

Proceedings of the  
International meeting



**issue 22**

**Ordering in Minerals  
and Alloys**

**22-th international meeting**

9 - 14 of September 2019  
Rostov-on-Don - Shepsi, Russia

Упорядочение в минералах и сплавах  
22-й международный симпозиум

**выпуск 22**

9 - 14 сентября 2019  
г. Ростов-на-Дону - пос. Шепси, Россия



## МАГНИТНЫЕ ГИСТЕРЕЗИСНЫЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТА $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Ni})_{75}\text{C}_{25}$ НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ МЕХАНОСИНТЕЗА И ПОСЛЕ ОТЖИГОВ

А.А. Чулкина, А.Л. Ульянов, А.И. Ульянов

Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН

426067, г. Ижевск, ул. Т. Барамзиной, 34

e-mail: ulyanov@udman.ru

С привлечением данных рентгеновской дифракции, мёссбауэровской спектроскопии исследовано изменение магнитных гистерезисных свойств сплава  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$  в процессе формирования фазового состава на различных этапах механосинтеза и последующих отжигов.

## MAGNETIC HYSTERESIS PROPERTIES OF $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Ni})_{75}\text{C}_{25}$ NANOCOMPOSITE AT DIFFERENT STAGES OF MECHANOSYNTHESIS AND AFTER ANNEALING

A.A. Chulkina, A.L. Ulyanov, A.I. Ulyanov,

Udmurt Federal Research Center UB RAS

34 Baramzinoy st., Izhevsk, 426067, Russia

e-mail: ulyanov@udman.ru

Changes in the magnetic hysteresis properties of  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$  alloy in the course of phase formation at different stages of mechanical synthesis and subsequent annealing have been studied using X-ray diffraction and Mössbauer spectroscopy data.

### Введение

Для определения фазового и структурного состояния сплавов чаще всего используют методы рентгеновской дифракции. Если в их составе после термической обработки находятся и ферромагнитные, и парамагнитные фазы, то мёссбауэровские и магнитные исследования позволяют получать более полную информацию о состоянии сплавов. В настоящей работе исследовано влияние структурно-фазового состояния механосинтезированного в течение различного времени с последующими отжигами композита состава  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$  на такие магнитные характеристики, как удельная намагниченность насыщения  $\sigma_s$  и коэрцитивная сила  $H_c$ . Для определения магнитного состояния фаз использовался метод мёссбауэровской спектроскопии.

### Эксперимент

Образцы состава  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$  были получены механосинтезом (МС) порошков карбонильного железа марки ОСЧ 13-2 чистотой 99.98%, никеля и хрома чистотой 99.9%, графита чистотой 99.99% в шаровой планетарной мельнице "Pulverisette-7" в атмосфере аргона в течение 2-16 ч. Отжиг порошковых образцов проводили в течение 1 часа в защитной среде. Измерение магнитных характеристик образцов проводили на вибрационном магнитометре с максимальным намагничивающим полем 13 кА/см. Мёссбауэровские спектры снимали при комнатной температуре на спектрометре ЯГРС-4М в режиме постоянных ускорений с источником резонансного  $\gamma$ -излучения  $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$ .

### Результаты и обсуждение

Эволюцию фазового состава в процессах механического синтеза и отжигов нанокompозита  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$  подробно исследовали в [1]. Согласно приведенным на рис. 1 данным рентгенофазового анализа, образцы, полученные в течение 2-16 ч механосинтеза, имеют в своем составе 3-43 об. %  $\alpha$ -Fe и аморфную фазу в количестве 40-62 об. %. Порошки легирующих элементов измельчаются и переходят в наноструктурное состояние постепенно. Близкое к однородному распределение в фазах Cr и Ni удается получить только при  $t_{\text{MC}} = 8-16$  ч. Хром преимущественно растворяется в карбидных фазах, а никель – в аморфной фазе и феррите. Формирование механосинтезированных карбидов начинается только после  $t_{\text{MC}} > 2$  ч.



