

05

Дефекты мезоскопического уровня в двухфазном $\alpha + \gamma$ -состоянии сплава Fe–32 ат.% Ni

© Н.Д. Земцова

Институт физики металлов УрО РАН,
620990 Екатеринбург, Россия
e-mail: zemtsova@imp.uran.ru

(Поступило в Редакцию 5 апреля 2016 г.)

Обнаружена крайняя нестыковка результатов наблюдения структуры мартенсита в одном и том же образце при исследовании в оптическом и сканирующем микроскопах. Проведено сопоставление полученных результатов с литературными данными, высказано предположение о влиянии разогрева образца на процесс преобразования упругих разворотов фрагментов периферийной части мартенситных пластин в пластические.

DOI: 10.21883/JTF.2017.05.44443.1837

Введение

В процессе охлаждения сплава Fe–32 ат.% Ni до температуры кипения жидкого азота формируются кристаллы частично двойникованного линзовидного мартенсита. Работы [1–5] демонстрируют их образование в две стадии. В первую очередь возникает мидриб — средняя область кристалла, которая затем обрастает дислокационной периферией. Но если в [1] такой механизм красиво проиллюстрирован методом металлографии и высказан как предположение, то в [2–5] он надежно установлен благодаря использованию импульсного магнитного поля, в котором существенно возрастает магнитная энергия фазы с большей намагниченностью — мартенсита. В результате повышается температура начала мартенситного превращения $\gamma \rightarrow \alpha$, расширяется температурная область существования мартенсита и увеличивается скорость его формирования. Установлено, что импульсное магнитное поле, наложенное несколько выше температуры начала $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения M_s (M_s — определена путем измерения намагниченности образца при медленном охлаждении до температуры кипения жидкого азота), оказывает воздействие только на атермическое мартенситное превращение: обеспечивает формирование только средней области кристалла — мидриба. Пластин атермического мартенсита из-за резкого увеличения скорости роста формируются до того, как создаются условия для развития изотермической составляющей превращения — дислокационной периферии.

Так как развитие $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения происходит с изменением формы и размера превращающихся участков, формирующееся двухфазное состояние сплава приобретает повышенный уровень упругих напряжений. Частичная релаксация избыточных упругих напряжений в двухфазной $\gamma + \alpha$ -матрице в первую очередь происходит двойникованием тонких исходно-монокристалльных пластин атермического мартенсита. Именно поэтому электронно-микроскопически значительно чаще наблюдаются внутренне двойникованные пластины атермического мартенсита, возникшие под действием магнит-

ного поля, чем монокристалльные пластины. Последующее развитие $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения всегда происходит путем обрастания этих тонких пластин двойниками превращения. Эту область кристалла — узкую тонкую монокристалльную пластину, окаймленную двойниками превращения, — в литературе называют мидрибом.

Двойникование в области мидриба осуществляется по одной системе плоскостей $\{112\}$. После формирования таких внутренне двойникованных пластин в сплаве сохраняется высокий уровень упругих напряжений, величина которых может достигать сотен мегапаскалей, что близко к пределу текучести аустенита. Значительная часть этих упругих напряжений релаксирует в процессе роста периферийной области мартенситного кристалла путем формирования в ней высокой степени дефектности. Исследование структуры периферийной части мартенситных пластин, сформировавшихся в сплаве Fe–29.8 wt.% Ni, проведено в [1] электронно-микроскопическим методом на просвет. Использование критерия невидимости дислокаций $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ позволило установить, что в этой области мартенситного кристалла всегда присутствуют все четыре набора винтовых дислокаций в плоскости скольжения типа $\{112\}$ вдоль всех четырех направлений $\langle 111 \rangle$. Сравнение с природой дислокаций, формирующихся в результате деформации растяжением равновесной ОЦК-фазы в сплаве Fe–9% Ni, показало идентичность дислокационных структур. Это дало основание сказать, что наличие дислокаций в периферийной части мартенситных пластин является результатом релаксационной пластической деформации мартенсита. Этот вывод в [1] распространен на другие Fe–Ni-сплавы с повышенным содержанием никеля 32.0% и 33.2% (также испытывающих $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение с образованием частично-двойникованных линзовидных пластин мартенсита) без детального исследования структуры периферийной части.

В [6] методом электронной дифракции исследованы особенности структуры мартенситных пластин в сплаве Fe–31 Ni. Установлено наличие зоны разориентации на

угол в 2° между зоной мидриба и периферийной частью. Сама структура периферийной части мартенсита вновь охарактеризована, как имеющая высокую плотность дислокаций, принадлежащих нескольким системам. Во всех последующих работах эта мысль повторяется, как надежно установленная.

