

УДК 539.213.02

ПОДАВЛЕНИЕ РАВНОВЕСНОЙ γ -ФАЗЫ ПРИ КРУЧЕНИИ ПОД ВЫСОКИМ КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА $Fe_{50}Ni_{25}Co_{25}$

© 2022 г. Л. Ф. Мурадимова^{1, 2, *}, А. М. Глезер², И. В. Щетинин¹, А. А. Томчук²,
Д. Л. Дьяконов², Н. С. Перов³

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
“Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”, Москва, Россия

²Федеральное государственное унитарное предприятие

“Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии имени И.П. Бардина”, Москва, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова”, Москва, Россия

*E-mail: lyaysan42@gmail.com

Поступила в редакцию 30.06.2022 г.

После доработки 15.07.2022 г.

Принята к публикации 22.07.2022 г.

Изучены особенности изменения физико-механических и магнитных свойств сплава $Fe_{50}Co_{25}Ni_{25}$ после деформации кручением под высоким давлением в камере Бриджмена при различных значениях числа оборотов подвижной наковальни (от 0.5 до 4).

DOI: 10.31857/S0367676522110175

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее эффективных способов управления свойствами материалов является воздействие на них большими пластическими деформациями [1, 2]. В предыдущих работах [3, 4] нами были обнаружены эффекты влияния больших пластических деформаций на фазовые превращения и, как следствие, на механические и магнитные свойства металлических ферромагнитных материалов.

В данной работе эти исследования были продолжены, и было детально проанализировано влияние мегапластической деформации (МПД) путем кручения под высоким давлением (КВД) на эволюцию структуры и магнитных и механических свойств сплава $Fe_{50}Co_{25}Ni_{25}$, состоящего из трех стабильных при комнатной температуре $3d$ -ферромагнитных металлов. По своему химическому составу этот двухфазный сплав трехкомпонентной системы $Fe_{50}(Co_{50}Ni_{50-x})$ в равновесном состоянии находится на границе двух фаз (ОЦК-фаза при $Co > 25$ ат. %) и ГЦК-фаза при $Ni > 25$ ат. %), что привлекает к нему особый интерес в связи с воздействием МПД. “Пограничный” сплав $Fe_{50}Co_{25}Ni_{25}$ обладает ярко выраженными магнитными свойствами [5]. Ряд исследований [6–8] демонстрируют влияние изменения характера структуры на ее магнитные и механические

свойства, однако в них не обнаружено влияние возможных фазовых превращений, которые могут происходить под воздействием МПД. Поиску возможных фазовых превращений и их влиянию на структуру и свойства в “приграничном” двухфазном трехкомпонентном ферромагнитном сплаве $Fe_{50}Co_{25}Ni_{25}$ (смесь ОЦК- и ГЦК-фаз) под воздействием КВД посвящено данное исследование.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы сплава $Fe_{50}Co_{25}Ni_{25}$ были выплавлены в вакуумной печи в виде стержней диаметром 8 мм. Далее из них были изготовлены диски толщиной 0.4 мм, которые были отожжены в атмосфере аргона при температуре 900°C в течение 10 ч с последующим охлаждением до комнатной температуры со скоростью 100 град/ч.

Для анализа характера структурно-фазовых превращений в изученном сплаве при МПД была использована камера Бриджмена. Эксперименты проводились на дискообразных образцах высотой 300 мкм и радиусом 5 мм при квазигидростатическом давлении 6 ГПа и количестве полных оборотов подвижной наковальни $N = 1–4$ при комнатной температуре.

