

05

## Сравнительное поведение точечных дефектов в сплаве Fe–36Ni при отжиге после низкотемпературной деформации и облучения

© В.В. Сагарадзе, В.Л. Арбузов, С.Е. Данилов, В.П. Пилюгин,  
Н.В. Катаева, В.А. Шабашов, А.В. Литвинов

Институт физики металлов им. М.Н.Михеева УрО РАН, Екатеринбург  
E-mail: vsagaradze@imp.uran.ru

Поступило в Редакцию 10 августа 2016 г.

Исследован сплав Fe–36Ni в закаленном, облученном электронами при 70 К и деформированном при 77 К состояниях. Показано, что в процессе отжига в интервале температур 70–570 К в исследованном сплаве происходят аналогичные структурно-фазовые превращения как после предварительного низкотемпературного электронного облучения, так и после предварительной низкотемпературной деформации. Наблюдается миграция междоузельных атомов (70–140 К) и вакансий (180–570 К), которые вызывают фазовые превращения, объясняемые атомным расслоением и упорядочением участков с повышенным содержанием никеля. Обсуждаются механизмы структурно-фазовых изменений при деформации и отжигах.

DOI: 10.21883/PJTF.2017.21.45165.16456

В последнее время обнаружено сходное влияние точечных дефектов на диффузионные фазовые превращения в сталях и сплавах независимо от происхождения дефектов (при деформации или облучении), хотя эти воздействия имеют совершенно разную природу. В процессе холодной деформации при  $\sim 300$  К, как и при облучении высокоэнергетическими частицами, обнаружен ряд неравновесных диффузионных процессов: атомное расслоение твердых растворов, растворение фаз внедрения и замещения [1–4]. Неожиданной оказалась реализация низкотемпературного атомного расслоения и деформационно-индуцированного диффузионного растворения интерметаллидов типа  $Ni_3Ti$  при 77–300 К [1,4]. Обычная вакансионная диффузия элементов, образующих твердые растворы замещения (с энергией активации миграции около 1 eV),

в сплавах на основе железа при таких температурах затруднена. Однако мессбауэровские и магнитометрические измерения [4] на сплавах Fe–36Ni–3Ti, Fe–36Ni–9Al экспериментально подтвердили наличие низкотемпературных деформационно-индуцированных диффузионных процессов растворения интерметаллидов Ni<sub>3</sub>Ti(Al) в аустенитной матрице при 77 К. Выполненные расчеты [5,6] показали, что в поле напряжения пересекающих частицу Ni<sub>3</sub>Ti дислокаций диффузия никеля из интерметаллида в матрицу железного сплава при 77–300 К может происходить только тогда, когда в результате деформации атомы Ni переходят в междоузельные положения с уменьшением энергии активации миграции до 0.1–0.2 eV. Повышение температуры деформации до 423–573 К приводит к преобладанию конкурирующего процесса выделения интерметаллидов, усиленного генерацией точечных дефектов деформационного происхождения.

Настоящая работа направлена на резистометрическое обнаружение образующихся при низкотемпературной деформации (77 К) точечных дефектов (междоузельных атомов и вакансий) в модельном аустенитном сплаве Fe–Ni. Их поведение при отжиге было сопоставлено с поведением точечных дефектов, полученных при низкотемпературном (70 К) облучении электронами с энергией 5 MeV. Учитывался тот факт, что изменение электросопротивления в процессе отжига деформированного или облученного сплава при 70–140 К связано с миграцией междоузельных атомов, а при температурах ~ 200 К и выше — с миграцией вакансий [7].

