

О превращении $\alpha \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$ и упорядочении аустенита в сплаве Fe-32%Ni

Кабанова И.Г., Сагарадзе В.В.[†], Катаева Н.В.

[†]vsagaradze@imp.uran.ru

Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, 620990, ул. С. Ковалевской, 18

On $\alpha \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$ transformation and ordering of austenite in Fe-32%Ni alloy

I.G. Kabanova, V.V. Sagaradze, N.V. Kataeva

Institute of Metal Physics, Ural Branch RAS, S. Kovalevskaya St., 18, Ekaterinburg, 620990, Russia

Выполнено электронно-микроскопическое исследование структуры метастабильного аустенитного сплава Fe-32%Ni, закаленного на мартенсит и подвергнутого $\alpha \rightarrow \gamma$ превращению при медленном нагреве (до 430-500°C) с образованием различно ориентированного нанокристаллического аустенита. Электронно-дифракционный анализ выявил сверхструктуру $L1_0$ в обогащенной никелем дисперсной γ -фазе как после медленного нагрева до 430°C, так и после дополнительного отжига при 280°C в течение 120 ч. Одновременно с γ -фазой обнаружена дисперсная ϵ -фаза с ГПУ решеткой, количество которой повышается с ростом температуры медленного нагрева. В образце сплава Fe-32%Ni после медленного нагрева до 500°C, наряду с ориентационными соотношениями (ОС) Курдюмова-Закса между матричной α -фазой и упорядоченной γ -фазой, определены редко встречающиеся ОС Хэдли-Брукса.

Ключевые слова: электронно-дифракционный анализ, сплав Fe-32%Ni, ϵ -фаза, сверхструктура $L1_0$, $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение, ориентационное соотношение

Electron microscopy study of metastable austenitic structure of Fe-32%Ni alloy transformed to martensite and subjected to $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation at slow heating (up to 430-500°C) with formation of differently orientated austenite nanocrystals is carried out. The electron diffraction analysis has revealed $L1_0$ superstructure in the disperse γ -phase enriched with nickel both after heating to 430°C, and after additional annealing at 280°C during 120 h. Simultaneously with γ -phase, disperse ϵ -phase with HPC lattice whose quantity increases with increase in temperature of slow heating is revealed. In the sample of Fe-32%Ni alloy, after slow heating up to 500°C, along with typically observed Kurdjumov-Sachs's orientation relationships (OR) between α -phase matrix and the ordered γ -phase, seldomly observed Headley-Brooks OR were identified.

Keywords: electron diffraction analysis, Fe-32%Ni alloy, ϵ -phase, $L1_0$ superstructure, $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation, orientation relationship

1. Введение

Образование нанокристаллического аустенита в объемном образце метастабильных аустенитных сплавов на Fe-Ni основе можно обеспечить в результате размножения γ -ориентаций (до 576) в процессе прямого γ - α и обратного α - γ превращений [1-3]. Структурные и кристаллографические исследования метастабильных аустенитных сплавов системы Fe-Ni, в том числе сплава Fe-32%Ni, представляют значительный интерес в связи с удобством их использования в качестве модельных материалов. В этих сплавах обнаружены различные фазовые превращения и новые функциональные свойства

(инвариный эффект, магнито-дисперсионное твердение, образование нанокристаллического аустенита, фазовый наклеп и др.).

В работах [1-6] в метастабильных аустенитных сплавах инварного типа (Fe-30...32 Ni) были определены ориентационные соотношения при $\alpha \rightarrow \gamma$ превращении, а также – общее формоизменение, плоскости габитуса γ -фазы, особенности образования и наследования дислокаций, условия образования множества γ -ориентаций с формированием обогащенного никелем нанокристаллического аустенита. Рассчитаны возможные взаимные разориентации кристаллов аустенита (мартенсита) после цикла $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ ($\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$)-превращений с образова-

нием множества аустенитных и мартенситных ориентировок с учётом часто наблюдающихся мартенситных ОС между α - и γ -фазами. Ряд работ [7-11] указывают на возможность протекания в сплавах Fe-Ni при особых условиях упорядочения по типу $L1_0$. Упорядоченную фазу Fe-50%Ni («тетраэйтнит») неоднократно наблюдали в Fe-Ni метеоритах [7-9].

Диффузионный процесс образования упорядоченной γ -фазы в метеоритах возможен благодаря чрезвычайно длительным изотермическим выдержкам, которыми они подвергаются при перемещении в космическом пространстве. На основе термодинамических расчетов и экспериментальных данных, полученных с образцов метеоритов, была приблизительно определена область существования упорядоченной фазы – γ'' -фазы (Fe-50%Ni) с $T_c \sim 330^\circ\text{C}$ на фазовой диаграмме Fe-Ni [8]. Однако, до настоящего времени упорядочение в обычных массивных Fe-Ni образцах некосмического происхождения не было обнаружено. Вследствие малой скорости диффузии никеля наблюдать обогащение аустенита никелем и упорядочение в соответствии с диаграммой равновесия Fe-Ni [8] не удается даже при очень медленном нагреве от 250 до 400...510 $^\circ\text{C}$ (со скоростью 0,2 град/мин) массивных однофазных образцов деформированного (на 93%) аустенитного сплава H32 [4], когда общее время нагрева составляет более 20 часов.