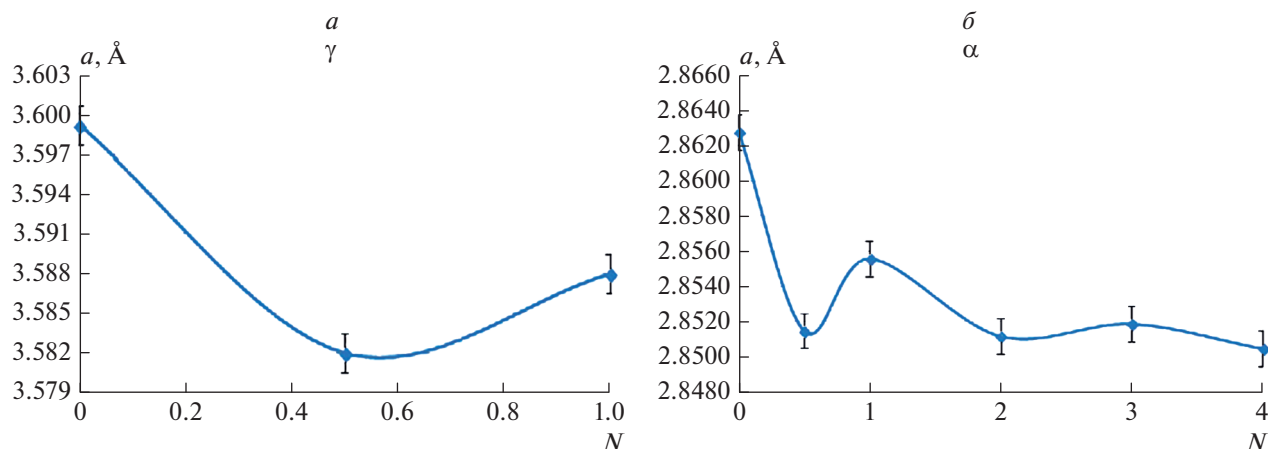


Рис. 1. Изменение параметра кристаллической решетки a в зависимости от N в сплаве $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{25}\text{Ni}_{25}$ для γ -фазы (а) и для α -фазы (б).

Истинные логарифмические деформации для КВД рассчитываются по формуле [9]:

$$e = \ln \left(1 + \left(\frac{\varphi r}{h} \right)^2 \right)^{0.5} + \ln \left(\frac{h_0}{h} \right), \quad (1)$$

где r – радиус дискообразного образца; h_0 и h – его высота до и после деформации соответственно; φ – угол поворота подвижной части наковальни. После КВД получали образцы без трещин с различными величинами больших пластических деформаций ($e = 4.83$ – 6.91).

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре ДРОН-4 с использованием излучения $\text{CoK}\alpha$ ($\lambda = 1.79021 \text{ \AA}$) и графитового монохроматора. Дифрактограммы получали по методу Брэгга–Брентано в интервале углов $2\Theta - 120^\circ$, с шагом 0.1° и экспозицией 3 с. Анализ дифрактограмм проводили с использованием модифицированного метода Ритвельда, реализованного в программе Phan\% . В качестве структурных параметров определяли кристаллоструктурный тип и параметры кристаллических решеток формирующихся фаз, а также значения параметра и средней величины упругих искажений кристаллической решетки после различных величин деформации в условиях МПД.

Изучение структуры исходных и деформированных образцов было выполнено на просвечивающем электронном микроскопе JEM-1400 при ускоряющем напряжении 120 кВ. Образцы после деформации в камере Бриджмена дополнительно механически утончали до 30–40 мкм и затем проводили электрополировку.

Измерение удельной намагниченности насыщения M_s осуществляли при комнатной температуре, в экспериментах использовали вибрационный магнетометр VSM-250. Напряженность постоянного магнитного поля изменялась в пределах 80–

640 кА/м с минимальным шагом 0.8 А/м. Калибровка прибора была проведена по эталонному образцу чистого никеля. Измерения микротвердости HV выполняли на микротвердометре LECO M 400А при нагрузке 50 г и времени нагружения 5 с.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 1 представлены зависимости изменения параметра решетки a для γ -фазы (ГЦК) (а) и α -фазы (ОЦК) (б) при увеличении деформации (числа полных оборотов N). Как мы видим, уже в начале деформации значения a для обеих фаз резко уменьшаются. По мере дальнейшего увеличения N параметры решетки заметно снижаются (особенно в случае α -фазы). Такой же эффект наблюдался ранее [9, 10].

