

УДК 538.911:669.26:539.26

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛОВ Ni₃Fe ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

© 2021 г. Ю. В. Соловьева^{1, *}, С. В. Старенченко¹, В. А. Старенченко¹, В. П. Пилогин², Т. П. Толмачев², А. И. Анчаров^{3, 4}, О. А. Куц¹

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

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
Екатеринбург, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук,
Новосибирск, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт ядерной физики имени Г.И. Будкера Сибирского отделения Российской академии наук,
Новосибирск, Россия

*E-mail: j_sol@mail.ru

Поступила в редакцию 19.04.2021 г.

После доработки 12.05.2021 г.

Принята к публикации 28.05.2021 г.

Методом рентгеновской дифракции с использованием синхротронного излучения исследованы монокристаллы сплава Ni₃Fe упорядоченные по типу L1₂. Изучена структура материала, полученная при комнатной температуре в результате интенсивной деформации монокристаллов в наковальнях Бриджмена. После сжатия образцов и последующего скручивания на разные углы обнаружено изменение состояния атомного упорядочения, вплоть до полного исчезновения сверхструктуры L1₂, а также нарушение монокристалличности образца и возникновение ультрамелкозернистой структуры.

DOI: 10.31857/S0367676521090295

ВВЕДЕНИЕ

Металлические сплавы являются основой конструкционных материалов. Их эксплуатационные характеристики зависят от свойств компонентов, входящих в их состав, кристаллической структуры сплава, состояния дальнего атомного порядка, а также от термомеханической обработки. В связи с этим вопрос одновременного повышения прочности и пластичности сплавов является весьма актуальным и привлекает внимание многих исследователей к решению этой проблемы [1–5]. Одним из методов ее решения оказывается применение методов интенсивной пластической деформации [6–8] и получение ультрамелкозернистого структурного состояния материала [9]. Выявление особенностей формирования определенных структур в разных материалах при этих условиях дает возможность установить основные закономерности, реализующиеся при интенсивной пластической деформации. В связи с решением таких задач особый интерес привлекают атомно упорядоченные сплавы. Значительное ко-

личество работ посвящено изучению поведения интерметаллидов (упорядоченных сплавов, сохраняющих состояние дальнего атомного порядка до температуры плавления) под воздействием пластических деформаций [10–15]. В то же время большой научный интерес представляют упорядочивающиеся сплавы, температура перехода порядок-беспорядок у которых ниже температуры плавления. Ранее для них детально исследовались закономерности установления дальнего атомного порядка, а также влияние на него температуры и деформации [16–20].

В настоящей работе была поставлена задача получения ультрамелкозернистых структур в монокристалле упорядочивающегося сплава Ni₃Fe под воздействием интенсивной пластической деформации: кручением под высоким давлением в наковальнях Бриджмена. Методами рентгеновской дифракции с использованием синхротронного излучения были изучены структуры, возникающие при таком воздействии на монокристалл Ni₃Fe. Исследование механических свойств про-

водилось методом измерения микротвердости деформированных кристаллов.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Сплав Ni_3Fe был выплавлен в печи сопротивления в атмосфере чистого аргона из Ni марки Н-1 и Fe марки Ф-1. Из приготовленного сплава выращивались монокристаллы в печи ОКБ-8093 по методу Бриджмена. Из полученного монокристаллического слитка электроискровым методом вырезались образцы размерами $2.5 \times 2.5 \times 5.0$ мм³. Ориентацию граней образцов определяли методом Лауэ и методами рентгеновской дифрактометрии. Образцы затем гомогенизировались при температуре 950°C в течение 50 ч с последующим охлаждением с печью. Для получения упорядоченного состояния сплав Ni_3Fe был подвергнут специальной термической обработке, включающей в себя многочасовой ступенчатый отжиг от 535 до 300°C со скоростью снижения температуры равной 5°C в сутки.

Качество полученных образцов проверялось рентгеноструктурными методами на дифрактометре ДРОН-3. Параметр дальнего порядка кристаллов равен $\eta = 1.00$.