Ускорить развитие диффузионных процессов перераспределения никеля и упорядочения по типу $L1_0$ при пониженных температурах в аустенитных сплавах Fe-32...36Ni можно искусственным введением точечных дефектов, например при облучении сплавов высокоэнергетическими частицами. В работе [11] в результате низкотемпературного электронного облучения Fe-Ni инваров было обнаружено образование упорядоченной фазы Fe-Ni ($L1_0$) с использованием методов мёссбауэровской спектроскопии и рентгенографии. Достаточное количество точечных дефектов можно ввести и с помощью сильной холодной деформации, что также позволяет интенсифицировать развитие диффузионных процессов. В работе [12] методами электронной и полевой ионной микроскопии на аустенитном сплаве Fe-12Cr-30Ni в процессе холодной деформации обнаружено формирование упорядоченной фазы $L1_0$ (вблизи стоков точечных дефектов – границ зерен и деформационных фрагментов), имеющей повышенную концентрацию никеля. Одним из способов стимулирования упорядочения в сталях типа H32 является также измельчение высоконикелевых пластин γ -фазы до толщины в несколько нанометров, что позволяет реализовать их диффузионное обогащение никелем и упорядочение даже при относительно малых временах выдержки. В работе [10] показано, что в эпитаксиальных плёнках Fe-Ni (с толщинами 150, 60 нм) в процессе увеличения температуры отжига имеет место синтез упорядоченных фаз Ni_3Fe ($\sim 350^\circ\text{C}$) и NiFe ($\sim 400^\circ\text{C}$).

Вероятность наблюдения упорядоченной фазы $L1_0$ не исключена и в массивных железо-никелевых сплавах с содержанием никеля 30-32%, если в этих сплавах реализовать формирование нанокристаллических пластин аустенита в процессе обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения в условиях медленного нагрева до 400-500 $^\circ\text{C}$ со скоростями

0,2–0,4 град/мин [1-4]. В этом случае успевает произойти диффузионное перераспределение никеля между исходным α -мартенситом и образующимися пластинами γ -фазы толщиной до 5...10 нм, приводящее к обогащению никелем наноразмерной пластинчатой γ -фазы [2-4] в соответствии с диаграммой равновесия Fe-Ni [8]. Обнаружение процесса упорядочения γ -фазы в $L1_0$ при $\alpha \rightarrow \gamma$ превращении в сплаве Fe-32%Ni осложняется также тем, что интервал этого превращения обычно находится выше расчетной температуры упорядочения $T_c \sim 330^\circ\text{C}$ [8]. Данное обстоятельство можно учесть, используя для стимуляции упорядочения γ -фазы дополнительный отжиг ниже $T_c \sim 330^\circ\text{C}$, растягивающий интервал $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения.

В аустенитных марганцевых и хромомарганцевых ГЦК сталях с низкой энергией дефектов упаковки при охлаждении наблюдается образование мартенситной ϵ -фазы с ГПУ решеткой, которая является сопутствующей или промежуточной фазой при формировании α -мартенсита с ОЦК решеткой [14-18]. Шуман [19] объяснил образование ϵ -мартенсита как промежуточной фазы при $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ превращении с позиций кристаллогеометрии, считая, что в месте пересечения ГПУ пластин ϵ -мартенсита кристаллографическая решетка становится более близкой к ОЦК решетке α -мартенсита. В никелевых и никель-углеродистых аустенитных сталях с высокой энергией дефектов упаковки ϵ -фаза не наблюдалась [2]. Однако при высоком давлении ϵ -мартенсит с наиболее плотной решеткой образуется в ОЦК железе и в Fe-Ni сплавах. В частности, на сплаве Fe-25Ni мёссбауэровским методом (по изменению изомерного сдвига) было обнаружено формирование ϵ и γ -фаз в процессе мартенситного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при повышении давления до 25 ГПа [20]. В сплаве Fe-32Ni не удалось обнаружить ϵ -фазу мёссбауэровским методом даже под высоким давлением [20]. Неожиданными оказались выводы авторов работы [21] о том, что ϵ -фаза является промежуточной при ГЦК \rightarrow ОЦК и ОЦК \rightarrow ГЦК превращениях во всех сплавах железа, независимо от энергии дефектов упаковки. Авторы [21] провели скоростные рентгеновские измерения в процессе $\gamma \rightarrow \alpha$ и $\alpha \rightarrow \gamma$ превращений в железе и сталях с 0,8 и 0,3 мас.% углерода и показали, что эти превращения осуществляются через промежуточную фазу, предположительно ϵ -фазу. Правда по размытым одиночным рефлексам при скоростной рентгеновской съемке трудно однозначно утверждать, что промежуточная фаза является ϵ -мартенситом. В литературе нами не было обнаружено работ, подтверждающих эти результаты. Авторы [22] считают, что промежуточную ϵ -фазу трудно зафиксировать при $\alpha \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$ превращении, так как время этого превращения, например в чистом железе, менее 0,12-0,15 сек при скорости нагрева 100 град/сек.

Настоящая работа посвящена электронно-дифракционному анализу процесса $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при медленном нагреве со скоростью 0,2 град/мин в сплаве Fe-32%Ni с целью обнаружения упорядочения γ -фазы по типу $L1_0$. Авторы также надеются обнаружить промежуточный ϵ -мартенсит при $\alpha \rightarrow \gamma$ превращении, учитывая, что в условиях медленного нагрева это превращение проходит в несколько стадий, а его интервал расширя-

ется и сдвигается в область более высоких температур: от 400 до 550°C [2]. Благодаря термической устойчивости продуктов превращения в сплаве Fe-32%Ni, структурный и кристаллографический анализ образующихся фаз можно проводить при комнатной температуре. Задачей настоящего исследования было также выяснение возможности реализации между исходной α -матрицей и образующейся γ -фазой в указанных условиях $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения ориентационных соотношений (ОС) Хэдли-Брукса [22], которые встречаются в железных сплавах при повышенных температурах полиморфного превращения ($\delta \rightarrow \gamma$ [22] или $\alpha \rightarrow \gamma$ [23]) – наряду с ОС Курдюмова-Закса (К-3), но статистически реже.

