

05  
**Аномальная электропроводность и намагниченность в сплавах системы Fe–Cr–Ni аустенитно-мартенситного класса**

© Е.А. Протасов, В.Н. Петровский, В.Д. Миронов

Национальный исследовательский ядерный университет „МИФИ“,  
 115409 Москва, Россия  
 e-mail: protasovea@mail.ru

(Поступило в Редакцию 12 апреля 2018 г.)

Проведены измерения температурной зависимости удельного электросопротивления и намагниченности специальной стали аустенитно-мартенситного класса Fe–Cr–Ni в широком температурном интервале (77–1100 К). Обнаружено, что при температурах (77–170) К удельное сопротивление материала практически не изменяется; при дальнейшем возрастании температуры происходит довольно резкое увеличение сопротивления, которое возможно является следствием разрушения порядка. Кроме того, при температуре 910 К наблюдается аномальное поведение сопротивления с исчезновением спонтанной намагниченности, которое связывается с фазовым переходом ферромагнетик–парамагнетик. Сравнение измеренной зависимости  $\rho(T)$  с аналогичной зависимостью для образцов аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T не обнаружило особенностей, характерных для стали Fe–Cr–Ni.

DOI: 10.21883/JTF.2019.02.47070.148-18

**Введение**

Получение функциональных материалов с заранее заданными физическими характеристиками является важной задачей развития современного материаловедения. Такие материалы после проведения соответствующей обработки (как правило, термической) обладают высокими динамическими магнитными характеристиками, что позволяет использовать их для изготовления деталей специальной техники. В частности, для электротехнической промышленности важной задачей является создание материалов с управляемыми магнитными свойствами. В первую очередь это относится к стали аустенитно-мартенситного класса Fe–Cr–Ni. Этот сплав имеет в своей структуре 100% фазу мартенсита [1].

В работе [2] с помощью магнитооптического эффекта Фарадея были проведены прецизионные исследования распределения намагниченности в сталях аустенитно-мартенситного класса, обработанных излучением лазера. Электронно-микроскопические исследования подтвердили наличие фазового перехода в области, обработанной лазерным излучением, которое локальным образом изменяет фазовый состав металла с мартенситного на аустенитный при нагреве до температуры фазового перехода, а следовательно, и локально изменяет ферромагнитные свойства материала на парамагнитные. Однако в этой работе измерения  $\rho(T)$  не проводились.

В связи с этим целью настоящей работы является проведение измерений температурной зависимости удельного сопротивления стали аустенитно-мартенситного класса Fe–Cr–Ni, поскольку в точке Кюри в сплавах, как известно [3], часто наблюдается резкая аномалия, что может быть связано с самопроизвольной намагниченностью.

**1. Экспериментальная методика**

**1.1. Исследуемый материал**

Как указывалось выше, исследуемый сплав представляет большой интерес с точки зрения магнито-транспортных свойств, поскольку позволяет сформировать структуру, в которой специальным образом могут быть распределены области аустенита и мартенсита.

В таблице приведено процентное содержание химических элементов материала Fe–Cr Ni (по шихте) [1].

**1.2. Измерение удельного электрического сопротивления стали**

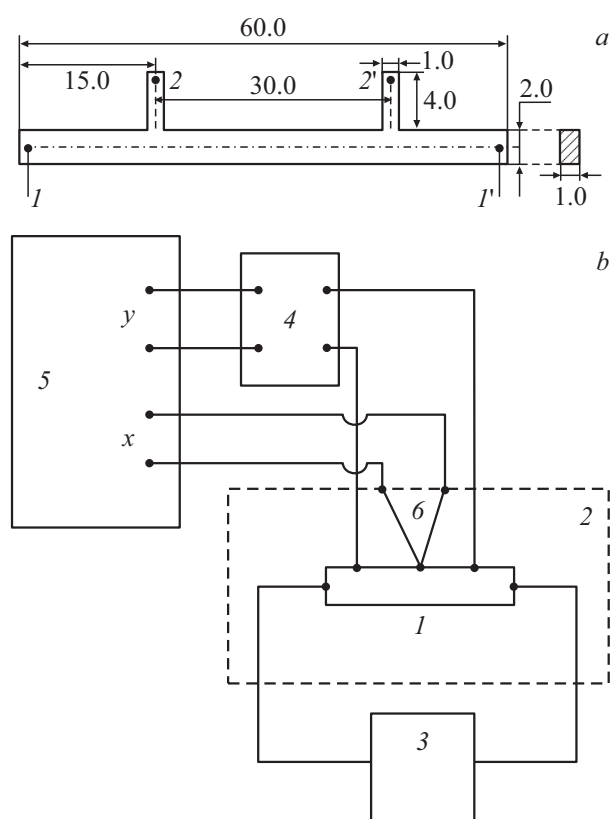
В настоящей работе использовался четырехконтактный метод измерения. Образцы вырезались, как показано на рис. 1, а, с помощью технологии лазерной резки на установке МЛ4-1. К торцам образцов приваривались токовые контакты (1–1<sup>1</sup>). К контактам (2–2<sup>1</sup>) подводились потенциальные контакты, прочное соединение которых обеспечивалось также сваркой волоконным лазером.

