

## Структурно-фазовые превращения при деформации сплавов Fe-Co-V методом кручения под высоким давлением

© 2021

*Мурадинова Ляйсан Фанисовна*<sup>1,3</sup>, аспирант*Глезер Александр Маркович*<sup>\*1,4</sup>, доктор физико-математических наук, профессор,  
ведущий научный сотрудник*Ширшиков Станислав Олегович*<sup>1</sup>, аспирант*Щетинин Игорь Викторович*<sup>1</sup>, кандидат технических наук, доцент*Дьяконов Дмитрий Львович*<sup>2</sup>, старший научный сотрудник<sup>1</sup>Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва (Россия)<sup>2</sup>Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, Москва (Россия)

\*E-mail: a.glezer@mail.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4891-8681><sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3491-1326>

**Аннотация:** Сплавы Fe-Co относятся к классу магнитно-мягких материалов и обладают при комнатной температуре очень высоким значением намагниченности насыщения  $\sigma$ . В частности, сплав Fe-Co с эквиатомным соотношением компонентов имеет при комнатной температуре максимальное значение  $\sigma$  среди всех известных ферромагнитных материалов. К сожалению, уникальные магнитные свойства этих сплавов (особенно Fe-Co) трудно реализовать из-за их высокой хрупкости, которая обусловлена главным образом формированием в структуре дальнего атомного упорядочения по типу B2. Для повышения пластичности сплавы Fe-Co легируют ванадием, но при этом снижаются основные магнитные характеристики. В данной статье с помощью рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии и магнитометрии проанализировано влияние кручения под высоким давлением при температурах 77 и 295 К на структуру и фазовый состав магнитно-мягких сплавов  $(\text{Fe-Co})_{100-x}\text{V}_x$  ( $x=0-6,0$ ). В качестве основного структурного параметра до и после деформации анализировалась величина объемной доли  $\gamma$ -фазы в ОЦК магнитной матрице. Установлено, что пластическая деформация приводит к подавлению образования избыточной  $\gamma$ -фазы в сплавах, содержащих (3,0–6,0) % V. Показано, что исчезновение  $\gamma$ -фазы наблюдается по мере роста деформации методом кручения под высоким давлением сначала в сплавах с высоким содержанием ванадия и при деформационном воздействии при более высокой температуре (295 К). Сделано заключение, что обнаруженный эффект является следствием протекания мартенситного превращения  $\gamma \rightarrow \alpha$ , обусловленного деформацией, по аналогии с ТРИП-эффектом. Выявлено, что подавление парамагнитной  $\gamma$ -фазы ведет к заметному повышению удельной намагниченности насыщения.

**Ключевые слова:** магнитно-мягкий сплав; намагниченность насыщения; структура; парамагнитная фаза; мартенситное превращение; пластичность; мегапластическая деформация; SPD; КВД.

**Для цитирования:** Мурадинова Л.Ф., Глезер А.М., Ширшиков С.О., Щетинин И.В., Дьяконов Д.Л. Структурно-фазовые превращения при деформации сплавов Fe-Co-V методом кручения под высоким давлением // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021. № 1. С. 16–23. DOI: 10.18323/2073-5073-2021-1-16-23.

### ВВЕДЕНИЕ

Сплав Fe-Co с эквиатомным соотношением компонентов относится к классу магнитно-мягких материалов и обладает при комнатной температуре очень высоким значением намагниченности насыщения среди существующих ферромагнитных материалов [1]. Однако эффективная реализация уникальных магнитных свойств этого сплава встречает серьезные трудности из-за высокой склонности к хрупкому разрушению. Установлено, что охрупчивание обусловлено преимущественно образованием дальнего атомного упорядочения по типу B2 [2; 3]. Для повышения пластичности сплав Fe-Co легируют, как правило, ванадием. Это благоприятно сказывается на пластичности, но приводит к некоторому снижению высоких магнитных характеристик [4]. Последнее обусловлено главным образом выделением при легировании ванадием парамагнитной  $\gamma$ -фазы (ГЦК), а также снижением магнитного момента матричной  $\alpha$ -фазы Fe-Co-V [5]. В ряде работ были определены

концентрационные границы существования двухфазной области ( $\alpha+\gamma$ ) при легировании сплава Fe-Co ванадием, но полученные результаты являются достаточно противоречивыми. Так, согласно [6; 7],  $\gamma$ -фаза образуется в сплавах, содержащих более 2 ат.% V, а в соответствии с [8; 9] – при содержании более (2,5–3,0) ат.% V. В работе [10] указана очень высокая граничная концентрация ванадия (5 %), а в [11] – очень низкая (1,5 %). Подобные колебания критической концентрации связаны, очевидно, с некоторым различием в соотношении компонентов в сплавах и в режимах их предварительной термической обработки. Можно ли избежать отрицательного влияния ванадия на магнитные свойства сплава Fe-Co, сохранив при этом достаточно высокую пластичность?

В последнее время было обнаружено, что большая (мегапластическая) деформация (SPD – severe plastic deformation) способна не только эффективно влиять на размер зерна поликристаллических материалов на основе Fe, Ni и Cu и других металлов, но и существенно трансформировать их фазовый состав [12–14]. Сплавы на

основе Fe-Co также подвергались SPD [15–18], однако при этом основное внимание уделялось формированию микрозернистой структуры и ее влиянию на механические и магнитные свойства. В данной работе мы предприняли попытку воздействовать не только на структуру, но и на фазовый состав ферромагнитных сплавов Fe-Co-V, содержащих различную концентрацию ванадия, с помощью SPD при различных температурах. При легировании ванадием в тройных сплавах сохранялось эквивалентное соотношение атомов железа и кобальта.

Цель исследования – систематическое изучение влияния большой пластической деформации путем кручения под высоким давлением (КВД) на склонность к образованию в сплавах, легированных ванадием, парамагнитной  $\gamma$ -фазы, которая оказывает отрицательное влияние на ферромагнитные свойства.

## МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Сплавы  $(\text{Fe-Co})_{100-x}\text{V}_x$  ( $x=0; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0$ ) были выплавлены в вакуумной печи в виде стержней диаметром 10 мм. Далее из них были изготовлены диски толщиной 0,5 мм, которые были отожжены в атмосфере аргона при температуре 800 °С в течение 50 ч с последующим охлаждением до комнатной температуры со скоростью 100 град/час. Дискообразные образцы всех сплавов были подвергнуты пластической деформации КВД при комнатной (295 К) и криогенной (77 К) температурах при  $N=1/4, 1/2, 1, 2, 3, 4$  и 6, где  $N$  – число полных оборотов подвижной наковальни при квазигидростатическом давлении 6 ГПа и при скорости вращения подвижной наковальни 1 об/мин. Величина истинной логарифмической деформации  $e$  в процессе кручения под давлением определялась по формуле [10]

$$e = \ln \left( 1 + \left( \frac{\varphi \cdot r}{h} \right)^2 \right)^{0,5} + \ln \left( \frac{h_0}{h} \right), \quad (1)$$

где  $\varphi$  – угол поворота подвижной наковальни;  
 $r$  и  $h$  – соответственно радиус и высота образца в виде диска.

Значение  $e$  в соответствии с (1) варьировалось в пределах 5–9.

Рентгеноструктурный анализ образцов до и после SPD проводился на дифрактометре Rigaku Ultima IV с использованием излучения  $\text{CoK}\alpha$  и графитового монохроматора. Дифрактограммы снимались по методу Брегга – Брентано в интервале углов 30–125° с шагом 0,1°. Анализ дифрактограмм проводился с использованием модифицированного метода Ритвелда. В качестве структурного параметра до и после деформации определялось значение объемной доли  $\gamma$ -фазы  $C_\gamma$ . Полученные рентгенограммы обрабатывались с помощью программы Rigaku PDXL (Фирма “Rigaku Corp.”, Япония) [19], в которой учитывались фактор Дебая – Уэллера, поляризационный фактор Лоренца, а также кристаллографическая текстура. Ошибка в определении

объемной доли  $\gamma$ -фазы не превышала 5 %. Минимальное ненулевое значение  $C_\gamma$  составляло 1 об.%.

Электронно-микроскопические исследования проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEM 1400 при ускоряющем напряжении 120 кВ с применением методики темного поля высокого разрешения. Измерение удельной намагниченности насыщения  $\sigma$  осуществлялось при комнатной температуре. В экспериментах использовался вибрационный магнитометр VSM-250. Напряженность постоянного магнитного поля изменялась в пределах 80–640 кА/м с минимальным шагом 0,8 А/м. Калибровка прибора была проведена по эталонному образцу чистого никеля. Для исследований отбирались практически идеально круглые образцы, лишенные трещин. Значения  $\sigma$  усреднялись по результатам измерений четырех различных образцов для каждого режима деформации. Ошибка в измерении значения  $\sigma$  не превышала 3 %.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 а представлена зависимость объемной доли  $\gamma$ -фазы  $C_\gamma$  от концентрации ванадия в исходном (до деформации) состоянии изученных сплавов. В сплавах Fe-Co и Fe-Co-1,5%V  $\gamma$ -фазы не обнаружено. При более высоких концентрациях ванадия наблюдается плавный рост значения  $C_\gamma$  от 2,0 до 6,7 об.% по мере роста содержания ванадия от 3,0 до 6,0 % соответственно. После деформационной обработки методом кручения под высоким давлением при 295 К характер зависимости  $C_\gamma$  (% V) существенно изменяется (рис. 1 б–г). Наблюдается эффект подавления образования  $\gamma$ -фазы в сплавах с высоким содержанием ванадия. Эффект выражен тем больше, чем выше величина деформации при НРТ (High Pressure Torsion). Если после  $N=0,5$   $\gamma$ -фаза не наблюдается только в сплаве с 6,0 % V, то после  $N=1$  она не обнаруживается уже в двух сплавах с 6,0 и 4,5 % V. Наконец, после  $N=2$   $\gamma$ -фаза отсутствует в трех сплавах с 6,0, 4,5 и 3,0 % V. Значения  $C_\gamma$  в изученных сплавах после деформации варьируются в пределах 3–4 об.%.

На рис. 2 представлена зависимость максимальной концентрации ванадия в изученных сплавах Fe-Co-V, для которых зафиксирована  $\gamma$ -фаза, от величины деформации  $N$  в процессе кручения под давлением при различных температурах (%  $V_{\text{max}}$ ). Отмечается четкая закономерность: чем больше величина деформации, тем ниже значение %  $V_{\text{max}}$ . Наблюдающиеся на рис. 2 зависимости свидетельствуют о том, что кручение при комнатной температуре более эффективно снижает значение %  $V_{\text{max}}$ , нежели деформация при криогенной температуре.

На рис. 3 представлены типичные электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава Fe-Co-4,5%V в исходном состоянии (до деформации) (рис. 3 а–с) и после НРТ ( $N=1$ ) при 77 К (рис. 3 д). Аналогичный характер структуры наблюдался в исходном состоянии сплавов с (3,0–6,0) % V. Тонкие прослойки  $\gamma$ -фазы располагаются, как правило, между пластинами пакетного мартенсита  $\alpha$ -фазы (рис. 3 б, рис. 3 с). После кручения вне зависимости от температуры и величины деформации  $\gamma$ -фаза не наблюдалась либо наблюдалась

в виде наночастиц размером 10–50 нм, имеющих сферическую или вытянутую форму (рис. 3 d). На основании рентгеновских и электронно-микроскопических данных средний размер наночастиц  $\gamma$ -фазы увеличивался от 10 до 50 нм по мере роста концентрации ванадия в сплаве соответственно от 3,0 до 6,0 %.

