

ТЕХНИЧЕСКАЯ
ФИЗИКА

УДК 669.73'872:539.25

**АНАЛИЗ КРИСТАЛЛОГЕОМЕТРИИ ТЕТРАГОНАЛЬНОГО МАРТЕНСИТА
В СПЛАВАХ ИНДИЙ–КАДМИЙ МЕТОДОМ ДИФРАКЦИИ
ОБРАТНО ОТРАЖЁННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ**

Академик РАН В. М. Счастливцев, Ю. В. Хлебникова*, Д. П. Родионов, Л. Ю. Егорова

Поступило 20.08.2018 г.

Анализ с использованием метода дифракции обратно отражённых электронов показал, что при охлаждении ниже температуры мартенситного ГЦК→ГЦТ-превращения в сплаве In–4,5 мас.% Cd образуется пакетная структура, состоящая из колоний тетрагональных пластин-ламелей. На основании полученных данных можно заключить, что строение пакета, состоящего из двойниковых пластин, и строение отдельной мартенситной пластины, состоящей, в свою очередь, из субмикродвойников, подчиняется общим закономерностям. На каждом структурном уровне в группе соседних областей обнаруживаются структурные элементы трёх сортов, различающиеся направлением оси тетрагональности.

Ключевые слова: сплавы индия, фазовое превращение, тетрагональный мартенсит, электронная микроскопия, дифракция обратно отражённых электронов.

DOI: <https://doi.org/10.31857/S0869-5652486144-48>

Цветные металлы и сплавы, испытывающие $\gamma \rightarrow \alpha$, т.е. ГЦК → ГЦТ, мартенситное превращение при охлаждении, в том числе сплавы на основе индия, привлекают к себе внимание аномальным изменением некоторых физических и механических свойств в предпереходной (или предмартенситной) области состояний [1]. Тетрагональный мартенсит, формирующийся в этих сплавах, характеризуется наличием пакетной иерархии микродвойников (или *c*-доменов), развивающихся в результате различных вариантов сдвига $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$, образующих самоаккомодирующую с нулевой средней деформацией систему кристаллов с габитусами типа $\{110\}$. Несмотря на большое количество литературных данных, посвящённых изучению различных аспектов ГЦК ↔ ГЦТ мартенситных переходов [2–9], сведений о тонкой структуре мартенсита сплавов In–Cd на сегодняшний день недостаточно. В соответствии с диаграммой состояния системы In–Cd ГЦК → ГЦТ-превращение реализуется в концентрационной области от 0 до 4,7 ат.% Cd, при этом температура мартенситных переходов лежит ниже 100 °С [10]. Поэтому в процессе электронно-микроскопического исследования часто происходит быс-

трый разогрев фольги под электронным пучком, что инициирует развитие обратного ГЦТ → ГЦК-превращения и затрудняет фиксацию мартенсита.

С развитием новых методов анализа структуры, таких как метод дифракции обратно отражённых электронов (EBSD), появилась возможность анализа особенностей тонкой структуры мартенсита в сплаве In–4,5 мас.% Cd, сформировавшейся при непрерывном охлаждении закристаллизованного слитка ниже температуры фазового превращения, без использования просвечивающей электронной микроскопии. Метод EBSD, заключающийся в расшифровке картин Кикучи с помощью специализированной приставки фирмы EDAX к сканирующему электронному микроскопу FEI “Quanta-200”, позволяет с высокой точностью определять кристаллографическую ориентацию различных структурных элементов, например отдельных реек тетрагонального мартенсита в различных пакетах и зёрнах сплава In–4,5 мас.%Cd.

Результаты металлографического анализа структуры сплава In–4,5%Cd, демонстрирующие, что при ГЦК→ГЦТ-превращении в каждом зерне сформировалось несколько пакетов с различающимся направлением мартенситных кристаллов, представлены ранее в нашей работе [2].

Поскольку исследуемый литой сплав In–4,5 мас.% Cd находится в крупнокристаллическом состоянии, то и отдельные мартенситные пластины в пакете

*Институт физики металлов им. М.Н. Михеева
Уральского отделения Российской Академии наук,
Екатеринбург*

**E-mail: yulia_kh@imp.uran.ru*

довольно крупные. Ширина мартенситных пластин в различных участках образца составляет величину от ~2,5 до 20 мкм. Благодаря такому размеру структурных элементов текстурные максимумы на полюсных фигурах легче соотнести с отдельными мартенситными пластинами, от которых они получены. К тому же становится возможным в пределах отдельной пластины провести измерения разориентировки элементов внутренней субструктуры. Съёмку EBSD-микрокарт осуществляли с группы пластин мартенсита, принадлежащих одному пакету, а также с области стыка двух пакетов. Участки съёмки вы-

бирали таким образом, чтобы все анализируемые ориентации мартенсита принадлежали одному зерну, т.е. одной ориентировке исходного ГЦК-аустенита.