Для сравнения поведения температурной зависимости удельного сопротивления исследуемых образцов Fe–Cr–Ni-стали были проведены измерения  $\rho(T)$  образцов аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T.

На рис. 1, а показаны геометрия и размеры исследуемых образцов сталей. Измерительная схема представлена на рис. 1, б.

Опытный образец 1 размещался в электропечи СУОЛ–0.25 2. Токовые контакты образца соединялись

Элемент	Cr	Ni	Si	C	Mn	V	Fe
Содержание,%	16.5	7.5	0.5	0.07	1	0.04	Остальное



**Рис. 1.** Геометрия и размеры исследуемых образцов сталей (а); блок-схема измерительной установки (б). (Пояснения в тексте).

с источником постоянного тока RFT 3218 3, а с потенциальных контактов напряжение поступало через усилитель У7-1 4 на вход „Y“ двухкоординатного самописца Endim 622.01 5. Измерение температуры нагрева электропечи осуществлялось с помощью платина–платина–родиевой (10% Rh) термопары марки S 6, напряжение с которой поступало на вход „X“ этого же самописца. Образцы подвергались постепенному нагреву в электропечи со скоростью не более 10°C/min от 20 до 930°C, а затем медленно в течении 15 h остывали до комнатной температуры.

Для проверки омичности контактов были проведены измерения вольт-амперных характеристик (ВАХ) исследуемых образцов при различных температурах. В результате были определены границы линейности ВАХ в рабочем температурном интервале.

При низкотемпературных измерениях удельного сопротивления исследуемый образец помещался в специальный азотный криостат, в котором температура измерялась полупроводниковым термометром сопротивления ТПК и могла изменяться от температуры жидкого азота (77 К) до комнатной (296 К). В этом случае сигнал с термометра через усилитель У7-1 поступал на вход „X“ двухкоординатного самописца.

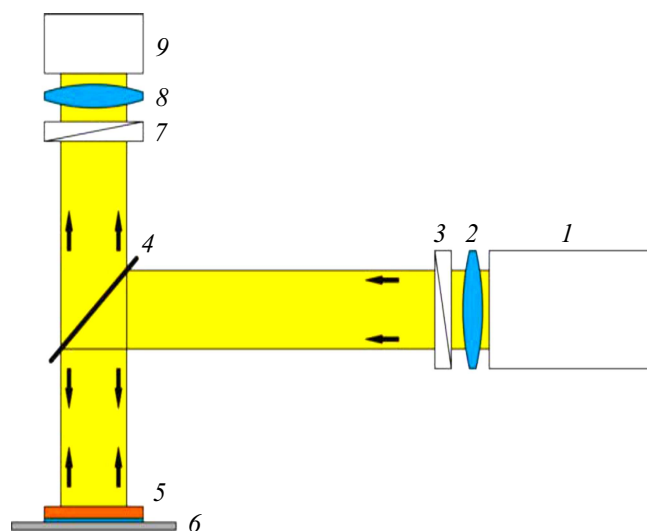
### 1.3. Магнитооптическая методика

В настоящей работе визуализация и измерение пространственного распределения намагниченности проводились с помощью установки, использующей магнитооптический эффект Фарадея (рис. 2). В качестве магнитооптической пленки (МОП) использовалась одноосная эпитаксиальная пленка феррит-граната толщиной 0.5 μm, изготовленная в институте Материаловедения (Зеленоград).

