

05

Кристаллографическая характеристика дефектов структуры мартенсита в сплаве Fe–32 at.%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.)

Кристаллографический анализ структуры основан на теории физики больших пластических деформаций, изложенной в работах В.В. Рыбина, В.И. Владимировой, А.Е. Романова. В настоящей работе использована та же терминология и ее физическое понимание в применении к пластической релаксации упругих напряжений, возникновение которых сопровождается $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение.

DOI: 10.21883/JTF.2017.06.44507.1838

Введение

Настоящая работа является прямым продолжением работы [1]. Исследован тот же сплав и тот же образец методом просвечивающей электронной микроскопии. В работе [1] обнаружена крайняя нестыковка структур, наблюдающихся в оптическом и сканирующем микроскопах на одном и том же образце. Очевидно, что причина различия наблюдающихся структур заключается в способе приготовления поверхности образцов: в возможном разогреве поверхности образца для исследования в сканирующем микроскопе, в то время как образец для оптического исследования не подвергался разогреву. Выяснение того, какое именно влияние оказывает разогрев на структуру мартенсита в сплаве Fe–32 at.%Ni, является основной задачей настоящей работы.

Методика исследования

Сплав и способ его термообработки описаны в [1]. Заготовки для изготовления фольг вырезали из средней части образца электроискровой резкой толщиной 0.5 mm. Заготовки утоняли до толщины 0.2 mm механической шлифовкой на мелкозернистой шлифовальной бумаге без нажима. Фольги готовили в двух электролитах. Каждый электролит разливали в 3–4 двустенных стакана, соединенных с водопроводом, что обеспечивало непрерывное охлаждение электролита проточной холодной водой. Уменьшения разогрева образцов в процессе электрополировки достигали путем попеременного утонения в одном из четырех стаканов. Отметим, что приготовить тонкую фольгу в электролите, использованном в работе [1]: 90% ледяной уксусной кислоты и 10% хлорной кислоты при напряжении 100 V, не удалось. Даже при быстром непрерывном колебании образца в электролите происходил его разогрев. Травление образца преобладало над процессом электрополировки. Утонение происходило быстро. В образце появлялись отверстия с резкими краями, без тонкого окаймления,

пригодного для электронно-микроскопического исследования структуры на просвет.

Изображения структуры, приведенные в настоящей работе, получены на тонких фольгах, приготовленных в следующих двух электролитах:

1 — на основе ортофосфорной кислоты с добавлением хромового ангидрида и серной кислоты при напряжении 25 V. Важно отсутствие воды и быстрое колебание образца в электролите для максимально возможного устранения его разогрева. В противном случае происходило заметное травление образца и уменьшение ширины тонкой области, окаймляющей отверстие, пригодной для электронно-микроскопического исследования структуры на просвет. Отметим, что полностью избежать разогрева образца в этом электролите не удавалось;

2 — на основе уксусной кислоты с добавлением хромового ангидрида при напряжении 60–80 V. Образец практически не разогревался.

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.

Результаты исследования и их обсуждение

Первый раздел работы посвящен исследованию структуры методом просвечивающей электронной микроскопии в участках, соответствующих различающимся структурам мартенситных пластин в сплаве Fe–32 at.%Ni, обнаруженным методом сканирующей электронной микроскопии [1]. Такие структуры были найдены в образце, приготовленном в первом электролите, когда образец подвергался разогреву, но существенно меньшему, чем при приготовлении поверхности образца для сканирующего микроскопа. На рис. 1 представлено типичное изображение структуры сплава Fe–32 at.%Ni, полученное в сканирующем электронном микроскопе. В верхней

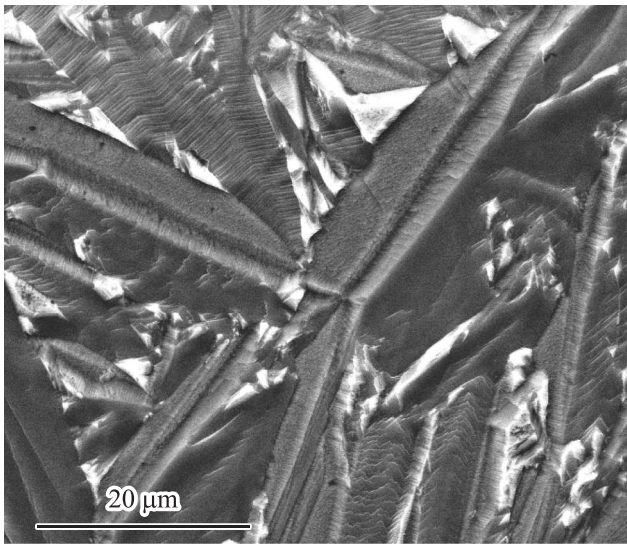


Рис. 1. Изображение двухфазной $\alpha + \gamma$ структуры сплава Fe–32 at.%Ni в сканирующем микроскопе. В процессе электрополировки и травления происходил разогрев образца.

части рисунка видна полосчатая структура, в нижней части справа — зигзагообразные полосы в области мартенситных пластин.

На рис. 2, *a* представлено светлопольное изображение структуры, в которой видны три фрагмента, разделенные широкими границами. На электронограмме (рис. 2, *b*) четко зарегистрирована ось зоны [110] только одного фрагмента, расположенного в центре изображения структуры. Это доказано темнопольным изображением (рис. 2, *c*), полученным в рефлексе $\bar{1}10$, указанном штриховой стрелкой, принадлежащем оси зоны [110], ячейка которой отмечена штрихом на электронограмме. От рядом расположенного фрагмента структуры на микродифракционной картине присутствует только один систематический ряд рефлексов. Он отклонен от однотипного ряда рефлексов, полученных от центрального фрагмента, на угол 22° . Его темнопольное изображение в рефлексе, указанном сплошной стрелкой, приведено на рис. 2, *d*. Разворот центрального фрагмента относительно соседних фрагментов произошел в плоскости, непараллельной поверхности мартенситной пластины, именно поэтому на электронограмме не присутствует полный набор рефлексов от всех структурных элементов. Подтверждением служит и достаточно заметная ширина нижней границы фрагмента ~ 20 nm, которая не может быть создана только скольжением дислокаций в плоскости сдвига.

Сплошной линией на электронограмме указано положение (след) верхней границы центрального фрагмента. Оно непараллельно нижней границе фрагмента. Угол разориентации между границами фрагментов, измеренный на изображении структуры, составляет 7° (указан на вставке к рис. 2, *a*). Обнаруженное несоответствие между разориентацией кристаллических решеток двух

фрагментов и разориентацией границ фрагментов означает, что механизм фрагментации структуры включает в себя не только сдвиг по определенной плоскости, но и дисклинационный поворот. Важным подтверждением этого является тот факт, что положение границ фрагментов не является какой-либо рациональной кристаллографической плоскостью. Таким образом, кристаллографический анализ структуры мартенсита, представленный на рис. 2, показывает, что границами фрагментов являются следы деформации, возникшие в результате релаксации упругих напряжений в двухфазной $\alpha + \gamma$ -структуре, в формировании которых определяющую роль играют ротационные моды пластической деформации. По терминологии физики больших деформаций эти границы фрагментов представляют собой частичные дисклинации, а сам фрагмент — полосу дисклинационного сброса [2,3]. Это изображение структуры соответствует области однородной полосчатой структуры мартенситной пластины, обнаруженной методом сканирующей микроскопии (верхняя часть рис. 1).

