

**В.Й. Бондар, В.Ю. Данільченко, В.Є. Яковлев**

## **ВПЛИВ ЦИКЛІЧНИХ МАРТЕНСИТНИХ ПЕРЕТВОРЕНЬ НА СТАБІЛІЗАЦІЮ РЕВЕРТОВАНОГО АУСТЕНІТУ В СПЛАВАХ H32 ТА Г18С2**

*В роботі проведено дослідження повноти прямих  $\gamma$ - $\alpha$ - та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - мартенситних перетворень у сплавах H32 та Г18С2 відповідно залежно від кількості циклів  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - $\gamma$ - перетворень. Показано, що в сплавах H32 і Г18С2 за умов нагрівання сплавів в інтервалі зворотних  $\alpha$ - $\gamma$ - та  $\varepsilon$ - $\gamma$ - перетворень зі швидкістю (50-70) град/с кількість мартенситної фази сплавів майже не зменшувалася.*

**Ключові слова:** аустеніт, мартенсит, фазове нагартування, ступінь стабілізації, безвуглецевий сплав.

### **Вступ**

Метод фазового нагартування заснований на послідовній реалізації мартенситних  $\gamma$ - $\alpha$ - та  $\alpha$ - $\gamma$ - перетворень в залізонікелевих сплавах [1] та мартенситних  $\gamma$ - $\varepsilon$ - та  $\varepsilon$ - $\gamma$ - перетворень у залізомарганцевих сплавах [2,3]. Цей метод поряд із зміцнення пластичною деформацією і старінням використовували раніше виключно для зміцнення аустенітних сплавів. Проте додаткові дослідження механізму фазового нагартування внаслідок  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - $\gamma$ - мартенситних перетворень відкрили нові можливості впливу на комплекс фізичних властивостей фазонагартованих сплавів.

У роботах [4,5] показано, що зворотне  $\alpha$ - $\gamma$ - перетворення, реалізоване за дифузійним механізмом, можна ефективно використовувати для поліпшення магнітних властивостей.

В результаті циклічних мартенситних перетворень (ЦМП) у метастабільних сплавах генеруються лінійні і площинні дефекти кристалічної будови (дислокації, дефекти пакування, межі субзерен і нанозерен). В області таких дефектів дифузійна рухливість атомів заміщення і впровадження за низьких температур (нижче 0,5 температури плавлення) може підвищуватися на порядки. Таким чином, у метастабільних сплавах на основі заліза ідею підвищення інтенсифікації низькотемпературної дифузійної рухливості з метою керування дифузійними процесами, що формують корисні властивості, можна реалізувати за рахунок внутрішнього чинника МП без використання будь-яких високоенергетичних впливів. Можливість прискорення дифузії атомів заміщення і втілення на кілька порядків за рахунок  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - (ГЦК-ОЦК-ГЦК) та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - $\gamma$ - (ГЦК-ГЦУ-ГЦК) мартенситних перетворень було показано експериментально [6,7].

Для подальшого розвитку робіт [4-7] необхідно знайти можливість багаторазової реалізації циклічних  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - $\gamma$ - мартенситних перетворень, необхідних для досягнення високого ступеню фазового нагартування у метастабільних залізонікелевих і залізомарганцевих сплавах відповідно.

### **Постановка задачі**

В цій роботі проведено дослідження повноти прямих  $\gamma$ - $\alpha$ - та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - мартенситних перетворень у сплавах H32 та Г18С2 відповідно залежно від кількості циклів  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - та  $\gamma$ - $\varepsilon$ - $\gamma$ - перетворень.

З метою дослідження впливу ЦМП на дифузійні процеси у фазонагартованих сплавах об'єктом дослідження доцільно вибирати такі сплави, в яких значна об'ємна

частка бере участь у перетвореннях. За умови збереження високої повноти прямого МП (незначної стабілізації ревертованого аустеніту стосовно наступного прямого перетворення) за повторних циклів може досягатися висока густина дефектів кристалічної будови, а, отже, і високий ступінь фазового нагартування. Такі фазонагартвані сплави є зручними для дослідження впливу дефектів будови на дифузійні характеристики легівних елементів. У зв'язку з цим дослідили вплив кількості ЦМП на об'ємну частку мартенситних  $\alpha$ - і  $\epsilon$ -фаз відповідно у сплавах Н32(31,7 мас. % Ni; 0,06 мас. % С, решта - залізо) і Г18С2(17,5 мас. % Mn; 2 мас. % Si, решта - залізо).

