

На правах рукописи



САВЧЕНКО Елена Сергеевна

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ  
СПЛАВА  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  ПОСЛЕ ЛИТЬЯ И ЗАКАЛКИ ИЗ РАСПЛАВА**

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Москва 2016 г.

Работа выполнена на кафедре физического материаловедения ФГАОУ ВО  
«Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук, доцент каф.  
Физического материаловедения, зав. НИЛ постоянных  
магнитов НИТУ «МИСиС»  
**Менушенков Владимир Павлович**

Официальные оппоненты: **1. Пастушенков Юрий Григорьевич**  
доктор физико-математических наук, профессор,  
зав. каф. Физики конденсированного состояния ФГБОУ  
ВО «Тверской государственный университет»

**2. Крапошин Валентин Сидорович**  
доктор технических наук, профессор,  
профессор каф. Материаловедения МГТУ им. Баумана

Ведущая организация: ФГУП «Центральный научно-исследовательский  
институт черной металлургии им. И.П. Бардина»

Защита состоится « 8 » декабря 2016 г. в 15 часов 30 минут  
на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при НИТУ «МИСиС» по адресу:  
119049, г. Москва, Ленинский проспект 4, ауд. А 305

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС»

Автореферат разослан «    »                      2016 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,  
доктор физико-математических наук, профессор



С.И. Мухин

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы

На сегодняшний день поиск, исследование и разработка сплавов для постоянных магнитов являются одним из приоритетных направлений научно-технологического развития, поскольку эти сплавы применяются практически во всех отраслях промышленности, а объем их производства служит одним из показателей научно-технического развития страны. Постоянные магниты применяются в компьютерах и оргтехнике, медицине, электротехнической, электронной, радиотехнической, приборостроительной, автомобильной, военной и других отраслях народного хозяйства.

Интенсивному развитию этих отраслей способствовало появление в 1970-80-х годах высокоэнергетических постоянных магнитов на основе интерметаллических соединений редкоземельных металлов (РЗМ) с 3d-металлами:  $\text{SmCo}_5$ ,  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , обеспечивших резкое повышение магнитной энергии и, как следствие, снижение массогабаритных характеристик, миниатюризацию изделий с постоянными магнитами. Однако в последнем десятилетии, в связи с кризисом в области производства редкоземельных металлов (РЗМ) и ростом цен на Nd и Dy, начался интенсивный поиск экономно легированных и/или вовсе не содержащих РЗМ магнитотвердых материалов на основе 3d-элементов, к которым относятся и сплавы системы Fe-Ni-Al-(Co). При этом исследования в данной области развиваются по двум основным направлениям: во-первых, по пути поиска новых соединений и сплавов для постоянных магнитов, а, во-вторых, в направлении повышения характеристик уже существующих магнитотвердых материалов посредством разработки и применения новых технологий их получения (закалка из жидкого состояния, напыление пленок, высокоэнергетическое измельчение, водородная обработка и др.). С точки зрения последнего направления особый интерес представляют нанокристаллические и наноструктурированные магнитотвердые сплавы типа Альни и Альнико, полученные методами быстрой закалки и напыления, свойства которых могут сильно отличаться от свойств массивных материалов [1 – 3]. В частности, выявлены новые возможности повышения их коэрцитивной силы и магнитной энергии, прежде всего, путем создания более совершенной структуры [4 – 7].

В свете вышесказанного, выполненные в настоящей работе методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), рентгеноструктурного анализа (РСА), мессбауэровской спектроскопии, дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и измерения магнитных свойств детальные исследования структурообразования и взаимосвязи структуры с магнитными свойствами в процессе термообработок магнитотвердого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в литом состоянии и после закалки расплава, представляются весьма важными и актуальными. Как известно, сплавы

системы Fe-Ni-Al характеризуются высокой скоростью распада твердого раствора, что делает их удобным объектом для изучения механизма и кинетики формирования оптимальной модулированной структуры. Установление взаимосвязи структура-свойства в сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl имеет как фундаментальное (особенности структурообразования при формировании высококоэрцитивного состояния), так и прикладное (управление магнитными свойствами путем оптимизации режимов термической обработки) значения.

### **Цель работы**

Изучение особенностей фазовых превращений и закономерностей структурообразования в сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl, полученном методами литья и закалки из расплава, в процессе термических обработок с целью установления взаимосвязи между структурой и магнитными свойствами и выявления путей повышения гистерезисных характеристик сплавов Альни.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

1. Исследование особенностей структурообразования и формирования магнитных свойств в литом сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl в процессе двух типов термической обработки: (1) охлаждение с критической скоростью (2 – 4 °C/мин) после предварительной гомогенизации в однофазной высокотемпературной области (> 1200 °C); (2) закалка в воде из однофазной области с последующими изотермическими отжигами в интервале температур 450 – 1000 °C.

2. Разработка методики получения сплава Fe<sub>2</sub>NiAl путем кристаллизации расплава на быстро вращающемся медном барабане (быстрозакаленный сплав) и изучение особенностей структурообразования и формирования магнитных свойств в быстрозакаленных образцах при последующих отжигках.

3. Установление особенностей структуры в высококоэрцитивном состоянии образцов литого сплава Fe<sub>2</sub>NiAl, полученных после охлаждения с критической скоростью (ТО 1) и после закалки и последующего изотермического отжига (ТО 2), а также в быстрозакаленном сплаве после оптимального отжига.

4. Определение последовательности фазовых превращений в сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl в процессе закалки из жидкого состояния и уточнение характера упорядочения высокотемпературного твердого раствора.

### **Научная новизна**

1. Обнаружена немонотонная зависимость коэрцитивной силы литого сплава Fe<sub>2</sub>NiAl от температуры закалки при непрерывном охлаждении с критической скоростью с минимумом H<sub>c</sub> при 850 °C, связанным с распадом периодической модулированной структуры из-за резкого изменения количества и состава β- и β<sub>2</sub>-фаз вследствие асимметричной формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al.

2. Впервые в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  обнаружен «вторичный» распад при дополнительном отжиге ниже  $700\text{ }^\circ\text{C}$ , приводящий к дроблению частиц  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз, сформировавшихся в структуре сплава, закаленного и отожженного при температурах  $850 - 900\text{ }^\circ\text{C}$ .

3. В структуре сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , полученного спиннингованием, обнаружена зонная структура, аналогичная зонной структуре литого сплава, закаленного в воде из однофазной высокотемпературной области, свидетельствующая о том, что скорость распада твердого раствора ниже границы области расслоения настолько высокая, что его не удается подавить даже закалкой из жидкого состояния.

4. Впервые в структуре сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после спиннингования обнаружены следы антифазных границ (АФГ), наблюдаемые благодаря декорированию продуктами распада, присутствие которых служит подтверждением упорядочения высокотемпературного твердого раствора по типу В2.

5. Обнаружено, что отжиг сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , закаленного из жидкого состояния, при температурах выше  $500\text{ }^\circ\text{C}$  приводит к распаду твердого раствора, который в некоторых зернах протекает по механизму прерывистого (ячеистого) распада, впервые наблюдаемого в сплавах системы Fe-Ni-Al.

#### **Теоретическая и практическая значимость**

1. Показано, что характер магнитостатического взаимодействия между частицами ферромагнитной фазы в литом и быстрозакаленном сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , определяемый по кривым Хенкеля, хорошо согласуется с экспериментальными данными о морфологии и параметрах микроструктуры, полученными с помощью ПЭМ.

2. Результаты работы могут быть использованы в промышленном производстве литых постоянных магнитов на основе сплавов системы Fe-Ni-Al, в том числе, при оптимизации параметров технологического процесса изготовления литых сплавов Альни и Альнико.

3. Результаты работы могут служить основой для оптимизации режимов термической обработки, обеспечивающих получение более совершенной структуры не только в литых магнитах, но и в быстрозакаленных порошках на основе сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , которые используются для изготовления композиционных магнитов.

#### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Трехстадийное формирование периодической модулированной структуры в процессе охлаждения литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  с критической скоростью, с промежуточной стадией ее распада в районе  $850\text{ }^\circ\text{C}$ , обусловленного резким изменением количества и состава  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз вследствие асимметричности формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al.

Выявленная последовательность структурных превращений приводит к немонотонной зависимости коэрцитивной силы от температуры прерывания охлаждения с критической скоростью с минимумом при 850 °С.

2. Необходимость периодической модулированной структуры для формирования высококоэрцитивного состояния в сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl и достижение ее оптимальных параметров, соответствующих максимальному значению коэрцитивной силы.