Обратим внимание на дисперсную полосчатость внутри центрального фрагмента (внутри полосы дисклинационного сброса), видимую на рис. 2, *a*. Ее направление отмечено штрихпунктирной линией. Это направление, перенесенное на электронограмму, четко указывает кристаллографическое направление на рефлекс $\bar{1}1\bar{3}$, отвечающее плоскости двойникования ($\bar{1}21$) или (211). Экспериментальным фактом, подтверждающим внутреннее двойникование центрального фрагмента, является размытие его рефлексов на электронограмме в направлении, перпендикулярном следу плоскости двойникования, указанном яркой линией того же типа в нижней части рис. 2, *b*. Таким образом, показано, что, помимо формирования полос деформации посредством дисклинационных сбросов (ротационных мод пластической деформации), в релаксационном процессе снятия упругих напряжений при $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении участвует двойникование во фрагментах, испытавших дисклинационный сброс. Отметим, что в соседних фрагментах сохраняется мультидислокационная структура высокой плотности. Аналогичные экспериментальные результаты, полученные в процессе исследования развитой пластической деформации, описаны в [3].

На рис. 3, *a* дополнительно приведено светлопольное изображение подобной структуры. В верхней части рисунка виден широкий след пластической деформации, разделяющий два фрагмента. На соответствующей электронограмме (рис. 3, *b*) зарегистрировано присутствие оси зоны [120] и трех однотипных осей зон типа $\langle 135 \rangle$, развернутых друг относительно друга на углы 52° , 46° и 5° . Положение следа деформации указано яркой сплошной линией. Ось зоны [120] характеризует ориентацию верхнего фрагмента, ячейка которой отмечена на электронограмме штрихом. Изображение нижнего фрагмента характеризуется наличием экстинкционных контуров со слабым изображением структуры в них. Границы контуров приблизительно параллельны границе

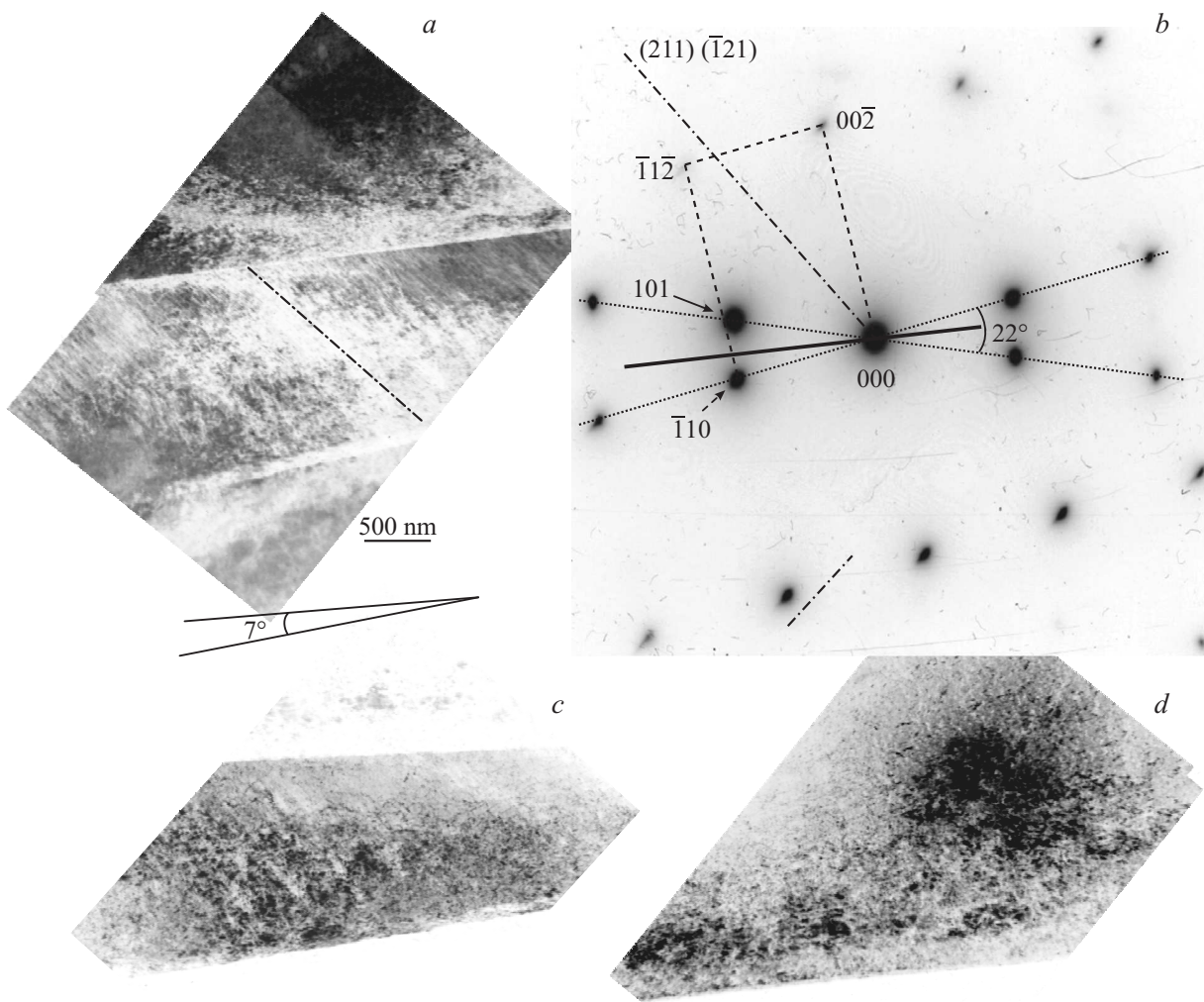


Рис. 2. Полоса дисклинационного сброса в области однородной полосчатой структуры мартенситной пластины. *a* — светлопольное изображение структуры и угол разориентации границ фрагмента 7° ; *b* — соответствующая электронограмма, угол разворота фрагментов — 22° ; *c, d* — темнопольные изображения структуры в рефлексах типа 110, указанном стрелками; *c* — среднего фрагмента в рефлексе, указанного штриховой стрелкой, *d* — верхнего фрагмента в рефлексе, указанном сплошной стрелкой.

фрагмента. Ориентация верхней части нижнего фрагмента с хорошо видимой внутренней структурой отвечает оси зоны [135], отмеченной на электронограмме сплошными линиями. След пластической деформации не имеет рационального кристаллографического направления в обеих осях зон [120] и [135]. Следовательно, эти две ориентировки не связаны друг с другом сдвиговой модой пластической деформации. Между ними залегает частичная дисклинация.

На электронограмме штрихпунктиром и мелким пунктиром отмечены еще две оси зоны типа [135]: [135]-1 и [135]-2, отвечающие ориентациям структуры внутри экстинкционных контуров, пронумерованных цифрами 1 и 2 на изображении структуры. Они не отделены от видимой структурной части фрагмента большеугловой границей. Верхний экстинкционный контур [135]-1 развернут относительно видимой структурной части фрагмента на угол $\sim 52^\circ$, который, в свою очередь, развернут отно-

сительно [135]-2 на угол $\sim 46^\circ$, но в противоположную сторону. Угол разворота между осями зон [135] и [135]-2 уменьшается до $\sim 5^\circ$, что обеспечивает лучшую видимость структуры внутри второго экстинкционного контура. Таким образом, полученный экспериментальный факт свидетельствует о том, что упругие напряжения, возникающие в процессе $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения, не всегда релаксируют посредством пластической деформации с образованием частичных дисклинаций. Упругие развороты фрагментов внутри мартенситной пластины могут достигать весьма больших значений, превышающих 50° , но угол разворота от фрагмента к фрагменту каждый раз меняется на противоположный. Это свидетельствует о том, что происходит компенсация упругих напряжений, по крайней мере частичная, при переходе от одного фрагмента структуры к другому. Объединяя результаты исследования, приведенные на рис. 2 и 3, отметим, что в настоящей работе обнаружены углы разворота

