

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

Н. Н. БУЙНОВ и Р. М. ЛЕРИНМАН

СУБМИКРОСКОПИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА СПЛАВА АЛЬНИ

(Представлено академиком И. П. Бардиным 9 V 1951)

С помощью электронного микроскопа проводилось исследование субмикроскопической структуры ферромагнитного сплава альни состава: Ni 25%, Al 14%, Cu 0,15%, остальное Fe (проценты весовые). Целью работы было сравнить структуры этого сплава для различных значений коэрцитивной силы, полученных разными видами термической обработки. Выбранный сплав соответствует в равновесном состоянии области существования двух объемно-центрических кубических фаз β_2 и β , где β_2 — упорядоченный твердый раствор железа на базе NiAl, а β — фаза, близкая к чистому железу.

Для воспроизведения структуры сплава применялась методика оксидных реплик ⁽¹⁾ и в отдельных случаях методика одноступенчатых реплик из окиси кремния. При исследовании сплава альни методом оксидных реплик было обнаружено, что этот сплав, закаленный от температуры 1200° (из области однофазного состояния), имеет тонкую структуру (см. рис. 1, а, на вклейке), свидетельствующую об его двухфазном состоянии. Появление тонкой структуры за счет выявления концентрационной неоднородности пересыщенного твердого раствора мало вероятно, так как при дальнейшем процессе распада сплава нельзя заметить по структуре переход его из такого состояния в двухфазное. При этом оказалось, что структуры сплава, закаленного от температуры полной растворимости, и сплава, обработанного на максимальную коэрцитивную силу (рис. 1, б), подобны. Обработка сплава на максимальную коэрцитивную силу состояла в охлаждении образцов с критической скоростью ⁽²⁾.

Поскольку при получении оксидных реплик образцы сплава подвергаются нагреву при температуре 425—450° в течение 5 мин., можно было предполагать, что именно в процессе этого нагрева и возникает в закаленных образцах тонкая структура вследствие начавшегося распада исходного твердого раствора, хотя коэрцитивная сила при этом еще и не меняется. Для проверки были получены реплики из окиси кремния, что не требует нагрева образцов. На снимках, полученных с закаленных образцов, и в этом случае наблюдается тонкая структура, что опровергает сделанное предположение. Эта тонкая структура, свидетельствующая о двухфазности сплава, проявляется в том, что как в случае закаленных образцов, так и в случае образцов, охлажденных с критической скоростью, на снимках, полученных с оксидных реплик, наблюдаются на темном фоне светлые равновесные пятнышки, являющиеся следами образовавшихся при распаде зародышей новой фазы.

Наблюдаемую двухфазность закаленных образцов можно объяснить тем, что уже в процессе закалки происходит образование фаз β и β_2 . На основании электронно-микроскопического исследования сплава альни различных составов, проведенного Ю. А. Скаковым⁽³⁾, можно считать, что в сплаве исследуемого состава выпадающей фазой является β -фаза.

Появившиеся в результате распада пересыщенного твердого раствора частицы новой фазы часто образуют замкнутые цепочки. Причинами образования цепочек могут служить: а) существование блочков субмикромозаики (с линейными размерами порядка 0,01—0,05 μ), по границам которых распад прошел в большей мере, чем внутри них, или б) уменьшение магнитной энергии частиц ферромагнитной β -фазы при таком их расположении. Размеры частиц в закаленных образцах колеблются от величины менее 50 до 100 Å ; средние размеры близки к 50 Å . У образцов, обработанных на максимальную коэрцитивную силу, размеры частиц колеблются от 50 до 150 Å . Средние размеры частиц в этом случае близки к 100 Å .

Для наблюдения за изменениями структуры сплава альни в процессе термической обработки были проведены отпуск закаленных образцов при 700° и отжига при 840, 900 и 925° в течение различных промежутков времени.

Отпуск закаленного сплава при температуре 700° приводит к укрупнению частиц по сравнению с закаленным состоянием. Это укрупнение наблюдается еще до достижения максимума коэрцитивной силы. Средние размеры частиц при $H_c = 115$ эрст. (время отпуска 2 часа) равны ~ 100 Å , а средние размеры при $H_c = 290$ эрст. (время отпуска 6 час.), что соответствует примерно максимуму коэрцитивной силы при данной температуре отпуска, равны 150—170 Å . Частицы, как правило, равноосны; в некоторых случаях, как, например, на рис. 2, полученном для случая $H_c = 225$ эрст. (после 2-часового отпуска при 725°), заметно, что они часто имеют прямоугольную форму. Длительные отпуска (10 час. и выше) при 700° приводят к слиянию частиц и к образованию выделений, близких по форме к пластинкам. Примерные размеры этих пластинок после 20-часового отпуска ($H_c = 240$ эрст.) следующие: толщина от 100 до 300 Å , длина от 400 до 1000 Å . После 50-часового отпуска ($H_c = 216$ эрст.) толщина пластинок колеблется в пределах от 100 до 400 Å , а длина от 400 до 2000 Å . Наблюдается закономерная ориентировка выделений*.