2. Методика эксперимента

Для исследования был взят сплав железа с 32,5 мас.% Ni и 0,01 мас.% C (Н32), имеющий мартенситную точку $M_n = -95^\circ\text{C}$. Образцы закаливали в воде от 1100°C и охлаждали в жидком азоте для формирования ~80% атермического линзовидного α -мартенсита с ОЦК решеткой. Формирование нанокристаллического аустенита осуществляли в процессе $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при медленном нагреве со скоростью 0,2 град/мин от 240°C до различных температур (430-500°C) в межкуритическом интервале. С целью упорядочения аустенита после медленного нагрева некоторые образцы были изотермически выдержаны в течение 5 суток при температуре 280°C, находящейся ниже расчетной температуры упорядочения $T_c = 330^\circ\text{C}$ [8].

Трансмиссионную электронную микроскопию (ТЭМ) выполняли на фольгах сплава Н32 с помощью электронного микроскопа JEM-200СХ. Фольги готовили механическим утонением образцов до толщины ~100 мкм с последующей электрополировкой в ортофосфорной кислоте с добавками хромового ангидрида. Расшифровку дифракционных картин, анализ сечений обратных решеток и расчет отдельных фрагментов дифрактограмм различных фаз – осуществляли с использованием программы «CaRIne v. 3.1».

3. Результаты исследования

В соответствии с [1-3] в процессе $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения в сплаве Н32 при медленном нагреве со скоростью 0,2 град/мин в каждом исходном мартенситном кристалле образуется до 24 ориентаций реечного аустенита с толщиной реек ~5-10 нм (на начальных этапах превращения) и повышенной концентрацией никеля (до 40-50 мас.%). Такое «размножение» γ -ориентаций при действии часто наблюдающихся ориентационных соотношений (ОС) Курдюмова-Закса имеет место в случае устранения ориентирующего влияния остаточного аустенита. При использованном медленном нагреве по границам мартенситных кристаллов успевает формироваться малоникелевый «буферный» слой, который препятствует эпитаксиальному зарождению γ -фазы на остаточном аустените, как на подложке [1-3]. Типичная структура с различно ориентированными нанокристаллами γ -фазы в сплаве Н32 представлена на

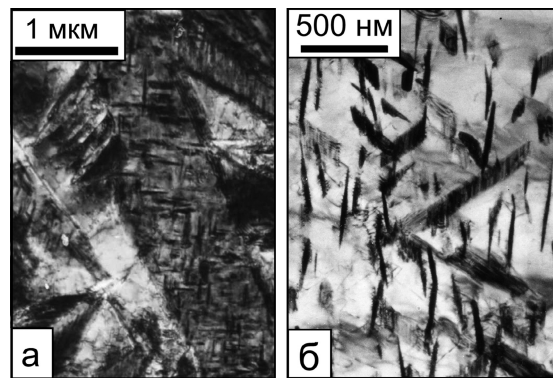


Рис. 1 Структура α -мартенситных кристаллов (а) и дисперсной γ -фазы, образовавшейся в результате $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при медленном нагреве со скоростью 0,2 град/мин до 480°C (б) в сплаве Н32.

рис.1 а-б. Кристаллы наноразмерной γ -фазы располагаются в пределах исходных пластин мартенсита (рис.1а). Тонкие γ -пластины (рис. 1б) имеют внутреннюю полосчатую структуру и состоят из отдельных фрагментов и возможно микродвойников.

3.1. Упорядочение аустенита при $\alpha \rightarrow \gamma$ превращении

Упорядочение нанопластиночной γ -фазы наблюдали в образцах сплава Fe-32%Ni после закалки на α -мартенсит, медленного нагрева до 430°C и последующего отжига при 280°C, 120 ч. На электронограмме, рис.2б, ориентировке матричной α -фазы соответствует сетка рефлексов с осью зоны (ОЗ) $[523]_\alpha$, выделенная сплошными линиями. В сетке рефлексов γ -фазы с ОЗ $[110]_\gamma$, выделенной штриховыми линиями, мы видим одновременно два типа сверхструктурных рефлексов – $(1\bar{1}0)_\gamma$ и $(001)_\gamma$, что полностью соответствует структуре $L1_0$. Они могут принадлежать обогащенной никелем (до 50%) дисперсной γ -фазе. На электронограмме, рис.2б, видно, что рефлексы $(222)_\alpha$ и $(220)_\gamma$ находятся на одной линии, определяя параллельность плотноупакованных направлений $[1\bar{1}1]_\alpha$ и $[\bar{1}10]_\gamma$. На этой же линии лежат и сверхструктурные рефлексы $(1\bar{1}0)_\gamma$. Сравнение электронограммы, рис.2б, с изображением структуры на рис.2а обнаруживает важную деталь: линия на микродифракции с реф-

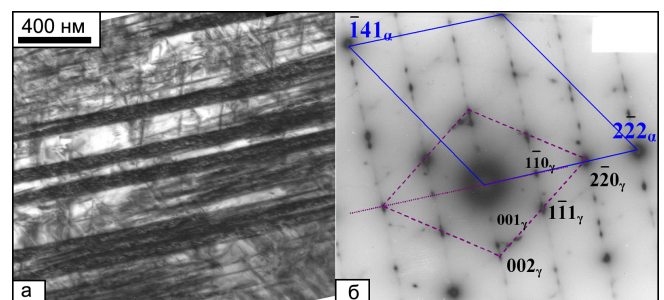


Рис. 2. Светлопольное изображение (а) и соответствующая электронограмма (б) сплава Fe-32%Ni после закалки на мартенсит, частичного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при медленном нагреве до 430°C и последующей выдержки при 280°C (120 ч). Выделены сетки рефлексов с осями зон: $[523]_\alpha$ и $[110]_\gamma$ (б).

