

РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СИЛЬНОДЕФОРМИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ Ni_3Al С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Куц О.А.¹⁾, Старенченко С.В.¹⁾, Соловьева Ю.В.¹⁾, Пилюгин В.П.²⁾, Анчаров А.И.³⁾

¹⁾ Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск

²⁾ Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, г. Екатеринбург

³⁾ Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, г. Новосибирск
Российская Федерация
bolga@sibmail.com

Введение

Интерметаллиды, обладающие сверхструктурой $L1_2$, имеют ярко выраженную температурную аномалию механических свойств - предел текучести резко возрастает на порядок при росте температуры. Это способствует применению этих сплавов как конструкционных жаропрочных суперсплавов. Механизмом аномалии является эффект термоактивируемой самоблокировки сверхдислокаций в упорядоченном состоянии сплавов. Наряду с аномалией механических свойств создание субмикроструктурных и нанокристаллических структур обеспечивают улучшение эксплуатационных характеристик. Поэтому экспериментальное исследование механизмов формирования и свойств субмикроструктурных и нанокристаллических структур, полученных под воздействием мегапластических деформаций из исходных монокристаллов сплава Ni_3Al – интерметаллида со сверхструктурой $L1_2$, применяемого в практике создания жаропрочных суперсплавов, представляется актуальной проблемой. В связи с этим в работе ставились следующие задачи:

1. Получить ультрамелкозернистые структуры в кристаллах Ni_3Al в результате интенсивной деформации, реализуемой сдвигом под высоким давлением в камере Бриджмена.
2. Провести рентгенодифракционное исследование структуры сильнодеформированных монокристаллов Ni_3Al с использованием синхротронного излучения.

Материал и методика эксперимента

Кристаллы выращивались методом Бриджмена в атмосфере гелия в тиглях из окиси магния. Ориентация образцов определялась дифрактометрическими методами. Кристаллы вырезали на электроискровом станке, поврежденный слой удаляли механической шлифовкой, химическим травлением в царской водке (1 часть HNO_3 + 3 части HCl), электролитической полировкой в электролите 80 г Cr_2O_3 + 210 мл H_3PO_4 при напряжении $U=22$ В течение 2-3 мин. Качество полученных образцов проверялось рентгеноструктурными методами. Исследования проводились на установке ДРОН-3. Анализ дифракционных максимумов, показал, что материал является хорошо упорядоченным монокристаллом Ni_3Al близким к стехиометрическому составу. Количество материала, имеющего разориентации, не превышает 0,1%; параметр решетки, определенный по дифрактограмме составляет $a=3,5668 \text{ \AA}$ в сравнении с табличным значением $a=3,5672 \text{ \AA}$ [1]. Параметр дальнего порядка равен $\eta = 0,9$. Размеры первоначальных образцов имели форму параллелепипеда, были

$2,5 \times 2,5 \times 4,0$ мм³. Гомогенизация проводилась при температуре 953°C в течение 30 часов в атмосфере инертного газа с последующим охлаждением с печью до комнатной температуры. Ориентации граней кристаллов определялись методом Лауэ и методами рентгеновской дифрактометрии. На твердосплавных (ВК-6, твердость HRC=92) вращаемых наковальнях Бриджмена при температуре 293 К и деформировали монокристаллические образцы Ni₃Al в форме квадратных пластин $2,5 \times 2,5 \times 0,2$ мм³, с ориентировкой плоских сторон в направлении [211]. Образец сжимали между твердыми пуансонами и по достижении среднего квазигидростатического давления 8,0 ГПа образец скручивали между пуансонами наковален до заданных углов (φ): $\pi/12$, $\pi/2$, π , 2π , 6π , 10π .

С целью изучения структурного состояния деформированных монокристаллов было проведено рентгеноструктурное исследование на станции 4-го канала СИ накопителя ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения Института ядерной физики им. Г.И.Будкера. Для съемки использовалась схема нахождение. Монохроматизированный пучок СИ с энергией квантов 33.7 кэВ (длина волны 0.3685 Å) формировался выходным коллиматором (размер пучка 0.1×0.5 мм) и проходил через образец. Использование двухкоординатного детектора позволяет регистрировать дифрактограмму в виде двумерной дифракционной картины.