3. Моделирование изменений составов сильномагнитной и слабомагнитной фаз в процессе различных термических обработок по результатам мессбауэровской спектроскопии, электронной микроскопии и термомагнитного анализа с использованием данных об изотермических разрезах области расслоения твердого раствора в сплавах системы Fe-Ni-Al с учетом ее несимметричности.

4. Последовательность фазовых превращений быстрозакаленного сплава Fe<sub>2</sub>NiAl в процессе закалки из жидкого состояния, включающая: (i) формирование при кристаллизации сплава зерен неупорядоченной A2 фазы; (ii) превращение A2 фазы в упорядоченную по типу B2 фазу путем образования и роста зародышей, столкновение которых приводит к формированию антифазных границ внутри зерен; (iii) распад высокотемпературной B2 фазы ниже границы области расслоения твердого раствора на β (A2) и β<sub>2</sub> (B2) фазы.

5. Экспериментальное подтверждение упорядочения высокотемпературного твердого раствора в сплавах Fe-Ni-Al по типу B2, основанное на наблюдении в быстрозакаленном сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl большого числа следов антифазных границ (благодаря декорированию АФГ продуктами распада твердого раствора).

6. Реализация распада твердого раствора в быстрозакаленном сплаве Fe<sub>2</sub>NiAl после отжига выше 500 °С по механизму ячеистого (прерывистого) распада, который не наблюдается при отжиге литых сплавов.

#### **Достоверность научных результатов**

Обеспечивается физической обоснованностью изучаемых задач, воспроизводимостью основных и промежуточных результатов, проведением исследований с использованием различных взаимодополняющих физических методов, использованием проверенных методов анализа и сравнением с теоретическими и экспериментальными результатами других авторов.

#### **Личный вклад соискателя**

Соискатель принимала активное участие в постановке цели и задач исследования, выполнила анализ литературных данных по теме исследования, освоила методики рентгеноструктурного анализа, мессбауэровской спектроскопии, электронно-микроскопических

исследований, дифференциальной сканирующей калориметрии и измерения магнитных свойств в замкнутой и разомкнутой магнитных цепях. Самостоятельно провела основную часть экспериментов по приготовлению образцов и исследованию фазово-структурного состояния и физических свойств литого и быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после различных режимов термической обработки. После обработки и анализа результатов исследований, сопоставления результатов эксперимента с литературными данными и обсуждения полученных результатов с научным руководителем самостоятельно сформулировала научные и практические выводы по работе, участвовала в написании научных статей, тезисов и докладов на конференциях.

### **Объем и структура работы**

Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения, списка литературы из 150 наименований и приложения. Общий объем работы составляет 150 страниц, включая 93 иллюстрации, 27 таблиц и 20 формул.

### **Апробация работы**

Основные результаты работы были представлены на (1) IX Международной конференции по постоянным магнитам МКПМ-11 (23–27 сентября 2013 г., г. Суздаль); (2) 23-th International Workshop on Rare Earth and Future Permanent Magnets and Their Applications (REPM 2014) (USA, Annapolis, August 17–21, 2014); (3) V Международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» (6–10 октября 2014 г., г. Суздаль); (4) IV Российско-Японском Научно-Техническом Семинаре «Современные методы исследования структуры материалов и их применение в материаловедении» (23 октября, 2014 г., г. Москва); (5) VI Международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» (26–28 мая 2015 г. Москва); (6) 11-й Международной научно-технической конференции Современные металлические материалы и технологии (СММТ'15) (23–27 июня 2015, г. Санкт-Петербург); (7) Donostia International Workshop on Energy, Materials and Nanotechnology – DINEMN (1–4 September 2015, San Sebastián); (8) XX Международной конференции по постоянным магнитам (21–25 сентября 2015 г., г. Суздаль); (9) 25-th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials - METAL 2016 (25–27 мая 2016 г, г. Брно).

### **Публикации**

По теме диссертационной работы опубликовано 14 печатных работ, в том числе 5 статей в реферируемых в Web of Science зарубежных и российских журналах из перечня ВАК, и 9 тезисов докладов в сборниках тезисов и аннотаций международных конференций, научных школ и семинаров.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснован выбор темы диссертации и ее актуальность, сформулированы цели и задачи работы, научная новизна, теоретическая и практическая значимость, положения, выносимые на защиту и степень достоверности, приведена апробация результатов.

**Первая глава** посвящена литературному обзору, в котором рассматриваются особенности магнитотвердых материалов (МТМ) и сплавов на основе системы Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Al-Co. Приведены основные характеристики МТМ, их классификация и области применения. Проводится анализ имеющихся к настоящему моменту данных о кинетике фазовых превращений и механизме структурообразования в сплавах Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Al-Co. Подробно рассматриваются закономерности формирования высококоэрцитивного состояния и влияние термической обработки на структуру и физические свойства сплавов Fe-Ni-Al. Отмечено, что, несмотря на большое количество работ, посвященных исследованиям структуры и магнитных свойств сплавов на основе системы Fe-Ni-Al, ряд вопросов остается не решенным. В частности, представляется важным проведение дополнительных электронно-микроскопических исследований распада высокотемпературного твердого раствора и формирования оптимальной структуры, с точки зрения магнитных свойств. Наряду с этим, в связи с отсутствием работ, посвященных формированию структуры в быстрозакаленных нанокристаллических сплавах Альни при отжигах, проведение таких исследований представляет как научный, так и практический интерес.

**Во второй главе** методом рентгенофлуоресцентного анализа был определен состав исследуемого сплава: 57 % Fe – 29 % Ni – 13 % Al – 1 % Si ( $\text{Fe}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Al}_{24}\text{Si}$ ). Описаны методы получения, обработки и исследования полученных образцов. Приведены схемы экспериментальных установок, описан порядок проведения эксперимента и обработки полученных данных. В качестве основных методов исследования литых и быстрозакаленных образцов Fe-Ni-Al сплава использовались: рентгеноструктурный анализ, который проводился на дифрактометре ДРОН-4-07 с использованием  $\text{Co } K_{\alpha}$ -излучения и графитового монохроматора; просвечивающая электронная микроскопия, фотографии микроструктуры были получены на микроскопе JEM-1400 при ускоряющем напряжении 120 кВ, образцы для ПЭМ были приготовлены методом электролитической полировки на установке Struers TenuPol 5 в электролите  $\text{HClO}_4$ -этанол-бутоксиэтанол при температуре  $-20^{\circ}\text{C}$  и напряжении 23 В; мессбауэровская спектроскопия, съемка проводилась на автоматизированном мессбауэровском спектрометре MC-1104 Em с закрытым источником ионизирующего излучения ( $^{57}\text{Co}$  с активностью до 50 мКи) при комнатной температуре. Магнитные характеристики образцов



были измерены в замкнутой цепи на автоматическом гистерезисграфе АМТ-4 и в разомкнутой цепи на вибромагнетометре VSM - 250 и установке PPMS.

**В третьей главе** приведены результаты исследований закономерностей формирования структуры и магнитных свойств образцов литого и быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после термообработок «сверху» (охлаждение образцов с критической скоростью ( $2 - 4^\circ\text{C}/\text{мин}$ ) до температур в интервале  $900 - 640^\circ\text{C}$ , прерывающееся закалкой в воде) и «снизу» (закалка сплава из однофазной области ( $1240^\circ\text{C}$ , выдержка 15 минут) и отжиг в интервале температур  $450 - 1000^\circ\text{C}$  с последующей закалкой в воде) и их обсуждение, а также проведен расчет параметров температурной стабильности литых сплавов в высококоэрцитивном состоянии.

**Первый раздел** данной главы посвящен исследованиям формирования структуры и магнитных свойств литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в процессе охлаждения из высокотемпературной однофазной области с различными скоростями. На рисунке 1 а представлена темнопольная фотография микроструктуры сплава после закалки из однофазной области ( $1240^\circ\text{C}$ , 15 минут), полученная в сверхструктурном рефлексе от  $\beta_2$ -фазы. Видно, что микроструктура неоднородна со средним размером концентрационных неоднородностей (зон) около 10 нм. Следовательно, скорость охлаждения при закалке в воде не обеспечивает фиксацию однородного твердого раствора, в сплаве успевает пройти частичный распад на  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фазы.

Наличие двух фаз в структуре сплава после закалки подтверждают и рентгеноструктурные исследования, на дифрактограмме (рисунок 1 б), помимо основных линий, принадлежащих фазе типа А2, наблюдаются сверхструктурные пики от В2 фазы. Расчет полученного спектра показал, что одна из фаз имеет структуру типа CsCl (фаза на основе NiAl, структурный тип В2) с параметром решетки  $a = 0,28781$  нм, а вторая соответствует неупорядоченному твердому раствору на основе  $\alpha\text{-Fe}$  (структурный тип А2) с параметром решетки  $a = 0,28779$  нм.

