

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи



НИКУЛЬЧЕНКОВ Николай Николаевич

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЙ В СПЛАВАХ НА
ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА, СКЛОННЫХ К АМОРФИЗАЦИИ**

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Екатеринбург – 2023

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов Института новых материалов и технологий ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина».

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор,
ЛОБАНОВ Михаил Львович

Официальные оппоненты: **ЛАДЬЯНОВ Владимир Иванович**, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения Российской академии наук», г. Ижевск, руководитель Научного центра металлургической физики и материаловедения;
СОН Леонид Дмитриевич, доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, старший научный сотрудник лаборатории неупорядоченных систем;
БАХТИН Сергей Васильевич, кандидат технических наук, доцент, Публичное акционерное общество «Новолипецкий металлургический комбинат», г. Липецк, эксперт по термической обработке проката Направления по развитию технологий производства проката Дирекции по разработке новых технологий процесса;

Защита диссертации состоится «24» мая 2023 г. в 16:30 ч на заседании диссертационного совета УрФУ 2.6.01.04 по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=4612>

Автореферат разослан « _____ » _____ 2023 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Ольга Владимировна Селиванова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Металлические стёкла – металлические твердые тела с аморфной структурой, то есть тела, не имеющие дальнего порядка в расположении атомов. В отличие от металлов с кристаллической структурой, аморфные металлы характеризуются фазовой однородностью, их атомная структура аналогична атомной структуре переохлаждённых расплавов. К началу текущего столетия годовые объёмы производства и применения аморфных сплавов, а также изготавливаемых из них нанокристаллических материалов измеряются сотнями тысяч тонн. Это обусловлено, прежде всего, высоким уровнем и/или уникальными сочетаниями целого ряда структурно-зависимых физических свойств, прежде всего магнитных и механических, сплавов в аморфном или нанокристаллическом состояниях.

Благодаря своим магнитным свойствам аморфные сплавы на основе Fe, Co, Ni используются при производстве магнитопроводов различного рода устройств для преобразования электроэнергии. Ультратонкие магнитомягкие аморфные ленты предполагают сверхвысокие скорости охлаждения. Реализация подобных скоростей, особенно для массивных образцов, создает большие трудности при промышленном производстве. Также очевидная нестабильность аморфных металлических материалов при нагреве существенно ограничивает область их применения. Практически все промышленные аморфные и нанокристаллические сплавы на основе железа характеризуются пониженным значением магнитной индукции по сравнению с электротехническими сталями. Последнее связано с высокой концентрацией (около 20 ат. %) «немагнитных» атомов – аморфизаторов в химическом составе металлических стекол.

Несмотря на достаточно большое количество известных химических композиций аморфных сплавов, в настоящее время разработка новых составов для получения объемных изделий (bulk metal glass), или оптимизация составов уже известных металлических стекол для повышения их термостабильности или увеличения количества «магнитных» атомов в их составе, является актуальной задачей.

Степень разработанности темы. Исследование аморфных металлов восходит к 1960 г., когда в Калифорнийском технологическом институте группой под руководством профессора Pol Duwez было получено металлическое стекло $Au_{75}Si_{25}$. В настоящее время изучением структуры и свойств аморфных металлических материалов занимаются как зарубежные (Inoue A., Suryanarayana C. Miracle D.B, Cheng Y.Q. и др.), так и российские (Молотилов Б.В., Глезер А.М., Стародубцев Ю.Н., Лузгин Д.В.) исследователи. Особую роль в российском сегменте исследователей металлических стекол занимает Крапошин В.С., описавший аморфную

структуру, как сложную многокомпонентную модель, имеющую симметричные основы.

Физические, механические и химические свойства металлов в аморфном состоянии существенно отличаются от их свойств в кристаллическом состоянии. Большинство исследователей связывают данные особенности металлических стёкол с их высокой микроскопической однородностью, то есть отсутствием дефектов структуры типа межзеренных границ, дислокаций и т.п. Детальная теория, объясняющая свойства и явления в металлических стёклах к настоящему времени полностью не разработана, и является предметом научных исследований.

Способы получения аморфного состояния материала могут быть отнесены к одной из следующих групп: закалка из жидкого состояния, закалка из газовой фазы, аморфизация кристаллического тела при высокоэнергетических воздействиях, химическая или электрохимическая металлизация. Все имеющиеся способы предполагают сверхвысокие скорости охлаждения, и, соответственно, получение материала в виде «сверхтонкого» объекта. До настоящего времени ведутся работы по созданию металлических материалов, реализация аморфного состояния в которых предполагает пониженные скорости охлаждения, что делает возможным получение из них массивных изделий. Также очевидной проблемой производства и эксплуатации изделий из аморфных материалов является их термостабильность. При нагревании до сравнительно невысоких температур металлическое стекло утрачивает уникальный комплекс свойств.

Побудительным толчком к проведению данной работы явилось установление термостабильного в большом интервале температур аморфного состояния в системе Fe-Si-Mg-Cu-O. Аморфная фаза была зафиксирована при исследовании процессов, протекающих при высокотемпературном отжиге (ВТО, ~1150 °C), на поверхности сплава Fe-3%Si с нанесенным термостойким покрытием (MgO).

Целью работы являлось установление структурных состояний в системах на основе железа, склонных к аморфизации, для разработки способов управления ими и получения новых сплавов с улучшенным комплексом свойств.

В работе были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Проведение комплексного исследования фазовых и структурных превращений в промышленном аморфном сплаве типа Finemet.
2. Разработка способов управления структурой промышленных аморфных сплавов типа Finemet.
3. Проведение исследования структурообразования в поверхностном слое технического сплава Fe-3%Si при его взаимодействии с MgO в процессе высокотемпературного отжига.
4. Установление механизма образования и состава аморфной фазы в

поверхностном слое технического Fe-3%Si в процессе его отжига.

5. Разработка способа получения порошка системы Fe-Si-Mg-Cu с повышенным содержанием термостабильной аморфной фазы, который может служить материалом для производства объемных изделий.

Научная новизна работы:

1. Показана применимость модели структурных единиц к анализу состояний и процессов, реализующихся в аморфных металлических сплавах на основе железа.

2. Впервые продемонстрирована последовательность термохимических реакций, реализующихся в поверхности технического сплава Fe-3%Si с нанесенным гидратированным MgO при высокотемпературном отжиге в водородной атмосфере (H₂).

3. Впервые обнаружено аморфное состояние в системе Fe-Si-Mg-Cu, которое возникает путем аморфизации из твердого состояния в температурном интервале $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения и характеризуется термостабильностью.

Теоретическая и практическая значимость работы:

Разработан численный алгоритм моделирования отжига магнитопровода из аморфного сплава типа Finemet. С использованием данного алгоритма оптимизирована термическая обработка магнитопроводов для получения нанокристаллического состояния, характеризующегося наилучшими магнитными свойствами.

Показана возможность получения аморфного термостабильного состояния за счет растворения комплексов Mg₂Si в ОЦК-железном твердом растворе при температурах $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения.

Поданы заявки на патенты на изобретения: 1) 2022117715 от 30.06.2022 «Аморфный магнитный сплав на основе системы железо-кремний»; 2) 2022132751 от 14.12.2022 «Способ термической обработки магнитопровода из аморфной ленты на основе сплава железа». По заявке 2022117715 от 01.02.2023 было принято положительное решение о выдаче патента.

Методология и методы исследования. Методологической основой исследования послужили работы ведущих зарубежных и российских учёных в области аморфных металлических материалов, а также исследований в области процессов образования электроизоляционного покрытия на поверхности технического сплава Fe-3%Si при его производстве. Для достижения поставленной цели в диссертационной работе были использованы следующие методы исследования: дифференциально-сканирующая калориметрия, дилатометрия, рентгеноструктурный фазовый анализ, оптическая, растровая зондовая и растровая электронная микроскопии (последняя с применением микрорентгеноспектрального и ориентационного анализов), оптическая

эмиссионная спектрометрия тлеющего разряда, моделирование термодинамических равновесий и трехмерных атомных структур.

Положения, выносимые на защиту:

1. Влияние температуры на фазовые и структурные превращения промышленного аморфного сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ типа Finemet.
2. Оптимизация параметров термической обработки магнитопроводов из промышленных аморфных сплавов типа Finemet.
3. Последовательность термохимических реакций, реализующихся в поверхности технического сплава Fe-3%Si с нанесенным MgO при высокотемпературном отжиге в водородной атмосфере.
4. Механизм образования термостабильной аморфной фазы в системе Fe-Si-Mg.
5. Способ получения порошка системы Fe-Si-Mg-Cu с повышенным содержанием термостабильной аморфной фазы, который может служить материалом для производства объемных изделий.

Степень достоверности результатов исследований и обоснованность выносимых на защиту положений и выводов обеспечиваются использованием комплекса аттестованных, дополняющих друг друга методов исследования, а также соответствием полученной в работе информации данным других исследований.

