

УДК 548:539.12.04

## ПРИМЕНЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ МЕТОДОВ И МЕТОДА ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ К АНАЛИЗУ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В СПЛАВЕ Ni<sub>3</sub>Fe

А. А. Клопотов, Ю. А. Тимошников, Э. В. Козлов, Н. А. Конева

Томский государственный архитектурно-строительный университет, 634003 Томск

Представлены результаты исследований структурных и механических свойств и проведен анализ значений плотности и типов дислокаций, параметров дислокационного взаимодействия и энергии, затраченной на деформацию образцов сплава Ni<sub>3</sub>Fe в различных исходных состояниях. Показано, что характер деформационного упрочнения в упорядочиваемом сплаве Ni<sub>3</sub>Fe зависит от внешних воздействий (деформации, облучения  $\gamma$ -квантами).

**Введение.** Деформационное упрочнение металлов и упорядочивающихся сплавов сильно зависит от структурного состояния материала. В таких сплавах при переходе из разупорядоченного состояния в упорядоченное меняется структура скользящих дислокаций. Это дает возможность получать на одном сплаве широкий спектр дислокационных субструктур [1–3], что позволяет изучать эволюцию субструктуры после пластической деформации, облучения потоком частиц и нагрева [1–4].

В связи с этим представляет интерес выяснить характер деформационного упрочнения в сплавах, испытывающих фазовый переход порядок — беспорядок, на примере упорядочиваемого сплава Ni<sub>3</sub>Fe [5], поскольку для него имеются достаточно подробные сведения о состояниях атомного дальнего порядка после различных термообработок [6]. В этом сплаве при  $T = 802$  К происходит фазовый переход порядок — беспорядок (сверхструктура L1<sub>2</sub> — разупорядоченный твердый раствор со структурой A1). В данной работе представлены результаты исследования деформационного упрочнения в зависимости от структурных состояний сплава Ni<sub>3</sub>Fe после пластической деформации, отжига, облучения.

**Материалы и методика эксперимента.** Материалом для исследования служил сплав Ni<sub>3</sub>Fe в упорядоченном и разупорядоченном состояниях. Состояние атомного дальнего порядка достигалось отжигом от температуры 810 К со скоростью охлаждения 5 К/сут до комнатной температуры. Степень атомного дальнего порядка  $\eta$  при этом достигала порядка 0,9, размеры антифазных доменов составляли 25–35 нм [6]. Состояние с ближним порядком получали закалкой образцов в воде от температуры 1000 К. Исследования проводили на поли- и монокристаллах.

Облучение  $\gamma$ -квантами осуществлялось с помощью радиоактивного источника <sup>60</sup>Со при мощности дозы 278 Р/с и температуре образца не ниже 40 °С в течение 120 ч, что соответствует суммарной дозе облучения 10<sup>7</sup> Р. Для изучения дислокационной структуры, формирующейся в процессе деформации исходного и облученного материалов, монокристаллические образцы подвергали сжатию при комнатной температуре со скоростью 10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup> вдоль оси  $\langle 111 \rangle$ . Такая ориентация выбрана потому, что она является ориентацией множественного скольжения (равнонагружено 6 систем скольжения). Поликристаллические образцы со средним размером зерна порядка 40 мкм деформировали прокаткой при комнатной температуре. Электросопротивление измеряли стандартным четырехто-

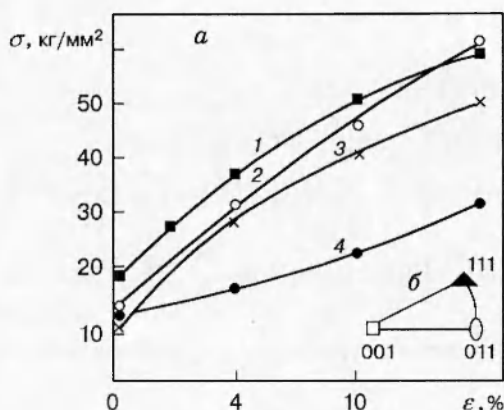


Рис. 1

чечным методом [7].

Структура образцов после различных обработок исследовалась методами просвечивающей дифракционной электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии. Просмотр фольги осуществляли на электронном микроскопе ЭМВ-100АК, съемку рентгенограмм — на дифрактометре ДРОН-3. Изменение дефектности образцов после облучения и малых деформаций исследовали методом резерфордовского обратного рассеяния с использованием эффекта «каналирования» вдоль направления  $\langle 111 \rangle$ .

