

В.Й. Бондар, В.Ю. Данільченко, В.Є. Яковлев**ЗАКОНОМІРНОСТІ ФОРМУВАННЯ ДЕФЕКТІВ КРИСТАЛІЧНОЇ БУДОВИ
В ПРОЦЕСІ ФАЗОВОГО НАГАРТУВАННЯ В СПЛАВІ Г18С2**

Рентгенівським методом на моно- і полікристалічних зразках досліджено закономірності формування системи дефектів кристалічної будови в залізомарганцевому сплаві Г18С2 внаслідок циклічних мартенситних перетворень (ЦМП). Проаналізовані умови накопичення дезорієнтованих малокутових субмеж фрагментів та хаотичних дефектів пакування в кристалічній ґратці аустеніту та ϵ -мартенситу.

Ключові слова: мартенситне перетворення, фазове нагартування, дислокація, дефект пакування, нанофрагменти, дифракція.

Вступ

У результаті протікання ЦМП у сплавах на основі заліза формується особливий структурно-фазовий стан із складною системою дефектів кристалічної будови, названий станом фазового нагартування [1]. Електронно-мікроскопічні і рентгенівські дослідження показали, що у залізонікелевих сплавах γ - α - γ - (ГЦК-ОЦК-ГЦК) перетворення призводили до зростання густини дислокацій у ревертованому аустеніті більше, ніж на три порядки. За високого ступеню фазового нагартування (десятки циклів перетворень) структура γ - фази включала значну кількість деформаційних двійників. У випадку багаторазових ЦМП у цих сплавах за умов генерування нових дислокацій при наступних циклах та їх накопиченні і взаємодії утворювалися додаткові субмежі. За рахунок цього виникали високодисперсні дезорієнтовані фрагменти ревертованого аустеніту і розвивався процес фазової перекристалізації вихідної структури (нанофрагментації) [2,3]. На відміну від залізонікелевих сплавів густина дислокацій в ревертованому аустеніті залізомарганцевих сплавів, в яких реалізувалися γ - ϵ - γ - (ГЦК-ГЦУ-ГЦК) мартенситні перетворення, зростала не більше, ніж на порядок [1]. Така закономірність була пов'язана з різною величиною об'ємного ефекту прямого мартенситного перетворення. Перетворення γ - α - і γ - ϵ - супроводжувалися збільшенням питомого об'єму відповідно на 3-4 і 1,75% [4]. Зазначена різниця спричиняла виникнення різної кількості дислокацій за цих перетворень. Крім того, у залізомарганцевих сплавах з низькою енергією дефектів пакування багаторазові ЦМП типу γ - ϵ - γ - викликали накопичення хаотичних дефектів пакування (ХДП). З цих причин у сплавах з різним типом мартенситних перетворень у результаті ЦМП може формуватися різна система дефектів кристалічної будови.

Постановка задачі

Завданням цієї роботи було дослідити закономірності накопичення дезорієнтації кристалічної ґратки аустенітної і мартенситної фаз та ХДП в результаті циклічних γ - ϵ - γ - мартенситних перетворень у сплаві Г18С2.

Закономірності накопичення дезорієнтації кристалічної ґратки аустеніту і ϵ -мартенситу

Рентгенівські дослідження монокристалічних зразків проводили в камері обертання РКВ-86 у залізному випромінюванні. Використання монокристалічних зразків дозволило спостерігати дезорієнтацію кристалічної ґратки від частки градуса

до кількох десятків градусів, а отже, прослідкувати за розвитком процесу фрагментації і подрібнення структури. Максимальний кут розорієнтації ψ кристалічної ґратки, який характеризує ступінь фрагментованості структури, визначали з азимутального розмиття рефлексів аустеніту $(200)_\gamma$ і мартенситу $(002)_\alpha$ на дифракційній картині монокристалічних зразків. Рентгенозйомки проводили на модифікованому рентгенівському апараті УРС-55 з фотореєстрацією дифракційної картини фотометодом.

У залізомаганцевих сплавах не спостерігали формування таких дефектних елементів структури, як висококутові межі аустенітних зерен аналогічно залізонікелевим сплавам [5, 6]. Проте в результаті багаторазових γ - ε - γ -перетворень у дослідженому сплаві виникали малокутові дислокаційні субмежі, які можна характеризувати кутом ψ максимальної розорієнтації кристалічної ґратки. Кут ψ монотонно зростає за збільшення кількості γ - ε - γ -перетворень і досягає величини $6,4^\circ$ і $8,7^\circ$ для ε - і γ -фаз відповідно в результаті багаторазових термоциклів (рис. 1).