Настоящая работа посвящена исследованию тонкой внутренней структуры периферийной части частично двойникованных линзовидных кристаллов мартенсита в сплаве Fe–32 ат.% Ni, характеризующемся большим содержанием никеля в отличие от сплава с 29,8 wt.% Ni, детально изученного в [1]. Представляется необходимым изучить состояние кристаллических решеток α - и γ -фаз в исходном состоянии сплава, полученном в процессе охлаждения и медленного отогрева до комнатной температуры, так как нет достоверного ответа на вопросы, связанные с механизмом пластической деформации фаз, вызванной формоизменением, сопровождающим $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение в этом сплаве. Возможно, это окажется полезным и для понимания инварного эффекта в сплавах с содержанием никеля более 30%. Кроме того, проведение такого исследования на модельных сплавах системы Fe–Ni является целесообразным, поскольку в значительной степени облегчит интерпретацию экспериментальных данных по состоянию сплавов в процессе реализации обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения, так как и это исследование необходимо начинать с самого начала, с достоверной характеристики исходного $\alpha + \gamma$ -состояния.

Материал и методика исследования

Сплав Fe–32 ат.% Ni, содержащий не более 0,01% C, послековки на прутки сечением 10×10 мм был гомогенизирован при 1100°C в течение 48 h и резко закален в воде. Сплав имел исключительно однофазную аустенитную структуру. Охлаждение в жидком азоте и медленный отогрев на воздухе до комнатной температуры привели к формированию $\sim 80\%$ α -фазы линзовидной морфологии.

Исходный размер образцов $10 \times 10 \times 10$ мм. Электроискровой резкой, вносящей наименьшие искажения в поверхностный слой, образец разрезан пополам на две части. Получено два идентичных образца для исследования в оптическом и в сканирующем микроскопах. Поверхность реза каждой части шлифовали на мелкозернистой шлифовальной бумаге, затем проводили электрополировку и электроотравление в электролите: 90% ледяной уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты при напряжении 100 V. Исходная температура электролита 5°C . Образцы промывали в спирте или ацетоне.

Получение четкого изображения в сканирующем микроскопе требует глубокого травления, обеспечивающего заметный рельеф на поверхности шлифа. Поэтому время электроотравления составляло не менее 1 min, в то время как операции электрополировки и электроотравления образца для оптического исследования составляли



Рис. 1. Изображение структуры сплава Fe–32 ат.% Ni в оптическом микроскопе, $\times 600$.

несколько секунд. Отметим, что в процессе длительного травления происходит разогрев образца в электролите до температуры его кипения $\sim 120^\circ\text{C}$. Исследование структуры проведено в отделе электронной микроскопии испытательного центра нанотехнологий и перспективных материалов (ИЦ НПМ) ИФМ УрО РАН на электронном микроскопе JEM 200CX при действующем напряжении 160 kV и на сканирующем электронном микроскопе Quanta-200. Параллельное применение двух методов исследования позволило повысить надежность и информативность экспериментальных данных, установить соответствие между структурными элементами, наблюдаемыми в локальных участках фольги и на больших площадях в массивных образцах.

Результаты исследования и их обсуждение

На рис. 1 приведено изображение структуры сплава Fe–32 ат.% Ni в оптическом микроскопе. На изображении пластины мартенсита, расположенной в центре снимка, хорошо виден мидриб, состоящий из монокристалльной пластинки и окружающих ее двойников превращения. В периферийной части мартенситной пластины видны механические двойники, возникшие в месте удара пластин мартенсита второго порядка с этой крупной пластиной мартенсита. Остальная часть периферийной области представляется структурно однородной.

Изображения структуры мартенсита, полученные в сканирующем микроскопе (рис. 2), вскрывают много новых особенностей структуры в их периферийной части.