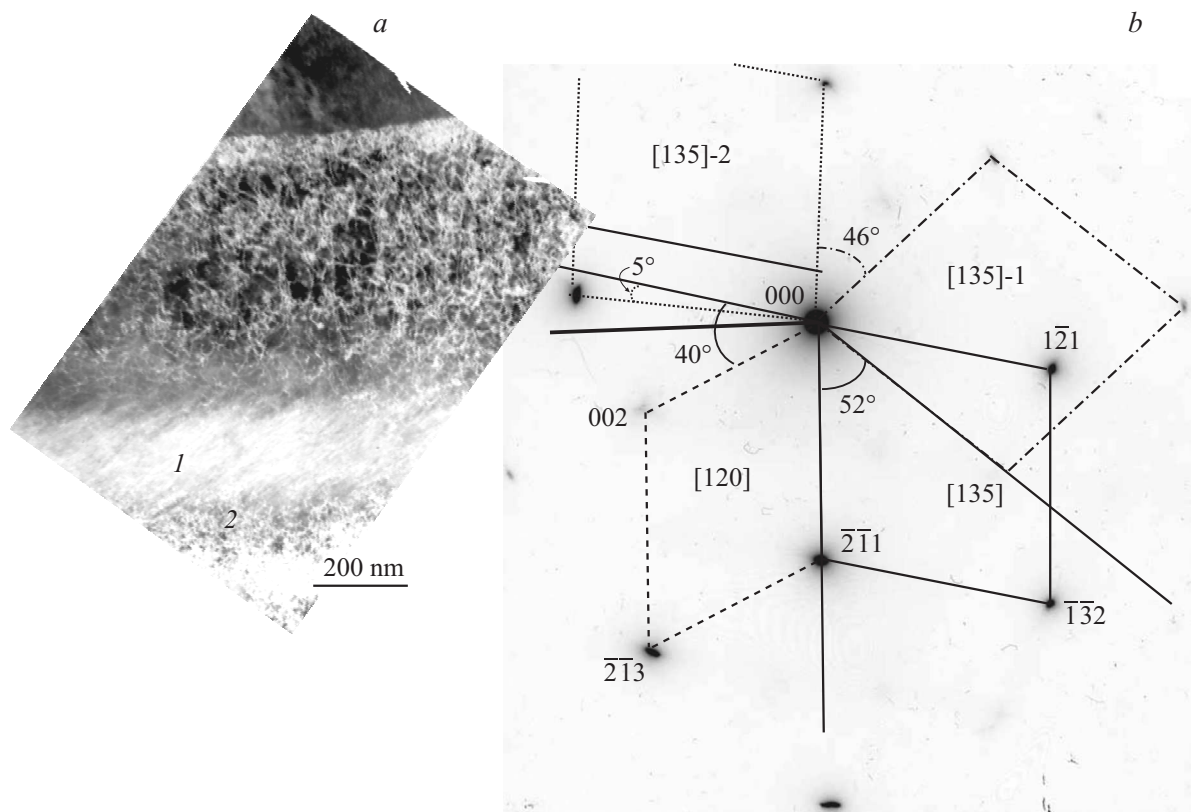


Рис. 3. Пластический дисклинационный разворот верхнего и нижнего фрагментов с осями зон соответственно $[120]$ и $[135]$ на 40° и упругие развороты участков структуры нижнего фрагмента на 52° , 46° и 5° . *a* — светлопольное изображение структуры, *b* — соответствующая электронограмма.

фрагментов в 5° , 22° , 46° и 52° . Ни один из этих углов для данных осей не отвечает кристаллографической разориентации. Так, кристаллографический расчет углов разориентации оси зоны $[120]$ со всеми возможными осями зон типа $\langle 135 \rangle$ дал следующие углы: 10.67° , 33.74° , 47.13° , 58.05° , 67.79° , 76.89° и 85.66° . В.В. Рыбин [2], анализируя статистические закономерности распределения разориентировок в фрагментированной структуре, представил спектр углов разориентировок границ, возникших в процессе развитой пластической деформации. Спектр оказался немонотонным, содержащим три максимума: малоугловой в интервале $1-12^\circ$, среднеугловой в интервале $20-30^\circ$ и большеугловой в интервале $45-55^\circ$. Обнаруженные нами углы расположены именно в этих максимумах разориентации углов фрагментированной структуры.

На рис. 4, *a* представлено изображение структуры, соответствующее, по-видимому, мартенситным пластинам, в которых при исследовании в сканирующем микроскопе наблюдали зигзагообразные полосы с кажущейся четкой кристаллографической ориентацией (рис. 1, внизу справа). Соответствующая электронограмма приведена на рис. 4, *b*. На ней можно выделить две ячейки, отвечающие четко различающимся кристаллографическим ориентациям. Ориентация, изображенная штрихпунктирной линией, отвечает оси зоны $[\bar{5}93]$ и соответствует

ориентации матрицы, расположенной справа от линии, проведенной на изображении структуры. Ячейка, отмеченная сплошными линиями на электронограмме, соответствует ориентации с осью зоны $[37\bar{1}]$ и характеризует кристаллическую структуру матрицы, расположенной слева от линии. Рефлексы присутствующих ориентаций соединены тяжами и располагаются исключительно на этих тяжах с одинаковым угловым расстоянием в $\sim 10^\circ$. Это значение соответствует угловой разориентации осей зон $[\bar{5}93]$ и $[37\bar{1}]$ в ОЦК решетке. Все тяжи имеют одно направление, указанное в нижней части схемы яркими штрихами. Рефлекс, указанный стрелкой на микродифракционной картине, возник в результате двойной дифракции электронов при действии отражения $(0\bar{1}\bar{3})$ в качестве нулевого рефлекса.

На изображении структуры видим ряд плотно расположенных „лент“, не имеющих одного четкого направления. Каждая из них занимает малое протяженное пространство, зачастую имеющее очень вытянутую треугольную форму с углом в вершине $\sim 5^\circ$. На вставке к рис. 4, *a* показана форма вершины ленты. Линия, проведенная на изображении структуры, приблизительно разделяет области, в которых вершины треугольников направлены в противоположные стороны. Предпочтительное положение следов границ лент в правой и левой частях изображения указано на электронограмме