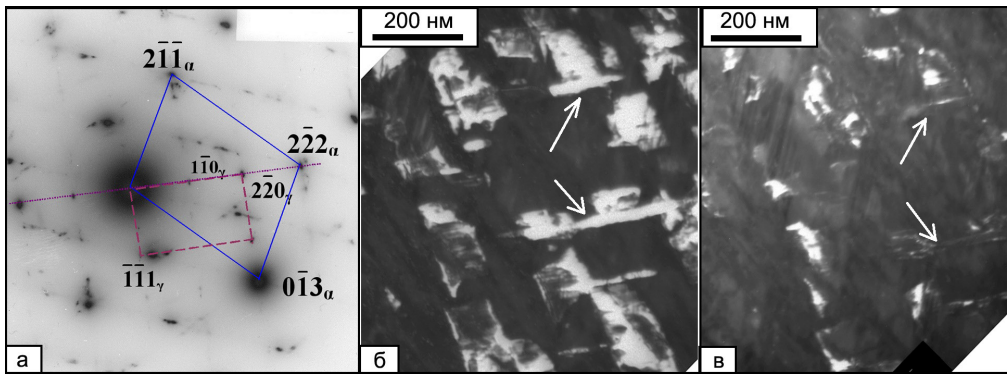


Рис. 3. Электронограмма (а) и структура сплава Fe-32%Ni после закалки на мартенсит, частичного α - γ превращения при медленном нагреве до 500°C и упорядочения при 280°C (120 ч); выделены сетки рефлексов с осями зон $[231]_\alpha$ и $[112]_\gamma$ (а), б, в – темнопольные изображения в рефлексах $(222)_\alpha$ и $(110)_\gamma$, соответственно.

лексами $(222)_\alpha$ и $(220)_\gamma$ параллельна следам тонких пластин γ -фазы. Проведённый анализ с использованием стереографических проекций показал, что параллельны (с точностью $\pm 5^\circ$) также плотноупакованные плоскости $(110)_\alpha$ и $(111)_\gamma$. Таким образом, выполняются кристаллографические соотношения, близкие к ОС Курдюмова-Закса: $(110)_\alpha \parallel (111)_\gamma$ и $[1\bar{1}1]_\alpha \parallel [1\bar{1}0]_\gamma$.

Наблюдаемая микродифракционная картина, рис. 2б, содержит ряд других рефлексов, не относящихся к двум рассмотренным ориентировкам. Особенностью её является то, что почти все наблюдаемые рефлексы расположены в равноотстоящих рядах, перпендикулярных линии, на которой лежат рефлексы $(222)_\alpha$ и $(220)_\gamma$. Своеобразный вид электронограммы возможно связан с наложением отражений от исходного α -кристалла и нескольких (до 6) различных ориентировок мартенситных γ -кристаллов, имеющих общее плотноупакованное направление $[1\bar{1}0]_\gamma$, лежащее в плоскости дифракции и входящее в ОС К-3. Максимально возможное число таких γ -ориентировок 6 (три пары двойниковых) из полного числа 24 мартенситных γ -ориентаций объясняется тем, что они связаны только с одним из четырёх плотноупакованных направлений $\langle 111 \rangle$ в исходном α -кристалле.

Сверхструктурные рефлексы дисперсной γ -фазы удалось обнаружить также при исследовании сплава Fe-32%Ni после α - γ превращения при медленном нагреве до 500°C и последующем отжиге при 280°C в течение 5 суток.

На рис.3а представлена электронограмма с выделенными сетками рефлексов от осей зон $[231]_\alpha$ и $[112]_\gamma$ для условно выбранного варианта индирования. Как и в предыдущем примере, на одной линии электронограммы располагаются рефлексы $(222)_\alpha$ и $(220)_\gamma$, определяющие параллельные плотноупакованные направления: $[1\bar{1}1]_{\text{bcc}} \parallel [1\bar{1}0]_{\text{fcc}}$ (на этой же линии наблюдаются сверхструктурные рефлексы $(\bar{1}10)_\gamma$, свидетельствующие об упорядочении γ -фазы). Анализ с помощью стереографических проекций показал, что параллельны (с точностью $\pm 5^\circ$) также плотноупакованные плоскости $(110)_\alpha$ и $(111)_\gamma$, следовательно, выполняются те же ОС К-3, что на рис.2б.

Выделенная на электронограмме линия, содержащая рефлексы $(222)_\alpha$ и $(220)_\gamma$, параллельна одному из направлений следов γ -пластин на темнопольных изображениях структуры, см. рис. 3б и 3в, полученных в структурном и сверхструктурном рефлексах – $(220)_\gamma$ и $(110)_\gamma$, соответственно.

На рис. 4 приведён ещё один пример структуры и электронограммы того же образца, на которой наблюдаются не только характерные для $L1_0$ сверхструктурные рефлексы одновременно двух типов: $(1\bar{1}0)_\gamma$ и $(001)_\gamma$, но также – редко встречающиеся ориентационные соотношения между α и γ -фазами. На электронограмме, рис. 4а, выделены сетки рефлексов матричной α -фазы с ОЗ $[110]_\alpha$ и γ -фазы с ОЗ $[110]_\gamma$ (сплошными линиями), а также двойниковой γ -фазы с ОЗ $[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma \text{ дв}}$ (штриховыми линиями). Видно, что сетка рефлексов с ОЗ $[110]_\gamma$ содержит сверхструктурные рефлексы $(1\bar{1}0)$ и (001) , свидетельствующие об упорядочении γ -фазы по типу $L1_0$. Такие же (но более слабые) сверхструктурные рефлексы можно заметить и в двойниковой ориентировке ОЗ $[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma \text{ дв}}$.

На электронограмме, рис. 4а, видны лежащие на одной линии рефлексы $(222)_\alpha$ и $(220)_\gamma$, определяющие

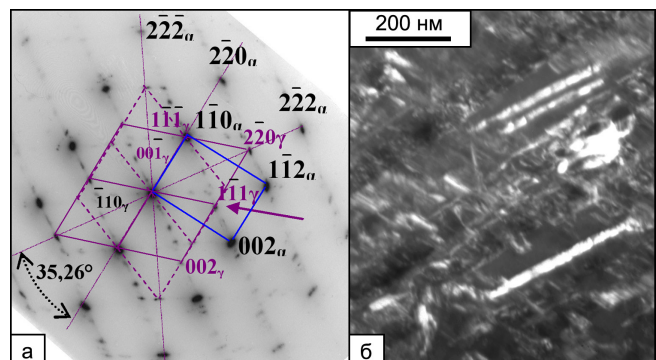


Рис. 4. Тот же образец, другой участок. На микродифракционной картине (а) выделены сплошными линиями сетки рефлексов с ОЗ $[110]_\alpha$ и ОЗ $[110]_\gamma$, а также – ОЗ $[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma \text{ дв}}$ (штриховыми линиями). (б) – темнопольное изображение в γ -рефлексе $(111)_\gamma$.