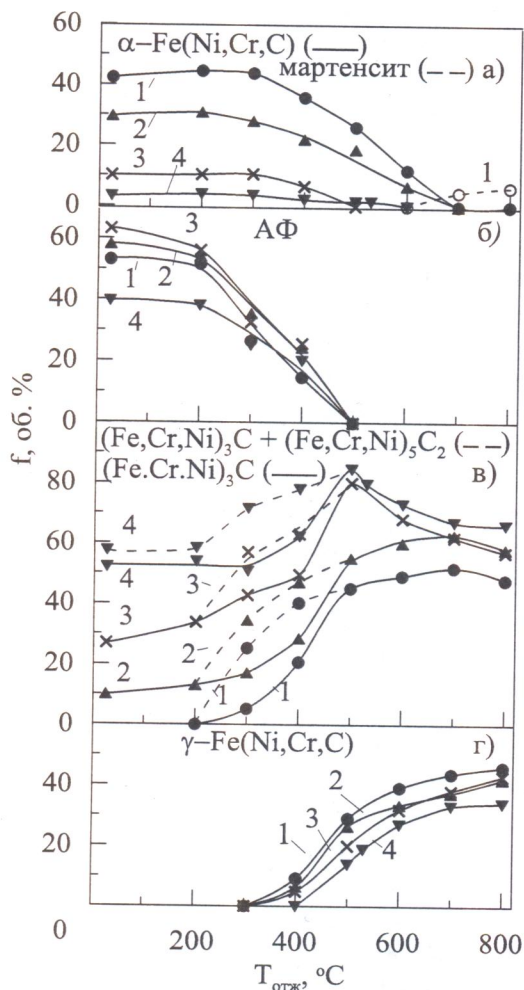


Рис. 1. Зависимость фазового состава от температуры отжига: а) —  $\alpha$ -Fe(Ni,Cr,C) и мартенсит; б) — аморфная фаза; в) — цементит  $(\text{Fe,Cr,Ni})_3\text{C}$  и суммарный вклад от цементита  $(\text{Fe,Cr,Ni})_3\text{C}$  и  $\chi$ -карбида  $(\text{Fe,Cr,Ni})_5\text{C}_2$ ; г) —  $\gamma$ -Fe(Ni,Cr,C) в композитах  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$ , полученных при механосинтезе в течение  $t_{\text{мс}}$ : кривая 1 — 2; 2 — 4; 3 — 8; 4 — 16 ч

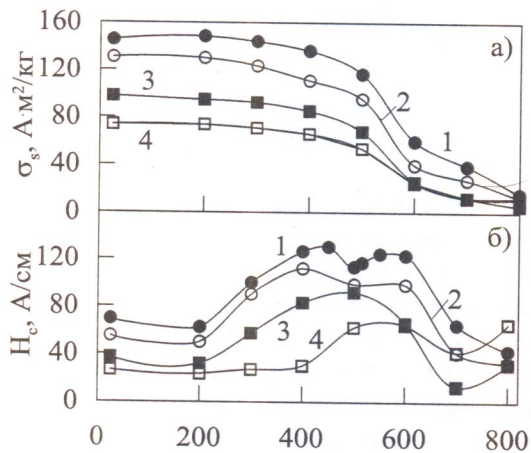


Рис. 2. Зависимости удельной намагниченности насыщения  $\sigma_s$  (а) и коэрцитивной силы  $H_c$  (б) от температуры отжига  $T_{\text{отж}}$  образцов сплава состава  $(\text{Fe}_{0.8}\text{Cr}_{0.1}\text{Ni}_{0.1})_{75}\text{C}_{25}$ , полученного механосинтезом в течение: кривая 1 — 2; 2 — 4; 3 — 8; 4 — 16 ч.

На рис. 1 также приведен фазовый состав образцов с  $t_{\text{мс}} = 2-16$  ч после отжигов. Структурно-фазовые изменения, происходящие в процессе МС и отжигов, отражаются на магнитных гистерезисных свойствах полученных образцов.

На рис. 2а и 2б представлены зависимости от температуры отжига удельной намагниченности насыщения  $\sigma_s$  и коэрцитивной силы  $H_c$  исследуемых образцов. Намагниченность  $\sigma_s$  образцов после МС уменьшается с повышением времени помола. При малых временах МС основной вклад в формирование величины удельной намагниченности насыщения  $\sigma_s$  вносит  $\alpha$ -Fe (рис. 1а, кривая 1), а при больших — карбиды (рис. 1в, кривая 4). Намагниченность насыщения легированных хромом карбидов уступает  $\sigma_s$  нелегированных, так как атомы Cr имеют антиферромагнитное упорядочение с атомами Fe.

Отжиги при температурах  $(200-300)^\circ\text{C}$  слабо изменяют значения  $\sigma_s$ . Уменьшение  $\sigma_s$  из-за снижения содержания аморфной фазы (рис. 1б) нивелируется одновременным ростом содержания карбидов (рис. 1в). Удельные намагниченности насыщения этих фаз близки. После отжигов при  $T_{\text{отж}} \geq 400^\circ\text{C}$   $\sigma_s$  интенсивно снижается за счет уменьшения содержания  $\alpha$ -Fe в составе образцов, а также изменения легирования фаз, что приводит к смещению в сторону отрицательных температур точек Кюри карбидов и формирующегося  $\gamma$ -Fe(Ni,C).