Благодаря различной травимости структурных составляющих в зависимости от кристаллографической ориентации фаз аустенита и мартенсита оказывается возможным наблюдать распределение дефектов в их структуре. Пластины мартенсита имеют более темный окрас, расположены ниже остаточного аустенита, и в их периферийной части отчетливо видны следы пластической деформации. В зависимости от кристаллографической

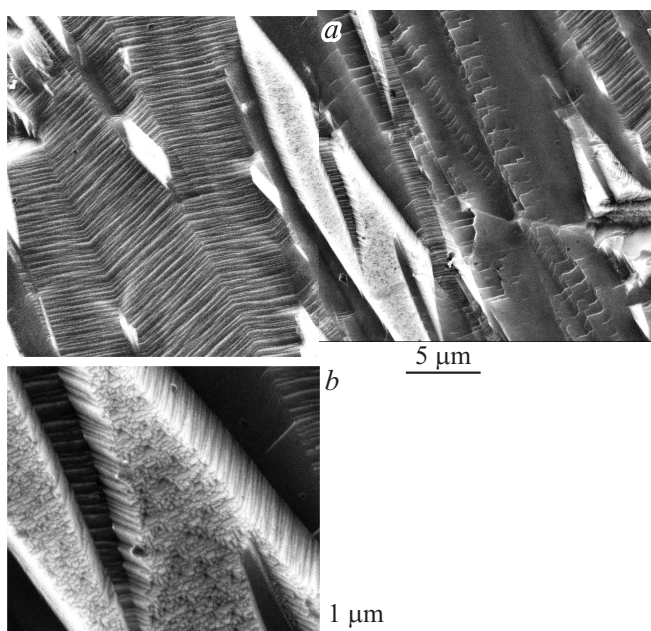


Рис. 2. *a* — изображение структуры сплава Fe–32 ат.% Ni в сканирующем микроскопе; увеличенное изображение участка остаточного аустенита (*b*), расположенного в центре снимка на *a*.

ориентации пластин мартенсита на поверхности шлифа эти следы имеют различный вид. В одних пластинках видна достаточно равномерная полосчатость, отображающая следы пластической деформации, в других — следы пластической деформации имеют вид зигзагообразных линий с достаточно четкой кристаллографической направленностью. Участок остаточного аустенита, расположенный в центре снимка (увеличенное изображение которого приведено на рис. 2, *b*), претерпел равномерное всестороннее сжатие: следы деформации формируют достаточно равноосную ячеистую структуру.

Важно, что эти следы деформации не видны на оптическом изображении структуры. Для понимания природы этих следов деформации обратимся к анализу имеющихся литературных данных. Во-первых, подобные следы деформации при оптическом методе исследования в многократных представлениях многими авторами этой двухфазной $\alpha + \gamma$ -структуры, в том числе и в сплавах на основе Fe–Ni, никогда не демонстрировались. Для примера на рис. 3 представлена структура линзовидного мартенсита в сплаве Fe–32 wt.% Ni, опубликованная в [1]: следы пластической деформации в периферийной части мартенситной пластины отсутствуют. Видны только границы механических двойников, возникших в месте соударения пластин мартенсита второго порядка с пластинками мартенсита, образовавшимися первоначально. Это наблюдение полностью совпадает с нашим наблюдением (рис. 1). Следы деформации отсутствуют и в участках остаточного аустенита.

На рис. 4, *a* (воспроизведен из [1]) представлено изображение предварительно плоской полированной поверхности аустенитного образца после первой стадии $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения: охлаждение образца было прервано после первого звукового щелчка для того, чтобы избежать появления механических двойников в структуре мартенситной пластины. Формирование пластины мартенсита привело к появлению рельефа на поверхности аустенитного образца, выявленного благодаря использованию наклонного освещения в оптическом микроскопе. Виден мидриб. Отметим основной результат: формоизменение неоднородно на протяжении пластины. Мартенситная пластина изрезана другими пластинками, габитус которых не совпадает с габитусом двойников превращения в мидрибе. Авторы [1] предположили два возможных механизма образования пластинок, рассекающих мартенситную пластину, оба связанных с процессом раздвойнивания мидриба. Первое предположение: так как уровень упругих напряжений, испытываемый мартенситным кристаллом на поверхности образца, меньше, чем в объеме, авторы [1] сравнили плотность двойников превращения в мидрибе на оптическом изображении структуры (т. е. в массивном образце) и в тонкой фольге, где поверхность играет большую роль. Она оказалась одинаковой. Следовательно, раздвойнивания мидриба