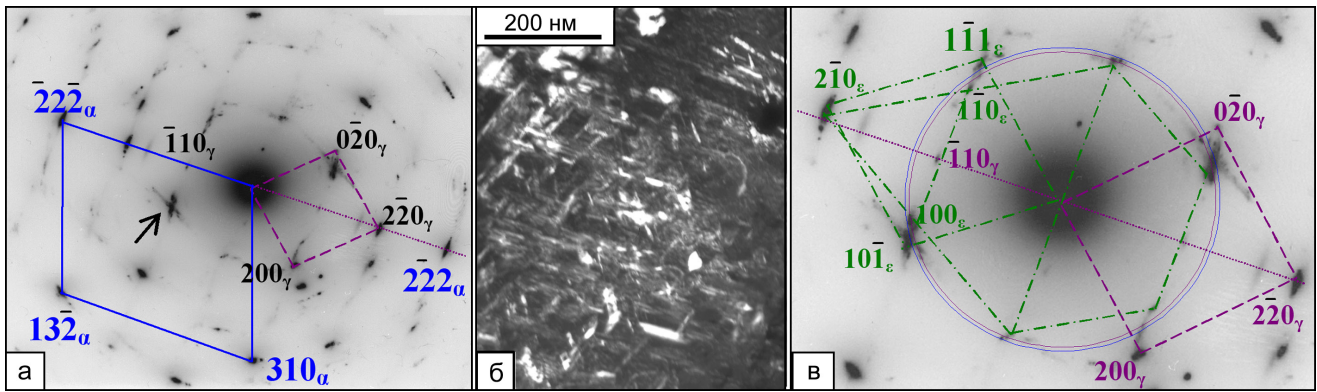


Рис. 5. Электронограмма (а) и структура (б) наноразмерных γ -пластин в сплаве Fe-32%Ni, полученных в процессе α - γ превращения при медленном нагреве до 430°C; а – выделены сетки рефлексов α -матрицы $O3[1\bar{3}4]_\alpha$ и γ -фазы $O3[00\bar{1}]_\gamma$; б – темнопольное изображение в составном рефлексе; в – увеличенный фрагмент из а, выделены сетки рефлексов γ -фазы $O3[00\bar{1}]_\gamma$ и ϵ -фазы: $O3[001]_\epsilon$, $O3[121]_\epsilon$; кольцами показаны расстояния до рефлексов $\{111\}_\gamma$ и $\{110\}_\alpha$.

параллельные плотноупакованные направления $[1\bar{1}1]_\alpha \parallel [1\bar{1}0]_\gamma$, и видны почти совпадающие рефлексы $(1\bar{1}0)_\alpha$ и $(1\bar{1}\bar{1})_\gamma$, определяющие параллельные плотноупакованные плоскости двух фаз. Однако в этих плоскостях не лежат указанные плотноупакованные направления (в отличие от ОС К-3): угол между линией параллельных плотноупакованных направлений и нормалью к параллельным плотноупакованным плоскостям составляет $\sim 35,26^\circ$ (см. рис.4а). Наблюдающиеся ОС: $[1\bar{1}0]_\alpha \parallel [1\bar{1}\bar{1}]_\gamma$, $[110]_\alpha \parallel [110]_\gamma$ – соответствуют ОС Хэдли-Брукса [22].

Исследование тонкопластинчатой γ -фазы, полученной в сплаве Fe-32%Ni в процессе α - γ превращения при медленном нагреве до 430°C (без отжига при 280°C) показало, что и в этих условиях удаётся наблюдать упорядочение, иногда слабо выраженное. Отмеченная температура находится выше расчетной температуры упорядочения $T_c = 330^\circ\text{C}$, что требует уточнения её значения для фазы $L1_0$ в системе Fe-Ni.

На рис. 5а представлена микродифракция образца сплава Fe-32%Ni после частичного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при медленном нагреве до 430°C. На ней сплошными и штриховыми линиями соответственно выделены сетки рефлексов α -матрицы ($O3[1\bar{3}4]_\alpha$) и γ -фазы ($O3[00\bar{1}]_\gamma$). Расположенные на одной линии электронограммы рефлексы $(2\bar{2}2)_\alpha$ и $(2\bar{2}0)_\gamma$ определяют параллельность плотноупакованных направлений $[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha \parallel [1\bar{1}0]_\gamma$. На этой же линии в сетке рефлексов γ -фазы наблюдается сверхструктурный рефлекс $(\bar{1}10)$, свидетельствующий об упорядочении $L1_0$, а сама линия, как и во всех предыдущих примерах, параллельна одному из направлений следов γ -пластин на темнопольном изображении структуры, рис. 5б (полученном в составном рефлексе, отмеченном на электронограмме стрелкой). Анализ с помощью стереографических проекций показал, что наиболее близки между собой по ориентации (отклонение $\sim 8,6^\circ$) плотноупакованные плоскости $(10\bar{1})_\alpha$ и $(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma$, в которых лежат отмеченные параллельные направления $[1\bar{1}\bar{1}]_\alpha$ и $[1\bar{1}0]_\gamma$. Следовательно, с некоторым приближением выполняются ОС К-3. Отклонение от параллельно-

сти плоскостей, входящих в ОС К-3 (превышающее $\pm 5^\circ$), может быть связано с отклонением $O3[00\bar{1}]_\gamma$ от пучка электронов.