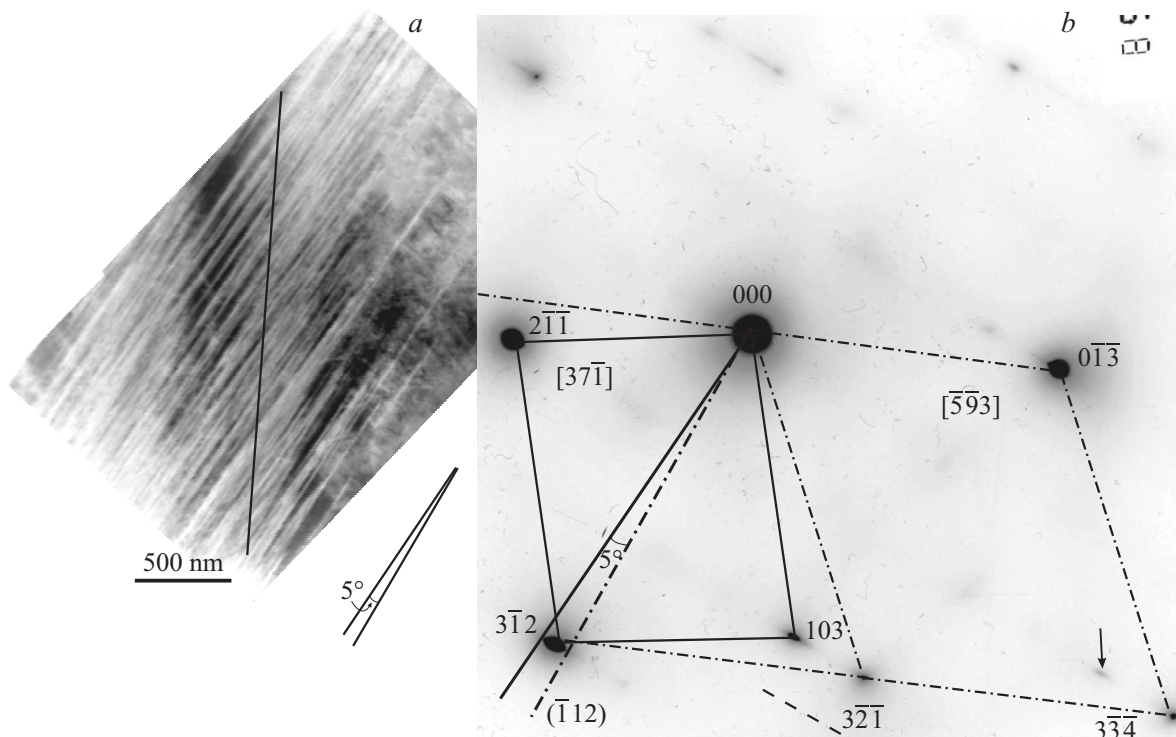


Рис. 4. Искаженная морфология двойников в зоне упругого контакта двух фрагментов структуры мартенсита, разориентированных на $\sim 10^\circ$. *a* — светлопольное изображение структуры, *b* — соответствующая электронограмма.

яркими линиями того же типа, что и соответствующая ориентация. Рефлекс $(3\bar{1}2)$, принадлежащий обеим ориентировкам, оказался заключенным между этими следами и имеет азимутальное размытие в $\sim 5^\circ$, соответствующее углу разворота границ лент в их вершине.

Угол разориентации $[\bar{5}93]$ и $[37\bar{1}]$ в ОЦК решетке близок к 10° . Направления приблизительно на рефлекс $(3\bar{1}2)$ в каждой из осей зон $[\bar{5}93]$ и $[37\bar{1}]$ соответствуют плоскости двойникового $(\bar{1}12)$; угол разориентации между плоскостями двойникового $(\bar{1}12)$, принадлежащими этим двум осям зон, составляет $\sim 5^\circ$. (Кристаллографический расчет углов отклонения следа плоскости $(\bar{1}12)$ от направления на рефлекс $(3\bar{1}2)$ в оси зоны $[\bar{5}93]$ составляет 4.37° , а в $[37\bar{1}]$ — 6.10°). Так как в настоящей работе зарегистрировано азимутальное размытие рефлекса $(3\bar{1}2)$, одновременно принадлежащего обеим осям зон, именно на 5° , и следы границ лент расположены по обе стороны этого рефлекса, эти границы являются следами плоскостей двойникового $(\bar{1}12)$. Следовательно, в области контакта фрагментов с ориентацией $[\bar{5}93]$ и $[37\bar{1}]$ наблюдается взаимодействие (взаимодействие) систем плоскостей двойникового, а сами двойники приобретают треугольную форму, так как ограничены плоскостями, принадлежащими двум матрицам, различающихся ориентацией. Этот экспериментальный факт можно объяснить только наличием упруго искаженной области между сопрягающимися фрагментами структуры, в которую оказывается возможным взаимное

проникновение двойникового — сдвигового процесса релаксации упругих напряжений. Кроме того, на наш взгляд, эта область упругого сопряжения фрагментов структуры является демонстрацией кривизны кристаллической решетки, возникающей в процессе развитой пластической деформации [4,5].

При малом увеличении близко расположенные двойники сливаются в одну полосу, имеющую одно направление при исследовании структуры в сканирующем микроскопе. В данном конкретном участке мартенситной пластины не произошла релаксация посредством пластических дисклинационных сбросов. Сам факт развития релаксации упругих напряжений посредством двойникового оказался наиболее предпочтительным. Возможно, этому содействует тетрагональность кристаллической решетки мартенсита в сплаве Fe–32 at.%Ni [6]. Так, развитие релаксационных процессов исключительно с участием двойникового реализуется в процессе низкотемпературного упорядочения $A1 \rightarrow L1_0$ в сплаве CuAu [7], происходящего с формированием решетки тетрагональной симметрии.

В следующем разделе работы приведены результаты исследования структуры пластин мартенсита в фольге, изготовленной во втором электролите, без заметного разогрева образца.

Микродифракционная картина, представленная на рис. 5, *a*, является полностью симметричной, с закономерным расположением рефлексов, однако расшиф-