Термическая обработка при температурах 840° и выше приводит к появлению крупных частиц (см. рис. 3). Эти частицы также закономерно ориентированы и во многих случаях (при продолжительности отжига не более нескольких часов) состоят из более мелких субмикроскопических частиц, т. е. имеют тонкую структуру. Тонкую структуру выделений мы наблюдали также в старящихся сплавах на алюминиевой основе⁽⁴⁾. Тонкая структура выделений в сплаве альни при более длительном отжиге (10 час. и выше) исчезает. Стереоскопические снимки (см. рис 4) показывают, что высокотемпературные выделения имеют форму толстых пластинок. Отжиг сплава при 900°, как и при 840°, приводит к появлению грубых выделений, наблюдаемых в оптическом микроскопе. Состояние сплава после нагрева при 925° (претерпевшего предварительно высокотемпературный распад при 840°) с последующим охлаждением в воде соответствует состоянию после закалки от 1200°.

Причина того факта, что сплав альни в мелкодисперсном двухфазном состоянии, получившемся после закалки, имеет ничтожную коэр-

* Употребляя термин частицы и выделения, мы еще не предполагаем разрыва когерентности между возникающей фазой и матрицей.

цитивную силу, а в случае более медленного охлаждения с критической скоростью имеет максимальное значение коэрцитивной силы (~ 570 эрст.), повидимому, заключается в следующем. Во время закалки и охлаждения с критической скоростью из области гомогенного состояния в сплаве альни начинается распад.

Возникшие при закалке фазы β и β_2 еще далеки по составу от стабильных фаз. Фаза β_2 сильно обогащена Fe, а фаза β обогащена Ni и Al. По последней причине эти фазы мало отличаются друг от друга по магнитным свойствам. При охлаждении с критической скоростью, приводящей к получению максимальной коэрцитивной силы, происходит перераспределение концентрации компонент по фазам, в результате чего β_2 -фаза обедняется железом и магнитная изолированность частиц железной фазы, а также коэрцитивная сила, возрастают.

При дальнейшей термической обработке, например при отжиге 840° и выше, когда происходит сильное укрупнение частиц и сильное падение коэрцитивной силы, происходит обратный процесс обогащения фазы β_2 -железом. В этом случае падение коэрцитивной силы обусловлено не только ростом частиц железной фазы, но и уменьшением их изолированности, поскольку фаза β_2 становится более магнитной, чем раньше. О перераспределении концентрации компонент в стали альни по фазам β и β_2 с изменением термической обработки говорят данные Ю. А. Скакова (³). Проведенные им химический и рентгеновский анализы показали, что электролитически выделенная фаза β_2 в зависимости от температуры отжига сплава содержит разное количество железа.

Тот факт, что после закалки и отпуска значение коэрцитивной силы получается более низкое, чем после охлаждения с критической скоростью, можно объяснить тем, что в первом случае не удается одновременно получить такого удачного сочетания высокой дисперсии β -фазы и высокой степени обеднения β_2 -фазы железом, как во втором. Действительно, в случае наибольшей коэрцитивной силы, получаемой и результате закалки и отпуска, частицы крупнее, чем в случае максимальной коэрцитивной силы, полученной охлаждением сплава с критической скоростью. В условиях отпуска, одновременно с процессом обеднения β_2 -фазы железом, успевают значительно вырасти частицы β -фазы, что и приводит к снижению коэрцитивной силы.

Не исключена возможность, что на кинетику распада сплава альни оказывают существенное влияние и напряжения, возникающие в процессе этого распада при закалке или охлаждении с критической скоростью. Правда, можно предполагать, что эти напряжения невелики, по следующим соображениям. Возникновение частиц новой фазы сопровождается появлением энергии деформации. По существующим представлениям (⁵), эта энергия минимальна, когда частицы имеют форму тонких пластинок. Следовательно, новая фаза будет иметь тенденцию выделяться в форме тонких пластинок. В то же время существует противоположная тенденция — уменьшения поверхностной энергии частиц путем их сфероидизации. В сплаве альни, вероятно, последняя тенденция более значительная, чем первая, так как частицы равноосны. Преобладание стремления к сфероидизации, возможно, связано с тем, что на начальных стадиях распада возникающие фазы, как уже упоминалось выше, далеки по своему составу от стабильных фаз и близки к составу матрицы. Если это действительно так, то нет достаточных причин для возникновения больших напряжений в сплаве в процессе начальных стадий распада.

Высокому значению коэрцитивной силы (410 эрст.), полученному в результате изотермической закалки при 850° (2 мин.) с последующим охлаждением в воде и отпуска при 700° в течение 1 часа, соответствует высокая степень дисперсности частиц выделившейся фазы.

Средние размеры частиц в этом случае равны 150—170 Å. Хотя коэрцитивная сила при этой обработке и выше, чем при отпуске при 700° после закалки, но разницы в степени дисперсности выделений для этих случаев заметить не удалось. Для объяснения сущности этой сложной термической обработки нами были получены электронные снимки с изотермически закаленных образцов без последующего отпуска. При этом оказалось, что размеры выделившихся частиц достигают 500 Å (при средних размерах порядка 300 Å), а значение коэрцитивной силы равно 115 эрст. Таким образом, последующий отпуск при 700° приводит к измельчению частиц, полученных изотермической закалкой. Возможность измельчения выделившихся частиц в сплаве альни при двойной термической обработке была высказана в литературе (2).