На рис. 1а приведена ориентационная EBSD-микрокарта фрагмента структуры, содержащего пластины мартенсита, принадлежащие двум пакетам, обозначенным I и II. Каждый пакет состоит из группы параллельных мартенситных пластин, что особенно хорошо видно на изображении структуры (Image Quality), восстановленном по линиям Кикучи (рис. 1б). Условная граница между пакетами обозначена штриховой линией на рис. 1б. Следует от-

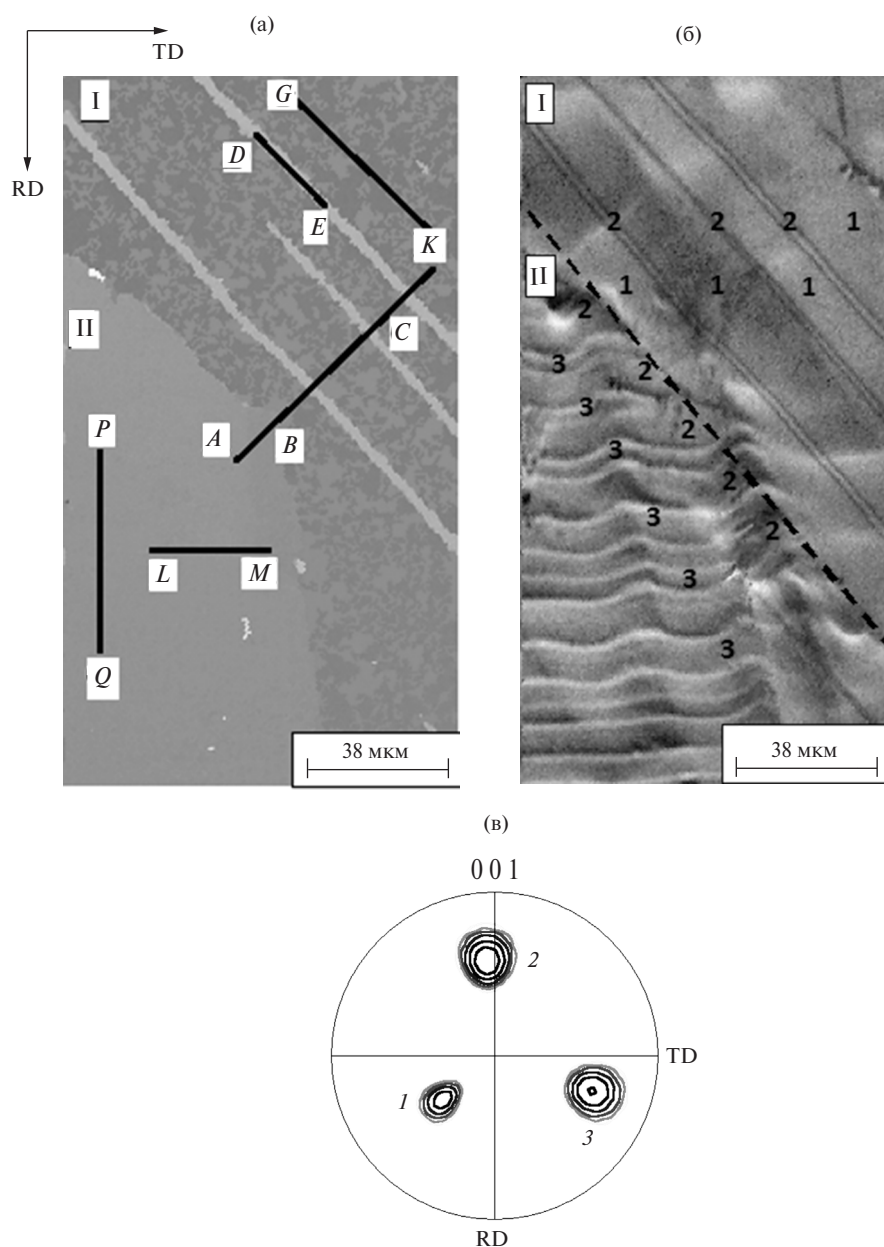


Рис. 1. Результаты EBSD-анализа сплава In-4.5%Cd: а — ориентационная микрокарта; б — изображение структуры, восстановленное по линиям Кикучи; в — полюсная фигура (001) со всего участка на структурной микрокарте.

