

**к.т.н., доц. Ершов В.М.  
(ДонГТУ, г. Алчевск, Украина)**

## **ИЗМЕНЕНИЯ В ДИНАМИКЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ АУСТЕНИТА ПЕРЕД МАРТЕНСИТНЫМ ПРЕВРАЩЕНИЕМ**

*Приведені результати рентгенівського дослідження спотворень кристалічних грат аустеніту Fe-Ni - сплавів перед початком мартенситного перетворення.*

*Показано, що кристалічні грати високотемпературної фази перед перетворенням втрачають свою стійкість.*

### **Проблема и ее связь научными и практическими задачами.**

Известно, что мартенситное превращение относится к фазовым переходам первого рода [1], при котором основные теплофизические свойства изменяются скачкообразно. Однако, как показали многочисленные исследования последних лет [2-5], процессу перестройки кристаллической решетки высокотемпературной фазы в мартенсит предшествует своеобразная подготовительная стадия, при которой атомы в своих колебаниях получают некоторое преимущественное направление, реализуемое при перестройке решетки.

Всякое изменение в нормальном спектре колебаний атомов кристаллической решетки порождает динамические искажения, которые могут ускорять или тормозить развитие бездиффузационного превращения.

В настоящей работе сделана попытка анализа изменений в динамике кристаллической решетки аустенита и мартенсита железоникелевых сплавов непосредственно перед превращением  $\gamma - \alpha$ .

### **Анализ исследований и публикаций.**

Авторы обзора, посвященного анализу механизма мартенситного превращения в металлах и сплавах [1], указали на крайнюю необходимость экспериментальных исследований динамики кристаллической решетки аустенитной фазы. И, как указывают эти авторы, в предстоящих исследованиях необходимо определить как величину динамических искажений решетки, так и протяженность температурного интервала подготовительной стадии предстоящего превращения.

В ряде работ, выполненных на железоникелевых сплавах методами ЯГР [2], протонного теневого эффекта [3] и электронной микроскопии [4], перед началом перестройки решетки было обнаружено существенное изменение в фоновом спектре колебаний атомов  $\gamma$ -фазы.

В своих ранних исследованиях [5-7], автор настоящей работы применил методику высокотемпературной рентгенографии для анализа состояния кристаллической решетки аустенита перед мартенситным превращением. При измерении интенсивности дифракционных линий высокотемпературной фазы в сплавах на основе железа и кобальте была обнаружена аномалия в температурной зависимости интенсивности ряда линий. Эта аномалия выражалась в значительном ослаблении дифракционных линий в предmartенситном интервале температур, когда низкотемпературной фазы в структуре еще не обнаруживалось. Все это однозначно свидетельствовало о возникновении в кристаллической решетке динамических искажений.

### **Постановка задачи.**

В настоящей работе, являющейся продолжением наших ранних исследований, стоит задача измерения динамических искажений кристаллической решетки ГЦК и ОЦК-фаз железоникелевых сплавов по результатам анализа интенсивности дифракционных линий этих фаз в широком температурном интервале.

### **Изложение материала и его результаты.**

Как и в предыдущих работах автора [5,6], для исследования использовался метод высокотемпературной рентгеновской дифрактометрии.

Измерение интенсивности рентгеновских дифракционных линий проводили по результатам съемки образцов на дифрактометре ДРОН-1.5 в железном фильтрованном излучении. Нагрев и охлаждение тонких пластин-образцов (20x10x1 мм) из модельных сплавов H25 (0.03%С и 24,8%Ni) и H29 (0.04%С и 29.2%Ni) выполняли в вакуумной приставке дифрактометра УВД-2000.

Для уменьшения тепловой инерции нагревающего устройства приставки, нами была изменена (облегчена) конструкция держателя образца, а термопара непосредственно контактировала с его поверхностью. Изменение конструкции держателя было вызвано необходимостью быстрого охлаждения образца, чтобы избежать возможного атомного упорядочения в ГЦК-фазе.

Регулировка температуры в приставке осуществлялась с помощью высокоточного тиристорного регулятора ВРТ-2, позволяющего поддерживать температуру образца с точностью  $\pm 0.5\text{K}$ .

