

УДК 538.911 : 52-624

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛА Ni_3Al ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

© О. А. Куц¹, С. В. Старенченко¹, Ю. В. Соловьева¹,
В. А. Старенченко¹, В. П. Пилюгин², А. И. Анчаров^{3,4}

¹Томский государственный архитектурно-строительный университет,
634003, г. Томск, пл. Соляная, 2

²Институт физики металлов им. М. Н. Михеева УрО РАН,
620108, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18

³Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18

⁴Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН,
630090, г. Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 11
E-mail: sve-starenchenko@yandex.ru

Проведено рентгенодифракционное исследование монокристаллов сплава Ni_3Al , упорядоченных по типу $L1_2$ с использованием синхротронного излучения. Изучена ультрамелкозернистая структура, полученная в результате интенсивной деформации. В исходном состоянии упорядоченный монокристалл ориентирован вдоль оси сжатия $[211]$. Наряду с упорядоченной фазой присутствует небольшая доля разупорядоченного кристалла, ориентированного вдоль оси $[100]$. Сжатие образцов и последующее скручивание на разные углы привело к нарушению монокристалличности образца, изменению состояния упорядоченности вплоть до исчезновения сверхструктуры $L1_2$.

Ключевые слова: монокристалл, сверхструктура $L1_2$, сверхдислокация, дальний порядок, синхротронное излучение.

DOI: 10.15372/AUT20190204

Введение. Интерметаллиды, в которых реализуется сверхструктура $L1_2$, проявляют температурную аномалию механических свойств. В них предел текучести резко, почти в десятки раз, растёт с повышением температуры. Механизмом аномального повышения механических свойств является эффект термоактивируемой самоблокировки сверхдислокаций в упорядоченных сплавах. Данное свойство делает эти материалы оптимальными для использования в качестве конструкционных жаропрочных суперсплавов. Наряду с аномалией механических свойств создание в сплавах субмикроструктурных и нанокристаллических структур обеспечивает улучшение эксплуатационных характеристик. В связи с этим экспериментальные исследования аномалии механических свойств, а также механизмов формирования и свойств субмикроструктурных и нанокристаллических структур, полученных под воздействием мегапластических деформаций, являются актуальными. Положительная температурная зависимость механических свойств изучалась в ряде работ [1–3], изменение структуры исследовалось после измельчения в шаровых мельницах [4], а также после деформации под давлением на наковальнях Бриджмена [5] и холодной прокатки [6]. Сплав Ni_3Al (интерметаллид со сверхструктурой $L1_2$), применяемый в практике создания жаропрочных суперсплавов, представляется весьма перспективным. В связи с этим цель данной работы — исследование монокристаллов сплава Ni_3Al путём решения следующих задач:

1) получение ультрамелкозернистых структур в кристаллах Ni_3Al в результате интенсивной деформации, реализуемой сдвигом под высоким давлением в камере Бриджмена;

2) выявление структуры сильнодеформированных монокристаллов Ni_3Al методами рентгеновской дифракции с использованием синхротронного излучения.

Материал и методика эксперимента. Для исследования монокристаллы были выращены методом Бриджмена в атмосфере гелия в тиглях из окиси магния. Ориентацию образцов определяли дифрактометрическими методами. Кристаллы вырезали на электроискровом станке, повреждённый 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 проводили на дифрактометре 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 решётки, определённый по дифрактограмме, составляет $a = 0,35668$ нм в сравнении с табличным значением $a = 0,35672$ нм [7]. Параметр дальнего порядка равен $\eta = 0,9$. Исходные образцы имели форму параллелепипеда размерами $2,5 \times 2,5 \times 4,0$ мм. Гомогенизация осуществлялась при температуре 953°C в течение 30 часов в атмосфере инертного газа с последующим охлаждением с печью до комнатной температуры. Ориентация граней кристаллов устанавливалась методом Лауэ и методами рентгеновской дифрактометрии. На твёрдосплавных (ВК-6, твёрдость $\text{HRC} = 92$) вращаемых наковальнях Бриджмена при температуре 293 К деформировали монокристаллические образцы Ni_3Al в форме квадратных пластин размерами $2,5 \times 2,5 \times 0,2$ мм с ориентировкой плоских сторон в направлении [211]. Образец сжимали между твёрдыми пуансонами и по достижении среднего квазигидростатического давления 8,0 ГПа его скручивали между пуансонами наковален до заданных углов φ : $\pi/12$, $\pi/2$, π , 2π , 6π , 10π .