В результаті перших п'яти γ - ε - γ -циклів величина кута ψ для мартенситу виявилася більшою за таку ж величину для аустеніту. В цьому інтервалі циклування помітного накопичення розорієнтації ГЦК і ГЦУ не спостерігали через високу кристалографічну оборотність прямих γ - ε - і зворотних ε - γ -перетворень. Проте після десятого циклу перетворень починала проявлятися здатність накопичення розорієнтації як у ґратці аустеніту, так і у ґратці мартенситу. При цьому з'явилася можливість порівнювати величину кута ψ для γ - і ε -фаз в інтервалі циклування приблизно до 70-80 циклів. За збільшення кількості циклів понад 100 дифракційно фіксували лише ε -фазу, оскільки в процесі охолодження від кінця зворотного ε - γ -перетворення до кімнатної температури пряме γ - ε -перетворення у фазонагартуваному сплаві проходило повністю. Через цю обставину можливості вимірювати величину кута ψ для ґратки γ -фази за кімнатної температури після 100 циклів уже не було. Процес накопичення дезорієнтації ґратки ε -мартенситу продовжував розвиватися безперервно за збільшення кількості циклів до 500.

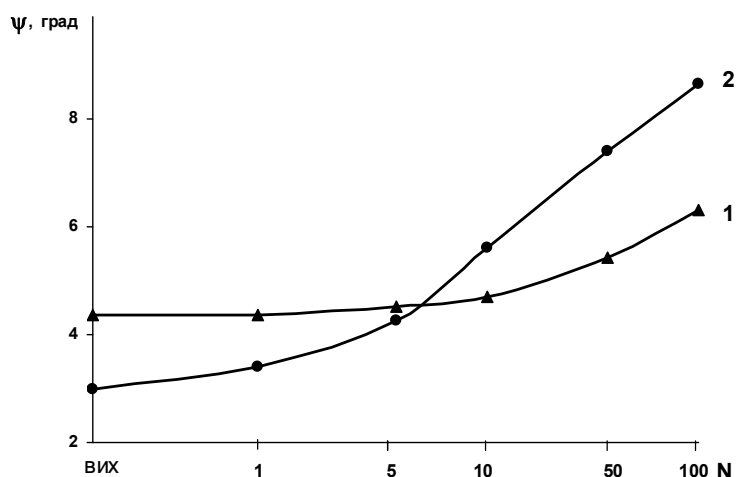


Рис. 1. Залежність кута максимальної дезорієнтації Ψ кристалічної ґратки (1) – ε -мартенситу і (2) – аустеніту від кількості γ - ε - γ -циклів.

Зазначена закономірність накопичення розорієнтації ґратки ε -мартенситу вказувала на суттєву різницю між залежністю ступеня фазового нагартування і зміцнення, що досягалися в одному випадку повторними циклами γ - α - γ -перетворень і, в іншому випадку, γ - ε - γ -перетворень. В роботі [1] дійшли висновку, що зміцнення

метастабільних залізонікелевих сплавів може зростати лише за умови, коли в кожному наступному циклі γ - α - γ - перетворень буде приймати участь додаткова об'ємна частка аустеніту. Для дослідженого залізомарганцевого сплаву ступінь фазового нагартування продовжував зростати після 100 γ - ε - γ - перетворень, коли в кожному наступному циклі приймала участь аустенітна фаза з об'ємною часткою, рівною практично 100%. Це було видно по помітному зростанню величини кута ψ для гратки ε -фази за збільшення кількості γ - ε - γ - циклів до 500 в той час, як дифракційна картина фазонагартованого сплаву при кімнатній температурі уже не містила рефлексів γ -фази.

