

УДК 669.24:539.25

Посвящается д. т. н., профессору В.А. Скуднову

ИССЛЕДОВАНИЕ НЕПРЕРЫВНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В АУСТЕНИТНОМ СПЛАВЕ 44НХТЮ ПОСЛЕ ОТЖИГА

© 2020 г. Н. В. Редькина*

Нижегородский государственный технический университет
им. Р.Е. Алексеева, Нижний Новгород, 603950 Россия

*e-mail: rednatvik@gmail.com

Поступила в редакцию 07.04.2019 г.

После доработки 20.05.2019 г.

Принята к публикации 25.05.2019 г.

Представлен процесс непрерывного превращения в сплаве 44НХТЮ, в котором сосуществуют две фазы кубической сингонии: фаза выделения γ' и матрица γ . С помощью дифракции рентгеновских лучей методом Дебая–Шеррера определены постоянные решёток этих фаз.

Ключевые слова: непрерывное превращение, сплав 44НХТЮ, дифракция рентгеновских лучей, рентгеноструктурный анализ, кубическая сингония, параметр решетки.

DOI: 10.31857/S1028096020050131

ВВЕДЕНИЕ

В сплаве аустенитного класса 44НХТЮ непрерывно протекают процессы превращения—распада и выделения фаз. Их учитывают и используют при изготовлении упругих элементов, характеризующихся низкими температурными коэффициентами частоты. Одним из факторов, оказывающих влияние на механические свойства данного сплава, является непрерывный распад. Он охватывает весь объем зерна. При распаде плавно изменяется состав твердого раствора, что обеспечивает наилучший эффект дисперсионного твердения [1]. Оптимальное сочетание прочностных и термоупругих свойств элинваров достигается путем усиления непрерывного выделения “полезных” фаз и ограничения доли прерывистого распада [2].

Химические элементы, которые растворяются в железе, по-разному влияют на температурный интервал существования его аллотропных модификаций. Свыше определенного содержания никеля γ -состояние матрицы стабильно от комнатной температуры до температуры плавления, что характерно для аустенитного сплава 44НХТЮ, который сохраняет аустенитную структуру при нагреве и охлаждении. Таким образом, при термической обработке данного сплава будет сохраняться γ -модификация твердого раствора. Изменяются только положение и тип атомов в элементарной ячейке, содержание γ - и γ' -фаз в сплаве,

что приводит к соответствующим изменениям рентгеновских дифрактограмм.

При регулировании температурных режимов в процессе первичной термической обработки изменяется размер зерна, твердость остается на низком уровне, интерметаллидная фаза полностью в матрице не растворяется. Необходимая прочность, которая достигается путем регулирования режимов вторичной обработки, связана с перераспределением интерметаллидной фазы в процессе непрерывного превращения [3]. Интерметаллиды, которые образует никель с $3d$ -элементами, находящимися в начале IV периода таблицы химических элементов, создаются в результате повышенной энергии связи между атомами никеля и легирующими элементами [4]. Перераспределение интерметаллидной фазы в сплаве происходит по двум механизмам: прерывистому и непрерывному. При старении обычно стараются избежать прерывистого распада, но иногда прерывистый распад для сплавов типа 36НХТЮ, 44НХТЮ полезен. Если при прерывистом распаде выделяется фаза, когерентная матрице, — γ'' -фаза (типа Ni_3Al) в сплаве 36НХТЮ, то после старения получается дисперсная структура, и механические свойства повышаются [5].

На рентгеновской дифрактограмме непрерывное превращение проявляется в чередовании соответствующих пиков двух фаз — матрицы и интерметаллидной фазы. Каждой фазе на ди-

Таблица 1. Химический состав сплава 44НХТЮ (%) [12]

Fe	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Ti	Al
48.3	До 0.05	0.3–0.6	0.3–0.6	43.5–45.5	До 0.02	До 0.02	5–5.6	2.2–2.7	0.4–0.8

фрактограмме может соответствовать до шести рефлексов. Прерывистый распад характеризуется наличием сателлитов. Согласно данным [6], γ -фаза имеет следующий химический состав: 76.0% Ni, 4.0% Fe, 15.4% Ti, 4.6% Al, а растворимость титана и алюминия составляет 2.0 и 0.5% соответственно. Известно, что химический состав твердого раствора и количество выделенной из него γ -фазы являются основными факторами, определяющими значение температурного коэффициента частоты, который характеризует работу упругого элемента [7]. Необходимо регулировать процесс непрерывного превращения при термической обработке, так как интенсивная коагуляция частиц γ -фазы приводит к образованию η -фазы, которая ведет к разупрочнению сплава [8]. Следствием является сдвиг пиков на дифрактограмме. Поэтому целью работы было более подробное изучение процесса непрерывного превращения в сплаве 44НХТЮ с помощью рентгеноструктурного анализа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Объектом исследования служил образец из сплава 44НХТЮ, химический состав которого

