ZILB-VA 71

АКАДЕМИЯ НАУК СССР

# ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ

V. A. Zil'bershteyn, E. I. Estrin

Hysteresis of the Alpha-Epsilon Transformation in Iron at Room Temperature.

ТОМ 32

2

Fiz. Metal. Metalloved., 32, (1971)

*ОТДЕЛЬНЫЙ ОТТИСК*

1971

Рентгенографически выпадение указанной фазы при содержании титана в количестве 2—3% и длительности отпуска 3—10 *ч* не обнаруживается. В работе [3] допущено недостаточно тщательное травление окалины. На рис. 3*в*, *г*, *ж* работы [3] наблюдаются только линии матрицы и линии окалины, линий выпадающей фазы нет.

Наиболее интенсивно дисперсионное твердение происходит, очевидно, при температурах отпуска, соответствующих наибольшему снижению величины параметра решетки, то есть в области 600°.

Соответствие хода изменения параметра решетки, температуры Кюри и магнитной проницаемости от температуры отпуска для сплавов 42НХТЮ, 44НХТЮ и Н45ХТ свидетельствует об уменьшении обменной энергии решетки сплавов, что может наряду с [7] подтверждать предположение Кондорского [8] об увеличении отрицательного обменного интеграла $A_{FeFe}$ при сжатии решетки в гранецентрированных железоникелевых инварах и уменьшении его при расширении решетки. Следствием увеличения отрицательного обменного интеграла является, очевидно, уменьшение величины чувствительности магнитострикционных вибраторов при температурах 550—650°, а также увеличение механической добротности, обратно пропорциональной квадрату величины μ. При более высоких температурах отпуска начинающиеся процессы коагуляции и рекристаллизации [3, 6], а также растворение дисперсной фазы приводят к возрастанию параметра решетки, температуры Кюри и магнитной проницаемости сплавов, что сопровождается резким увеличением внутреннего трения—резким уменьшением механической добротности и уменьшением коэрцитивной силы.

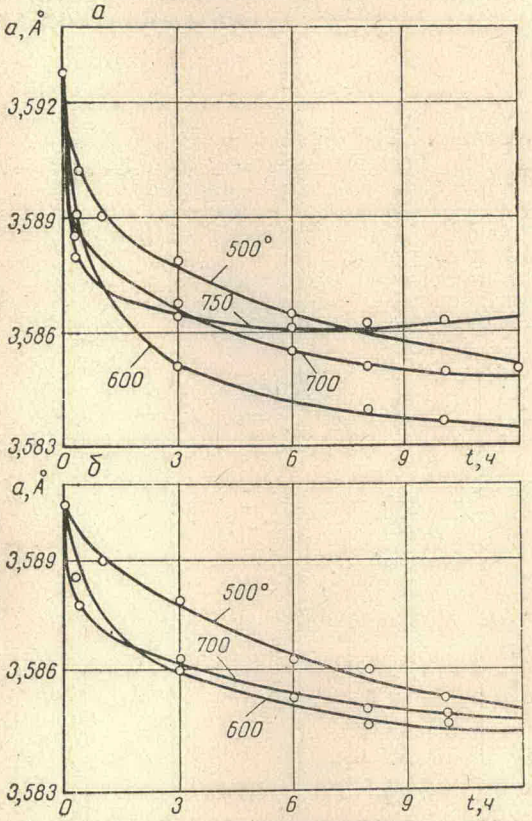



Рис. 2. Зависимости периода решетки *а* сплавов 42НХТЮ (*а*) и 44НХТЮ (*б*) от длительности отпуска при различных температурах.

Новосибирский электротехнический институт связи

Поступило в редакцию
29 октября 1970 г.,
окончательный вариант —
27 января 1971 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Чомова Н. Г. Сб. Прецизионные сплавы, № 15, М., ЦНИИЧМ, 1956, стр. 304; 1959, № 22, стр. 104.
2. Прейскурант 01—05. Оптовые цены на металлоизделия промышленного назначения, ч. 1, М., 1967, стр. 178.
3. Волков А. С., Чиненкова С. В. ФММ, 1970, **29**, 433.
4. Волков А. С., Чиненкова С. В. Труды учебных институтов связи, вып. 51, Л., изд. ЛЭИС, 1970.
5. Бородкина М. М., Чомова Н. Г., Эгиз И. В. Сб. Прецизионные сплавы, № 54, М., ЦНИИЧМ, 1968, стр. 3.
6. Бородкина М. М. ФММ, 1958, **6**, 700.
7. Хоменко О. А. ФММ, 1968, **26**, 169.
8. Кондорский Е. И. ЖЭТФ, 1959, **37**, 1819.