Дезорієнтація гратки аустеніту після перших 5-7 циклів перевищувала дезорієнтацію гратки ε - мартенситу. Більша величина кута ψ аустенітної гратки свідчила про гальмування γ - ε -мартенситного перетворення в максимально дезорієнтованих фрагментах ревертованого аустеніту. Відомо, що бар'єрна дія субмеж коміркової (фрагментованої) структури для росту мартенситного кристалу завжди менша за дію меж зерна і визначається, крім розміру фрагментів, також і кутом взаємної дезорієнтації суміжних фрагментів [7]. Раніше електронно-мікроскопічними дослідженнями було показано, що кристали α -мартенситу проходили декілька малодезорієнтованих субмеж фрагментів і зупинялися при зустрічі із субмежами закритичної розорієнтації [7]. Субмежі закритичної дезорієнтації діяли на ріст мартенситного кристалу уже як межі зерен. Бар'єрна дія розорієнтованих субмеж для кристалів α -мартенситу була більшою, ніж для кристалів ε -мартенситу. Дійсно, після 3-5 γ - ε - γ - циклів різниця дезорієнтації граток γ - і α -фаз досягала 3° , а після ста циклів різниця дезорієнтації граток γ - і ε -фаз – лише 6° . Зазначена різниця визначала і різницю у дислокаційній будові малокутових субмеж, сформованих циклічними γ - α - γ - та γ - ε - γ -мартенситними перетвореннями. Це в свою чергу може визначити різний ступінь впливу таких субмеж на дифузійні характеристики у фазонагартованих сплавах.

В результаті багаторазових γ - ε - γ -циклів величина кута ψ виявилася значно меншою за величину, що досягалася в результаті γ - α - γ - циклів у залізонікелевих сплавах. Причина цього пов'язана із більш високою структурною оборотністю прямих γ - ε - і зворотних ε - γ - переходів. Слід зазначити, що кут ψ навіть при інтенсивному γ - ε - γ -циклуванні не перевищував величину 9° для аустеніту при тому, що великокутовим межам зерен приписується кут дезорієнтації 14 - 15° . Це означало, що циклічними γ - ε - γ -перетвореннями можна сформувати лише малокутові субмежі фрагментів і неможливо за рахунок накопичення розорієнтації гратки сформувати нові зерна ревертованого аустеніту, які б відрізнялися від орієнтації вихідного зерна, як це мало місце для залізонікелевих сплавів в результаті багаторазових γ - α - γ - перетворень.

Закономірності накопичення ХДП в мартенситній і аустенітній фазах

Вимірювання концентрації ХДП виконано на полікристалічних зразках на автоматизованому дифрактометрі ДРОН-3. В ГЦК гратці аустеніту концентрацію ХДП визначали за взаємним зміщенням бреггівських кутів рефлексів $(200)_\gamma$ і $(111)_\gamma$ [8-10]. В ГЦУ гратці ε - мартенситу концентрацію ХДП визначали за фізичним уширенням тих рефлексів, які задовільняли умовам $h - k = 3N \pm 1$ і $l \neq 0$ (N - цілі числа) [11, 9,12].

В результаті циклічних γ - ε - γ - перетворень у ревертованому аустеніті і ε -мартенситі залізомарганцевих сплавів з низькою енергією ДП формувалися ХДП по кристалографічних площинах відповідно $\{111\}_\gamma$ і $\{001\}_\varepsilon$. ХДП в ГЦК і ГЦУ структурах виявили здатність до накопичення [4]. У зв'язку з цим досліджено закономірності формування і накопичення ХДП в аустеніті і ε - мартенситі фазонагартованого сплаву Г18С2.

Для розрахунку фізичного уширення рефлексів ε -мартенситу в якості еталону використовували рефлекс $(100)_\varepsilon$, на напівширину якого практично не впливали ХДП. Певна зміна характеристик дифракційної картини фазонагартованого сплаву Г18С2 вказувала на накопичення в процесі термоцикування ХДП в площині $(111)_\gamma$ аустеніту та в площині $(001)_\varepsilon$ ε -мартенситу.

Концентрація ХДП в аустеніті α зростала за збільшення числа циклів γ - ε - γ -перетворень до 10. Після 50 таких циклів величина α досягала значення 0,02 і в результаті подальшого збільшення N до 100 зростала несуттєво (рис. 2, крива 1).

Концентрація ХДП в ε -мартенситі також зростала за збільшення N (рис. 2, крива 2). Сумарна концентрація ХДП (без розділення на двійникові і деформаційні) досягала значної величини 0,032.

Наявність ХДП в аустенітній і мартенситній фазах дозволило припустити, що в результаті циклів швидкого охолодження і наступного швидкого нагрівання внаслідок термічних напружень в аустеніті формувалися і накопичувалися невпорядковані ДП, хаотично розміщені в ГЦК гратці. В певних ділянках ГЦК структури, де досягалася критична концентрація ХДП, мало місце їх впорядкування, і перетворення цієї ділянки аустеніту в ділянку ε -мартенситу.