Получить дополнительную информацию о магнитном состоянии той или иной фазы при комнатной температуре (температуре измерения  $\sigma_s$ ) можно из данных мёссбауэровской спектроскопии. Были сняты мёссбауэровские спектры и построены функции  $P(H)$  для образцов с  $t_{\text{мс}} = 2$  ч, отожженных при температурах  $500-800^\circ\text{C}$ . Дискретная обработка спектров показывает, что после отжига при  $500^\circ\text{C}$  до 35 % от всего количества атомов железа находится в твердом растворе никеля в  $\alpha$ -Fe, максимум функции  $P(H)$  которого лежит в поле  $H \approx 335$  кЭ. Цементит легирован неоднородно. Свыше 23 % атомов Fe находится в практически нелегированном ( $H \approx 202$  кЭ) и до 3 % — в парамагнитном (при комнатной температуре) цементите. Остальной цементит имеет промежуточное (в основном незначительно хромом) легирование и является ферромагнитным при комнатной температуре. Формирующийся аустенит неоднороден по содержанию никеля. Из дискретной обработки мёссбауэровского спектра получена оценка доли атомов Fe в ферромагнитной



составляющей такого аустенита 17 %. Его функция  $P(H)$  лежит в широком интервале полей от 50 до 300 кЭ [2]. Более 4 % атомов железа находятся в парамагнитном аустените ( $H \approx 0$ ). По нашему мнению, ферромагнитный высоконикелевый аустенит выделяется из остатков аморфной фазы. Парамагнитный при комнатной температуре аустенит, скорее всего, начинает формироваться из феррита, в котором может находиться до 20-25 ат. % Ni [3]. Такая большая концентрация атомов Ni в феррите возможна благодаря способу получения сплава, т.е. механосинтезу.

После отжига образцов при  $T_{отж} > 500^\circ\text{C}$  постепенно повышаются доли атомов Fe в парамагнитных аустените и цементите. Так, после отжига при  $800^\circ\text{C}$  они равны  $\approx 38$  и 52 %, соответственно. Остальные атомы железа находятся в ферромагнитных при комнатной температуре фазах, мартенсите и аустените, причем из них только 1,5 % - в аустените.

Повышение времени механосинтеза и отжига вносят свои коррективы, как в фазовый состав (рис. 1), так и в магнитное состояние фаз (рис. 2а). Частицы порошка становятся близкими по фазовому составу, а фазы легированы более однородно. В образце с  $t_{мс} = 16$  ч, отожженном при  $500^\circ\text{C}$ , согласно мёссбауэровским данным уже 61 % атомов Fe находятся в парамагнитном цементите. Остальные атомы железа - в ферромагнитных аустените и цементите. Аустенит сильно легирован никелем. На это указывает распределение сверхтонкого магнитного поля  $P(H)$  с максимумом в области  $H \approx 300$  кЭ. Цементит в основном легирован хромом и его температура Кюри значительно ниже  $T_C$  нелегированного цементита, но еще выше комнатной. Об этом говорит широкое распределение функции  $P(H)$  в полях ниже 160 кЭ. После отжига при  $600^\circ\text{C}$  доля атомов Fe в цементите с  $T_C < T_{комн}$  составляет более 75 %, а в аналогично отожженном образце с  $t_{мс} = 2$  ч - меньше в 3,5 раза. Доли атомов Fe в парамагнитном аустените у таких образцов близки и составляют 20-25 %.

