

PACS: 81.40.Rs, 66.30.-h, 81.40.-z

Б.М. Эфрос, А.И. Дерягин, Л.С. Метлов, В.А. Ивченко, Н.Б. Эфрос,
В.Н. Варюхин

КОНЦЕНТРАЦИОННОЕ РАССЛОЕНИЕ И СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В Fe–Cr–Ni-СПЛАВЕ ПРИ ТЕПЛОЙ ВИНТОВОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Статья поступила в редакцию 27 ноября 2014 года

Обнаружено, что эффект деформационно-индуцированного перераспределения элементов в сплаве $Fe_{59}Ni_{30}Cr_{11}$ уменьшается при повышении температуры деформации от 0 до 300 °С. Проведенные эксперименты показывают, что предсказанные теорией увеличение сегрегаций никеля на стоках и, следовательно, значительное повышение намагниченности образцов с ростом температуры деформации не подтвердились, несмотря на повышенную диффузионную подвижность.

Ключевые слова: ГЦК-сплавы, интенсивная пластическая деформация, расслоение, ферромагнитные кластеры

Виявлено, що ефект деформаційно-індукованого перерозподілу елементів у сплаві $Fe_{59}Ni_{30}Cr_{11}$ зменшується при підвищенні температури деформації від 0 до 300 °С. Проведені експерименти показують, що передбачені теорією збільшення сегрегацій нікелю на стоках і, отже, значне підвищення намагніченості зразків зі зростанням температури деформації не підтвердилися, незважаючи на підвищену дифузійну рухливість.

Ключові слова: ГЦК-сплави, інтенсивна пластична деформація, розшарування, феромагнітні кластери

Аустенитные Fe–Cr–Ni-сплавы, широко используемые в реакторостроении, испытывают радиационно-индуцированное перераспределение легирующих атомов, что вызывает образование в районе стоков точечных дефектов (границ зерен) сегрегаций никеля [1]. При облучении до высокого (10^{23} н/см²) флюенса сплав X16H15M3Б, парамагнитный в исходном состоянии, становится суперпарамагнитным, что объясняется формированием наноразмерных кластеров, обогащенных никелем [2]. Аналогичное явление обнаружено при холодной интенсивной пластической деформации (ИПД) Fe–Cr–Ni-сплавов [3]. Наблюдаемые эффекты объясняются тем, что в обоих случаях (нейтронное облучение и ИПД) возникает высокая концентрация неравновесных точечных дефектов, перемещение которых на

стоки (границы зерен и субзерен) вызывает обогащение никелем приграничных областей.

В работах [3,4] была предложена модель деформационно-индуцированной сегрегации, а в [5] учтено влияние скорости перемещения границ зерен в трехкомпонентном Fe–Cr–Ni-сплаве при различных температурах и составах сплава. Теоретически было предсказано усиление приграничных сегрегационных процессов при движении границ зерен и повышении температуры деформации до 150–550°C [3,5]. Целью данной работы являлась проверка этого предсказания. Исследования проведены на сплаве Fe₅₉Ni₃₀Cr₁₁, деформированном при различных температурах от 0 до 300°C. Методика эксперимента изложена в работе [6]. Образцы из данного сплава подвергали ИПД. В последнее время пристальное внимание исследователей в области физического материаловедения привлекают специальные методы ИПД, являющиеся мощным инструментом преобразования структуры материалов: кручение дисковых заготовок на наковальнях Бриджмена, равноканальное угловое прессование цилиндрических и призматических заготовок, всесторонняя изотермическая ковка, винтовое прессование (ВП).

Влияние холодной деформации на магнитные свойства сплава Fe₅₉Ni₃₀Cr₁₁ показано на рис. 1. В условиях малых и средних степеней деформации (до $\varepsilon = 50\text{--}75\%$ обжатия прокаткой) практически сохраняется прямо пропорциональная зависимость удельной намагниченности от магнитного поля $\sigma(H)$. При логарифмических степенях деформации $e > 1.6$ ($\varepsilon = 80\%$) зависимость $\sigma(H)$ становится нелинейной, наблюдается изгиб кривых

