



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-4-148-151>
УДК 539.26: 621.785.78

Поступила 06.10.2020
Received 06.10.2020

О ВЛИЯНИИ УПРУГИХ МЕЖФАЗОВЫХ ДЕФОРМАЦИЙ НА ШИРИНУ ОТРАЖЕНИЙ ОТ ВЫДЕЛЯЮЩЕЙСЯ ФАЗЫ В ДИСПЕРСИОННО-ТВЕРДЕЮЩИХ СПЛАВАХ

А. В. ТОЛСТОЙ, Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь, ул. Академическая, 12. E-mail: labmetal@rambler.ru

Изучено влияние полей упругих межфазовых деформаций на величину уширения отражений от фазы выделения. Установлено, что в сильно искаженных кристаллах упругие межфазовые деформации оказывают существенное влияние на величину уширения отражений от фазы выделения. В связи с тем что по уширению дифракционных линий судят о размерах частиц выделения, это приводит к значительной ошибке в оценке их истинной величины. Поэтому влияние полей упругих межфазовых деформаций, несомненно, должно приниматься во внимание при определении размеров частиц из рентгеновских данных.

Ключевые слова. Рентгеноструктурный анализ, старение сплавов, поля упругих межфазовых деформаций, уширение дифракционных линий.

Для цитирования. Толстой, А. В. О влиянии упругих межфазовых деформаций на ширину отражений от выделяющейся фазы в дисперсионно-твердеющих сплавах / А. В. Толстой // *Литье и металлургия*. 2020. № 4. С. 148–151. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-4-148-151>.

ON THE INFLUENCE OF ELASTIC INTERPHASE DEFORMATIONS ON THE WIDTH OF REFLECTIONS FROM THE RELEASED PHASE IN DISPERSION HARDENING ALLOYS

A. V. TOLSTOY, Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy of Sciences of Belarus,
Minsk, Belarus, 12, Akademicheskaya str. E-mail: labmetal@rambler.ru

The influence of fields of elastic interphase deformations on the amount of broadening of reflections from the separation phase is studied. It is established that elastic interphase deformations in strongly distorted crystals have a significant effect on the amount of broadening of reflections from the separation phase. Due to the fact that the broadening of the diffraction lines is used to judge the size of the selection particles, this leads to a significant error in estimating their true value. Therefore, the influence of elastic interphase strain fields should certainly be taken into account when determining particle sizes from x-ray data.

Keywords. X-ray analysis, aging of alloys, the fields of elastic interphase deformations, the broadening of the diffraction lines.

For citation. Tolstoy A. V. On the influence of elastic interphase deformations on the width of reflections from the released phase in dispersion hard-ening alloys. *Foundry production and metallurgy*, 2020, no. 4, pp. 148–151. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-4-148-151>.

В работах [1, 2] было показано, что поля упругих атомных смещений, образующиеся из-за несоответствия атомных объемов матричной и выделяющейся фаз, вызывают ряд особенностей в распределении интенсивности матричных отражений, в частности таких, как их уширение и образование своеобразных дублетов, обусловленных одновременным присутствием правильных (I0) и диффузных (I1) максимумов. Вместе с тем, остается неясным, влияют ли и в какой степени упругие межфазовые деформации на вид отражений от выделяющейся фазы. Речь идет об упругих деформациях, которым подвергаются сами частицы выделяющейся фазы.

Как известно [1], упругая деформация частиц включает в себя упругую однородную деформацию (однородное сжатие, если $\Delta v/v > 0$, или однородное расширение, если $\Delta v/v < 0$) и неоднородную упругую деформацию, вызываемую упругими атомными смещениями, исходящими от окружающих частиц и убывающих обратно пропорционально квадрату расстояния от их центров. Для случая слабо искаженных кристаллов вопрос о роли таких неоднородных полей в формировании отражений от фазы

выделения был теоретически рассмотрен М. А. Кривоглазом. При этом было установлено, что слабые неоднородные поля практически не влияют на вид отражений от выделяющейся фазы [1]. В случае же кристаллов с сильными искажениями вопрос о влиянии неоднородных полей упругих межфазовых деформаций на характер отражений от выделяющейся фазы теоретически не рассматривался.