Коэрцитивная сила характеризует структурно-фазовое состояние образцов. Рассмотрим подробнее формирование зависимости  $H_c(T_{отж})$  для сплава, полученного в течение 2 ч МС. Согласно рис. 1в (кривая 1), при температуре  $300^\circ\text{C}$  начинается интенсивная кристаллизация аморфной фазы с образованием карбидов. Из [1] и мёссбауэровских данных следует, что эти карбиды практически нелегированы. Коэрцитивная сила нелегированных карбидов в механосинтезированном и отожженном состояниях изменяется от  $\approx 80$  до 240 А/см [4]. При  $T_{отж} > 300^\circ\text{C}$  увеличение объемного содержания таких карбидов в составе образца приводит к повышению  $H_c$ . В отожженных механосинтезированных сплавах, состоящих в основном из нелегированного цементита и небольшого количества  $\alpha$ -Fe, зависимость  $H_c(T_{отж})$  имеет максимум в области температуры  $500^\circ\text{C}$ . Это связано с восстановлением при отжиге константы магнитокристаллической анизотропии механосинтезированного цементита, снятием внутренних напряжений. Обсуждаемая зависимость для  $t_{мс} = 2$  ч имеет минимум при этой температуре. Значение  $H_c$  образца в области  $T_{отж} = 500^\circ\text{C}$  снижается из-за появления в составе образца новой фазы - легированного, в основном никелем, аустенита. Распределение легирующих элементов, в частности никеля, между частицами порошка на этом этапе МС очень неоднородно. Поэтому при температурах ( $400$ - $500$ ) $^\circ\text{C}$ , согласно фазовой диаграмме Fe-Ni, аустенит начнет сначала формироваться в самых богатых никелем частицах из остатков аморфной фазы после кристаллизации из нее карбидов, выделения графита и феррита. Коэрцитивная сила аустенита с содержанием никеля 30-50 % по [5] составляет 1-3 А/см. Его объемное содержание после отжига при  $T_{отж} = 500^\circ\text{C}$  уже  $> 30$  %. Появление в составе образца столь магнитомягкой фазы понижает его  $H_c$ .

Увеличение температуры отжига ( $T_{отж} \geq 550^\circ\text{C}$ ) приводит к формированию менее богатого никелем и более высококоэрцитивного аустенита, вследствие чего коэрцитивная сила образцов, отпущенных при  $T_{отж} = (550$ - $600)^\circ\text{C}$ , выше, чем отпущенных при  $500^\circ\text{C}$ . Но при повышенных температурах отжига также идет интенсивное снятие внутренних напряжений и дефектов кристаллического строения. При суммарном воздействии всех перечисленных факторов коэрцитивная сила образцов, отожженных при  $T_{отж} > 600^\circ\text{C}$ , понижается.

Рассмотрим зависимость  $H_c(T_{отж})$  для образцов, полученных в течение  $t_{мс} = 16$  ч (рис. 2б, кривая 4). Из рисунка видно, что после отжига таких образцов при температурах  $T_{отж} < 400^\circ\text{C}$  коэрцитивная сила изменяется незначительно и ее значение не превышает 30 А/см. Из [1] известно, что температура Кюри легированного в основном хромом цементита при таких температурах отжига  $T_C < 100^\circ\text{C}$ . Значит величина константы магнитной анизотропии К



## ТВЕРДОФАЗНЫЕ РЕАКЦИИ В МЕХАНОАКТИВИРОВАННЫХ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ FE-CR ПРИ ТЕРМООБРАБОТКЕ

**А.Л. Ульянов, В.Е. Порсев**

*Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН  
426067, г. Ижевск, ул. Т. Барамзиной, 34  
e-mail: ulyanov@udman.ru*

Методами рентгеновской дифракции и мёссбауэровской спектроскопии изучены твердофазные реакции в нанокристаллических сплавах Fe-Cr при термообработке. При изохронных отжигах механически сплавленных порошков Fe-Cr наноструктурное состояние сохраняется для всех образцов вплоть до температуры 700°C. Сплав Fe(80)Cr(20) имеет тенденцию к расслоению во всем интервале температур отжига. Отжиг всех образцов в диапазоне температур 400-500°C приводит к расслоению на обогащенные железом и обогащенные хромом области. При  $T_{отж} > 500^\circ\text{C}$  в образцах Fe(70)Cr(30) и Fe(60)Cr(40) наблюдается изменение тенденции в сторону ближнего упорядочения. Отжиг образцов Fe(52)Cr(48) приводит к образованию  $\sigma$ -фазы при  $T_{отж} \geq 600^\circ\text{C}$ .

### SOLID-STATE REACTIONS IN MECHANICALLY ACTIVATED NANOCRYSTALLINE FE-CR ALLOYS UPON THERMAL TREATMENT

**A.L. Ulyanov, V.E. Porsev**

*Udmurt Federal Research Center UB RAS  
34 Baramzinoy st., Izhevsk, 426067, Russia  
e-mail: ulyanov@udman.ru*

X-ray diffraction and Mössbauer spectroscopy were used to study solid-state reactions in Fe – Cr nanocrystalline alloys during heat treatment. It has been shown that nanostructured state is preserved in the course of isochronous annealing of all samples up to 700°C. The Fe(80)Cr(20) alloy has a tendency to separation over the whole temperature range. Annealing of all samples in the range of 400–500°C leads to separation into iron-rich and chrome-rich regions. At  $T_{ann} > 500^\circ\text{C}$ , the Fe(70)Cr(30) and Fe(60)Cr(40) samples reveal a tendency towards the short-range ordering. Annealing of Fe(52)Cr (48) powder leads to the formation of the  $\sigma$ -phase at  $T_{ann} \geq 600^\circ\text{C}$ .