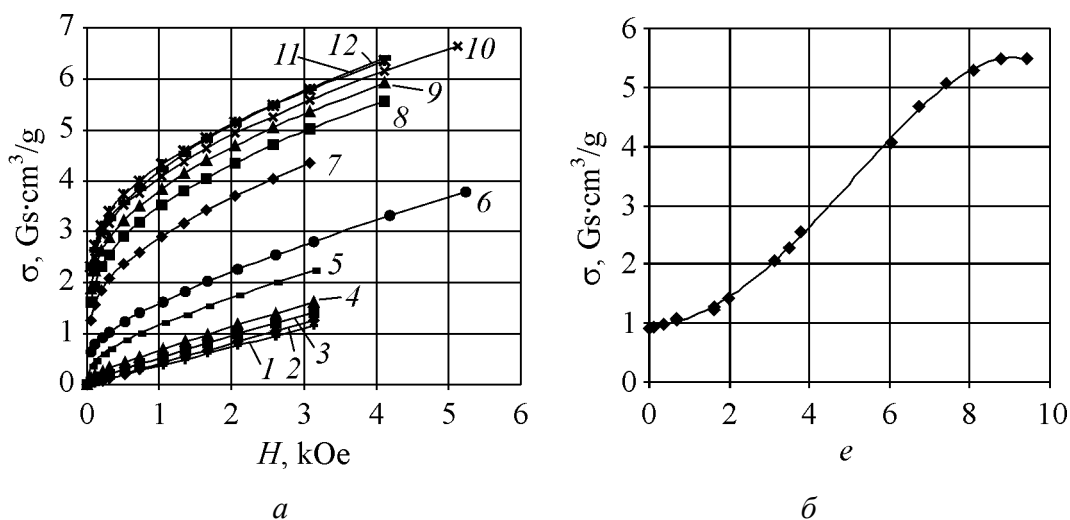


Рис. 1. Зависимость удельной намагниченности σ сплава Fe₅₉Cr₁₁Ni₃₀ при 24°C: *a* – от величины магнитного поля H после различной холодной деформации e : 1 – 0, 2 – 0.7, 3 – 1.6, 4 – 2.0, 5 – 3.1, 6 – 3.8, 7 – 6.0, 8 – 6.7, 9 – 7.4, 10 – 8.1, 11 – 8.8, 12 – 9.4; *б* – от степени холодной деформации e (магнитное поле $H = 2.6$ kOe)

намагничивания в малых полях, причем гистерезис или остаточная намагниченность отсутствуют. Кроме того, наблюдается ускорение роста намагниченности при деформации $\sigma > 80\%$, что отчетливо представлено изгибом на кривой (рис. 1,б) в точке $e = 1.6$. Такое поведение характерно для парамагнетика с локально возникшими ферромагнитными областями малых размеров.

Дальнейшее увеличение деформации путем сдвига под давлением вызывает еще больший рост удельной намагниченности. Интенсивность повышения намагниченности в начале деформации сдвигом под давлением сохраняется такой же, как и при деформации прокаткой со степенью $e > 1.6$ ($\varepsilon > 80\%$). Однако при $e = 8.8$ рост удельной намагниченности прекращается, и зависимость $\sigma(e)$ выходит на уровень насыщения вплоть до максимальной использованной деформации $e = 9.5$.

Возникшие ферромагнитные сегрегации исследованы на устойчивость к отжигу (рис. 2). Намагниченность образцов после ИПД при 24°C при отжиге до 200°C изменяется мало. В районе температур $250\text{--}550^\circ\text{C}$ необратимое устранение повышенной намагниченности происходит наиболее интенсивно. Окончательное восстановление величины намагниченности до исходного значения в недеформированном состоянии происходит с выравниванием состава деформированного ГЦК-сплава и имеет место при $\sim 600^\circ\text{C}$. Отжиг при $100\text{--}650^\circ\text{C}$ закаленного недеформированного сплава $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$ практически не изменяет его намагниченности, измеряемой при 24°C .

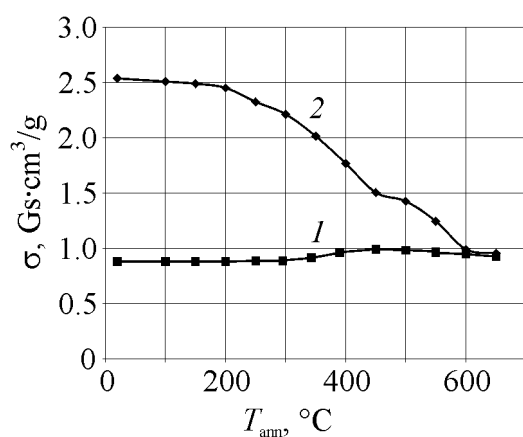


Рис. 2. Зависимость удельной намагниченности образцов σ сплава $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ в магнитном поле $H = 2.6$ кОе при температуре 24°C от температуры последовательного 30-минутного отжига $T_{\text{амп}}$ через 50°C : 1 – недеформированный сплав, 2 – деформированный до $e = 1.6$ ($\varepsilon = 97.7\%$)