На рис. 4 представлены результаты измерений удельной намагниченности насыщения  $\sigma$  для сплавов

Fe-Co и Fe-Co-6,0%V в зависимости от  $N$  (от величины деформации  $\epsilon$ ) после кручения под давлением при комнатной температуре. Если значение  $\sigma$  для бинарного сплава Fe-Co практически не меняется со значением  $N$  (слегка снижается), то в сплаве, легированном 6,0 % V, по мере роста пластической деформации наблюдается заметный рост  $\sigma$  (примерно на 15 %). Как следствие, значение  $\sigma$  для тройного сплава с 6,0 % V после кручения

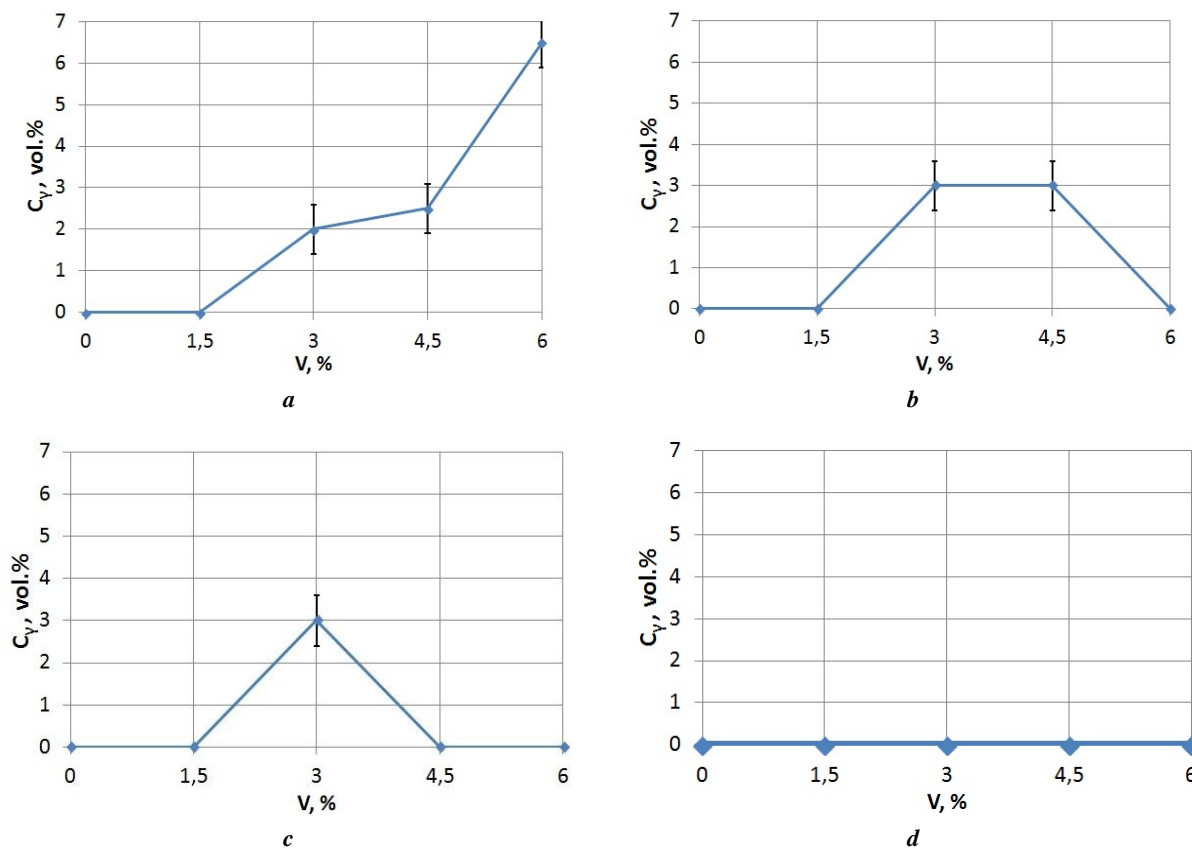


Рис. 1. Зависимость объемной доли  $\gamma$ -фазы  $C_\gamma$  от содержания ванадия в сплавах Fe-Co-V до КВД (a) и после КВД при 295 K:  $N=0,5$  (b);  $N=1,0$  (c);  $N=2,0$  (d)

Fig. 1. The dependence of  $\gamma$ -phase  $C_\gamma$  volume ratio on vanadium content in the Fe-Co-V alloys before HPT (a) and after HPT at 295 K:  $N=0.5$  (b);  $N=1.0$  (c);  $N=2.0$  (d)