При выполненном ТЭМ исследовании не удалось определить отношение c/a упорядоченной Fe-Ni фазы $L1_0$ вследствие малого различия параметров a и c (согласно данным [13] в Fe-Ni метеоритах $a=0,3576$ нм, $c=0,3589$ нм).

3.2. Образование ϵ -фазы с ГПУ решёткой

На электронограмме, рис. 5а, вызывают интерес рефлексы с расстоянием до центрального пятна чуть меньше и чуть больше, чем у рефлексов $(111)_\gamma$ и $(110)_\alpha$, соответственно, – которые похожи на ϵ -рефлексы. На увеличенном фрагменте электронограммы, рис. 5в, кольцами обозначено местоположение рефлексов плотноупакованных плоскостей $(111)_\gamma$ и $(110)_\alpha$. Близко к кольцу $(111)_\gamma$ с внутренней стороны, видны шесть рефлексов, образующие 60° -ную сетку. Она хорошо совпадает с сеткой оси зоны ϵ -фазы $[001]_\epsilon$, содержащей рефлексы $\{100\}_\epsilon$ с $d/n = 2,20\text{\AA}$. Можно также заметить другие рефлексы,

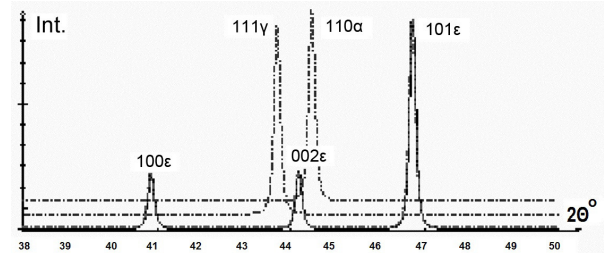


Рис. 6. Наложение расчётных рентгеновских линий α -, γ - и ϵ - фаз в области отражений плотноупакованных плоскостей.

которые лежат близко к кольцу $(110)_\alpha$, с наружной стороны, образуя сетку с углом $\sim 80,6^\circ$. Она хорошо совпадает с сеткой рефлексов ϵ -фазы с осью зоны $[121]_\epsilon$, содержащей рефлексы $\{101\}_\epsilon$ с $d/n = 1,94\text{\AA}$.

Соотношение значений d/n для рефлексов плотноупакованных плоскостей трёх фаз удобно анализировать по соответствующим брэгговским отражениям в рентгеновском спектре. Относительно близкие между собой

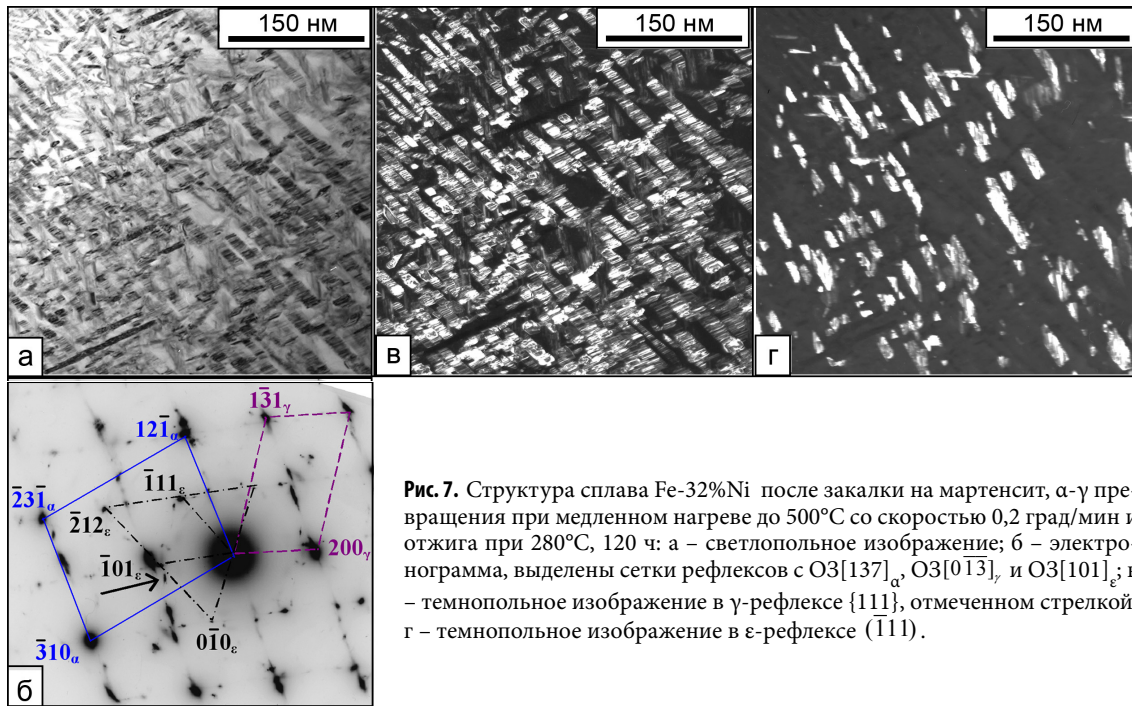


Рис. 7. Структура сплава Fe-32%Ni после закалки на мартенсит, α - γ превращения при медленном нагреве до 500°C со скоростью 0,2 град/мин и отжига при 280°C, 120 ч: а – светлопольное изображение; б – электронограмма, выделены сетки рефлексов с $O3[137]_\alpha$, $O3[01\bar{3}]_\gamma$ и $O3[101]_\epsilon$; в – темнопольное изображение в γ -рефлексе $\{111\}$, отмеченном стрелкой, г – темнопольное изображение в ϵ -рефлексе $(\bar{1}11)$.