### Матеріали і методика досліджень

Для вимірювання кількості мартенситу, визначення  $M_s$ ,  $A_s$  та  $A_f$ , а також для дослідження кінетики МП використовували магнітометричний метод. Вивчення фазових перетворень магнітним методом ґрунтоване на відмінності магнітних властивостей аустенітної та мартенситної фаз. Чутливість і точність магнітометричних досліджень значно підвищується за використання диференційного методу вимірювань в полі насичення. Досліджуваний і еталонний циліндричні зразки, строго однакові за діаметром та масою, закріплювали в утримувачі та поміщали в магнітне поле. Положення зразка в магнітному полі характеризувалося кутом між віссю досліджуваного зразка та напрямом магнітного поля: величина кута прямо пропорційна кількості феромагнітної фази зразка. Така залежність дозволяла визначити кут повороту зразка за відхиленням лазерного променя, який відбивався від дзеркала рухомої державки. Магнітометр зібрано на базі установки БУ-3. Похибка вимірювання феромагнітної фази не перевищувала 0,2-0,5%.

Магнітометричний метод для визначення об'ємної частини  $\epsilon$ -мартенситу із ГЩУ структурою в сплаві Г18С2 не може бути використаний, позаяк аустенітна і мартенситна фази цього сплаву є парамагнітними. У зв'язку з цим об'ємну частку  $\epsilon$ -мартенситу визначали рентгенівським методом по співвідношенню дифракційних рефлексів (111) $\gamma$  і (0001) $\epsilon$ .

Мікроструктуру сплавів вивчали на оптичному мікроскопі МИМ-7, обладнаному цифровою камерою із обробленням зображень з використанням стандартної редакційної програми.

### Експеримент та результати

Магнітометричні дослідження сплаву Н32 показали, що хід прямого  $\gamma$ - $\alpha$ -перетворення в процесі охолодження в рідкому азоті після першого  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ -циклу змінився мало – температура початку перетворення знизилася на 8°C, а кількість мартенситної фази зменшилася на 5%. При цьому кількість  $\alpha$ - фази вимірювали рентгенівським методом, оскільки аустеніт сплаву за кімнатної температури був феромагнітним. Після 50  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ -циклів кількість  $\alpha$ -мартенситу зменшилася на 8 % (рис. 1). Ці результати отримали за умов нагрівання сплаву в інтервалі зворотного  $\alpha$ - $\gamma$ -перетворення зі швидкістю (50-70) град/с. Зниження швидкості нагрівання нижче 40 град/с приводило до невеликого додаткового зменшення повноти прямого перетворення. Результати цієї роботи дещо відрізняються від результатів [8], де в аналогічному сплаві після 50  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ -циклів кількість  $\alpha$ -фази зменшилася лише на 5%. Це пов'язане із тим, що в нашій роботі використовували зразки, виготовлені для дослідження параметрів дифузії, більшої ваги (4 г), ніж зразки для магнітометричних вимірів в [8] (0,04 г), для яких швидкість охолодження була вищою, а через те стабілізація аустеніту меншою. Аналогічні закономірності зміни кількості мартенситної фази спостерігали на сплавах Н30 і Н28Т2Ю2. Слід зауважити, що залежність ступеня

стабілізації аустеніту у вуглецевих залізонікелевих сплавах була значнішою з-за розпаду вуглецевого  $\gamma$ -твердого розчину за нагрівання в інтервалі зворотного перетворення [9].