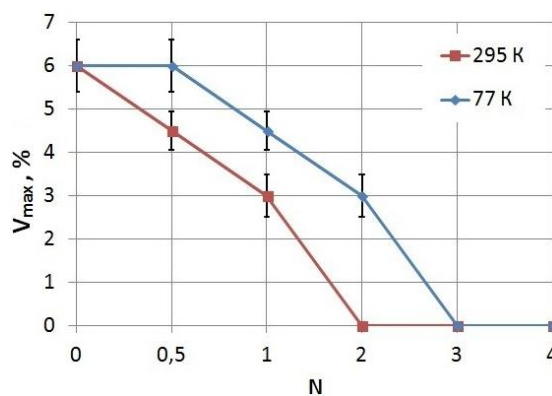
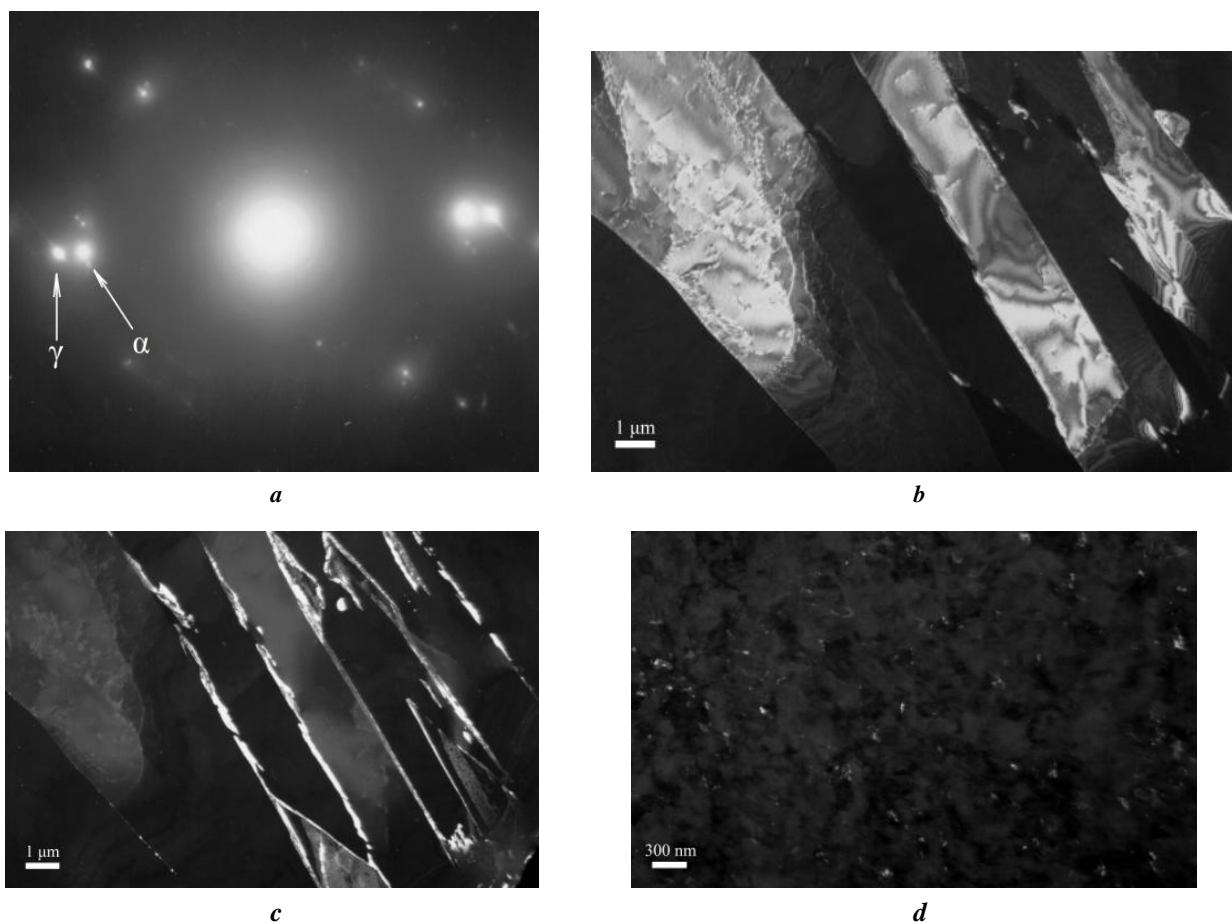
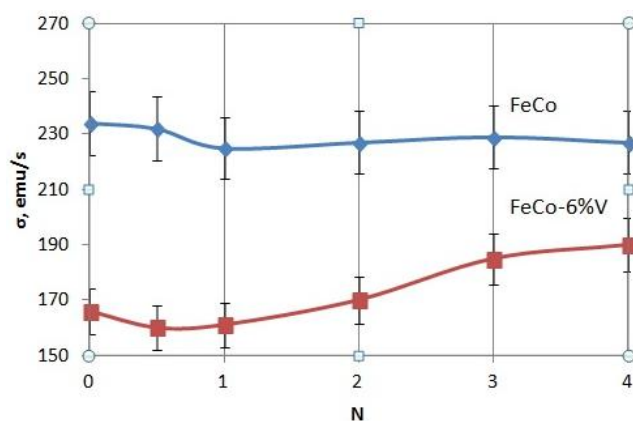


Рис. 2. Зависимость максимального содержания ванадия в сплаве, где наблюдается  $\gamma$ -фаза, от значения  $N$  при 77 и 295 K

Fig. 2. The dependence of maximal content of vanadium in the alloy with  $\gamma$ -phase on the value  $N$  at 77 and 295 K



**Рис. 3.** Структура сплава Fe-Co-4,5%V до КВД (а-с) и после КВД ( $N=1$ ; 77 K) (d):  
 а – микроэлектроннограмма; б – темное поле в рефлексе  $\alpha$ -фазы; в, d – темное поле в рефлексе  $\gamma$ -фазы  
**Fig. 3.** The structure of Fe-Co-4.5%V alloy before HPT (a-c) and after HPT ( $N=1$ ; 77 K) (d):  
 a – micro-electron-diffraction pattern; b – dark field in the  $\alpha$ -phase reflection; c, d – dark field in the  $\gamma$ -phase reflection



**Рис. 4.** Зависимость удельной намагниченности насыщения  $\sigma$  от величины  $N$  (295 K) для сплавов Fe-Co и Fe-Co-6%V  
**Fig. 4.** The dependence of specific saturation magnetization  $\sigma$  on the value  $N$  (295 K) for the Fe-Co and Fe-Co-6%V alloys

под давлением ( $N=4$ ) заметно приближается к аналогичной характеристике  $\sigma$  бинарного сплава Fe-Co. В результате разницы значений  $\sigma$ , сокращается примерно в два раза (рис. 4).

Итак, мы видим, что кручение под высоким давлением приводит к снижению объемной доли избыточной  $\gamma$ -фазы в структуре сплавов Fe-Co-(3,0–6,0)%V по мере роста величины деформации. После  $N \geq 2$  при 295 К и после  $N \geq 3$  при 77 К выделение  $\gamma$ -фазы в изученных сплавах полностью подавляется вне зависимости от содержания ванадия (рис. 2).