В целях изучения структурного состояния деформированных монокристаллов было проведено рентгеноструктурное исследование на станции 4-го канала синхротронного излучения накопителя ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения Института ядерной физики им. Г. И. Будкера [8]. Для съёмки использовалась схема на прохождение. Монохроматизированный пучок синхротронного излучения с энергией квантов 33,7 кэВ (длина волны равна 0,03685 нм) формировался выходным коллиматором (размер пучка составляет $0,1 \times 0,5$ мм) и проходил через образец. Использование двухкоординатного детектора позволяло регистрировать двумерную дифракционную картину.

Результаты эксперимента. Предварительно подготовленный исследуемый сплав Ni_3Al находится в упорядоченном состоянии и представляет собой монокристалл, ориентированный вдоль оси сжатия [211]. Детальное исследование двумерной дифракционной картины этого материала (рис. 1, а) показывает, 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 Ni_3Al после различных деформационных обработок.

В процессе деформации монокристалл испытывает сложное влияние на разные характеристики состояния материала. Прежде всего нарушается монокристаллическость образца. После сжатия между твёрдыми пуансонами и по достижении среднего квазигидростатического давления 8,0 ГПа структура монокристаллического материала нарушается: он фрагментируется и наряду с крупными кристаллическими фрагментами появляются субмикроскопические разориентированные области (рис. 1, б). Скручивание образца приводит к более выраженному изменению структурного состояния. Вращение до 1 оборота