метить, что мартенситные пластины на структурных микрокартах часто имеют “волнистые” границы. Это связано с пластической деформацией поверхностных слоёв металла в процессе механической подготовки поверхности образца для исследования, так как сплав обладает чрезвычайно низкими механическими свойствами. Микротвёрдость сплава в литом состоянии составляет не более 80 МПа, причём это значение весьма приблизительное, поскольку не удаётся получить достаточно чёткого отпечатка пирамидки без “смазанных” границ даже при использовании нагрузки 10 г.

На полюсной фигуре (001), снятой со всего фрагмента, присутствуют три ярко выраженных текстурных максимума, обозначенные цифрами 1, 2 и 3 (рис. 1в). Угловое расстояние между текстурными максимумами на полюсной фигуре составляет почти 90° , что с учётом небольших тетрагональных искажений решётки мартенсита соответствует углом между осями [100], [010] и [001] в решётке исходного ГЦК-аустенита. Для определения ориентации отдельных мартенситных пластин проводили съёмку полюсных фигур (001) с локальных участков в пределах одной пластины. Нумерация пластин в обоих пакетах соответствует их ориентации и нумерации текстурных максимумов на полюсной фигуре.

Положения текстурных максимумов (001) для соседних мартенситных пластин в пакете I отличаются на 90° , следовательно, в пакете содержатся чередующиеся через одну мартенситные пластины с разным направлением оси тетрагональности c_1 и c_2 . Для пакета II наблюдается подобная картина, только чередуются мартенситные пластины с направлениями осей тетрагональности c_2 и c_3 . Были построены профили угловой разориентации структурных элементов при сканировании вдоль выбранных направлений на ориентационной микрокарте рис. 1а. Линии AC и PQ приблизительно перпендикулярны ширине мартенситных пластин в пакетах I и II, линии DE , LM и GK — вдоль мартенситных пластин. При пересечении границы между пластинами мартенсита в обоих пакетах измеренная угловая разориентация составляет около 90° (рис. 2а). Небольшие отклонения от точного значения обусловлены тетрагональностью мартенсита и имеющейся разориентацией вдоль мартенситной пластины.

Оценка разориентации по длине одной из мартенситных пластин из пакета I показана на рис. 2б. Среднее значение разориентации составляет $0,28^\circ$, максимальное — $0,64^\circ$. Профиль разориентации

вдоль линии LM , относящийся к пакету II, также демонстрирует разориентацию менее 1° .

Итак, положения трёх текстурных максимумов (001) для всех ориентаций мартенситных пластин в двух соседних пакетах отличаются на 90° , при этом в пакете I содержатся мартенситные пластины с направлениями осей тетрагональности c_1 и c_2 , а в соседнем пакете II — c_2 и c_3 . Размытие текстурных максимумов на полюсной фигуре связано с име-

