

Эффекты упорядочения в Fe-*x*Al сплавах

А. М. Балагуров⁺, И. А. Бобриков⁺¹⁾, И. С. Головин*

⁺Объединенный институт ядерных исследований, 141980 Дубна, Россия

*Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”, 119049 Москва, Россия

Поступила в редакцию 24 сентября 2019 г.

После переработки 24 сентября 2019 г.

Принята к публикации 3 октября 2019 г.

Эволюция структурных фаз и микроструктурного состояния составов Fe-*x*Al изучена в нейтронных дифракционных экспериментах, выполненных с высоким разрешением и в режиме непрерывного сканирования по температуре. Установлено, что в слабо неравновесном состоянии сплавов в интервале концентраций от $x \approx 23$ до $x \approx 31$ ат. % фаза D0₃ формируется в виде наноразмерных кластеров ($L \approx 100 \div 800$ Å), дисперсно распределенных в матрице неупорядоченной (A2) или частично упорядоченной (B2) фазы. Фазовые переходы B2 → D0₃ → B2 → A2 сопровождаются уменьшением или увеличением параметров элементарных ячеек фаз при, соответственно, упорядочении или разупорядочении атомной структуры. При этом происходит синхронное изменение параметра ячеек матрицы и кластеров, между которыми сохраняется высокая степень когерентности.

DOI: 10.1134/S0370274X19210021

Введение. Известно, что физические и материалыедческие свойства упорядоченных сплавов критическим образом зависят от организации их субмикроскопической структуры – микроструктуры на атомном уровне. При характеристике микроструктуры с помощью дифракции рентгеновского (синхротронного) излучения или тепловых нейтронов обычно анализируются такие ее параметры, как размер областей с дальним кристаллическим порядком (в общем случае – распределение по размерам), уровень микронапряжений в зернах, тип и степень выраженности кристаллографической текстуры. Для упорядоченных сплавов в это понятие включаются еще морфология областей с упорядоченным расположением атомов (их размеры, форма, пространственная организация) и степень порядка в них. Формирование областей с дальним порядком сильно зависит от условий приготовления сплава и последующих его термообработок и, как правило, приводит к микроструктуре, состоящей из антифазных доменов (АФД), либо кластеров сравнительно малых размеров (< 1000 Å) с упорядоченной атомной структурой, внедренных в структурно менее упорядоченную матрицу. Концепция антифазных доменов, под которыми понимаются соседние области с одинаковой, но сдвинутой друг относительно друга на некоторую долю вектора трансляции, структурой, появилась в 1940-х гг. [1] и обычно именно она предполагается в упорядочен-

ных сплавах (см. классические монографии [2, 3]). Ее современное изложение и описание дифракционных эффектов при наличии АФД можно найти в обзоре [4].

Обоснованная концепция, указывающая на возможность формирования в сплавах другого типа микроструктуры, а именно, в виде объемных кластеров с упорядоченным расположением атомов, встроенных в неупорядоченную матрицу, появилась в 1970-х гг. на основе анализа диффузного рассеяния рентгеновских лучей [5] и просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ – *transmission electron microscopy*) [6, 7]. Из модельных расчетов [8] следует, что при упорядочении сначала возникают области с ближним порядком с характерным размером на уровне $L \approx 20$ Å, дисперсно распределенные в неупорядоченной матрице. При длительном изотермическом отжиге они эволюционируют таким образом, что из них формируются кластеры с дальним порядком ($L \geq 200$ Å), из которых в дальнейшем могут быть сформированы АФД во всем объеме материала. Таким образом, микроструктуру в виде АФД можно рассматривать как предельный случай кластерной микроструктуры.

Следует отметить, что понятие структурно упорядоченных кластеров в сплавах не является строго определенным [9]. Компьютерное моделирование процесса упорядочения предсказывает появление взаимопроникающих областей с размытыми границами и сложной топологией. В настоящей рабо-

¹⁾e-mail: bobrikov@nf.jinr.ru

те понятие кластера используется в дифракционном смысле, а именно, под кластером понимается связанная область, степень порядка в которой выше, чем в матрице. Набору таких областей можно приписать некоторый характерный размер, который определяет дополнительный (размерный) вклад в ширины дифракционных пиков.