Все образцы исследуемых сплавов первоначально были разделены на две части: одна часть из них подвергалась вакуумному отжигу при 1300К – 1 час, другая – после аналогичного отжига была дополнительно охлаждена в жидким азотом. Таким образом, структура образцов первой группы представляла собой однофазный аустенит (H29) или аустенит с мартенситом (H25). Структура образцов второй группы состояла только

из мартенсита (H25) или из мартенсита с небольшим количеством остаточного аустенита (H29).

Образцы с исходной структурой мартенсита нагревали в приставке дифрактометра до температуры 600К и после кратковременной выдержки (5 мин.) ступенчато охлаждали до комнатной температуры. При каждой остановке в охлаждении, производилась запись дифракционных линий (110) и (220)  $\alpha$  – фазы.

Отожженные образцы сплавов нагревали в приставке дифрактометра до температуры 1300К и после кратковременной выдержки ускоренно (200-250<sup>0</sup>С/мин) охлаждали до 625К, ниже которой производили ступенчатое охлаждение до комнатной температуры. При каждой температурной остановке производилась регистрация дифракционных линий (200) и (311) аустенита.

Для учета возможной ошибки в измерении интенсивности дифракционных линий, предварительно оценивали дрейф прибора и проверяли линейность шкалы интенсиметра. С учетом вышеперечисленных факторов, суммарная ошибка в измерении интенсивности линий, определяемой по площади фигур за вычетом фона, не превышала 1% при уровне значимости в 0.95.

По результатам измерения интенсивности линий аустенитной и мартенситной фаз и пользуясь известной методикой [8], рассчитывали изменение динамических искажений кристаллической решетки фаз  $\Delta\bar{u}^2$  по формуле:

$$\Delta\bar{u}^2 = (\bar{u}_{дин}^2)_{T_1} - (\bar{u}_{дин}^2)_{T_2} = \frac{\ln \frac{\alpha_1}{\alpha_2}}{\frac{4}{3} \frac{\pi^2}{a^2} [(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2) - (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)]}$$

где:  $(\bar{u}_{дин}^2)_{T_1, T_2}$  – динамические отклонения атомов от положения равновесия при двух температурах: Т1 и Т2;

$\alpha_1$  и  $\alpha_2$  – отношения интенсивностей дифракционных линий плоскостей (hkl) для первого и второго порядка отражения;

$a$  – параметр кристаллической решетки фазы.

На рисунке 1 приведена температурная зависимость интенсивности дифракционных линий аустенитной и мартенситной фаз сплавов H25 и H29 при охлаждении от температуры 600К (мартенсит) и 625К (аустенит). Здесь видно, что у мартенсита сплавов интенсивность линий при снижении температуры монотонно возрастает, а у аустенитной фа-

зы обнаруживается два различных участка. На начальном участке охлаждения отмечается возрастание интенсивности линий, как у мартенсита, но ниже некоторой температуры, интенсивность линий начинает уменьшаться, что свидетельствует об аномалии в поведении кристаллической решетки аустенита. Причем характерно, что данная аномалия распространяется на все линии двух порядков отражения рентгеновских лучей.

