

П. Л. ГРУЗИН, Ю. Л. РОДИОНОВ, Ю. Д. ЖАРОВ, В. С. МКРТЧЯН,
А. Ф. ЕДНЕРАЛ, М. Д. ПЕРКАС

ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЕ АТОМОВ ЛЕГИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ ПРИ СТАРЕНИИ ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

(Представлено академиком Г. В. Курдюмовым 10 VI 1971)

Изменения свойств мартенситностареющих сплавов при старении, как известно, связаны с процессами выделения новой фазы. Такие методы, как рентгеновский, метод электронной микроскопии и др., дают возможность следить за появлением второй фазы на сравнительно поздних стадиях старения.

Процессы перераспределения атомов на стадиях, предшествующих образованию новой фазы, не удается исследовать. Такие сведения могут быть получены методом ядерного гамма-резонанса (я.г.р.), который позволяет изучать процессы перераспределения атомов вполне определенного типа в субмикрообъемах сплавов.

Работа посвящена исследованию старения сплавов с мартенситной структурой на ранних стадиях распада. В качестве объектов исследования выбраны мартенситностареющие сплавы Fe — 16Ni — 5Mo (H16M5) и Fe — 16Ni — 15Co — 5Mo (H16K15M5). Эксперименты проводили на мессбауэровском спектрометре электродинамического типа М-10К. Источником излучения служил изотоп Co-57 в платине. Образцы представляли собой фольги толщиной 20—50 м, закаленные на мартенсит, которые отпускались при температуре 420, 480, 500° С. Обработка резонансных спектров проводилась по специальной программе с использованием ЭВМ.

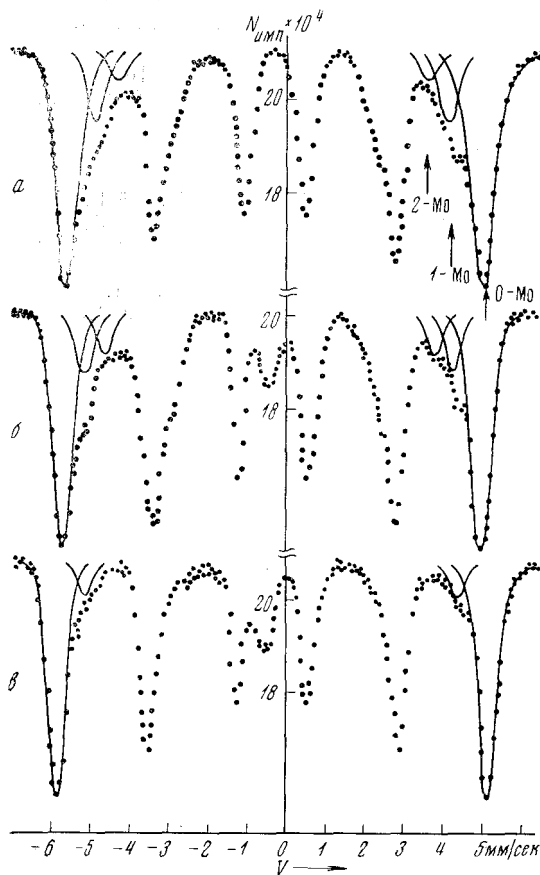


Рис. 1. Спектры резонансного поглощения гамма-квантов для сплава H16M5. а — закалка от 1000° С; б, в — отпуск при 500° С в течение 30 мин. (б) и 20 час. (в)

Типичный спектр резонансного поглощения гамма-квантов для образцов сплава H16M5, закаленных на мартенсит, приведен на рис. 1. Он имеет вид хорошо разрешенного магнитного расщепления, с уширенными и

асимметричными крайними пиками. Анализ показал, что спектр состоит из трех основных спектров. Этим спектрам соответствуют поля: $H_2 = 256 \pm 5$; $H_1 = 297 \pm 5$; $H_0 = 338 \pm 2$ кэ — соответственно внутренние, средние и крайние пики. На основании данных ⁽¹⁾ по зависимости эффективного магнитного поля $H_{\text{эф}}$, действующего на ядра железа для бинарных сплавов железо — молибден, можно сделать вывод, что атомы Fe в сплаве Н16М5 находятся в различных окружениях. Внутренние пики спектра ($H_2 = 256$ кэ) соответствуют атомам Fe, около которых находятся два атома Mo. Средние пики ($H_1 = 297$ кэ) соответствуют атомам Fe, имею-