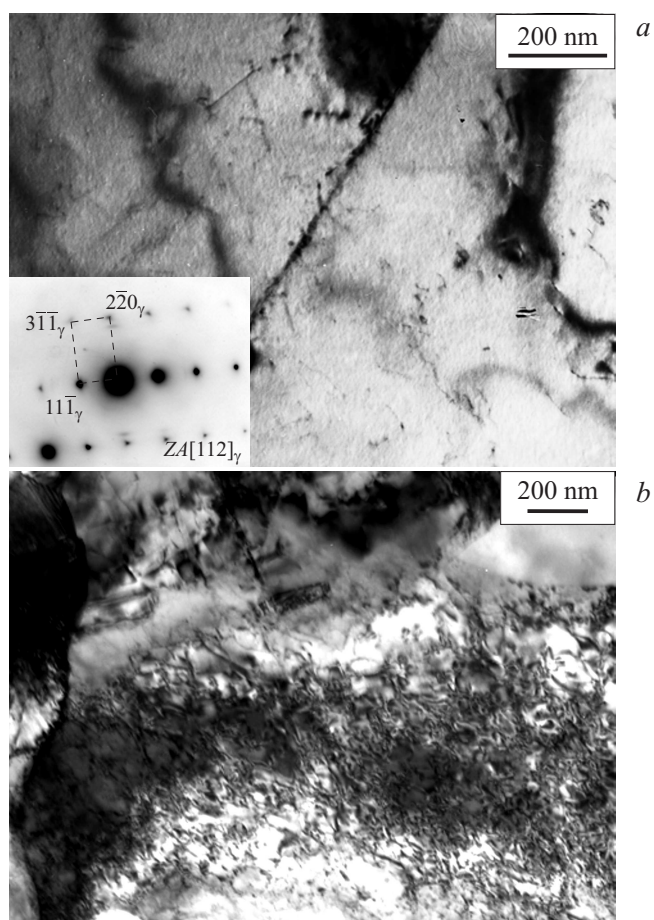
Исследовался сплав железа с 36.5 mass % Ni (Fe–36Ni), который является основой для инваров и упрочняемых интерметаллидами аустенитных сталей с ГЦК-решеткой. Гомогенизированный сплав Fe–36Ni закаливался на воздухе от 1323 К с целью получения однофазного аустенитного состояния. Для последующей холодной деформации при 77 К использовались пластинчатые образцы сечением 0.4 × 2 mm и длиной 12 mm. Образцы имели на торцах надрезы глубиной 3 mm, формирующие четыре выступа для приваривания контактных проволочек методом точечной сварки непосредственно в жидком азоте с целью последующего измерения электросопротивления в процессе отжига деформированных образцов. Образец помещался в силовую установку, где средняя часть образца закреплялась между наковальнями Бриджмена диаметром 5 mm. Температура 77 К достигалась помещением наковален с образцом в емкость с жидким

азотом. Затем повышалось давление до 8 GPa. При этом средняя часть образца расплющивалась с уменьшением толщины примерно в 2 раза (степень деформации сжатием составляла  $\sim 50\%$ , истинная деформация  $\sim 0.69$ ). Далее осуществлялась деформация сдвига в средней части образца при 77 K под давлением 8 GPa в процессе вращения нижней наковальни на 0.5 оборота со скоростью 0.3 грм. Истинная деформация в этой зоне составляла  $\sim 4.6$ . Монтаж деформированных образцов в специальный держатель для проведения электрических измерений проводился под слоем жидкого азота. Далее образцы отжигались изохронно от 70 до 900 K со средней скоростью нагрева 1 K/min ступенями по 10–20 K в атмосфере чистого гелия, дополнительно очищенного титановым геттером. Измерения остаточного электросопротивления образцов после каждой ступени отжига проводились при температуре 4.2 K с точностью 0.02%.

Облучение электронами энергией 5 MeV до дозы  $1.3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$  при температуре около 70 K проводилось на линейном ускорителе в проточном гелиевом криостате в атмосфере чистого гелия.