#### Введение

В настоящее время хорошо известно, что наноструктурированные и нанокомпозитные материалы обладают уникальным сочетанием физико-химических свойств, в том числе и механических [1]. Однако при эксплуатации таких материалов в реальных условиях различные внешние воздействия, например, термические и радиационные, могут приводить к деградации свойств за счет рекристаллизации, структурной релаксации и структурно-фазовых превращений. ОЦК сплавы Fe-Cr являются основой ферритных сталей и рассматриваются в качестве возможных конструкционных материалов для оболочек ТВЭЛов реакторов на быстрых нейтронах, работающих в условиях облучения и при температурах до 700°C [2]. Однако, как было показано еще в середине прошлого века, структурная температурная нестабильность и, соответственно, охрупчивание этих сплавов в результате либо расслоения по механизмам зарождения и роста, спинодального распада, либо формирования  $\sigma$ -фазы [3] и упорядоченных структур существенно ограничивает область практического применения таких сплавов. Возникает вопрос, может ли формирование нановключений сигма-фазы в двухфазной области при меньших концентрациях Cr предотвратить рост зерна при термообработке и тем самым сохранить высокий уровень механических свойств, характерных для нанокристаллических сплавов? В литературе такие данные отсутствуют, поэтому для ответа на поставленный вопрос в качестве предварительного этапа в настоящей работе ставилась задача изучения процессов, протекающих при отжигах механически сплавленных нанокристаллических порошков Fe-Cr в интервале температур 400-700°C.

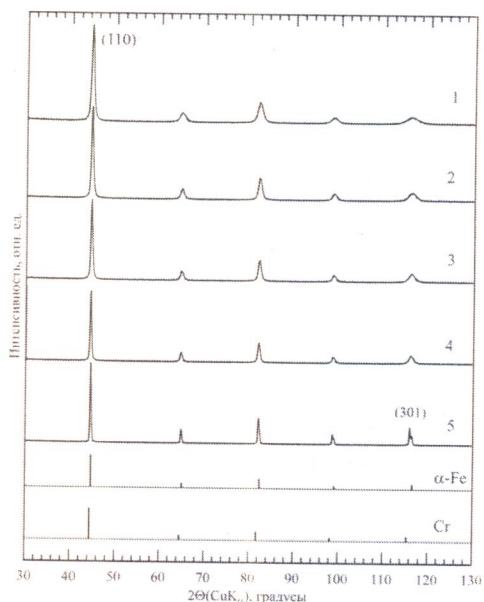


## Эксперимент

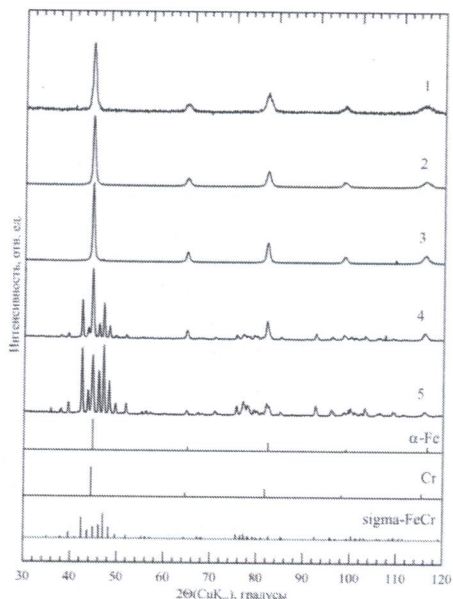
Исходные бинарные смеси в атомных соотношениях Fe:Cr – 80:20, 70:30, 60:40 и 52:48 – готовили из порошков Fe марки ОСЧ 13-2 (99.98%) и Cr марки 17X1M (99.7%). Механическое сплавление (МС) проводили в шаровой планетарной мельнице Pulverizette-7 (Fritsch, Германия) в инертной среде аргона. Масса загружаемого порошка для каждого времени механической обработки составляла 10 г. Вместе с порошком в сосуд загружали 20 шаров диаметром 9.5 мм. Возможное загрязнение исследуемых образцов продуктами износа сосуда и шаров контролировалось измерениями массы сосуда, шаров и порошка до и после МС с погрешностью относительно массы порошка  $\pm 1\%$ . Термообработку механически сплавленных образцов проводили в вакуумной печи в интервале температур 400 – 700°C в течение 4 часов. Рентгеновские исследования выполнены на дифрактометре ДРОН-3М в монохроматизированном (монохроматор – графит)  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении. Для определения размеров зерен и величины микроискажений использовали модифицированный гармонический анализ Уоррена–Авербаха с аппроксимацией формы линии функцией Фойгта [4]. Мёссбауэровские исследования выполнены на спектрометре ЯГРС-4М в режиме постоянных ускорений с источником резонансного  $\gamma$ -излучения  $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$ . Из спектров восстанавливали функции распределения сверхтонких магнитных полей  $P(H)$  с использованием обобщенного регуляризованного алгоритма решения обратных некорректных задач [5].

