

УДК 539.4+539.37:548.55:669.245

ОСОБЕННОСТИ СОСТОЯНИЯ ДАЛЬНЕГО ПОРЯДКА ДЕФОРМИРОВАННОГО ПРОКАТКОЙ УПОРЯДОЧЕННОГО МОНОКРИСТАЛЛА Ni_3Fe

С.В. Старенченко, И.П. Замятина, В.А. Старенченко

*Томский государственный архитектурно-строительный университет,**634003, Томск, пл. Соляная, 2, РОССИЯ**Fax: (3822) 564996**E-mail: svvs@oof.tisi.tomsk.su*

В настоящей работе методами рентгеновской дифракции изучено влияние пластической деформации на состояние дальнего порядка в монокристаллическом сплаве Ni_3Fe . Установлено, что пластическая деформация вызывает фрагментацию монокристалла и фазовый переход порядок-беспорядок. Неоднородность превращения связана с локализованным развитием деформации.

В ряде работ по исследованию процессов механического измельчения сплавов в шаровых мельницах показано, что интенсивное размалывание в течение длительного промежутка времени приводит к разупорядочению материала [1-5]. В наших работах выявлены основные черты фазового перехода порядок-беспорядок, стимулированного пластической деформацией, создаваемой холодной прокаткой образцов. Исследования проводились на сплавах, обладающих разными сверхструктурами – $L1_2$, $L1_2 (M)$, $L1_2 (MM)$, $D1_a$ [6-9], находящихся в поликристаллическом состоянии. Дальний атомный порядок при деформации монокристаллов не изучался, хотя существует огромное количество статей, в которых представлены результаты изучения деформационных процессов, происходящих в монокристаллах. В связи с этим представляется интересным изучить деформационный фазовый переход порядок-беспорядок в монокристаллическом сплаве, выяснить характерные особенности нарушения дальнего атомного порядка при деформации толстых и тонких образцов.

Для этого в настоящей работе методами рентгеноструктурного анализа проведено исследование влияния пластической деформации, осуществляемой холодной прокаткой, на состояние дальнего порядка монокристалла Ni_3Fe и особенности этого влияния в зависимости от толщины образца.

В работе проведено экспериментальное изучение методами рентгеновской дифракции степени дальнего порядка, размеров антифазных доменов, микронапряжений, которые реализуются в монокристалле Ni_3Fe после различных степеней деформации.

Материал и методика эксперимента

Монокристалл сплава Ni_3Fe был выращен по методу Бриджмена на установке ОКБ-8093 в атмосфере аргона из Ni и Fe чистотой 99,99%. Упорядоченное состояние получали ступенчатым отжигом в интервале температур $550 \div 300$ °C со скоростью охлаждения 5 °C в сутки.

Исследования проводили на монокристаллических пластинах толщиной 2,5 мм и 0,2 мм, вырезанных по плоскости (100). Деформирование осуществляли холодной прокаткой образцов до разных степеней деформации (обжатия). Для выяснения состояний сплава внутри образца, химически стравливались с поверхности материала слои разной толщины.

Сплав изучали методами рентгеновской дифрактометрии. Дифракционную картину фиксировали при комнатной температуре на дифрактометрах ДРОН-3, ДРОН-1,5 с использованием монохроматизированных излучений FeK_{α} , CuK_{α} и записывали на диаграммную ленту. Интенсивность рентгеновского излучения измеряли пропорциональным счетчиком с амплитудной дискриминацией, что позволяет убрать вклад второй гармоники в интенсивность сверхструктурных линий.

Параметр дальнего порядка определяли по отношению измеренных интенсивностей сверхструктурной (100) и основной (200) линий с учетом необходимых факторов [10]. Размеры доменов определяли по интегральной ширине (100) линии методом аппроксимаций по формуле Селякова-Шеррера [11]. В качестве эталона взята ширина рефлекса (111) хорошо отожденного Ni. Микронапряжения, возникающие в материале, размеры областей когерентного рассеяния рассчитывали по методике, изложенной в работе [12].