Поток белого света от осветителя 1, сформированный объективом 2, проходит через поляризатор 3, и, отражаясь от полупрозрачного зеркала 4, попадает на МОП 5, которая расположена на исследуемом образце 6. Отражаясь от зеркального покрытия, свет снова проходит через МОП. Затем излучение, пройдя через зеркало 4 и анализатор 7, собирается объективом 8 и попадает на фотокамеру 9. При прохождении через МОП вследствие эффекта Фарадея плоскость поляризации света поворачивается на угол, зависящий от величины намагниченности исследуемого образца. Поворот плоскости поляризации в магнитном поле задается известным соотношением

$$\varphi = VNd, \quad (1)$$

где  $V$  — постоянная Верде,  $H$  — величина магнитного поля и  $d$  — длина пути, пройденного светом в МОП. Знак эффекта Фарадея определяется только направлением магнитного поля, т.е. вращение происходит в одну и ту же сторону по отношению к наблюдателю вне зависимости от того, распространяется излучение вдоль магнитного поля или против него, поэтому в данной геометрии угол вращения поляризации удваивается.



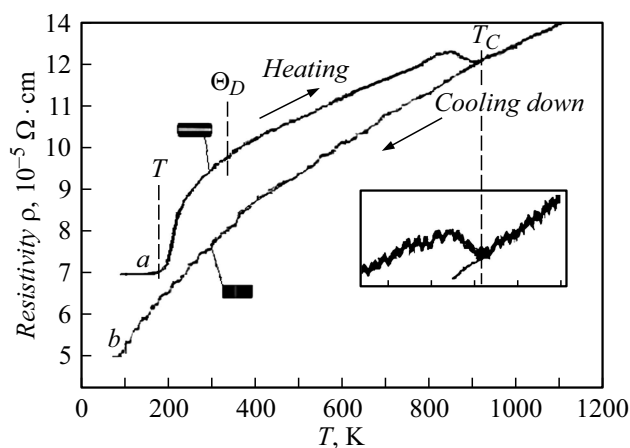
**Рис. 2.** Блок-схема экспериментальной установки для визуализации распределения намагниченности: 1 — осветитель ОСВ-1; 2 — объектив, формирующий пучок света; 3 — поляризатор ПФ-49; 4 — полупрозрачное зеркало; 5 — магнитооптическая пленка с зеркальным покрытием; 6 — исследуемый образец; 7 — анализатор ПФ-49; 8 — объектив; 9 — фотокамера.

## 2. Результаты измерений

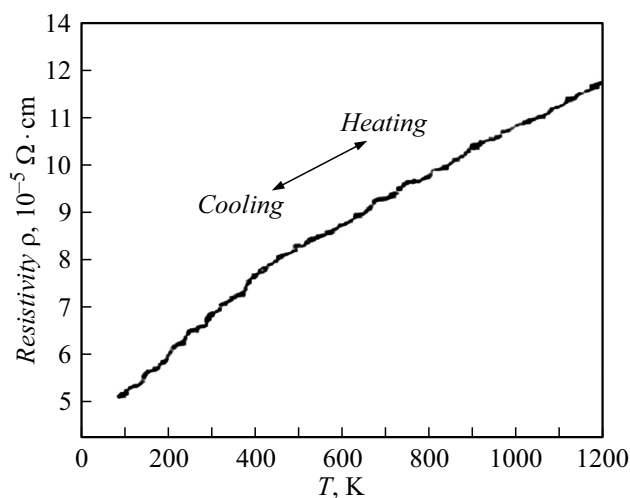
На рис. 3 представлена типичная температурная зависимость удельного сопротивления  $\rho$  сплавов системы Fe–Cr–Ni в интервале температур 77–1100 К как при нагревании образца, так и при его естественном охлаждении.

На рис. 4 представлена аналогичная зависимость для нержавеющей стали 12X18H10T. Кривая нагрева образца 12X18H10T демонстрирует ход, обычный для ферромагнитных стальных сплавов. Его воспроизводит и соответствующая кривая остывания (она практически совпадает с кривой нагревания).