Апробация результатов работы. Основные результаты и положения диссертационной работы были доложены и обсуждены на конференциях: VI Международная молодежная научная конференция, посвященная 70-летию основания физико-технологического института, г. Екатеринбург, 20–24 мая 2019 г.; XX Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых, г. Екатеринбург, 3–7 февраля 2020 г.; VII Международная молодежная научная конференция. Физика. Технологии. Инновации. ФТИ-2020, г. Екатеринбург 18–22 мая 2020 г.; VI международная научно-техническая конференция "Пром-Инжиниринг", г. Сочи, 18–22 мая 2020 г.; XIV Международная конференция «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций», г. Екатеринбург, 9–13 ноября 2020 г.; XV международная конференция «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций», г. Екатеринбург 2021, 20–24 декабря 2021 г.; XXI Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых, г. Екатеринбург, 7–11 февраля 2022 г.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 12 научных трудов, в том числе 9 статей, опубликованных в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ и проиндексированных в международных базах цитирования Scopus и Web of Science.

Личный вклад автора. Результаты работ, представленные в диссертации, получены самостоятельно или совместно с соавторами

публикаций. Автор принимал участие в проведении экспериментов, расчетов, а также анализе полученных результатов и формулировке выводов. Обсуждение и анализ полученных результатов проводилась совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Структура и объем диссертации. Диссертация изложена на 146 страницах, содержит 13 таблиц, 81 рисунок, 23 формулы. Работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка использованной литературы из 115 источников.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цели и задачи исследования. Представлены научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы.

В **первой главе** рассмотрено современное представление об аморфных металлических сплавах, приведена историческая справка, проведен анализ литературы о структуре металлического стекла. Особое внимание уделено описанию аморфной структуры, упорядоченной на наноуровне (так называемым «средним» порядком) состоящей из кластеров. Представлены сведения о различных свойствах аморфных сплавов. Показаны различные способы получения металлического стекла. Сфокусировано внимание на получении аморфного металлического сплава диффузионным методом из твердого состояния. Рассмотрены исследования образования грунтового слоя (“glass film”) на поверхности электротехнической анизотропной стали (технического сплава Fe-3%Si).

Во **второй главе** описаны способы получения материалов и методы исследования.

Возможности современных методов исследования фазовых и структурных превращений в аморфных металлических материалах анализировались на промышленном сплаве $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ типа Finemet, полученном на предприятии «ГАММАМЕТ». В качестве материала исследования использовалась сверхтонкая лента толщиной 15-20 мкм, шириной 10 мм, полученная методом быстрой закалки расплава на вращающийся барабан-холодильник. Для исследования структурных и фазовых состояний образцы были отожжены в вакуумной камерной печи при температурах 550 и 700 °С. Дальнейшие исследования проводилось с использованием: калориметрии, дилатометрии, терморентгеновского фазового анализа (ТРФА), растровой электронной микроскопии, электронно-зондовой микроскопии.

Исследование процессов, протекающих на поверхности технического сплава Fe-3%Si, проводили на промышленных образцах электротехнической анизотропной стали (ЭАС) различных вариантов производства. Образцы отбирались после холодной прокатки в толщину 0,7 мм. Химический состав сплава Fe-3%Si контролировали с применением рентгеноспектрального анализа. Таким образом, имелось два типа образцов

пластин с несколько отличающимся химическим составом (мас. %): 1) С – 0,032, Si – 3,15, Mn – 0,29, Cu – 0,53; 2) С – 0,056, Si – 3,14, Mn – 0,09, Cu – 0,05; остальное Fe и неизбежные примеси.

Образцы прокатывались в толщину 0,25 мм, а затем подвергались обезуглероживающему отжигу (ОО) в течение 8 минут в атмосфере 75%N₂+25%H₂, увлажненной до температуры точки росы +65°C. Содержание углерода после отжига составляло не более 0,002 мас. %.

На поверхность образцов наносилось термостойкое покрытие: водный раствор дисперсного порошка MgO, которое после сушки при 250°C представляло собой смесь MgO+Mg(OH)₂*nH₂O.

Образцы с нанесенным покрытием отжигались в защитной атмосфере (95%H₂+5%N₂) при непрерывном нагреве со скоростью 15 °/час от 20 до 1100°C, далее производился отжиг в 100% H₂ в течении 30 часов, затем медленно охлаждались (в печи). При температурах 600, 700, 800, 900, 1000 и 1100 °C производился отбор образцов для проведения исследований. Исследование полученных образцов, а также образцов после ОО: проводилось с использованием: ТРФА, растровой электронной микроскопии, микрорентгеноспектрального анализа, оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда, зондовой электронной микроскопии.

Сканирующая дифференциальная калориметрия проводилась на приборе “Netzsch STA 449 C Jupiter” в динамической атмосфере аргона при скорости потока 20 мл/мин со скоростью нагрева 30 °/мин.

Дилатометрические исследования проводились на закалочном дилатометре Linseis L78 R.I.T.A. Были получены данные об изменении длины образца в процессе нагрева со скоростью 20 °/мин.

Для ТРФА использовали установку Bruker ASX ADVANCE D8 с термокамерой AntonPaar НТК 1200N в излучении Kα Co (λ = 1,79·10⁻¹⁰ м) и Kα Cu (λ = 1,54·10⁻¹⁰ м).

Исследования микроструктуры и микрорентгеноспектральный анализ проводились на растровых электронных микроскопах: JEOL JSM-6490LV с системой рентгеноспектрального анализа Oxford Instruments Inka Energy 350; ZEISS CrossBeam Auriga с системой энергодисперсионного рентгеноспектрального анализа Oxford Instruments Inka Energy 350. Исследовалось распределение элементов по поверхности (толщине) образцов, диаметр электронного пучка на поверхности образца ~ 5 нм. Ускоряющее напряжение 20 кВ.

Исследования химического состава по глубине проводили на аппарате GDA-750 (анализатор тлеющего разряда). Также с его использованием производилось ионное травление поверхности образцов до глубин 1 и 5 мкм для дальнейших исследований химического состава и микроструктуры различных горизонтов.

Электронная микроскопия структуры на разной глубине проводилась с использованием сканирующего микроскопа Tescan Mira3 при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для определения ориентировки отдельных зерен и анализа локальной текстуры, использовалась приставка EBSD HKL Inca с Oxford Instruments analytical system.

Также для исследования микрорельефа поверхности образцов был использован зондовый сканирующий микроскоп СММ-2000 (изготовитель Завод ПРОТОН, г. Москва). Применены зонды (кантилеверы) фирмы Brucker (США) марки «МССТ» с радиусом закругления острия 2 нм.

Термодинамическое моделирование фазового состава проводилось с применением программного обеспечения ThermoCalc. Моделирование структурных состояний проводилось в программе VESTA 3.

Для химико-термических обработок порошка (окисление, магнирование) использовалась печь УХТО-120, состоящая из внешнего металлического корпуса в форме квадратной коробки с футеровкой, на поверхности которой расположены несколько нагревателей; реторты; виброустановки и вакуумного насоса.

Третья глава посвящена исследованию фазовых и структурных состояний в функциональном магнитомягком нанокристаллическом сплаве на основе железа типа Finemet.

С целью определения критических точек и характера превращений в сплаве при нагреве с помощью ТРФА был получен набор дифрактограмм (рисунок 1). Съемки проводились в интервале температур 100–700 °С с шагом нагрева 25 °С. Каждая дифрактограмма снималась в изотермических условиях для диапазона углов $2\theta = 35\text{--}80^\circ$, в течение 25 минут. Скорость нагрева между съемками 30 °/мин. Эффективная скорость нагрева образца составила $\sim 1^\circ/\text{мин}$.

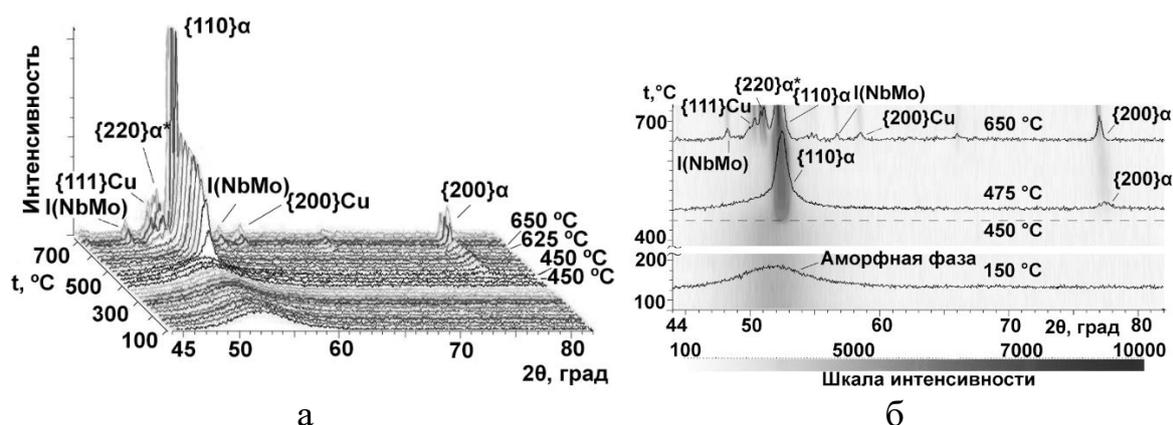


Рисунок 1 – Дифрактограммы сплава $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_2\text{Mo}_{1.5}\text{Si}_{14}\text{B}_9$, полученные при нагреве: а – через 25 °С; б – при 150, 475 и 650 °С на фоне квазинепрерывной записи

Терморентгеновский анализ показал, что до температуры 450 °С дифрактограммы имеют вид гало, что соответствует аморфному состоянию образца. При температуре 450 °С происходило резкое изменение формы пика, соответствующему «галю». Кроме того, появляется дополнительный малый пик на более высоком угле Брегга, соответствующий отражению (200) для ОЦК решетки на основе железа, что однозначно указывает на начало процесса кристаллизации в образце. Второе резкое изменение формы рефлексов происходило при температуре 650 °С: ширина дифракционных максимумов становилась меньше, а высота больше. Такое изменение свидетельствует о происходящем в образце структурном превращении по типу рекристаллизационного.