Результаты исследования и их обсуждение

После проведенной обработки в сплаве Ni_3Fe существует упорядоченное состояние с $L1_2$ сверхструктурой. Также как в работе [13] обнаружено, что возникающие АФД невелики. Их средний размер $\langle D \rangle = 13-17$ нм.

Массивный образец. Изучение состояний, возникающих после прокатки более толстого образца ($h = 2,5$ мм) сплава Ni_3Fe показало, что процесс деформации в массивной пластине идет сложным образом. Структурное состояние поверхности отличается от состояний внутри материала. Если до степени деформации $\varepsilon = 0,15 - 0,17$ образец представлял собой монокристалл и поверхность образца совпадала с плоскостью (001), то после этого происходит разориентация микрообластей кристалла и в отражающем положении появляются плоскости (111) и (113). Следует отметить, что интенсивность дифрагированных лучей плоскостей обоих типов практически одинакова. Однако, снимая слои материала разной толщины, мы обнаружили, что по мере углубления доля площади поверхности, занятая плоскостями (113) уменьшается по сравнению с долей плоскостей (111). На глубине $\Delta h = 0,04$ мм в отражающем положении плоскости (113) отсутствуют, а на уровне $\Delta h = 0,07$ мм, отражающей поверхностью является лишь плоскость (001) с небольшой долей фрагментов, ориентированных параллельно поверхности плоскостью (111).

Аналогично идет фрагментирование при более высоких степенях деформации. Следует заметить, что деформационный процесс, осуществляющийся при холодной прокатке монокристаллического сплава Ni_3Fe , распространяется на глубину $\sim 0,12$ мм при $\varepsilon = 0,47$. Деформация $\varepsilon = 0,56$ приводит к тому, что на поверхности образца (001) в большей степени появляются плоскости (113), существенно превышая долю поверхности, занимаемой плоскостями (111), также незначительное количество фрагментов плоскостей (110). Отмечается неоднородность структуры при углублении внутрь материала. Действительно, как и при меньших степенях деформации, фрагментация уменьшается в подповерхностных слоях. На глубине $\sim 0,1$ мм материал находится в монокристаллическом состоянии, при котором отражающие плоскости искажены. Увеличение ε до 0,64 усиливает деформационный процесс, который при этой деформации полностью охватывает образец, имеющий толщину $h \sim 0,6$ мм. Однако по тол-

щине образца фрагментированные области материала располагаются неоднородно, локализуясь на различных глубинах (рис. 1).

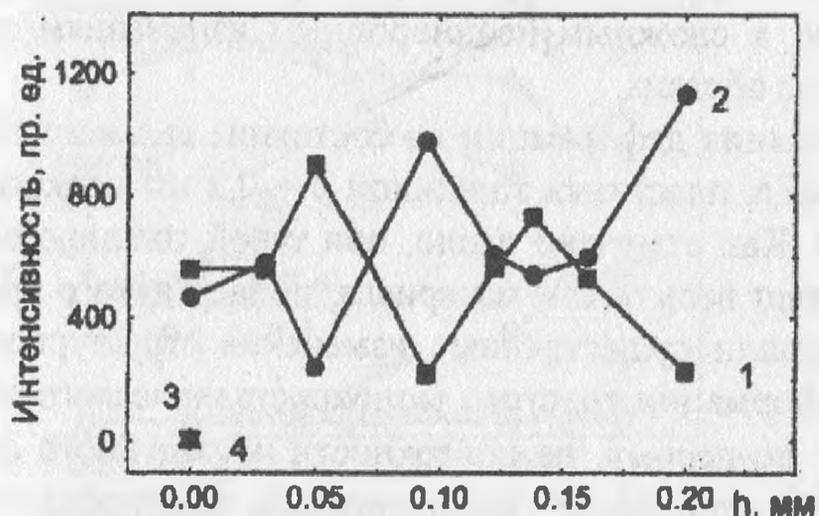


Рис. 1. Зависимости интенсивности рассеяния рентгеновских лучей плоскостями 1 — (100); 2 — (113); 3 — (111); 4 — (110) от глубины слоя в сплаве Ni_3Fe при $\epsilon = 0,64$.