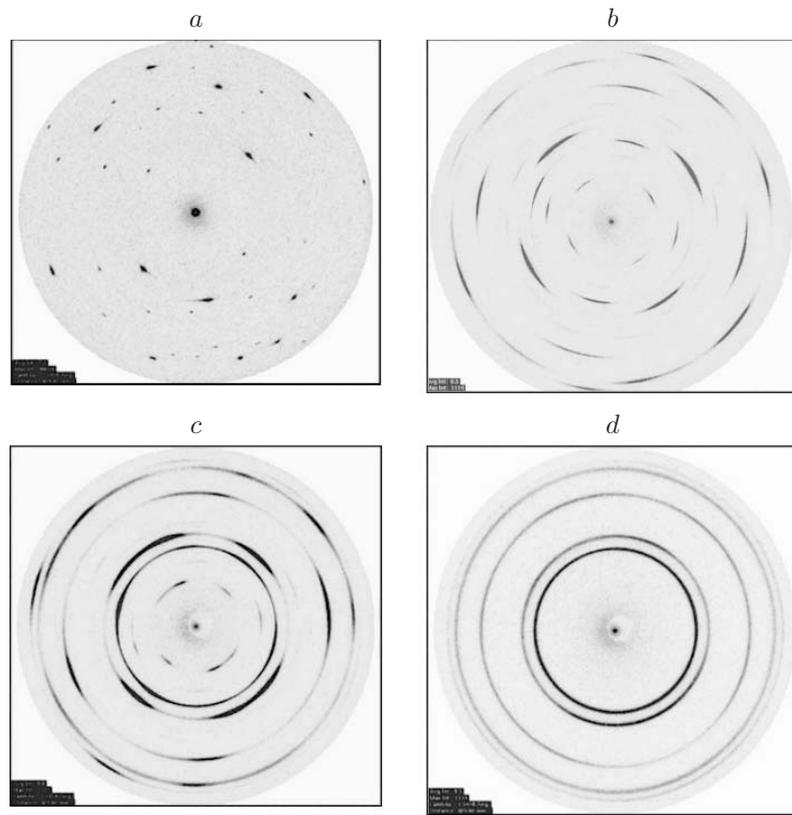


Рис. 1. Двумерная дифракционная картина сплава Ni_3Al после различных обработок: *a* — исходный монокристалл; *b* — квазигидростатическое сжатие до давления 8,0 ГПа; *c* — квазигидростатическое сжатие до давления 8,0 ГПа и кручение $\varphi = 2\pi$; *d* — квазигидростатическое сжатие до давления 8,0 ГПа и кручение $\varphi = 6\pi$

сохраняет в некоторой степени крупнокристаллическую структуру материала, однако доля субмикрокристаллических хаотически разориентированных областей в образце растёт при увеличении угла поворота (рис. 1, *c*). Следует заметить, что фрагментация монокристаллов наблюдалась также при деформировании сплава Ni_3Fe [6, 9].

С нарушением монокристаллическости материала и возникновением нанодисперсного состояния в деформируемом сплаве нарушается порядок расположения атомов разного типа по узлам кристаллической решётки. Совместно с исходной разупорядоченной фазой присутствует вторичная разупорядоченная фаза, которая появляется в результате деформационного воздействия. После вращения в три оборота наблюдается полное отсутствие дальнего порядка в исследуемом материале (рис. 1, *d*, рис. 2, *c*). Сверхструктурные рефлексы, свидетельствующие об упорядочении, исчезли. Дифракционная картина соответствует поликристаллическому состоянию, для которого характерно равномерное распределение ориентации осей кристаллитов (см. рис. 2).

Процессы фрагментации материала сопровождаются изменением ширины наблюдаемых рефлексов, что свидетельствует о возникновении микронапряжений в деформируемом сплаве, с одной стороны, и об уменьшении областей когерентного рассеяния, с другой стороны. Используя методы анализа ширины рентгеновских рефлексов, можно выделить вклады размеров областей когерентного рассеяния и микроискажений кристаллической решётки [10]. Сформировавшиеся в процессе обработки структурные характеристики, та-