При дальнейшей деформации происходят фазовые превращения в материале, соотношения фаз меняются. В недеформированном состоянии доля γ -фазы составляет 35%, как видно на рис. 2. При увеличении N наблюдается исчезновение

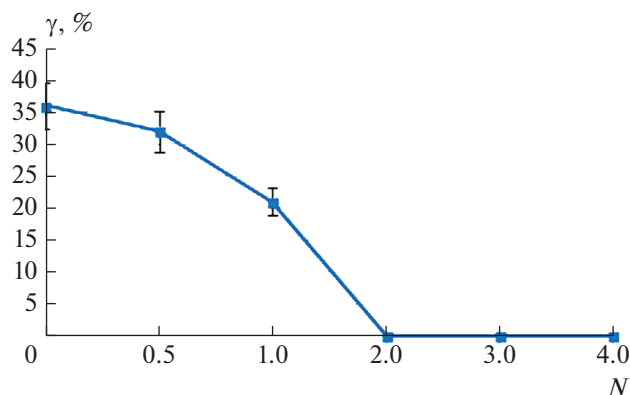


Рис. 2. Изменение содержания γ -фазы.

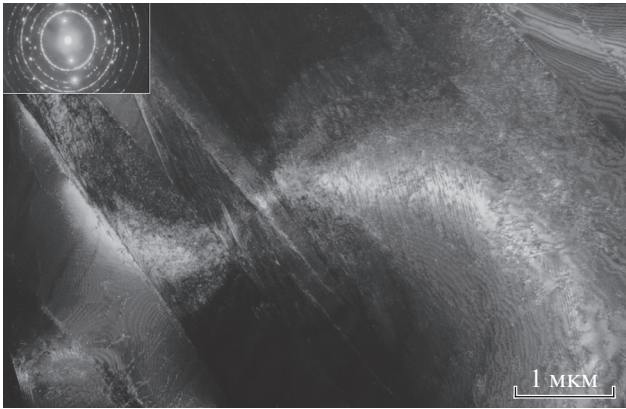


Рис. 3. Дифракционная картина и темнопольный снимок γ -фазы при $N = 0$.

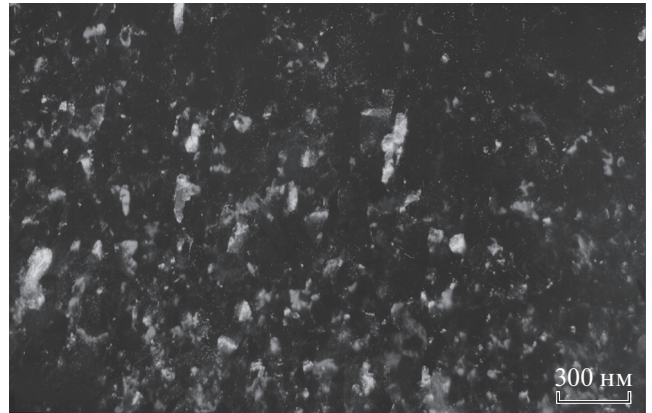


Рис. 4. Темнопольное изображение γ -фазы при $N = 0.5$.

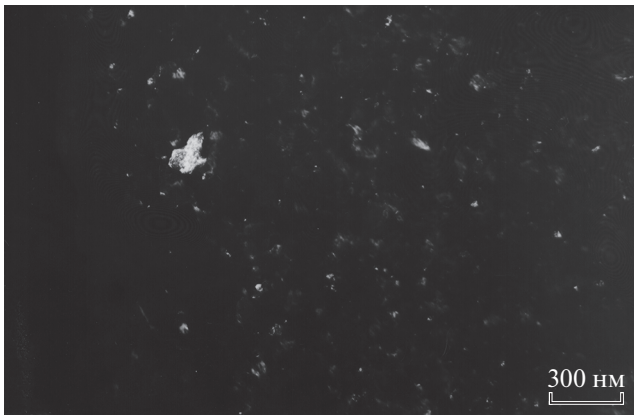


Рис. 5. Темнопольное изображение γ -фазы при $N = 1$.

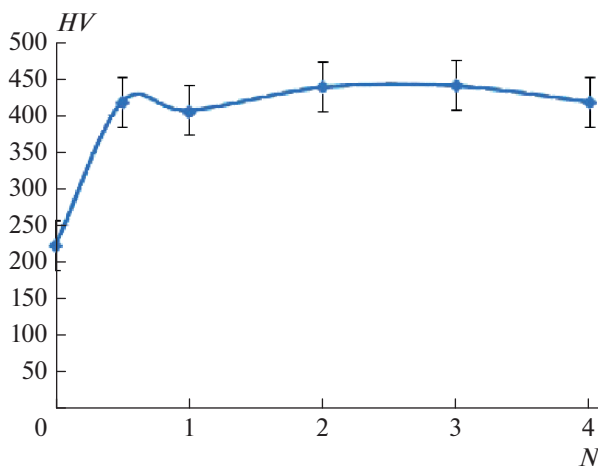


Рис. 6. Изменение твердости HV при увеличении деформации.