*УДК 546.72+536.424+530.152.15*

# О ГИСТЕРЕЗИСЕ α—ε ПРЕВРАЩЕНИЯ В ЖЕЛЕЗЕ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

*В. А. Зильберштейн, Э. И. Эстрин*

При расчете $T—p$ диаграммы железа и сплавов на его основе давление α—ε равновесия принимается равным 130 *кбар* [1, 2], то есть давлению перехода α-фазы в ε-фазу при повышении давления. Вместе с тем известно, что фазовые превращения при относительно низких температурах обычно протекают со значительным гистерезисом по температуре и давлению. В связи с этим нами была предпринята попытка оценить величину гистерезиса α (ОЦК)—ε (ГПУ) превращения в железе при комнатной температуре.

Превращение фиксировалось по скачку на кривой зависимости электросопротивления образца от давления. Образец отожженного в вакууме армко-железа в виде полоски размерами 0,5×0,1×0,01 *мм* помещался в центре ячейки высокого давления аппарата типа наковален. Геометрия и материалы, из которых выполнялась ячейка высокого давления, в основном аналогичны описанным в работе [3]. Для определения величины давления в центре ячейки аппарат градуировался по известным давлениям фазовых переходов в висмуте и железе. Давление перехода V—VII в висмуте принято равным 80 *кбар* [4], а давление α→ε превращения в железе — 125 *кбар* [5]. Погрешность определения давления по градуировочной кривой составила ±10 *кбар*.

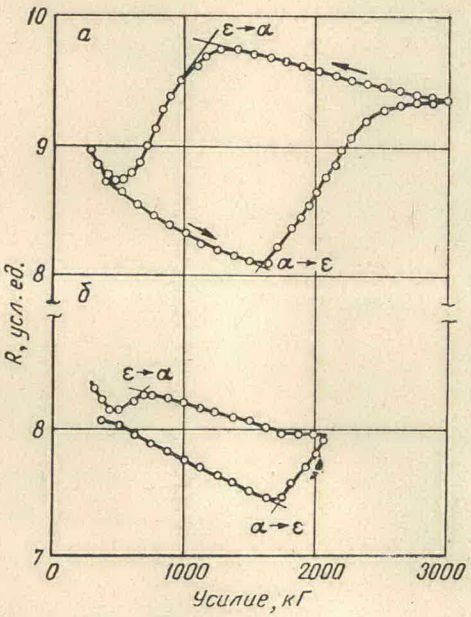



Рис. 1. Зависимость электросопротивления железа от давления при комнатной температуре:

*а* — α → ε превращение завершено; *б* — неполное превращение.

Полученные нами кривые изменения электрического сопротивления железа с давлением [1] приведены на рис. 1. Во всех экспериментах четко фиксировалось как прямое (α→ε), так и обратное (ε→α) превращение. Следует отметить, что α→ε превращение в железе растянуто по давлению и происходит скачкообразно с интервалами 3—5 *кбар* между последовательными скачками (на рисунке показаны сглаженные кривые). Эта особенность указывает на возможный мартенситный характер превращения. Как видно из рис. 1, между α→ε и ε→α превращениями наблюдается значительный гистерезис, который слагается из аппаратурного гистерезиса и гистерезиса превращения. Для того чтобы выделить гистерезис превращения из общего гистерезиса, необходимо определить величину аппаратурного гистерезиса. С этой целью проводились многократные измерения электросопротивления Bi, Sn и Pt при повышении и снижении давления. Аппаратурный гистерезис определялся как разность усилий прямого и обратного ходов, когда изучаемый образец имел одно и то же электросопротивление. На кривых электросопротивления Bi и Sn его находили при давлениях выше и ниже давлений соответствующих фазовых превращений. Как оказалось, аппаратурный гистерезис зависит не только от величины давления в аппарате, но и от максимального усилия в цикле нагружение — разгружение (рис. 2, кривая *1*).

Анализ экспериментальных данных по гистерезису α—ε превращения в Fe показал, что величина гистерезиса, измеренного между началами α→ε и ε→α превращений, существенно зависит от полноты превращения и изменяется от 40—50 *кбар*, если давление снижается после образования 10—20% фазы высокого давления, до значения, не превышающего ошибки измерений, то есть ±10 *кбар*, в случае полного превращения

[1] В действительности, на подобных графиках вместо давления откладывается измеренное в опыте усилие. Давления, полученные при возрастании усилия, находят по градуировочной кривой.

