

05;11;12

## Наблюдение выделений в сплаве железо–никель–титан с помощью сканирующей туннельной микроскопии

© В.Л. Арбузов, К.В. Шальнов, С.Е. Данилов,  
А.Э. Давлетшин, Н.Л. Печеркина, В.В. Сагарадзе

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург

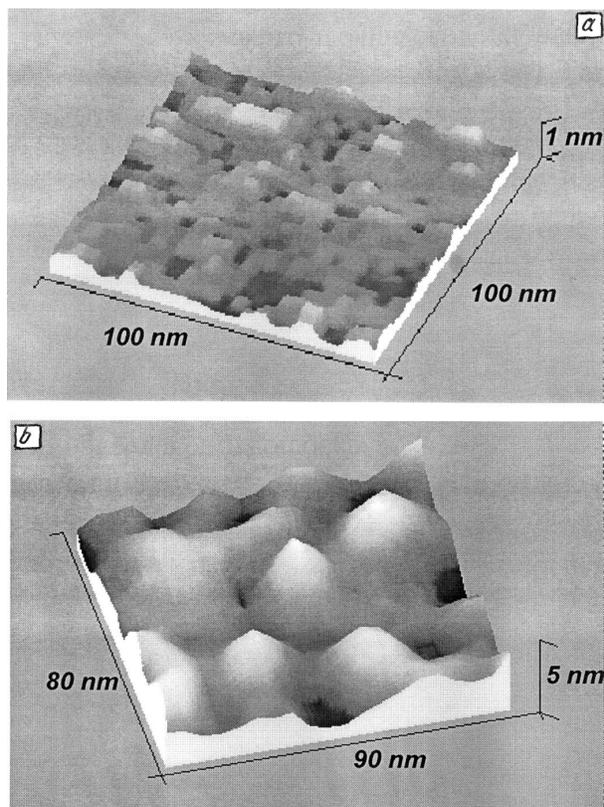
Поступило в Редакцию 10 августа 1998 г.

Методами сканирующей туннельной микроскопии и электронной микроскопии исследовался процесс старения ГЦК-сплава Fe + 36.5%Ni + 2.5%Ti при отжиге. Исследована возможность изучения образующихся при старении выделений новой фазы с помощью сканирующей туннельной микроскопии. Определены размеры частиц  $\gamma'$ -фазы.

Исследование особенностей распада аустенитных нержавеющей сталей и сплавов является важной задачей, так как от формы и размеров появляющихся выделений новой фазы зависят многие макроскопические характеристики, например радиационная стойкость и прочность. Но классические методы исследования: рентгеновские и электронно-микроскопические — не всегда позволяют надежно изучить процесс появления новой фазы, особенно на начальных стадиях. Поэтому использование сканирующей туннельной микроскопии (метода, исследующего структуру поверхности образцов с нанометровым разрешением) в изучении процессов старения является очень перспективным.

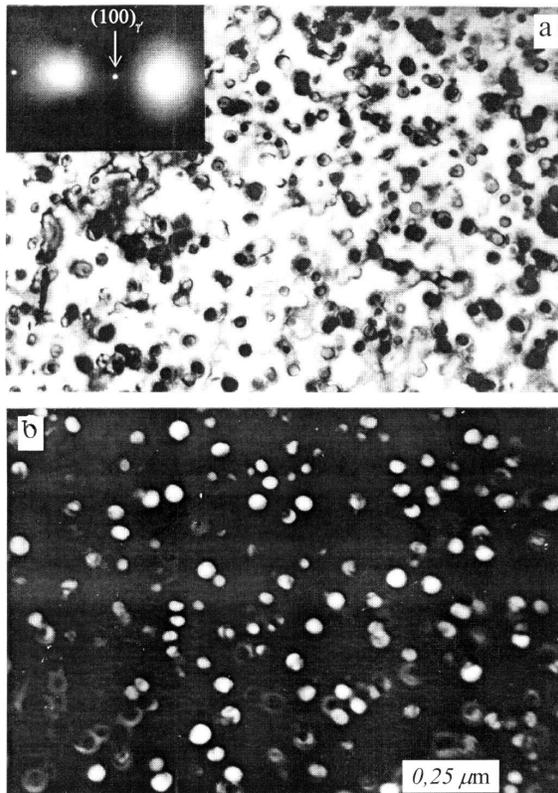
Для выявления возможностей и особенностей использования сканирующей туннельной микроскопии (СТМ) в исследованиях термических и радиационно-индуцированных структурно-фазовых превращений в металлах и сплавах необходимо было убедиться, что с помощью СТМ в принципе это возможно, так как в литературе нет примеров использования СТМ для этих целей. Обычно СТМ используется в исследованиях физики поверхности, наноструктур и нанотехнологии [1]. В нашем же случае необходимо было контролировать выделения новой фазы в объеме материала.