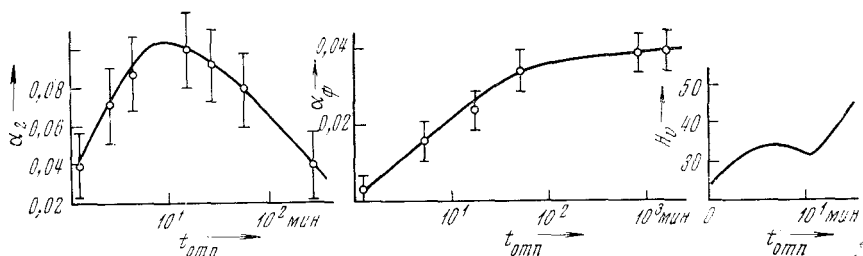


Рис. 2. Зависимости α_2 , α_ϕ и H_0 от времени отпуска при 500°C для сплава Н16М5

щим по соседству один атом Mo и, наконец, крайние пики ($H_0 = 338$ кэ) отвечают атомам изотопа Fe-57, не имеющим вблизи атомов Mo.

После нагрева при 500°C интенсивность внутренних пиков возрастает и достигает максимальной величины после 30-минутного отпуска (рис. 1б). Перераспределение интенсивности между пиками связано с перераспределением атомов Mo в процессе отпуска закаленных сплавов. Это указывает на то, что образуются области, обогащенные Mo, в которых атомы Fe окружены двумя атомами Mo. Увеличение продолжительности старения при 500°C приводит к существенному изменению формы резонансного спектра. После длительного отпуска интенсивность внутренних пиков уменьшается, что обусловлено распадом областей, обогащенных молибденом. При продолжительном отпуске (~ 20 час.) такие пики исчезают (рис. 1в).

Таким образом, из полученных данных следует, что процесс перераспределения атомов Mo в твердом растворе при старении сплава Н16М5 идет сложным образом. На начальных стадиях образуются скопления, которые на последующих стадиях разрушаются.

Определяя площади под пиками спектров, соответствующих атомам Fe в окружении из двух атомов Mo (области, обогащенные Mo), можно определить долю атомов железа в таких скоплениях α_2 . При этом предполагается, что вероятность резонансного поглощения гамма-квантов без отдачи не зависит от замены в решетке атомов Fe атомами Mo. На рис. 2 приведены кинетические кривые зависимости доли атомов железа α_2 , находящихся в областях, обогащенных атомами Mo. На этом же рисунке показано изменение твердости H_0 при старении сплава Н16М5. Видно, что первая стадия изменения твердости соответствует максимуму на кривой изменения величины α_2 . Следовательно, увеличение твердости при кратковременном отпуске обусловлено в определенной степени образованием в твердом растворе скоплений из атомов Mo.

Наряду с изменением формы резонансных спектров при отпуске сплавов Н16М5 происходит появление парамагнитного пика (см. рис. 1). Появление такого пика, по-видимому, связано с образованием фазы Fe_2Mo или областей, в которых около атомов Fe находится больше двух атомов Mo. Величина изомерного сдвига для атомов Fe, находящихся в фазе, по данным ⁽¹⁾ составляет $0,56$ мм/сек, что близко к величине $0,55$ мм/сек, полученной нами из результатов анализа резонансных спектров. Изме-

ние доли атомов Fe в фазе Fe_2Mo от времени отпуска при 500°C приведено на рис. 2. Видно, что количество фазы монотонно возрастает с увеличением времени отпуска и при больших временах достигает насыщения. Сравнение данных по изменению доли атомов Fe, находящихся в областях, обогащенных Mo, и в фазе Fe_2Mo от времени отпуска, показывает, что

процессы перехода атомов Mo из твердого раствора в скопления идут с большей скоростью, чем в фазу.

Кинетические кривые, полученные при разных температурах старения ($420, 480, 500^\circ\text{C}$), позволили определить энергию активации процесса, обуславливающего образование фазы, которая оказалась ~ 63 ккал/(г·моль).

