препятствует аномальному росту зерен Госсса при ВТО и ухудшает итоговую текстуру. Анализ кристаллографической текстуры образцов после обезуглероживания и азотирования показал, что в образцах стали с хромом значительно интенсивнее компонента $\{111\}<112>$, благоприятная для роста зерен Госсса. Авторы объясняют это тем, что образование дополнительных хромосодержащих ингибиторов тормозит движение границ зерен, и границы с повышенной мобильностью (например, границы зерен $\{111\}<112>$) получают относительное преимущество. Также в образце стали с хромом меньше интенсивность текстурных компонент $\{001\}<110>$ и $\{112\}<110>$, которые не способствуют росту зерен Госсса.

Таким образом, из приведенных литературных данных видно, что добавление олова и хрома оказывает сходный эффект на протекание процесса первичной рекристаллизации: торможение процесса рекристаллизации, уменьшение

размера зерен по завершению первичной рекристаллизации.

Большинство исследований, затрагивающих моделирование процесса ПР в ЭАС, посвящены эволюции текстурных компонент и механизмам формирования текстуры Госсса (оценка теорий специальных границ, высокоэнергетических границ). Так, в работах [6, 7] моделирование процесса первичной рекристаллизации показало, что по количеству специальных границ зерна Госсса не имеют значительного преимущества перед зернами других ориентировок, но они превосходят другие зерна по количеству границ с разориентировкой 20° – 45° . Помимо исследования непосредственно зерен Госсса, при изучении процесса ПР может быть проведено исследование развития текстурных компонент, которые считаются благоприятными для формирования текстуры Госсса в процессе вторичной рекристаллизации [8, 9]. В работе [10] поясняется, что к таким ориентировкам относятся $\{111\}<112>$ и $\{411\}<148>$. Причиной положительного эффекта этих ориентировок считается их отношение к зернам Госсса, когда аномально растущие зерна в последнюю очередь поглощают кристаллиты, имеющие с ними специальные границы [11].

Известно исследование [7], авторы которого изучали процесс рекристаллизации в ЭАС. Как показано в работе, основными областями зарождения рекристаллизованных зерен являются либо полосы сдвига, либо границы деформированных зерен. По мнению авторов, в случае ЭАС росту зародышей, сформировавшихся на границах зерен, препятствует наличие ингибиторов, поэтому в рекристаллизованные зерна развиваются зародыши, образовавшиеся на полосах сдвига. По результатам исследования главными этапами развития рекристаллизации были образование и рост зародышей на полосах сдвига в зернах с ориентировкой $\{111\}<110>$ и $\{111\}<112>$, поскольку эти зерна обладают повышенной энергией деформации в сравнении с зернами других ориентировок. Именно эти текстурные компоненты преобладают в текстуре рекристаллизованного материала на всех этапах процесса.

Перечисленные исследования направлены прежде всего на анализ формирования текстуры. Что касается, именно кинетики рекристаллизации, то она реже становится объектом исследований. Для ЭАС известно исследование [12], авторы которого оценивали кинетику первичной рекристаллизации материала с повышенным содержанием меди. При этом, основной целью работы было получение информации о вторичной рекристаллизации, поэтому нагрев для эксперимента проводился со скоростью, сопоставимой со скоростью нагрева в процессе ВТО: $30^\circ\text{C}/\text{ч}$ или $100^\circ\text{C}/\text{ч}$.

Настоящая работа посвящена вопросу о влиянии легирования оловом и хромом на процесс первичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали. Настоящее исследование интересно не только анализом влияния олова и хрома на процесс ПР, но и подробным изучением кинетики ПР и процесса формирования текстуры.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Исходным материалом для моделирования процесса первичной рекристаллизации послужили образцы холоднокатаной электротехнической анизотропной стали с содержанием кремния 3.1–3.2 мас.%, углерода — 0.04–0.06 мас.%. При холодной прокатке степень деформации составила ~90%. Рассмотрены два химических состава: сталь А с высоким содержанием олова (0.08–0.10% мас.) и низким содержанием хрома (<0.05% мас.) и сталь В с низким содержанием олова (0.03–0.05% мас.) и высоким содержанием хрома (0.10–0.15% мас.). С помощью деформационно-закалочного дилатометра TA Instruments DIL 805A/D образцы были нагреты со скоростью 30°C/с до температур 650, 660, 670, 680, 690, 700, 720, 740°C и охлаждены с максимальной скоростью потоком гелия до температуры 20°C. Подобный режим имитирует режим нагрева холоднокатаных-образцов ЭАС перед обезуглероживанием в процессе ХТО.