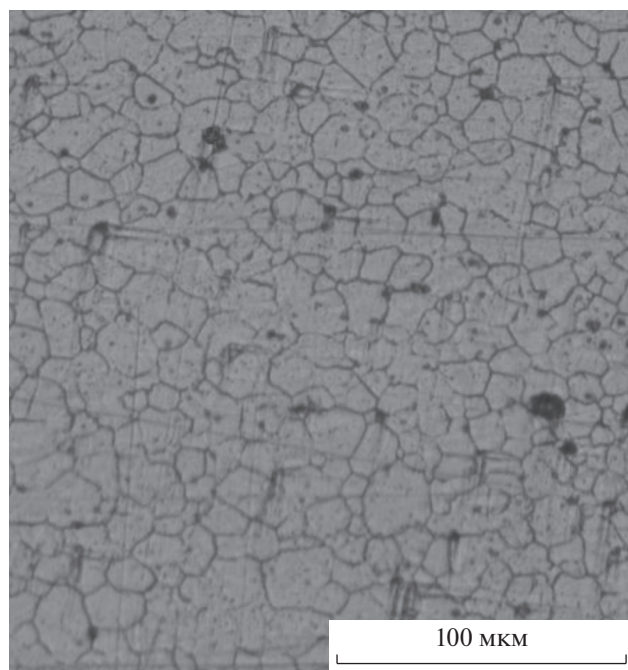


Рис. 1. Микроструктура и излом образца из сплава 44НХТЮ в исходном состоянии, $\times 1000$.

приведен в табл. 1. Микроструктура аустенитного сплава 44НХТЮ в исходном состоянии представлена на рис. 1. Изображение получено с помощью цифрового оптического микроскопа высокого разрешения Keyence VHX-1000. Известно, что в отличие от чистых ГЦК-металлов аустенитные сплавы характеризуются более низкой энергией дефекта упаковки (~ 20 мДж/м²) и высоким модулем упругости G (~ 80 ГПа). Таким образом, механизмы взаимодействия дислокации и дефекта, найденные для чистых ГЦК-металлов, не могут быть экстраполированы на аустенитные сплавы, для которых необходимо учитывать низкую энергию дефекта упаковки [13]. Экспериментальные исследования показали, что модуль упругости аустенитного сплава 44НХТЮ не превышает 70 ГПа.

Рентгеноструктурный анализ проводили с использованием продольного, специально подготовленного шлифа на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2 в день обработки образца ($T = 1050^\circ\text{C}$) во избежание естественного старения сплава. Режимы съемки: $U = 24$ кВ, $I = 8$ мА, размер щели $1 \times 10 \times 2$ мм, FeK_α -излучение. Рентгеновские исследования проводили на образцах, вырезанных из прутков диаметром 15 мм и высотой 10 мм, представляющих собой в сечении 1/4 окружности. Ошибка измерений составляет 5%, приборная погрешность 1.5%. Таким образом, общая ошибка составляет 6.5%.

В соответствии с полученной дифрактограммой на рис. 2, 3 построены штрих-диаграммы, которые более наглядно отражают состав и структуру сплава. Из рис. 2, 3 видно, что штрих-диаграммы γ - и γ' -фаз сплава 44НХТЮ полностью соответствуют стандартной дифрактограмме ве-

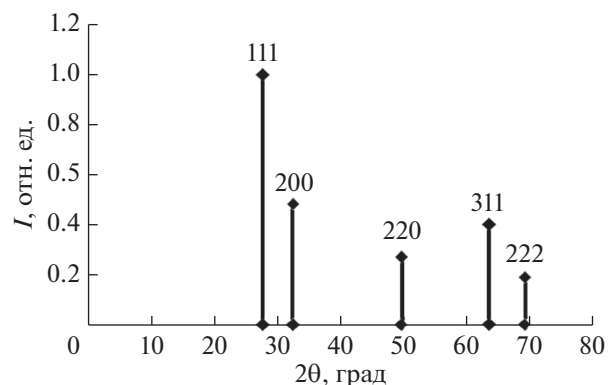


Рис. 2. Штрих-диаграмма γ -фазы (FeNi) (матрицы) сплава 44НХТЮ.