**Результаты и обсуждение.** На рис. 1 приведены: *a* — зависимости приложенного вдоль направления  $\langle 111 \rangle$  деформирующего напряжения от степени деформации  $\epsilon$  в монокристаллах сплава  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  после различных видов обработки: отжига на дальний порядок, отжига с последующим облучением (доза облучения  $2 \cdot 10^6$  Р), закалки с последующим облучением, закалки на ближний порядок (кривые 1–4 соответственно, точки — эксперимент); *b* — стандартный стереографический треугольник.

Совершаемая в процессе деформации работа при прочих равных условиях зависит от степени несовершенства и эволюции дефектной субструктуры монокристалла в процессе нагружения. Это подтверждается кривыми деформационного упрочнения образцов монокристалла  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  после различных видов обработки. Данное обстоятельство использовано при анализе полученных зависимостей. Работа деформации  $A \sim \sigma \Delta \epsilon$  [8], полная работа, затраченная на деформацию до  $\epsilon = 15\%$  при  $T = 293$  К, равна площади под кривой зависимости  $\sigma - \epsilon$ . Площади, определенные по экспериментальным зависимостям деформационного упрочнения монокристалла  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ , позволили записать цепочку неравенств

$$A_1 > A_{1+\gamma} > A_{2+\gamma} > A_2,$$

где  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_{1+\gamma}$ ,  $A_{2+\gamma}$  — работа, затраченная на деформацию: отожженного монокристалла с высоким значением параметра дальнего порядка ( $\eta \rightarrow 1$ ); разупорядоченного монокристалла, закаленного от температур выше  $T_K$  фазового перехода порядок — беспорядок ( $\eta \rightarrow 0$ ); отожженного и облученного  $\gamma$ -квантами монокристалла; разупорядоченного и облученного монокристалла.

Для рассматриваемых состояний материала энергии деформации соотносятся следующим образом:

$$E_1 > E_{1+\gamma} > E_{2+\gamma} > E_2$$

(индексы соответствуют употребленным в формуле для  $A$ ).

После активной пластической деформации в сплаве  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  происходит заметное увеличение плотности дислокаций (от  $10^8$  до  $10^{10}$   $\text{см}^{-2}$ ). Известно [1–3], что наиболее интенсивно

Деформация, %	$\rho$ , см <sup>-2</sup>			
	Отжиг	Отжиг + облучение	Закалка	Закалка + облучение
0	$(1,0 \pm 0,2) \cdot 10^8$	$(0,7 \pm 0,2) \cdot 10^8$	$(1,0 \pm 0,2) \cdot 10^8$	$(1,0 \pm 0,2) \cdot 10^8$
10	$(1,0 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$	$(0,8 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$	$(1,1 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$	$(1,8 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$
15	$(2,0 \pm 0,2) \cdot 10^{10}$	$(2,1 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$	$(1,6 \pm 0,2) \cdot 10^{10}$	$(1,9 \pm 0,1) \cdot 10^{10}$

возрастает плотность дислокаций на второй стадии упрочнения (область от 3 до 20 %), на третьей стадии (от 20 до 60 %) скорость их накопления уменьшается, на четвертой ( $\epsilon > 60\%$ ) она возрастает с постоянной скоростью. Видно, что физическая природа механизмов деформации на различных стадиях различна. При этом превращение порядок — беспорядок не изменяет природы стадийности, но сильно влияет на протяженность стадий [1], т. е. протяженность стадий зависит от структурного состояния сплава и ориентации монокристалла при деформации. В данной работе исследуемый интервал деформаций ограничен второй стадией. В упорядочивающихся сплавах с ростом степени деформации наблюдается увеличение плотности дислокаций и накопление антифазных границ в плоскости скольжения [5]; также возможно и нарушение атомного дальнего порядка в упорядоченном состоянии. Заметим, что последнее предположение является дискуссионным [9].