На твердосплавных (ВК-6, твердость HRC = 92) вращаемых наковальнях Бриджмена при температуре 293 К деформировали монокристаллические образцы Ni_3Fe в форме квадратных пластин $2.5 \times 2.5 \times 0.3$ мм³. Деформация монокристаллов Ni_3Fe проводилась при комнатной температуре методом кручения (угол поворота 0°, 15°, 90°, 180°, 360°, 1080° (3 оборота), 1800° (5 оборотов)) под высоким квазигидростатическим давлением 8 ГПа в камере Бриджмена. Затем проводились структурно-фазовые исследования указанных серий образцов монокристаллов с применением синхротронного излучения (СИ) с энергией квантов 33.7 кэВ (длина волны 0.3685 Å) 4-го канала накопителя ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения (г. Новосибирск). Использование двухкоординатного детектора позволяет регистрировать двумерную дифракционную картину.

Для определения механических характеристик деформированных образцов были выполнены измерения микротвердости кристаллов Ni_3Fe на микротвердометре ПМТ-3 методом Виккерса: вдавливанием четырехгранного алмазного наконечника с углом раскрытия 136°, с усилием 1.47 Н и временем нагружения 10 с. Измерения проводили от центра к периферии образца через 0.2 мм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В синхротронном излучении были получены двумерные дифракционные картины монокристаллов сплава Ni_3Fe от исходного (недеформированного) состояния (рис. 1а) до глубоко деформированных состояний после сжатия и последующего кручения образцов в наковальнях Бриджмена (рис. 1б–1з).

В исходном состоянии сплав Ni_3Fe является атомно упорядоченным совершенным монокристаллом, ориентированным вдоль оси сжатия [011] (см. рис. 1а). Проведенная механическая обработка методом интенсивной пластической деформации оказывает существенное влияние на структурное состояние исследованного материала. Наблюдается сложное воздействие на различные характеристики монокристаллов Ni_3Fe . Прежде всего, обнаруживается нарушение монокристаллическости образца. На рис. 1б, хорошо видно, что дифракционная картина, полученная от образца, подвергнутого сжатию между твердыми пуансонами до величины давления равного 8 ГПа, становится дуговой. Это означает, что нарушается монокристаллическая структура материала, он фрагментируется. Появляются области с малоугловыми разориентациями, наряду с крупными кристаллическими фрагментами. Наличие на дифрактограмме слабых сверхструктурных рефлексов свидетельствует о частичном сохранении дальнего атомного порядка. Характерной особенностью, упорядочивающегося сплава Ni_3Fe , отличающего его от интерметаллида Ni_3Al [21] является наличие аморфизированной составляющей структуры, которая проявляет себя в виде аморфного гало на дифракционной картине. Интенсивность аморфного гало усиливается по мере увеличения степени деформации (рис. 1б–1з).

Увеличение степени деформации кручением наковален приводит к более выраженному изменению структурного состояния образца. Поворот наковален на 15° усиливает фрагментацию сплава Ni_3Fe : появляются большеугловые границы, о чем свидетельствует вид дифракционной картины (рис. 1в), которая становится кольцевой. В этом случае, наряду с крупнокристаллической составляющей (проявляет себя в виде сгущений на дифракционных кольцах), во всем исследованном объеме образца формируется микрокристаллическая структура. Вид дифракционной картины является типичным для поликристаллического образца. Наряду с нарушением монокристаллическости исследуемого материала и появлением аморфной составляющей в деформируемом сплаве, происходят процессы разрушения атомного порядка. В расположении атомов разного сорта по узлам кристаллической решетки наблюдается полное исчезновение дальнего порядка. Сверхструктурные рефлексy, свидетельствующие