Затем образцы были отшлифованы и отполированы в поперечной плоскости в долевом относительно прокатки направлении. Исследование методом дифракции обратноотраженных электронов (EBSD) проводили после термического воздействия. EBSD-анализ проводили на сканирующем электронном микроскопе ThermoScientific Scios2 с помощью приставки для дифракции обратноотраженных электронов Bruker XFlash. Карты EBSD снимали с 1/10, 1/4 и 1/2 глубины поперечного сечения образцов с шагом сканирования 0.075 мкм. Для оценки доли рекристаллизованной структуры данные трех карт, снятых на каждой глубине, усредняли. Оценку доли рекристаллизованных зерен проводили по критерию разброса разориентировки внутри зерна (который не превышает 2° для рекристаллизованных зерен).

3. РЕЗУЛЬТАТЫ

3.1. Экспериментальные результаты

Из визуального анализа ориентационных EBSD-карт в цветах обратной полюсной фигуры (рис. 1) можно сделать следующие наблюдения о протекании процесса рекристаллизации для стали состава А и В:

1) При температурах, с которых начинался анализ (650, 660°C), видно, что процесс рекристаллизации протекает неомогенно по объему материала: между областями, состоящими из крупных деформированных зерен с предположительно более низкой энергией деформации, располагаются области, представляющие собой зерна с более высокой энергией деформации, где в результате процесса полигонизации образовались субзерна, часть которых впоследствии становится зародышами рекристаллизации. Данное наблюдение совпадает с результатами, полученными в работе [13]: рекристаллизация начинается в областях с высокой энергией деформации, а области с более низкой энергией деформации либо поглощаются рекристаллизованными зернами из соседних областей, либо образуют самостоятельные центры рекристаллизации, но гораздо позже.

2) При повышении температуры до 670°C параллельно с образованием новых зародышей происходит рост образовавшихся ранее рекристаллизованных зерен, которые достигают максимального размера ~ 5 мкм, причем этот рост происходит не только как преимущественный рост отдельных зерен, но и как конкурентный рост зерен, образовавшихся в пределах деформированных зерен с высокой энергией.

3) При достижении температуры 680–690°C возрастает средний размер рекристаллизованных зерен и уменьшается доля деформированных зерен. В микроструктуре все еще наблюдаются зародыши рекристаллизации, но их доля меньше, чем доля выросших рекристаллизованных зерен. Наблюдается значительная разноразмерность рекристаллизованных зерен.

4) При температурах 720 и 740°C уже почти не наблюдается зародышей рекристаллизации, остаются более крупные зерна, и происходит преимущественный рост одних зерен и поглощение других. Деформированные вытянутые зерна исчезают.

Процесс рекристаллизации протекает с разной скоростью на разных глубинах поперечного сечения проката: доля рекристаллизованного материала на середине сечения меньше доли рекристаллизованного материала в приповерхностной области (рис. 2). Можно предположить, что это связано с обезуглероживанием поверхностных слоев материала при предшествующей термообработке или с эффектом изменения энергии процессов вблизи поверхности.

3.2. Уравнение кинетики первичной рекристаллизации для сплавов различных составов

Проведение эксперимента в неизотермических условиях объясняется тем, что такой режим

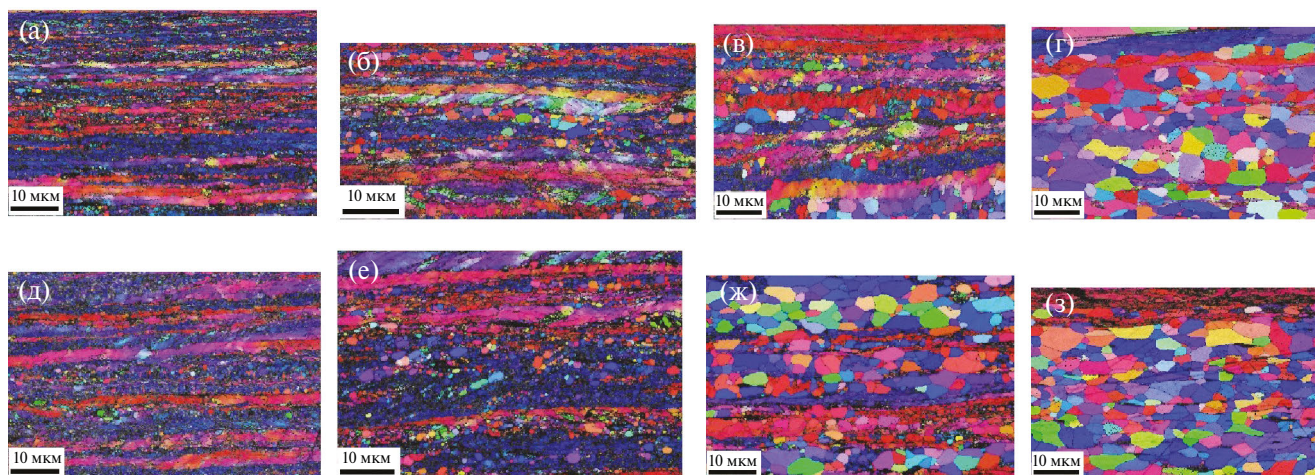


Рис. 1. EBSD-карты в цветах обратной полюсной фигуры (ОПФ), показывающие структуру после нагрева до различных температур для стали А (а–г) и стали В (д–з).