Если фрагменты материала с отражающими плоскостями (110) и (111) сконцентрированы, в основном, вблизи поверхности, то области с плоскостями (113), ориентированными вдоль поверхности существуют как на поверхности, так и в глубине образца наряду с плоскостями (001). Объемная доля областей (113) немонотонно изменяется по толщине образца. Одновременно с изменением степени дефектности монокристалла Ni_3Fe изменяются и структурные характеристики материала, величины микроискажений и степень упорядоченности сплава. На рис. 2 мы видим, что микроискажения $\Delta d/d$ уменьшаются при увеличении глубины слоев материала от поверхности, а размеры областей когерентного рассеяния внутри материала значительно меньше, чем на поверхности. Такое поведение этих характеристик сплава может свидетельствовать о неоднородности деформации кристалла при прокатке. Очевидно, что наибольшее воздействие испытывают поверхностные слои, а внутренние менее искажены (рис. 2.) Дислокационная субструктура, по всей вероятности, в разных объемах образца различна. Если внутри прокатанной пластинки дислокации располагаются более равномерно, что соответствует малым размерам областей когерентного рассеяния, то вблизи поверхности происходит, скорее всего, формирование неоднородного распределения дислокаций. В этом случае в сплаве появляются очищенные от дислокаций бездефектные области больших размеров, которые охватываются материалом с высокой плотностью дислокаций. Полученные результаты представляются разумными, поскольку изучение дислокационной структуры, соответствующей разным степеням деформации в [14], обнаружило, что при меньших степенях деформации возникают более однородные субструктуры, а при больших — неоднородные.

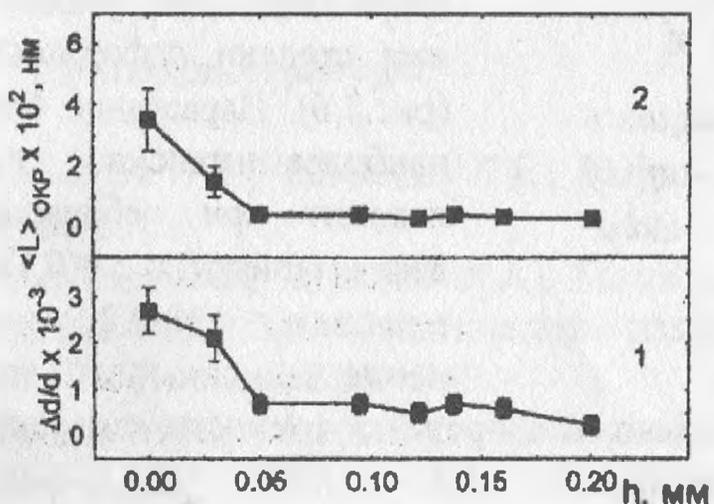


Рис. 2. Зависимости: 1 — микроискажений кристаллической решетки — $\Delta d/d$; 2 — размеров областей когерентного рассеяния $\langle L \rangle_{окр}$ от глубины слоя в сплаве Ni_3Fe при $\epsilon = 0,64$.

Дальнейшая деформация приводит к более существенному нарушению состояния монокристалличности сплава Ni_3Fe , усиливая степень этого нарушения. Таким образом, влияние деформации не ограничивается фрагментацией и разворотами плоскостей кристаллической решетки. Она приводит к сложным неоднородным изменениям состояний сплава на поверхности и в объеме образца.