Для уточнения температур критических точек при разных скоростях нагрева проводились калориметрический и дилатометрический анализы. Калориметрический анализ показал (рисунок 2, а), что в диапазонах температур 523–543 °С и 661–675 °С изменения теплоемкости соответствуют выделениям энергии (386 и 88 КДж/моль), указывающим на наличие превращений. Дилатометрические исследования (рисунок 2, б) подтверждают результаты калориметрических исследований, а именно характер превращений, происходящий в аморфном сплаве при нагреве.

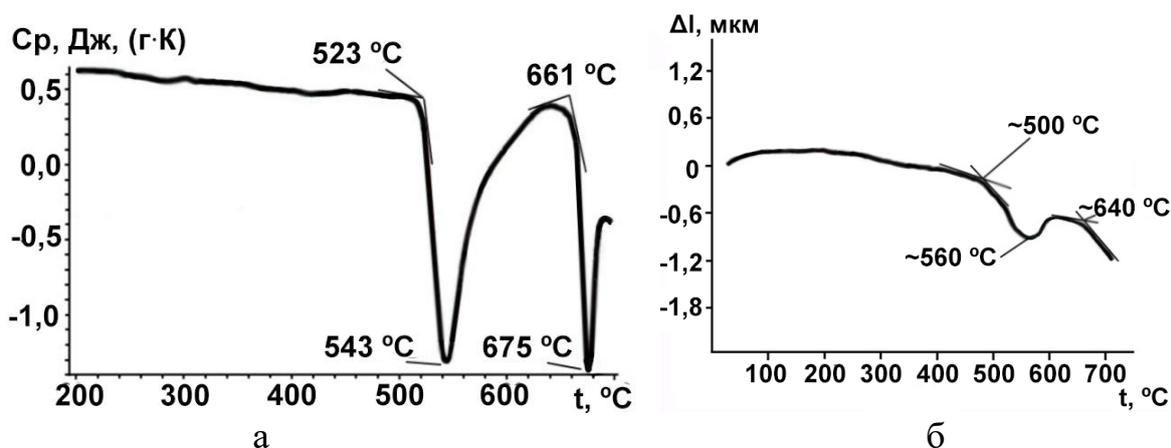


Рисунок 2 – Теплофизические свойства сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$: а – изменение удельной теплоемкости C_p , б – изменение толщины ленты Δl

Результаты исследований позволяют говорить, что сплав при скоростях нагрева 1–20 °/мин. до температур 450–520 °С находится в аморфном, до 650 °С в нанокристаллическом, при более высоких температурах в рекристаллизованном состояниях. На основе сопоставления результатов ТРФА и калориметрических исследований была проанализирована возможность применения модели структурных единиц к описанию всех состояний структуры, включая аморфную. Предполагалось, что все конденсированные состояния материала (аморфное,

нанокристаллическое и рекристаллизованное) отличаются размерами областей когерентного рассеяния (ОКР).

По профилям дифрактограмм (рисунок 1) были рассчитаны размеры ОКР для трех структурных состояний, полученных при различных температурах (таблица 1). Для расчета ОКР использовалась формула: $L=0,9\cdot\lambda/(\beta\cdot\cos\theta)$; где L – диаметр ОКР, λ – длина волны излучения; β – «интегральная ширина» дифракционного максимума, выраженная в радианах; θ – угол, на котором расположен центр тяжести дифракционного максимума.

Таблица 1 – Размеры ОКР для трех состояний сплава

Температура, °С	150	450	650	20*
$L, \text{Å}$	20	73	295	344

* – результаты измерений после нагрева до 700 °С и охлаждения.

При моделировании предполагалось, что ОКР – это области с одинаковой ориентацией кристаллической решетки, состоящие из элементарных ячеек одного типа – усеченных октаэдров (ячеек Вигнера-Зейтца для ОЦК-решетки), включающими только один атом (рисунок 3). Удельная теплота превращения представляет собой энергию, выделяемую при переходе атомов из состояний с частично некомпенсированными связями в узлы кристаллической решетки, т.е. с границы внутрь ОКР. Таким образом отношение удельной теплоты кристаллизации к удельной теплоте рекристаллизации должно быть близким к отношению числа атомов, поменявших свое положение в результате структурных преобразований. Расчеты показали, что в аморфном состоянии количество атомов на границах ОКР составляет ~ 39%, в нанокристаллическом – ~11%, рекристаллизованном – ~2%. Также результаты расчетов позволяют говорить об аморфном состоянии материала как об «ультрананокристаллическом», в котором кластер аморфной структуры соответствует кристаллиту.

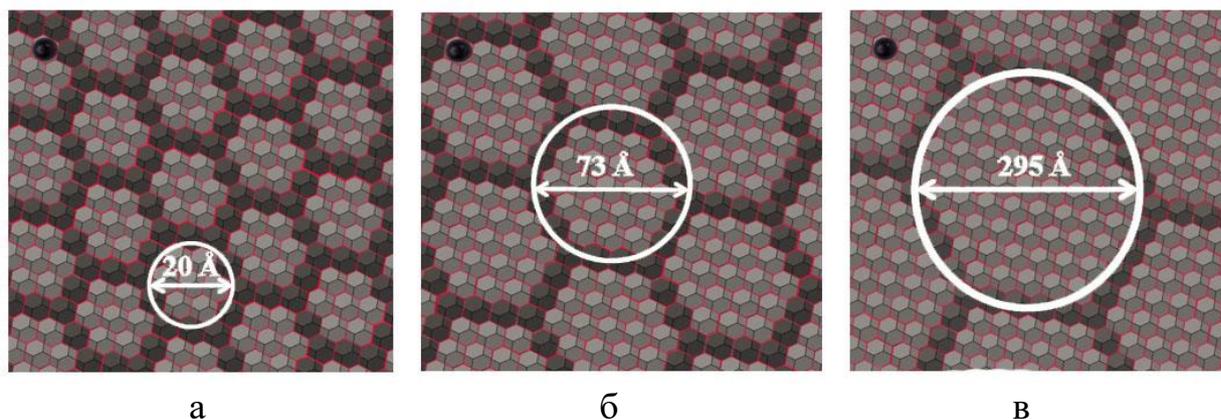


Рисунок 3 – Модель структурных единиц сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$: а – аморфное состояние; б – нанокристаллическое состояние и в – рекристаллизованное состояние

С целью экспериментальной проверки предложенной модели были проведены металлографические исследования на основе данных сканирующей электронной микроскопии. Произведены съемки поверхности образцов ленты Finemet после отжига при 550 и 700 °С. Для определения размеров зерен нанокристаллического сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ после отжига были использованы изображения сканирующей электронной микроскопии, полученные при максимально возможных увеличениях $\sim \times 50\,000$. Сравнение результатов (таблица 2) статистического металлографического анализа образцов сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ после отжига 550 и 700 °С показало хорошее согласие с предложенной моделью.

Таблица 2 – Рассчитанные размеры ОКР и экспериментально определенные размеры кристаллитов в сплаве $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$

$t_{отж}, ^\circ C$	ОКР (L), нм	d_{cp} , нм
20	2	-
550	14	17
700	86	85

Промышленная практика при производстве сердечников трансформаторов с нанокристаллической структурой показывает, что при отжиге магнитопроводов из сплава Finemet по рекомендуемым параметрам, не всегда удается добиться требуемых магнитных свойств. Предполагалось, что данный эффект связан с саморазогревом массивного изделия в процессе отжига за счет тепла, выделяемого при переходе материала из аморфного состояния в нанокристаллическое, и реализации рекристаллизационного процесса. Для проверки предположения использовалось численное моделирование теплового процесса, реализующегося при термической обработке в материале витого магнитопровода. В качестве основного уравнения краевой задачи был использован второй закон Фурье при наличии внутреннего источника тепла. Задача рассматривалась как одномерная: тепловые потоки распространялись только вдоль оси магнитопровода. Температуры на поверхности магнитопровода были равны температуре в печи. Внутренним источником тепла являлось фазовое превращение, которое реализовывалось при достижении материалом определенной критической температуры. Величина температуропроводности материала магнитопровода ($a=2,0 \cdot 10^{-7}$, м²/с) при температуре ~ 500 °С находилась с учетом ранее измеренных теплоемкости и плотности (рисунок 2) пересчетом из теплопроводности (λ), которая

определялась из экспериментально измеренного удельного электрического сопротивления ($\rho=1,6 \cdot 10^{-5}$, Ом·м) по закону Видемана-Франца. Для решения краевой задачи был использован метод конечных разностей в виде явной схемы.