Результаты

Предварительно подготовленный исследуемый материал находится в упорядоченном состоянии и представляет собой монокристалл, ориентированный вдоль оси сжатия [211] рис 1. Следует отметить, что наряду с упорядоченной фазой присутствует небольшая доля разупорядоченного кристалла ориентированного вдоль оси [100]. Это соответствует диаграмме состояния системы Ni-Al, которая характеризуется узкой областью гомогенности упорядоченной фазы. Сжатие образцов и последующее скручивание на разные углы привело к изменению их структурного состояния. На рис. 1 и 2 показаны результаты интенсивного воздействия на изучаемый монокристалл.

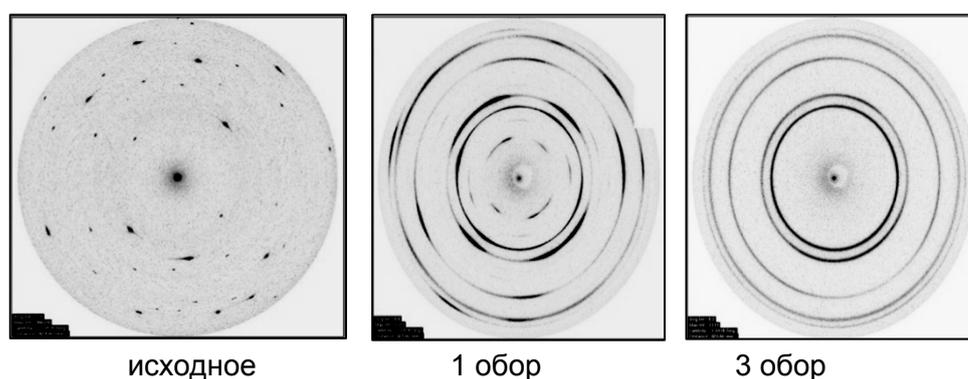


Рисунок 1 - Двумерная дифракционная картина сплава Ni₃Al после различных обработок

В процессе деформации монокристалл испытывает сложное влияние на разные характеристики состояния материала. Прежде всего, нарушается

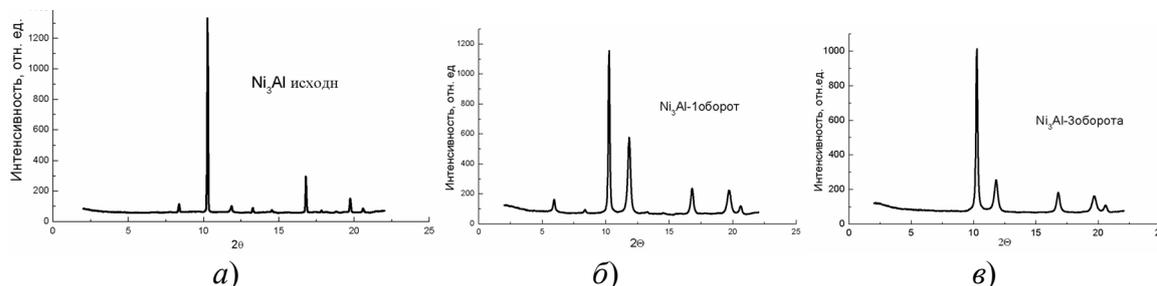


Рисунок 2 Дифрактограммы сплава Ni_3Al после различных обработок: а - исходное состояние; б - давление 8,0 ГПа и кручение на 1 оборот; в - давление 8,0 ГПа и кручение на 3 оборота

монокристалличность образца. После сжатия между твёрдыми пуансонами и по достижении среднего квазигидростатического давления 8,0 ГПа монокристаллический материал нарушает свою структуру, он фрагментируется, и наряду с крупными кристаллическими фрагментами появляются субмикроструктурные разориентированные области. Скручивание образца приводит к более выраженному изменению структурного состояния. Вращение до 1 оборота сохраняет в некоторой степени крупнокристаллическую структуру материала, однако доля субмикроструктурных хаотически разориентированных областей в образце увеличивается при увеличении угла поворота.

Кроме нарушения монокристалличности материала и появления нанодисперсного состояния после вращения в 3 оборота наблюдается полное отсутствие дальнего порядка в расположении атомов разного типа по узлам кристаллической решетки. Сверхструктурные рефлекссы, свидетельствующие об упорядочении, исчезли. Дифракционная картина соответствует поликристаллическому состоянию, для которого характерно равномерное распределение ориентации осей кристаллитов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект №16-03-00182-а)

Рентгеновские синхротронные измерения проведены на экспериментальной станции "Дифрактометрия в «жестком» рентгеновском диапазоне" ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения», ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск

Литература

1. Вол А.Е., Каган И.К. Структура и свойства двойных металлических систем. Т. III. - М.: Наука, 1976. - 814 с