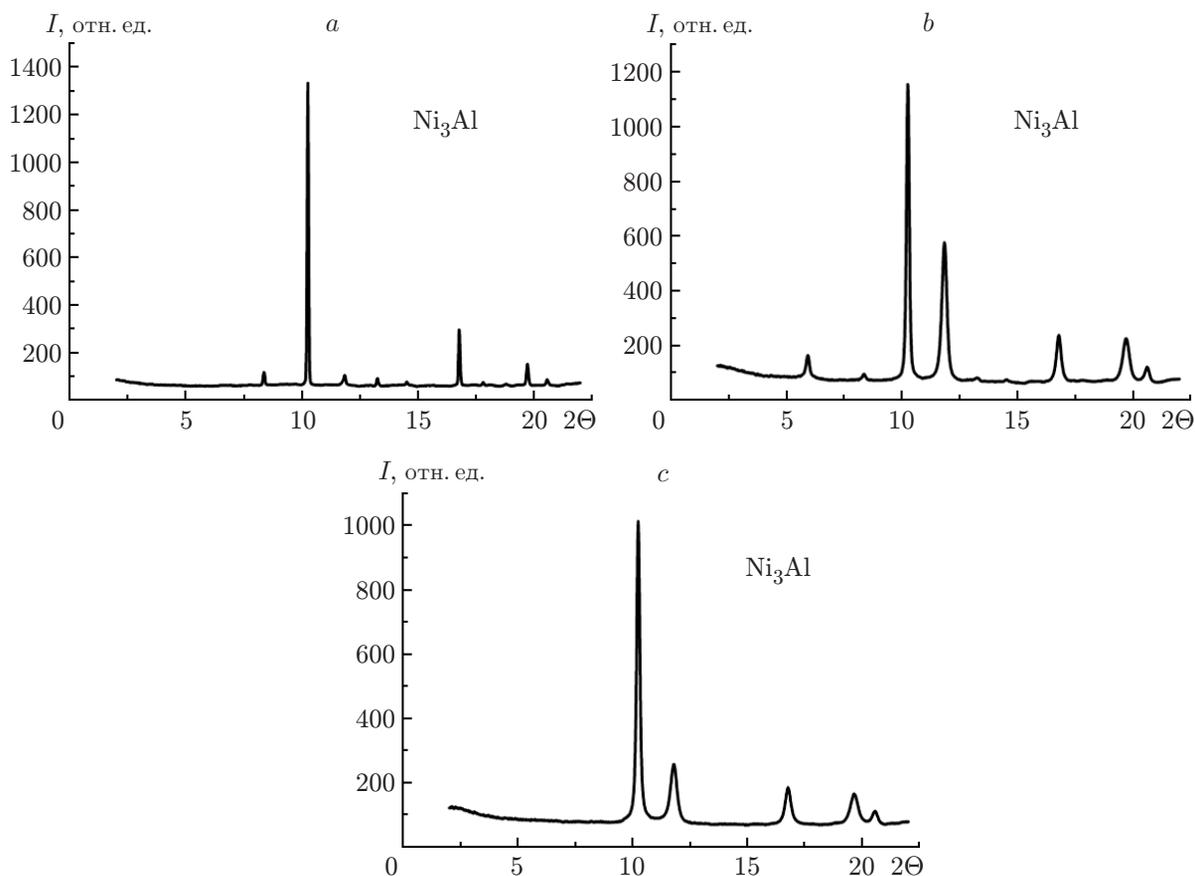


Рис. 2. Дифрактограммы сплава Ni_3Al после различных обработок: *a* — исходное состояние; *b* — квазигидростатическое сжатие до давления 8,0 ГПа и кручение на 1 оборот ($\varphi = 2\pi$); *c* — квазигидростатическое сжатие до давления 8,0 ГПа и кручение на 3 оборота ($\varphi = 6\pi$)

Зависимость микроискажений $\Delta d/d$, средних размеров кристаллитов $\langle d \rangle$ и средних размеров антифазных доменов $\langle D \rangle$ от деформации при квазигидростатическом давлении 8,0 ГПа и различных углах поворота

Структурная характеристика сплава	Угол поворота						
	0°	$\pi/12$	$\pi/2$	π	2π	6π	10π
$\Delta d/d$	0,0035	0,006	0,0035	0,0055	0,005	0,005	0,005
$\langle d \rangle$, нм	25	100	22	33	33	22	20
$\langle D \rangle$, нм	17	50	17	25	33	—	—

кие как микроискажения, средние размеры кристаллитов и антифазных доменов, и их зависимость от деформации представлены в таблице.

Следует заметить, что образцы Ni_3Al , подвергавшиеся интенсивной пластической деформации кручением под давлением, характеризуются высокой степенью дефектности, вызывающей значительные искажения кристаллической решётки, измельчение областей когерентного рассеяния и антифазных доменов, понижение упорядоченности. Сопоставление результатов интенсивного воздействия с результатами прокатки образцов, полученными с использованием рентгеновского излучения, показывает, что средний размер кристаллитов несколько меньше минимальной величины, наблюдаемой в прокатанном материале, а средние микроискажения превышают значения, полученные при прокатке [11, 12]. Если при прокатке в сплаве Ni_3Al не удаётся получить разупорядоченного состояния, то в данном случае достигается исчезновение правильного расположения атомов разного сорта по узлам кристаллической решётки.