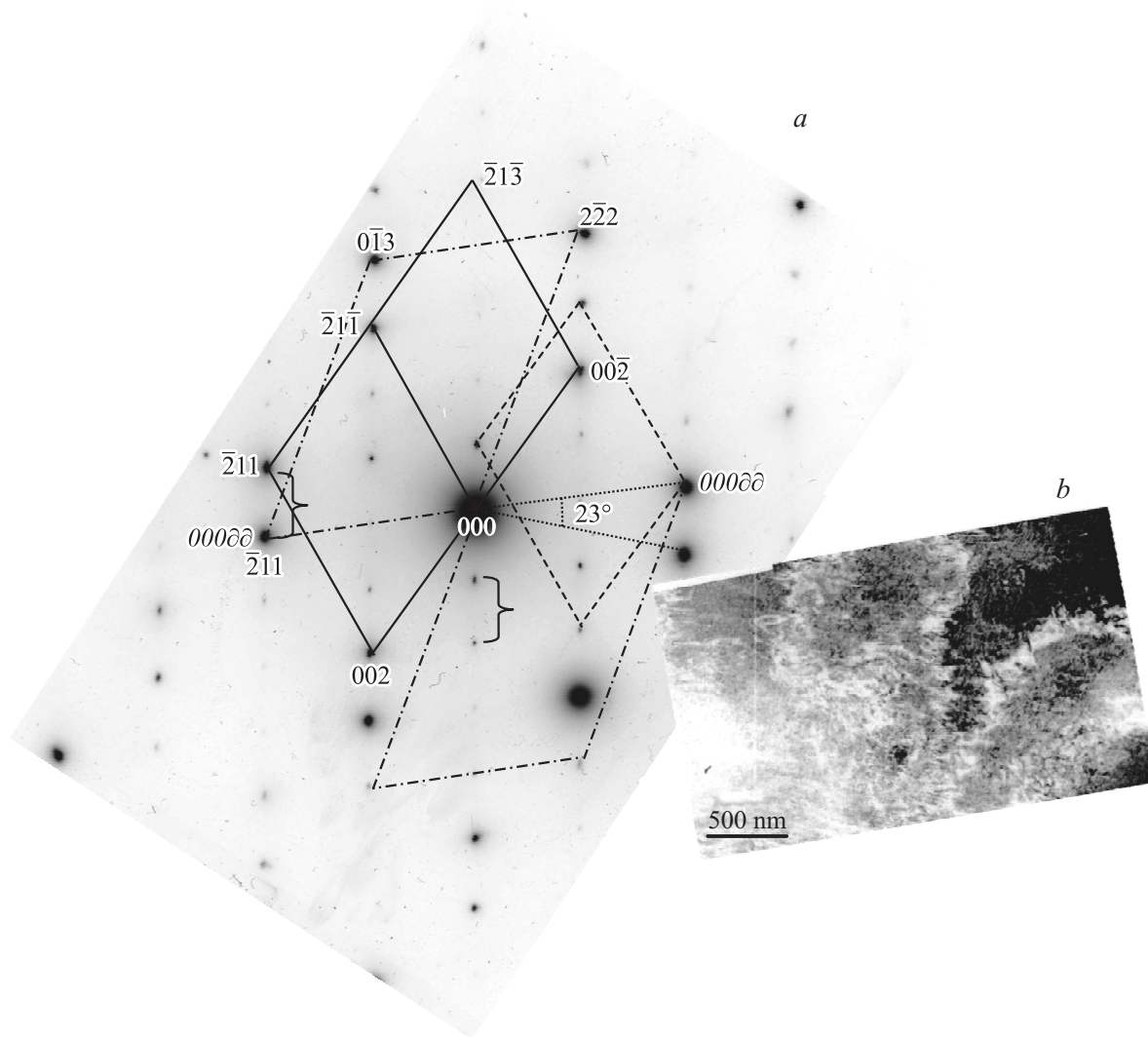


Рис. 5. Упругий разворот фрагментов в структуре мартенситной пластины. *a* — электронограмма, *b* — соответствующее светлопольное изображение структуры.

ровать ее, используя одну ориентировку ОЦК фазы, не представляется возможным. На ней зарегистрирован дисклинационный разворот двух фрагментов структуры с углом разориентации $\sim 23^\circ$. Но, что весьма важно, на изображении структуры отсутствуют следы пластической деформации. Соответствующая структура, представленная на рис. 5, *b*, содержит экстинкционные контуры, отражая только упругие развороты. На электронограмме зарегистрированы рефлексы двух осей зон [120] (ее ячейка отмечена сплошной линией) и [231] (ее ячейка отмечена штрихпунктирной линией). Эти направления в ОЦК решетке как раз характеризуются углом разворота $\sim 23^\circ$. Помимо рефлексов, принадлежащих этим осям зон, отчетливо видны периодически расположенные рефлексы вдоль одного направления, параллельного $[2\bar{1}3]$ для оси зоны [120] или вдоль $[2\bar{3}5]$ для оси зоны [231]. Можно предположить, что наличие дополнительных рефлексов обусловлено двойниковани-

ем. Однако известно [8], что для микродифракционной картины с осью зоны [120] отсутствует вариант, при котором дополнительные рефлексы двойника и экстра-рефлексы располагались бы в направлении $[2\bar{1}3]$.

Если двойникование осуществилось бы в структуре с осью зоны [231], то число дополнительных рефлексов (двойниковый и экстра-рефлекс) между отражениями от мартенситной матрицы в единичной ячейке не должно превышать двух (как и в любой другой ячейке любой оси зоны), а расстояние между основными рефлексами при этом должно делиться на три равные части. Однако между основными рефлексами в нашем случае располагается 7 дополнительных рефлексов, делящих указанное расстояние на 8 частей.

Таким образом, формирование дополнительных рефлексов может быть обусловлено только двойной дифракцией электронов. Естественно предположить, что роль нулевого пятна во вторичной дифракции элек-

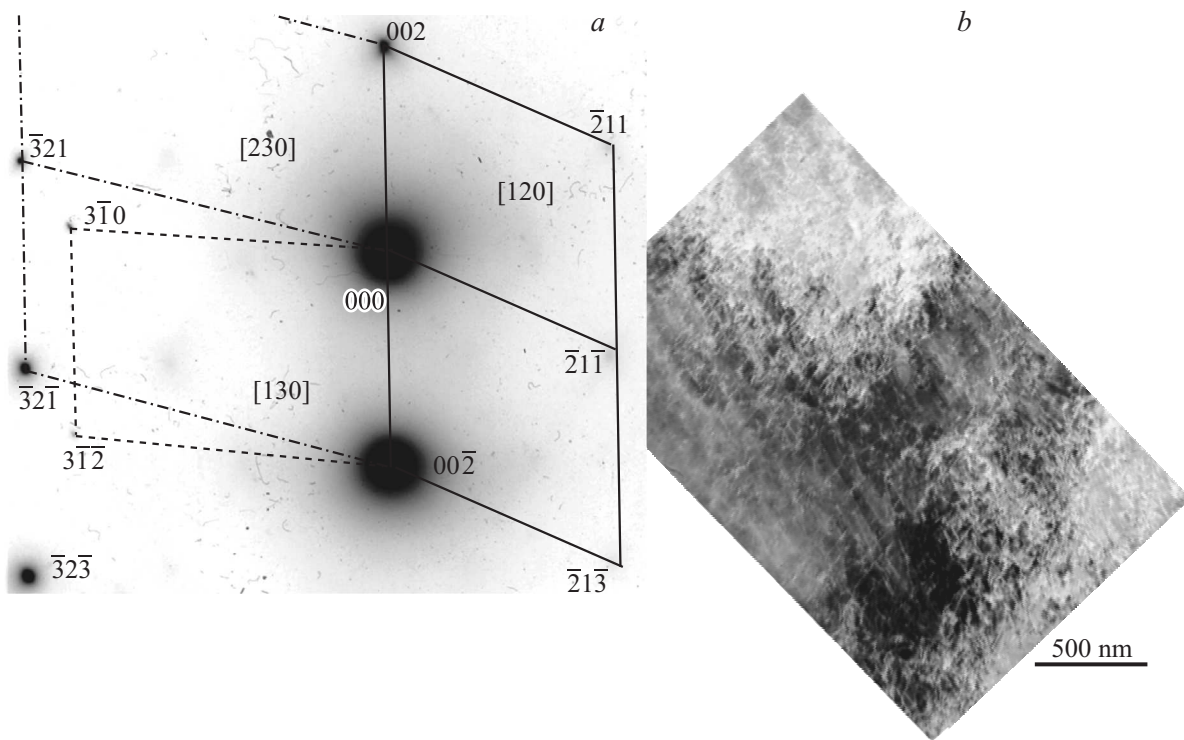


Рис. 6. Упругие развороты кристаллической решетки мартенсита. *a* — одновременное наблюдение трех осей зон на электронограмме: [120] отмечена сплошной линией, [130] отмечена пунктирной линией и [230] отмечена штрихпунктирной линией, *b* — соответствующее светлопольное изображение структуры.

тронов играют интенсивные рефлексии обеих осей зон. Тогда дополнительные экстрарефлексы будут находиться на одинаковом угловом расстоянии в 23° , отмеченном на электронограмме фигурной скобкой. Для примера нулевые рефлексы, играющие роль нулевых для двойной дифракции электронов, отмечены на электронограмме 000дд, а положение одной из возможных ячеек оси зоны вторичной дифракции отмечено штрихом. Видно, что ее рефлексы находятся в положении экстрарефлексов. Наложение нескольких дифракционных картин приведет к формированию наблюдаемых периодических расположенных экстрарефлексов. Таким образом, анализ структуры, представленной на рис. 5, свидетельствует о дисклинационных разворотах фрагментов структуры мартенсита с сохранением их упругого сопряжения.

При электронно-микроскопическом исследовании структуры мартенситных пластин на просвет в фольгах, приготовленных во втором электролите — без заметного разогрева, — наиболее часто регистрировались именно упругие развороты фрагментов. Для подтверждения этого заключения рассмотрим еще одно изображение структуры (рис. 6, *a*). Здесь нет полос дисклинационного сброса, но в структуре наблюдаются экстинкционные контуры (рис. 6, *b*), а на соответствующей электронограмме присутствует по крайней мере три оси зоны: [120], [130] и [230], имеющие между собой небольшую разориентацию: $\sim 8^\circ$

для осей зон [120] и [230]; $\sim 7^\circ$ для осей зон [130] и [230]; и $\sim 15^\circ$ для осей зон [120] и [130] [8].