Обсуждение полученных результатов [6] приводит к выводу, что объяснить наблюдаемое изменение магнитных свойств можно только перераспределением атомного состава, которое инициируется большим количеством деформационных вакансий и междоузлий. Как известно [6], точечные дефекты радиационного происхождения воздействуют на перераспределение легирующих элементов в аустенитных никелевых и хромоникелевых сталях. Причины подобного влияния состоят в том, что то-

чечные дефекты, образованные в результате радиационного воздействия или сильной пластической деформации, движутся к стокам (границам зерен и фрагментов, дислокациям). Междоузельные атомы с разными радиусами имеют различную подвижность, что вызывает обогащение стоков более «подвижными элементами». С другой стороны, навстречу потокам вакансий возникает противоток (от стоков) легирующих элементов, мигрирующих с различными скоростями. Результирующий эффект заключается в обогащении или обеднении областей стоков точечных дефектов никелем, хромом, железом.

С целью проверки теоретических предсказаний, а также, возможно, обнаружения в этом случае кластеров, обогащенных никелем, нами проведены исследования сплава $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$, деформированного при ВП. На рис. 3 показана зависимость намагниченности от магнитного поля при температуре 22°C после различных обработок сплава. Его температура Кюри $\sim 40^\circ\text{C}$, и при комнатной температуре он парамагнитный. Можно видеть близость кривых для закаленного состояния и для деформированного ВП до $e = 3$ при 300°C . Прямолинейная зависимость удельной намагниченности от магнитного поля свидетельствует о парамагнитном состоянии сплава, закаленного и деформированного ВП. По данным электронной микроскопии (рис. 4), после ВП ($e = 3$) зерна сплава $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$ вытянуты, средняя длина зерен близка к $1 \mu\text{m}$, а ширина – к $\sim 0.2 \mu\text{m}$.

На рис. 5 приведена удельная намагниченность сплава $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$ после ВП ($e = 3$) при 300°C , измеренная при разных температурах (от 19 до 202°C). Все зависимости намагниченности от поля прямолинейны, что свидетельствует об отсутствии парамагнитного поведения сплава X11H30 в недеформированном состоянии. По данным рис. 6 видно практически полное совпадение температурных зависимостей намагниченности в фиксированном магнитном поле обоих состояний (кривые 2 и 3). Таким образом, повышение температуры деформации ($e = 3$) до 300°C вообще не вызывает появления ферромагнитных кластеров, хотя теоретические расчеты предсказывают обратное [5].

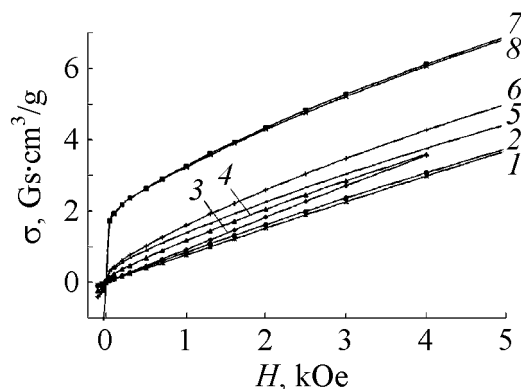


Рис. 3. Зависимость удельной намагниченности σ от магнитного поля H сплава $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ при $T = 22^\circ\text{C}$ после различных обработок: 1 – $e = 0$; 2 – $e = 3$ (300°C); 3 – $e = 3$ (300°C) + отжиг (650°C , 30 min); 4 – $e = 2.0$ (20°C); 5 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (95°C); 6 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (0°C); 7 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (95°C) + 3.1 (20°C); 8 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (95°C) + 3.1 (20°C) + 77 K