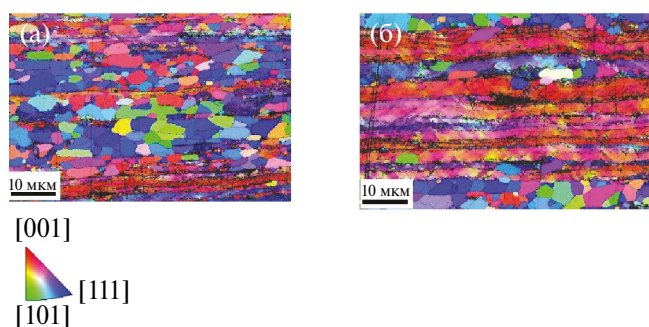


Рис. 2. EBSD-карты в цветах обратной полюсной фигуры, снятые на 1/10 (а) и 1/2 (б) толщины образца.

позволяет воспроизвести изменения, происходящие в металле при обработке на технологическом агрегате. Однако для описания процесса ПР необходимо привести полученные данные к изотермическим эквивалентам.

Кинетика первичной рекристаллизации описывается с помощью уравнения Колмогорова–Джонсона–Мела–Аврами [14, 15], которое описывает зависимость доли рекристаллизованного материала от времени выдержки при некоторой температуре изотермического процесса:

$$X_{rex} = 1 - \exp(-kt^n), \quad (1)$$

где X_{rex} — доля рекристаллизованного материала, t — время, k и n — параметры уравнения Колмогорова–Джонсона–Мела–Аврами для данной температуры, различающиеся для каждого сплава.

Поскольку кинетика рекристаллизации описывается в рамках изотермического процесса, в данном исследовании использовался метод Уиттакера [16] для расчета эквивалентного времени для каждой из температур, до которой проводился нагрев:

$$t_{eq} = \frac{W_i}{W_{ISO}} = \frac{\sum \exp(-Q / RT_i) \delta t_i}{\exp(-Q / RT)}, \quad (2)$$

где T_i — температура в промежуток времени δt_i , T — температура, которая принята за температуру эквивалентного изотермического процесса, R — универсальная газовая постоянная, Q — энергия активации процесса статической рекристаллизации, равная 230 кДж/моль.

Для стали А параметры k и n равны (0.47 ± 0.02) и (1.39 ± 0.35) (коэффициент достоверности аппроксимации $R^2_{A}=0.936$) соответственно; уравнение кинетики рекристаллизации выглядит следующим образом:

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(-\left(0.47 \pm 0.02\right) * t^{(1.39 \pm 0.35)}\right). \quad (3)$$

Для стали В параметры k и n равны (0.54 ± 0.02) и (1.54 ± 0.37) (коэффициент достоверности аппроксимации $R^2_{B}=0.941$), и уравнение кинетики рекристаллизации принимает вид:

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(-\left(0.54 \pm 0.02\right) * t^{(1.54 \pm 0.37)}\right). \quad (4)$$

Графики доли рекристаллизованного материала в зависимости от времени отжига при температуре 700°C, полученные по результатам представленных выше вычислений, а также экспериментальные данные, приведены на рис. 3.

Отклонение экспериментальных значений от расчетных при достижении степеней рекристаллизации $>70\%$ может объясняться тем, что при данных значениях доли рекристаллизованного материала уравнение Колмогорова–Аврами–Мела–Джонсона хуже описывает кинетику процесса, чем при более низких степенях рекристаллизации [17]. Фактически, основываясь в первую очередь на экспериментальных значениях

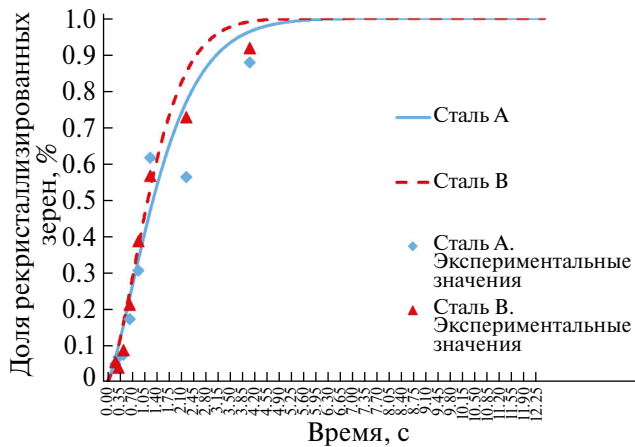


Рис. 3. Зависимость доли рекристаллизованных зерен от продолжительности отжига для сталей А и В по расчетным (линии) и экспериментальным (символы) значениям.