Весьма важно отметить, что нередко внутри фрагментов мартенситных пластин, претерпевших упругий разворот, регистрируется двойникованная структура. Более того, развитие двойникования может осуществляться по нескольким системам плоскостей. Проведем анализ структуры, представленной на рис. 7. Светлопольное изображение структуры приведено на рис. 7, *a*, соответствующая электронограмма (ось зоны [113]) — на рис. 7, *b*. Область сложной структуры не отделена от окружающей матрицы границами дисклинационного сброса, следовательно, сохраняет упругий разворот с ней. След плоскости первичного двойникования, указанный штриховой линией на электронограмме, отвечает двойникованию в системе плоскостей ($2\bar{1}1$). Эти двойники расположены наклонно к плоскости фольги (113) и, вследствие этого, представляются широкими в сравнении с матрицей, имеющей вид тонких прослоек. Двойникование по системе плоскостей ($2\bar{1}1$) не дает дополнительных рефлексов на электронограмме [113], поэтому нет возможности получить темнопольное изображение тонких двойниковых прослоек матрицы. В широких двойниках отчетливо видна полосчатая субструктура, характеризующаяся наличием тонких пластинок с чередующимся контрастом. След плоскости габитулы этих пластинок указан штрихпунктирной линией

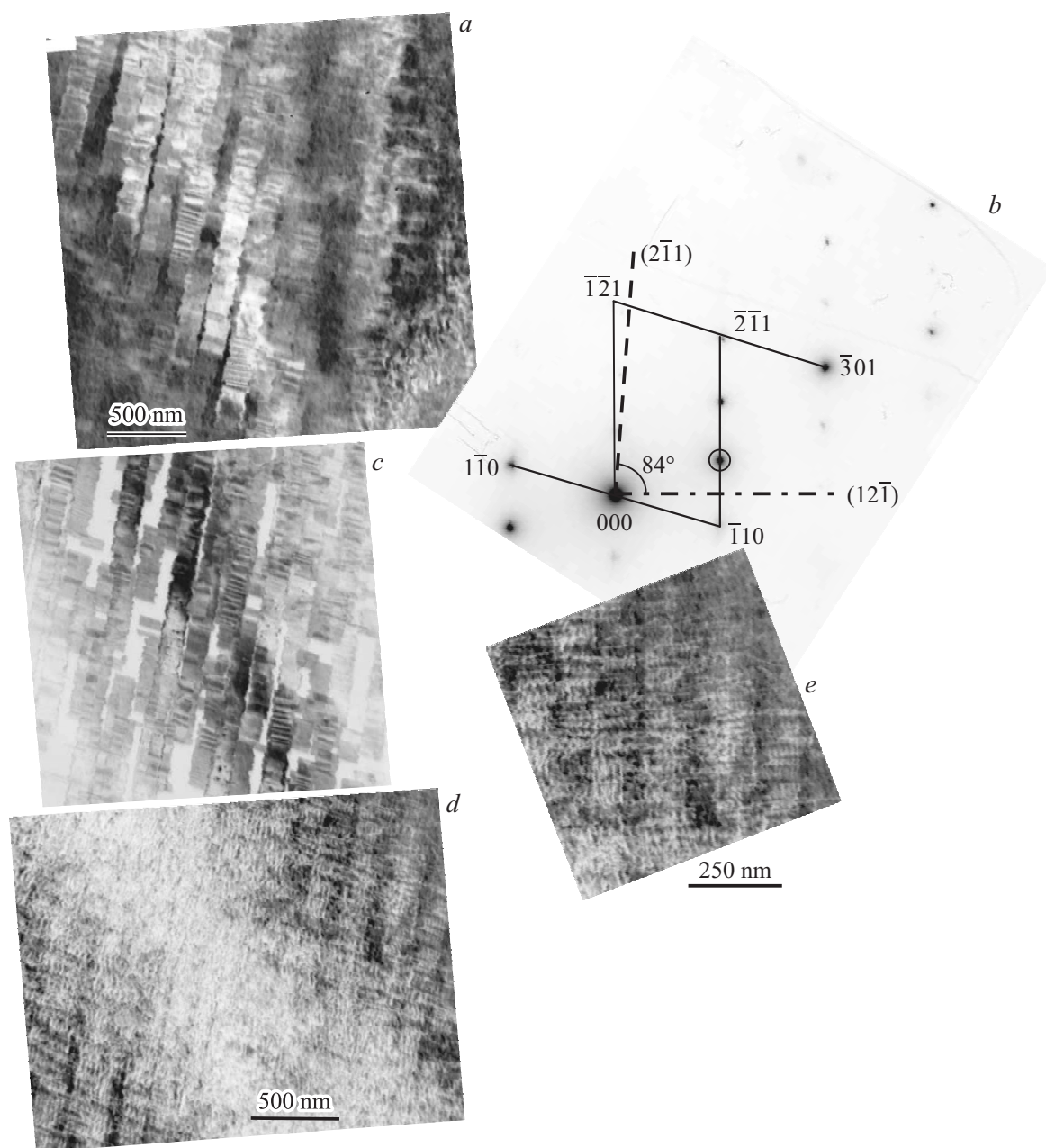


Рис. 7. Многократное двойникование внутри упруго-разориентированного фрагмента структуры мартенсита. *a* — светлопольное изображение структуры, *b* — соответствующая электронограмма, *c* — темнопольное изображение в двойниковом рефлексе, указанном окружностью на электронограмме, *d, e* — светлопольные изображения структуры при разных увеличениях, полученные после небольшого наклона фольги в электронном микроскопе.

на электронограмме. Он соответствует следу плоскости двойникования $(1\bar{2}\bar{1})$. Таким образом, внутренняя полосчатая структура широких двойников вызвана их последующим двойникованием. Двойникование по этой системе плоскостей дает дополнительные рефлекссы на электронограмме. Благодаря этому в двойниковом рефлексе, отмеченном кружком, получено четкое изображение внутренней двойникованной структуры широких двойников на темнопольном изображении (рис. 7, *c*). Отметим, что на этом изображении структуры остались

незасвеченными тонкие прослойки матрицы между широкими первичными двойниками, что подтверждает их наличие в исследуемой структуре. Угол между плоскостями двойникования $(2\bar{1}\bar{1})$ и $(1\bar{2}\bar{1})$ составляет 84° , что несколько больше, чем этот угол в ОЦК решетке (80.4°). Расхождение обусловлено тетрагональностью кристаллической решетки мартенсита сплава Fe–32 at.%Ni [6]. Вторичное двойникование приводит к появлению ступенек на габитусной поверхности широких двойников, дополнительно свидетельствуя о реализации вторичных