Моделирование показало, что, разогрев магнитопровода происходит в виде возникновения на поверхностях магнитопровода и распространения встречных тепловых волн (рисунок 4). Причем температура пика тепловой волны может существенно превышать температуру отжига. Эффект наиболее существенного повышения температуры материала магнитопровода наблюдается в его центре при встрече тепловых волн.

На основании моделирования разработаны рекомендации по параметрам отжига магнитопроводов различных сечений из лент сплавов типа Finemet.

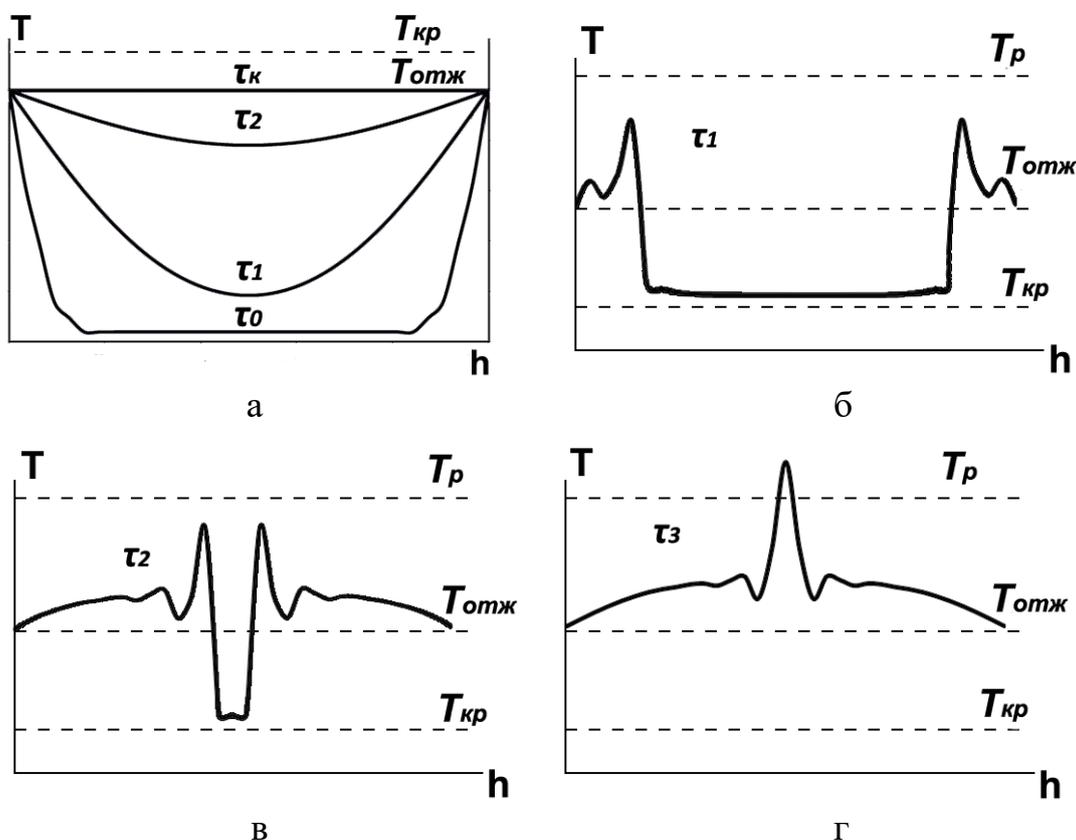


Рисунок 4 – Распределения температуры по сечению магнитопроводов при различных временах изотермического отжига ($\tau_0 < \tau_1 < \tau_2 < \tau_3 < \tau_k$): а – температура отжига ($T_{отж}$) ниже температуры кристаллизации ($T_{кр}$); б, в, г – $T_{отж}$ находится в интервале от $T_{кр}$ до температуры рекристаллизации (T_p)

В четвертой главе исследовалось образование грунтового слоя, на поверхности технического сплава Fe-3%Si с нанесенным термостойким покрытием ($MgO+4\%H_2O$) при ВТО с образованием аморфной металлической фазы. На образцах с нанесенным покрытием при отжиге в печи-камере установки ТРФА было обнаружено (рисунок 5, а), что

появление гало происходит в интервале температур 920–940 °С. Также были проведены ТРФА (рисунок 5, б) и микроструктурный анализ образцов Fe-3%Si после ОО, но без нанесения покрытия (рисунок б). Результаты показали наличие альфа-гамма превращения в поверхностном слое при температурах 900–940 °С за счет ухода кремния из твердого раствора в SiO₂ еще при ОО. При ТРФА образца с покрытием после промышленного ВТО (рисунок 5, в, г) были зафиксированы два твердых раствора на основе железа с разным содержанием кремния (0 мас. % и ~ 1.5 мас. %) и форстерит (FeMg)₂SiO₄ (рисунок 5, в). Кроме того, было обнаружено гало, что указывает на наличие аморфной фазы в поверхности (рисунок 5, в, г), которая сохранялась как при нагреве, так и при охлаждении (рисунок 5, в).

Для определения послойного состава поверхности образцов Fe-3%Si с нанесенным термостойким покрытием, отобранных при различных температурах отжига, был проведен химический GDOES-анализ (рисунок 7, а, в). Данные GDOES-анализа были использованы для моделирования термодинамически равновесных фазовых составов поверхностных слоев Fe-3%Si при различных температурах ВТО (рисунок 7, б, г). Для этого содержания элементов при каждой температуре выбирались на определенных расстояниях от поверхности и в массовых процентах вводились в программную среду ThermoCalc для расчета фазовых равновесий при заданном химическом составе для различных температур.

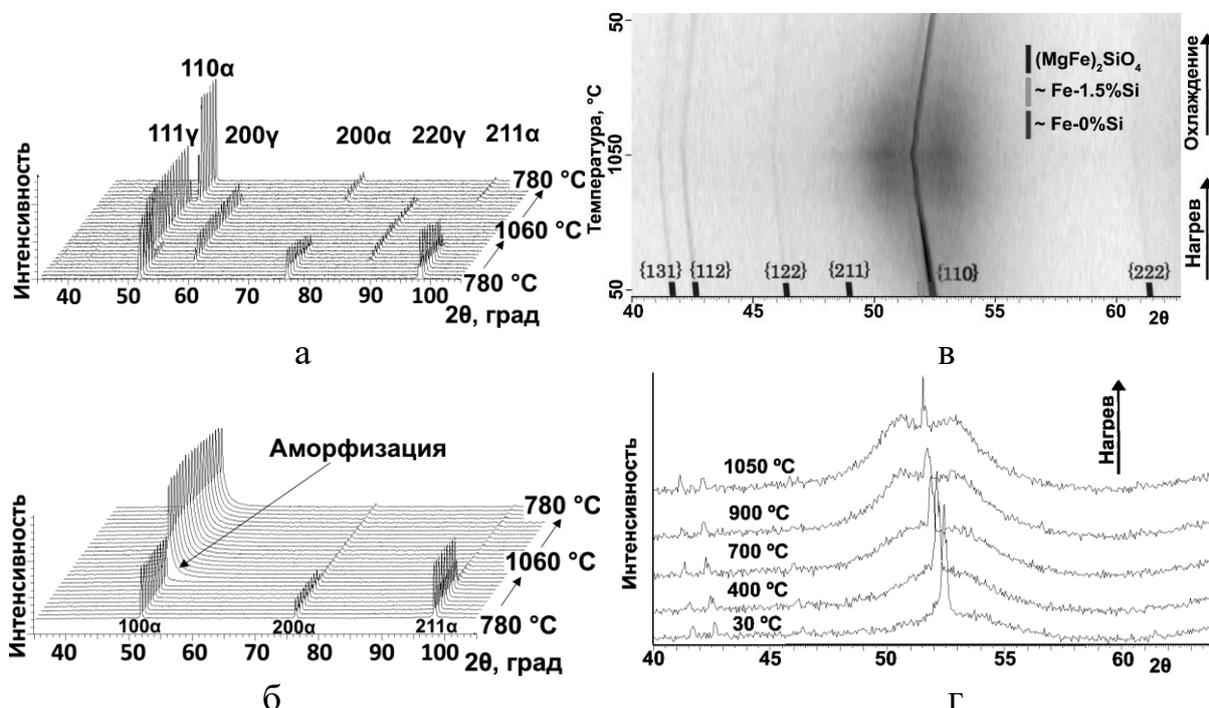


Рисунок 5 – Дифрактограммы с поверхности образцов сплава Fe-3%Si при ТРФА: а, б - лабораторный отжиг; а – с покрытием; б – без покрытия; в, г – образец с покрытием после промышленного ВТО

Расчет фазовых термодинамических равновесий показал, что при температурах 600, 700 °С до 1,5 мкм присутствуют оксидные фазы типа $Mg_xFe_yO_z$ (близкие к магнезиовюститу), M_2O_3 (близкие к Fe_2O_3), SiO_2 , а также метастабильный оксид SiO_3 . В контексте данной работы важно подчеркнуть наличие оксида типа $(MgFe)O$. При температуре 800 °С в поверхностном слое в равновесии находятся Mg_2SiO_4 , MgO и твердый раствор на основе Fe. В слоях, лежащих на большей глубине, сохраняются оксиды кремния. При температуре 1000 °С на глубине порядка 1,5 мкм термодинамика показывает наличие практически чистого магния ($\sim 0,1$) в жидком состоянии. То есть весь кислород, находящийся в поверхности материала, оказывается связанным в устойчивые оксиды, но при этом его не хватает для окисления всего Mg, имеющегося в системе. Mg не растворяется в твердом растворе на основе Fe. Поэтому, согласно термодинамическим расчетам, Mg выделяется в качестве чистого элемента, находящегося при данных температурах ($T_{пл} = 650$ °С) в жидком состоянии, чего в действительности не наблюдается. Предполагается, что Mg при температурах $\alpha \leftrightarrow \gamma$ -превращения «встраивается» в кристаллическую решетку твердого раствора и аморфизует ее.