ях, можно заключить, что при степенях рекристаллизации более 70% в стали А наблюдается более сильное торможение процесса рекристаллизации, чем в стали В.

Как видно из представленных графиков, на начальных этапах процесса рекристаллизации (до ~40% рекристаллизованных зерен в структуре) обе стали демонстрируют идентичную зависимость доли рекристаллизованных зерен от продолжительности отжига. Однако при увеличении доли рекристаллизованных зерен более ~40% в стали А с повышенным содержанием олова и пониженным содержанием хрома наблюдается торможение процесса рекристаллизации и снижение параметров k и n по сравнению со сталью В. Предположительный механизм этого эффекта таков: за счет сегрегации на границах олово тормозит рост зерен, а сегрегация олова на дислокациях в субзернах тормозит образование зародышей рекристаллизации.

Интерпретация полученных значений параметров k и n позволяет получить информацию о механизмах ПР, поскольку численное значение параметра n отражает характерные для данного материала особенности процесса рекристаллизации, а параметр k зависит от скорости роста рекристаллизованных зерен.

Экспоненциальный параметр Аврами n может описываться следующим выражением [18]:

$$n = n_l + d \times n_g, \quad (5)$$

где n_l — параметр, показывающий скорость образования новых зародышей как функцию от времени. Этот параметр может варьироваться от 0 (в случае существующих ранее в металле зародышей) до 1 (в случае постоянной скорости зарождения). n_g — параметр роста; равен 1 для

роста на поверхности раздела и равен 0.5 для роста по диффузионному механизму; d — параметр, зависящий от размерности пространства роста: может быть равен 3, 2 или 1 в зависимости от того, в скольких измерениях растет зародыш. Необходимо учитывать, что механизмы зарождения и роста не остаются неизменными на протяжении всего процесса, поэтому параметр n может принимать не только дискретные целые значения.

Например, в работе [13] значение коэффициента $n=0.7$, полученное для сплава Fe–3Si–0.1Sn после холодной прокатки, авторы объясняют накопленной ранее энергией деформации, более высокой для тройного сплава, чем для бинарного. В работе [12] значение n , равное 2.7 и полученное для ЭАС, авторы определяют как соответствующее зарождению зерен по всему объему и их росту в двух измерениях.

Как показано на приведенных выше примерах, для сплавов близких составов (электротехнические анизотропные и изотропные стали) после холодной прокатки значения коэффициента n сильно различаются в разных работах. Это может объясняться различной обработкой материала до холодной прокатки, различной степенью деформации холодной прокатки, а также различными условиями проведения эксперимента по рекристаллизации.

В данной работе значение параметра $n \approx 1.4–1.5$ можно интерпретировать как соответствующее росту зерна по диффузионному механизму в двух измерениях с условием непостоянной скорости образования зародышей рекристаллизации.

3.3. Текстура

Для анализа роста зародышей рекристаллизации и преимущественного роста зерен процесс рекристаллизации был условно разделен на два этапа. Первый этап, от 650°C до 690°C, характеризуется тем, что в материале одновременно присутствуют деформированные зерна, зародыши рекристаллизации и укрупненные рекристаллизованные зерна.

Для анализа данного этапа все рекристаллизованные зерна были условно разделены по размерному признаку на зародыши и укрупненные зерна. Для получения более полной картины изменения текстуры данные по рекристаллизованным зернам со всех глубин образцов при всех температурах были разделены на данные, полученные с зародышей рекристаллизации, и данные с более крупных зерен; затем полученные наборы данных были суммированы и по результату были построены усредненные функции распределения ориентировок (ФРО).

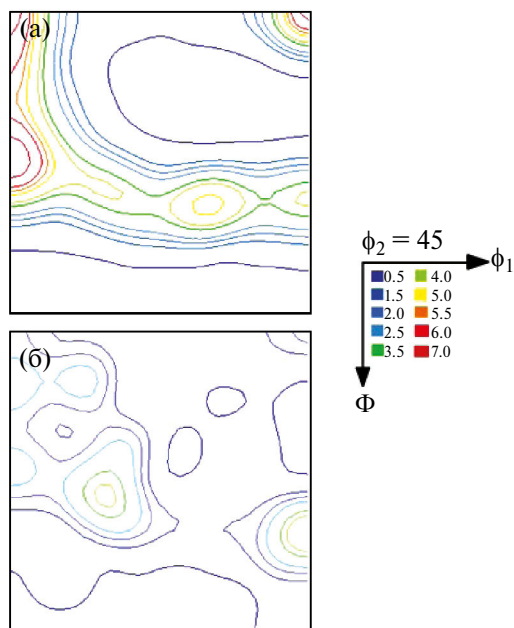


Рис. 4. Сечения ФРО для зародышей рекристаллизации (а) и для укрупненных рекристаллизованных зерен (б) при температурах 650–690°C.