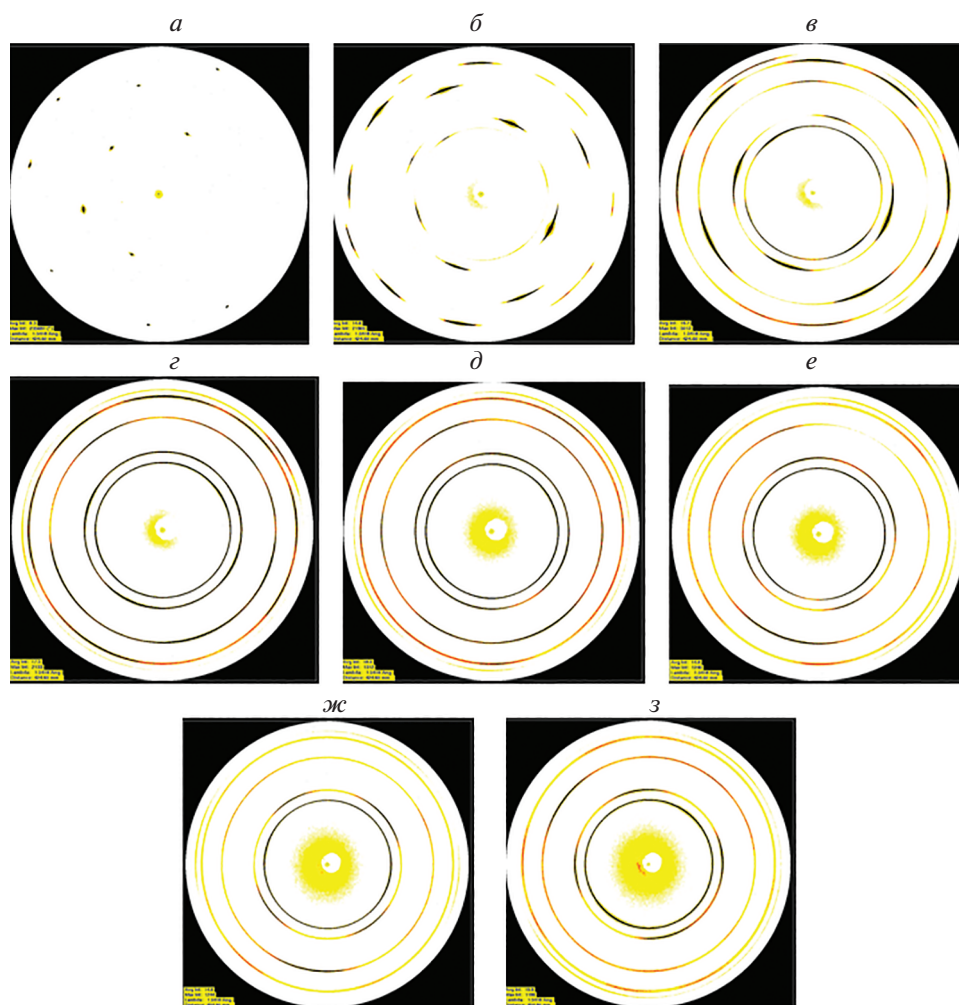


Рис. 1. Двумерные рентгенодифракционные картины от деформированных на разные степени деформации упорядоченных монокристаллов Ni₃Fe. Исходное (недеформированное) состояние (а). Сжатие до квазигидростатического давления 8 ГПа и скручивание на угол φ : 0° (б); 15° (в); 90° (г); 180° (д); 360° (е); 1080° (3 оборота) (ж); 1800° (5 оборотов) (з).

щие об атомном упорядочении, на дифрактограмме отсутствуют.

Следует отметить, что при увеличении угла поворота происходит развитие деформационных процессов. При развороте на 90° фрагментированные области разориентированы равновероятно по всем направлениям (рис. 1г). Однако после вращения на угол 180° начинается текстурирование материала (рис. 1д). Дальнейшее закручивание на 1 оборот и 3 оборота приводит к усилению текстуры (рис. 1е и 1ж) и деформационной рекристаллизации сплава Ni₃Fe.

При фрагментации сплава Ni₃Fe происходит изменение ширины наблюдаемых дифракционных рефлексов, что свидетельствует об изменении размеров областей когерентного рассеяния, с одной стороны, и возникновении микронапряжений в деформируемом материале. Методами анализа ширины рентгеновских рефлексов, мож-

но выделить вклады размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) и микроискажений кристаллической решетки [22]. Структурные характеристики сплава, такие как средние размеры кристаллитов, средние размеры антифазных доменов (АФД), микроискажения, сформировавшиеся в процессе интенсивной деформации, и их зависимость от степени деформации представлены в табл. 1.