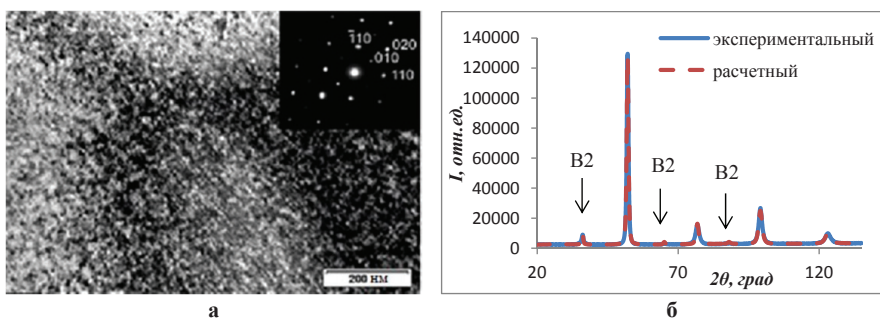


Рисунок 1 – Темнопольная фотография микроструктуры (а) и дифрактограмма (б) закаленного в воде сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  от  $1240^\circ\text{C}$ , 15 минут

Темнопольная фотография микроструктуры и дифрактограмма литого сплава Fe<sub>2</sub>NiAl после охлаждения с критической скоростью (2 – 4 °C/мин) от 1240 °C до 20 °C, т.е. после оптимальной термообработки, представлены на рисунке 2.

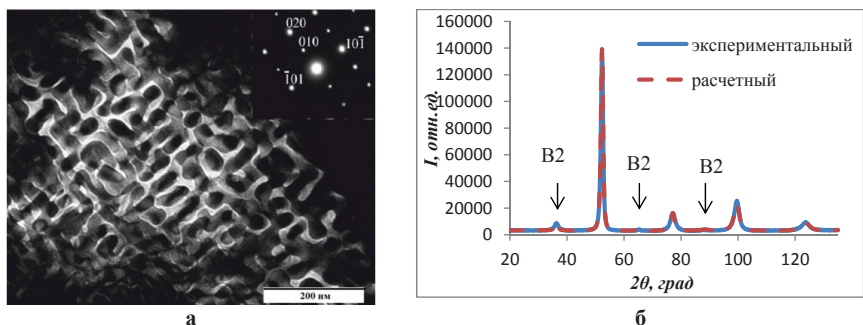


Рисунок 2 – Темнопольная фотография микроструктуры (а) и дифрактограмма (б) сплава, охлажденного от 1240 °C с критической скоростью  $V_{кр}$  до 20 °C

По данным ПЭМ и РСА видно, что в структуре сплава присутствуют две фазы. Одна из фаз имеет структуру типа CsCl (B2) с параметром решетки  $a = 0,2877$  нм (немагнитная фаза  $\beta_2$ ), а вторая соответствует твердому раствору на основе  $\alpha$ -Fe (A2) с параметром решетки  $a = 0,2870$  нм (магнитотвердая  $\beta$ -фаза). Таким образом, в оптимальном состоянии сплав Fe-Ni-Al (Альни) имеет двухфазную структуру, состоящую из вытянутых в направлении  $\langle 100 \rangle$  частиц сильномагнитной  $\beta$ -фазы размером 60–80 нм, изолированных друг от друга немагнитной  $\beta_2$ -фазой, обогащенной NiAl. Коэрцитивная сила данного сплава равна  $H_c = 51,2$  кА/м (640 Э) (рисунок 3 а).

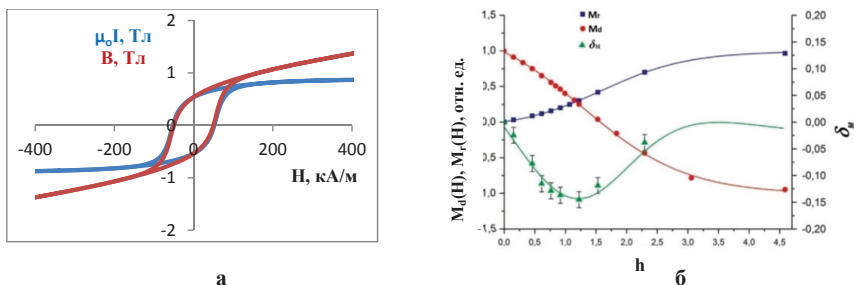


Рисунок 3 – Петля гистерезиса (а) и остаточные намагниченности  $M_f(H)$ , определяемые по частным кривым намагничивания, остаточные намагниченности  $M_d(H)$ , определяемые по частным кривым возврата, график Хенкеля ( $\delta_M(h)$ ) (б) литого сплава Fe<sub>2</sub>NiAl, охлажденного от 1240 °C с критической скоростью до 20 °C;  $h = H/H_c$

Поскольку механизм перемагничивания в сплавах Альни соответствует однодоменному, то для исследуемого образца сплава, учитывая, что намагниченность  $\beta_2$ -фазы по сравнению с намагниченностью ферромагнитной  $\beta$ -фазы близка к нулю, формулу для расчета  $H_c$  можно представить в виде следующего выражения:

$$H_c = k v(1-v) \Delta N I_s \quad (1)$$

где  $H_c$  – коэрцитивная сила;

$k$  – степень совершенства текстуры выделений  $\beta$ -фазы;

$v$  – объемная доля  $\beta$ -фазы;

$\Delta N$  – разность поперечного и продольного размагничивающих факторов частиц  $\beta$ -фазы;

$I_s$  – намагниченность насыщения образца.

Согласно полученным экспериментальным данным  $\mu_0 I_s \sim 0,7 - 0,87$  Тл; размер частиц  $\beta$ -фазы 60 – 80 нм;  $l/d = 4$ . Тогда, в соответствии с формулой (1), величина коэрцитивной силы составляет  $H_c = 630 - 780$  Э, что хорошо согласуется с полученным экспериментальным значением (рисунок 3 а). Дальнейшее повышение коэрцитивной силы можно осуществить путем увеличения анизотропии формы частиц  $\beta$ -фазы и ее намагниченности насыщения.

С целью выяснения характера взаимодействия между частицами магнитной  $\beta$ -фазы, который влияет на процесс перемагничивания сплава, была построена кривая Хенкеля (рисунок 3 б). Как видно из графика Хенкеля  $\delta_M(h)$ , во всем исследованном интервале полей намагничивания-размагничивания величина  $\delta_M < 0$ , т.е. доминирующим в этом случае является магнитостатическое взаимодействие между магнитными частицами, а размагниченное состояние магнита, благодаря этому взаимодействию, является более устойчивым. Полученный результат хорошо согласуется с экспериментальными данными о морфологии и параметрах микроструктуры, полученными с помощью ПЭМ, согласно которым в микроструктуре исследуемого образца матричная немагнитная  $\beta_2$ -фаза изолирует частицы сильномагнитной  $\beta$ -фазы, существенно ослабляя или даже исключая обменное взаимодействие между ними.

На рисунке 4 представлена зависимость коэрцитивной силы исследуемого сплава от температуры закалки  $H_c(T_{\text{зак}})$  при непрерывном охлаждении с критической скоростью от 1240 °С (кривая 2). На этом же рисунке (кривая 1) нанесена аналогичная зависимость  $H_c(T_{\text{зак}})$ , построенная в работе [8] для тройного сплава Fe-26,5%Ni-12,3%Al по экспериментальным точкам через 100 °С, которая имеет гладкий вид. Проведенное в настоящей работе более детальное исследование показало, что при уменьшении интервала между соседними экспериментальными точками, зависимость  $H_c(T_{\text{зак}})$ , в отличие от кривой, построенной Снуком, приобретает немонотонный характер. Наблюдается резкое падение коэрцитивной силы при закалке образца, охлажденного до 850 °С. Для выяснения причин такого немонотонного

поведения  $H_c$  были проведены исследования изменений структуры сплава при охлаждении с критической скоростью с использованием просвечивающей электронной микроскопии.