Оба варианта упорядочения бинарного сплава – АФД и дисперсные кластеры – приводят к появлению в дифракционных спектрах дополнительных брэгговских пиков, которые принято называть сверхструктурными. Их интенсивность сравнительно мала, поскольку определяется разностью атомных формфакторов в случае дифракции рентгеновских лучей или когерентных длин рассеяния в случае дифракции нейтронов входящих в состав сплава элементов, и это определяет трудности их анализа. Характерная особенность сверхструктурных пиков – их увеличенная ширина, что является следствием размерного эффекта. Количественный анализ микроструктуры состава Fe-27Al выполнен в наших нейтронных дифракционных работах [10, 11], в которых показано, что в этом сплаве в исходном после литья (слабо неравновесном) состоянии кластеры с упорядоченной структурой $D0_3$ дисперсно распределены в матрице с частично упорядоченной В2 структурой. Характерный размер кластеров составляет $L \sim 200 \text{ \AA}$ в исходном состоянии и увеличивается до $\sim 900 \text{ \AA}$ после перевода образца в неупорядоченное состояние ($T > 80 \text{ }^\circ\text{C}$) и медленного охлаждения, после чего возникает почти равновесное состояние. Если же состояние сильно неравновесное (после закалки), то образуются кластеры фазы В2 в неупорядоченной матрице А2. В [10] впервые был отмечен удивительный факт, состоящий в том, что кристаллические решетки матрицы и встроенных в нее кластеров оказались когерентными с очень высокой точностью (относительное различие параметров элементарных ячеек было на уровне 10^{-6}). Этот факт противоречил хорошо известному наблюдению значительного (на величину $\sim 0.01 \text{ \AA}$) уменьшения параметра ячейки сплавов Fe-Al, происходящему при упорядочении структуры.

Как продолжение этих работ нами проведены нейтронные дифракционные эксперименты на серии составов Fe-xAl (x соответствует ат. %) в широком диапазоне содержаний Al и выполнен их количественный анализ, что дало возможность проследить эволюцию структурного и микроструктурного состояния сплавов вплоть до $x = 50$ и выявить корреляцию изменений кристаллической решетки с эффектами упорядочения в форме дисперсных кластеров.

Использование дифракции нейтронов позволило избежать влияния поверхностных и локальных флуктуаций на наблюдаемые закономерности.

Образцы, эксперимент и обработка данных.

Литые образцы Fe-xAl ($10 \leq x \leq 50$ ат. %) были получены плавлением соответствующей смеси чистых Fe и Al в индукционной печи в аргоновой атмосфере и последующей кристаллизацией в медной форме. Химический состав слитков устанавливался с помощью энергодисперсионной спектроскопии с точностью $\pm 0.2 \%$. Для нейтронных экспериментов из слитков вырезались образцы в форме параллелепипеда, размерами $4 \times 8 \times 50$ мм. В использованной нами процедуре приготовления (*casting*) скорость охлаждения слитка составляет около 2000 K/мин (на поверхности), что формирует квазиравновесное состояние, в некоторых случаях заметно отличающееся от равновесного состояния, которое получается медленным (около 2 K/мин) охлаждением в печи. Имеющиеся многочисленные данные свидетельствуют, что в литых образцах Fe-xAl в диапазоне концентраций до $x = 50$ возможно образование трех типов структур: неупорядоченной А2 ($Im3m$, $a_{A2} \approx 2.92 \text{ \AA}$) и частично или полностью упорядоченных В2 ($Pm3m$, $a_{B2} \approx a_{A2} \approx 2.92 \text{ \AA}$) и $D0_3$ ($Fm3m$, $a_{D0_3} \approx 2a_{A2} \approx 5.84 \text{ \AA}$). Расположение атомов по позициям в этих структурных фазах приведено в [10].

Измерения дифракционных спектров выполнены на Фурье-дифрактометре высокого разрешения (ФДВР) на импульсном реакторе ИБР-2 в ОИЯИ (Дубна) [12]. Для развертки дифракционного спектра на ФДВР используется метод времени пролета, высокое разрешение по межплоскостному расстоянию обеспечивается быстрым Фурье-прерывателем. Возможно переключение между модами высокого разрешения ($\Delta d/d \approx 0.0015$) и высокой светосилы со средним разрешением ($\Delta d/d \approx 0.015$). Нейтронограммы, измеренные с высоким разрешением (диапазон одновременно измеряемых d_{hkl} составляет от 0.6 до 4 \AA , время накопления полного спектра – 1 ч), использовались для прецизионного анализа атомной структуры и ширин (профилей) дифракционных пиков. Во второй моде необходимая статистика набирается за время ~ 1 мин, она применяется для непрерывного сканирования по температуре при скоростях изменения температуры от 1 до 20 K/мин .