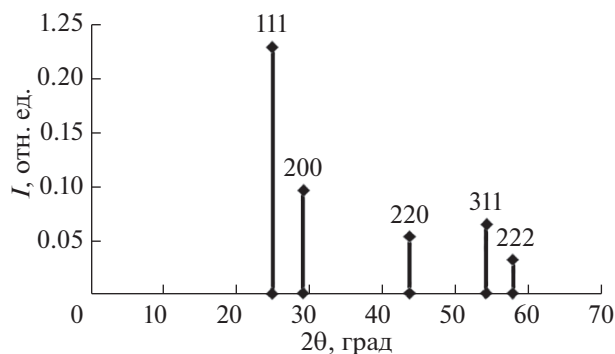


Рис. 3. Штрих-диаграмма γ -фазы ($\text{Ni}_3(\text{Fe}, \text{Ti}, \text{Al})$) сплава 44НХТЮ.

щества с ГЦК-решеткой. Учитывая химический состав сплава 44НХТЮ и данные из справочника и литературных данных, а также используя метод Дебая–Шеррера, определяли постоянные кубических решеток поликристаллов в данном сплаве [9].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Изменение концентрации химических элементов в твердом растворе происходит в процессе дисперсионного твердения, т.е. выделения из твердого раствора мелкодисперсных частиц интерметаллидных фаз. В этом смысле наибольшее значение для формирования термоупругих свойств имеет интерметаллидная фаза γ' ($\text{Ni}_3(\text{Fe}, \text{Ti}, \text{Al})$). Выделяясь из твердого раствора в процессе дисперсионного твердения по непрерывному во всем объеме сплава и прерывистому (по границам зерен и дефектам структуры) механизмам, γ' -фаза обуславливает распад твердого раствора, изменяя содержание в нем никеля, титана и других компонентов и тем самым воздействует на температурный коэффициент частоты. Схема непрерывного превращения в сплаве 44НХТЮ представлена на рис. 4. Как видно из рисунка, в процессе непрерывного превращения сосуществуют две фазы: фаза выделения γ' и матрица γ , состав которой непрерывно меняется.

В процессе прерывистого превращения сосуществуют три фазы: исходный пересыщенный

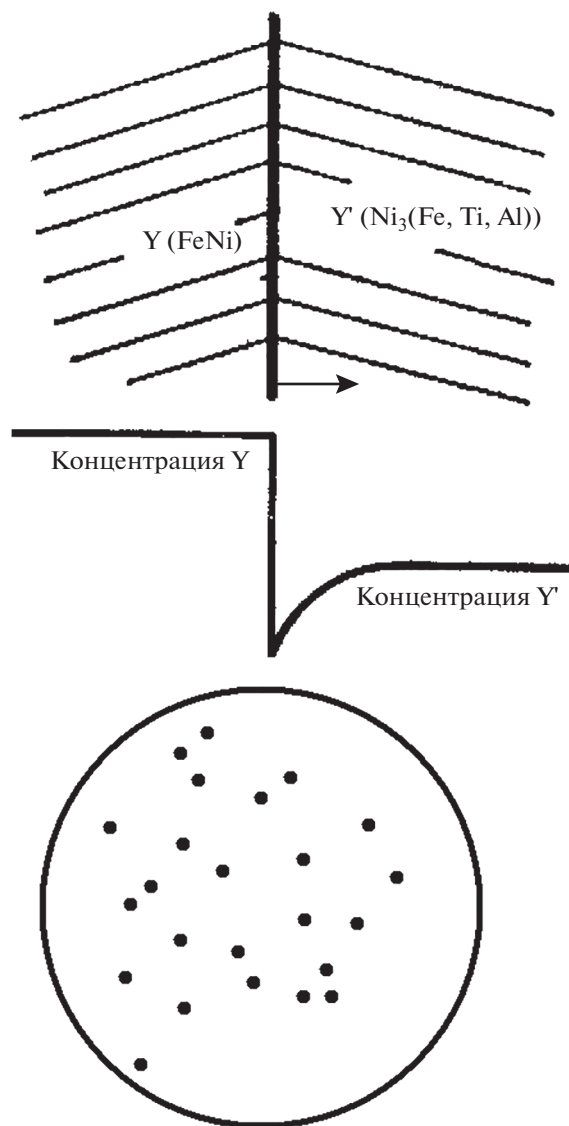


Рис. 4. Распределение концентрации на межфазной границе и процесс роста частицы при непрерывном выделении в сплаве 44НХТЮ.