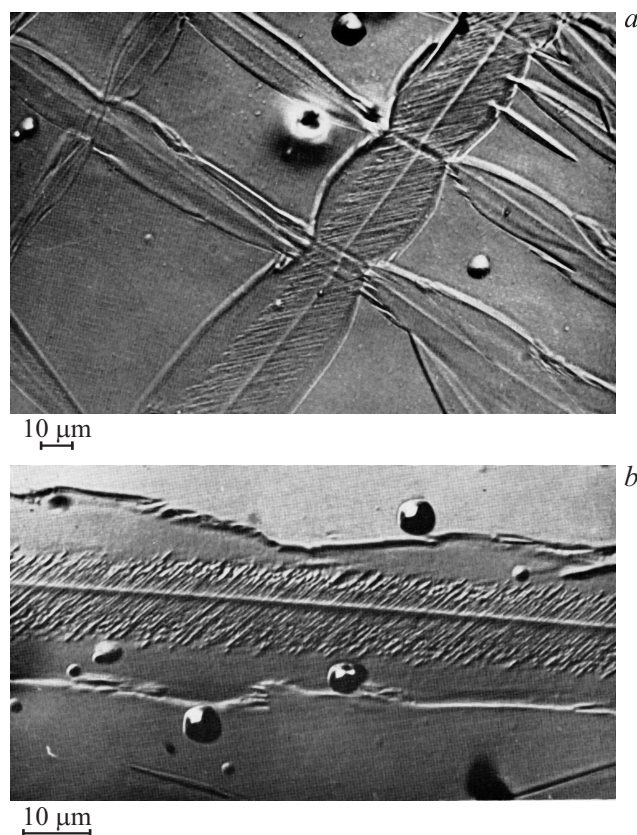


Рис. 3. *a* — изображение структуры сплава Fe–32 wt.% Ni в оптическом микроскопе (воспроизведены из [1]); *b* — видно искажение структуры мидриба в зоне его контакта с периферией мартенситного кристалла.

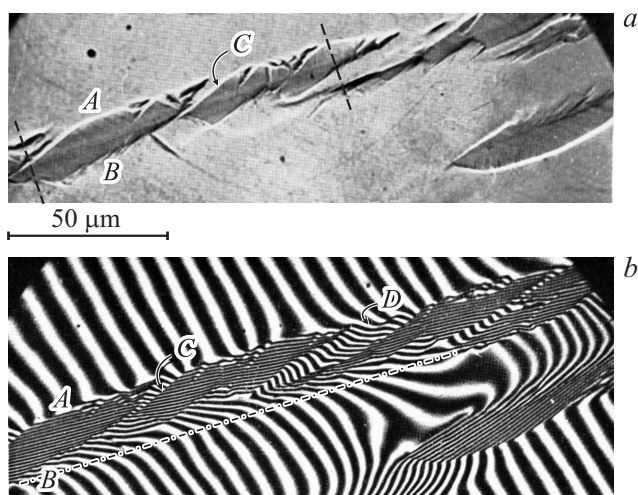


Рис. 4. *a* — изображение рельефа, созданного мартенситной пластиной первого порядка на предварительно полированной поверхности аустенита; *b* — то же место в интерференционном микроскопе. Рисунки воспроизведены из [1].

мартенситного кристалла, даже частичного, в тонкой фольге не происходит. Поэтому раздвоивания не происходит и в мартенситной пластине, сформировавшейся на поверхности аустенитного образца.

Второе предположение: раздвоивание происходит неоднородно на периферии и в центре мидриба мартенситной пластины. Для доказательства они провели исследование изображения структуры рельефа в интерференционном микроскопе (рис. 4, *b*). На рис. 4, *a* штриховыми линиями отмечен исследованный участок мартенситной пластины, буквами *A*, *B* и *C* — места, в которых авторы [1] измеряли углы разориентации интерференционных полос между областями, соответствующими периферийной части пластины и ее дублированного мидриба. Во всех случаях этот угол не превышал 1.5° . Произведенный ими расчет для случая, если бы раздвоивание имело место, показал, что угол разориентации интерференционных полос был бы другим и составлял не менее 6° . Таким образом, авторы [1] пришли к выводам: 1) наличие пластинок, рассекающих мартенситную пластину, нельзя объяснить раздвоиванием; 2) наличие пластинок является результатом пластической деформации мартенситной пластины из-за ограничений, налагаемых окружающим аустенитом.