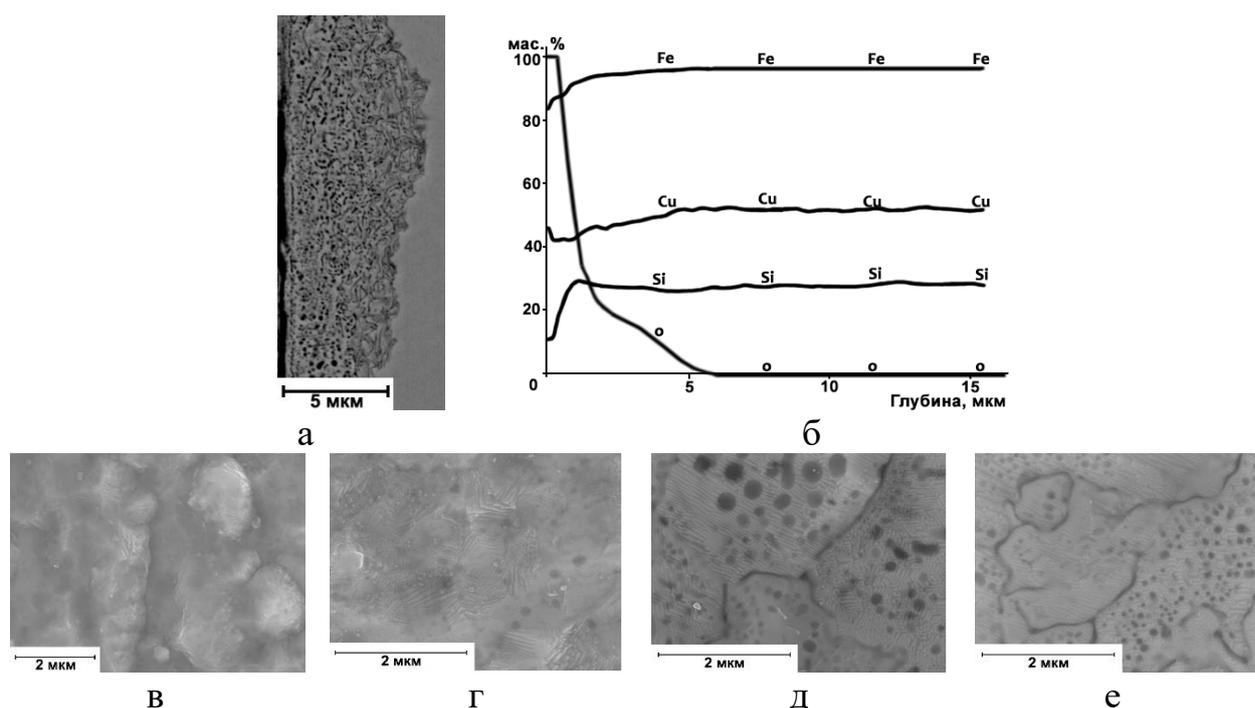


Рисунок 6 – Микроструктура и химический состав поверхностных слоев в Fe-3%Si после ОО: а – общий вид окисленного слоя; б – распределение элементов по толщине окисленного слоя, концентрации элементов увеличены: Cu в 100 раз; Si, O, Mn в 10 раз; в, г, д, е – микроструктура на различных расстояниях от поверхности: в – ~ 0 мкм; г – $\sim 0,4$ мкм; д – $\sim 1,0$ мкм; е – $\sim 4,0$ мкм

Для определения областей формирования аморфной фазы проводилась стационарная ориентационная микроскопия с различных мест той же поверхности образца Fe-3%Si с термостойким покрытием после ВТО (рисунок 8). Частицы SiO_2 (наиболее темные) покрыты оболочкой $(\text{FeMg})_2\text{SiO}_4$. Аморфная фаза может быть описана как промежуточный слой между оксидными комплексами и твердым раствором. Аморфная фаза не имеет дифракции в виде линий Кикучи.

Таким образом, можно предполагать, что в процессе ВТО формирование грунтового слоя делится на следующие, накладывающиеся друг на друга стадии:

1. При сушке суспензии термостойкого покрытия происходит испарение свободной H_2O (рисунок 9, а, б).

2. При нагреве до температуры $t \sim 360$ °С из термостойкого покрытия происходит удаление молекул H_2O , слабо связанных с основными компонентами термостойкого покрытия. При $t \sim 360$ °С происходит разложение $\text{Mg}(\text{OH})_2$ с массовым выделением H_2O . За счет выделившейся из покрытия H_2O происходит окисление поверхности твердого раствора с образованием оксидов железа MeO (FeO) и Me_2O_3 (Fe_2O_3). С повышением количества кислорода в поверхности основным оксидом становится FeO (рисунок 9, в).

3. При дальнейшем нагреве в температурном интервале ~ 700 – 900 °С молекулы MgO растворяются в FeO с образованием магнезиовюстита $(\text{MgFe})\text{O}$. (рисунок 9, г). Диффузионное взаимодействие $(\text{MgFe})\text{O}$ с фаялитными $(\text{Fe}_2\text{SiO}_4)$ оболочками SiO_2 приводит к формированию форстерита $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$.

4. Дальнейший нагрев выше 900 °С происходит в атмосфере чистого сухого H_2 , который является сильной восстановительной атмосферой. Количество кислорода в системе резко уменьшается. В слоях покрытия, примыкающих к твердому раствору, частично сохраняются сравнительно бедные по кислороду оксидные фазы $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$, и, согласно термодинамическим расчетам, образуется практически чистый Mg . Поскольку последнего не наблюдается, можно предположить, что Mg восстановленный из оксидных фаз растворяется в метастабильном (из-за близости температуры полиморфного превращения) твердом растворе на основе железа с формированием аморфной фазы (рисунок 9, д).

5. Дальнейший нагрев и выдержка в сухой водородной атмосфере сопровождается увеличением количества аморфного твердого раствора на основе железа (рисунок 9, е).

Оценка химического состава аморфной фазы была проведена следующим образом. По данным GDOS-анализа на образцах, обработанных выше 900 °), выделялся узкий слой, где в равновесии с твердым раствором (аморфной фазой) находился практически только форстерит $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$. Слой выделялся в области плавного изменения типа оксидных фаз с

$(\text{MgFe})\text{O}+(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$ на $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4+\text{SiO}_2$. Расстояние данного слоя от поверхности составляло по данным GDOS-анализа 0,75–0,95 мкм. В предположении, что твердый раствор практически не содержит атомов кислорода, химический состав аморфной фазы может быть определен как концентрация всех атомов в слое за вычетом атомов, составляющих форстерит. Оценка показала, что состав аморфной фазы приближенно описывается формулой $\text{Fe}_{90}\text{Si}_6\text{Mg}_4$.

Предполагается, что эффект образования аморфной фазы объясняется следующим образом. Наиболее дисперсные комплексы $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$, $(\text{MgFe})\text{O}$ разлагаются за счет восстановления положительных ионов (Mg^{+2} , Fe^{+2} , Si^{+4}) водородом в интервале температур метастабильности кристаллической решетки α -Fe, который предшествуют превращению $\alpha \rightarrow \gamma$.