по углу 2θ отражения ϵ -фазы (100), (002) и (101) близки также к отражениям плотноупакованных плоскостей $(110)_\alpha$ и $(111)_\gamma$, что хорошо видно на рис. 6, при наложении расчётных рентгеновских спектров трёх фаз. В расчёте отражений для излучения $Cu_{K\alpha}$ ($\lambda = 1,540562 \text{ \AA}$) использованы параметры решёток: $a_\alpha = 2,87 \text{ \AA}$, $a_\gamma = 3,585 \text{ \AA}$, $a_\epsilon = 2,547 \text{ \AA}$ и $c_\epsilon = 4,096 \text{ \AA}$.

Смещение пиков отражений $(110)_\alpha$ и $(111)_\gamma$, связанное с изменением содержания Ni в α - и γ - фазах согласно фазовой диаграмме Fe-Ni [8], не может привести к их наложению. Так, в интервале содержаний Ni от 0 до 40 ат.% параметры решёток α - и γ - фаз, если обобщить данные [24,25], изменяются соответственно в пределах $2,861 \div 2,870 \text{ \AA}$ и $3,572 \div 3,604 \text{ \AA}$, что приводит к разбросу значений d/n : $2,023 \div 2,030 \text{ \AA}$ и $2,062 \div 2,081 \text{ \AA}$ – для $(110)_\alpha$ и $(111)_\gamma$, соответственно.

На электронограмме, рис. 5в, сетки рефлексов ϵ -фазы с $O3[001]$ и $O3[121]$ (выделенные штрихпунктирными линиями), имеют общий рефлекс $(20)_\epsilon$, достаточно близкий к рефлексу $(\bar{2}20)_\gamma$: $d/n_{(2\bar{1}0)_\epsilon} \approx 1,268$ и $d/n_{(\bar{2}20)_\gamma} \approx 1,273$. Этот рефлекс, определяет плотноупакованное направление в кристаллической решётке ϵ -фазы, также как рефлекс $(\bar{2}20)_\gamma$ в решётке γ -фазы. Таким образом, на электронограмме, рис. 5а, практически на одной линии располагаются рефлексы трёх фаз (α , γ и ϵ), каждый из которых определяет плотноупакованное направление в своей кристаллической решётке. Анализ с использованием стереографических проекций показал, что между ориентировками ϵ -фазы $O3[121]_\epsilon$ и α -матрицы $O3[1\bar{3}4]_\alpha$ выполняются ОС, заключающиеся в параллельности плотноупакованных плоскостей и лежащих в них плотноупакованных направлений: $(001)_\epsilon \parallel (10\bar{1})_\alpha$, $[100]_\epsilon \parallel [1\bar{1}1]_\alpha$. Такого же типа ОС были определены и для γ - и α - ориентировок: $(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma \sim \parallel (10\bar{1})_\alpha$, $[1\bar{1}0]_\gamma \parallel [1\bar{1}1]_\alpha$. Поскольку в двух видах ОС (ГПУ/ОЦК и ГЦК/ОЦК) уча-

ствуют одни и те же плоскости и направления α -фазы, то мы наблюдаем общее соотношение для трёх фаз одновременно. А выделенная на электронограмме линия (см. рис. 5а и 5в), отвечающая параллельным плотноупакованным направлениям трёх фаз, вероятно совпадает с одним из направлений следов пластин на рис.5б, относящихся не только к γ -, но и к ϵ -фазе.

Относительно чёткие рефлексы ϵ -фазы были обнаружены на электронограммах сплава Fe-32%Ni после закалки на мартенсит, превращения $\alpha \rightarrow \gamma$ при медленном нагреве до 500°C и длительного отжига при 280°C (см. рис. 7). На светлопольном изображении структуры, рис.7а, мы видим множество различно ориентированных дисперсных пластин, относящихся не только к γ -, но и к ϵ -фазе, как показал анализ снимков. На электронограмме, рис. 7б, выделены три сетки рефлексов: α -матрицы - с $O3[137]$, γ -фазы - с $O3[01\bar{3}]$ и ϵ -фазы - с $O3[101]$. Обнаружены также другие отдельные γ - и ϵ -рефлексы. На темнопольном изображении, рис. 7в, полученном в рефлексе $\{111\}_\gamma$, отмеченном стрелкой на электронограмме, видны γ -пластины преимущественно одного направления с хорошо заметной субструктурой, возможно связанной с внутренним $\{111\}$ -нанодвойникованием. Субструктура этих пластин видна и на светлопольном изображении, рис. 7а. На темнопольном изображении, рис. 7г, полученном в ϵ -рефлексе $(\bar{1}11)$, видны засвечены ϵ -пластины – также преимущественно одного (но уже другого) направления, которые возможно тоже имеют свою субструктуру. Как видно, количество ϵ -фазы в данном примере существенно выше, чем в предыдущем. Анализ с помощью стереографических проекций показал, что два вида ориентационных соотношений (ГЦК/ОЦК и ГПУ/ОЦК), связывающие γ - и ϵ -ориентировки с ориентировкой α -матрицы, однотипны: $(11\bar{1})_\gamma \parallel (0\bar{1}1)_\alpha$, $[0\bar{1}\bar{1}]_\gamma \parallel [111]_\alpha$ и $(001)_\epsilon \parallel (011)_\alpha$,

$[0\bar{1}0]_\epsilon \parallel [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$, – так как оба характеризуются параллельными плотноупакованными направлениями, лежащими в параллельных плотноупакованных плоскостях.

4. Заключение

Электронно-микроскопическое исследование метастабильного аустенитного сплава Fe-32%Ni, подвергнутого закалке на α -мартенсит, обратному $\alpha \rightarrow \gamma$ превращению при медленном нагреве со скоростью 0,2 град/мин до 430 и до 500°C с последующим длительным отжигом при 280°C, позволило обнаружить в наноразмерной двойникованной γ -фазе упорядочение $L1_0$ с фиксацией сверхструктурных рефлексов (100) и (110). Упорядочение $L1_0$ в тонкопластинчатой γ -фазе было также обнаружено при температуре 430°C, превышающей расчетное значение $T_c = 330^\circ\text{C}$ [8], что требует уточнения температуры упорядочения γ -фазы в системе Fe-Ni.