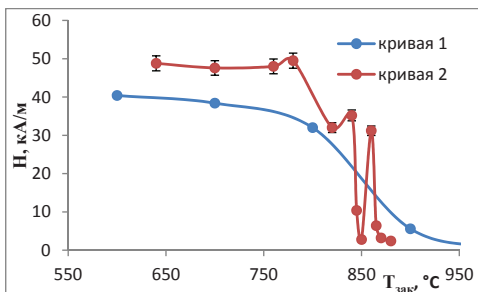


Рисунок 4 – Зависимости коэрцитивной силы от температуры закалки сплава

$Fe_2NiAl$  при охлаждении от 1240 °C с критической скоростью:

1 – кривая  $H_c(T_{zak})$  для сплава Fe-26,5%Ni-12,3%Al [8];

2 – экспериментальная зависимость  $H_c(T_{zak})$  для сплава  $Fe_2NiAl$

Исследования ПЭМ показали (рисунок 5 а), что микроструктура охлажденных  $Fe_2NiAl$  сплавов до  $T_{zak} = 900 - 880$  и  $870$  °C неоднородна и практически ничем не отличается от структуры закаленного в воде образца, выделения магнитотвердой фазы характеризуются отсутствием анизотропии формы и преимущественной ориентации. В образцах, охлажденных до  $T_{zak} = 865$  °C, заметно укрупнение продуктов распада, а при понижении температуры до  $T_{zak} = 860$  °C в результате дальнейшего роста и ориентации частиц вдоль осей  $\langle 100 \rangle$ , возникает четко выраженная модулированная структура, при этом коэрцитивная сила резко повышается от 3,2 кА/м (40 Э) ( $T_{zak} = 870$  °C) до 31,2 кА/м (390 Э) ( $T_{zak} = 860$  °C) (рисунок 5 б,в).

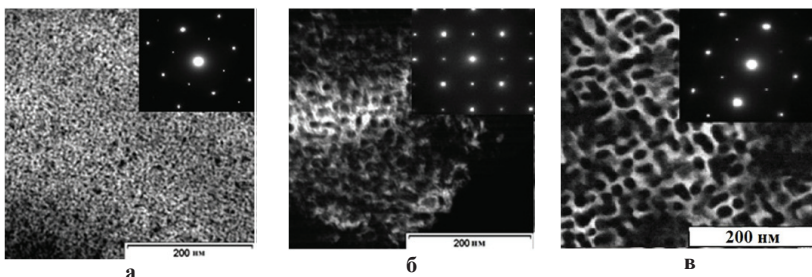


Рисунок 5 – Микроструктура сплава, охлажденного с критической скоростью от 1240 °C до  $T_{zak} = 870$  °C (а),  $865$  °C (б) и  $860$  °C (в), на вставках – картины дифракции, ось зоны [001]

Микроструктура образца (рисунок 6 а), охлажденного до  $T_{\text{зак}} = 850^\circ\text{C}$ , соответствуют минимуму коэрцитивной силы ( $H_c = 2,8 \text{ кА/м}$  ( $35 \text{ Э}$ )) на кривой  $H_c(T_{\text{зак}})$ . Как видно, это связано с разрушением периодической модулированной структуры: частицы  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз распадаются на мелкие частицы сферической формы.

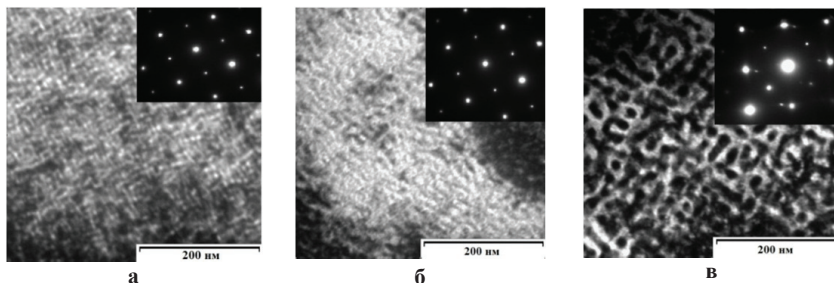


Рисунок 6 – Микроструктура сплава, охлажденного с критической скоростью от  $1240^\circ\text{C}$  до  $T_{\text{зак}} = 850^\circ\text{C}$  (а),  $845^\circ\text{C}$  (б) и  $840^\circ\text{C}$  (в), на вставках – картины дифракции, ось зоны  $[001]$

При понижении  $T_{\text{зак}}$  до  $845^\circ\text{C}$  начинается восстановление модулированной структуры путем постепенного срастания дисперсных сферических выделений и образования укрупненных вытянутых частиц (рисунок 6 б). Этому этапу соответствует повышение  $H_c$  до  $10,4 \text{ кА/м}$  ( $130 \text{ Э}$ ). В образце, охлажденном до  $T_{\text{зак}} = 840^\circ\text{C}$ , модулированная структура практически восстановилась (рисунок 6 в), а коэрцитивная сила достигает уровня  $35,2 \text{ кА/м}$  ( $440 \text{ Э}$ ). На темнопольном изображении данного образца можно видеть почти непрерывную сетку  $\beta_2$ -фазы, окружающую темные вытянутые частицы  $\beta$ -фазы. Микроструктуры образцов, охлажденных до  $T_{\text{зак}} = 820 - 640^\circ\text{C}$  (рисунок 7), практически не отличаются от микроструктуры образца, охлажденного с критической скоростью до  $20^\circ\text{C}$ .

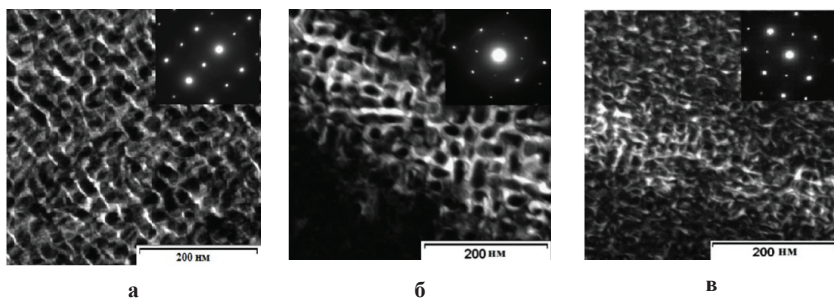


Рисунок 7 – Микроструктура сплава, охлажденного с критической скоростью от  $1240^\circ\text{C}$  до  $T_{\text{зак}} = 820^\circ\text{C}$  (а),  $700^\circ\text{C}$  (б) и  $640^\circ\text{C}$  (в), на вставках – картины дифракции, ось зоны  $[001]$

Проведенное электронно-микроскопическое исследование микроструктуры после термической обработки «сверху» показывает, что формирование периодической модулированной структуры, обуславливающее рост коэрцитивной силы  $H_c$ , проходит через промежуточную стадию дробления при температуре  $\sim 850^\circ\text{C}$ , приводящую к падению  $H_c$ . Можно предположить, что этот процесс обусловлен резким изменением состава и объемных долей  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз вследствие асимметричной формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al и осуществляется не путем обмена компонентами между  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фазами, образующими модулированную структуру, а путем «вторичного» распада частиц этих фаз. Показано, что модулированная структура, обеспечивающая высокий уровень коэрцитивной силы, формируется уже после охлаждения с критической скоростью до температур ниже  $780^\circ\text{C}$  и состоит из изолированных частиц сильномагнитной фазы на основе  $\alpha$ -Fe размером  $50 - 100$  нм, расположенных в направлениях куба типа  $\langle 100 \rangle$  и окруженных немагнитной матричной фазой, обогащенной NiAl.

Поскольку, как было показано ранее, закалка в воде сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  не фиксирует однофазное состояние твердого раствора, то структура, формирующаяся в предварительно закаленных образцах после отжига в интервале температур  $450 - 1000^\circ\text{C}$  (термообработка «снизу»), в том числе и высококоэрцитивное состояние после оптимальной термообработки ТО 2, образуется путем укрупнения продуктов распада твердого раствора, зафиксированных закалкой, и перераспределения компонентов между выделениями  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз.

Зависимости коэрцитивной силы от температуры отжига и от времени выдержки образцов сплава, закаленных в воде и отожженных в интервале температур  $450 - 1000^\circ\text{C}$  с последующей закалкой, представлены на рисунке 8.