Тонкий образец. Для выяснения влияния деформации на состояние дальнего порядка в монокристаллическом сплаве Ni_3Fe , пластинка толщиной $h = 0,2$ мм прокатывалась до разных степеней деформации. Как отмечено выше, при такой толщине образца деформационный процесс охватывает весь объем материала, подвергнутого прокатке. В результате деформации произошли существенные изменения структурного состояния материала. Также как при деформации толстого монокристаллического образца Ni_3Fe после деформации $\epsilon = 0,17$, во-первых, на поверхности исследуемого образца, совпадающей с плоскостью (001) происходит разориентация микрообластей кристалла и осуществляется фрагментация монокристалла, после этой деформации монокристалличность образца существенно нарушена, на его поверхности появляются в первую очередь фрагменты плоскостей (311), (111) и, в последнюю очередь, при значительной деформации, плоскости (110).

Во-вторых, в материале происходит фазовый переход порядок-беспорядок, при этом нарушается дальний порядок в расположении атомов по узлам кристаллической решетки и сплав Ni_3Fe переходит из полностью упорядоченного состояния в разупорядоченное. Рассмотрим количественные изменения характеристик сплава, происходящие при этом.

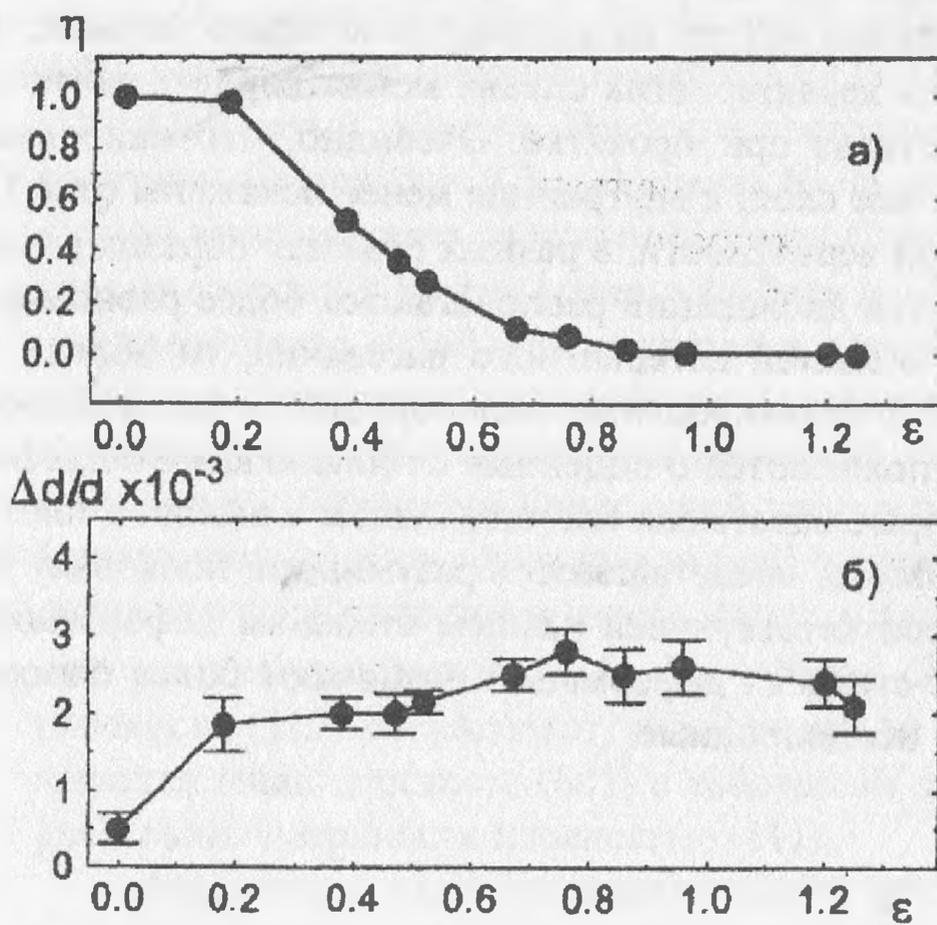


Рис. 3. Зависимости от степени деформации в сплаве Ni_3Fe : а) степени дальнего порядка – η ; б) микроискажений кристаллической решетки – $\Delta d/d$.