На рис. 4 показаны сечения ФРО с зародышей и ФРО с укрупненных зерен при температурах 650–690°C. Как видно из рис. 4, зародыши рекристаллизации в основном имеют текстуру α -волокна с наиболее интенсивной компонентой $\{223\}\langle 110\rangle$, а также γ -волокна с наиболее интенсивной текстурной компонентой $\{111\}\langle 110\rangle$. Также в текстуре зародышей присутствует интенсивная компонента $\{001\}\langle 110\rangle$, относящаяся к повернутому кубу.

Для выросших зерен (рис. 4б) текстура имеет другой вид. В текстуре остается α -волокно, но оно начинает отклоняться в сторону α^* -волокна, и более сильными становятся компоненты, отклоненные от γ -волокна (от компоненты $\{111\}\langle 112\rangle$ в сторону компоненты $\{112\}\langle 131\rangle$). Также появляется интенсивная компонента $\{554\}\langle 225\rangle$.

Второй этап рекристаллизации при температурах от 700 до 740°C характеризуется тем, что в структуре осталось мало деформированных зерен, и рекристаллизованные зерна начинают расти за счет друг друга (собирательная рекристаллизация) (рис. 5). На рис. 5а показана исходная ориентационная карта, из которой были удалены деформированные зерна (черный цвет на рис. 5а соответствует удаленным деформированным областям). Рис. 5б, 5в и 5г показывают, как из исходной карты на рис. 5а были выделены только мелкие (до 3 мкм), средние (~ от 3 до 7 мкм) и крупные (~ от 7 мкм) зерна соответственно.

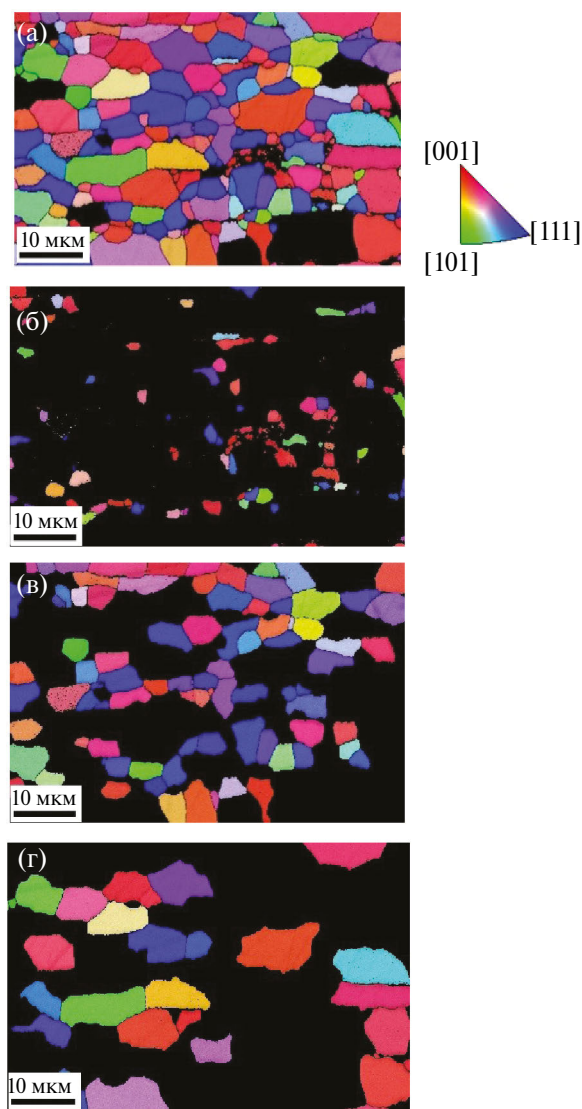


Рис. 5. EBSD-карта в цветах ОПФ с образца, нагретого до температуры 740°C (а), и примеры выделения мелких (б), средних (в) и крупных (г) зерен из первоначальной карты (а).

Для второго этапа данные анализировали следующим образом: для всех EBSD-карт на всех глубинах при температурах 700–740°C карта разделялась на крупные зерна, имеющие размерное преимущество в процессе роста, зерна среднего размера, которых большинство, и мелкие зерна, которые будут поглощены соседними зернами (рис. 5).

Затем все данные с крупных, средних и мелких зерен были просуммированы, и по результатам были построены усредненные ФРО. Результаты показаны на рис. 6.