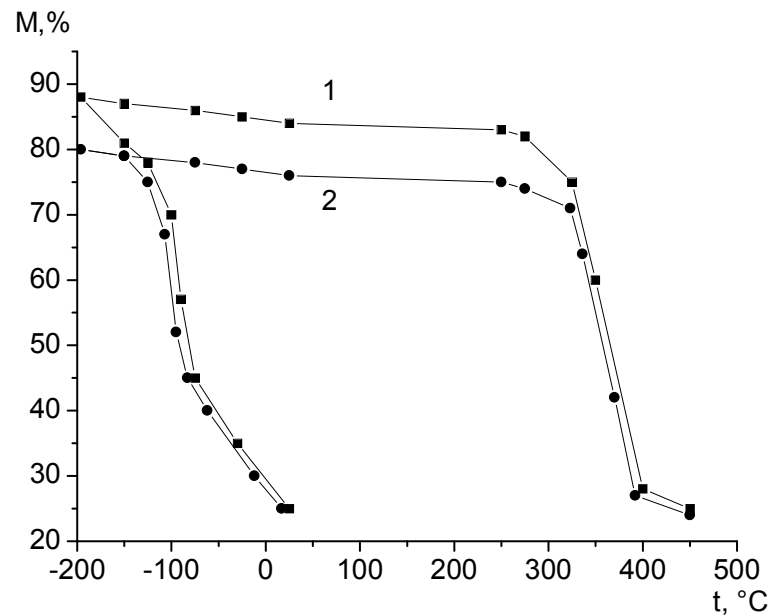


Рис. 1. Магнітометричні криві охолодження і нагрівання сплаву Н32 у вихідному стані (1) та після п'ятдесяти (2)  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ -переходів

Висока здатність безвуглецевих залізонікелевих сплавів до повторних циклів  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ -перетворень без суттєвого зменшення кількості  $\alpha$ -фази дає можливість дослідити вплив накопичених дефектів будови на властивості фазонагартованих сплавів, в тому числі на параметри дифузії.

Дослідження впливу кількості ЦМП на повноту  $\gamma$ - $\epsilon$ -перетворення у сплаві Г18С2 провели рентгенівським методом. Сплав Г18С2 мав температуру прямого  $\gamma$ - $\epsilon$ -перетворення вище кімнатної температури, внаслідок чого у вихідному стані він містив 53% мартенситної  $\epsilon$ -фази. Після зворотніх  $\epsilon$ - $\gamma$ -перетворень і наступних охолоджень в рідкому азоті кількість  $\epsilon$ -мартенситу зростала.

На металографічному знімку приведено мікроструктуру сплаву, фазонагартованого ста циклами  $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ -перетворень (рис. 2). Вона нагадувала відманштеттову структуру, характерну для сплаву з великою кількістю  $\epsilon$ -фази. Видно, що  $\epsilon$ -мартенсит займав практично все поле зображення. В літературі іноді вважають видимі у оптичному мікроскопі прямі лінії відманштеттової структури залізомарганцевих сплавів межами, що розділяють аустеніт і  $\epsilon$ -мартенсит [10].

В результаті підвищення ступеня фазового нагартування за збільшення кількості  $\gamma$ - $\epsilon$ - $\gamma$ -перетворень не спостерігали стабілізації ревертованого аустеніту, як це мало місце для низки інших залізомарганцевих сплавів [10, 11].

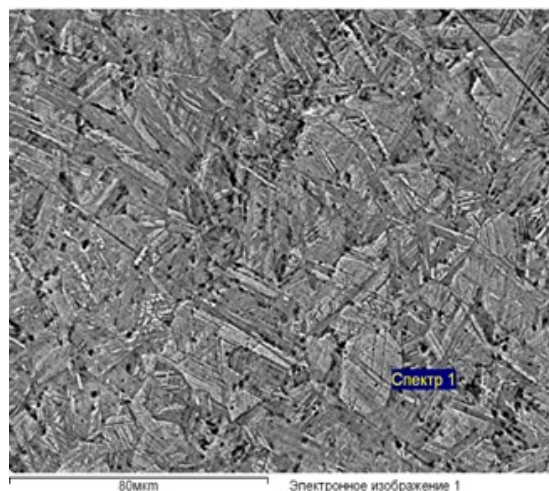


Рис. 2. Мікроструктура сплаву Г18С2 після ста  $\gamma \leftrightarrow \alpha$ –циклів.

Таким чином, здатність безвуглецевих залізонікелевих та залізомарганцевих сплавів до повторних ЦМП зі збереженням високої повноти прямих відповідно  $\gamma$ – $\alpha$ – і  $\gamma$ – $\varepsilon$ –перетворень дає можливість досягти високого ступеню фазового нагартування і внаслідок цього дослідити вплив накопичених дефектів будови на характеристики дифузійних процесів.