Выдвинутое выше предположение о природе коэрцитивной силы в стали альни можно распространить на другие ферромагнитные сплавы, например на упорядочивающиеся сплавы типа Ni_3Mn . У таких сплавов в районе точки Кюри при переходе из упорядоченного состояния в неупорядоченное наблюдается резкий пик величины коэрцитивной силы (6). Обычно этому пику соответствует насыщение 20—50% от максимально достижимого у этих сплавов. Если предположить, что насыщение пропорционально количеству упорядоченного материала, то в этом случае максимум коэрцитивной силы можно объяснить тем, что области упорядоченной магнитной фазы изолированы друг от друга неупорядоченной магнитной фазой. В случае сплава $CoPt$, у которого магнитная фаза является неупорядоченной, высокая коэрцитивная сила может быть объяснена изоляцией частиц неупорядоченной фазы упорядоченной.

В заключение авторы выражают благодарность за интерес и содействие в работе действительному члену АН УССР А. П. Комару и проф. Ф. М. Гальперину. Авторы выражают также благодарность М. Ф. Комаровой за помощь в экспериментальной работе.

Институт физики металлов
Уральского филиала Академии наук СССР

Поступило
8 V 1951

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ Н. Г. Сушкин, Электронный микроскоп, 1949. ² Б. Г. Лившиц, Высококоэрцитивные сплавы, 1945. ³ Ю. А. Скаков, Исследование структуры железо-никель-алюминиевых сплавов для постоянных магнитов, Диссертация, 1950. ⁴ Н. Н. Буйнов и Р. М. Леринман, ДАН, 70, № 5 (1950). ⁵ F. R. N. Nabarro, Proc. Phys. Soc., 52, 90 (1940). ⁶ С. В. Вонсовский и Я. С. Шур, Ферромагнетизм, 1948.

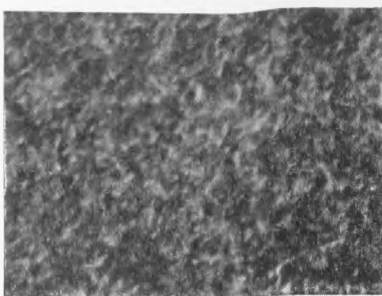
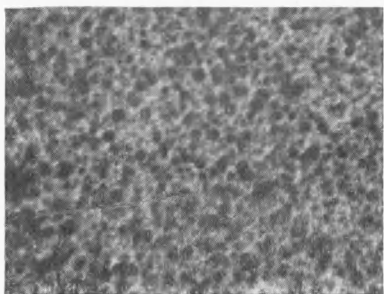


Рис. 1. Сплав альни: *a* — закаленное состояние, $\times 50000$; *б* — обработан на максимальную коэрцитивную силу (570 эрст.), $\times 50000$

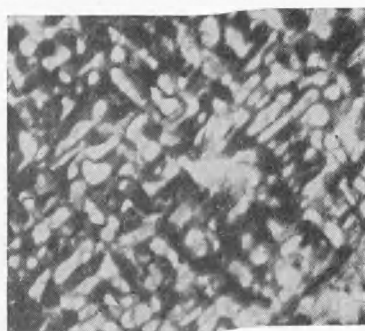
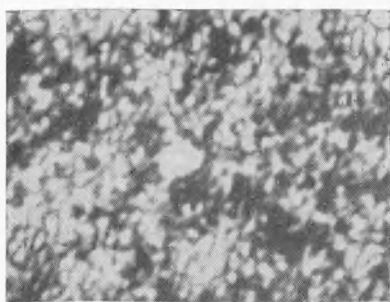


Рис. 2. Сплав альни; отпуск при 725° 2 часа, $\times 50000$

Рис. 3. Сплав альни; отжиг при 840° 4 часа, $\times 21000$

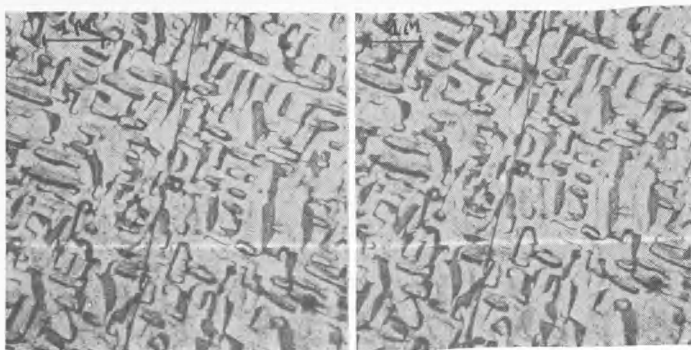


Рис. 4. Сплав альни; отжиг при 840° 30 час. и затем при 900° 5 час., $\times 7000$