Целью настоящей работы является экспериментальное изучение этого вопроса. Его решение имеет не только научное, но и важное практическое значение, поскольку по уширению дифракционных линий выделяющейся фазы, как известно, судят о размере ее частиц. Однако, как будет показано ниже, упругие межфазовые деформации вносят существенный вклад в величину уширения дифракционных линий выделяющейся фазы. Поэтому оценка размера частиц выделения, выполненная без учета этого факта, неизбежно приводит к ошибочным результатам.

Методика эксперимента

Для исследования был взят типичный дисперсионно-твердеющий сплав типа нимоник (Ni-Cr-Al-Ti) промышленной марки ХН77ТЮР, содержащий Cr – 20,22%; Ti – 2,60; Al – 0,82; остальное – Ni. Как известно, при его старении выделяется дисперсная фаза состава $Ni_3(Al, Ti)$ со структурой, изоморфной матрице. Частицы фазы выделения имеют равноосную форму и хаотически распределены в матрице сплава. Вследствие различия атомных объемов выделяющейся и матричной фаз (фактор объемного несоответствия $\Delta v/v = (v_B - v_A)/v_A$, где v_B и v_A – атомные объемы соответственно фазы выделения и матрицы для этого сплава составляют 0,02 [3]) и упругого характера распада в сплаве образуются мощные упругие межфазовые деформации.

Образцы для исследования диаметром 26 мм и толщиной 6 мм изготавливали из прокованных прутков сплава. Термообработка образцов состояла из гомогенизационного отжига при 1080 °С, 8 ч, закалки на воздухе и старении при различных режимах (750 °С, выдержки от 15 до 300 ч, 850 °С, выдержки от 10 до 300 ч). Удаление оксидного слоя с поверхности термообработанных образцов проводили путем механической шлифовки и последующего электрополирования на глубину 0,2 мм. Изолирование от матрицы выделяющейся при старении γ' -фазы проводили методом электрохимического разделения фаз в электролите состава: аммоний серноокислый – 10 г, лимонная кислота – 10 г, вода – 1200 мл.

Рентгенографическое изучение фазы выделения проводили на дифрактометре ДРОН-УМ1 в кобальтовом излучении. Дифрагированный пучок монохроматизировался с помощью графитового кристалла марки МГП-РД. Регистрировали сверхструктурные отражения от γ' -частиц, находящихся как в твердом растворе, так и в изолированном от него состоянии. Выбор для анализа сверхструктурных отражений обусловлен тем, что при съемке неэкстрагированной от матрицы γ' -фазы ее структурные линии практически совпадают с отражениями от твердого раствора. Дифракционные линии записывали в режиме сканирования с интервалом 0,1 ° при времени счета в каждой точке 100 с. В связи с тем что регистрируемые сверхструктурные отражения γ' -фазы в неизолированном от матрицы состоянии имели очень малую интенсивность, применяли метод многократного (20-кратного) сканирования линии с последующим суммированием числа импульсов в каждой точке интервала сканирования. Уширение дифракционных линий находили методом гармонического анализа. В качестве эталона применяли порошок γ' -фазы исследуемого сплава, эффективный размер частиц которой превышает 200 нм. Расчеты проводили с помощью ЭВМ.

Результаты и их обсуждение

Результаты определения уширения дифракционной линии 321 γ' -фазы, находящейся в неизолированном и изолированном от матрицы состоянии, приведены в таблице. Из таблицы видно, что в случае съемки изолированных порошков γ' -фазы уширение ($\beta_{\text{изол}}$) ее дифракционной линии 321 с ростом продолжительности старения последовательно уменьшается и после 300 ч выдержки при 850 °С падает до нуля.