В неупорядоченном состоянии (фаза А2) сплава его дифракционный спектр содержит (основные) пики, соответствующие решетке α -Fe с индексами Миллера $h+k+l = 2n$. При упорядочении в фазе В2 симметрия структуры понижается до $Pm3m$, что приводит к появлению пиков с произвольным набором ин-

дексов Миллера. Образование фазы $D0_3$ приводит к изменению симметрии структуры и удвоению параметра ячейки. Для этой структуры дифракционные пики разделяются на три группы (при индексации пиков в ячейке фазы $D0_3$):

- основные пики с четными индексами Миллера и $(h + k + l) = 4n$;
- сверхструктурные пики 1-го типа со всеми четными (h, k, l) ;
- сверхструктурные пики 2-го типа со всеми нечетными (h, k, l) .

Кроме того, индексы Миллера для фазы $D0_3$ удовлетворяют стандартным правилам запрета для гранцентрированной ячейки, а именно, отсутствуют дифракционные пики со смешанными по четности индексами. Для состава с $x \approx 25$ (Fe_3Al) при низких (до $\sim 500^\circ C$) температурах в дифракционных спектрах видны пики всех трех групп (фаза $D0_3$). Далее (до $\sim 700^\circ C$) остаются пики первых двух групп (фаза $B2$), после чего остаются пики только 1-й группы (фаза $A2$).

Интенсивности основных, I_f , и сверхструктурных, I_s , дифракционных пиков зависят от температуры следующим образом:

$$\begin{aligned} I_f &\sim V_f(T) \cdot |F_f|^2 \cdot \exp[-W(T)], \\ I_s &\sim V_s(T) \cdot \xi^2(T) \cdot |F_s|^2 \cdot \exp[-W(T)], \end{aligned} \quad (1)$$

где $V_f(T)$ и $V_s(T)$ – объемная доля образца, занимаемая фазой, ответственной за появление соответствующих пиков, F_f и F_s – структурные факторы соответствующих пиков, $\xi(T)$ – фактор, характеризующий степень упорядочения атомов, $0 \leq \xi \leq 1$, $\exp[-W(T)]$ – фактор Дебая–Валлера. Для краткости, в формулы (1) не включены стандартные множители – факторы Лоренца и поглощения и коэффициент экстинкции. В случае дифракции нейтронов на стехиометрическом составе, например, $FeAl$, со структурой $B2$: $F_f = (b_{Fe} + b_{Al})$, $F_s = (b_{Fe} - b_{Al})$, где $b_{Fe} = 0.945$ и $b_{Al} = 0.345$ (в единицах 10^{-12} см) – когерентные длины рассеяния нейтронов ядрами железа и алюминия. Для структуры $D0_3$ и стехиометрического состава Fe_3Al : $F_f = (3b_{Fe} + b_{Al})$, $F_s = (b_{Fe} - b_{Al})$. Отсюда следует, что при полном упорядочении, т.е. при $\xi = 1$, структурные факторы основных пиков больше, чем сверхструктурных, в 2.2 и в 5.3 раза для $B2$ и для $D0_3$ соответственно.

При наличии дальнего ферромагнитного порядка в сплаве во всех дифракционных пиках, включая сверхструктурные, присутствует некоторый магнитный вклад, модулированный магнитным фактором железа, но из-за малой величины упоря-

доченного магнитного момента железа ($\mu_{Fe} \leq 2 \mu_B$) этот вклад невелик. Примеры дифракционных спектров, измеренных с высоким разрешением в различных фазах $Fe-xAl$, показаны на рис. 1.

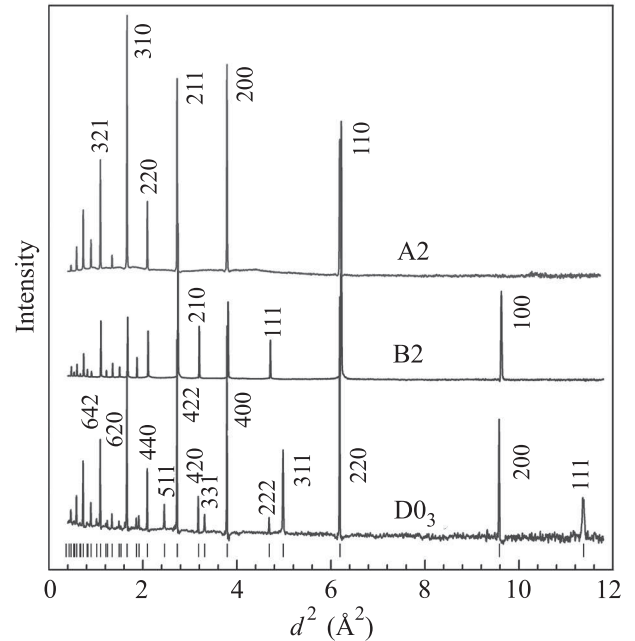


Рис. 1. (Цветной онлайн) Нейтронные дифракционные спектры составов $Fe-xAl$ в фазах $D0_3$ ($x = 27$) и $B2$ ($x = 50$) и $A2$ ($x = 16$) (снизу вверх). Вертикальные штрихи – расчетные положения пиков в фазе $D0_3$. При переходе в ячейку этой фазы все индексы Миллера пиков в фазах $A2$ и $B2$ следует умножить на 2