γ фазы и при двух оборотах ее не удается обнаружить с помощью рентгеноструктурного анализа.

Исчезновение γ -фазы так же можно наблюдать на снимках, полученных с просвечивающего электронного микроскопа. Начальное недеформированное состояние для γ -фазы показано на рис. 3. Видно, что с ростом N содержание γ -фазы уменьшается. На рис. 4 к γ -фазе относятся только наиболее яркие и большие зерна, в поле зрения их несколько. На рис. 5 зерно одно. Данные ПЭМ подтверждают результаты, полученные рентгенографией.

Об изменениях механических свойств материала, можно судить по характеру изменения твердости HV (рис. 6). Как видно из рис. 6, твердость резко повышается при значении $N = 0.5$ (половине) оборота. При дальнейшем увеличении N твердость изменяется незначительно. Такая же зависимость наблюдается для коэрцитивной силы H_c (рис. 7).

На рис. 8 показано изменение намагниченности насыщения при увеличении N . По виду зависимости от $N = 0$ до $N = 1$ можно сделать вывод, что значения намагниченности коррелируют с фазовым составом сплава. При наибольшем содержании γ -фазы намагниченность насыщения наименьшая, но затем, пропорционально уменьшению содержания γ -фазы, возрастает.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При изучении влияния КВД на сплав $Fe_{50}Co_{25}Ni_{25}$ были показаны процессы фазовых превращений $\gamma-\alpha$, а также влияние деформации на механические и магнитные свойства.

В недеформированном состоянии в сплаве присутствует две фазы с разным типом решетки (γ -ГЦК, α -ОЦК). При увеличении длительности деформации кручением доля γ -фазы постепенно

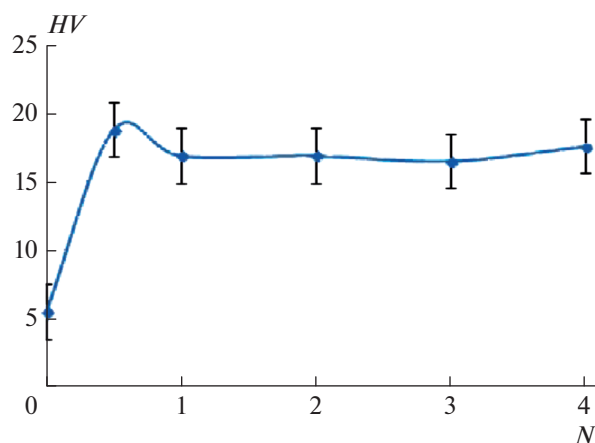


Рис. 7. Изменение коэрцитивной силы при увеличении степени деформации.

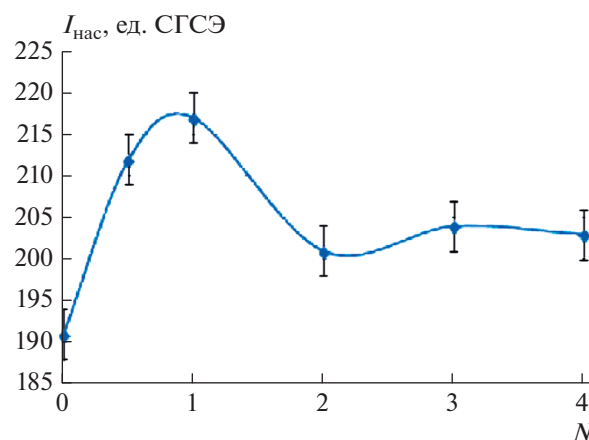


Рис. 8. Изменение намагниченности насыщения при увеличении степени деформации.