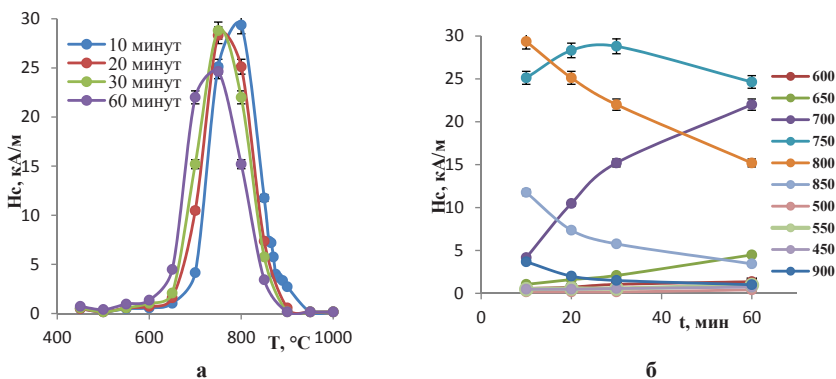


Рисунок 8 – Зависимость коэрцитивной силы от температуры (а) и от времени выдержки (б) при отжиге в интервале  $450 - 1000^\circ\text{C}$  и выдержке 10 – 60 минут

Из первого графика (рисунок 8 а) следует, что максимальное значение коэрцитивной силы  $H_c = 29,6$  кА/м (370 Э) соответствует отжигу при  $800$  °С в течение 10 минут. Из кривых зависимости коэрцитивной силы от времени выдержки (рисунок 8 б) видно, что с увеличением длительности выдержки коэрцитивная сила растет при повышении температуры отжига от  $500$  до  $750$  °С, что, по-видимому, связано с формированием оптимальной модулированной структуры, а далее падает вследствие укрупнения структурных составляющих.

Темнопольные фотографии микроструктуры образцов, закаленных после отжига при  $550$ ,  $780$ ,  $870$  °С, представлены на рисунке 9. При  $550$  °С модулированная структура начинает формироваться только после 4 часового отжига, при этом выделившиеся частицы  $\beta$ -фазы плохо изолированы друг от друга, а их размер составляет лишь  $40 - 50$  нм. Все эти факторы приводят к низкому значению коэрцитивной силы сплава  $H_c = 1,6$  кА/м (20 Э). Отжиг при  $780$  °С в течение 10 минут соответствует максимальному значению коэрцитивной силы  $H_c = 28,8$  кА/м (360 Э) после термообработки «снизу», однако, размеры выделяющихся фаз более крупные, по сравнению со структурой после оптимальной обработки (охлаждение сплава с критической скоростью от  $1240$  °С). При дальнейшем повышении температуры отжига происходит значительное укрупнение продуктов распада и ухудшение изоляции магнитотвердых частиц. Размер частиц сильномагнитной фазы в микроструктуре образца после отжига при  $870$  °С достигает  $100 - 170$  нм, что приводит к снижению коэрцитивной силы до  $H_c = 6,4$  кА/м (80 Э).

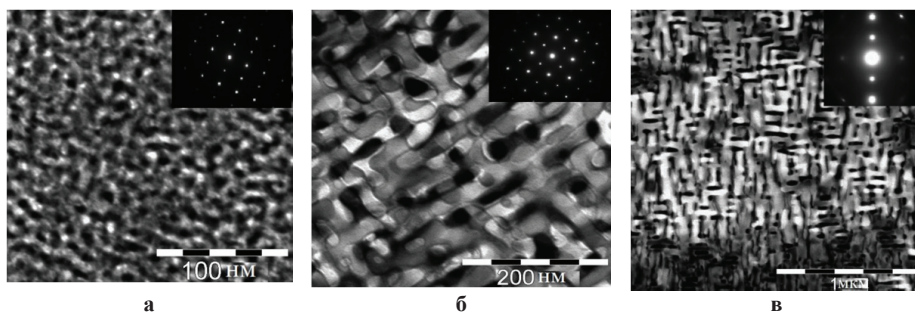


Рисунок 9 – Темнопольные фотографии микроструктуры закаленных образцов после отжига при  $550$  (а),  $780$  (б),  $870$  °С (в)

Таким образом, после термообработки «снизу» высококоэрцитивное состояние в сплаве  $Fe_2NiAl$  формируется при отжиге путем роста продуктов распада, образовавшихся после закалки сплава из области однофазного твердого раствора в воде, и связано с формированием модулированной структуры, состоящей из выделений частиц сильномагнитной  $\beta$ -фазы, вытянутых в направлении  $\langle 100 \rangle$ , размером  $70 - 110$  нм, окруженных немагнитной  $\beta_2$ -фазой.

Петли гистерезиса и кривые термомагнитного анализа (ТМА) образцов сплава Fe-Ni-Al, закаленных из однофазной области от 1240 °С в воде и дополнительно отожженных при 550, 780 и 870 °С с последующей закалкой в воде, представлены на рисунке 10. На кривых ТМА явный перегиб наблюдается в районе 430 °С только лишь для образца, отожженного при 870 °С в течение 10 минут, в связи с чем данную температуру не следует отождествлять с температурой Кюри слабомагнитной  $\beta_2$ -фазы. Рост удельной намагниченности закаленного от 870 °С в воде сплава выше 430°С, вероятно, связан с изменением состава и количественного соотношения  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз при дополнительном отжиге в процессе эксперимента. Этот процесс может быть реализован в результате «вторичного» распада  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз, при котором содержание железа в  $\beta_2$ -фазе уменьшается путем образования обогащенных Fe выделений внутри частиц  $\beta_2$ -фазы, а обеднение  $\beta$ -фазы Ni и Al осуществляется путем выделения этих компонентов вблизи ее поверхности. Оба этих процесса приводят к увеличению значений удельной намагниченности отожженного при 870 °С образца и появлению перегиба на кривой ТМА.

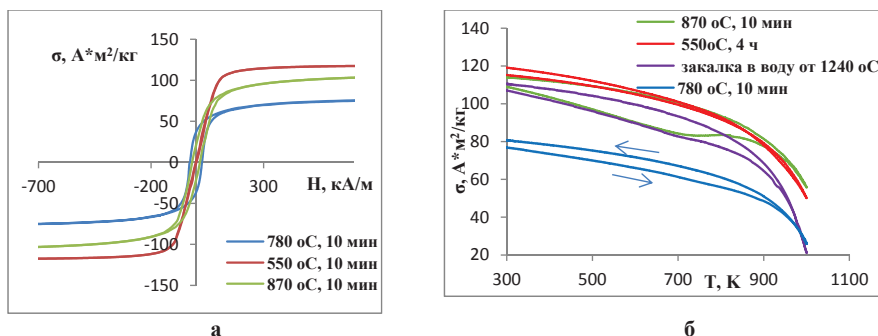
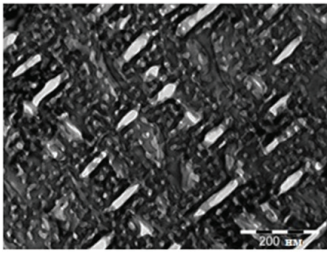


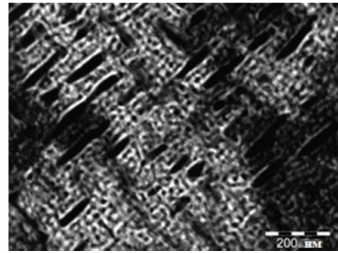
Рисунок 10 – Петли гистерезиса (а) и кривые термомагнитного анализа (б) закаленных от 1240 °С в воде образцов сплава Fe-Ni-Al после отжига при 550, 780 и 870 °С

Для подтверждения выше сказанного на образце, отожженном при 870 °С, был проведен дополнительный отжиг при 700 °С в течение 10 минут. На рисунке 11 представлены фотографии микроструктуры исследуемого образца сплава, полученные с помощью ПЭМ. Видно, что дополнительный отжиг приводит к реализации описанного выше «вторичного» распада в структуре сплава. На темнопольном изображении микроструктуры (рисунок 11 б) внутри светлых выделений  $\beta_2$ -фазы образовались мелкие темные выделения  $\beta$ -фазы, а на поверхности темных удлиненных частиц  $\beta$ -фазы видна окантовка из  $\beta_2$ -фазы. Следует отметить, что «вторичный» распад модулированной структуры в сплавах типа Альни наблюдается впервые.