Продолжим исследование структуры мартенситной пластины, полученное в интерференционном микроскопе. Интерференционные полосы в остаточном аустените по обе стороны от мартенситной пластины параллельны. При переходе в мартенситную пластину они претерпевают изгиб. На рис. 4, *b* проведена штрихпунктирная линия по точкам перегиба интерференционных полос, указывающая положение нижнего габитуса (на приведенном рисунке) мартенситной пластины. Видим, что пластинки не рассекают мартенситную пластину насквозь, а оста-

навливаются в области мидриба. Пластинка, отмеченная буквой *D*, достаточно широка. Направление интерференционных полос в ней претерпевает изгиб, причем неоднократно, что особенно хорошо видно в области габитуса. В интервале между точками *A* и *C* также видно неоднократное изменение направления интерференционных полос. Таким образом, вся поверхность пластины мартенсита кристаллографически волнообразна, иначе говоря, она претерпела упругие периодические повороты кристаллической решетки. Такое предположение не могло быть озвучено в 1966 г., когда была выполнена работа [1]. Первые работы по физике реализации больших пластических деформаций в металлах и сплавах начали появляться только десятилетие спустя. Первые фундаментальные результаты изложены в [7,8].

В настоящее время работа [1] дает возможность понять результаты исследования структуры сплава Fe-32 ат.% Ni, приведенные на рис. 1 и 2. Упругие развороты кристаллической решетки не могут быть видимыми на оптическом изображении структуры сплава. Подобный результат был изложен в [9,10]: на лауэграммах от монокристалла каменной соли, находящегося в условиях сжатия, авторы обнаружили ярко выраженный астеризм рентгеновских пятен, что свидетельствует о произошедшей раздробленности кристалла на несколько кусков. Однако при этом он сохранял прозрачность и жесткость. Обнаружить следы пластической деформации кристалла в оптическом микроскопе авторам не удалось.

Изображение структуры, полученное в сканирующем микроскопе (рис. 2, *a*, слева), четко отражает наличие фрагментов в мартенситной структуре, разделенных периодически расположенными границами. Фрагментация пластин мартенсита произошла в результате деформации сжатием со стороны остаточного аустенита, так как они имеют больший удельный объем по сравнению с аустенитом. Границы фрагментов в мартенситных пластинах начинаются от габитусной поверхности и располагаются перпендикулярно к ней. Так как остаточный аустенит претерпел достаточно равномерную деформацию всестороннего сжатия (рис. 2, *b*), то, следовательно, границы фрагментов в мартенситных пластинах располагаются в направлении оси деформации. Такое расположение фрагментов типично для случая деформации при низких температурах [7]. Границы фрагментов располагаются приблизительно эквидистантно, на расстоянии $0.1-0.5 \mu\text{m}$ одна от другой, и образуют полосовую структуру, которая является типичным элементом сильно деформированных материалов. Обрываются они в области мидриба.

Расположение фрагментов адекватно расположению упругих поворотов в кристаллической решетке мартенсита. Их границы стали видимыми, следовательно, произошло преобразование упругих разворотов в пластические.

Отметим, что следы деформации стали видимыми и в участках остаточного аустенита (рис. 2, *b*). В оптическом микроскопе они не наблюдались (рис. 1). Следовательно,

и остаточный аустенит в массивном образце испытывает только упругую деформацию. По-видимому, такое преобразование оказалось возможным из-за разогрева образца в процессе электрополировки и травления, обеспечившего пластическую релаксацию упругих напряжений. В следующей работе будет показано, что в тонких фольгах, приготовленных из этого же образца, наблюдаются пластические развороты фрагментов в структуре мартенситных пластин, если при приготовлении фольг происходил их разогрев.

Сравнение рис. 2, *a* и 4, *b* обнаруживает заметное отличие в расположении границ пластинок, их различную кристаллографическую ориентацию по отношению к габитусной поверхности пластин мартенсита. Это обусловлено различным направлением оси деформации фаз в сформировавшихся двухфазных структурах. Именно это направление диктует направление распространения дисклинационных сбросов — следов релаксационной пластической деформации, — поэтому в различных кристаллах мартенсита они могут возникать под разными углами к габитусной плоскости.

Известно [7,8], что фрагментированные разориентированные структуры образуются в результате зарождения и движения по кристаллу частичных дисклинаций — структурных дефектов, носителей ротационных мод пластической деформации. Эти структурные дефекты на мезоуровне пластической деформации играют роль элементарных носителей пространственно неоднородной пластичности. На дислокационном уровне рассмотрения пластической деформации эту роль выполняют дислокации.

Обратим внимание на правую часть рис. 2, *a*. В структуре пластин мартенсита видны достаточно кристаллографически правильные зигзагообразные полосы. Можно предположить, что они являются границами двойников. Двойникование является частным случаем процесса переориентации и может быть предпочтительным в случае невыгодной ориентации по отношению к оси деформации, например, в случае расположения мартенситных пластин вдоль границ зерен. Реализации механизма ротационной пластичности двойникованием способствуют высокая скорость деформации и низкая температура, которые как раз имеют место в случае $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в сплаве Fe–32, ат.% Ni.