твердый раствор, обедненный равновесный твердый раствор и фаза выделения [14]. Прерывистый распад бывает только локализованным и начинается чаще всего от границ зерен. На начальных

Таблица 2. Определение методом Дебая–Шеррера постоянной решетки кубической γ -фазы сплава 44НХТЮ

№	I , отн. ед.	θ , град	$\sin\theta$	d_{hkl} , Å	$\sin^2\theta$	$\sin^2\theta_i/\sin^2\theta_1$	hkl	a , Å
1	1.00	27.65	0.464	0.208	0.215	1.00	111	3.6117
2	0.48	32.40	0.536	0.180	0.287	1.33	200	3.6145
3	0.27	49.60	0.762	0.127	0.580	2.70	220	3.5975
4	0.40	63.35	0.894	0.108	0.799	3.70	311	3.5973
5	0.19	69.00	0.934	0.104	0.872	4.00	222	3.5885

Таблица 3. Определение методом Дебая–Шеррера постоянной решетки кубической γ' -фазы сплава 44НХТЮ

№	I , отн. ед.	θ , град	$\sin\theta$	d_{hkl} , Å	$\sin^2\theta$	$\sin^2\theta_i/\sin^2\theta_1$	hkl	a , Å
1	0.230	24.85	0.42	0.230	0.180	1.00	111	3.9900
2	0.097	29.10	0.49	0.199	0.236	1.33	200	3.9863
3	0.054	43.60	0.69	0.140	0.476	2.70	220	3.9730
4	0.065	54.15	0.81	0.120	0.656	3.70	311	3.9704
5	0.032	57.80	0.85	0.110	0.716	4.00	222	3.9617

стадиях прерывистый распад выявляется в виде утолщенных границ зерен исходной фазы [15].

Согласно методу Дебая–Шеррера в табл. 2, 3 представлены расчеты дифрактограммы образца из сплава 44НХТЮ до упрочнения. По результатам расчетов период решетки матрицы γ' -фазы с ГЦК-решеткой $a_{\text{ср}} = 3.6 \text{ \AA}$ ($\Delta a = 0.005$), период решетки интерметаллидной γ' -фазы с ГЦК-решеткой ($\text{Ni}_3(\text{Fe}, \text{Ti}, \text{Al})$) $a_{\text{ср}} = 3.97 \text{ \AA}$ ($\Delta a = 0.005$). Из таблиц видно, что фазовый состав сплава 44НХТЮ представляет собой две фазы – γ (FeNi) и γ' ($\text{Ni}_3(\text{Fe}, \text{Ti}, \text{Al})$) с близкими параметрами решеток. Равновесным состоянием этого сплава при комнатной температуре является смесь фаз с кубическими гранецентрированными решетками.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рентгеноструктурный анализ показал, что в процессе непрерывного превращения в сплаве действительно сосуществуют две фазы с ГЦК-решетками: фаза выделения γ' ($\text{Ni}_3(\text{Fe}, \text{Ti}, \text{Al})$) и матрица γ (FeNi).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бараз В.Р., Стрижак В. // Национальная металлургия. 2003. № 4. С. 95.
2. Бараз В.Р., Стрижак В. // Национальная металлургия. 2003. № 5. С. 105.
3. Редькина Н.В. // Тр. Нижегородского гос. тех. ун-та. 2013. № 5. С. 358.
4. Панин В.Е., Демиденко В.С. // Изв. вузов. Физика 1982. № 12. С. 5.
5. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. Москва: Металлургия, 1978. 392 с.
6. Смирнова А.В. // Металловедение и термическая обработка металлов. 1963. № 11. С. 4.
7. Сайто Х. // Физика и область применения инварных сплавов. 1978. С. 550.
8. Кучма С.М. // Вестн. Приамурского гос. ун-та. 2016. № 1(22). С. 42.
9. Горелик С.С. Скаков С.С., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Москва: МИСИС, 1994. 328 с.
10. Русаков А.А. Рентгенография металлов. М.: Атомиздат, 1977. 480 с.
11. https://kpfu.ru/docs/F2143828790/_542..Opredelenie.postoyannoj.reshetki.kubicheskoy.singonii.metodom.Debaya_Scherrera_poroshka_.pdf.
12. ГОСТ 10994-74. Сплавы прецизионные. Марки.
13. Бакаев А.В., Григорьев П.Ю., Журкин Е.Е., Терентьев Д.А. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2014. № 3. С. 24.
14. Жданов Г.С., Хунджуа А.Г. Лекции по физике твердого тела. Принципы строения, реальная структура, фазовые превращения. Москва: Изд-во МГУ, 1988. 232 с.
15. Новиков И.И. Дефекты кристаллического строения металлов. Москва: Металлургия, 1975. 208 с.

Study of Continuous Transformation in Austenitic 44NHTYu Alloy after Annealing

N. V. Redkina*

Nizhny Novgorod State Technical University named after Alekseev, Nizhny Novgorod, 603950 Russia

*e-mail: rednatvik@gmail.com

The process of continuous transformation in 44NHTYu alloy is presented, in which two phases of the cubic syngony coexist: the release phase γ' and the matrix γ . Using X-ray diffraction and the Debye–Scherrer method, the lattice constants of these phases have been determined.

Keywords: continuous transformation, 44NHTYu alloy, X-ray diffraction, X-ray analysis, cubic syngony, lattice parameter.