Електронно-мікроскопічні дослідження [112] показали, що аустенітна матриця між пластинами ε -мартенситу заповнена дефектами пакування в площинах $[111]_\gamma$, що створювало умови для певної взаємної орієнтації ДП і пластин гексагональної фази та полегшувало перебудову ГЦК структури, яка містила накопичені ХДП, в ГЦУ структуру. Автори роботи [13] зазначали, що концентрація ДП в залишковому аустеніті зростала за зміни температури або напружень.

В інтервалі зворотнього ε - γ -перетворення одночасно зі зменшенням кількості ε -мартенситу спостерігали спад концентрації ХДП в аустенітній і мартенситній фазах.

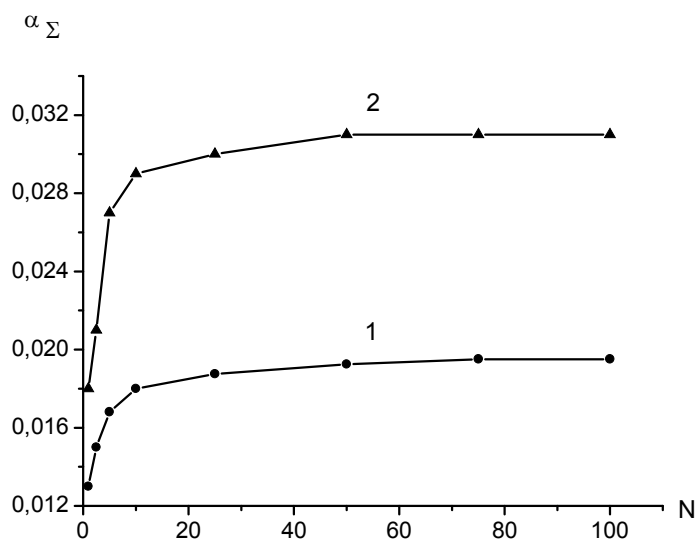


Рис. 2. Зміна концентрації ХДП в (1) – аустеніті і (2) – в ε -мартенситі.

З метою встановлення закономірності зміни концентрації ХДП в процесі відпалу фазонагартованого сплаву провели 200 γ - ε - γ -циклів, в результаті яких у ε -мартенситі ХДП накопичувалися в значній кількості (до 0,035). Нагрівання такого сплаву до температур, нижчих за температуру початку ε - γ -перетворення, не приводило до зменшення концентрації ХДП. В процесі розвитку ε - γ -перетворення концентрація

ХДП помітно зменшувалася і накопичені ХДП відпалювалися до кінця ϵ - γ - інтервалу. Таким нагріванням було знято фазове нагартування від γ - ϵ - γ - перетворень у частині накопичення ХДП.

Висновки

Накопичення розорієнтації ґратки γ - і ϵ -фаз у сплавi П18С2 внаслідок циклічних γ - ϵ - γ -перетворень відбувалося менш інтенсивно порівняно із залізонікелевими сплавами, в яких протікали γ - α - γ -перетворення. Таку різницю можна пояснити більш високою зворотністю прямих γ - ϵ - і зворотніх ϵ - γ - перетворень. Кут Ψ для ґратки ревертованого аустеніту навіть за умов інтенсивного γ - ϵ - γ -циклування не перевищував величину $(9-10)^\circ$, тобто не досягав величини $(14-15)^\circ$, характерної для висококутових субмеж. Це дозволило зробити висновок про те, що циклічними γ - ϵ - γ -перетвореннями в залізомарганцевих сплавах можна сформуванати лише низькокутові субмежі фрагментів вихідного зерна і неможливо за рахунок накопичення розорієнтації ґратки фрагментів сформуванати нові зерна ревертованого аустеніту з орієнтаціями, що відрізняються від орієнтації вихідного зерна, як це мало місце для залізонікелевих сплавів у результаті γ - α - γ -перетворень.