### Висновки

Ступінь стабілізації аустеніту залізонікелевих сплавів, фазонагартуваних  $\gamma$ – $\alpha$ – $\gamma$ –перетвореннями, по відношенню до наступного прямого  $\gamma$ – $\alpha$ –перетворення визначив і ступінь фазового нагартування ревертованих аустенітної і мартенситної фаз. В сплавах Н30, Н32 і Н28Т2Ю2 за умов нагрівання сплаву в інтервалі зворотного  $\alpha$ – $\gamma$ –перетворення зі швидкістю (50–70) град/с кількість мартенситної  $\alpha$ –фази зменшувалася лише на 8 %. Для сплаву Г18С2 після ста  $\gamma$ – $\varepsilon$ – $\gamma$ –циклів кількість мартенситної  $\varepsilon$ –фази склала 95 %. Зазначені закономірності зміни повноти прямих  $\gamma$ – $\alpha$ – і  $\gamma$ – $\varepsilon$ –перетворень у процесі багаторазового повторного термоцикування дозволили досягти високого ступеня фазового нагартування відповідно залізонікелевих і залізомарганцевих сплавів. Це в свою чергу дозволило вперше поставити задачу дослідження впливу накопичених дефектів кристалічної будови на дифузійні процеси у фазонагартуваних сплавах.

### Література

1. Малишев К. А. Фазовый наклеп аустенитных сплавов на железо-никелевой основе / К. А. Малишев, В. Д. Садовский – М. : Наука, 1982. – 260 с.
2. Богачев И. Н. Структура и свойства железомарганцевых сплавов / И. Н. Богачев, В. Ф. Еголаев. – М : Металлургия, 1973. – 295 с.
3. Лысак Л. И. Физические основы термической обработки стали / Л. И. Лысак, Б. И. Николин. – К. : Техника, 1975. – 304 с.
4. The structure and properties of Fe-Ni alloys with a nanocrystalline austenite formed under different conditions of gamma-alpha-gamma transformations / [V. V. Sagaradze, V. E. Danilchenko, Ph. L'Heritier, V. A. Shabashov] // Materials Science and Engineering. – 2002. – A337. – P. 146–159.

5. Iron alloys with new functional properties obtained during reverse martensitic transformation / [V. V. Sagaradze, V. E. Danilchenko, P. L'Heritier and I. V. Sagaradze] // Journal de Physique IV. – 2003. – Vol. 112. – P. 441–444.

6. Danilchenko V. E. The effect of multiple martensitic transformations on diffusion of Fe and Ni atoms in Fe-31.7%Ni-0.06%C alloy / V. E. Danilchenko, V. F. Mazanko, V. E. Iakovlev // Nanoscale Research Letters, 2014. – № 9. – P. 322.

7. Danilchenko V. Effect of Multiple Martensitic Transformations on Structure of Fe–Ni Alloys / V. Danilchenko, Ie. Dzevin, V. Sagaradze // Journal of Materials Science and Technology, 2013. – № 29. – P. 279–282.

8. Бондар В.І. Закономірності формування субмікрокристалічного стану залізонікелевих сплавів при циклічних мартенситних перетвореннях / В. І. Бондар // Металофізика та новітні технології. – 2004. – Т. 26. – № 8. – С. 1089–1102.

9. Бондарь В.И. Влияние термоциклирования на мартенситное превращение в железоникелевых сплавах. / В. И. Бондарь, В. В. Гиржон, В. Е. Данильченко // ФММ. – 1991. – № 1. – С. 159–164.

10. Печковский Е. П. Влияние структуры аустенита на развитие мартенситного превращения в сплавах на основе железа / Е.П. Печковский, В. И. Трефилов // УФЖ – 1971. – № 16. – С. 133–142.

11. Богачева Г. Н. О стабилизации аустенита по отношению к мартенситному превращению / Г. Н. Богачева, В.Д. Садовский // ДАН СССР. – 1952. – № 83. – С. 569–571.