Заключение. Проведённое исследование монокристалла Ni_3Al показало, что интенсивная пластическая деформация приводит к многообразным процессам, происходящим в материале. Прежде всего наблюдается фрагментация монокристалла вплоть до перехода в поликристаллическое состояние. Кроме этого, осуществляется нарушение дальнего атомного упорядочения. Деформация, сочетающая кручение и гидростатическое давление, приводит не только к понижению порядка в сплаве, но и к полному разупорядочению Ni_3Al , что не достигается воздействием температуры и другими видами деформации, например прокаткой.

Благодарности. Рентгеновские синхротронные исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения» на базе ВЭПП-3/ВЭПП-4М/НЛСЭ ИЯФ СО РАН, поддержанного Министерством высшего образования и науки РФ (уникальный идентификатор проекта RFMEFI62117X0012).

Финансирование. Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства высшего образования и науки РФ (тема «Давление», государственная регистрация № АААА-А18-118020190104-3).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Guard R. W., Westbrook J. H.** Alloying behavior of Ni_3Al (γ' Phase) // *Trans. Met. Soc. AIME*. 1959. **215**. P. 807–813.
2. **Noguchi O., Oya J., Suzuki T.** The effect of nonstoichiometry on the positive temperature dependence of strength of Ni_3Al and Ni_3Ga // *Met. Trans. A*. 1981. **12A**, N 9. P. 1647–1653.
3. **Goldberg D., Demura M., Hirano T.** High temperature yield strength of binary stoichiometric and Al-rich Ni_3Al single crystals // *Proc. of the 2nd Intern. Symp. on Structural Intermetallics*. Pennsylvania, USA, 21–25 Sept., 1997. P. 749–758.
4. **Jang J. S. C., Koch C. C.** Amorphization and disordering of the Ni_3Al ordered intermetallic by mechanical milling // *Journ. Mater. Res.* 1990. **5**, N 3. P. 498–510.
5. **Корзников А. В., Корзникова Г. Ф., Идрисова С. Р. и др.** Влияние небольших добавок бора на структурную эволюцию нанокристаллического Ni_3Al в процессе термической обработки // *Физика металлов и металловедение*. 1999. **87**, № 6. С. 80–86.
6. **Старенченко С. В., Замятина И. П., Старенченко В. А.** Деформационное воздействие на состояние дальнего атомного порядка крупнокристаллического Ni_3Al и монокристаллического Ni_3Fe сплавов // *Изв. вузов. Физика*. 2002. **45**, № 8. С. 12–20.
7. **Вол А. Е., Каган И. К.** Строение и свойства двойных металлических систем. М.: Наука, 1976. Т. III. 814 с.

8. **Piminov P. A., Baranov G. N., Bogomyagkov A. V. et al.** Synchrotron radiation research and application at VEPP-4 // Phys. Procedia. 2016. **84**. P. 19–26. DOI: 10.1016/j.phpro.2016.11.005.
9. **Starenchenko S. V., Starenchenko V. A., Radchenko I. P.** Study of the Long-Range Order under Plastic Deformation in Single Crystal Ni₃Fe (thin and thick plates) // Particle and Continuum Aspects of Mesomechanics /Eds. G. C. Sih, M. Nait-Abdelaziz, T. Vu-Khanh. London: ISTE Ltd, 2007. P. 55–62.
10. **Williamson G. K., Hall W. H.** X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram // Acta Met. 1953. **1**. P. 22–31.
11. **Старенченко С. В., Старенченко В. А.** Особенности деформационного фазового перехода порядок-беспорядок и его моделирование // Изв. вузов. Физика. 2006. **49**, № 1. С. 9–24.
12. **Старенченко С. В., Старенченко В. А.** Закономерности деформационного фазового перехода порядок-беспорядок и его механизмы // Изв. вузов. Физика. 2004. **47**, № 9. С. 21–32.

Поступила в редакцию 05.12.2018

После доработки 12.12.2018

Принята к публикации 12.12.2018