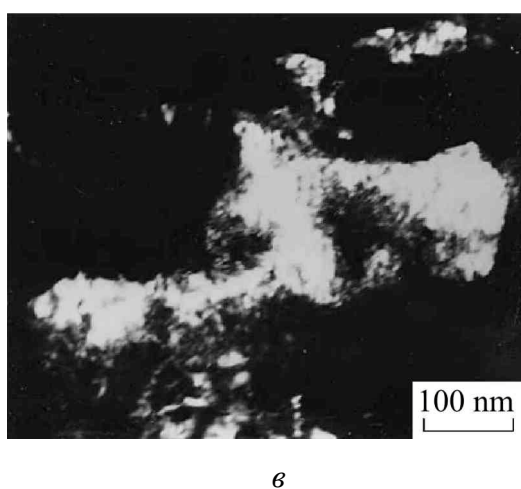
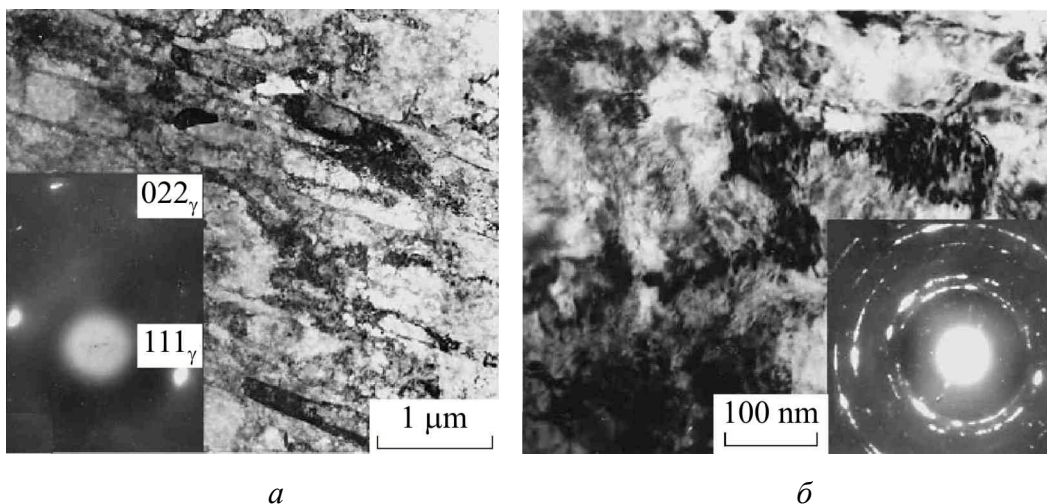


Рис. 4. Структура и микроэлектронограммы сплава $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ после ВП ($e = 3$) при 300°C (а) и сплава X12H30 после ИПД ($e = 4$) при 20°C (б – светлопольное, в – темнопольное изображения)

Рис. 5. Зависимость удельной намагниченности σ от магнитного поля H сплава $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ (ВП $e = 3$ при 300°C) при разных температурах измерения T , $^\circ\text{C}$: 1 – 19.3, 2 – 24.1, 3 – 42.2, 4 – 60.2, 5 – 80.8, 6 – 101.3, 7 – 120.0, 8 – 142.4, 9 – 159.9, 10 – 23.9 (160°C), 11 – 162.4, 12 – 202.5

Следует отметить, что степень деформации ВП ($e \approx 3$) при 300°C может быть недостаточной для формирования обогащенных никелем кластеров в сплаве $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$, поэтому на тех же образцах (закаленных после ВП) была проведена холодная деформация при 20°C . Как видно из рис. 6 (кривая 4), холодная (20°C) прокатка образца, закаленного после ВП, даже до меньшей степени деформации ($e = 2$) заметно изменяет вид кривой в малых полях, приводя к формированию ферромагнитных кластеров.

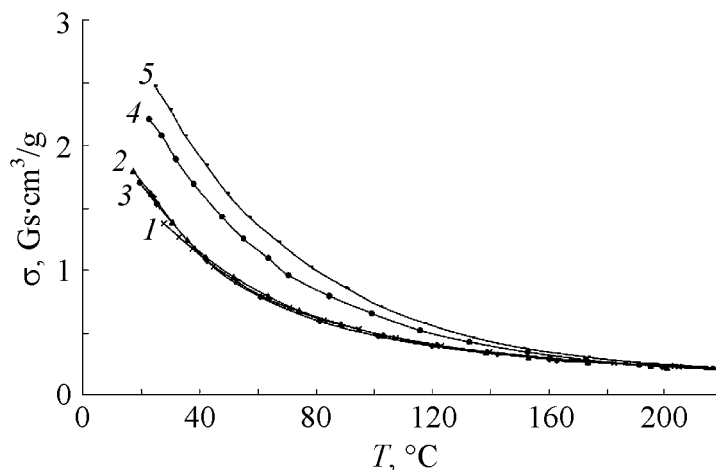


Рис. 6. Зависимость удельной намагниченности σ стали X12H30 от температуры T в фиксированном магнитном поле $H = 2.6$ кОе после различных степеней деформации: 1 – $e = 3$ (300°C) + закалка; 2 – $e = 3$ (300°C) + закалка, повтор; 3 – $e = 3$ (300°C); 4 – $e = 2$ (20°C) + 1.4 (95°C); 5 – 2 (20°C) + 1.4 (0°C)

Для уточнения влияния температуры деформации на перераспределение никеля в сплаве $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$ была проведена дополнительная деформация ($e = 2$) этих же образцов при строго фиксированных температурах, близких к 0 и 100°C соответственно в ледяной и кипящей воде. Дополнительная деформация ($\Delta e = 1.4$) при этих температурах вызывает еще больший изгиб кривых и увеличение намагниченности (рис. 6), что объясняется формированием ферромагнитных кластеров.