Література

1. Малышев К. А., Сагарадзе В. В. Фазовый наклеп аустенитных сплавов на железоникелевой основе. – М.: Наука, 1982. – 260 с.
2. Данильченко В. Ю. Фізичні принципи формування нанокристалічного аустеніту залізонікелевих сплавів за допомогою циклічних мартенситних перетворень // МиНТ. – 2008. – Т.30, №10. – С. 1395-1411.
3. Сагарадзе В. В., Данильченко В. Е., Леритьє Ф. Фазовый наклеп и образование нанокристаллического Fe-Ni-аустенита при мартенситных γ - α - γ - превращениях // ФММ. – 2001. – Т.92, №4. – С. 56-70.
4. Лысак Л. И., Николин Б. И. Физические основы термической обработки стали. – К.: Техника, 1975. – 304 с.
5. Бондарь В. И., Гиржон В. В., Данильченко В. Е. Влияние термоциклирования на мартенситное превращение в железоникелевых сплавах // ФММ. – 1991. – № 1. – С. 159-164.
6. Sagaradze V. V., Danilchenko V. E., L'Heritier Ph., Shabashov V. A. The structure and properties of Fe-Ni alloys with a nanocrystalline austenite formed under different conditions of gamma-alpha-gamma transformations // Materials Science and Engineering. – 2002. – A337. – P. 146-159.
7. Печковский Э. П., Трефилов В. И. Влияние структуры аустенита на развитие мартенситного превращения в сплавах на основе железа // УФЖ. – 1971. – 16. – С. 133-142.
8. Warren B. E., Warekols E. P. Stacking faults in cold worked alpha-brass // Acta Metall. – 1955. – 3. – P. 473.
9. Вишняков Я. Д. Дефекты упаковки в кристаллической структуре. – М: Металлургия, 1970. – 216 с.
10. Уоррен Б. И. Рентгенографическое изучение деформированных металлов // Успехи физики металлов. – 1963. – Вып. 5. – С. 172-237.
11. Paterson M. S. X - Ray Diffraction by Face - Centered Cubic Crystals with Deformation Faults // J. Appl. Phys. – 1952. – V. 23. – P. 805-809.
12. Богачев И. Н., Еголаев В. Ф. Структура и свойства железомарганцевых сплавов. – М: Металлургия, 1973. – 295 с.

13. Christian J. W. A note on deformation stacking faults in hexagonal close-packed lattices // Acta Cryst. – 1954. – V. 7. – P. 415-416.

Аннотация. *В.И. Бондарь, В.Е. Данильченко, В.Е. Яковлев. Закономерности формирования дефектов кристаллического строения в процессе фазового наклепа в сплаве G18C2. В работе представлены результаты экспериментальных исследований закономерностей накопления разориентации решетки и хаотических дефектов упаковки в аустенитной и мартенситной фазах в процессе многократных γ - ε - γ -мартенситных превращений в сплаве G18C2. Рентгеновским методом на моно- и поликристаллических образцах показано, что накопление разориентации решетки γ - и ε -фаз в сплаве G18C2 в результате циклических γ - ε - γ -превращений осуществлялось менее интенсивно, чем в железоникелевых сплавах с γ - α - γ -типом превращений. Такая разница объясняется более высокой обратимостью прямых γ - ε - и обратных ε - γ -превращений. Угол Ψ для решетки ревертированного аустенита даже в условиях интенсивного γ - ε - γ -циклирования не превышал $(9-10)^\circ$. Таким образом, с помощью циклических γ - ε - γ -превращений в железомарганцевых сплавах можно сформировать лишь малоугловые субграницы фрагментов исходного зерна и невозможно формировать новые зерна ревертированного аустенита с ориентациями, которые отличаются от ориентации исходного зерна, как в случае с железоникелевыми сплавами с γ - α - γ -превращениями.*

Ключевые слова: мартенситное превращение, фазовый наклеп, дислокация, дефект упаковки, нанофрагменты, дифракция.

Summary. *V.I. Bondar, V.E. Danilchenko, V.E. Iakovlev. Structural defects formation laws in the process of G18C2 alloy phase hardening.* The work represents the experimental results of disorientation accumulation and chaotic stacking faults accumulation in the austenite and martensite phases in the process of cyclic γ - ε - γ martensitic transformations in G18C2 alloy. Using X-ray method on mono- and polycrystalline samples it was shown that the accumulation of lattice disorientation of γ – and ε – phase of G18C2 alloy as a result of cyclic γ - ε - γ transformations performed less intense than in iron-nickel alloys with γ - α - γ type transformations. This difference can be explained by the higher reversibility of the direct γ - ε - and return ε - γ - transformations. Ψ lattice angle of reverted austenite even in the case of intensive γ - ε - γ cycling does not exceed $(9-10)^\circ$. Thus, as a result of cyclic γ - ε - γ transformations in Fe-Mn alloys can be formed only a low-angle fragments subboundaries of the original grain, and new reverted austenite grains with orientations that differ from the original grain orientation can't be formed.

Keywords: martensitic transformation, the phase hardening, dislocation, stacking fault, nanofragments, diffraction.

Одержано редакцією 18/07/2013

Прийнято до друку 01/07/2013