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены рентгеновские дифрактограммы для смеси Fe(80)Cr(20), из вида которых следует, что после механического сплавления и последующих отжигов



**Рис.1.** Рентгеновские дифрактограммы механически сплавленного в течение 8 ч (1) и отожженного при различных температурах в течение 4 ч сплава Fe(80)Cr(20): 2 - 400°C, 3 - 500°C, 4 - 600°C, 5 - 700°C.

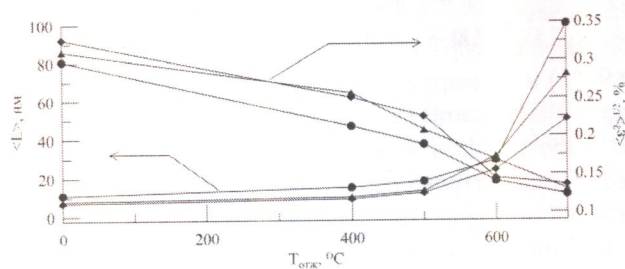


**Рис.2.** Рентгеновские дифрактограммы механически сплавленного в течение 8 ч (1) и отожженного при различных температурах в течение 4 ч сплава Fe(52)Cr(48): 2 - 400°C, 3 - 500°C, 4 - 600°C, 5 - 700°C.

обнаруживаются только ОЦК рефлексы. Такая же картина наблюдается и в случае сплавов Fe(70)Cr(30) и Fe(60)Cr(40). Для состава Fe(52)Cr(48) при  $T_{\text{отж}}=600^\circ\text{C}$  формируется  $\sigma$ -фаза, количество которой при  $T_{\text{отж}}=700^\circ\text{C}$  достигает  $\sim 90\%$  от общего состава смеси (рис. 2).

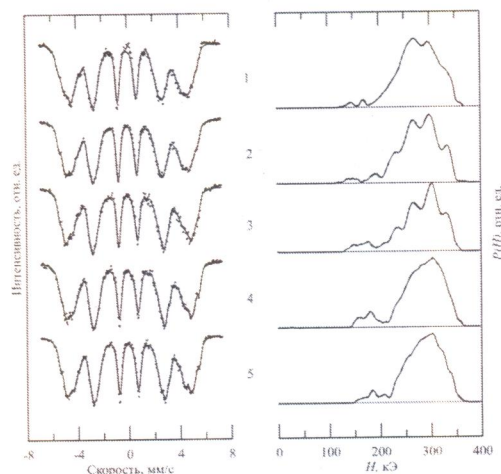
Из приведенных дифрактограмм видно, что в результате отжига механосинтезированных образцов происходит сужение рентгеновских рефлексов, что может свидетельствовать об увеличении размера зерен  $\langle L \rangle$  и уменьшении уровня микроискажений  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  кристаллических решеток присутствующих в образце фаз.



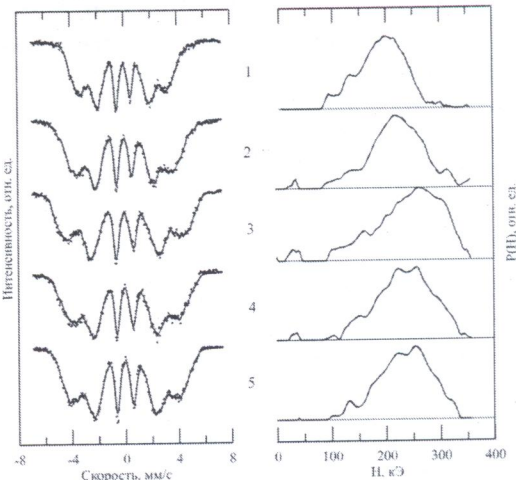


**Рис. 3.** Зависимости среднего размера зерен  $\langle L \rangle$  и микроискажений  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  от температуры отжига сплавов Fe(80)Cr(20) - ●, Fe(70)Cr(30) - ▲, Fe(60)Cr(40) - ◆.