Из сравнения намагниченностей после дополнительной деформации при $T = 95^\circ\text{C}$ и $T = 0$ (кривые 4 и 5) можно сделать вывод о том, что чем ниже температура деформирования (в интервале 0–300°C), тем больше деформационно-индуцированное перераспределение никеля, которое при пониженной температуре ($T \approx 0$) можно объяснить деформационной генерацией вакансий и междоузельных атомов [5].

Более наглядно влияние температуры деформирования проявляется на температурной зависимости намагниченности в фиксированном магнитном поле. Заметна повышенная намагниченность сплава $\text{Fe}_{59}\text{Ni}_{30}\text{Cr}_{11}$ после деформации при $T = 0$ (кривая 5), которая уменьшается в процессе деформации при 95°C (кривая 4) и совсем исчезает в условиях деформации ВП при 300°C (кривая 3). Никакого температурного гистерезиса в интервале температур от комнатной до 220°C не обнаружено, кривые полностью совпадают при нагреве и охлаждении.

Эксперименты свидетельствуют, что предсказанные теорией увеличение сегрегаций никеля на стоках и, следовательно, значительное повышение намагниченности образцов с ростом температуры деформации не подтвердилось, несмотря на повышенную диффузионную подвижность.

Приведенные теоретические рассуждения основаны на предположении, что сегрегационные процессы, протекающие при радиационном облучении

и при ИПД, можно описать одними и теми же уравнениями [4,5]. Однако совершенно очевидно, что эти процессы кардинально различаются. Во-первых, время сегрегации при облучении значительно больше времени протекания сегрегационных процессов при ИПД. Следовательно, совершенно недостаточно сказать здесь, что поточечная диффузия атомов и вакансий ускоряется за счет деформационных процессов. Необходимо либо уточнить механизм такого ускорения, либо искать другие механизмы сегрегации.

Во-вторых, вакансии действительно могут либо генерироваться, либо исчезать в больших количествах при ИПД при неконсервативном движении дислокаций. Однако необходимо учитывать влияние на эти процессы плотности дислокаций и вакансий, которое будет значительно слабее по сравнению с прямым влиянием дефектов большей «мощности» (дислокаций и границ зерен).

В соответствии с идеологией неравновесной эволюционной термодинамики [7–9] рассмотрим функционал внутренней энергии в виде [10]:

$$u(h_g, h_D) = \sum_{l=g,D} \left(-\frac{1}{2} D_l (\nabla h_l)^2 + \varphi_{0l} h_l - \frac{1}{2} \varphi_{1l} h_l^2 + \frac{1}{3} \varphi_{2l} h_l^3 - \frac{1}{4} \varphi_{3l} h_l^4 \right) + \varphi_{gD} h_g h_D, \quad (1)$$

где D_l – эффективные коэффициенты диффузии; φ_{kl} , φ_{gD} – некоторые коэффициенты, зависящие от равновесной переменной ε_{ij}^e как от управляющего параметра:

$$\varphi_{0l} = \varphi_{0l}^* + g_l \varepsilon_{ii}^e + \left(\frac{1}{2} \bar{\lambda}_l (\varepsilon_{ii}^e)^2 + \bar{\mu}_l (\varepsilon_{ij}^e)^2 \right), \quad (2)$$

$$\varphi_{1l} = \varphi_{1l}^* - 2e_l \varepsilon_{ii}^e,$$

где φ_{0l}^* , φ_{1l}^* , g_l , $\bar{\lambda}_l$, $\bar{\mu}_l$ и e_l – феноменологические параметры модели. Индексы g , D относятся к границам зерен и дислокациям соответственно. Для удобства дефекты H_l заменены их плотностями h_l , аналогично $S \rightarrow s$, $U \rightarrow u$. Несущественная константа в (1) опущена. Полиномиальное представление термодинамических потенциалов является классическим приемом равновесной и неравновесной термодинамики.