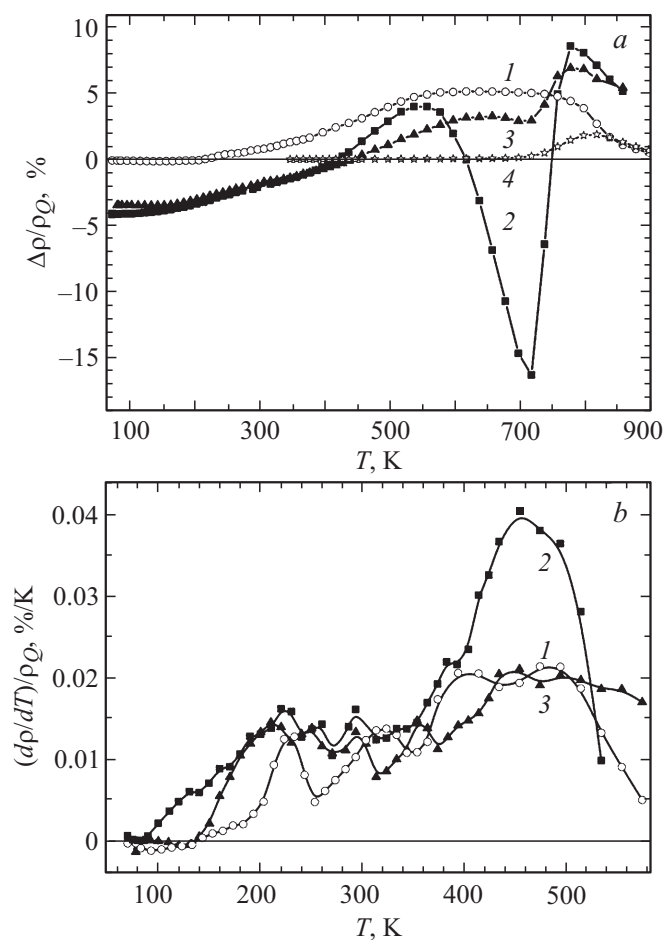
Структура сплава анализировалась в электронном микроскопе JEM-200CX при ускоряющем напряжении 160 kV. В закаленном от 1323 K состоянии образцы сплава Fe–36Ni имели структуру аустенита с размером зерна около  $100 \mu\text{m}$  и малой плотностью дислокаций  $\sim 10^8 \text{ cm}^{-2}$  (рис. 1, *a*). В процессе деформации сдвига под давлением 8 GPa при 77 K в сплаве Fe–36Ni наблюдались фрагментация аустенита и повышение плотности дислокаций до  $\sim 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  (рис. 1, *b*).

Образцы после изохронного отжига были повторно закалены от 1373 K для получения данных об электросопротивлении  $\rho_Q$  в закаленном состоянии, что позволило провести сравнительный резистометрический анализ всех исследованных образцов. На рис. 2, *a* представлены зависимости относительного изменения остаточного электросопротивления  $\Delta\rho/\rho_Q$  (при 4.2 K) от температуры изохронного отжига для сплавов Fe–36Ni после деформации сжатия и сдвига под давлением 8 GPa при 77 K (кривые 3 и 2), а также после низкотемпературного (70 K) облучения электронами (кривая 1). На рис. 2, *b* приведена часть этого рисунка (при 70–570 K) в дифференцированном виде. На рис. 2, *a* пред-



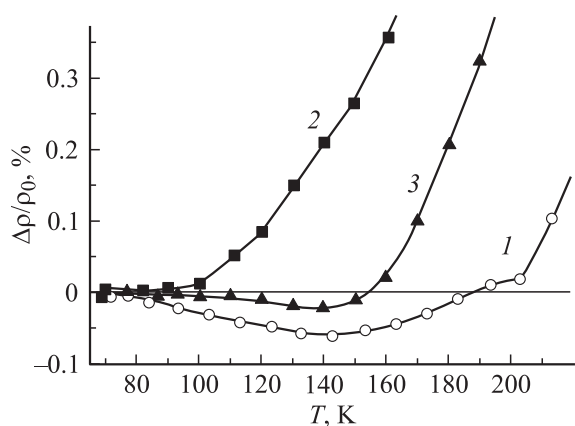
**Рис. 1.** Структура сплава Fe–36Ni после закалки от 1323 К (*a*) и последующей деформации сдвига ( $\sim 4.6$ ) под давлением 8 GPa при 77 К (*b*). ZA — ось зоны. На вставке — соответствующая электронограмма закаленного образца.