Хорошо известно, что в сплавах Fe-Co-V при охлаждении в области высоких температур (750–900 °С) наблюдается полиморфное превращение  $\gamma$ (ГЦК)  $\rightarrow$   $\alpha$ (ОЦК), которое происходит по диффузионному механизму при % V < 2,0 и по мартенситному механизму при % V  $\geq$  2,0 [1]. В последнем случае во всем объеме сплава образуется пакетный мартенсит, и лишь затем в процессе последующего медленного охлаждения на границах мартенситных кристаллов и фрагментов формируется избыточная  $\gamma$ -фаза. Результаты электронно-микроскопических исследований, представленные на рис. 3 а–с, подтверждают эти закономерности. Следует отметить, что состав высокотемпературной  $\gamma$ -фазы соответствует содержанию основных компонентов сплава, в то время как избыточная  $\gamma$ -фаза, наблюдающаяся при комнатной температуре в сплавах с (3,0–6,0) % V, существенно обогащена атомами ванадия. По данным работы [20] избыточная  $\gamma$ -фаза в сплаве Fe-Co-2,0%V обогащена кобальтом и ванадием (65 % Co и 22 % V) и не претерпевает низкотемпературного фазового превращения  $\gamma \rightarrow \alpha$  при охлаждении до температуры 77 К. В сплавах с (3,0–6,0) % V, содержащих избыточную  $\gamma$ -фазу, при малых значениях  $N$  в процессе деформации при 295 и 77 К отмечается заметное изменение ее морфологии. Наблюдаются однородно распределенные в объеме  $\alpha$ -фазы наночастицы, средний размер которых изменяется по мере роста содержания ванадия и в зависимости от температуры деформации (рис. 3 d).

Полное исчезновение в структуре частиц  $\gamma$ -фазы (рис. 2) связано, скорее всего, с протеканием в процессе пластической деформации мартенситного превращения  $\gamma \rightarrow \alpha$ . Эффект появления при пластической деформации мартенситных фаз, которые не образуются в процессе термической обработки, связан с расширением температурного интервала мартенситных превращений под действием пластических деформаций [21]. В нашем случае речь идет о больших (мегапластических) деформациях. Причина этого явления заключается в том, что деформация приводит к заметному увеличению термодинамического стимула мартенситного превращения при относительно низких температурах [22].

Смещение мартенситной точки  $T_M$  при приложении эффективных внешних напряжений  $\sigma(e)$  можно описать уравнением Клайперона:

$$\frac{dT_M}{d\sigma} = \varepsilon_0 \left( \frac{VT_0}{\Delta H} \right), \quad (2)$$

где  $\varepsilon_0$  – собственная деформация превращения;  
V – объем грамм-моля вещества;

$T_0$  – температура термодинамического равновесия  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фаз;

$\Delta H$  – изменение энтальпии превращения.

Так как все величины, входящие в правую часть уравнения (2), в первом приближении постоянны, количество мартенситной фазы при заданной температуре линейно растет с ростом критического напряжения  $\sigma_{cr}(e_{cr})$ , соответствующего протеканию мартенситного превращения при пластической деформации.

При  $N(e_{cr}) \geq 2$  все наночастицы  $\gamma$ -фазы в нашем случае претерпели мартенситное превращение  $\gamma \rightarrow \alpha$  в процессе КВД при 295 К и при  $N(e_{cr}) \geq 3$  – при температуре 77 К. Более эффективное влияние кручения под давлением при комнатной температуре по сравнению с КВД при 77 К свидетельствует о том, что при мартенситном  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращении определенную роль могут играть термически активируемые процессы. Аналогичный результат был получен нами ранее при изучении мартенситного превращения  $\alpha \rightarrow \omega$  в  $\alpha$ -Ti в процессе кручения при различных температурах [23]. Образование мартенситной  $\omega$ -фазы наблюдалось на более ранних стадиях деформации при 295 К по сравнению с деформацией при 77 К.

Обнаруженное нами мартенситное превращение  $\gamma \rightarrow \alpha$  при больших пластических деформациях в сплавах Fe-Co-(3,0–6,0)%V по существу аналогично активации ТРИП-эффекта (мартенситного превращения, обусловленного пластической деформацией [24]). Отличие состоит лишь в том, что мартенситное превращение вызвано не обычной, а мегапластической деформацией.

Интересной особенностью обнаруженного нами эффекта является то, что подавление  $\gamma$ -фазы по мере роста величины деформации  $N(e)$  сначала происходит в сплаве с высоким содержанием V (6 %) при  $N \geq 0,5$  (295 К) и  $N \geq 1,0$  (77 К) (рис. 2). Далее по мере роста  $N(e)$  предельное содержание ванадия в сплаве, где еще наблюдается существование  $\gamma$ -фазы, линейно снижается (рис. 2).

Подобный эффект может быть объяснен следующими причинами:

1. По мере роста содержания ванадия в сплаве заметно растет относительное содержание ванадия в  $\gamma$ -фазе [20]. Соответственно, по мере роста % V может снижаться критическое напряжение  $\sigma_{cr}$  и, следовательно, величина деформации  $e_{cr}$ , при которой происходит мартенситное превращение, стимулированное деформацией.

2. Средний размер частиц  $\gamma$ -фазы при кручении под давлением до мартенситного превращения  $\gamma \rightarrow \alpha$  (рис. 3 d), как мы установили, заметно растет от 10 до 50 нм по мере увеличения % V в сплаве. Как известно, существует размерный эффект, при котором стимул к мартенситному превращению в наночастицах существенно снижается по мере снижения размера частиц исходной фазы [25]:

$$M = M_0 - K_M d_{av}^{-1/2}, \quad (3)$$

где  $M$  – доля превращенного объема при мартенситном превращении;

$M_0 = K_I(T^* - T_d)$ ,

где  $T^*$  – температура термодинамического равновесия  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фаз;  $T_d$  – температура деформации;

$d_{av}$  – средний размер частиц  $\gamma$ -фазы;

$K_M$  и  $K_I$  – константы.

В нашем случае подобный эффект, описываемый уравнением (3), может приводить к относительной стабилизации частиц  $\gamma$ -фазы с меньшим размером  $d_{av}$  в сплавах с более низким содержанием ванадия.

Эффект подавления образования  $\gamma$ -фазы под воздействием мегапластической деформации наглядно подтверждается характером изменения удельной намагниченности насыщения  $\sigma$  (рис. 4). Поскольку  $\gamma$ -фаза имеет парамагнитную природу [26], ее исчезновение в сплавах с (3,0–6,0) % V приводит к заметному росту значения  $\sigma$  и, как следствие, к повышению эффективности их применения в качестве высокопрочных магнитно-мягких материалов с высокой магнитной индукцией. При этом оптимальный режим термической обработки, не приводящий к повторному появлению в структуре  $\gamma$ -фазы, по-видимому, может исключить нежелательный рост коэрцитивной силы, наблюдающийся под воздействием кручения под давлением.