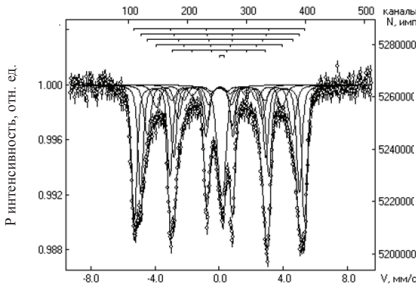
**а**



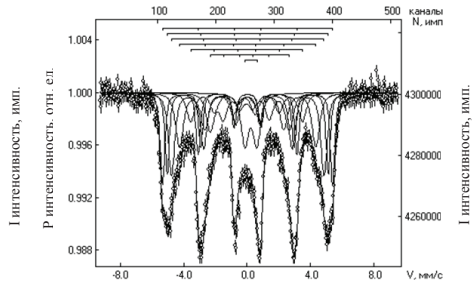
**б**

Рисунок 11 – Светлополярная (а) и темнопольная (б) фотографии микроструктуры закаленного образца после отжига при 870 °С и 700 °С в течение 10 минут

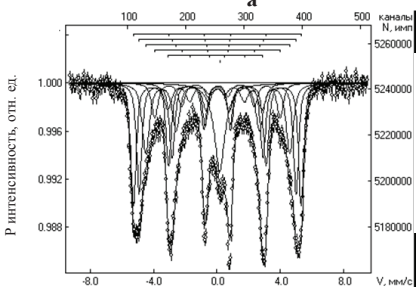
Для сопоставления состава  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз в образцах сплава Fe<sub>2</sub>NiAl в высококоэрцитивном состоянии, полученном после термических обработок ТО 1 («сверху») и ТО 2 («снизу»), и в состояниях с низкой коэрцитивной силой, т.е. после закалки сплава в воде из однофазной высокотемпературной (от 1240 °С) области и после непрерывного охлаждения из однофазной области до 850 °С (минимум на кривой зависимости коэрцитивной силы от температуры закалки на рисунке 4), были проведены месбауэровские исследования. Анализ полученных спектров (рисунок 12) указывает на то, что все образцы состоят из двух фаз: ферромагнитной (секстет) и парамагнитной (дублет).



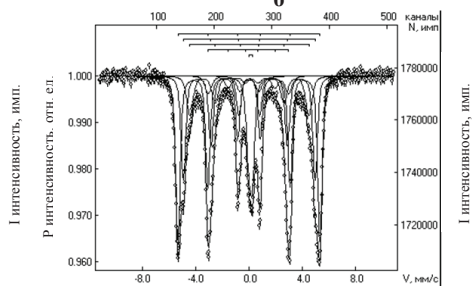
**а**



**б**



**в**



**г**

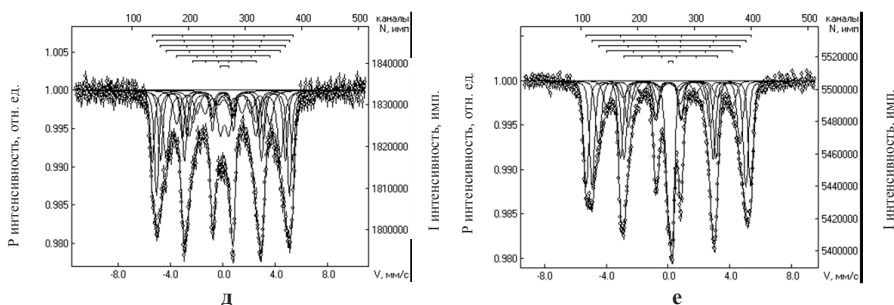


Рисунок 12 – Мессбауэровские спектры образцов сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , охлажденных с критической скоростью от  $1240\text{ }^\circ\text{C}$  до  $T_{\text{зак}} = 860$  (а),  $850$  (б),  $845\text{ }^\circ\text{C}$  (в)  $20\text{ }^\circ\text{C}$  (г), после закалки от  $1240\text{ }^\circ\text{C}$  в воде (д) и после закалки и отжига при  $780\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 10 минут (е)

Отметим, что в сплаве после закалки и отжига при  $780\text{ }^\circ\text{C}$  (рисунок 12 е) парамагнитная фаза содержит большее количество железа, а состав ферромагнитной фазы менее однородный, по сравнению со сплавом, охлажденным с критической скоростью (рисунок 12 г). Это, по-видимому, служит одной из причин более низкого значения коэрцитивной силы первого образца. Результаты мессбауэровских исследований, проведенные для анализа изменения состава  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз в районе минимума на кривой зависимости  $H_c(T_{\text{зак}})$ , показывают, что спектр образца после охлаждения до  $T_{\text{зак}} = 850\text{ }^\circ\text{C}$  (минимум на кривой  $H_c(T_{\text{зак}})$ ) (рисунок 12 б) мало отличается от спектра образца, после закалки в воде из однофазной области (рисунок 12 д). Обе фазы близки по химическому составу и менее однородны по сравнению с остальными образцами.

Результаты исследований литых сплавов Fe-Ni-Al (Альни) после различных термообработок показали, что характер микроstructures и уровень магнитных свойств существенно зависят от типа термообработки («сверху» или «снизу»). Поскольку закалка сплава в воде из однофазной области не обеспечивает фиксацию однородного твердого раствора и успевает пройти его частичный распад на  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фазы, при дальнейших отжигах закаленного образца формирование модулированной структуры происходит в процессе преобразования уже имеющейся неоднородной зонной структуры, а не путем распада высокотемпературной  $\beta_2$ -фазы. Детальное исследование процесса формирования оптимальной модулированной структуры при термообработке «сверху» показало, что он осуществляется в несколько стадий, сопровождающихся значительными изменениями формы и размеров продуктов распада. Было показано, что закалка с последующим отжигом при  $780\text{ }^\circ\text{C}$  приводит к более низкому уровню  $H_c$ , вследствие огрубления модулированной структуры и ухудшению изоляции частиц сильномагнитной фазы по сравнению с параметрами микроstructures образца после охлаждения с критической скоростью.

**Второй раздел** данной главы посвящен исследованию тонкой структуры сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , полученного закалкой из жидкого состояния, в исходном состоянии и после отжига. На рисунке 13 представлены фотографии микроструктуры быстрозакаленных (БЗК) чешуек, видно, что в зернах присутствует зонная структура с размером зон (структурных неоднородностей) менее 10 нм, соответствующая начальной стадии распада твердого раствора  $\beta_2 \rightarrow \beta + \beta_2$ . Следовательно, скорость распада твердого раствора ниже границы области расслоения настолько высокая, что его не удается подавить даже закалкой из жидкого состояния.

Наряду с зонной структурой в каждом зерне присутствуют следы границ антифазных доменов (АФД) в виде извилистых цепочек светлых выделений, которые образовались в результате декорирования границ АФД продуктами распада твердого раствора. Наблюдаемые границы АФД сформировались в процессе превращения неупорядоченной фазы со структурой А2, закристаллизовавшейся из расплава, в упорядоченную фазу со структурой В2 ( $\beta_2$ -фаза) по механизму зарождения и роста зародышей В2 фазы.

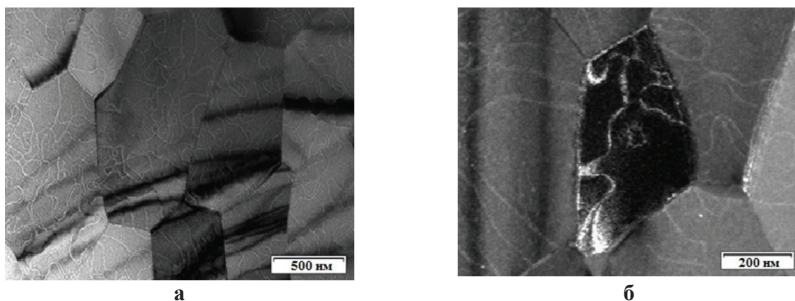


Рисунок 13 – Фотографии микроструктуры быстрозакаленных чешуек сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  светлое поле (а), темное поле (б) в сверхструктурном рефлекс В2 фазы

Таким образом, установлено, что кристаллизация расплава происходит по следующей схеме: вначале кристаллизуются зерна неупорядоченной А2 фазы, затем она превращается в упорядоченную фазу со структурой В2 по механизму зарождения и роста зародышей В2 фазы, при столкновении которых происходит образование границ АФД внутри исходных зерен. Далее, ниже границы расслоения твердого раствора, происходит распад на  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фазы.

Наличие двух фаз в структуре сплава было подтверждено и проведенным мессбауэровским исследованием. Спектр БЗК сплава приведен на рисунке 14, из которого видно, что, наряду с секстетом от ферромагнитной фазы, в мессбауэровском спектре присутствует слабый дублет, соответствующий парамагнитной фазе с малым содержанием железа.