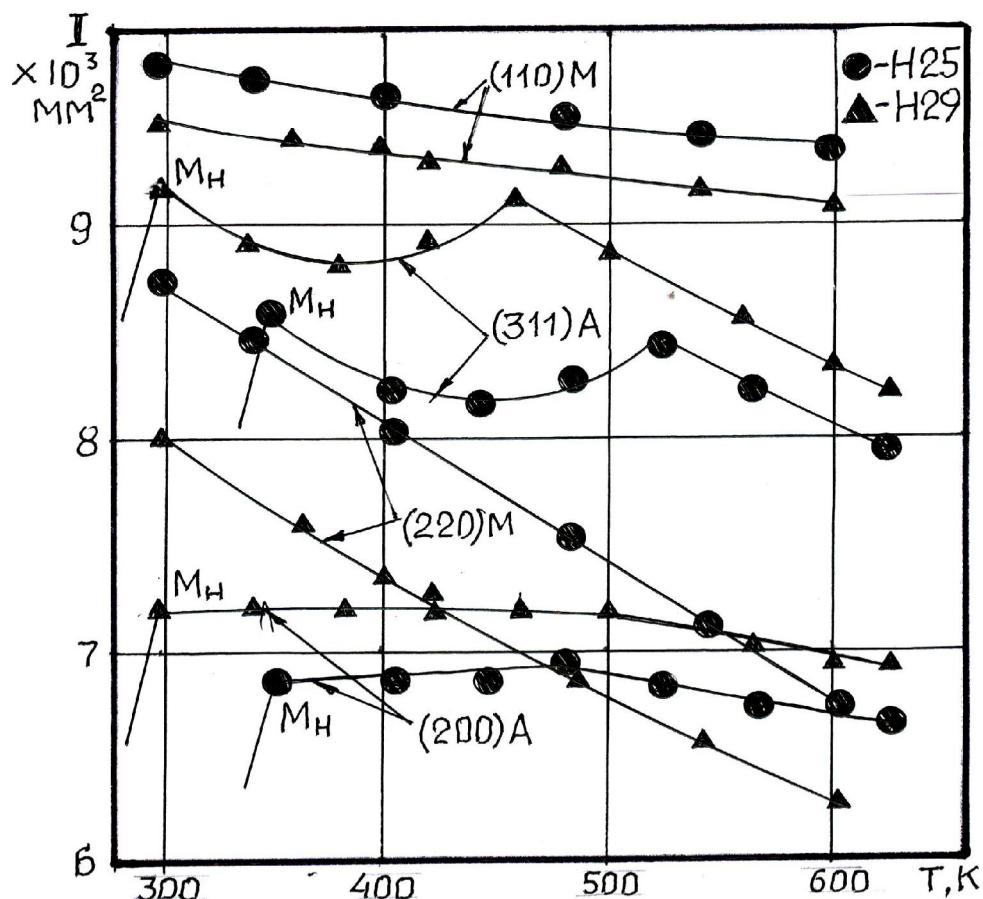


Рисунок 1. – Температурная зависимость интенсивности дифракционных линий аустенитной и мартенситной фаз сплавов H25 и H29 Mn – температура начала мартенситного превращения сплава.

По результатам измерения интенсивности дифракционных линий, рассчитали величину изменения динамических искажений кристаллической решетки аустенита и мартенсита, при этом расчет  $\Delta\bar{u}^2$  вели по отношению к исходной величине динамических искажений в фазах при 625К. Поэтому, по мере снижения температуры образца, величина  $\Delta\bar{u}^2$  должна снижаться, что и наблюдается у мартенситной фазы сплавов (рис.2). Иной характер температурной зависимости величины  $\Delta\bar{u}^2$  у аустенитной фазы: с началом охлаждения образца от 625К динамические

искажения решетки ГЦК-фазы плавно уменьшаются, но ниже некоторой температуры, эффект снижения  $\Delta\bar{U}^2$  приостанавливается и далее - возрастает. Температура начала аномального изменения динамических искажений хорошо согласуется со значениями  $T_0$  – температуры термодинамического равновесия аустенитной и мартенситной фаз.