Электронно-микроскопическим методом на фольгах определена плотность дислокаций  $\rho$  в сплаве Ni<sub>3</sub>Fe после различных воздействий (см. таблицу). Установлено, что плотность дислокаций в необлученных закаленном и отожженном недеформированных образцах одинакова и после деформации до 25 % сплав имеет сетчато-ячеистую субструктуру с плотностью дислокаций  $2,5 \cdot 10^{10}$  см<sup>-2</sup>. Анализ электронно-микроскопических изображений позволил установить, что облучение приводит к незначительному уменьшению плотности дислокаций. На основе полученных данных можно предположить, что пластическая деформация облученных образцов сопровождается генерацией меньшего числа дислокаций и дислокационных петель. Этот эффект усиливается с увеличением степени деформации. В деформированных облученных образцах, до облучения находящихся в разупорядоченном состоянии, обнаружены сверхдислокации, что свидетельствует о частичном упорядочении разупорядоченного твердого раствора при облучении, т. е. росте атомного дальнего порядка в нем.

Важным параметром в ряде теорий деформационного упрочнения является параметр междислокационного взаимодействия  $\alpha$  [5], связывающий напряжение течения  $\sigma$  с плотностью дислокаций  $\rho$ :

$$\sigma = \sigma_f + m\alpha G|\mathbf{b}|\rho^{-1/2},$$

где  $\sigma_f$  — сопротивление деформированию недислокационного происхождения;  $m$  — фактор Шмида;  $|\mathbf{b}|$  — модуль вектора Бюргерса скользящей дислокации;  $G$  — модуль сдвига. Параметр  $\alpha$  можно определить из зависимости  $\sigma = f(\rho^{1/2})$ , которая для сплава Ni<sub>3</sub>Fe в различных исходных состояниях приведена на рис. 2 (обозначение кривых см. на рис. 1). В исследуемом интервале деформаций указанные зависимости аппроксимируются прямыми. Значения параметра  $\alpha$ , определенные по наклону этих прямых, следующие: после отжига (упорядоченное состояние) — 0,9, после отжига и облучения — 1,2, после закалки (разупорядоченное состояние) — 0,4, после закалки и облучения — 1,2. Как видно, минимальное значение  $\alpha$  наблюдается в закаленном материале, максимальное — в облученном после отжига и закалки. Таким образом, облучение приводит к усилению междислокационных взаимодействий и деформация облученного материала обеспечивается меньшей плотностью дислокаций, чем необлученного. Следует отметить, что эти процессы происходят

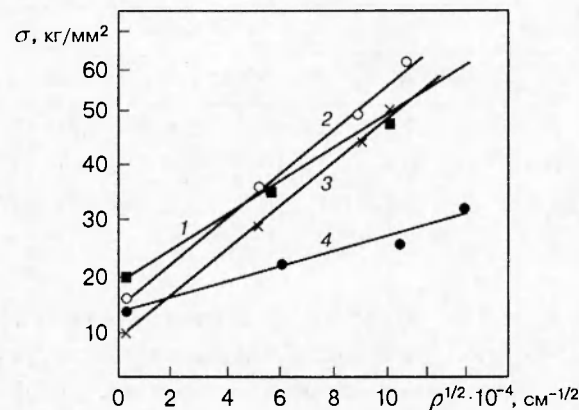


Рис. 2

в материале, в котором не обнаружено заметного возрастания радиационных дефектов (количество вакансий, образующихся в результате облучения, сравнимо с количеством закалочных вакансий [10]).

Результаты, полученные электронно-микроскопическим методом, позволяют говорить об образовании атомного дальнего порядка в закаленных образцах при воздействии на них  $\gamma$ -квантов. Это нашло подтверждение при рентгенодифракционных исследованиях. Анализ профилей интенсивности дифракционных линий, полученных рентгенодифракционным методом, в области сверхструктурного рефлекса (100) свидетельствует о том, что сплав  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  с ближним атомным порядком (закаленное состояние) в результате облучения  $\gamma$ -квантами становится частично упорядоченным. Параметр дальнего атомного порядка, оцененный по соотношению суммарных интенсивностей сверхструктурного и основного (200) рефлексов, характеризуется величиной  $\eta = 0,2 \pm 0,1$ . Видимый размер областей когерентного рассеяния, вычисленный из полуширины сверхструктурного рефлекса методом аппроксимации, оказался равным  $(25 \pm 5)$  нм. Незначительное количественное изменение интенсивностей основных и сверхструктурных рентгеновских рефлексов в образце с дальним порядком после его облучения не дает возможности достоверно оценить изменение в нем степени дальнего порядка. Предположение о том, что облучение разупорядоченного образца приводит к образованию в нем атомного дальнего порядка, находит косвенное подтверждение при исследовании процесса деформации облученного и необлученного материалов. О перераспределении атомов в твердом растворе при облучении  $\gamma$ -квантами свидетельствуют также результаты мессбауэровских исследований [11].