В рамках обсуждения полученных результатов мы должны рассмотреть еще один фактор, который может повлиять на структурное состояние сплавов при воздействии НРТ. Этим фактором является высокое гидростатическое давление (6 ГПа), которое в нашем случае воздействует на образец в процессе кручения в камере Бриджмена. В соответствии с [22] после преобразования уравнения (2) имеем

$$\Delta T_0(\sigma_{hs}) = \frac{T_0(0)}{q\sigma_{hs}\left(\frac{\Delta v}{v}\right)}, \quad (4)$$

где  $T_0(\sigma_{hs})$  – изменение температуры фазового превращения при переходе менее плотной  $\alpha$ -фазы в более плотную  $\gamma$ -фазу под воздействием гидростатического напряжения  $\sigma_{hs}$ ;

$T_0(0)$  – температура превращения при отсутствии гидростатического давления;

$q$  – теплота фазового перехода;

$\Delta v/v$  – относительное изменение удельного объема  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фаз.

Иными словами, высокое гидростатическое давление должно в принципе стимулировать образование (снижать значение  $T_0$ ) более плотной  $\gamma$ -фазы, что, однако, не наблюдалось в наших экспериментах. Исходя из измеренных нами рентгеновским методом значений параметров решетки  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фаз в изученных сплавах Fe-Co-V, имеем  $\Delta v/v \approx 0,06$ . По существу это означает, что в соответствии с выражением (4) и с учетом реальных значений  $q$  и  $\sigma_{hs}$  [1; 12] эффекты стабилизации  $\gamma$ -фазы под воздействием гидростатического давления 6 ГПа в наших экспериментах невелики ( $\Delta T_0 \leq 10$  К), и ими можно пренебречь.

## ВЫВОДЫ

1. Установлено, что кручение под высоким давлением (КВД) при температурах 77 и 295 К приводит к исчезновению избыточной  $\gamma$ -фазы в магнитно-мягких сплавах Fe-Co-V, содержащих (3,0–6,0) % V.

2. Показано, что обнаруженный эффект, скорее всего, является следствием активации при КВД мартен-

ситного превращения  $\gamma \rightarrow \alpha$  по аналогии с ТРИП-эффектом.

3. Обнаружено, что полное исчезновение  $\gamma$ -фазы происходит по мере роста величины деформации при КВД сначала в сплавах с высоким содержанием ванадия и под воздействием КВД при 295 К.

4. Установлено, что эффект подавления парамагнитной  $\gamma$ -фазы в изученных сплавах сопровождается заметным повышением удельной намагниченности насыщения.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sourmail T. Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties // *Progress in Materials Science*. 2005. Vol. 50. № 7. P. 816–860.
2. Nabi B., Helbert A.L., Brisset F., Andre G., Waeckerle T., Baudin T. Effect of recrystallization and degree of order on the magnetic and mechanical properties of soft magnetic FeCo-2V alloy // *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*. 2013. Vol. 578. P. 215–221.
3. Turk C., Leitner H., Kellezi G., Clemens H., Gan W.M., Staron P., Primig S. Impact of the B2 ordering behavior on the mechanical properties of a FeCoMo alloy // *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*. 2016. Vol. 662. P. 511–518.
4. Glezer A.M., Muradimova L.F., Shirshikov S.O., Shchetinin I.V., D'yakonov D.L., Tomchuk A.A. Effect of large plastic deformations in Bridgman chamber on the structure and properties of FeCo-V alloys // *Bulletin of the Russian Academy Sciences: Physics*. 2019. Vol. 83. № 10. P. 1250–1260.
5. Hasani S., Shafyei A., Shamanian M., Behjati P., Mostaan H., Juuti T., Szpunar J. Correlation Between Magnetic Properties and Allotropic Phase Transition of Fe-Co-V alloy // *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. 2015. Vol. 28. № 8. P. 1055–1058.
6. Ashby J.A., Flower H.M., Rawlings R.D. Gamma phase in an Fe-Co-2%V alloy // *Metal Science*. 1977. Vol. 11. № 3. P. 91–96.
7. Pitt C.D., Rawlings R.D. Microstructure of Fe-Co-2V and Fe-Co-V-Ni alloys containing 1.8–7.4 wt.% Ni // *Metal Science*. 1981. Vol. 15. P. 369–376.
8. Mahajan S., Pinnel M.R., Bennet J.E. Influence of heat treatments on microstructures in an Fe-Co-V alloy // *Metall Trans*. 1974. Vol. 5. № 6. P. 1263–1272.
9. Bennet J.E., Pinnel M.R. Aspects of phase equilibria in Fe/Co/2.5 to 3.0% V alloys // *Journal of Materials Science*. 1974. Vol. 9. № 7. P. 1083–1090.
10. Fiedler H.S., Davies A.M. The formation of gamma phase in Vanadium Permendur // *Metallurgical Transactions*. 1970. Vol. 1. № 4. P. 1036–1037.
11. Foster W., Schmid H. Iron-Cobalt-Vanadium Ternary System. Part I // *Archiv Eisenhüttenw*. 1955. Vol. 10. P. 345–353.
12. Glezer A.M., Sundeev R.V. General view of severe plastic deformation in solid state // *Materials Letters*. 2015. Vol. 139. P. 455–457.
13. Shabashov V., Sagaradze V., Kozlov K., Ustyugov Y. Atomic Order and Submicrostructure in Iron Alloys at