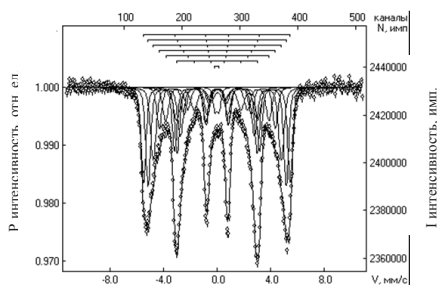


Рисунок 14 – Мессбауэровский спектр быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$

В микроструктуре быстрозакаленных чешуек после отжига при температурах выше  $500\text{ }^\circ\text{C}$  (рисунок 15 а), впервые для сплава Альни, наблюдается ячеистый (прерывистый) распад, в результате которого по границам зерен растут колонии из чередующихся пластинок  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз. Учитывая данные работы [9], мы предполагаем, что основной причиной прерывистого распада, который отсутствует в литом сплаве, является более высокая дефектность границ зерен и очень большое количество вакансий при закалке из жидкого состояния, на несколько порядков превышающее количество вакансий в структуре литого сплава.

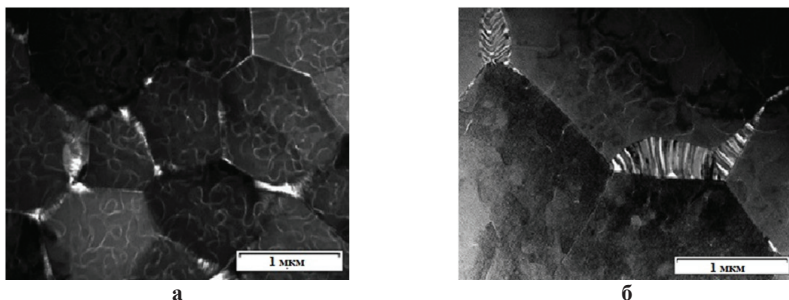


Рисунок 15 – Фотографии микроструктуры быстрозакаленных чешуек сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  отожженных при  $500\text{ }^\circ\text{C}$  (а) и  $600\text{ }^\circ\text{C}$  (б) в течение 10 минут

При повышении температуры отжига до  $600\text{ }^\circ\text{C}$  (рисунок 15 б) наблюдается постепенное исчезновение границ АФД внутри зерен, укрупнение и рост выделений  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз, образующих как зонную структуру, так и ячейки прерывистого распада.

Фотографии микроструктуры быстрозакаленного сплава, отожженного при  $700$  и  $780\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 10 минут, представлены на рисунке 16. Отжиг при  $700\text{ }^\circ\text{C}$  приводит к формированию внутри зерен периодической модулированной структуры, состоящей из удлиненных выделений  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз размером  $100\text{--}200\text{ нм}$ . После отжига при  $780\text{ }^\circ\text{C}$ , одновременно с увеличением

размера частиц обеих фаз, наблюдается их преимущественное расположение вдоль направлений  $\langle 100 \rangle$ . Кроме того, после отжигов при  $700 - 780 \text{ }^\circ\text{C}$  между зернами формируется двухслойная структура, состоящая из слоя  $\beta_2$ -фазы, окружающего каждое зерно, и прослойки из  $\beta$ -фазы, разделяющей соседние зерна.

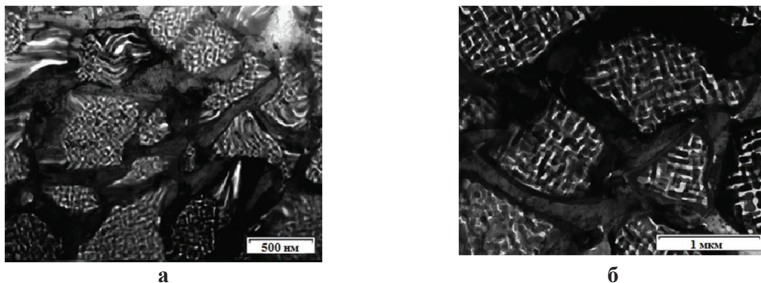


Рисунок 16 – Фотографии микроструктуры быстрозакаленного сплава, отожженного при  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  (а) и  $780 \text{ }^\circ\text{C}$  (б) в течение 10 минут

Петли гистерезиса БЗК сплава Fe-Ni-Al в исходном состоянии и после отжига при  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 10 мин (а), а также кривая Хенкеля ( $\delta_M(h)$ ) образца в высококоэрцитивном состоянии (б), представлены на рисунке 17. Коэрцитивная сила сплава после спиннингования очень низкая  $H_c = 0,4 \text{ кА/м}$  ( $5 \text{ Э}$ ), т.е. сплав находится в магнитно-мягком состоянии. В результате последующих отжигов коэрцитивная сила увеличивается и достигает максимума  $H_c = 20 \text{ кА/м}$  ( $250 \text{ Э}$ ) после отжига при  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 10 минут.

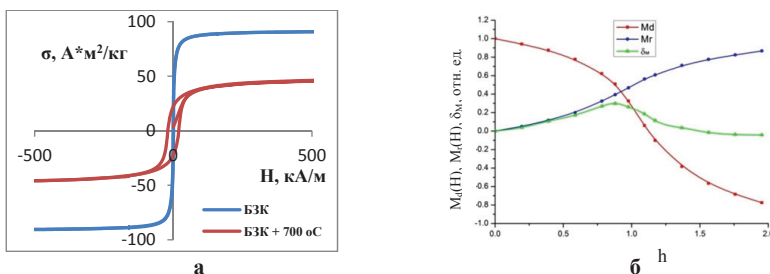


Рисунок 17 – Петли гистерезиса быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в исходном состоянии и после отжига при  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  (а); остаточные намагниченности  $M_r(H)$ , определяемые по частным кривым намагничивания, остаточные намагниченности  $M_d(H)$ , определяемые по частным кривым возврата, график Хенкеля ( $\delta_M(h)$ ) после отжига при  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  (б),  $h = H/H_c$

Относительно низкое значение коэрцитивной силы, по сравнению с высококоэрцитивными литыми образцами сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , обусловлено наличием широких слоев  $\beta$ -фазы в межзеренных промежутках и крупными размерами сильномагнитной  $\beta$ -фазы в составе модулированной структуры, превышающими критический размер однодоменности. Положительные значения  $\delta_M(h)$  свидетельствуют о том, что обменное взаимодействие между частицами  $\beta$ -фазы доминирует над дальнедействующим магнитостатическим. При данной микроструктуре сплава обменное взаимодействие между частицами сильномагнитной фазы приводит к облегчению процесса перемангничивания и уменьшению коэрцитивной силы.

Таким образом, из представленных выше результатов следует, что структурные состояния, формирующиеся в быстрозакаленном сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , заметно отличаются от структур литого сплава, однако, к сожалению, не приводят к увеличению магнитных свойств.

На рисунке 18, для сравнения, приведены фотографии периодической модулированной структуры, сформировавшейся в вышерассмотренных образцах сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , находящихся в высококоэрцитивном состоянии, которое достигалось в литых сплавах после охлаждения с критической скоростью от  $1240^\circ\text{C}$  до  $20^\circ\text{C}$  (а) и закалки из однофазной области в воде с последующим отжигом при  $780^\circ\text{C}$  (б), а также в БЗК сплава после отжига при  $700^\circ\text{C}$  (в).

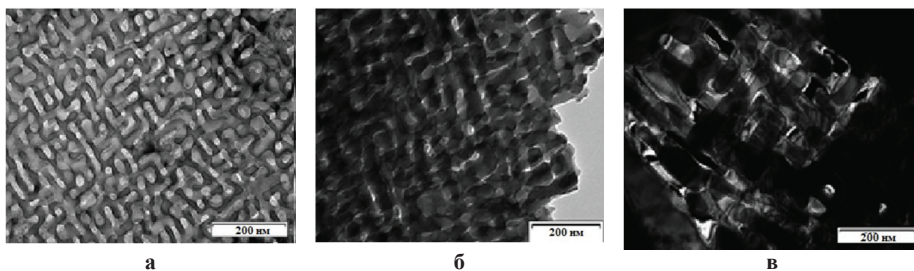


Рисунок 17 – Фотографии микроструктуры литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после охлаждения с критической скоростью (а), после закалки в воде с последующим отжигом при  $780^\circ\text{C}$  (б) и быстрозакаленного сплава, отожженного при  $700^\circ\text{C}$ , 10 минут (в)

Из представленных фотографий видно, что высококоэрцитивное состояние, как в литом, так и в быстрозакаленных сплавах  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , связано с формированием двухфазной периодической модулированной структуры. Величина коэрцитивной силы определяется размером и формой частиц сильномагнитной  $\beta$ -фазы. Размер частиц  $\beta$ -фазы в 1,5 раза больше после закалки в воде с последующим отжигом ( $H_c = 28,8 \text{ кА/м}$  ( $360 \text{ Э}$ )) и в три раза больше после закалки из расплава и отжига ( $H_c = 20 \text{ кА/м}$  ( $250 \text{ Э}$ )), по сравнению с оптимальным состоянием, полученным после охлаждения с критической скоростью ( $H_c = 51,2 \text{ кА/м}$  ( $640 \text{ Э}$ )).