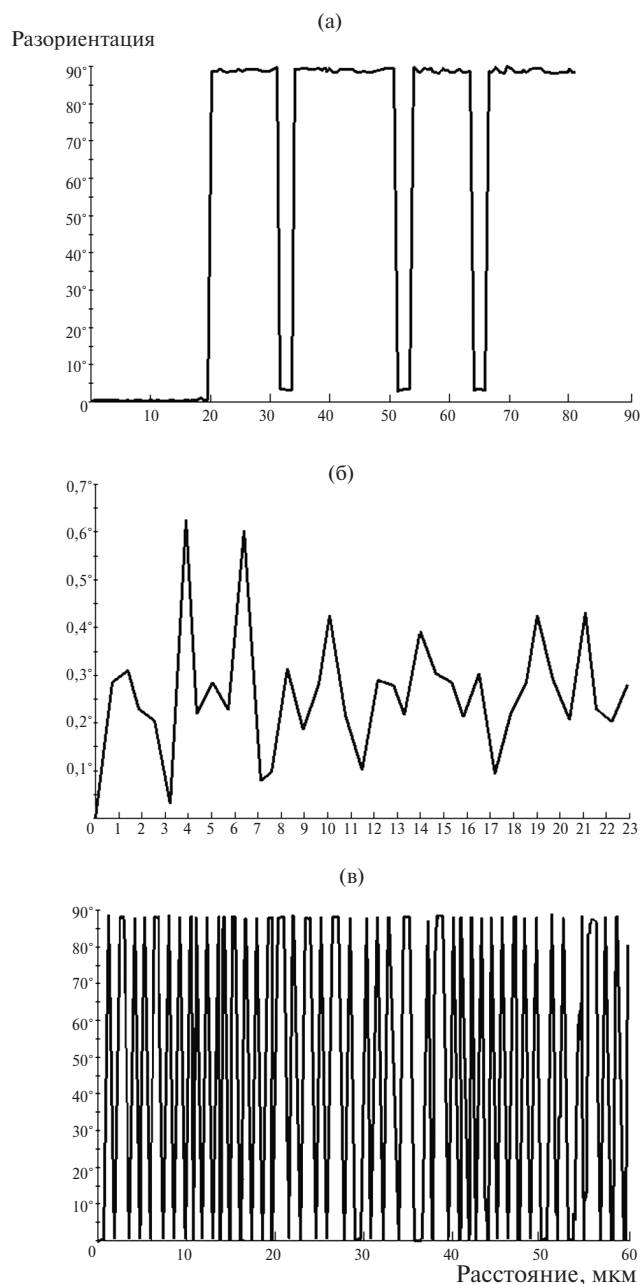


Рис. 2. Профили разориентации структурных элементов вдоль выбранных направлений в соответствии с рис. 1а: а — AC , отрезок AB в пакете II, отрезок BC в пакете I; б — DE ; в — GK .

ющей разориентацией в пределах 5° мартенситных пластин, имеющих одно направление тетрагональности, но находящихся в разных пакетах. Отрезок AB линии AC на рис. 1а, относящийся к пластинам мартенсита из пакета II с осью тетрагональности c_2 , имеет разориентировку $\sim 4^\circ$ с ориентацией пластин из пакета I с той же осью тетрагональности c_2 .

Широкие пластины мартенсита ориентации I в пакете I имеют неоднородный оттенок на EBSD ориентационной микрокарте (рис. 1а). При сканировании вдоль этой мартенситной пластины (линия GK) оказалось, что такая разница в оттенке соответствует угловой разориентации $\sim 90^\circ$, как и разориентация между соседними пластинами (рис. 2в). Это означает, что крупные мартенситные пластины состоят, в свою очередь, из более мелких субмикродвойниковых пластинок, расположенных почти перпендикулярно длине мартенситной пластины, в которых, как и в крупных пластинах, направление оси тетрагональности меняется через одну. В зависимости от угла выхода пластины на поверхность образца, при съёмке ориентационных EBSD-микрокарт не всегда есть возможность получить качественные линии Кикучи от субмикродвойниковых пластинок мартенсита и определить их ориентацию.

Рассмотрим феноменологическую картину трансформации кристаллической решётки в процессе ГЦК \rightarrow ГЦТ-перехода. Превращение начинается с образования микроучастка тетрагональной фазы, так называемого элементарного c -домена, в котором ось тетрагональности параллельна одному из кристаллографических направлений $\langle 100 \rangle$ исходной ГЦК-фазы. Геометрические условия, которым должны удовлетворять структура таких элементарных c -доменов и их внешняя форма, чтобы внутренние напряжения в кристалле были минимальны, подробно описаны в [11]. Показано, что при образовании доменного кристалла новой фазы оптимальной формой будет пластина с малым отношением толщины к другим линейным размерам. Фазовое превращение ГЦК \rightarrow ГЦТ в сплаве In–4,5 мас.% Cd протекает при температуре примерно 100°C , что в значительной степени обуславливает низкую скорость роста зародышей упорядоченной фазы в форме пластин с тетрагональной структурой, и стимулирует зарождение в прилегающих областях пластин с другой ориентацией оси тетрагональности. Сопряжение пластин происходит по плоскостям кристаллографического типа $\{110\}$. Формирование многоуровневой полидоменной структуры при превращении кубической решётки в тетрагональную с малыми объёмными изменениями позволяет достичь наи-

более полной компенсации возникающих при фазовом превращении напряжений [11].

Известно, что в решётке тетрагонального мартенсита существует 24 кристаллографически эквивалентных системы двойникового сдвига, из которых 12 являются вариантами ориентационных соотношений: $(111)_{\text{ГЦК}} \parallel (111)_{\text{ГЦТ}}$; $[01\bar{1}]_{\text{ГЦК}} \parallel [011]_{\text{ГЦТ}}$, а остальные — двойники от этих 12. Одна система параллельных мартенситных пластин может содержать до 8 ориентаций [12]. При этом все кристаллографические ориентировки образующихся мартенситных кристаллов с ГЦТ-решёткой группируются в пакеты, чередуясь через один по направлению оси тетрагональности.