Как видно из рис. 6, текстура мелких зерен схожа с текстурой зародышей рекристаллизации на первом этапе: в ней преобладают компоненты

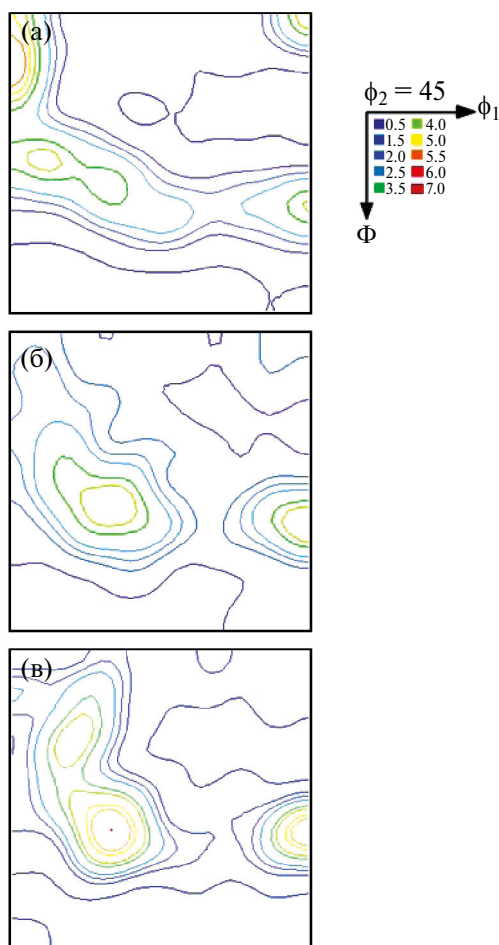


Рис. 6. Сечения ФРО с мелких (а), средних (б) и крупных (в) зерен в процессе рекристаллизации при температуре 700–740°C.

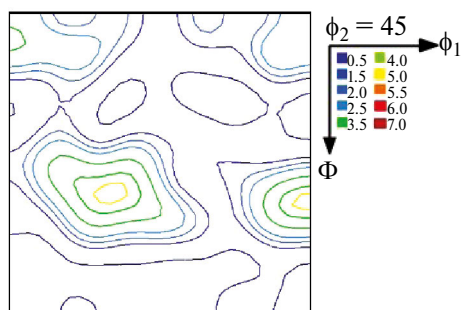


Рис. 7. Сечение ФРО, полученной на последнем этапе рекристаллизации при 740°C.

$\{223\}\langle 110\rangle$ и $\{114\}\langle 110\rangle$ α -волокна и γ -волокно с сильными компонентами $\{111\}\langle 112\rangle$. Присутствуют компоненты повернутого куба $\{001\}\langle 110\rangle$.

Зерна среднего размера имеют в текстуре интенсивную компоненту $\{111\}\langle 112\rangle$. α -волокно отклоняется от своего положения в сторону α^* -волокна ($\{h11\}\langle 1/h12\rangle$), а также компонент

$\{411\}\langle 148\rangle$ и $\{112\}\langle 131\rangle$. Компонента $\{554\}\langle 225\rangle$ имеет большую интенсивность. В текстуре содержится компонента повернутого куба $\{001\}\langle 110\rangle$.

Зерна крупного размера отличаются от зерен среднего размера тем, что у них α -волокно еще сильнее отклонилось от своего положения, и компонента $\{411\}\langle 148\rangle$ имеет большую интенсивность. Наибольшую интенсивность имеет компонента $\{111\}\langle 112\rangle$. Компонента повернутого куба $\{001\}\langle 110\rangle$ гораздо слабее, чем у средних зерен.

Проведенный выше анализ с применением разбиения на размерные диапазоны имел целью получить представление о механизме формирования текстуры, путем ориентированного роста или ориентированного зародышеобразования.

На рис. 7 приведено сечение усредненной ФРО для карт EBSD, снятых на последнем этапе рекристаллизации и отражающих конечную текстуру первичной рекристаллизации. Как видно из данной ФРО, в текстуре преобладают такие компоненты, как $\{111\}\langle 112\rangle$ и $\{554\}\langle 225\rangle$. Именно эти компоненты являются основными для рассмотренных выше диапазонов средних и крупных зерен. Таким образом, показано, как путем преимущественного роста зерен с данными ориентировками формируется итоговая текстура первичной рекристаллизации, в то время как исходно преобладающие на этапе начала первичной рекристаллизации зерна с ориентировками α - и γ -волокна поглощаются (мелкие зерна) и не вносят свой вклад в итоговую текстуру первичной рекристаллизации.