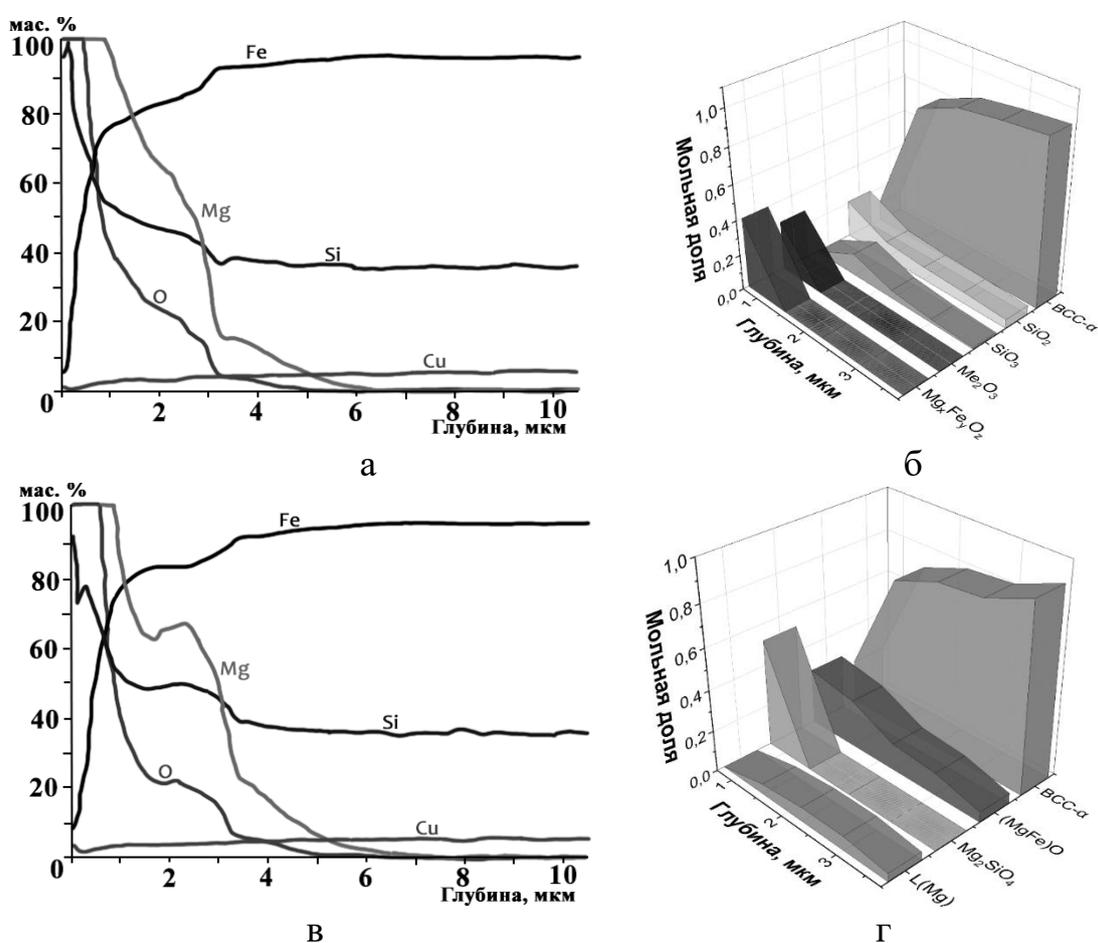


Рисунок 7 – Состав поверхности образца Fe-3%Si с термоизоляционным покрытием, прошедший отжиг при 600 (а, б) и 1000 °С (в, г): а, в – GDOES-анализ, б, г – результаты расчетов в ThermoCalc термодинамически равновесных фаз

На месте $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$ «сохраняются» (формируются) комплексы Mg_2Si . Силицид магния является единственным стабильным соединением на диаграмме состояния Mg–Si. Кристаллическая решетка Mg_2Si (рисунок

10, а) имеет структуру типа CaF_2 (#225 - Fm-3m, Z=4, a=6,396 Å). Согласно выше полученной формуле, аморфная фаза должна содержать в своей структуре два подобных комплекса. Комплексы Mg_2Si диффундируют в твердый раствор $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$. $(\text{MgFe})\text{O}$ разлагается с появлением ионов Mg, которые также диффундируют в $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ с последующим образованием комплексов Mg_2Si в решетке твердого раствора.

Расстояние между атомами магния в Mg_2Si (выделенный треугольник на рисунке 10, а) при 930 °С составляет 0,325 нм, между атомами магния и кремния – 0,281 нм. Расстояние между ближайшими атомами железа (а – рисунок 10, б) в ОЦК-решетке при той же температуре составляет: по направлениям $\langle 100 \rangle$ – 0,290 нм, по направлениям $\langle 111 \rangle$ – 0,251 нм (рисунок 10, б).

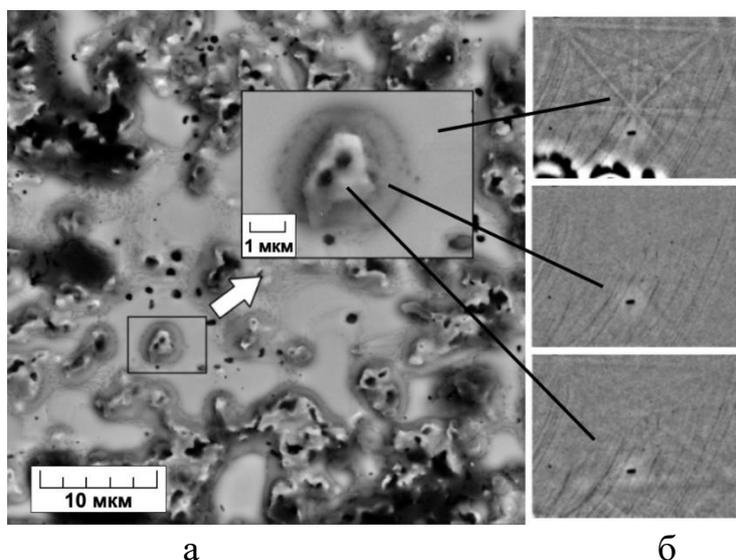


Рисунок 8 – Поверхность сплава Fe-3%Si-0.5%Cu на глубине ~ 1 мкм с покрытием MgO после ВТО: а – сканирующая электронная микроскопия, б – дифракция обратно рассеянных электронов (EBSD) в виде линий Кикучи различных областей (сверху-вниз – дифракция ОЦК-решетки железа, отсутствие дифракции, как следствие отсутствия кристаллической решетки, кристаллическая решетка форстерита)

Если «треугольник» Mg_2Si встраивается в ОЦК-решетку железа (b - рисунок 10, б), то ее локальная деформация составляет приблизительно 10%, что является величиной близкой к необходимой для разрушения кристаллической решетки. Очевидно, что подобная замена атомов Fe на атомы Mg и Si является возможной в случае максимальной нестабильности кристаллической решетки $\alpha\text{-Fe}$, то есть в состоянии, предшествующем $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращению.

Также в главе 4 приведены результаты исследований по влиянию Cu (0,5 мас. %) и Mn (0,3 мас. %) в Fe-3%Si на процесс аморфизации, протекающий на поверхности сплава при ВТО.

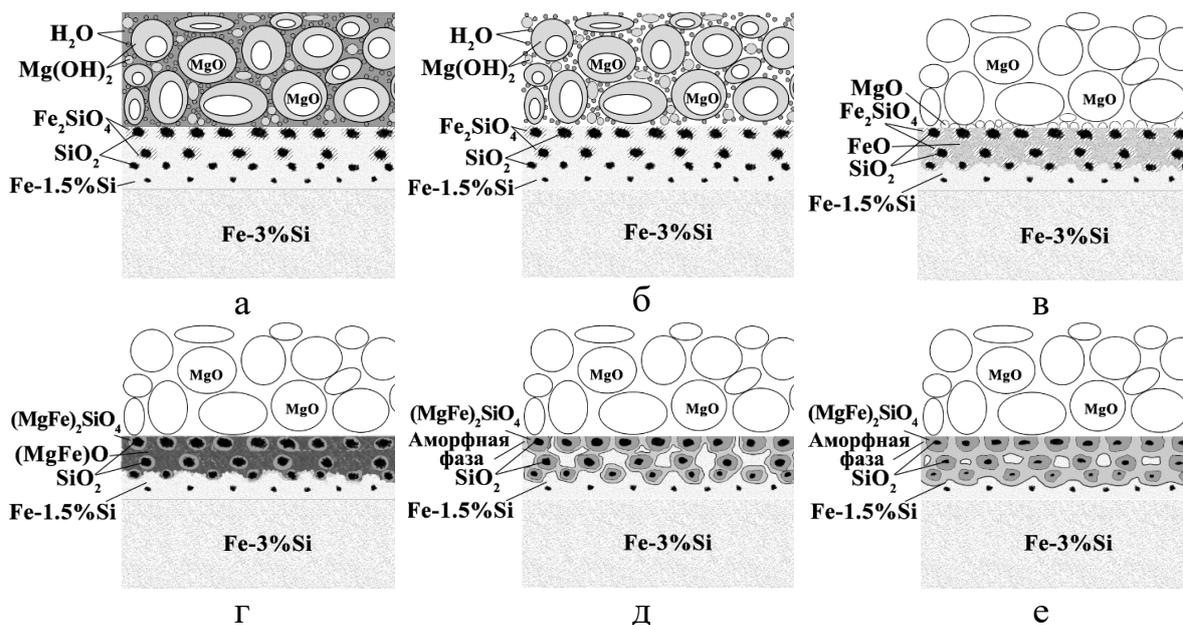


Рисунок 9 – Схема формирования грунтового слоя на поверхности сплава Fe-3%Si при ВТО: а – после нанесения суспензии MgO ($t \sim 10 \text{ }^\circ\text{C}$); б – после сушки суспензии MgO, $t \sim 150 \text{ }^\circ\text{C}$; в – нагрев, $t \sim 300\text{--}700 \text{ }^\circ\text{C}$; г – нагрев, $t \sim 700\text{--}900 \text{ }^\circ\text{C}$; д – нагрев, $t \sim 900\text{--}1200 \text{ }^\circ\text{C}$; е – выдержка при $t \sim 1200 \text{ }^\circ\text{C}$