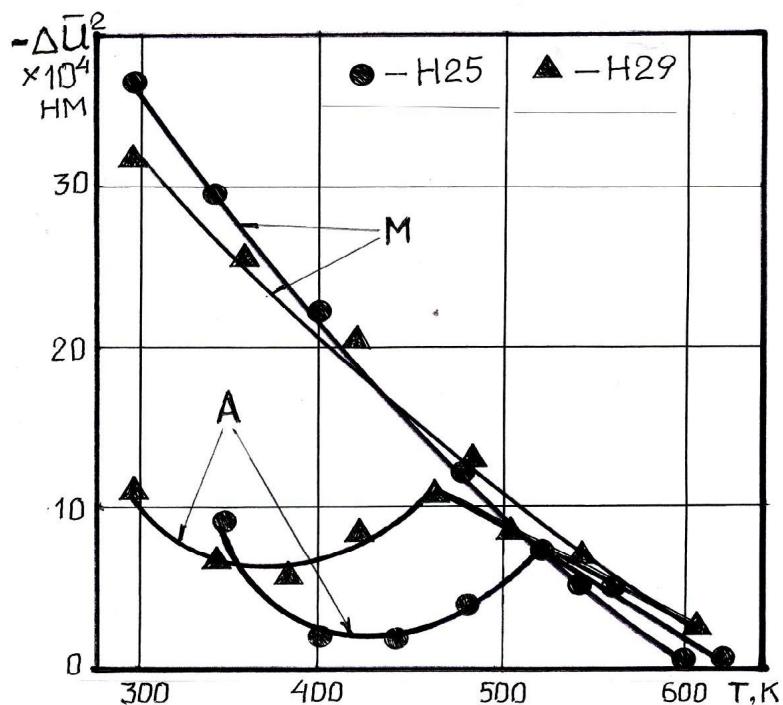


Рисунок 2. – Температурная зависимость изменения динамических искажений кристаллической решетки мартенситной (M) и аустенитной (A) фаз сплавов H25 и H29 при охлаждении от 600-625К.

Возрастание динамических искажений в решетке аустенита в предмартенситном интервале температур означает существенное ослабление в ней межатомной связи и, соответственно, потерю ее устойчивости. Своеобразное размягчение решетки перед превращением свидетельствует о наличии подготовительного периода, когда система готовится к предстоящей перестройке кристаллической решетки.

В то же время пока трудно объяснить некоторое уменьшение искажений кристаллической решетки аустенита на завершающем этапе предмартенситного интервала охлаждения, при непосредственном приближении к точке Mn. Возможно, на начальном этапе охлаждения (ниже  $T_0$ ) амплитуда колебаний всех атомов непрерывно нарастает, а затем, постепенно происходит своеобразное перераспределение мод фонового спектра. Низкочастотные колебания атомов локализуются в областях, непосредственно прилегающих к дефектам структуры, то есть к

местам предпочтительного образования новой, в данном случае, мартенситной фазы.

### **Выводы и направления дальнейших исследований.**

На основе результатов работы по измерению динамических искажений кристаллической решетки аустенитной и мартенситной фаз, можно утверждать, что началу мартенситного превращения аустенита всегда предшествует подготовительная стадия, когда атомы в своих колебаниях ориентируются в направлении предстоящей перестройки решетки. Протяженность этой стадии составляет  $120\text{--}150^{\circ}\text{C}$ .

Дальнейшие исследования предмартенситного состояния кристаллической решетки аустенита должны быть направлены на детальный анализ его фононного спектра.

*Приведены результаты рентгеновского исследования искажений кристаллической решетки аустенита Fe – Ni - сплавов перед началом мартенситного превращения.*

*Показано, что кристаллическая решетка высокотемпературной фазы перед превращением теряет свою устойчивость.*

*The results of x-ray photography research of distortions of crystalline grate of austenyt of Fe-Ni - alloys before the beginning of martensyt transformation are resulted.*

*It is shown that the crystalline grate of high temperature phase before transformation loses the stability.*

### **Библиографический список.**

1. Тяпкин Ю.Д., Лясоцкий И.В. Внутрифазовые превращения. Сб. Итоги науки и техники. Серия « Металловедение и термическая обработка», т, 15. – М.: Машиностроение. 1981, С. 47-110.
2. Юрчиков Е.Е., Меньшиков А.В. Исследование состояния аустенита перед мартенситным превращением методом эффекта Мессбауэра. Физика металлов и металловедение. 1971. т. 32. С. 168
3. Коробейников В.П., Богачов И.Н. Исследование предмартенситного состояния с использованием ориентационных эффектов при взаимодействии заряженных частиц с монокристаллами. Сб. Мартенситные превращения. - К.: Наукова думка. 1978. С. 54.
4. Пущин В.Г., Романова Р.Р., Буйнов Н.Н. Предмартенситная неустойчивость перед  $\gamma$  –  $\alpha$  превращением в железоникелевых сплавах. Там же. С. 47.
5. Ершов В.М. Некоторые особенности состояния аустенита перед мартенситным превращением. Физика металлов и металловедение, 1976. т. 41. С. 1312.

6. Ершов В.М. Рентгенографическое исследование состояния решетки аустенита сталей и сплавов вблизи температуры начала мартенситного превращения. Физика металлов и металловедение. 1978. т. 46. С. 331.
7. Ершов В.М. Рентгенографическое исследование состояния кобальта перед фазовым переходом ГЦК – ГПУ. Физика металлов и металловедение. 1977. т. 43. С. 188.
8. Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. – М. Физматгиз, 1961. С. 768.