Варьируя функционал внутренней энергии, получим систему эволюционных уравнений для системы с неоднородным распределением плотностей дефектов

$$\begin{aligned} \frac{\partial h_D}{\partial t} &= \gamma_{h_D} (\Delta h_D + \varphi_{0D} - \varphi_{1D} h_D + \varphi_{gD} h_g), \\ \frac{\partial h_g}{\partial t} &= \gamma_{h_g} (\Delta h_g + \varphi_{0g} - \varphi_{1g} h_g + \varphi_{2g} h_g^2 - \varphi_{3g} h_g^3 + \varphi_{gD} h_D). \end{aligned} \quad (3)$$

Такой способ получения системы уравнений (3) является прямым обобщением техники функционала свободной энергии Ландау. Из записи данных

уравнений видно, что их дифференциальная часть в точности совпадает с диффузионными уравнениями для плотностей дислокаций и границ зерен. Отсюда следует, что «диффузия» этих дефектов может быть альтернативным механизмом массопереноса при ИПД, в том числе она может не через генерацию вакансий, а напрямую влиять на перенос компонентов сплава. Тем более, что высокая размерность этих дефектов делает их по определению более предпочтительными кандидатами в качестве эффективных агентов массопереноса.

Для начала проверим, как работают уравнения (3) сами по себе, безотносительно к разделению компонентов сплава. Для расчетов использовали следующие параметры (обоснование методики выбора параметров однородной модели см., напр., в [9,11]): $\varphi_{0D}^* = 5 \cdot 10^{-9} \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$, $\varphi_{1D}^* = 1.2 \cdot 10^{-24} \text{ J} \cdot \text{m}$, $g_D = 2 \cdot 10^{-8} \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$, $\bar{\mu}_D = 3.3 \cdot 10^{-4} \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$, $e_D = 6 \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{m}$, $\varphi_{0g}^* = 0.4 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$, $\varphi_{1g}^* = 2.8 \cdot 10^{-6} \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$, $\varphi_{2g} = 5.6 \cdot 10^{-13} \text{ J}$, $\varphi_{3g} = 3 \cdot 10^{-20} \text{ J} \cdot \text{m}$, $g_g = 12 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$, $\bar{\lambda}_g = 2.5 \cdot 10^5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$, $\bar{\mu}_g = 6.3 \cdot 10^5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$, $e_g = 3.6 \cdot 10^{-4} \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$, $\varphi_{gD} = 10^{-16} \text{ J}$, $D_D = 0.12 \cdot 10^{-29} \text{ J} \cdot \text{m}$, $D_g = 10^{-13} \text{ J} \cdot \text{m}^3$, $\gamma_{h_D} = 3 \cdot 10^{25} \text{ J}^{-1} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$, $\gamma_{h_g} = 10^6 \text{ J}^{-1} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$. Сечение образца в модели перпендикулярно его оси разбивали на 100×100 квадратных конечных элементов (размер стороны 0.1 mm), так что общее сечение образца составило $1 \times 1 \text{ cm}$. Начальное значение плотностей дефектов по всему сечению выбирали равным $h_{g0} = 0 \text{ m}^{-1}$, $h_{D0} = 10^{15} \text{ m}^{-2}$. В областях с номерами элементов $i = 25-40$ и $j = 25-40$ вводили неоднородность по границам зерен $h_{g0} = 7 \cdot 10^6 \text{ m}^{-1}$, а с номерами $i = 65-80$ и $j = 65-80$ – неоднородность по дислокациям $h_{D0} = 9 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ (рис. 7).