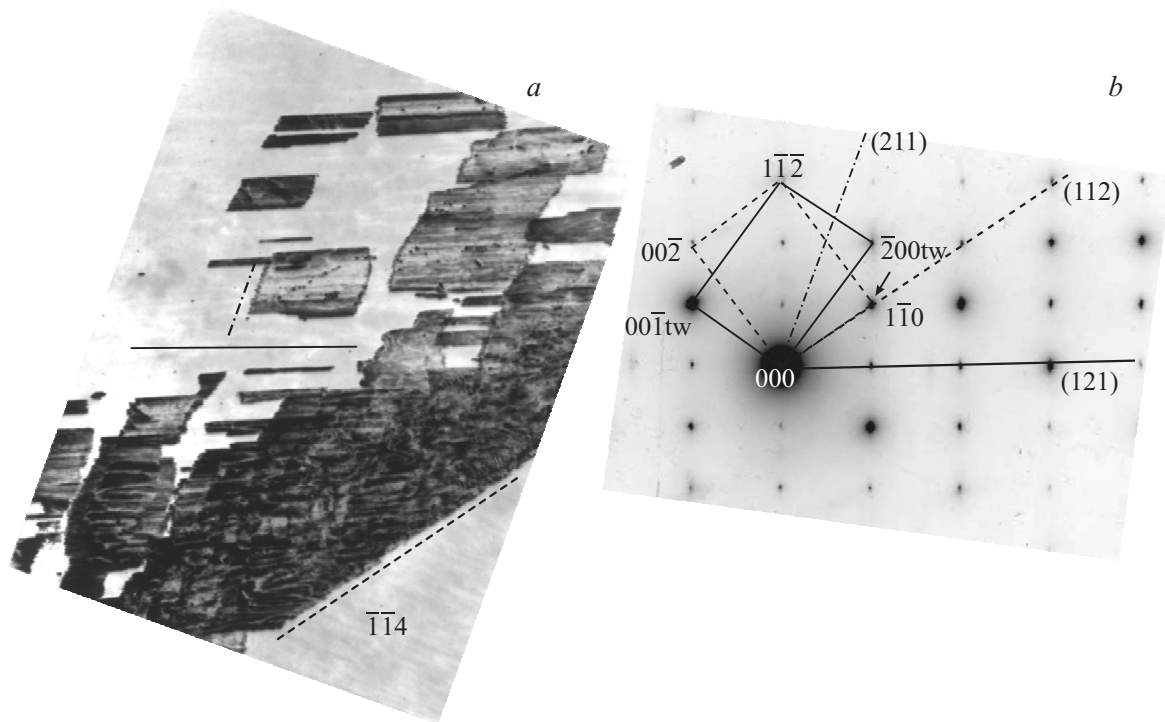


Рис. 8. Темнопольное изображение периферийного участка структуры мартенсита Fe–32Ni — *a* и соответствующая электронограмма ось зоны $[110]$ — *b*. Направления следов двойникового структуры показаны тремя типами линий. Последовательное осуществление двойникового произошло в направлении: $[110] \rightarrow (112) \rightarrow [\bar{1}\bar{1}4]$, $[110] \rightarrow (211) \rightarrow [101]$, $[110] \rightarrow (121) \rightarrow [011]$.

сдвигов внутри широких двойников. На рис. 7, *d, e* приведены светлопольные изображения этого же места после небольшого наклона фольги в колонне электронного микроскопа: электронограмма не претерпела заметных изменений. Изображение двойниковых пластинок покрылось зигзагообразными линиями. Объяснение этому явлению приведено в [9]: двойникование может происходить послойно при прохождении (с образованием дефектоупаковки) в каждом атомном слое $\{112\}$ двойнивающей частичной дислокации $a/6 \langle 111 \rangle$, поэтому двойник может представлять собой пакет прилегающих друг к другу дефектов упаковки, каждый из которых ограничен частичной дислокацией. На изображении такого двойника при соответствующих условиях контраста видна серия частичных дислокаций. Из-за близости частичных дислокаций возникает периодический узор из зигзагообразных линий.

Таким образом, показано, что развитие двойникового — как релаксационного процесса снятия упругих напряжений при низких температурах — является энергетически выгодным процессом в сравнении с дисклинационным сбросом. Для подтверждения этого экспериментального факта приведем изображение еще одной структуры, претерпевшей множественное двойникование (рис. 8). Данный участок структуры находится непосредственно рядом с механическим двойником, возникшим в структуре мартенситной пластины в месте удара пластиной второго порядка первичной пластины.

Для наглядности и упрощения расшифровки электронограммы приведены темнопольное изображение структуры в рефлексе $(1\bar{1}0)$ и соответствующая электронограмма. Ось зоны $[110]$, ее ячейка отмечена штриховой линией. Прежде всего отметим четкий габитус, отделяющий верхнюю часть структуры, указанный штриховой линией. На электронограмме положение габитуса, указанное линией того же типа, соответствует следу плоскости двойникового (112) структуры с осью зоны $[110]$ и приводит к ориентации двойника с осью зоны $[\bar{1}\bar{1}4]$. Этот след плоскости двойникового отвечает границе механического двойника, сформировавшегося в исходной структуре массивного образца. Выше участка со сложной структурой отсутствует изображение второй границы двойника. На этом основании сделано заключение, что наблюдающаяся структура сформировалась в периферийной зоне мартенситной пластины, прилегающей к границе механического двойника.

Изображение структуры содержит множество фрагментов различающейся ориентации, зачастую ограниченных прямолинейными границами, что свидетельствует об их сдвиговом происхождении. На рисунке проведены три линии различного типа, параллельные направлениям деформационного сдвига. На соответствующей электронограмме (рис. 8, *b*) проведены линии того же типа, и около каждой из них указаны плоскости сдвига. Все они отвечают следам плоскостей двойникового ОЦК струк-

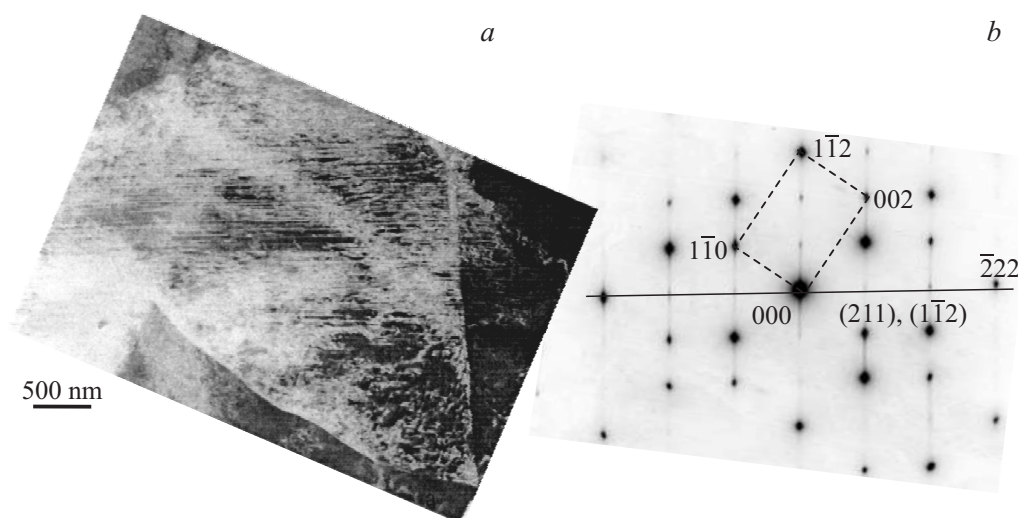


Рис. 9. Предполагаемая структура остаточного аустенита, претерпевшая превращение в мартенсит в тонкой фольге — *a*; соответствующая электронограмма, ось зоны $[110]$, отмечен след плоскости двойникования: (211) , (112) , $(1\bar{1}2)$ — *b*.

туры. Засвеченные фрагменты характеризуются наличием полосчатости, параллельной одному из указанных направлений следов сдвига, отвечающей плоскости (121) . Светлые незасвеченные области на изображении структуры находятся в двойниковой ориентации с засвеченными фрагментами матрицы по плоскости (211) . На изображении структуры границы многих фрагментов, созданные двойникованием, зачастую имеют кажущийся криволинейный вид. Однако видно, что эти границы состоят из дисперсных ступенек, созданных двойникованием по системе плоскостей (121) . На основании этого наблюдения эволюцию структуры можно представить следующим образом: сначала произошло двойникование по системе плоскостей (211) , затем возникшие фрагменты структуры испытали вторичное двойникование по другой системе плоскостей (121) , что привело к формированию дисперсной структуры.