возрастании деформации существенно замедленно, и в пределах точности измерения микроискажения остаются практически неизменными.

Разориентация микрообластей кристалла приводит к тому, что области когерентного рассеяния после воздействия прокатки уменьшились. Средний размер $\langle L \rangle_{OKP}$ дос-

Измерение отношения интенсивности сверхструктурного рефлекса (001) к интенсивности основного рефлекса (002) позволяет определить параметр дальнего порядка η , характеризующий состояние упорядоченности материала. Отмечается существенное понижение η после деформации $\epsilon = 0,2$ вплоть до $\epsilon = 0,8$ (рис.3,а).

Внутренние микроискажения сплава $\Delta d/d$ возрастают при увеличении степени деформации (рис.3,б). Нарастание $\Delta d/d$ наиболее интенсивно происходит при небольших деформациях (до $\epsilon = 0,12$), а после $\epsilon = 0,18-0,20$ изменение величины $\Delta d/d$ при

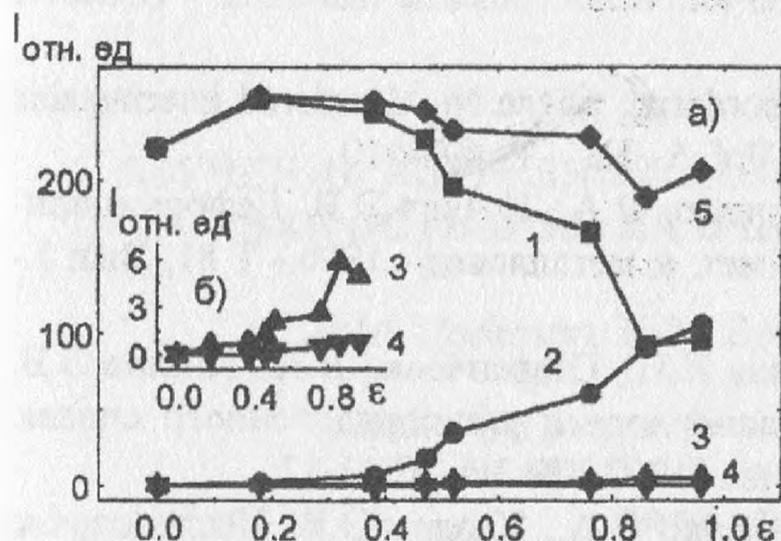


Рис. 4. Зависимости интенсивности рассеяния рентгеновских лучей от разных плоскостей: 1 – $I(200)$; 2 – $I(113)$; 3 – $I(111)$; 4 – $I(110)$; 5 – $\Sigma I_{hkl} = I(200) + I(113) + I(111) + I(110)$ от степени деформации в сплаве Ni_3Fe .

при деформации монокристаллического образца в первую очередь появляются фрагменты, в основном, ориентированные отражающей плоскостью (113) на поверхность образца, а также плоскостью (111). Причем доля первых максимальна при всех степенях деформации, вторых – значительно меньше. Во вторую очередь после деформации $\epsilon = 0,52$ возникают фрагменты плоскостей (110), ориентированных параллельно поверхности. Нужно отметить, что после $\epsilon = 0,86$ интенсивность рассеяния рентгеновских лучей от областей, ориентированных плоскостями (100) и (113) параллельно поверхности образца, одинакова и существенно превышает интенсивность рассеяния рентгеновских лучей от областей, ориентированных параллельно поверхности образца плоскостями (111) и (110) (рис. 4).

Таким образом пластическая деформация монокристалла Ni_3Fe вызывает фазовый переход порядок-беспорядок, который происходит после определенной степени дефектности материала, когда накапливается значительное количество разного типа дефектов кристаллической решетки таких как точечные дефекты, дислокации, разориентированные микрообласти, дефекты упаковки, антифазные границы и пр.. Резкое понижение упорядоченности сплава коррелирует с началом разориентации микрообластей и фрагментации сплава.