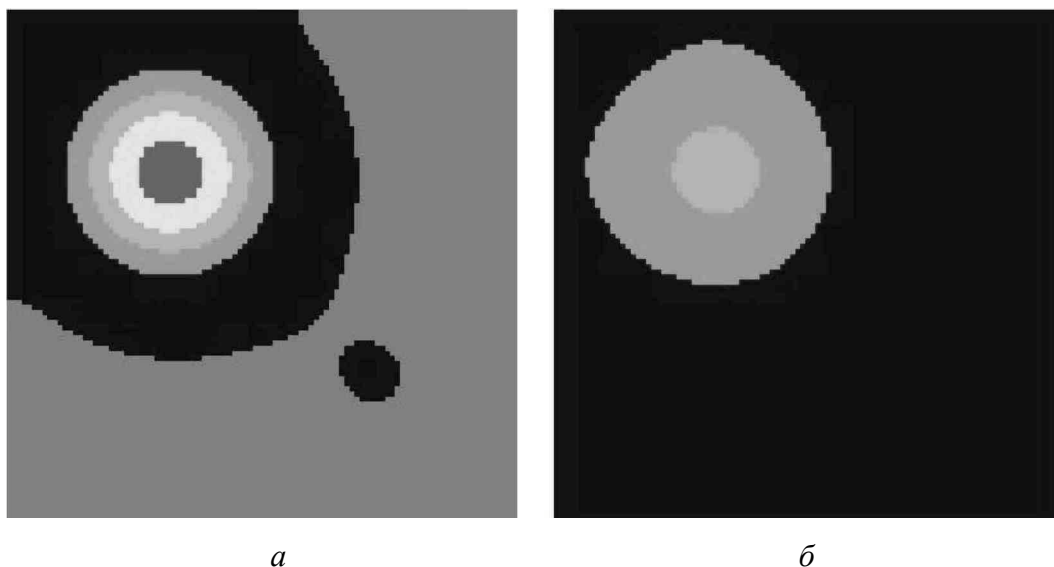


Рис. 7. Распределение плотностей границ зерен (а) и дислокаций (б) по сечению образца на 16000-м шаге эволюции (временной шаг равен $0.67 \cdot 10^{-3} \text{ s}$)

Из рис. 7 видно, что на 16000-м шаге эволюции начальные неоднородности стали расплзаться от места их первоначальной локализации. Причем при выбранных параметрах модели неоднородность по границам зерен фиксируется более явно и отражается на плане и границ зерен, и дислокаций, в то время, как неоднородность по дислокациям проявляется только на определенном шаге эволюции и только на плане границ зерен. В целом эволюция плотности границ зерен и дислокаций в процессе ИПД протекает в направлении достижения предельного стационарного состояния и гомогенизации плотностей этих дефектов в поперечном сечении образца.

Возникает вопрос, каким образом могут формироваться кластеры никеля или хрома в ходе ИПД. В силу скоротечности процесса поатомная диффузия, очевидно, не успевает внести существенный вклад в массоперенос этих компонентов. Но, с другой стороны, при движении границ зерен последние сами могут захватывать атомы этих компонентов, образуя обогащенные зоны. В еще большей степени это может быть отнесено к дислокациям, которые по определению обладают высокой подвижностью, могут аккумулировать в своих ядрах атомы никеля или хрома и переносить их на вновь образуемые границы.

Дальнейшее развитие теории может идти двумя путями. Во-первых, по аналогии с теорией [4,5], но лишь с тем различием, что вместо носителей диффузии будут рассматриваться не вакансии, а дислокации или даже границы зерен. Второй путь – это рассмотрение трехдефектной модели НЭТ, в которую войдут в той или иной степени точности учета все три дефекта – вакансии, дислокации и границы зерен. При этом массоперенос атомов никеля, хрома и железа будет также учтен по аналогии с моделированием химических реакций в теории самоорганизации [12].

Выводы

1. Обнаружено, что ИПД при комнатной температуре приводит к атомному расслоению твердых ГЦК-растворов стабильных хромоникелевых ГЦК-сплавов с образованием кластеров с повышенной температурой Кюри. Устранение концентрационной микронеоднородности, индуцированной холодной деформацией в сплаве $Fe_{59}Ni_{30}Cr_{11}$, начинается в процессе отжига при 200°C. Окончательное выравнивание состава происходит вследствие рекристаллизации γ -фазы при 600°C.

2. В ходе экспериментов показано, что предсказанные теорией увеличение сегрегаций никеля на стоках и, следовательно, значительное повышение намагниченности образцов после теплой деформации не подтвердились. Возможно, это обусловлено тем, что при температурах отжига 250°C и выше кластеры неустойчивы и растворяются диффузионным путем, полностью исчезая при 600°C.

3. Предложен новый механизм массопереноса в твердых телах, подвергнутых ИПД, основанный на учете вклада более крупных дефектов, таких как

дислокации и границы зерен. На основании этого механизма намечено два варианта обобщения теории для описания массопереноса и формирования кластеров.

1. *P.R. Okamoto, L.E. Rehn*, J. Nucl. Mater. **83**, № 1, 2 (1979).
2. *Ю.Г. Чукалкин, В.В. Петров, В.Р. Штириц*, Атомная энергия **65**, 254 (1988).
3. *А.И. Дерягин, В.А. Завалишин, В.В. Сагарадзе, А.Р. Кузнецов*, ФММ **89**, № 6, 82 (2000).
4. *А.Р. Кузнецов, С.А. Стариков, В.В. Сагарадзе, И.А. Степанов, В.А. Печенкин, М. Гирзиг*, ФММ **98**, № 3, 65 (2004).
5. *С.А. Стариков, А.Р. Кузнецов, В.В. Сагарадзе, В.А. Печенкин, И.А. Степанов*, ФММ **102**, № 2, 147 (2006).
6. *А.И. Дерягин, В.А. Завалишин, В.В. Сагарадзе, В.Н. Варюхин, Б.М. Эфрос*, Металлы № 6, 14 (2005).
7. *L.S. Metlov*, Phys. Rev. Lett. **106**, 165506 (2011).
8. *L.S. Metlov*, Phys. Rev. **E81**, 051121 (2010).
9. *L.S. Metlov*, Phys. Rev. **E90**, 022124 (2014).
10. *Л.С. Метлов*, Вісник Донецького університету, сер. А: Природничі науки вып. 2, 108 (2007).
11. *Л.С. Метлов*, Вісник Донецького університету, сер. А: Природничі науки вып. 2, 144 (2008).
12. *П. Гленсдорф, И. Пригожин*, Термодинамическая теория структуры, устойчивости и флуктуаций, Мир, Москва (1973).