Профили измеряемых на ФДВР дифракционных пиков в первую очередь определяются вкладом от фурье-прерывателя, который близок к гауссиану с шириной, зависящей от максимальной скорости и используемой функции распределения частот вращения прерывателя [12]. В случае реального кристалла возникает дополнительное уширение, связанное с микродеформациями в кристаллитах, ϵ , и конечными размерами областей когерентного рассеяния (ОКР), L . Для ФДВР зависимость ширины дифракционного пика от межплоскостного расстояния, d , определяется соотношением (формулой Вильямсона–Холла):

$$(\Delta d)^2 = C_1 + (C_2 + C_3) \cdot d^2 + C_4 \cdot d^4, \quad (2)$$

где C_1 и C_2 константы, связанные с дифрактометром, $C_3 \approx (2\epsilon)^2$, $C_4 \approx (k/L)^2$, где k – константа Шеррера, близкая к 1 и учитывающая форму ОКР. При отсутствии эффекта размера (большие ОКР), зависимость $(\Delta d)^2$ от d^2 будет линейной, при его наличии – параболической. Соответственно, строя ее в

достаточно большом интервале d_{hkl} , можно определить ϵ и L . Практика работы на ФДВР показала, что его разрешающая способность позволяет уверенно определять микронапряжения в кристаллитах на уровне $\epsilon \approx 0.001$ и больше и характерные размеры ОКР на уровне $L \approx 2500 \text{ \AA}$ и меньше.

В модели дисперсных кластеров, которая, как было показано в [10], справедлива для литых образцов Fe-xAl, размерный эффект определяется размерами когерентно рассеивающих областей в кластерах и матрице, соотношение между которыми может быть произвольным. В силу высокой симметрии кристаллических решеток, сравнительно небольших величин параметров элементарных ячеек и высокого разрешения ФДВР в нейтронных дифракционных спектрах Fe-xAl все измеряемые пики являются одиночными и их основные характеристики (интенсивность, положение, ширина) могут быть определены индивидуально для каждого пика. Это является важным моментом для анализа корректности получаемых результатов, позволяет независимо определять параметры ячейки для матрицы и кластеров и контролировать возможные эффекты анизотропного уширения пиков.

Результаты. Если руководствоваться только наличием тех или иных пиков в дифракционных спектрах, то можно заключить, что литые составы Fe-xAl с увеличением x переходят из неупорядоченной фазы A2 в D0₃ при $x \approx 19$ и далее в B2 при $x \approx 33$. Это было установлено еще в начале 1930-х гг. [13] и отражено в известных фазовых диаграммах (см., например, [14]). Однако более подробное рассмотрение, включающее анализ ширин и интенсивностей дифракционных пиков, значительно усложняет эту картину.

Характерные зависимости $(\Delta d)^2$ от d^2 для трех структурных фаз Fe-xAl показаны на рис. 2. В случаях фаз A2 и B2 все экспериментальные точки ложатся на одну параболическую кривую, из коэффициентов которой определяются ϵ и L . Величина микронапряжений для всех изученных составов оказалась очень малой ($\epsilon < 0.001$), а размер ОКР варьировался от 1200 до 2200 \AA . Такое поведение ширин пиков соответствует однородной структуре, хотя сравнительно небольшой размер ОКР указывает на присутствие большого числа дефектов. Для составов, находящихся в фазе D0₃, ситуация другая – ширины дифракционных пиков ложатся на две зависимости от d_{hkl} , близкую к линейной для пиков, разрешенных в фазах A2 и B2, и параболическую для сверхструктурных пиков, разрешенных только в фазе D0₃. Эта картина полностью соответствует микроструктуре, сформированной кластерами упо-