ставлены также результаты изохронного отжига закаленного образца (кривая 4).



**Рис. 2.** *a* — изменение электросопротивления  $\Delta\rho/\rho_0$  при 4.2 К в сплаве Fe–36Ni в зависимости от температуры изохронного отжига (70–900 К) после закалки от 1323 К (4), облучения электронами при 70 К (1), деформации сжатия ( $\sim 0.69$ ) при 77 К (3), деформации сдвига ( $\sim 4.6$ ) под давлением 8 ГПа при 77 К (2), *b* — результаты дифференцирования этих зависимостей в интервале температур 70–570 К.

Как видно из рис. 2, *a* (кривая 4), в закаленном образце в течение ступенчатого изохронного отжига до 700 К изменений электросопротивления не происходит. Нагрев от 700 до 780 К вызывает рост электросопротивления, что можно связать с образованием областей ближнего порядка за счет термической диффузии [8,9]. Выше 780 К происходит диффузионная гомогенизация твердого раствора, вызывающая падение электросопротивления. Однако в процессе закалки сплава Fe–36Ni от 1323 К при использованной скорости охлаждения  $\sim 10$  K/s успевает пройти частичное образование кластеров или областей ближнего порядка [9], как и в случае формирования предвыделений интерметаллидов при закалке аустенитных сплавов Fe–Ni–Ti [5]. Низкотемпературная деформация (на обоих деформированных образцах) привела к падению электросопротивления ниже сопротивления закаленного образца (рис. 2, *a*, кривые 2 и 3). Это связано с частичным растворением областей ближнего порядка в процессе деформации. Подобное растворение кластеров или дисперсных частиц при холодной деформации наблюдалось ранее [1,5]. На рис. 3 представлены начальные участки зависимостей электросопротивления  $\Delta\rho/\rho_0$  от температуры изохронного отжига, ( $\rho_0$  — исходное электросопротивление перед отжигом). На облученном образце наблюдается снижение электросопротивления при нагреве до 140 К. В образце с малой степенью деформации сжатием также наблюдается снижение электросопротивления. В образце с большой степенью сдвиговой деформации под давлением снижения электросопротивления практически нет до 100 К, а выше начинается рост электросопротивления. Эти низкотемпературные изменения связаны с миграцией междоузельных атомов (вакансии при этих температурах еще неподвижны [7]). Необходимо учитывать, что собственные междоузельные атомы могут находиться в данном сплаве, в частности, в гантельной конфигурации типа Fe–Fe, Ni–Ni, Fe–Ni. Точная энергия миграции этих конфигураций неизвестна. Длина свободного пробега точечных дефектов в деформированных образцах с более высокой концентрацией стоков точечных дефектов (дислокаций и границ субзерен) существенно меньше, чем в случае недеформированного или облученного электронами образцов [10]. Поэтому можно полагать, что в деформированных образцах миграция междоузельных атомов происходит несколько иначе. При этом пики на дифференцированных кривых располагаются при более



**Рис. 3.** Изменение электросопротивления  $\Delta\rho/\rho_0$  при 4.2 К в сплаве Fe–36Ni на начальном этапе изохронного отжига при 70–220 К (исходная обработка). 1 — облучение электронами при 70 К, 2 — деформация сдвига ( $\sim 4.6$ ) при 77 К под давлением 8 GPa, 3 — деформация сжатия ( $\sim 0.69$ ) при 77 К.

низких температурах, чем в случае недеформированного облученного образца.

При отжиге выше 140 К электросопротивление облученного при 70 К и деформированных при 77 К образцов повышается. Это повышение на облученном сплаве Fe–36Ni связано с процессами расщепления Fe–Ni твердого раствора с образованием обогащенных никелем микрообластей, которые могут упорядочиваться по типу  $L1_0$  [7,9,11]. В случае деформированных образцов происходят аналогичные процессы. Было показано, что при этом рост электросопротивления проходит в несколько этапов и соответственно наблюдаются пики на дифференцированных кривых при разных температурах. Появление пиков на деформированных образцах (рис. 2, *b*) связано с процессами миграции междоузельных атомов (70–140 К) и вакансий (180–240 К), а также с диссоциацией вакансионных комплексов (240–570 К). В частности, ранее [7] было показано (с учетом данных позитронной аннигиляции), что пик при 220 К в сплаве Fe–36Ni связан с миграцией вакансий.