Обратим внимание на структуру мидриба (рис. 1 и 3, *b*), особенно на ту его часть, которая контактирует с периферийной однородной частью мартенситной пластины. Она искажена, имеет различающийся контраст, не имеет четкой однородной кристаллографической направленности и представляется раздробленной на части со смещением и некоторым разворотом. Некоторые мелкие фрагменты создали рельеф на поверхности образца. Именно этот экспериментальный факт наличия разориентированной зоны мидриба, контактирующей с периферийной частью мартенситной пластины, зарегистрирован в [6] методом электронной дифракции. Этому вопросу уделено внимание в [1]. Полученный результат

вновь становится понятным с позиции развития больших пластических деформаций. В работах [7,8] представлены наглядные свидетельства взаимодействия частичных дисклинаций с двойниковой структурой, приводящей к раздроблению двойников, сдвигу и развороту их „обломков“. Двойниковая область мартенситной пластины из-за более высокой прочности испытывает пластические ротации уже в массивном образце, в то время как ее периферийная часть еще остается в упругой области деформации. Это наблюдение свидетельствует о наложении ротационной моды деформации, развившейся в периферийной части мартенситной пластины, с двойниками превращения. Это взаимодействие и обуславливает постепенное затухание частичной дисклинации, потерю ее мощности и, наконец, обрыву. Авторы [7,8] отмечают, что в месте обрыва частичная дисклинация, характеризуемая большой мощностью, рассыпается и ветвится на дисклинации меньшей мощности. Этим можно объяснить факт раздробления двойников на „обломки“, различающиеся по ориентации и величине. Каждое ответвление ответственно за скачок разориентации в $\sim 2^\circ$ [7,8]. Именно такой угол разориентации нашли авторы [6]. Сам факт ветвления связан с релаксацией единичной границы большой мощности на совокупность мезограниц. Таким образом, на рис. 2, *a* представлены оборванные полосовые структуры, состоящие из диполей частичных дисклинаций. На всем протяжении полосовой структуры границы фрагментов представляют собой оборванные границы в области мидриба.

Выводы

1. Впервые результаты исследования структуры мартенсита в сплаве Fe–32 ат.% Ni тракуются с позиции развитой пластической деформации и ротационной пластичности, протекающих в условиях $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения, сопровождающегося существенным изменением формы и размера превращающихся участков сплава.

2. В массивном образце в структуре периферийной части α -фазы и в остаточном аустените реализуются упругие развороты кристаллической решетки.

3. Раздробленность мидриба в области контакта с периферийной частью кристалла мартенсита вызвана пластическим действием частичных дисклинаций, возникших в периферийной области мартенситного кристалла.

4. Глубокое травление и разогрев образца в процессе приготовления шлифа преобразуют упругие развороты в пластические и делают возможным наблюдение полосовых ротационных структур в периферийной части мартенситных пластин в сканирующем электронном микроскопе.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России, тема „Структура“ („Structure“), № 01201463331.

Список литературы

- [1] *Patterson R.L., Wayman C.V.* // Acta Met. 1966. Vol. 14. N 3. P. 347–369.
- [2] *Садовский В.Д., Ромашев Л.Н.* // ДАН СССР. 1978. Т. 238. Вып. 2. С. 342–344.
- [3] *Счастливцев В.М., Ромашев Л.Н., Яковлева И.Л., Садовский В.Д.* // ФММ. 1981. Т. 51. Вып. 4. С. 773–782.
- [4] *Счастливцев В.М., Яковлева И.Л., Ромашев Л.Н.* // ФММ. 1983. Т. 56. Вып. 2. С. 271–279.
- [5] *Счастливцев В.М., Ромашев Л.Н., Садовский В.Д.* // ФММ. 1989. Т. 67. Вып. 4. С. 629–648.
- [6] *Изотов В.И., Козлов А.П.* // ФММ. 1976. С.647–649.
- [7] *Рыбин В.В.* Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.
- [8] *Владимиров В.И., Романов А.Е.* Дисклинации в кристаллах. Л.: Наука, 1986. 224 с.
- [9] *Иоффе А.Ф.* Физика кристаллов. М., Л.; ГИЗ, 1929.
- [10] *Бриллиантов Н.А., Обреимов И.В.* // ЖЭТФ. 1935. Т. 5. № 3,4. С. 330–339; ЖТФ. 1937. Т. 7. № 8. С. 978–986.