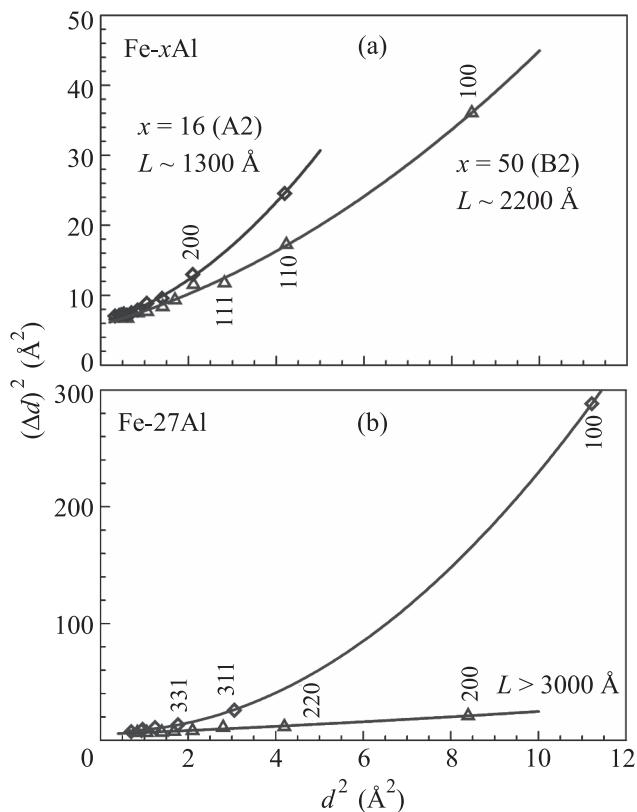


Рис. 2. (Цветной онлайн) Построения Вильямсона–Холла для ширин дифракционных пиков составов Fe-xAl: (a) – $x = 16$ (фаза A2) и $x = 50$ (фаза B2); (b) – $x = 27$ (фаза D0₃). Для $x = 16$ и 50 зависимости параболические, характерные размеры областей когерентного рассеяния составляют 1300 и 2200 \AA , соответственно. Для $x = 27$ зависимость почти линейная для пиков, разрешенных в фазах A2 и B2 ($L > 3000 \text{ \AA}$), и параболическая для сверхструктурных пиков, разрешенных в фазе D0₃, соответствующая характерному размеру областей когерентного рассеяния $\sim 700 \text{ \AA}$. Величины Δd умножены на 10^3

рядоченной фазы D0₃, внедренными в частично упорядоченную матрицу со структурой B2. Для поли- и монокристалла Fe-27Al подробный анализ дифракционных данных с определением температурных зависимостей характерных размеров кластеров и степени упорядочения в них выполнен в работах [10, 11]. Кластеры D0₃ наблюдаются вплоть до $x = 31$, причем происходит уменьшение их размера до $L \approx 80 \text{ \AA}$.

С увеличением содержания Al в сплавах параметр элементарной ячейки и интенсивности дифракционных пиков эволюционируют некоторым образом (рис. 3). Наблюдаемое отклонение параметра ячейки от линейного роста с увеличением x , т.е. его фактическое уменьшение при переходе к упорядоченному состоянию, является для бинарных сплавов давно и

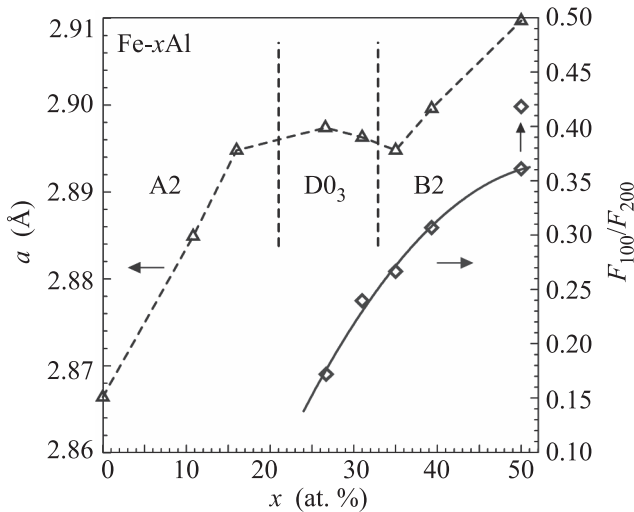


Рис. 3. (Цветной онлайн) Параметр элементарной ячейки (для $D0_3$ показана величина $a' = a/2$) и отношение структурных факторов порядков отражения 100 и 200 фазы B2 как функция x . При $x = 50$ показаны две точки: нижняя – литой образец, верхняя – после его нагрева и медленного охлаждения (почти равновесное состояние). Вертикальные линии разделяют (условно) области существования A2, $D0_3$ и B2 как основных структурных фаз. Ошибки точек примерно соответствуют размеру символов

хорошо известным фактом. В частности, для сплавов Fe- x Al подробные рентгеновские данные приведены в [15], и они совпадают с нашими данными в пределах ± 0.001 Å. Причины этого явления продолжают дискутироваться. Так, в обзорной статье [16] на основе экспериментальных данных для большого числа бинарных сплавов обсуждается вопрос, связано ли уменьшение параметра с энергетическими или с геометрическими (различие в ионных радиусах) факторами. Имеющиеся данные лучше коррелируют с изменением энергии упорядочения и, соответственно, вычисления из первых принципов могут качественно предсказать наблюдаемую зависимость параметра элементарной ячейки от состава, как это продемонстрировано в работе [17] для составов Fe-Ga.