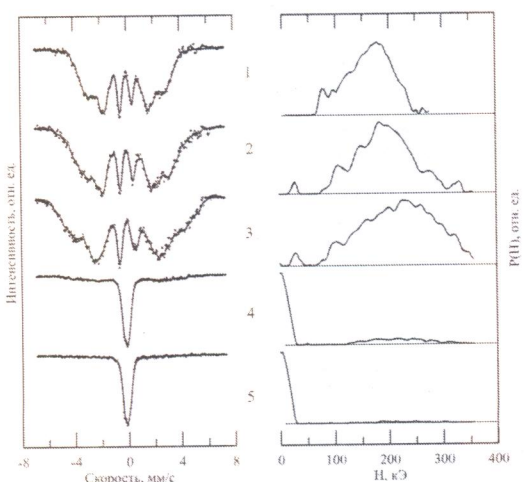
Для оценки  $\langle L \rangle$  и  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$  был использован рефлекс 110 в области углов  $2\theta=43^\circ$  (рис. 1), позволяющий получить полуколичественную информацию о зависимостях  $\langle L \rangle(T_{\text{отж}})$  и  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}(T_{\text{отж}})$  (рис. 3). Для всех указанных на рисунке составов с увеличением температуры отжига происходит уменьшение  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ , в то время как значение  $\langle L \rangle$  меняется незначительно вплоть до  $500^\circ\text{C}$ , а затем наблюдается его резкий рост. Тем не менее, размер зерна  $\langle L \rangle$  во всех образцах не превышал 100 нм. Поэтому можно говорить, что в результате



**Рис. 4.** Мёссбауэровские спектры и функции  $P(H)$  механически сплавленного в течение 8 ч (1) и отожженного при различных температурах в течение 4 ч сплава Fe(80)Cr(20): 2-  $400^\circ\text{C}$ , 3 -  $500^\circ\text{C}$ , 4 -  $600^\circ\text{C}$ , 5 -  $700^\circ\text{C}$ .



**Рис. 5.** Мёссбауэровские спектры и функции  $P(H)$  механически сплавленного в течение 8 ч (1) и отожженного при различных температурах в течение 4 ч сплава Fe(60)Cr(40): 2-  $400^\circ\text{C}$ , 3 -  $500^\circ\text{C}$ , 4 -  $600^\circ\text{C}$ , 5 -  $700^\circ\text{C}$ .



**Рис. 6.** Мёссбауэровские спектры и функции  $P(H)$  механически сплавленного в течение 8 ч (1) и отожженного при различных температурах в течение 4 ч сплава Fe(52)Cr(48): 2-  $400^\circ\text{C}$ , 3 -  $500^\circ\text{C}$ , 4 -  $600^\circ\text{C}$ , 5 -  $700^\circ\text{C}$ .

отжига при температурах до  $500^\circ\text{C}$ , по всей видимости, происходит преимущественно релаксация внутренних напряжений, а выше этой температуры рост зерна играет преобладающую роль при рекристаллизации.

На рис. 4 представлены мёссбауэровские спектры с соответствующими функциями  $P(H)$  для состава Fe(80)Cr(20) после механосинтеза и последующих отжигов. Как видно, функция  $P(H)$  имеет широкое распределение полей от 150 до 350 кЭ, а спектр характерен для разупорядоченного состояния или твердого раствора Cr в  $\alpha$ -Fe. С увеличением  $T_{\text{отж}}$  кривая  $P(H)$  незначительно сдвигается в сторону больших полей. В случае с  $c_{\text{Cr}}=40$  ат. % (рис. 5) мёссбауэровский спектр механически сплавленного образца аналогичным образом представляет собой секстет с широкими линиями, а функция  $P(H)$  имеет непрерывный набор составляющих в интервале полей от 100 до 350 кЭ. При  $T_{\text{отж}}=400^\circ\text{C}$  (рис. 5, кривая 2) в спектрах появляются компоненты с  $H < 100$  кЭ, что может



быть обусловлено наличием в образце обогащенных хромом областей [6]. С увеличением  $T_{отж}$  до  $500^{\circ}\text{C}$  кривая  $P(H)$  сдвигается в сторону больших полей, а затем при дальнейшем увеличении температуры отжига – в обратном направлении. Для состава с  $c_{Cr}=48$  ат.% вплоть до  $T_{отж}=500^{\circ}\text{C}$  наблюдается аналогичный процесс сдвига функции  $P(H)$  в область больших полей (рис. 5, кривые 2 и 3); при  $T_{отж}=600^{\circ}\text{C}$  в спектре присутствует значительный вклад от синглетной составляющей со средним изомерным сдвигом  $\delta = -0.15 \pm 0.01$  мм/с, количество которой достигает 100% при  $T_{отж}=700^{\circ}\text{C}$  (рис. 5, кривые 4 и 5). Данный синглет, согласно [7], можно связать с образованием в образцах сигма-фазы.