Для выяснения механических свойств монокристаллов сплава Ni₃Fe проведены измерения микротвердости на образцах, предварительно обработанных кручением под высоким давлением в наковальнях Бриджмена на возрастающие степени деформации при комнатной температуре. Анализ измерений показал, что механические свойства и получение состояний с повышенными механическими характеристиками существенно зависят от

Таблица 1. Зависимость микроискажений $\Delta d/d$, средних размеров кристаллитов $\langle d \rangle$ и средних размеров антифазных доменов $\langle D \rangle$ при квазигидростатическом давлении 8.0 ГПа и различных углах поворота наковален Бриджмена

Структурная характеристика сплава	Угол поворота							
	Исх.	0°	15°	90°	180°	360°	1080°	1800°
$\Delta d/d$	0.0008	0.0007	0.0018	0.0021	0.0032	0.0035	0.0025	0.0027
$\langle d \rangle$, нм	54	27	33	31	59	44	33	36
$\langle D \rangle$, нм	10	2						

субструктурных превращений, протекающих в процессе деформации монокристаллов.

Величина микротвердости образцов в зависимости от числа оборотов наковален Бриджмена изменяется немонотонно (рис. 2). Наблюдается как ее увеличение, так и снижение в зависимости от структурной эволюции. Замечено, что резкое максимальное упрочнение сплава Ni_3Fe происходит на первых стадиях деформации, когда в монокристаллическом материале появляются в локальных областях разориентированные фрагменты. Подобная зависимость поведения микротвердости образцов от числа оборотов характерна и для монокристаллов сплава Ni_3Ge , сохраняющего состояние дальнего атомного порядка до температуры плавления. Однако высокая энергия упорядочения этого интерметаллида по сравнению с Ni_3Fe

накладывает свои особенности проявления влияния степени деформации на состояние материала (рис. 2).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, необходимо отметить, что в ходе интенсивной пластической деформации монокристаллов Ni_3Fe методом кручения под высоким давлением, происходят структурные изменения на разных масштабных уровнях. Прежде всего это – нарушение монокристалличности исследуемого материала, появление аморфной составляющей, понижение упорядоченности вплоть до полного исчезновения дальнего атомного порядка, а также текстурирование материала и деформационная рекристаллизация сплава при увеличении степени деформации. Подобные процессы при интенсивной пластической деформации происходят и в сплаве Ni_3Al , обладающего более высокой энергией антифазной границы [21]. Проведенные нами исследования показывают более высокую устойчивость к деформационному воздействию сплавов с высокой энергией упорядочения.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ на проведение научных исследований по проекту № FEMN-2020-0004. Эксперименты по деформации монокристаллов в камере Бриджмена выполнены в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (тема “Давление”, № АААА-А18-118020190104-3). Рентгеновские синхротронные измерения выполнены на экспериментальной станции “Дифрактометрия в “жестком” рентгеновском диапазоне ЦКП “Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения”, ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ (проект № FWUS-202102024).

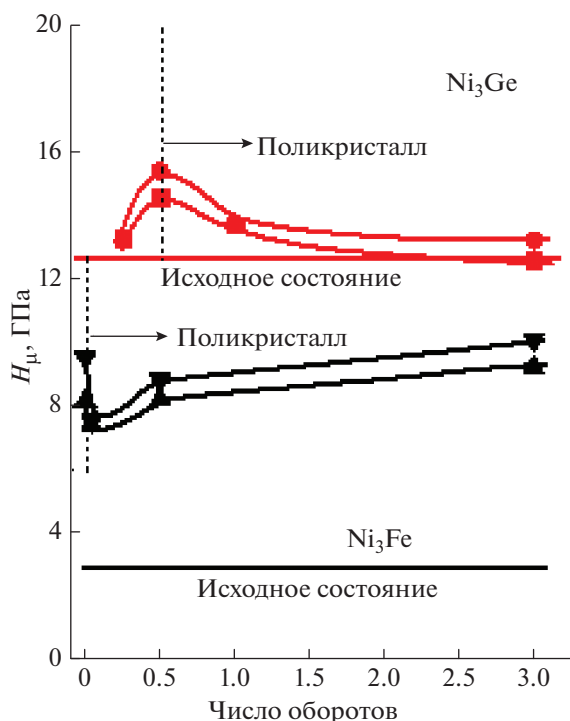


Рис. 2. Зависимость величины микротвердости от деформации кручения под высоким давлением образцов Ni_3Ge и Ni_3Fe .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhao Y., Bingert J.F., Liao X. et al. // Adv. Mater. 2006. V. 18. P. 2949.
2. Jong Woo Won, Seong-Woo Choi, Jae-Keun Hong et al. // Mater. Sci. Engin. A. 2020. V. 798. Art. No. 140328.