Удивительный факт (на который ранее не обращали внимания) состоит в том, что показанный на рис. 3 параметр ячейки определен по положению основных пиков, т.е. для матрицы. И поскольку в исходном состоянии литых образцов кластеры занимают (по оценке, сделанной в [11]) $\leq 40\%$ объема образца, то можно было бы ожидать, что параметр ячейки матрицы в диапазоне содержания Al от $x \approx 23$ до ≈ 31 должен линейно (как в фазе A2) расти. При этом профили основных дифракционных пиков

в спектрах высокого разрешения должны были бы представлять собой сумму узких пиков от матрицы и широких пиков от кластеров, сдвинутых относительно друг друга на $\Delta d \approx 0.01$ Å, чего не наблюдается. Более того, как показано в [10], параметры ячейки, определенные по положениям отдельных основных и сверхструктурных пиков, укладываются в интервал ± 0.0001 Å, т.е. между кристаллическими решетками матрицы и кластеров выполняется очень высокая степень когерентности.

Приведенные рассуждения подтверждаются данными по корреляции параметра кристаллической решетки и упорядочения в форме дисперсных кластеров, полученные нами для состава Fe-27Al, находящегося в исходном неравновесном состоянии, при его медленном (2 град/мин) нагревании. В ходе нагрева образца наблюдаются фазовые превращения $B2 \rightarrow D0_3 \rightarrow B2 \rightarrow A2$, регистрируемые по возникновению и исчезновению сверхструктурных дифракционных пиков. На рисунке 4 видно, что сверхструк-

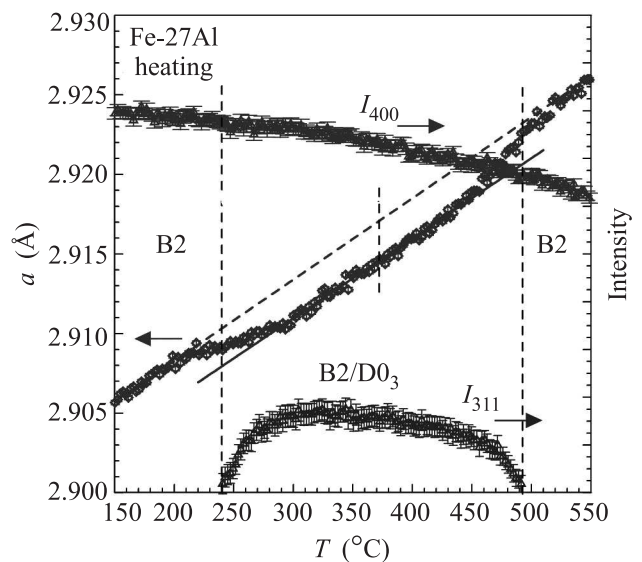


Рис. 4. (Цветной онлайн) Зависимости от температуры параметра элементарной ячейки матрицы (фаза B2) и интенсивностей основного (I_{400}) и сверхструктурного (I_{311}) пиков фазы $D0_3$, измеренные при нагревании состава Fe-27Al. В интервале температур ($240 < T < 490$) °C микроструктура образца представляет собой матрицу частично упорядоченной фазы B2 с дисперсно распределенными в ней кластерами упорядоченной фазы $D0_3$. Параметр ячейки уменьшается при упорядочении и увеличивается при разупорядочении. Индексы Миллера дифракционных пиков приведены для ячейки фазы $D0_3$

турный пик 311, связанный с образованием кластеров фазы $D0_3$, появляется при $T \approx 240$ °C и суще-

ствуется до $T \approx 490^\circ\text{C}$ и в этом же интервале температур происходит характерное уменьшение параметра элементарной ячейки, определенного, как и ранее, по положениям основных пиков, т.е. для матрицы В2. При этом интенсивность основных пиков плавно, без каких-либо резких изменений, убывает в соответствии с уменьшением фактора Дебая–Валлера. Эффективное уменьшение параметра в этом случае составляет $\sim 0.0025 \text{ \AA}$. Эта величина в несколько раз меньше, чем при вариации x , что, по-видимому, связано с неполной степенью упорядочения структуры в кластерах.