Список литературы

1. Ermakov A.E., Yurchikov E.E., Varinov V.A. // Phys. Met. Metall. - 1981. - Vol. 52, - P. 50-57.
2. Елсуков Е.П., Баринов В.А., Галахов В.Р. и др. Переход порядок-беспорядок в сплаве Fe_3Si при механическом измельчении // Физ. мет. и металловед.-1983. - Т. 55. - Вып.2. - С.337-340.
3. Dadras M.M., Morris D.G. Mechanical disordering of Fe-28% Al-4% Cr alloy // Scripta Met. et Mat. - 1993. - Vol.28. - P. 1245-1250.

стигает минимального значения $\langle L \rangle_{окр} \sim$ при деформации $\epsilon = 0,46$, а после $\epsilon = 0,67$, наблюдается увеличение $\langle L \rangle_{окр}$. В результате деформирования монокристалла Ni_3Fe возрастает дефектность материала, возникают заметные развороты решетки и фрагментация поверхности образца, сопровождаемая появлением областей с выходящими на поверхность плоскостями, отличными от наблюдаемых в начальный момент. Если учитывать, что минимальные углы между плоскостями (001) и (113), (111), (110) равны $25^\circ 14'$, $54^\circ 44'$ и 45° , соответственно, а между (113) и (111), (110) - $29^\circ 30'$ и $31^\circ 29'$, то неудивительно, что

4. Morris D.G., Benghalem A. Dislocations, defects and disorder during mechanical milling // Int. Symposium on metastable, mechan. alloyed and nanocrystalline materials. - Grenoble June, 27 - July, 1, 1994.
5. Jang J.S.C., Koch C.C. Amorphization and disordering of the Ni_3Al ordered intermetallic by mechanical milling // J.Mater. Res. - 1990. - Vol. 5, N3. - P. 498-510.
6. Старенченко С.В., Сизоненко Н.Р., Старенченко В.А., Козлов Э.В. Деформационное разупорядочение сплава Au_4Zn // Физ. мет. и металловед.- 1996.- Т.81, Вып.1.- С. 84-90.
7. Старенченко С.В., Сизоненко Н.Р., Замятина И.П., Старенченко В.А., Козлов Э.В. Влияние деформации на структуру упорядоченного и разупорядоченного сплава, близкого к Au_3Cu // Порошковая металлургия.- 1997.- № 3/4.- С.33-37.
8. Старенченко С.В., Замятина И.П., Старенченко В.А., Козлов Э.В. Исследование деформационного нарушения дальнего порядка в сплаве $Cu - 22at.\%Pt$ // Физ. мет. и металловед.-1998.- Т.85, Вып.2.- С.122-127.
9. Старенченко С.В., Замятина И.П., Старенченко В.А., Козлов Э.В. Влияние пластической деформации на состояние упорядоченного сплава Cu_3Pd / Механизмы деформации и разрушения перспективных материалов. XXXV семинар "Актуальные проблемы прочности" 15-18 сентября 1999, г. Псков, 1999. 196 -200
10. Тейлор А. Рентгеновская металлография.- М.: Металлургия, 1965. – 663 с.
11. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. - М.: Металлургия, 1970. – 368 с.
12. Williamson G.K, Hall W.H. X-ray line brodering from filed aluminium and wolfram. // Acta met. - 1953, Vol.1, P. 22-31.
13. Козлов Э.В., Тайлашев А.С. и др. Превращение порядок-беспорядок в сплаве Ni_3Fe // Изв. вузов. Физика. 1977, № 5, С. 32-39.
14. Конева Н.А., Лычагин Д.В., Жуковский С.П., Козлов Э.В.. Эволюция дислокационной структуры и стадии пластического течения поликристаллического железо-никелевого сплава // Физ. мет. и металловед. - 1985. - Т. – 60, Вып.1. - С. 171-179.