На основании полученных данных можно заключить, что строение пакета, состоящего из двойниковых пластин, и строение отдельной мартенситной пластины, состоящей, в свою очередь, из субмикродвойников, подчиняется общим закономерностям. На каждом структурном уровне в группе соседних областей (пакетов, составляющих пакет крупных пластин, а также субмикродвойниковых пластин) обнаруживаются структурные элементы трёх сортов, различающиеся направлением оси тетрагональности.

Структурные исследования на микроскопе FEI “Quanta-200” выполнены в отделе электронной микроскопии ЦКП “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” Института физики металлов УрО РАН.

Источник финансирования. Работа выполнена в рамках государственного задания по темам “Давление” Г.р. № АААА-А18–118020190104–3 и “Структура” Г.р. № АААА-А18–118020190116–6.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Пушин В.Г., Кондратьев В.В., Хачин В.А. Предпеходные явления и мартенситные превращения. Екатеринбург: УрО РАН, 1998. 368 с.
2. Хлебникова Ю.В., Егорова Л.Ю., Родионов Д.П., Казанцев В.А. Структура тетрагонального мартенсита в литом сплаве $\text{In}_{95,42}\text{Cd}_{4,58}$ // ЖТФ. 2017. Т. 87. № 11. С. 1665–1672.
3. Madhava M.R., Saunders G.A. An Ultrasonic Study of the Elastic Phase Transition in In–Cd Alloys // Phil. Mag. 1977. V. 36. № 4. P. 777–796.
4. Brodt M., Lakes R.S. Viscoelastic Behaviour in Indium Alloys: InSn, InBi, InCd and InSnCd // J. Materials Sci. 1996. V. 31. P. 6577–6581.
5. Половов В.М., Понятовский Е.Г. О термодинамике фазовых переходов ГЦТ \rightarrow ГЦК в сплавах индия // ЖЭТФ. 1973. Т. 64. В. 3. С. 937–945.

6. *Koyama Y., Nittono O.* Mechanism of the Phase Transformations in Indium Solid Solutions // J. Jap. Inst. Metals. 1981. V. 45. № 9. P. 869–877.
7. *Nittono O., Koyama Y.* Cubic-Tetragonal Transformation and Shape Memory Behavior in Indium-Thallium and Indium-Cadmium Alloys // Trans. JIM. 1982. V. 23. № 6. P. 285–295.
8. *Nittono O., Koyama Y.* Crystal Structures and Phase Transformations in Indium Rich Solid Solutions // Sci. Rept. RITU. 1981. V. A29. Suppl. 1. P. 53–60.
9. *Koyama Y., Ukena T., Nittono O.* Phase Transformations and Shape Memory Effect in Indium Lead Alloys // J. Jap. Inst. Metals. 1980. V. 44. P. 1431–1439.
10. *Вол А.Е., Каган И.К.* Строение и свойства двойных металлических систем. Т. 3. Системы золота, индия, иридия, иттербия и иттрия. М.: Наука, 1976. С. 321–328.
11. *Ройтбурд А.Л.* О доменной структуре кристаллов, образующихся в твердой фазе // ФТТ. 1968. Т. 10. В. 12. С. 3619–3627.
12. *Класен-Неклюдова М.В.* Механическое двойникование кристаллов. М.: Изд-во АН СССР, 1960. 264 с.

ANALYSIS OF THE CRYSTALLOGEOMETRY OF TETRAGONAL MARTENSITE IN INDIUM-CADMIUM ALLOYS BY THE METHOD OF ELECTRON BACK SCATTERING DIFFRACTIONS

**Academician of the RAS V. M. Schastlivtsev, Yu. V. Khlebnikova,
D. P. Rodionov, L. Yu. Egorova**

*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
Ekaterinburg, Russian Federation*

Received August 20, 2018

It was shown in the work using electron back scattering diffractions analysis that when cooling lower than temperature of the martensitic fcc-hct transformation in the alloy In – 4.5 wt% Cd a packet structure is formed consisting of colonies of tetragonal lamella plates. At the next packages there are always three grades of the plates of a tetragonal martensite which are in twinning situation and differing with the direction of the tetragonality axis. Each martensitic plate consists in turn of a set of more shallow submicrotwinning plates alternating in the direction of an axis of tetragonality. On the basis of the obtained data it is possible to conclude that the structure of the package consisting of twinning plates and the structure of the separate martensitic plate consisting, in turn, of submicro-twins submits to the general regularities. At each structural level in group of the neighboring areas the building blocks of three grades differing with the direction of a tetragonality axis are found.

Keywords: indium alloys, phase transition, tetragonal martensite, electron microscopy, electron back scattering diffractions.