Исследование структуры пластин мартенсита в сплаве Fe–29 at.%Ni металлографическим и электронно-микроскопическим методами, проведенное в [10], показало, что релаксация упругих напряжений, возникающих в процессе $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в периферийной части мартенситных пластин, осуществляется исключительно посредством скольжения винтовых дислокаций, формирующих ячеистую ромбовидную сетку (см. рис. 11 в [10]). Фольги для электронно-микроскопического исследования на просвет в этой работе изготавливали во втором электролите, что обеспечивало минимально возможную релаксацию напряжений и максимальную достоверность результатов. Структура периферийной части мартенситных пластин в этом сплаве не представляет собой упруго разориентированную полосовую структуру с возможным внутренним двойникованием по нескольким системам плоскостей в отдельных фрагментах, как это наблюдается в сплаве Fe–32 at.%Ni. Такое

существенное отличие в механизме пластической релаксации упругих напряжений, возможно, связано с появляющейся тетрагональностью кристаллической решетки мартенсита в сплавах системы Fe–Ni с увеличенным содержанием никеля более 30% [6].

Обратим внимание еще на один момент: охлаждение сплава Fe–32 at.%Ni в жидком азоте приводит к формированию 80% мартенсита. Следовательно, в структуре сплава сохраняется 20% аустенита. Однако тщательный поиск остаточного аустенита не дал ожидаемого результата. Следовательно, в тонкой фольге происходит его превращение в так называемый поверхностный мартенсит, так как превращение $\gamma \rightarrow \alpha$ облегчено на поверхности образца. Автор наблюдал формирование поверхностного мартенсита в сплаве Fe–27%Ni–3%Ti после его гомогенизации при 1200°C и закалки в воду, хотя температура мартенситного превращения в массиве образца составляла -140°C .

На рис. 9 представлена структура сплава Fe–32 at.%Ni в области, по-видимому, соответствующей остаточному аустениту в массиве образца. Это предположение сделано на основе морфологического подобия: представленный участок структуры имеет форму, близкую к треугольной (рис. 1). Данный участок структуры характеризуется наличием тонких двойников, расположенных перпендикулярно поверхности фольги (рис. 9, *a*), и формирует четкую симметричную электронограмму с осью зоны $[110]$. Это наблюдение не дает оснований говорить, в какой фазе сформировались двойники: в аустените или мартенсите, так как при $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении сохраняется двойникованная структура. А двойникование по взаимно перпендикулярным плоскостям типа $\{111\}$ и $\{112\}$ приводит к одной и той же ориентировке кристаллической решетки двойника относительно матрицы.

Заключение

Вплоть до настоящего времени считалось общепринятым, что периферийная часть частично двойникованных линзовидных мартенситных пластин в сплавах на Fe–Ni основе является структурно однородной, содержащей высокую плотность дислокаций.

В настоящей работе впервые обнаружена упругая фрагментация периферийной части мартенситных пластин в сплаве Fe–32 at.%Ni, о чем свидетельствует наличие многочисленных экстинкционных контуров с различающимся контрастом структуры и формирование от них микродифракционных картин, не связанных между собой рациональной кристаллографической плоскостью. Наблюдающиеся разориентировки фрагментов согласуются с установленной в [2,11] закономерностью распределения разориентировок в металлах и сплавах, подвергнутых интенсивной пластической деформации. Релаксация упругих напряжений, возникающих в процессе $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения, приводит к формированию фрагментов с разориентациями, совпадающими с максимумами в угловом спектре разориентаций: малоугловым, среднеугловым или большеугловым [2]. В случае формирования большеугловых разориентировок наблюдается чередование ориентировок соседних фрагментов, при этом углы разориентации близки по величине, но противоположны по направлению. Это означает, что повороты соседних фрагментов противоположны. Такой фрагментации содействует тетрагональность кристаллической решетки мартенсита, так как поворот фрагмента сопровождается изменением направления оси c в этом фрагменте, и, следовательно, приводит к уменьшению уровня упругих напряжений в зоне контакта двух фрагментов с различным направлением оси c .

В процессе приготовления тонкой фольги из исходного массивного образца неизбежно нарушается равновесное поле внутренних напряжений, возникших в процессе $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения. При утонении образца может происходить только уменьшение уровня упругих напряжений, но никак не его возрастание, поэтому можно утверждать, что периферийная часть мартенситных пластин и в массивном образце является упруго фрагментированной. Пластическая релаксация напряжений посредством дисклинационных сбросов при утонении образца с разогревом подтверждает это заключение: дополнительная деформация образца при электрополировке полностью исключена. Использование максимально возможной низкой температуры электролита способствует сохранению более полной фиксации исходной структуры.

На интенсивность и механизм релаксации влияют локальная ориентация кристаллической решетки мартенсита и его субструктуры относительно поверхности тонких фольг, поэтому исследование структуры в настоящей работе проведено во многих сечениях мартенситных пластин. Анализ полученных результатов показал, что

во всех пластинах мартенсита обнаружена по крайней мере упругая фрагментация периферийной части.

Сопоставление структур, наблюдающихся в тонких фольгах сплава Fe–32 at.%Ni, приготовленных в различных электролитах, показало, что разогрев образца оказывает существенное влияние на характер субструктуры кристаллов мартенсита, способствует протеканию пластических дисклинационных сбросов, приводящих к формированию полосовой субструктуры. Этот экспериментальный результат предсказуем, так как перестройка дислокационной структуры облегчается с повышением температуры, следовательно, способствует формированию частичных дисклинаций.

Важно отметить, что при том и другом способе приготовления фольги обнаружено развитие двойникования, иногда происходящего по нескольким системам плоскостей в одном фрагменте. Процесс двойникования, так же как и процесс дисклинационного сброса, происходит с изменением ориентации фрагментов, и также является релаксационным процессом снятия упругих напряжений. Тот экспериментальный факт, что для дисклинационного сброса нужен заметный разогрев образца, а для двойникования он не является необходимым, говорит о том, что двойникование требует меньшей затраты энергии внутренних напряжений. Зачастую в этом случае в тонкой фольге, не подвергавшейся разогреву, наблюдается последовательное многократное развитие двойникования по очередным системам плоскостей, так как каждый раз меняется поле внутренних упругих напряжений в данном фрагменте.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России, тема „Структура“ („Structure“), номер госрегистрации 01201463331.

Список литературы

- [1] Земцова Н.Д. // ЖТФ. 2017. Т. 87. Вып. 5. С. 710–715.
- [2] Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.
- [3] Владимиров В.И., Романов А.Е. Дисклинации в кристаллах. Л.: Наука. 1986. 224 с.
- [4] Панин В.Е. Основы физической мезомеханики // Физическая мезомеханика. 1998. Т. 1. № 1. С. 5–22.
- [5] Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Найденов Е.П. // Физическая мезомеханика. 2014. Т. 17. № 1. С. 31–42.
- [6] Бондарь В.И., Данильченко В.Е., Охрименко В.А. // ФММ. 1988. Т. 66. Вып. 1. С. 157–161.
- [7] Земцова Н.Д., Кабанова И.Г. // ФММ. 2001. Т. 91. № 1. С. 32–42.
- [8] Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973. 584 с.
- [9] Изотов В.И., Утевский Л.М. // Заводская лаб. 1966. Т. 32. № 2. С. 182–189.
- [10] Patterson R.L., Wayman C.V. // Acta Met. 1966. Vol. 14. N 3. P. 347–369.
- [11] Рыбин В.В., Золоторевский Н.Ю., Ушанова Э.А. // ЖТФ. 2014. Т. 84. Вып. 12. С. 81–95.