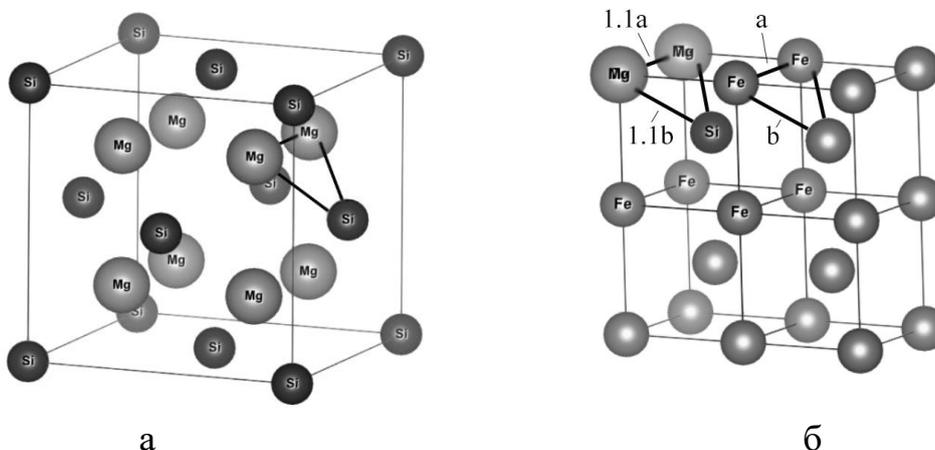


Рисунок 10 – Диффузия комплекса Mg_2Si в ОЦК решетку твердого раствора на основе железа: а – решетка Mg_2Si по типу CaF_2 , и – Mg_2Si в составе кристаллической структуры Fe

В пятой главе рассматривается применение аморфизации из твердого состояния, рассмотренной в предыдущей главе, к порошковой металлургии, для получения, в дальнейшем, массивного изделия.

С помощью круговой мельницы из листов сплава Fe-3%Si был приготовлен порошок (рисунок 11), имеющий хлопьевидную форму. Порошок был просеян в сите с диаметром отверстий 150 мкм.

Металлография порошка дисперсностью <150 мкм при отжиге во влажной атмосфере с испарением 4 мл дистиллированной воды и длительностью отжига 20-ти минут при температуре 830 °С, показала (рисунок 12, а, б), что большая часть количества частиц, которые имели размер менее 15 мкм, была окислена «насквозь», либо не окисленной оказалась малая часть объема частицы.

Рентгеновский анализ показал, что порошок имеет фазовый состав, схожий с составом поверхностного слоя ЭАС после ОО, состоящего из твердого раствора и выделений оксида Fe_2SiO_4 (фаялит).

Данный порошок был перемешан с суспензией MgO и после сушки при 250 °С представлял собой смесь порошка Fe-3\%Si и $\text{MgO}+\text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Полученная смесь подвергалась ВТО в колпаковых печах СГВ со скоростью нагрева 10–25 град/час, сначала при 650 °С в азото-водородной атмосфере (95% N_2 +5% H_2), затем при 1150 °С в атмосфере сухого водорода (температура точки росы < -30 °С).

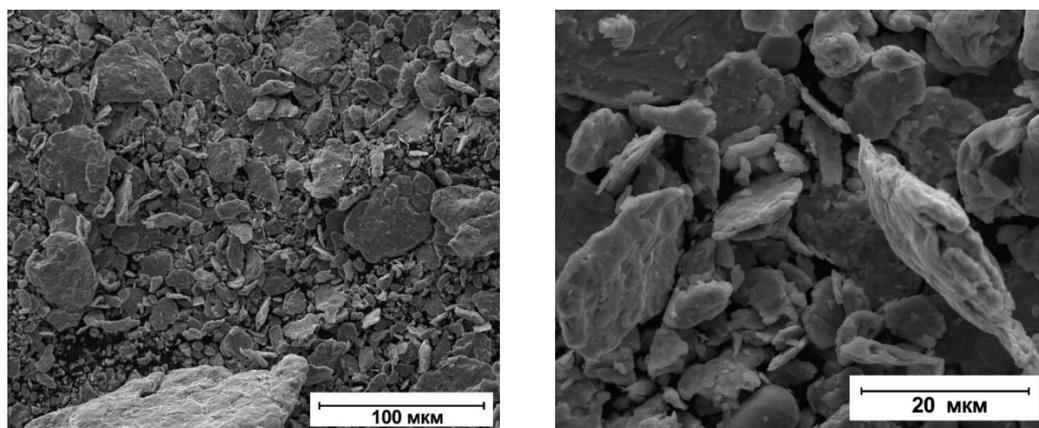


Рисунок 11 Микроструктура (СЭМ) металлического порошка сплава Fe-3\%Si при разных увеличениях.

РЭМ совместно с рентгеновским анализом показали, что фазовый состав подповерхностного слоя частиц, также, как и их структура, имеет схожесть с фазовым составом подповерхностного слоя пластин Fe-3\%Si , покрытых MgO и прошедших полный цикл ВТО. Фазовый состав подповерхностного слоя состоит в основном из твердого раствора Fe-Si , форстерита $(\text{MgFe})_2\text{SiO}_4$ и небольшого количества остаточного MgO .

Другим способом химико-термической обработки порошка сплава Fe-3\%Si являлось «магнирование» по типу алитирования. Отжиг проводился в трубчатой печи в вибро-кипящем слое с частотой вибрации 10 Гц. Навеска для магнирования рассчитывалась исходя из производственного опыта алитирования, где соотношения по весу железо-алюминий-катализатор были 88%-3%-9%. Температурный режим отжига: повышение температуры в печи до 550 °С, выдержка 15 минут, нагрев до 960 °С, выдержка 15 минут, затем охлаждение.

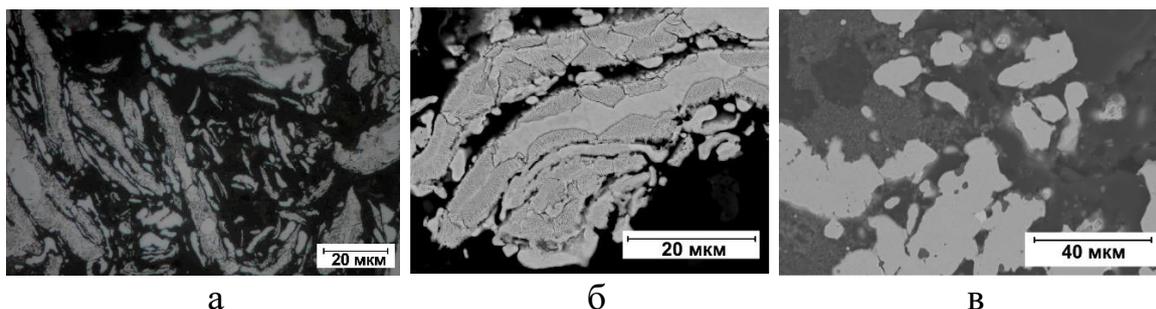


Рисунок 12 – Микроструктура металлического порошка дисперсностью $< 150 \mu\text{m}$: а, б – металлография (оптическая и СЭМ, соответственно) порошка после отжига при температуре $830 \text{ }^\circ\text{C}$ во влажной атмосфере; в – СЭМ после промышленного ВТО

Рентгеновский анализ совместно с растровой электронной микроскопией показали, что почти каждую частицу порошка Fe-3%Si после «магнирования» (рисунок 13), покрывает окисленный слой, состоящий из оксидов Mg_2SiO_4 и MgO , а он, в свою очередь, покрыт толстым слоем чистого восстановленного $\alpha\text{-Fe}$.

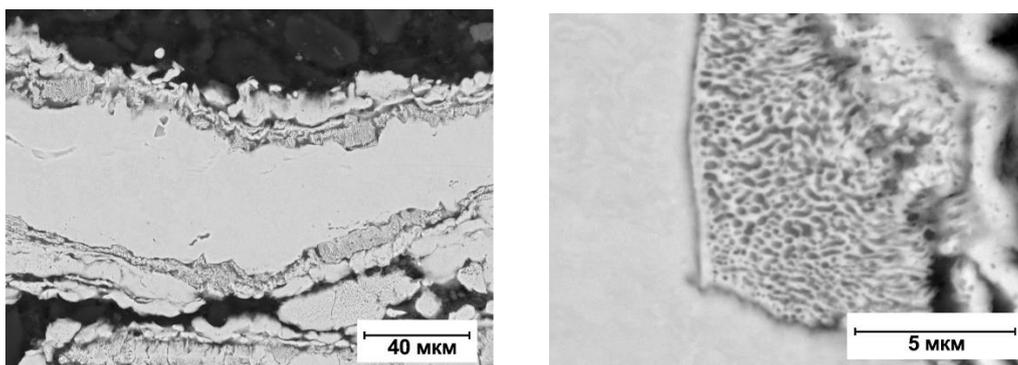


Рисунок 13 – Микроструктура металлического порошка дисперсностью $< 150 \mu\text{m}$ после «магнирования» при разных увеличениях

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Установлено, что с повышением температуры в аморфной ленте сплава $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_2\text{Mo}_{1.5}\text{Si}_{14}\text{B}_9$ последовательно происходят нанокристаллизация и превращение по типу рекристаллизации. Тепловой эффект кристаллизации (переход из аморфного в нанокристаллическое состояние) составляет -387 кДж/моль , а тепловой эффект рекристаллизации составляет -88 кДж/моль .