- Megaplastic Deformation // *Metals*. 2018. Vol. 8. № 12. P. 995–1018.
14. Straumal B.B., Pontikis V., Kilmametov A.R., Mazilkin A.A., Dobatkin S.V., Baretzky B. Competition between precipitation and dissolution in Cu–Ag alloys under high pressure torsion // *Acta Materialia*. 2017. Vol. 122. P. 60–71.
  15. Susan D.F., Jozaghi T., Karaman I., Rodelas J.M. Equal channel angular extrusion for bulk processing of Fe-Co-2V soft magnetic alloys. Part I: Processing and mechanical properties // *Journal of Materials Research*. 2018. Vol. 33. № 15. P. 2168–2175.
  16. Poudyal N., Rong C., Zhang Y., Wang D., Kramer M.J., Hebert R.J., Ping Liu J. Self-nanoscaling in FeCo alloys prepared via severe plastic deformation // *Journal of Alloys and Compounds*. 2012. Vol. 521. P. 55–59.
  17. Wu L.-Z., Chen J., Du Z.-Z., Wang J.-T. Microstructures of ultra-fine grained FeCoV alloys processed by ECAP plus cold rolling and their evolutions during tempering // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010. Vol. 20. № 4. P. 602–606.
  18. Scheriau S., Rumpf K., Kleber S., Pippin R. Tailoring the Magnetic Properties of Ferritic Alloys by HPT // *Materials Science Forum*. 2008. Vol. 584-586. P. 923–928.
  19. Advanced integrated X-ray powder diffraction suite PDXL 2 // *Rigaku Journal*. 2012. Vol. 28. № 1. P. 29–30.
  20. Pitt C.D., Rawlings R.D. Microstructure of Fe-Co-2V and Fe-Co-V-Ni alloys containing 1.8-7.4 wt-% Ni // *Metal Science*. 1981. Vol. 15. № 8. P. 369–376.
  21. Kakeshita T., Saburi T., Kindo Sh., Endo K. Effect of Magnetic Field and Hydrostatic Pressure on Martensitic Transformation and Its Kinetics // *Japanese Journal of Applied Physics*. Part 1: Regular papers and short notes and review papers. 1997. Vol. 36. № 12. P. 7083–7091.
  22. Roitburd A.L., Kurdyumov G.V. The nature of the martensitic transformation // *Materials Science and Engineering*. 1979. Vol. 39. № 2. P. 141–167.
  23. Shurygina N.A., Cheretaeva A.O., Glezer A.M., D'yakonov D.L., Shchetinin I.V., Sundeev R.V., Tomchuk A.A., Muradimova L.F. Effect of the Temperature of Megaplastic Deformation in a Bridgman Chamber on the Formation of Structures and the Physicochemical Properties of Titanium (BT1-0) // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2018. Vol. 82. № 9. P. 1113–1124.
  24. Waitz T., Tsuchiya K., Antretter T., Fischer F.D. Phase Transformations of Nanocrystalline Martensitic Materials // *MRS Bulletin*. 2009. Vol. 34. № 11. P. 814–823.
  25. Glezer A.M., Blinova E.N., Pozdnyakov V.A., Shelyakov A.V. Martensite Transformation in Nanoparticles and Nanomaterials // *Journal of Nanoparticle Research*. 2003. Vol. 5. № 5-6. P. 551–560.
  26. Persiano A.I.C., Rawlings R.D. A Mössbauer Investigation of Equiatomic FeCo with Vanadium and Niobium Additions // *Physica Status Solidi (a)*. 1987. Vol. 103. № 2. P. 547–556.
  2. Nabi B., Helbert A.L., Brisset F., Andre G., Waeckerle T., Baudin T. Effect of recrystallization and degree of order on the magnetic and mechanical properties of soft magnetic FeCo-2V alloy. *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*, 2013, vol. 578, pp. 215–221.
  3. Turk C., Leitner H., Kellezi G., Clemens H., Gan W.M., Staron P., Primig S. Impact of the B2 ordering behavior on the mechanical properties of a FeCoMo alloy. *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*, 2016, vol. 662, pp. 511–518.
  4. Glezer A.M., Muradimova L.F., Shirshikov S.O., Shchetinin I.V., D'yakonov D.L., Tomchuk A.A. Effect of large plastic deformations in Bridgman chamber on the structure and properties of FeCo-V alloys. *Bulletin of the Russian Academy Sciences: Physics*, 2019, vol. 83, no. 10, pp. 1250–1260.
  5. Hasani S., Shafyei A., Shamanian M., Behjati P., Mostaan H., Juuti T., Szpunar J. Correlation Between Magnetic Properties and Allotropic Phase Transition of Fe-Co-V alloy. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2015, vol. 28, no. 8, pp. 1055–1058.
  6. Ashby J.A., Flower H.M., Rawlings R.D. Gamma phase in an Fe-Co-2%V alloy. *Metal Science*, 1977, vol. 11, no. 3, pp. 91–96.
  7. Pitt C.D., Rawlings R.D. Microstructure of Fe-Co-2V and Fe-Co-V-Ni alloys containing 1.8–7.4 wt.% Ni. *Metal Science*, 1981, vol. 15, pp. 369–376.
  8. Mahajan S., Pinnel M.R., Bennet J.E. Influence of heat treatments on microstructures in an Fe-Co-V alloy. *Metal Trans*, 1974, vol. 5, no. 6, pp. 1263–1272.
  9. Bennet J.E., Pinnel M.R. Aspects of phase equilibria in Fe/Co/2.5 to 3.0% V alloys. *Journal of Materials Science*, 1974, vol. 9, no. 7, pp. 1083–1090.
  10. Fiedler H.S., Davies A.M. The formation of gamma phase in Vanadium Permendur. *Metallurgical Transactions*, 1970, vol. 1, no. 4, pp. 1036–1037.
  11. Foster W., Schmid H. Iron-Cobalt-Vanadium Ternary System. Part I. *Archiv Eisenhüttenw*, 1955, vol. 10, pp. 345–353.
  12. Glezer A.M., Sundeev R.V. General view of severe plastic deformation in solid state. *Materials Letters*, 2015, vol. 139, pp. 455–457.
  13. Shabashov V., Sagaradze V., Kozlov K., Ustyugov Y. Atomic Order and Submicrostructure in Iron Alloys at Megaplastic Deformation. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 12, pp. 995–1018.
  14. Straumal B.B., Pontikis V., Kilmametov A.R., Mazilkin A.A., Dobatkin S.V., Baretzky B. Competition between precipitation and dissolution in Cu–Ag alloys under high pressure torsion. *Acta Materialia*, 2017, vol. 122, pp. 60–71.
  15. Susan D.F., Jozaghi T., Karaman I., Rodelas J.M. Equal channel angular extrusion for bulk processing of Fe-Co-2V soft magnetic alloys. Part I: Processing and mechanical properties. *Journal of Materials Research*, 2018, vol. 33, no. 15, pp. 2168–2175.
  16. Poudyal N., Rong C., Zhang Y., Wang D., Kramer M.J., Hebert R.J., Ping Liu J. Self-nanoscaling in FeCo alloys prepared via severe plastic deformation. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, vol. 521, pp. 55–59.