Из сравнения кривых нагревания рис. 3 и 4 следует, что при нагреве удельное электросопротивление



**Рис. 3.** Типичная температурная зависимость удельной проводимости  $\rho$  экспериментальных сплавов системы Fe–Cr–Ni (*a* — образец нагревается, *b* — охлаждается). На этом же рисунке показано состояние намагниченности при комнатной температуре  $\blacksquare$  — намагниченность присутствует;  $\blacksquare$  — намагниченности нет. Вставка на рисунке — сигнал непосредственно с самописца в области температур перехода ферромагнетик–парамагнетик.



**Рис. 4.** Температурный ход удельного сопротивления для аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T.

исследуемого сплава Fe–Cr–Ni не только оказывается существенно выше (причем как в мартенситной, так и в аустенитной фазах), но и характеризуется иной температурной зависимостью. При этом магнитные и электрические свойства сплава до и после нагревания выше температуры  $T_C$  существенно различаются: при относительном снижении намагниченности остывшего образца до 95%, его сопротивление оказывается на 20% ниже исходного значения. Это свидетельствует о совершении полиморфного превращения мартенсит–аустенит.

При повторном нагреве указанных отклонений не наблюдается. Наоборот, кривая нагрева демонстрирует сходство с аналогичной кривой, полученной для ферромагнитной стали 12X18H10T. (рис. 4). В этом случае кривые нагрева и остывания совпадают почти во всем диапазоне температур.

## 3. Обсуждение результатов

Представленную на рис. 3 температурную зависимость удельного сопротивления  $\rho$  можно условно разбить на три участка. Первый — от температуры 77 до 170 К (обозначен штриховой линией  $T$ ); второй участок — от температуры  $T$  до температуры, обозначенной  $\Theta_D$  (320 К), и третий участок, где удельное сопротивление меняется монотонно вплоть до температуры 910 К ( $T_C$ ), после чего сопротивление ведет себя аномальным образом в температурном интервале  $\sim 100$  К, а затем снова монотонно возрастает до 1100 К. Такое необычное поведение удельного сопротивления может быть связано с несколькими причинами. В области низких температур (от 77 до 170 К) мы имеем дело с упорядоченной структурой. Многие сплавы, если при их изготовлении выдержаны стехиометрические пропорции состава, имеют тенденцию к образованию упорядоченных структур [4]. С увеличением температуры порядок в материале быстро падает, и наблюдается аномальный рост сопротивления из-за сильного рассеяния электронов, особенно заметный в непосредственной близости к критической температуре  $T_C$ , где значения параметра дальнего порядка резко начинают падать до нуля. Такой тип рассеяния, связанный с нарушением порядка, часто наблюдается в ферромагнитных и антиферромагнитных материалах и сплавах [4]. В этих случаях каждому иону можно сопоставить некоторый магнитный момент. В ферромагнетиках все магнитные моменты при  $T = 0$  К ориентированы параллельно друг другу, т.е. мы имеем дело с совершенной магнитной решеткой. С приближением к температуре Дебая (температура  $\Theta_D$  на рис. 2) порядок с увеличивающейся скоростью разрушается и вблизи температуры Кюри ( $T_C$ ) кинетические свойства меняются аномально. Проведенные нами с помощью магнитооптической методики измерения показали, что при температуре  $T_C$  произошел необратимый переход в парамагнитную фазу, на что в том числе указывает отсутствие намагниченности

образцов. Это говорит о том, что при нагреве ферромагнитного материала до температуры фазового перехода и последующего плавного остывания в материале происходит изменение микроструктуры от мартенситного состояния, соответствующего ферромагнитным свойствам металла, к аустенитному состоянию, соответствующего парамагнитным.

Работа была поддержана Программой повышения конкурентоспособности Национального исследовательского ядерного университета „МИФИ“.

В заключении авторы благодарят сотрудников ЦНИИ „Черной металлургии им. И.П. Бардина“ Галкина М.П. и Либмана М.А. за предоставление для исследований экспериментальных образцов сталей.

## Список литературы

- [1] Галкин М.П., Либман М.А., Эстрин Э.И. // *Материаловедение*. 2014. Вып. 3. С. 25–28.
- [2] Андреев А.О., Бровин М.А., Петровский В.Н., Протасов Е.А. // *ЖТФ*. 2016. Т. 86. Вып. 4. С. 13–118.
- [3] Вонсовский С.В. *Магнетизм*. М.: Наука, 1971.
- [4] Блатт Ф. *Физика электронной проводимости в твердых телах*. М.: Мир, 1971.