Текстура первичной рекристаллизации, состоящая в основном из компонент $\{111\}\langle 112\rangle$ $\{411\}\langle 148\rangle$, является классической для электротехнической анизотропной стали, подвергнутой большой деформации методом холодной прокатки [5]. Известно, что при холодной деформации электротехнической стали способность зерен различных ориентировок накапливать энергию деформации убывает в ряду $(110)\rangle(111)\rangle(112)\rangle(001)$. Однако, поскольку зерна с ориентировкой (110) редко встречаются в текстуре АЭС после холодной прокатки, то наибольшее количество зерен с высокой энергией деформации приходится на ориентировку $\{111\}$. Вследствие большой накопленной энергии, полосы сдвига в зернах с ориентировкой $\{111\}$ с наибольшей вероятностью становятся местами зарождения центров рекристаллизации. Преимущество в росте получают зерна, ориентировка которых соответствует компоненте текстуры $\{111\}\langle 112\rangle$, поскольку именно они имеют высокоугловые границы с зернами, принадлежащими компонентам $\{001\}\langle 110\rangle$ и $\{112\}\langle 110\rangle$ α -волокна [5].

Компонента текстуры $\{411\}<148>$ в процессе рекристаллизации зарождается на границах деформированных зерен, имеющих ориентировки α -волокна [19]. Ее дальнейший рост может объясняться наличием высокоугловой границы между зародышами рекристаллизации и такими зернами, что приводит к ускоренному росту зерен с ориентировкой $\{411\}<148>$ [20].

Изучение текстуры на разных этапах рекристаллизации позволяет определить, по какому механизму формировалась текстура: ориентированного зародышеобразования или ориентированного роста [21]. Из анализа ФРО зерен в различных размерных диапазонах на разных этапах рекристаллизации видно, что зерна, имеющие преимущество в росте, характеризуются текстурой, отличной от преобладающей текстуры зародышей рекристаллизации. Это означает, что преимущественно растут зерна с ориентировками, которые при образовании зародышей присутствуют в меньшем количестве. Исходя из этих наблюдений можно сделать вывод, что текстурообразование осуществляется в основном за счет ориентированного роста, а не ориентированного зарождения.

ВЫВОДЫ

1. В результате эксперимента по отжигу холоднокатаной ЭАС с прерыванием были определены уравнения кинетики первичной рекристаллизации для сталей двух составов с разным содержанием олова и хрома. Сталь с повышенным содержанием олова и пониженным содержанием хрома демонстрирует более медленное протекание первичной рекристаллизации, чем сталь, в которой низкое содержание олова и высокое содержание хрома. Это явление может объясняться зернограницной сегрегацией олова, которая тормозит процессы зародышеобразования и рост зерен.

2. Выявлены следующие закономерности процесса рекристаллизации в ЭАС: рекристаллизация быстрее протекает в приповерхностной области, чем в середине образца. Кроме того, зародыши рекристаллизации образуются в первую очередь в сильнодеформированных областях. Ускоренному росту зерен у поверхности может способствовать обезуглероживание этой зоны при предшествующей термообработке; так же за счет энергии свободной поверхности рекристаллизация может ускоренно протекать на небольшой глубине от поверхности.

3. Текстура зародышей рекристаллизации близка к текстуре деформированных зерен, где зародыши образуются: основными компонентами текстуры являются α - и γ -волокно, повер-

нутый куб. По мере роста зерен основной компонентой становится компонента $\{111\}<112>$ γ -волокна; α -волокно ослабевает или поворачивается в сторону компоненты $\{411\}<148>$. При собирательной рекристаллизации зерна с текстурой α -волокна поглощаются зернами с текстурой $\{111\}<112>$ и $\{554\}<225>$. Преимущественный рост осуществляют зерна с текстурой $\{111\}<112>$, $\{411\}<148>$ и $\{554\}<225>$. Полученные данные позволяют сделать вывод о том, что в текстурообразовании при рекристаллизации данного класса материалов определяющую роль играет ориентированный рост зерен.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Takahashi N., Harase J.* Recent development of technology of grain oriented silicon steel // Mater. Sci. Forum. 1996. V. 204–206. № 1. P. 143–154.
2. *Kumano T., Haratani T., Ushigami Y.* Influence of Primary Recrystallization Texture through Thickness to Secondary Texture on Grain Oriented Silicon Steel // ISIJ International. 2003. V. 43. № 3. P. 400–409.
3. *Nakashima S., Takashima K., Harase J., Takemasa A., Takimoto K.* Effect of Sn Addition on Microstructure and Texture of Primarily Recrystallized 3 mass%-Si Steel // J. Japan Institute Met. Mater. 1991. V. 55. № 12. P. 1400–1409.
4. *Suehiro R., Hayakawa Y., Takamiya T.* Effect of Sn Addition on Evolution of Primary Recrystallization Texture in 3% Si Steel // ISIJ International. 2019. V. 59. № 2. P. 351–358.
5. *Gao Y., Xu G., Guo X., Li G., Wang Y.* Primary recrystallization characteristics and magnetic properties improvement of high permeability grain-oriented silicon steel by trace Cr addition // J. Magn. Magn. Mater. 2020. V. 507. P. 166849.
6. *Han K.-S., Park J.-T., Kim J.-K., Szpunar J.A.* Evolution of the texture on primary recrystallization and grain growth in Fe-3%Si steels // Mater. Sci. Forum. 2007. V. 1. P. 747–750.
7. *Xu L., Liu Q., Song Y., Feng T., Li Z.* Formation of the primary recrystallization texture in the oriented electrical steel with 3% Si // IOP Conference Series: Mater. Sci. Eng. 2018. V. 382. № 2.
8. *Fortunati S.* On the metallurgical control of texture sharpness and related magnetic properties in grain-oriented silicon-iron // J. Magn. Magn. Mater. 1994. V. 133. № 1–3. P. 216–219.
9. *Harase J., Shimizu R., Kim J.-K., Woo J.* The role of high energy boundaries and coincidence boundaries in the secondary recrystallization of grain-oriented silicon steel // Met. Mater. Intern. 1999. V. 5. № 5. P. 429–435.
10. *Liu G.-T., Liu Z.-Q., Yang P., Mao W.-M.* Correlation between Primary and Secondary Recrystallization