в ε-фазу. С другой стороны, гистерезис, измеренный как разность давлений между серединами прямого и обратного превращений, составляет значительную (~50 *кбар*) величину и практически не зависит от степени превращения (рис. 2, кривая *2*).

Аналогичное явление — зависимость гистерезиса, измеренного между точками начала превращения, от степени превращения и независимость от степени превращения

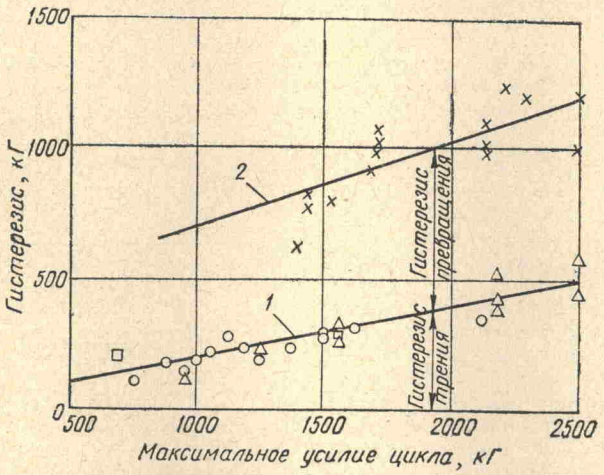



Рис. 2. Зависимость аппаратурного (*1*) и суммарного (*2*) гистерезисов от величины максимального усилия цикла.

гистерезиса, измеренного между ветвями петли гистерезиса, — неоднократно наблюдалось Л. Г. Хандросом (см., напр., [6]) в сплавах с термоупругим мартенситом. Это характерно, по-видимому, для систем, в которых наблюдается значительное (упругое) взаимодействие кристаллов новой фазы с матрицей. Не исключено, что подобная же ситуация имеет место и при α→ε превращении в железе. Если это действительно так, то истинный гистерезис для этого превращения может быть даже больше 50 *кбар*, а равновесное давление α—ε превращения — ниже 100 *кбар*. Учет гистерезиса превращения может оказаться необходимым и в случае Ti, Zr, Si и др.

Институт металловедения
и физики металлов
ЦНИИЧМ им. И. П. Бардина

Поступило в редакцию
9 декабря 1970 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Blackburn L. D., Kaufman L., Cohen M. Acta Met., 1965, **13**, 533.
2. Ершова Т. П., Понятовский Е. Г. Изв. АН СССР, Металлы, 1967, № 4, 156.
3. Берман И. В., Брандт Н. Б. Письма ЖЭТФ, 1968, **7**, 412.
4. Haygarth J. C., Luedmann H. D., Getting I. C., Kennedy G. C. J. Phys. Chem. Solids, 1969, **30**, 1417.
5. Decker D. L., Bassett W. A., Merrill L., Hall H. T., Barnett J. D. High Pressure Calibration—a Critical Review, High Pressure Data Center, 1968.
6. Титов П. В., Хандрос Л. Г. Сб. Металлофизика, вып. 27, 1970, стр. 199.

*УДК 669.295 : 539.166*

# О ПРИРОДЕ ОДИНОЧНОЙ ЛИНИИ В МЕССБАУЭРОВСКИХ СПЕКТРАХ ВЫСОКОКОЭРЦИТИВНЫХ СПЛАВОВ ТИКОНАЛЬ

*В. А. Макаров, Е. Б. Грановский, Е. Ф. Макаров, В. А. Повицкий, А. А. Фридман*

В высококоэрцитивном состоянии сплавы тикональ (Fe—Co—Ni—Al—Cu—Ti) состоят из двух фаз: сильномагнитной $\alpha'$ и слабомагнитной $\alpha$, образующихся при распаде твердого раствора в процессе термомагнитной обработки. Частицы фаз имеют игольчатую форму со средними размерами $300\times300\times4000$ Å [1].