На рис. 7 показаны значения средних сверхтонких магнитных полей  $\langle H \rangle$  для механически сплавленных и отожженных в течение 4 часов при различных температурах образцов Fe-Cr. Для образца Fe(80)Cr(20) значение  $\langle H \rangle$  незначительно увеличивается с ростом температуры. Это можно объяснить тем, что при отжиге сплав имеет тенденцию к расслоению во всем интервале температур отжига. В случае с порошками Fe(70)Cr(30) и Fe(60)Cr(40) монотонного поведения значений  $\langle H \rangle$  не наблюдается. Как видно из рис. 7, среднее сверхтонкое поле сначала резко возрастает, достигая максимума при  $T_{отж}=500^{\circ}\text{C}$ , а затем начинает уменьшаться при дальнейшем повышении температуры отжига. Такое поведение  $\langle H \rangle$  указывает на то, что вплоть до температуры отжига  $500^{\circ}\text{C}$  сплавы Fe(70)Cr(30) и Fe(60)Cr(40) имеют тенденцию к расслоению, а, начиная с  $600^{\circ}\text{C}$ , происходит гомогенизация сплава, т.е. преобладает процесс ближнего упорядочения. Значение  $\langle H \rangle$  для сплава Fe(52)Cr(48) резко возрастает с ростом температуры отжига вплоть до  $500^{\circ}\text{C}$ , выше этой температуры происходит формирование  $\sigma$ -фазы.

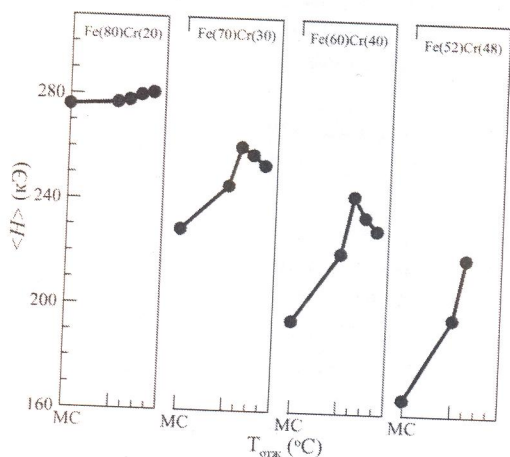


Рис. 7. Зависимость среднего сверхтонкого поля  $\langle H \rangle$  от температуры отжига для механически сплавленных порошков Fe-Cr.

### Выводы

При изохронных отжигах механически сплавленных порошков Fe-Cr с концентрацией хрома от 20 до 48 ат.% все образцы, сохраняют наноструктурное состояние вплоть до температуры  $700^{\circ}\text{C}$ . Сплав Fe(80)Cr(20) имеет тенденцию к расслоению во всем интервале температур отжига. Отжиг всех образцов в диапазоне  $400-500^{\circ}\text{C}$  приводит к расслоению тела зерна на обогащенные железом и обогащенные хромом фазы. При  $T_{отж} > 500^{\circ}\text{C}$  в сплавах Fe(70)Cr(30) и Fe(60)Cr(40) происходит изменение тенденции в сторону ближнего упорядочения. Отжиг образцов Fe(52)Cr(48) приводит к образованию  $\sigma$ -фазы при  $T_{отж} \geq 600^{\circ}\text{C}$ .

Работа выполнена в рамках НИР рег. № АААА-А17-117022250038-7 государственного задания ФАНО России.

### Список цитируемой литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: НКЦ «Академкнига», 2007, 398 с.
2. Ehlich K., Konys J., Heikinheimo L. J. Nucl. Mater, 2004, V. 327, P. 140-147.
3. Вол А.Е. Строение и свойства двойных металлических систем. Том II. М.: ФИЗМАТГИЗ, 1962, 982 с.
4. Дорофеев Г.А., Стрелецкий А.Н., Повстугар И.В., Протасов А.В., Елсуков Е.П. Коллоидный журнал, 2012, Т. 74, № 6, С. 710-720.
5. Voronina E.V., Ershov N.V., Ageev A.L., Babanov Yu.A. Phys. Stat. Sol. (B), 1990, V. 160, P. 625-634.
6. Wertheim G.K., Jaccarino V., Wernick J.H., Buchanan D.N.E. Phys. Rev. Lett, 1964, V. 2, №. 1. P. 24-27.
7. Costa B.F.O., Le Caër G., Loureiro J.M., Amaral V.S. J. Alloys Comp, 2006, V. 424, P. 131-140.