**Аннотация.** *В.И. Бондарь, В.Е. Данильченко, В.Е. Яковлев. Влияние циклических мартенситных превращений на стабилизацию ревертированного аустенита в сплавах N32 и G18C2. В работе проведено исследование полноты прямых  $\gamma$ - $\alpha$ - и  $\gamma$ - $\epsilon$ - мартенситных превращений в сплавах N32 и G18C2 соответственно в зависимости от количества циклов  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - и  $\gamma$ - $\epsilon$ - $\gamma$ - превращений. Показано, что в сплавах N32 и G18C2 в условиях нагрева в интервале обратных  $\alpha$ - $\gamma$ - и  $\epsilon$ - $\gamma$ - превращений со скоростью (50-70) град/с количество мартенситной фазы сплавов уменьшалась незначительно.*

**Ключевые слова:** аустенит, мартенсит, фазовый наклеп, степень стабилизации, безуглеродный сплав.

**Summary.** *V.I. Bondar, V.E. Danilchenko, V.E. Iakovlev. Influence of cyclic martensitic transformations on stabilization of reverted austenite in N32 and G18C2 alloys. A completeness of the direct  $\gamma$ - $\alpha$ - and  $\gamma$ - $\epsilon$ - martensitic transformations in N32 and G18C2 alloys respectively was investigated in this paper depending on the number of the cycles of  $\gamma$ - $\alpha$ - $\gamma$ - and  $\gamma$ - $\epsilon$ - $\gamma$ - transformations. It was shown that in N30, N32 and N28T2U2 alloys in the conditions of alloys heating within the limits of  $\alpha$ - $\gamma$ - reverse transformation with the speed of (50-70) deg/sec the amount of martensitic  $\alpha$ -phase has decreased by only 8%. As for G18C2 alloy after a hundred of  $\gamma$ - $\epsilon$ - $\gamma$ - cycles the amount of martensitic  $\epsilon$ -phase was 95%. These laws of completeness changing under the conditions of the direct  $\gamma$ - $\alpha$ - and  $\gamma$ - $\epsilon$ - transformations allowed achieving a high degree of phase hardening in iron and ferromanganese alloys.*

*As a result of rising of the degree of phase hardening by increasing the number of  $\gamma$ - $\epsilon$ - $\gamma$ - transformations the stabilization of the reverted austenite was not observed, as it was in the case of a number of other iron alloys.*

*Thus, the ability of carbon-free iron and ferromanganese alloys for carrying of cyclic martensitic transformations with high completeness under the direct  $\gamma$ - $\alpha$ - and  $\gamma$ - $\epsilon$ - transformations makes it possible to achieve a high degree of phase hardening and therefore*

*to investigate the effect of defects accumulation on the characteristics of the diffusion processes in crystal structure.*

**Keywords:** austenite, martensite, phase hardening, the degree of stabilization, carbon-free alloy.

Одержано редакцією 02/10/2014

Прийнято до друку 05/11/2014

УДК 538.9

PACS 61.66.Dk, 82.30.Lp

**Я.Д. Король, Н.В. Сторожук**

## **КРИСТАЛІЧНІ ОСОБЛИВОСТІ НАПИЛЕНИХ ШАРІВ ВАЖКИХ МЕТАЛІВ**

*Досліджено тонкі шари важких металів (Pb, Sn, Bi), нанесені термовакuumним осадженням на підложки з монокристалічного кремнію з різними параметрами шорсткості поверхні. Методами рентгенівської дифрактометрії та фотометодом з коливанням монокристалу детально досліджено кристалоструктурні особливості свинцевих шарів в залежності від ряду параметрів. Показано, що при напиленні на поліровану поверхню кремнію свинцевий шар формує дуже гостру текстуру в напрямку  $\langle 111 \rangle$ , перпендикулярно до поверхні підложки – своєрідний «плоский монокристал». При цьому інтенсивність дифракційного піку (111) має аномально високу величину, співставиму з інтенсивністю монокристалічного кварцу. Напилення на шліфовану поверхню підложки приводить до формування плівки, близької до полікристалічного стану. Зроблено висновок про важливу роль топології поверхні у формуванні «плоского монокристалу» при напиленні свинцю у вакуумі.*

*Досліджено залежність «монокристалності» свинцевого осаду від його товщини. Отримано немонотонний характер зміни інтенсивності основної дифракційної лінії (111) осаду із збільшенням товщини, запропоновано пояснення такої залежності.*

**Ключові слова:** рентгеноструктурний аналіз, дифрактограма, термовакuumне напилення, тонка плівка, інтенсивність дифракційних максимумів, текстура.

### **Вступ**

В даний час тонкі шари металів і їх сполук широко використовуються в багатьох галузях промисловості – у виробництві оптичних приладів (просвітлюючі покриття і багатошарові інтерференційні системи), в мікроелектроніці (плівкові пасивні та активні