Мессбауэровские спектры сплава тикональ получены в работе [2] при 300° К. Они представляют наложение линий магнитной сверхтонкой структуры (СТС) и одиночной линии. В работе [2] сделано предположение, что одиночной линии отвечают атомы Fe в $\alpha$-фазе, находящиеся в областях, парамагнитных при комнатной температуре. В работе [3] форма одиночной линии была уточнена. Оказалось, что она представляет квадрупольный дублет с расщеплением $\Delta=0{,}16$ *мм/сек*. Авторы [3] предположили, что вся $\alpha$-фаза парамагнитна, а дублет связан с ее тетрагональным искажением, возникающим при образовании высококоэрцитивного состояния.

После выполнения электрохимического разделения фаз [4] стало возможным изучение модельных сплавов, идентичных по химическому составу индивидуальным фазам сплава тикональ. В результате показано [5], что одиночная линия обусловлена только атомами Fe, находящимися в $\alpha$-фазе. Модельный $\alpha$-сплав оказался ферромагнитным с намагниченностью при комнатной температуре 35 *гс*. В [5] сделано предположение, что ферромагнетизм $\alpha$-фазы обусловлен взаимодействием атомов Co и Ni, а атомы Fe расположены так, что оказываются изолированными немагнитными атомами Al и Ti от магнитных.

В работе [6] проведено сопоставление температурной зависимости намагниченности сплава тикональ с мессбауэровскими данными и указано, что они могут быть согласованы, если предположить наличие суперпарамагнетизма для частиц $\alpha$-фазы.

Таким образом, данные [5, 6] не подтверждают предположения авторов [3] о парамагнетизме $\alpha$-фазы.

В настоящей работе методом гамма-резонансной спектроскопии исследовали порошки (30 *мк*) сплава тикональ (ЮНДК35Т5) в высококоэрцитивном состоянии, обогащенные изотопом $Fe^{57}$ (способ приготовления описан в [7]), и модельного сплава, содержащего 23,6% Co; 18,9% Ni; 15,1% Fe и 42,4% Al (ат. %) и отвечающего составу $\alpha$-фазы.

Мессбауэровские спектры снимались на сцинтилляционном гамма-спектрометре с многоканальным анализатором АИ256 в режиме постоянных ускорений. Источник $Co^{57}$ в нержавеющей стали приводился в движение электродинамическим вибратором.

Для проверки предположения о суперпарамагнетизме частиц $\alpha$-фазы [6] был получен мессбауэровский спектр сплава тикональ во внешнем поперечном магнитном поле 21 *кэ* при комнатной температуре.

Если воспользоваться оценками магнитного момента суперпарамагнитной частицы, выполненными в [6] ($1{,}5\cdot10^3$ $\mu_B$ при 0°К), то значительная стабилизация магнитных моментов атомов Fe в поле 21 *кэ* должна привести к уменьшению интенсивности одиночной линии. Оказалось, однако, что интенсивность одиночной линии при наложении поля не уменьшилась: дополнительное уширение линии соответствовало величине приложенного поля. Отсюда можно получить верхнюю оценку момента суперпарамагнитной частицы. Если такие частицы имеются, то их момент не превосходит $3\cdot10^2$ $\mu_B$ при 300° К.

Спектр модельного $\alpha$-сплава в поле 21 *кэ* также почти не меняется [5].

Однако при охлаждении до 85° К интенсивность одиночной линии в спектре сплава тикональ существенно уменьшается за счет перехода большинства атомов железа в $\alpha$-фазе в состояния, соответствующие магнитным СТС в спектре. В то же время в спектре модельного сплава наблюдается по-прежнему только одиночная линия и ширина не меняется.

При 4,2° К в спектре сплава тикональ (рис. 1) одиночный пик исчезает полностью и наблюдаются две системы линий магнитной СТС, характеризующиеся эффективными магнитными полями $H_{эфф}(1)=340\pm4$ *кэ*, $H_{эфф}(2)=330\pm4$ *кэ* и изомерными сдвигами $\delta_1=0{,}25\pm0{,}06$ *мм/сек* и $\delta_2=1{,}01\pm0{,}06$ *мм/сек* (относительно армко-железа). Система линий СТС с $H_{эфф}(1)$ соответствует атомам Fe сильномагнитной фазы, а линии с полем $H_{эфф}(2)$ отвечают атомам Fe слабомагнитной фазы. Поле $H_{эфф}(2)$ определено по расстоянию между 1 и 4 линиями, которые хорошо разрешены в суммарном спектре (см. рис. 1). При этом предполагается, что квадрупольное расщепление $\Delta$ столь же мало, как и при 300° К [3], и при определении $H_{эфф}(2)$ им можно пренебречь.