В заключительном разделе главы 3 был проведен расчет параметров температурной стабильности магнитных свойств литых сплавов  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в высококоэрцитивном состоянии. Было установлено, что ТО 2 приводит к большей температурной стабильности магнитных свойств, по сравнению с ТО 1 – температурные коэффициенты индукции и коэрцитивной силы уменьшаются примерно на 30 %.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1 Методами рентгеноструктурного анализа, электронной просвечивающей микроскопии, мессбауэровской спектроскопии, термомагнитного анализа, дифференциальной сканирующей калориметрии и измерений магнитных свойств исследованы особенности фазовых превращений, закономерности структурообразования и формирования высококоэрцитивного состояния в литом и быстрозакаленном сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в процессе различных термических обработок.

2 Установлено, что формирование периодической модулированной структуры в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  при охлаждении с критической скоростью из высокотемпературной однофазной области (термообработка «сверху») проходит через стадию промежуточного распада, приводящего к падению коэрцитивной силы после закалки от 850 °С. Показано, что распад модулированной структуры, сформировавшейся при более высоких температурах, связан с резким изменением количества и состава  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз вследствие асимметричности формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al вблизи 850 °С и их дроблением по механизму «вторичного» распада. Охлаждение литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  с критической скоростью до комнатной температуры (ТО 1) приводит к формированию оптимальной модулированной структуры и получению максимального значения коэрцитивной силы  $H_c = 50,4$  кА/м (640 Э).

3 Установлено, что в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после закалки в воде из высокотемпературной однофазной области и последующего отжига (термообработка «снизу») максимальная величина коэрцитивной силы  $H_c = 28,8$  кА/м (360 Э) достигается после отжига при 780 – 800 °С (ТО 2). Соответствующая этой обработке модулированная структура характеризуется более крупными, чем после оптимальной обработки ТО 1, выделениями сильномагнитной  $\beta$ -фазы и ухудшением их магнитной изолированности, что приводит к более низкому значению коэрцитивной силы.

Показано, что термообработка ТО 2 обеспечивает более высокий уровень температурной стабильности магнитных свойств, по сравнению с ТО 1, температурные коэффициенты индукции и коэрцитивной силы уменьшаются примерно на 30 %.

4 Установлено, что механизмы и продукты распада твердого раствора в быстрозакаленном сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , полученном спиннингованием, и в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , закаленном в воде из однофазной высокотемпературной области, существенно различаются. В зернах сплава, закаленного из жидкого состояния, в отличие от литого сплава, после отжига наблюдается формирование не только зонной структуры и периодической модулированной структуры, но и реализация ячеистого распада твердого раствора, приводящего к росту по границам зерен колоний из чередующихся пластинчатых выделений  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз. После отжигов при  $700 - 780^\circ\text{C}$  между зернами формируется двухслойная структура, состоящая из слоя  $\beta_2$ -фазы, окружающего каждое зерно, и прослойки из  $\beta$ -фазы, разделяющей соседние зерна.

5 Показано, что обнаруженные в структуре быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  следы границ антифазных доменов, декорированных продуктами распада твердого раствора, сформировались в процессе кристаллизации расплава в виде неупорядоченного A2 твердого раствора и последующего превращения неупорядоченной A2 фазы в упорядоченную B2 фазу по механизму зарождения и роста зародышей. Обнаружение границ антифазных доменов в быстрозакаленном сплаве служит доказательством того, что высокотемпературный однофазный  $\beta_2$ -твердый раствор в сплавах системы Fe-Ni-Al упорядочен по типу B2.

6 Характерные размеры периодической модулированной структуры, формирующейся в быстрозакаленном сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после оптимального отжига, более чем в три раза превышают параметры модулированной структуры в литом сплаве после охлаждения с критической скоростью (термообработка ТО 1), что служит одной из причин низкого уровня коэрцитивной силы образцов быстрозакаленного сплава после отжигов, максимальная величина которой составляет  $20 \text{ кА/м}$  ( $250 \text{ Э}$ ) после отжига при  $700^\circ\text{C}$ .

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

[1] Менушенков В.П., Горшенков М.В., Савченко Е.С. Формирование структуры в сплаве Альни при охлаждении из области однофазного твердого раствора // МИТОМ. – 2014. – 11 (613). – с. 46-50 (Menushenkov V.P., Gorshenkov M.V., Savchenko E.S. Formation of Structure in an ALNI Alloy upon Cooling from the Range of Single-Phase solid solution and annealing // Metal Science and Heat Treatment. – Vol. 56. – № 11-12. – 2015. – P. 621-625)

[2] Определение параметров температурной стабильности магнитных свойств сплавов для постоянных магнитов / А.С. Перминов, Е.С. Савченко, Ю.Ф. Рябова, Савченко А.Г., В.П. Менушенков // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – № 9. – т. 80. – 2014. – с. 33-36



[3] The Effect of the Rate of Cooling from High-Temperature Single-Phase Region on the Microstructure and Magnetic Properties of AlNi Alloys / V.P. Menushenkov, M.V. Gorshenkov, E.S. Savchenko, D.G. Zhukov // *Met. Mat. Trans. A.* – 2015. – 46. – 2. – P. 656-664

[4] Peculiarities of the spinodal decomposition and magnetic properties in melt-spun Fe<sub>2</sub>NiAl alloy during aging / V.P. Menushenkov, M.V. Gorshenkov, D.G. Zhukov, E.S. Savchenko, M.V. Zheleznyi // *Mater. Lett.* – 2015. – 152. – P. 68-71

[5] Evolution of the microstructure and magnetic properties of as-cast and melt spun Fe<sub>2</sub>NiAl alloy during aging / V.P. Menushenkov, M.V. Gorshenkov, I.V. Shchetinin, A.G. Savchenko, E.S. Savchenko, D.G. Zhukov // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 390. – 2015. – P. 40-49

### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

[1] Ozan Akdogan, George C. Hadjipanayis Alnico Thin Films with High Coercivities up to 6.9 kOe // *Journal of Physics: Conference Series.* – 2010. – 200. – 072001

[2] Ozan Akdogan, Wanfeng Li, George Hadjipanayis / High coercivity of Alnico thin films: effect of Si substrate and the emergence of a novel magnetic phase // *J. Nanoparticle Res.* – 2012. – 14. – P. 891

[3] Microstructure and magnetic properties of melt-spun Alnico-5 Alloys / Konrad Löwe, Michael Dürrschnabe, Leopoldo Molina-Luna, Rajasekhar Madugundo, Bianca Frincu, Hans-Joachim Kleebe, Oliver Gutfleisch, George C. Hadjipanayis // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 2015. – 407. – P. 230-234

[4] Architecture and magnetism of alnico / L. Zhou, M.K. Miller, Ping Lu, Ligin Ke, R. Skomski, H. Dillon, Q. Xing, F. Palasyuk, M.R. McCartney, D.J. Smith, S. Constantinides, R.W. McCallum, V. Antropov, M.J. Kramer // *Acta Materialia.* – 2014. – 74. – P. 224-233

[5] Advances in Characterization of Non-Rare-Earth Permanent Magnets: Exploring Commercial Alnico Grades 5–7 and 9 / A. Palasyuk, E. Blomberg, R. Prozorov, L. Yue, M. J. Kramer, R. W. McCallum, I. E. Anderson, S. Constantinides // *Jom.* – 2013. – 65. – P. 862-869

[6] Phase and Elemental Distributions in Alnico Magnetic Materials / Q. Xing, M.K. Miller, L. Zhou, H.M. Dillon, R.W. McCallum, I.E. Anderson, S. Constantinides, M. J. Kramer // *IEEE Transactions on magnetics.* – 2013. – V. 49. – № 7. – P. 3314-3317

[7] Role of the applied Magnetic Field on the Microstructural Evolution in Alnico 8 Alloys / Lin Zhou, M.K. Miller, H.M. Dillon, A. Palasyuk, S. Constantinides, R.W. McCallum, I.E. Anderson, M. J. Kramer // *Metallurgical and materials transactions E.* – 2014

[8] Snoek J. L. Magnetic studies in the ternary system FeNiAl // *Physica* – 1939. – Vol. 6. – P. 321-331

[9] Глезер А.М., Пермякова И.Е. Нанокристаллы, закаленные из расплава. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2012