Из показанного на рис. 3 отношения структурных факторов F_{100}/F_{200} (отношение используется для устранения возможного влияния текстуры на интенсивность пиков) следует, что с ростом x происходит постепенный рост интенсивности сверхструктурных пиков. Для фазы В2 расчет структурных факторов в зависимости от содержания Al и степени упорядочения приводит к отношению:

$$F_{100}/F_{200} = 2(x - y)\Delta b / (2b_{\text{Fe}} - 2x\Delta b), \quad (3)$$

где y – доля неупорядоченных атомов ($y = 0$ при максимально возможном упорядочении состава с заданным x), $\Delta b = b_{\text{Fe}} - b_{\text{Al}}$. Показанные на рис. 3 измеренные значения этого отношения качественно соответствуют формуле (3), количественное соответствие достигается, если предположить неполное упорядочение структуры (в пределах от 1 до 10%) или влияние экстинкции на интенсивности сильных пиков (в этих же пределах).

Изменения интенсивностей дифракционных пиков при нагреве образцов и извлекаемые из них зависимости структурных характеристик от температуры для состава с $x = 27$ подробно обсуждены в [10]. Полученные новые данные подтверждают то, что структурные переходы $\text{D0}_3 \rightarrow \text{B2} \rightarrow \text{A2}$, наблюдаемые в Fe-xAl вплоть до $x = 31$, являются типичными переходами 2-го рода. Необычные температурные зависимости зарегистрированы только для состава Fe-50Al, а именно, нормальное уменьшение интенсивностей, связанное с температурным фактором Дебая–Валлера, неожиданно сменяется появлением максимума при $T \approx 550^\circ\text{C}$, причем в интенсивностях как основных, так и сверхструктурных пиков (рис. 5). Из возможных причин этого эффекта наиболее вероятной является экстинкционная, т.е. в этом интервале температур возникает заметное нарушение дальнего порядка, экстинкция уменьшается, что и приводит к увеличению интенсивностей. Косвенное подтверждение этого предположения – увеличение ширины всех дифракционных пиков

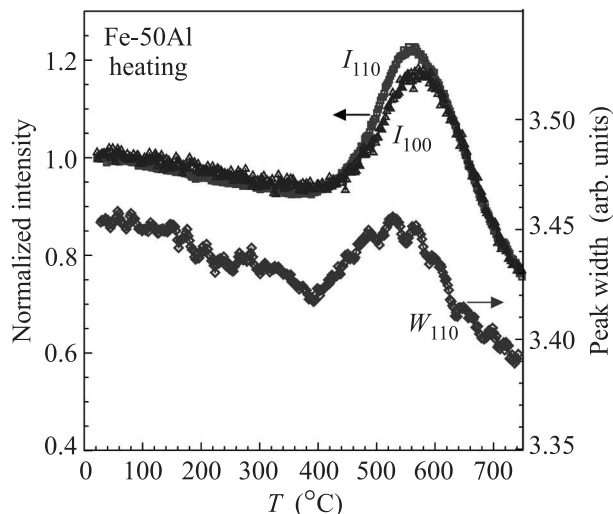


Рис. 5. (Цветной онлайн) Зависимости от температуры нормированных интенсивностей (левая шкала) сверхструктурного (I_{100}) и основного (I_{110}) пиков и ширины (правая шкала) основного пика (W_{110}), измеренные при нагревании состава Fe-50Al со скоростью 2 град/мин

в том же диапазоне температур, также показанное на рис. 5.

Это предположение подтверждается и поведением параметра элементарной ячейки при нагреве (рис. 6). Из его S-образного изменения в рай-

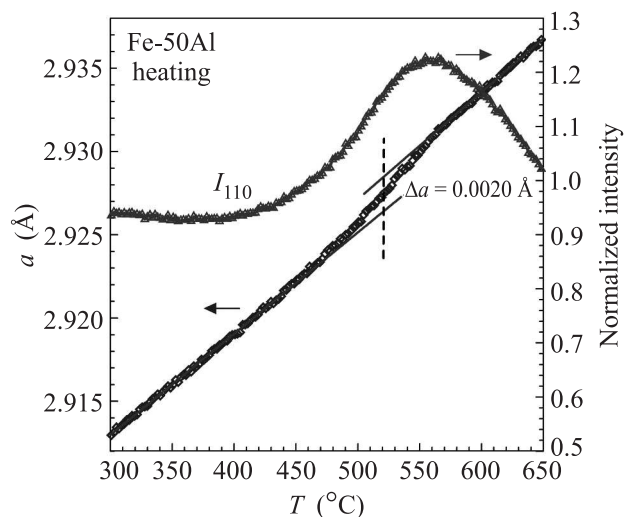


Рис. 6. (Цветной онлайн) Зависимости от температуры нормированной интенсивности (правая шкала) дифракционного пика (I_{110}) и параметра элементарной ячейки (левая шкала) фазы В2, измеренные при нагревании состава Fe-50Al

оне 520°C на 0.002 \AA следует, что в диапазоне ($450\text{--}570$) $^\circ\text{C}$ происходит разупорядочение структуры, т.е.