## REFERENCES

1. Sourmail T. Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties. *Progress in Materials Science*, 2005, vol. 50, no. 7, pp. 816–860.

17. Wu L.-Z., Chen J., Du Z.-Z., Wang J.-T. Microstructures of ultra-fine grained FeCoV alloys processed by ECAP plus cold rolling and their evolutions during tempering. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, vol. 20, no. 4, pp. 602–606.
18. Scheriau S., Rumpf K., Kleber S., Pippin R. Tailoring the Magnetic Properties of Ferritic Alloys by HPT. *Materials Science Forum*, 2008, vol. 584-586, pp. 923–928.
19. Advanced integrated X-ray powder diffraction suite PDXL 2. *Rigaku Journal*, 2012, vol. 28, no. 1, pp. 29–30.
20. Pitt C.D., Rawlings R.D. Microstructure of Fe-Co-2V and Fe-Co-V-Ni alloys containing 1.8-7.4 wt-%Ni. *Metal Science*, 1981, vol. 15, no. 8, pp. 369–376.
21. Kakeshita T., Saburi T., Kindo Sh., Endo K. Effect of Magnetic Field and Hydrostatic Pressure on Martensitic Transformation and Its Kinetics. *Japanese Journal of Applied Physics. Part 1: Regular papers and short notes and review papers*, 1997, vol. 36, no. 12, pp. 7083–7091.
22. Roitburd A.L., Kurdyumov G.V. The nature of the martensitic transformation. *Materials Science and Engineering*, 1979, vol. 39, no. 2, pp. 141–167.
23. Shurygina N.A., Cheretaeva A.O., Glezer A.M., D'yakonov D.L., Shchetinin I.V., Sundeev R.V., Tomchuk A.A., Muradimova L.F. Effect of the Temperature of Megaplastic Deformation in a Bridgman Chamber on the Formation of Structures and the Physicochemical Properties of Titanium (BT1-0). *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2018, vol. 82, no. 9, pp. 1113–1124.
24. Waitz T., Tsuchiya K., Antretter T., Fischer F.D. Phase Transformations of Nanocrystalline Martensitic Materials. *MRS Bulletin*, 2009, vol. 34, no. 11, pp. 814–823.
25. Glezer A.M., Blinova E.N., Pozdnyakov V.A., Shelyakov A.V. Martensite Transformation in Nanoparticles and Nanomaterials. *Journal of Nanoparticle Research*, 2003, vol. 5, no. 5-6, pp. 551–560.
26. Persiano A.I.C., Rawlings R.D. A Mössbauer Investigation of Equiatomic FeCo with Vanadium and Niobium Additions. *Physica Status Solidi (a)*, 1987, vol. 103, no. 2, pp. 547–556.

## Structural phase transformations during deformation Of Fe-Co-V alloys using the high-pressure torsion method

© 2021

*Lyaisan F. Muradimova*<sup>1,3</sup>, postgraduate student

*Aleksandr M. Glezer*<sup>\*1,4</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, leading researcher

*Stanislav O. Shirshikov*<sup>1</sup>, postgraduate student

*Igor V. Shchetinin*<sup>1</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor

*Dmitriy L. Dyakonov*<sup>2</sup>, senior researcher

<sup>1</sup>National University of Science and Technology MISIS, Moscow (Russia)

<sup>2</sup>I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, Moscow (Russia)

\*E-mail: a.glezer@mail.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4891-8681>

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3491-1326>

**Abstract:** Fe-Co alloys belong to the soft magnetic materials and have an extremely high value of saturation magnetization  $\sigma$  at room temperature. In particular, Fe-Co alloy with the equiatomic ratio of components at room temperature has the maximal  $\sigma$  value among all known ferromagnetic materials. Unfortunately, it is hard to reproduce the unique magnetic properties of these alloys (especially Fe-Co alloys) due to their high fragility caused mainly by the formation of far atomic ordering according to B2 type in the structure. Adding vanadium to the Fe-Co alloys increases plasticity, but it reduces basic magnetic characteristics. In this paper, using the X-ray structural analysis, transmission scanning microscopy, and magnetometry, the authors analyzed the influence of high-pressure torsion at the temperatures of 77 and 295 K on the structure and phase composition of soft magnetic alloys (Fe-Co)<sub>100-x</sub>V<sub>x</sub> ( $x=0-6.0$ ). As the principal structural parameter before and after deformation, the authors analyzed the magnitude of  $\gamma$ -phase volume ratio in the BCC magnetic matrix. The study identified that plastic deformation causes the suppression of formation of excessive  $\gamma$ -phase in alloys containing (3.0–6.0) % V. The study shows that the loss of  $\gamma$ -phase is observed with the increase of high-pressure torsion deformation firstly in the alloys with the high vanadium proportion and at the deformation effect at higher temperature (295 K). The authors conclude that the detected effect is a consequence of  $\gamma \rightarrow \alpha$  martensite transformation caused by deformation by analogy to TRIP-effect. The study identified that the suppression of paramagnetic  $\gamma$ -phase leads to a noticeable increase in the specific saturation magnetization.

**Keywords:** soft magnetic alloy; saturation magnetization; structure; paramagnetic phase; martensite transformation; plasticity; severe plastic deformation; SPD; HPT (high-pressure torsion).

**For citation:** Muradimova L.F., Glezer A.M., Shirshikov S.O., Shchetinin I.V., Dyakonov D.L. Structural phase transformations during deformation of Fe-Co-V alloys using the high-pressure torsion method. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 1, pp. 16–23. DOI: 10.18323/2073-5073-2021-1-16-23.