Представляло интерес изучить влияние кобальта на перераспределение легирующих элементов при старении Fe — Ni-мартенсита. В связи с этим были получены резонансные спектры для мартенситно-стареющего сплава H16K15M5, содержащего Co. На рис. 3 приведен спектр резонансного поглощения гамма-квантов для сплава, закаленного от 1100°C в воду. Анализ показывает, что он состоит из трех основных спектров ($H_2 = 280$ кэ, $H_1 = 310$ кэ, $H_0 = 340$ кэ), соответствующих атомам Fe в различном окружении. Сравнение резонансных спектров закаленных

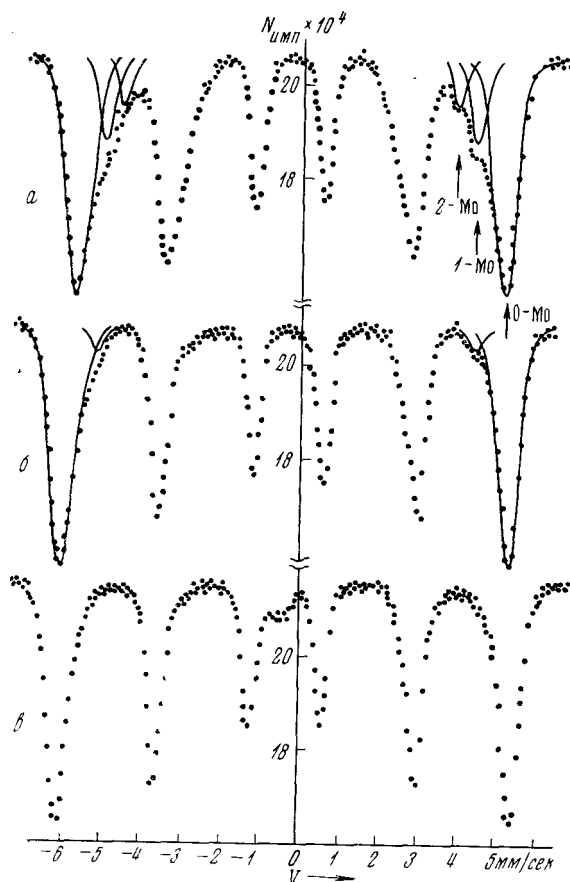


Рис. 3. Спектры резонансного поглощения гамма-квантов для сплава H16K15M5. а — закалка от 1000°C ; б, в — отпуск при 500°C в течение 30 мин. (б) и 10 час. (в)

на мартенсит образцов сплавов с Co и без Co показывает, что они идентичны, имеются различия только в величинах эффективных магнитных полей $H_{\text{эф}}$, действующих на ядра Fe. Однако добавки Co вносят существенные различия в изменения спектров при отпуске сплавов. При кратковременной выдержке образцов сплавов H16K15M5 при 500°C интенсивность внутренних пиков, отвечающих атомам Fe, находящимся по соседству с атомами Mo, уменьшается, после 30-минутного отпуска в твердом растворе не наблюдается пиков, отвечающих атомам Fe, окруженным атомами Mo (рис. 3б). В то же время расстояние между крайними пиками спектра возрастает, что соответствует увеличению $H_{\text{эф}}$ от 340 до 360 кэ.

Изменения резонансных спектров, происходящие при кратковременных (до 30 мин.) выдержках сплава H16K15M5 при 500°C , свидетельствуют о том, что атомы Mo уходят от атомов Fe. Увеличение $H_{\text{эф}}$ обусловлено увеличением числа атомов Co, находящихся около атомов Fe в твердом растворе (²). Продолжительный отпуск (10 час.) при 500°C приводит к появлению пика, связанного с атомами Fe в немагнитном окружении (рис. 3в). Появление такого типа, по-видимому, обусловлено образова-

нием фазы Fe_2Mo или областей, в которых около атомов Fe находится больше двух атомов Mo.

Таким образом, методом я.г.р. получены результаты, характеризующие перераспределение атомов на разных стадиях распада в субмикрообъемах мартенситностареющих сплавов H16M5 и H16K15M5. Показано, что на ранних стадиях старения, предшествующих образованию фазы, в исследованных сплавах образуются скопления из атомов легирующих элементов. В случае сплава H16M5 около атомов Fe образуются скопления из атомов Mo. В сплавах, содержащих Co, на ранних стадиях образуются скопления из атомов Co, в то же время атомы Mo уходят от атомов Fe, находящихся в твердом растворе. Продолжительный нагрев при 500°C приводит к выделению парамагнитной фазы, содержащей Fe, причем в сплаве с Co выделение парамагнитной фазы происходит при значительно больших временах старения.

Институт металловедения и физики металлов
Центрального научно-исследовательского
института черной металлургии
им. И. П. Бардина
Москва

Поступило
3 VI 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ H. L. Marcus, M. E. Fine, J. Appl. Phys., 38, 4750 (1967). ² C. E. Jonson, M. S. Ridout, T. E. Cranshaw, Proc. Phys. Soc. London, 81, 1079 (1963).