В качестве модельного сплава для этой цели был взят ГЦК-сплав Fe + Ni(36.5 мас.%) + Ti(2.5 мас.%). Данный сплав в закаленном состо-



**Рис. 1.** Типичные СТМ-изображения, полученные на поверхности сплава Ni36Ti: *a* — после закалки в воду от 1100°С, *b* — после отжига при температуре 750°С в течение 10 h.

янии является пересыщенным твердым раствором, и при старении в нем должна выделяться упорядоченная  $\gamma'$ -фаза, близкая по составу к  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ . Эта фаза мало отличается по параметру решетки от матрицы и когерентно связана с ней. Все это затрудняет выявление этой фазы на начальных стадиях старения рентгеновскими и электронно-микроскопическими методами. Но при достаточно больших временах старения, когда размеры выделений достигают 8–20 нм выделения  $\gamma'$ -фазы достаточно хорошо выявляются при электронно-микроскопических исследованиях [2].



**Рис. 2.** Светлопольное (*a*) и темнопольное (*b*) электронно-микроскопические изображения  $\gamma'$ -фазы в состаренном сплаве N36T2. На вклейке к рис. 2, *a* представлена электронограмма сплава N36T2.

Образцы сплава N36T2 были отожжены в очищенном проточном гелии 30 min при 1100°C и закалены в воде со скоростью  $\sim 500$  K/s для получения пересыщенного твердого раствора с гомогенным распределением титана. Образцы полировали в реактиве, содержащем  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{CrO}_3$ , для сглаживания рельефа и удаления возможных поверхностных окислов. После этого поверхность образцов изучалась на СТМ. Типичное изображение поверхности образцов после закалки представлено на рис. 1, *a*. Видно что, поверхность закаленного образца достаточно ровная, без каких-либо особенностей.

Электронно-микроскопическое исследование состаренных при  $750^{\circ}\text{C}$  в течение 10 h образцов показало, что в сплаве N36T2 после старения образовались выделения  $\gamma'$ -фазы  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  с ГЦК-решеткой. Частицы  $\gamma'$ -фазы упорядочены и дают сверхструктурные отражения (рис. 2, *a*). Темнопольное изображение  $\gamma'$ -частиц в сверхструктурном рефлексе  $(100)_{\gamma'}$  представлено на рис. 2, *b*. Средний размер частиц  $\gamma'$ -фазы, определенный из измерений на темнопольных фотографиях, составляет 35 nm, а их плотность  $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ .

Состаренный образец далее подвергали электротравлению в том же реактиве, что и закаленный. Глубина травления была  $\sim 1 \mu\text{m}$ . Можно предполагать, что скорости травления самих выделений новой фазы и матрицы будут различны, что создаст при травлении рельеф поверхности при наличии таких выделений в объеме.

На рис. 1, *b* представлено СТМ изображение поверхности состаренного образца после электротравления. На нем видны неровности сферической формы, средний размер которых  $\sim 17\text{--}25 \text{ nm}$ . Учитывая, что на закаленном образце после травления неровностей такой формы не наблюдалось, можно предполагать, что обнаруженные сферические неровности на поверхности состаренного образца и есть выделения новой фазы. Меньший, по сравнению с полученным электронно-микроскопически, размер выделений объясняется следующим: во-первых, СТМ-исследование ведется на поверхности образца и видимая часть выделения может оказаться меньше находящейся в объеме, во-вторых,  $\gamma'$ -частицы могли уменьшить свой размер вследствие их подтравливания. Возможно также, что в этой части образца при СТМ-исследовании присутствовали частицы размером ниже среднего.

Таким образом, нам удалось показать, что:

в ГЦК-сплаве N36T2 наблюдается интерметаллидное старение с образованием выделений  $\gamma'$ -фазы, размеры которых достигают 35 nm;

СТМ-исследования могут быть использованы для исследований выделений новой фазы в объеме материала.

Работа выполнена при частичной поддержке МНТЦ (проект № 467–97) и Программы государственной поддержки ведущих научных школ РФ (проект № 96–15–96515).

## Список литературы

- [1] Эдельман В.С. // ПТЭ. 1991. № 1. С. 24–42.
- [2] Алябьев В.М., Волгин В.Г., Дубинин С.Ф. // ФММ. 1990. № 8. С. 142–148.