уменьшается и затем исчезает полностью. Это было показано с помощью ПЭМ и так же подтверждено рентгеноструктурным анализом. Доля γ -фазы меняется от 35% в недеформированном состоянии до нуля. Полное исчезновение происходит при двух оборотах. На темнопольных снимках, полученных с помощью ПЭМ, видно постепенное уменьшение доли γ -фазы, проявляющееся в уменьшении количества зерен, попадающих в данном рефлексе в кадр.

Структурные и фазовые изменения влияют на механические и магнитные свойства сплава. Так твердость повышается практически в два раза уже с $N = 0.5$. Это происходит в результате повышения в материале внутренних напряжений. Подробнее это было описано нами в работе [10]. Так же уровень внутренних напряжений влияет на коэрцитивную силу. Ее зависимость, представленная на рис. 7, имеет такой же вид, как и зависимость твердости.

Дополнительно при изучении влияния КВД, было показано изменение значения намагниченности насыщения. При деформации в сплаве $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{25}\text{Ni}_{25}$ намагниченность насыщения увеличивалась, и в процессе деформации ее значение так же изменялось. Это может быть связано с изменением фазового состава сплава в процессе кручения. Так же свой вклад может вносить изменение параметра решетки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методами рентгеноструктурного анализа и ПЭМ, а также путем измерения микротвердости и коэрцитивной силы, исследованы особенности формирования структуры и свойства сплава $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{25}\text{Ni}_{25}$ после мегапластической деформации при комнатной температуре в камере Бриджмена для различных значений числа оборотов по-

движной наковальни (от 0.5 до 4). Показано изменение фазового состава сплава и γ - α превращения под действием деформации кручения. Обнаружено, что при продолжительной деформации γ -фаза полностью исчезает при 2 оборотах наковальни.

Продемонстрировано увеличение твердости и коэрцитивной силы, связанное с изменением внутренних напряжений в материале. После деформации при КВД оба показателя увеличились примерно в два раза. Также установлено влияние деформации на намагниченность насыщения. В результате изменения фазового состава и параметра решетки в процессе деформации кручением, намагниченность насыщения значительно увеличивается.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // *Progr. Mater. Sci.* 2008. V. 53. No. 6. P. 893.
2. Gleiter H. // *Acta Mater.* 2000. V. 48. P. 1.
3. Glezer A.M., Luzgin D.V., Muradimova L.F. et al. // *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Engin.* 2020. V. 709. No. 4. Art. No. 044091.
4. Glezer A.M., Louzguine-Luzgin D.V., Muradimova L.F. et al. // *Intermetallics.* 2019. V. 115. Art. No. 106615.
5. Rao Z., Pongea D., Körmanna F. // *Intermetallics.* 2019. V. 111. Art. No. 106520.
6. Chokprasombat R., Pinitsoontorn S., Maensiri S. // *J. Magn. Magn. Mater.* 2016. V. 405. P. 174.
7. Muratov D.G., Kozhitov L.V., Korovushkin V.V. // *Russ. Phys. J.* 2019. V. 61. No. 10. P. 1788.
8. Sharma G., Grimes C.A. // *J. Mater. Res.* 2004. V. 19. No. 12. P. 3695.
9. Томчук А.А., Мурадимова Л.Ф., Железный М.В. и др. // *Деформ. и разруш. матер.* 2020. № 12. С. 12.
10. Мурадимова Л.Ф., Глезер А.М., Ширишиков С.О. и др. // *Вектор науки Тольят. гос. ун-та.* 2021. № 1. С. 16.

Suppression of the equilibrium γ -phase by torsion under high quasi-hydrostatic pressure in the Bridgeman chamber of the ferromagnetic $\text{Fe}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Co}_{25}$ alloy

L. F. Muradimova^{a, b, *}, A. M. Glezer^{a, b}, I. V. Shchetinina^a, A. A. Tomchuk^b,
D. L. D'yakonov^b, N. S. Perov^c

^aNational University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russia

^bBardin Central Science Institute for Ferrous Metallurgy, Moscow, Russia

^cLomonosov Moscow State University, Moscow, Russia

*e-mail: lyaysan42@gmail.com

The features of changes in the physico-mechanical and magnetic properties of the $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{25}\text{Ni}_{25}$ alloy after deformation by torsion under high pressure in the Bridgeman chamber at different values of the number of revolutions of the movable anvil (from 0.5 to 4) are discussed.