2. Построены модели структурных состояний и экспериментально подтверждены размеры составляющих их элементов (ОКР), формирующихся в температурных интервалах нанокристаллизации и рекристаллизации в сплаве $\text{Fe}_{72.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_2\text{Mo}_{1.5}\text{Si}_{14}\text{B}_9$.

3. Численным моделированием отжига магнитопровода из аморфного сплава типа Finemet показано, что в зависимости от геометрических размеров изделия за счет интенсивного выделения тепла при фазовом превращении, может происходить разогрев материала до температур, предполагающих реализацию структурного превращения.

4. Показано, что оптимальной термической обработкой для магнитопровода из ленты сплава типа Finemet с любым сечением является нагрев до температуры на 20° ниже температуры кристаллизации; выдержка для выравнивания температуры по сечению изделия; максимально быстрый нагрев до температуры на 20° выше температуры кристаллизации с выдержкой при данной температуре до ее выравнивания по сечению.

5. Продемонстрирована возможная последовательность термохимических реакций, реализующихся в поверхности технического сплава Fe-3%Si с нанесенным гидратированным MgO при высокотемпературном отжиге в водородной атмосфере (H_2):

- в области температур $400\text{--}700^\circ\text{C}$ происходит окисление металлической части поверхности с образованием FeO;
- в области температур $700\text{--}900^\circ\text{C}$ происходит растворение MgO в FeO с образованием (MgFe)O (магнезиовюстита);
- при температурах $700\text{--}900^\circ\text{C}$ (MgFe)O взаимодействует с диоксидом кремния с образованием форстерита $(MgFe)_2SiO_4$;
- при температурах $900\text{--}1150^\circ\text{C}$ за счет взаимодействия поверхности с H_2 происходит восстановление $(MgFe)_2SiO_4$ с образованием комплексов Mg_2Si , которые встраиваются в твердый раствор ($\alpha\text{-Fe}$), аморфизируя его;
- сформировавшееся при высоких температурах аморфная фаза частично сохраняется при охлаждении до комнатных температур.

6. Предложен механизм формирования аморфной фазы. Форстерит восстанавливается ионами водорода до комплексов Mg_2Si , которые в интервале температур $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения переходят в ОЦК-раствор Fe-1–2%Si, являющийся максимально нестабильным. На основе расчётов межатомных расстояний показано, что встраивание комплексов Mg_2Si в ОЦК-решетку твердого раствора на основе железа приводит к ее локальным деформациям $\sim 5\text{--}10\%$. Последнее является причиной аморфизации твердого раствора. Установлен вероятный состав аморфной фаз: $Fe_{90}Si_6Mg_4$.

7. Показано, что наличие Cu (0,5 мас. %) и Mn (0,3 мас. %) в твердом растворе Fe-1–2%Si облегчает его аморфизацию, и приводит к возникновению двух состояний, отличающихся средним размером первой координационной сферы.

8. Предложены способы получения порошка системы Fe-Si-Mg-Cu с повышенным содержанием термостабильной аморфной фазы, который может служить материалом для производства объемных изделий.

Перспективы дальнейшей разработки темы

В будущем планируются исследования возможности получения

объемного изделия из порошка системы Fe-Si-Mg. Полученное объемное изделие тестируется на магнитные свойства, наличие которых создает перспективу использования порошка в качестве материала для изготовления сердечников трансформаторов, роторов для электродвигателей и т. д.

Список опубликованных работ по теме диссертации

статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:

1. **Никульченков Н. Н.** Фазовые и структурные превращения в нанокристаллическом сплаве $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$. / **Н. Н. Никульченков**, А. С. Юровских, Ю. Н. Стародубцев, М. Л. Лобанов // Письма о материалах. – 2019. – Т. 9. – № 1. – С.64–69. (0,64 п.л./0,16 п.л.) (WoS, Scopus)

2. **Никульченков Н. Н.** Определение критических точек аморфного сплава Fe – Si – Nb – Cu – Mo – B терморентгенографическим методом. / **Н. Н. Никульченков**, А. С. Юровских, М. Л. Лобанов // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2019. – Том 62. – № 6. – С. 492-493. (0,15 п.л./0,05 п.л.) (Scopus).

3. **Nikul'chenkov N. N.** Heat Treatment Parameters Optimization for Magnetic Cores of Amorphous Finemet Alloy / **N. N. Nikul'chenkov**, S. V. Danilov, K. E. Cherepanov, M. L. Lobanov // AIP Conference Proceeding. – 2019. – Vol. 2174. – 020145. (0,23 п.л./0,09 п.л.) (WoS, Scopus).

4. **Nikul'chenkov N. N.** Thermo-Physical Parameters Determination of Nano-Crystalline $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ Alloy for Twisted Magnetic Cores Heat Treatment Optimization. / **N. N. Nikul'chenkov**, K. Y. Cherepanov and M. L. Lobanov // Materials Science Forum. – 2020. – Vol. 989. – P. 160-164. (0,31 п.л./0,13 п.л.) (Scopus).

5. Lobanov M. L. Solid state amorphization in a thin Fe-Si-Mg-O surface film triggered by the reduction of elements from oxides in the temperature range of the α - γ transformation. / M. L. Lobanov, A. S. Yurovskikh, P. L. Reznik, **N. N. Nikul'chenkov**, G. M. Rusakov, A. A. Redikul'tsev // Letters on Materials. – 2020. – Vol. 10. – No. 1. – P. 83-88. (0,5 п.л./0,08 п.л.) (WoS, Scopus).

6. **Nikul'chenkov N. N.** Solid-state Amorphization in the Fe-Si-Cu-Mg-O System. / **N. N. Nikul'chenkov**, P. L. Reznik and M. L. Lobanov // AIP Conference Proceedings. – 2020. – Vol. 2313. – 030065. (0,23 п.л./0,08 п.л.) (WoS, Scopus).

7. **Nikul'chenkov N. N.** Analysis of the structure of thin amorphizing layers of the Fe-Si-Cu-Mg-O system. / **N. N. Nikul'chenkov**, A. B. Loginov, S. V. Danilov and B. A. Loginov // AIP Conference Proceedings. – 2020. – Vol. 2315. – 030012. (0,25 п.л./0,08 п.л.) (WoS, Scopus).

8. **Nikul'chenkov N. N.** Mechanism of Solid-State Amorphization in the Fe-Si-Cu-Mg-O System / **N. N. Nikul'chenkov**, A. A. Redikul'tsev, M. L. Lobanov. // Trans Tech Publications Ltd. – 2021. – Vol. 316. – P. 295-299. (0,36 п.л./0,15 п.л.) (Scopus).

9. Lobanov M. L. Glass Film Formation on GOES Surface during High-Temperature Annealing: The Mechanism with Amorphous Phase Formation. / M. L. Lobanov, **N. N. Nikul'chenkov**, V. V. Popov, A. S. Yurovskikh, M. Y. Veksler, V. I. Pastukhov // *Nanomaterials*. – 2022. – Vol. 12. – No.23 – 4150. (0,96 п.л./0,3 п.л.) (WoS, Scopus).

Другие публикации:

10. **Никульченков Н. Н.** Применимость модели структурных единиц к описанию аморфного состояния // **Н. Н. Никульченков**, А. С. Юровских // *Уральская школа молодых металлургов: сборник материалов и докладов XIX Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов — молодых ученых Екатеринбург: Издательство Уральского университета, Екатеринбург, 19–23 декабря 2018. С. 384–388.*

11. Yurovskikh A. S. The Effect of Copper and Manganese on the Amorphization Process in a Thin Fe–Si–Mg–O Film /A. S. Yurovskikh, **N. N. Nikul'chenkov**, A. A. Redikultsev, Z. Z. Lutfieva, and M. L. Lobanov // *XIX International scientific-technical conference “The Ural school-seminar of metal scientists-young researchers. Ekaterinburg, Russia, 19–23 December, 2018. KnE Engineering. P. 164-169.*

12. **Никульченков Н. Н.** Оптимизация параметров термической обработки магнитопроводов из аморфного сплава FINEMET / **Н. Н. Никульченков**, С. В. Данилов, К. Е. Черепанов, М. Л. Лобанов // *Сборник материалов VI Международной молодежной научной конференции, посвященной 70-летию основания Физико-технологического института УрФУ – 2019. – Екатеринбург – УрФУ. – С. 225-233.*