При записи отражений от неизолированной γ' -фазы уширение ($\beta_{\text{неиз}}$) линии 321 также уменьшается, но если при температуре старения 750 °С ширина линии изолированной и неизолированной γ' -фазы одинакова, то при 850 °С и выдержках свыше 10 ч величина уширения отражения от неизолированной фазы оказывается выше уширения от порошка фазы, изолированной из того же образца. Например, если после 100 ч старения при 850 °С уширение линии 321 от изолированной фазы составляет $3,3 \cdot 10^3$ рад, то неизолированной – $7,4 \cdot 10^3$ рад. Еще более существенное различие наблюдается после выдержки длительностью 300 ч. Уширение линии на порошковой рентгенограмме уменьшается до нуля, тогда как у неизолированной фазы имеет значение $7,0 \cdot 10^3$ рад.

Влияние продолжительности старения на уширение дифракционной линии (321) γ' -фазы и структурные параметры сплава

Режим старения	L	Неизолированная γ' -фаза		Изолированная γ' -фаза		$\beta_n \cdot 10^3$, рад	$\beta_c \cdot 10^3$, рад
		$\beta \cdot 10^3$, рад	D , нм	$\beta \cdot 10^3$, рад	D , нм		
750 °C, 15 ч	0,9	31,0	16	31,0	16	0	31,0
750 °C, 150 ч	3,0	15,4	32	15,4	32	0	15,4
750 °C, 300 ч	3,7	13,7	36	13,7	36	0	13,7
850 °C, 10 ч	1,6	15,2	27	15,2	27	0	15,2
850 °C, 25 ч	5,1	10,7	50	9,0	55	1,2	9,0
850 °C, 100 ч	24	7,4	68	3,3	150	4,1	3,3
850 °C, 300 ч	40	7,0	71	0	>200	7,0	0

Аналогичная картина наблюдается и при записи отражений 210 и 110 γ' -фазы. Различие заключается лишь в абсолютных значениях величины уширения линий. Поэтому ограничимся рассмотрением данных, полученных при записи линии 321.

Для объяснения наблюдаемого характера изменения уширения дифракционных линий фазы выделения обратимся к результатам работ [4, 5]. В частности, в [5] изучена кинетика выделения дисперсной фазы при старении исследуемого сплава и показано, что распад сплава сопровождается ростом частиц выделяющейся фазы. Поскольку при съемке порошков γ' -фазы уширение ее дифракционных линий определяется размером частиц выделения, то наблюдаемое изменение ширины отражений от изолированной γ' -фазы отражает изменение размеров частиц выделения. С другой стороны, как показано в [4, 5], старение сплава ХН77ТЮР вызывает образование в его матрице вокруг частиц выделения сильных полей упругих атомных смещений. Естественно предположить, что наблюдаемое в эксперименте более высокое уширение линий неизолированной фазы по сравнению с экстрагированной из его матрицы обусловлено тем, что на уширение линий γ' -фазы оказывают влияние поля упругих атомных смещений. В пользу этого говорит следующий факт. Как известно [1, 2], мощность полей упругих атомных смещений в сплаве характеризуется величиной фактора L , определяющего ослабление интенсивности правильных отражений $I_0(I_0 \sim e^L)$. Из приведенных в таблице данных видно, что чем больше значение L , т.е. чем сильнее искажения решетки, тем больше различие в величине уширения линий неизолированной и изолированной γ' -фазы. Причем это различие начинает проявляться при значениях $L > 4$.