во всем объеме образца или в какой-то его части степень порядка в фазе B2 уменьшается, т.е. происходит переход B2 → A2. Это должно приводить к некоторому уменьшению интенсивностей сверхструктурных пиков, но при сильном уменьшении влияния экстинкции, возможно увеличение интенсивностей, что и наблюдается.

Заключение. В заключение сформулируем основные результаты. Нейтронные дифракционные эксперименты, выполненные с высоким разрешением по межплоскостному расстоянию и в режиме непрерывного сканирования по температуре, позволили проследить эволюцию структурных фаз и микроструктурного состояния составов Fe-*x*Al. Установлено, что в литых образцах (слабо неравновесное состояние) в интервале концентраций от $x \approx 23$ до $x \approx 31$ ат. % фаза D0₃ формируется в виде наноразмерных кластеров ($L \approx 100\text{--}800 \text{ \AA}$), дисперсно распределенных в матрице неупорядоченной (A2) или частично упорядоченной (B2) фазы.

При температурном сканировании переходы B2 → D0₃ → B2 → A2 сопровождаются характерными изменениями в зависимостях параметра ячейки от температуры: уменьшением при упорядочении, увеличением при разупорядочении. Ранее неизвестный факт состоит в том, что происходит синхронное изменение параметра ячеек матрицы и кластеров, между которыми сохраняется высокая степень когерентности. Из прецизионных значений параметра ячейки, определенных независимо из положений основных и сверхструктурных пиков, следует, что различие между параметрами решеток матрицы и кластеров, если и существует, то оно много меньше ожидаемого ($< 0.0002 \text{ \AA}$).

Расчеты из первых принципов, проведенные в [17] для Fe-*x*Ga, показали возможность теоретического описания этого эффекта. Соответствующее развитие методики расчетов может позволить предсказывать появление кластеров с упорядоченной структурой и оценивать их размеры, оценивать степень упорядочения в областях, занятых фазой D0₃, выявлять возможные различия в величинах параметров элементарных ячеек матрицы и кластеров.

Авторы благодарны Х. Нейхаузер (H. Neuhauser) за изготовление сплавов, В. Г. Симкину и С. В. Сумникову за помощь в проведении нейтронных дифракционных экспериментов на нейтронном источнике ИБР-2 (ОИЯИ, Дубна).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты # 18-02-00325 и 17-52-44024).

1. A. J. C. Wilson, Proc. Roy. Soc. A **181**, 360 (1943).
2. B. E. Warren, *X-Ray Diffraction*, Addison Wesley, N.Y. (1969).
3. В. И. Иверонова, Г. П. Ревкевич, *Теория рассеяния рентгеновских лучей*, изд. МГУ, М. (1978).
4. P. Scardi, *Powder Diffraction. Theory and Practice*, RSC Publishing, Cambridge (2008), p. 376.
5. M. Greenholz and A. Kidron, Acta Crystallogr. A **26**, 306 (1970).
6. H. Warlimont and G. Thomas, Metal. Sci. J. **4**, 47 (1970).
7. D. Watanabe, H. Morita, H. Saito, and S. Ogawa, J. Phys. Soc. Jpn. **29**, 722 (1970).
8. K. Shiiyama, H. Ninomiya, and T. Eguchi, *Research of Pattern Formation*, KTK Scientific Publisher, Tokyo (1994), p. 411.
9. J. M. Ziman, *Models of disorder. The theoretical physics of homogeneously disordered systems*, Cambridge University Press, Cambridge (1979).
10. А. М. Балагуров, И. А. Бобриков, Б. Мухаметулы, С. В. Сумников, И. С. Головин, Письма в ЖЭТФ **104**, 560 (2016).
11. А. М. Balagurov, I. A. Bobrikov, S. V. Sumnikov, and I. S. Golovin, Acta Mater. **153**, 45 (2018).
12. А. М. Балагуров, И. А. Бобриков, Г. Д. Бокучава, В. В. Журавлев, В. Г. Симкин, ЭЧАЯ **46**, 453 (2015).
13. A. J. Bradley and A. H. Jay, Proc. Roy. Soc. A **136**, 210 (1932).
14. O. Kubaschewski, *Iron - Binary phase diagrams*, Springer-Verlag, Berlin (1982).
15. A. Taylor and R. M. Jones, J. Phys. Chem. Solids **6**, 16 (1958).
16. R. W. Chan, Intermetallics **7**, 1089 (1999).
17. M. V. Matunina, M. A. Zagrebin, V. V. Sokolovskiy, O. O. Pavlukhina, V. D. Buchelnikov, A. M. Balagurov, and I. S. Golovin, Phase Trans. **92**, 101 (2019).