- Texture Components in Low-temperature Reheated Grain-oriented Silicon Steel // *J. Iron Steel Research*. 2016. V. 23. № 11. P. 1234–1242.
11. Лобанов М.Л., Редикульцев А.А., Русаков Г.М., Данилов С.В. Взаимосвязь ориентировок деформации и рекристаллизации при горячей прокатке электротехнической анизотропной стали // *Металловедение и термич. обработка металлов*. 2015. № 8. С. 44–49.
 12. Rodriguez-Calvillo P., Leunis E., Van De Putte T., Jacobs S., Zacek O., Saikaly W. Influence of initial heating during final high temperature annealing on the offset of primary and secondary recrystallization in Cu-bearing grain oriented electrical steels // *AIP Advances*. 2018. V. 8. № 4. P. 047605.
 13. Mavrikakis N., Saikaly W., Calvillo P., Campos A., Jacomet S., Bozzolo N., Mangelinck D., Dumont M. How Sn addition influences texture development in single-phase Fe alloys: Correlation between local chemical information, microstructure and recrystallization // *Mater. Characterization*. 2022. V. 190. P. 112072.
 14. Колмогоров А.Н. К статистической теории кристаллизации металлов // *Изв. АН. СССР. Сер. математическая*. 1937. Т. 1. № 3. С. 355–359.
 15. Avrami M. Kinetics of Phase Change. I General Theory // *J. Chem. Phys.* 1939. V. 7. P. 1103–1112.
 16. Akta S., Richardson G.J., Sellars C.M. Hot Deformation and Recrystallization of 3% Silicon Steel Part 1: Microstructure, Flow stress and Recrystallization Characteristics // *ISIJ International*. 2005. V. 45. № 11. P. 1666–1675.
 17. Zhang X. Precipitate evolution in grain oriented electrical steel and high strength low alloy steel [PhD Thesis]. University of Groningen, 2020.
 18. Torrens-Serra J., Venkataraman S., Stoica M., Kuehn U., Roth S., Eckert J. Non-Isothermal Kinetic Analysis of the Crystallization of Metallic Glasses Using the Master Curve Method // *Materials*. 2011. V. 4. № 12. P. 2231–2243.
 19. He C.-X., Ma G., Meng L., Yang F.-Y., Chen X. {411}<148> Texture in Thin-Gauge Grain-Oriented Silicon Steel // *Acta Metal. Sinica (English Letters)*. 2016. V. 29. № 6. P. 554–560.
 20. Tian X., Kuang S., Li J., Liu S., Feng Y. Effect of Holding Time of Decarbonization Annealing on Recrystallization in Fe-3.2%Si-0.047Nb% Low-Temperature Oriented Silicon Steel // *Crystals*. 2021. V. 11. № 10. P. 1209.
 21. Humphreys F., Hatherly M. Chapter 12 — Recrystallization Textures / *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*. 2004. P. 379–413.

A Study of Primary Recrystallization of Highly Permeable Electrical Anisotropic Steel with Additional Alloying Elements

A. S. Roldugina^{1, *}, M. V. Ryazanov¹, and V. I. Parakhin²

¹Novolipetsk Steel Company, Lipetsk, 398005 Russia

²Bardin Central Research Institute of Ferrous Metals, Moscow, 105005 Russia

*e-mail: rolduginaas@gmail.com

This study is devoted to the effect of alloying high-permeable electrical anisotropic steel with tin and chromium highly permeable electrical anisotropic steel with tin and chromium on the kinetics of primary recrystallization. The physical modeling of strongly deformed alloy specimens of different chemical composition is performed. The obtained recrystallization kinetics equations for alloys of different tin and chromium content show a deceleration of recrystallization process in a steel with an increased tin content and a decreased chromium content. Analysis of the texture at different stages of recrystallization allows making conclusion that the texture is formed predominately by oriented growth.

Keywords: highly permeable anisotropic steel, primary recrystallization, tin alloying