Сверхструктурный рефлекс $(110)_{L1_0}$ как правило обнаруживался на одной линии электронограммы с рефлексами $(2\bar{2}2)_\alpha$ и $(2\bar{2}0)_\gamma$, определяющими параллельные плотноупакованные направления $[1\bar{1}1]_\alpha \parallel [1\bar{1}0]_\gamma$, входящие в ориентационные соотношения (ОС) двух фаз: α и γ , а сама линия – была параллельна одному из направлений следов тонких γ -пластин на изображении структуры. Это означает принадлежность входящих в ОС плотноупакованных направлений $\langle 111 \rangle_\alpha \parallel \langle 110 \rangle_\gamma$ габитусной плоскости γ -пластин $\{156\}_\alpha \sim \{557\}_\gamma$, (определённой в [5]), а также – наличие ориентационной связи между «осью порядка» $([001]) L1_0$ -аустенита и его габитусом.

В сплаве Fe-32%Ni с высокой энергией дефектов упаковки обнаружено присутствие ϵ -фазы с ГПУ решеткой: в процессе развития обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при медленном нагреве до 430°C и до 500°C с последующим отжигом при 280°C в течение 120 ч. Присутствие ϵ -фазы свидетельствует о сложном ступенчатом механизме исследованного процесса превращения: $\alpha \rightarrow \epsilon \rightarrow \gamma$. По-видимому, существование промежуточной ϵ -фазы при $\alpha \rightarrow \gamma$ превращении типично для сплавов железа с высокими значениями энергии дефектов упаковки, как это отмечалось ранее в работе [21].

На одной из электронограмм сплава Fe-32%Ni после α - γ превращения при медленном нагреве до 500°C с последующим длительным отжигом между α - и γ - фазами обнаружены редко встречающиеся ОС Хэдли-Брукса [22], характерные для повышенных температур фазового превращения.

Работа выполнена по теме «Структура», поддержана проектами УрО РАН (№ 09-П-2-1036) и РФФИ (№ 10-02-90408).

Литература

1. K.A. Malyshev., V.V. Sagaradze, I.P. Sorokin etc. Strengthening due to phase transformation of austenitic iron-nikel alloys. M: the Science. 260 p. (1982) (in Russian)
2. V.V. Sagaradze, A.I. Uvarov. Hardening of austenitic steels. M: Science, 270 p. (1989) (in Russian).
3. V.V. Sagaradze. Nanostructured Materials. Science and Technology. Eg.G. Chow, N. Noskova. Nato ASI Series, 3. High Technology, V. 50, P. 243-262 (1998).
4. V.V. Sagaradze., and V.A. Shabashov. Phys. Met. Metallogr. V. 57. №. 6. P. 1166-1171 (1984).
5. I.G. Kabanova and V.V. Sagaradze. Phys. Met. Metallogr. V. 58. №. 3. P. 97-105 (1984).
6. I.G. Kabanova, and V.V. Sagaradze. Phys. Met. Metallogr. V. 88. №. 2. P. 143-151 (1999).
7. J.F. Albertsen. Physica Scripta. V. 23. P. 301-306 (1981).
8. K.B. Reuter, D.B. Williams, J.I. Goldstein. Met. Trans. A. V.20A. P. 719-725 (1989).
9. J. Yang, J.I. Golstein. Lunar and Planetary Science XXXIV (2003) 1156.pdf.
10. V. G. Myagkov, O. A. Bayukov, L. E. Bykova, V. S. Zhigalov, G. N. Bondarenko. JETP Letters, **80**, No 7, 487 (2004).
11. A. Chamberod, J. Laugier, J.M. Penisson. J. Magnetism and Magnetic Materials. V. 10. № 2-3. P. 139-144 (1979).
12. A.I. Deryagin, V.A. Zavalishin, V.V. Sagaradze, A.R. Kuznetsov, V.A. Ivchenko, N.F. Vil'danova, and B.M. Efros. Phys. Met. Met. V. 106. № 3. P. 291-301 (2008).
13. J.F. Albertsen, H.P. Nielsen and V.F. Buchwald. Physica Scripta. Vol. 27. P. 314-320 (1983).
14. R.P. Reed. Acta Met. V.10. № 9. P. 865-877 (1962).
15. R. Lagneborg. Acta Met. 1964. V.12. № 7. P. 823-843.
16. L.I. Lysak, and B.I. Nikolin. Phys. Met. Met. V. 16. № 2. P. 256-259 (1963).
17. I.N. Bogachev, V.F. Egolaev. Structure and properties of iron-manganous alloys. M. Metallurgija, 296 p. (1973) (in Russian).
18. N.A. Tereshchenko, V.V. Sagaradze, A.I. Uvarov, and K.A. Malyshev. Phys. Met. Met. V. 53. № 1. P.110-116 (1982).
19. H.Schumann. Neue Hiitte. V. 21. № 9. P. 551-556 (1976).
20. V.A. Shabashov, A.E. Zamatovskii, and V.P. Pilyugin. Phys. Met. Met. V.108. №5. P. 475-483 (2009).
21. V.V. Burdin, V.N. Gridnev, V. N. Minakov, V.I. Trefilov, A.S. Firstov. Reports of Academy of Sciences. Series physics. T. 217. № 5. P. 1045-1048 (1974) (in Russian).
22. T.J. Headley, J.A. Brooks. Met. Mater. Trans. A. V. 33A. P. 5-15 (2002).
23. N.D. Zemtsova, I.G. Kabanova, and E.I. Anufrieva. Phys. Met. Met. V. 105. № 1. P. 19-35 (2008).
24. J.F. Valderruten, G.A. Pérez Alcázar, J.M. Greneche. J. Phys.: Condens. Matter. V. 20. P. 485204- 485209 (2008).
25. R.C Ruhl., M. Cohen Trans. Met. Soc. AIME. V. 245. N 2. P. 253-257(1969).