3. Zheng Z.J., Lin J.W., Gao Y. // Mater. Sci. Engin. A. 2016. V. 680. P. 426.
4. Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Ботвина Л.Р., Клевцова Н.А. и др. // Вестн. Оренбург. гос. ун-та. 2012. № 9(145). С. 123.
5. Клевцов Г.В., Ботвина Л.Р., Клевцова Н.А., Фот А.П. // Металловед. и терм. обр. металлов. 2010. № 8(662). С. 49.
6. Raab G.I. // Mater. Sci. Engin. A. 2005. V. 410–411. P. 230.
7. Варюхин В.Н., Спусканиук В.З., Матросов Н.И. и др. // Физ. и техн. выс. давления. 2001. Т. 11. № 1. С. 31.
8. Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N. et al // Acta Materialia. 1999. V. 47. No. 2. P. 579.
9. Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A. et al. Plastic deformation of nanostructured materials. London, N.Y.: CRC Press, Taylor and Francis Group, 2017. 321 p.
10. Valiev R.Z., Song C., Mcfadden S.X. et al. // Phil. Mag. A. 2001. V. 81. No. 1. P. 25.
11. Тюменцев А.Н., Третьяк М.В., Пинжун Ю.П. и др. // ФММ. 2000. Т. 90. № 5. С. 44.
12. Korznikov A.V., Korznikova G.F., Idrisova S.R. et al. // Acta Materialia. 1999. V. 47. No. 11. С. 3301.
13. Соловьева Ю.В., Пилюгин В.П., Старенченко С.В. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2017. Т. 81. № 3. С. 340;
14. Соловьев А.Н., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В., Старенченко В.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 7. С. 856; Solov'ev A.N., Starenchenko S.V., Solov'eva Yu.V., Starenchenko V.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2018. V. 82. No. 7. P. 765.
15. Соловьева Ю.В., Старенченко С.В., Старенченко В.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2020. Т. 84. № 12. С. 1825; Solov'eva Yu.V., Starenchenko S.V., Starenchenko V.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2020. V. 84. No. 12. P. 1582.
16. Starenchenko S.V., Kushnarenko V.M., Kozlov E.V. // ФММ. 1990. No. 10. С. 142.
17. Starenchenko S.V., Kozlov E.V. // ФММ. 1996. Т. 82. No. 5. С. 137.
18. Козлов Э.В., Старенченко С.В. // ФММ. 1979. Т. 48. № 6. С. 1220.
19. Старенченко С.В., Замятина И.П., Старенченко В.А. // Изв. вузов. Физ. 2002. № 8. С. 12.
20. Соловьева Ю.В., Старенченко С.В., Старенченко В.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2011. Т. 75. № 2. С. 218; Solov'eva Yu.V., Starenchenko S.V., Starenchenko V.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2011. V. 75. No. 2. P. 202.
21. Куц О.А., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В., Старенченко В.А., Пилюгин В.П., Анчаров А.И. // Автометрия. 2019. Т. 55. № 2. С. 36.
22. Williamson G.K., Hall W.H. // Acta Met. 1953. V. 1. P. 22.

Structure and mechanical properties of Ni₃Fe single crystals after severe plastic deformation

Yu. V. Solov'eva^{a,*}, S. V. Starenchenko^a, V. A. Starenchenko^a, V. P. Pilyugin^b,
T. P. Tolmachev^b, A. I. Ancharov^{c,d}, O. A. Kuts^a

^aTomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, 634002 Russia

^bMikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, 620990 Russia

^cInstitute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630128 Russia

^dBudker Institute of Nuclear Physics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, 630090 Russia

*e-mail: j_sol@mail.ru

We present the X-ray diffraction study of the atomic ordered Ni₃Fe single crystals with the L1₂ structure using synchrotron radiation. The structure of the material obtained at room temperature as a result of severe plastic deformation of single crystals in Bridgman anvils has been studied. After sample compression and subsequent rotation at different angles the state of atomic order changes up to the complete disappearance of the L1₂ structure. The violation of the single crystallinity occurs and the ultrafine-grained structure appears.