В районе 600–700 К в сильно деформированном образце наблюдается рекристаллизация сплава, вызывающая активный спад электросопротивления.

тивления (рис. 2, а, кривая 2). Так как падение электросопротивления за счет отжига дислокаций обычно на два порядка меньше спада электросопротивления, связанного с устранением обогащенных никелем микрообластей, наблюдаемое интенсивное уменьшение  $\Delta\rho/\rho_0$  объясняется гомогенизацией твердого раствора, ускоренной термической диффузией по мигрирующим границам зерен. На недеформированных образцах (облученном и закаленном) при отсутствии рекристаллизации никакого спада  $\Delta\rho/\rho_0$  не наблюдается. При более высоких температурах (выше 700 К) спад сменяется ростом электросопротивления, что объясняется ближним упорядочением [8,9] благодаря термической диффузии. На это указывает также и рост электросопротивления при этих температурах в закаленном образце. Выше 780 К на всех образцах (в том числе и на закаленном) наблюдается спад электросопротивления, связанный с идущей гомогенизацией твердого раствора.

Таким образом, из экспериментальных данных следует, что в процессе отжига при 70-570 К в предварительно деформированном сплаве Fe-36Ni происходят такие же диффузионные процессы, как при отжиге этого сплава после низкотемпературного электронного облучения (наблюдается миграция междоузельных атомов и вакансий). Поскольку миграция вакансий в сплаве Fe-36Ni обычно происходит в районе 180-240 К, все изменения электросопротивления при более низких температурах связаны со свободной миграцией собственных междоузельных атомов. При более высоких температурах (240-570 К) наблюдаются диссоциация вакансионных комплексов и ускоренное точечными дефектами расслоение твердого раствора.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 14-13-00908).

## Список литературы

- [1] Сагарадзе В.В., Шабашов В.А. // ФММ. 2011. Т. 112. № 2. С. 155.
- [2] Мазанко В.Ф., Герцикен Д.С., Бевз В.П., Миронов В.М., Миронова О.А. // Металлофизика и новейшие технологии. 2010. Т. 32. № 9. С. 1267.
- [3] Queleñec X., Menand A., Le Breton J.M., Phippan R., Sauvage X. // Phil. Mag. 2010. V. 90. N 9. P. 1179.



- [4] *Sagaradze V.V., Shabashov V.A., Kataeva N.V., Zavalishin V.A., Kozlov K.A., Kuznetsov A.R., Litvinov A.V., Pilyugin V.P.* // *Phil. Mag.* 2016. V. 96. N 17. P. 1724.
- [5] *Сагарадзе В.В., Уваров А.И.* Упрочнение и свойства аустенитных сталей. Екатеринбург: УрО РАН, 2013. 720 с.
- [6] *Кузнецов А.Р., Сагарадзе В.В.* // *ФММ.* 2002. Т. 93. № 5. С. 13.
- [7] *Данилов С.Е., Арбузов В.Л., Дружков А.П., Шальнов К.В.* // *Вопр. атом. науки и техники. Сер. Физика радиац. повреждений и радиац. материаловедение.* 2000. В. 4. С. 3.
- [8] *Родионов Ю.Л., Исфандияров Г.Г., Сарсенбин О.С.* // *ФММ.* 1979. Т. 48. № 5. С. 979.
- [9] *Меньшиков А.З., Архипов В.Е., Захаров А.И., Сидоров С.К.* // *ФММ.* 1972. Т. 34. № 2. С. 309.
- [10] *Трушин Ю.В.* Радиационные процессы в многокомпонентных материалах. СПб.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 2002. 383 с.
- [11] *Danilov S.E., Arbuzov V.L., Kazantsev V.A.* // *J. Nucl. Mater.* 2011. V. 414. P. 200.