Данный вывод подтверждают энергетические спектры, полученные методом резерфордского обратного рассеяния. Анализ этих спектров позволяет утверждать, что деформация предварительно облученных монокристаллов сопровождается генерацией меньшего числа смещенных атомов по сравнению с числом смещенных атомов в образцах, только продеформированных, но не подвергнутых облучению.

Сравнение значений плотности, типов дислокаций, параметров дислокационного взаимодействия и работ, затраченных на деформацию образцов сплава  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  в различных исходных состояниях, позволяет сделать следующее заключение. Увеличение междислокационного взаимодействия в облученном материале приводит к перестройке структуры в локальных местах в области дефектов и частичному атомному упорядочению. Исследование структурного состояния методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей [4] свидетельствует как об изменении средней дефектности среды, так и о перераспределении электронной плотности в материале. Действительно, данные, полученные при по-

мощи этого метода в исходном упорядоченном необлученном и облученном сплаве  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ , подтверждают образование особого структурного состояния [4]. Возможной причиной изменения кривых деформационного упрочения при облучении является перераспределение электронной плотности относительно исходного состояния, которое и приводит к перестройке структуры в локальных местах в области дефектов и частичному атомному упорядочению [12].

#### ЛИТЕРАТУРА

1. **Koneva N. A., Lychagin D. V., Trishkina L. I., Kozlov E. V.** Types of dislocation substructures and stages of stress-strain curves of FCC alloys // *Strength of Metals and Alloys: Proc. ICSMA-7. Oxford: Pergamon Press, 1985. V. 1. P. 21–26.*
2. **Koneva N. A., Lychagin D. V., Teplyakova L. A., Kozlov E. V.** Parameters of dislocation structures and factors determining flow stress at stages III and IV // *Strength of Metals and Alloys: Proc. ICSMA-8. Helsinki: Pergamon Press, 1988. P. 385–390.*
3. **Koneva N. A., Trishkina L. I., Lychagin D. V., Kozlov E. V.** Self-organization and phase transitions in dislocation structure // *Strength of Metals and Alloys: Proc. ICSMA-9. London: Publ. Co., 1991. P. 157–164.*
4. **Тимошников Ю. А., Демиденко В. С., Кушнарченко В. М., Клопотов А. А.** Влияние малых доз гамма-квантов на упорядочение в сплаве  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  // *Изв. вузов. Физика. 1993. № 9. С. 89–92.*
5. **Попов Л. Е., Конева Н. А., Терешко И. В.** Деформационное упрочнение упорядоченных сплавов. М.: *Металлургия*, 1979.
6. **Козлов Э. В., Тайлашев А. С., Штерн Д. М., Клопотов А. А.** Превращение порядок — беспорядок в сплаве  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  // *Изв. вузов. Физика. 1977. № 5. С. 32–34.*
7. **Юм-Розери В., Христиан Дж., Пирсон В.** Диаграммы равновесия металлических систем. М.: *Металлургиздат*, 1956.
8. **Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М.** Теория упругости. М.: *Наука*, 1987.
9. **Старенченко С. В., Замятина И. П., Старенченко В. А.** Влияние деформации на состояние дальнего порядка в монокристалле  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  // *Структурно-морфологические основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий: Материалы III Межгос. семинара. Обнинск, 1995. С. 33, 34.*
10. **Чернов В. Б., Тимошников Ю. А., Мамонтов А. О.** Изменение структуры сплава ВК при воздействии малых доз  $\gamma$ -излучения // *Атом. энергия. 1984. Т. 57, вып. 1. С. 58–69.*
11. **Зайцева Н. М., Елизарова Л. Ю., Куликов В. А.** Структурные изменения в никелевом сплаве, подвергнутом облучению  $\gamma$ -квантами в газовой среде // *Изв. вузов. Физика. 1996. № 2. С. 75–82.*
12. **Бекренев А. Б., Миркин Л. Ю.** Малоугловая рентгенография деформации и разрушения материалов. М.: *Изд-во Моск. ун-та*, 1991.

*Поступила в редакцию 10/VI 1997 г.*