V.M. Efros, A.I. Deryagin, L.S. Metlov, V.A. Ivchenko, N.B. Efros, V.N. Varyukhin

CONCENTRATION STRATIFICATION AND STRUCTURAL CHANGES IN THE Fe–Ni–Cr ALLOY AFTER THE WARM TWIST DEFORMATION

It was found that the effect of the deformation-induced redistribution of the elements in the Fe₅₉Ni₃₀Cr₁₁ alloy was reduced when the temperature of deformation increased from 0 to 300°C. The performed experiments have demonstrated that the theory-predicted increase in the nickel segregation at the sinks and the related substantial increase in magnetization, when the temperature increased, were not confirmed despite enhanced diffusion mobility.

Keywords: fcc-alloys, severe plastic deformation, stratification, ferromagnetic clusters

Fig. 1. Magnetic field dependence of the specific magnetization σ of the Fe₅₉Cr₁₁Ni₃₀ alloy at 24°C: *a* – the specific magnetization vs the magnetic field H after varied cold strain e : 1 – 0, 2 – 0.7, 3 – 1.6, 4 – 2.0, 5 – 3.1, 6 – 3.8, 7 – 6.0, 8 – 6.7, 9 – 7.4, 10 – 8.1, 11 – 8.8, 12 – 9.4; *b* – the specific magnetization vs the cold strain e ($H = 2.6$ kOe)

Fig. 2. Specific magnetization σ of the samples of the Fe₅₉Cr₁₁Ni₃₀ alloy in the magnetic field $H = 2.6$ kOe at the temperature of 24°C vs the temperature of the successive an-

nealing T_{ann} of 30-minutes long in 50°C: 1 – non-deformed alloy, 2 – the alloy deformed up to $e = 1.6$ ($\varepsilon = 97.7\%$)

Fig. 3. Magnetic field dependence of the specific magnetization σ of the $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ alloy at $T = 22^\circ\text{C}$ after the varied processing: 1 – $e = 0$; 2 – $e = 3$ (300°C); 3 – $e = 3$ (300°C) + anneal (650°C, 30 min); 4 – $e = 2.0$ (20°C); 5 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (95°C); 6 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (0°C); 7 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (95°C) + 3.1 (20°C); 8 – $e = 2.0$ (20°C) + 1.4 (95°C) + 3.1 (20°C) + 77 K

Fig. 4. Structure and micro-electron diffraction patterns of the $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ alloy after twist pressing ($e = 3$) at 300°C (a) and the X12H30 alloy after SPD ($e = 4$) at 20°C (b – bright-field image, c – dark-field image)

Fig. 5. Magnetic field dependence of the specific magnetization σ of the $\text{Fe}_{59}\text{Cr}_{11}\text{Ni}_{30}$ alloy (twist extrusion $e = 3$ at 300°C) at the varied measurement temperature T , °C: 1 – 19.3, 2 – 24.1, 3 – 42.2, 4 – 60.2, 5 – 80.8, 6 – 101.3, 7 – 120.0, 8 – 142.4, 9 – 159.9, 10 – 23.9 (160°C), 11 – 162.4, 12 – 202.5

Fig. 6. Temperature dependence of the specific magnetization σ of the X12H30 steel in the fixed magnetic field $H = 2.6$ kOe under varied strain: 1 – $e = 3$ (300°C) + quenching; 2 – $e = 3$ (300°C) + quenching, repetition; 3 – $e = 3$ (300°C); 4 – $e = 2$ (20°C) + 1.4 (95°C); 5 – 2 (20°C) + 1.4 (0°C)

Fig. 7. Cross-section distribution of the density of grain boundaries (a) and dislocations (b) at the 16000-th step of the evolution (the time step is $0.67 \cdot 10^{-3}$ s)