Здесь следует подчеркнуть принципиальное различие в поведении уширения дифракционных линий фазы выделения и твердого раствора в зависимости от мощности упругих полей. Так, вид профиля и ширина линий твердого раствора претерпевают существенные изменения лишь при малых значениях L ($L \leq 3-4$). Когда значение L достигает величины ~ 4 , линии твердого раствора принимают однородно уширенную форму и при дальнейшем увеличении мощности полей упругих межфазовых деформаций (по крайней мере в интервале значений $L = 4-40$) ширина линий твердого раствора остается неизменной. В случае же отражений от фазы выделения наблюдается прямо противоположная картина. При малых значениях L искажения решетки не оказывают влияния на уширение ее линий. Однако когда величина L становится больше ~ 4 , влияние упругих полей на уширение отражений от γ' -фазы становится заметным. Причем это влияние тем больше, чем больше величина L , т.е. чем сильнее искажения решетки.

Данные, иллюстрирующие влияние полей упругих атомных смещений на уширение дифракционного максимума неизолированной γ' -фазы, приведены в таблице. Здесь β_n обозначает долю уширения, обусловленную полями упругих атомных смещений, а β_c – связанную с дисперсностью частиц выделения. Видно, что при больших искажениях решетки доля уширения от полей упругих атомных смещений весьма существенна. Например, при $L = 24$ она составляет $\sim 60\%$ от общего уширения линии, а при $L = 40$ все уширение дифракционной линии обусловлено лишь этими полями.

Таким образом, полученные экспериментальные данные показывают, что в сильно искаженных кристаллах упругие межфазовые деформации оказывают существенное влияние на величину уширения отражений от фазы выделения. В связи с тем что по уширению дифракционных линий судят о размерах частиц выделения, это приводит к значительной ошибке в оценке их истинной величины. Так, после старения 850 °C, 300 ч размер частиц выделения, измеренный по уширению дифракционной линии 321 γ' -фазы, находящейся в неизолированном от матрицы состоянии, равен $D = 71$ нм, тогда как в действительности частицы выделения после указанной термообработки имеют размер, превышающий 200 нм. Поэтому влияние полей упругих межфазовых деформаций, несомненно, должно приниматься во внимание при определении размеров частиц из рентгеновских данных.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Кривоглаз, М. А.** Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами / М. А. Кривоглаз. М.: Наука, 1967. 336 с.
2. **Кривоглаз, М. А.** Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах / М. А. Кривоглаз. Киев: Наукова думка, 1983. 286 с.
3. **Гитгарц, М. И.** К вопросу о природе уширения дифракционных линий при старении сплавов / М. И. Гитгарц // Физика металлов и металловедение. 1965. Т. 19. № 3. С. 381–388.
4. **Гитгарц, М. И.** Упругие напряжения и деформации в выделении и матрице при распаде твердого раствора сплава ЭИ437А // Физика металлов и металловедение. 1966. Т. 22. № 2. С. 221–226.
5. **Гитгарц, М. И.** О природе упрочнения стареющих сплавов типа нимоник / М. И. Гитгарц, В. В. Ивашин // Физика металлов и металловедение. 1975. Т. 39. № 6. С. 1226–1232.

REFERENCES

1. **Krivoglaz M.A.** *Teorija rassejaniya rentgenovskih luchej i teplovyh nejtronov real'nymi kristallami* [Theory of X-ray and thermal neutron scattering by real crystals]. Moscow, Nauka Publ., 1967, 336 p.
2. **Krivoglaz M.A.** *Difrakcija rentgenovskih luchej i nejtronov v neideal'nyh kristallah* [X-ray and neutron diffraction in non-ideal crystals]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1983, 286 p.
3. **Gitgarc M.I.** K voprosu o prirode ushirenija difrakcionnyh linij pri starenii spлавov [On the nature of the broadening of diffraction lines during aging of alloys]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of metals and metal science*, 1965, vol. 19, no. 3, pp. 381–388.
4. **Gitgarc M.I.** Uprugie naprjazhenija i deformacii v vydelenii i matrice pri raspa-de tverdogo rastvora splava JeI437A [Elastic stresses and strains in the precipitate and matrix during the decomposition of the solid solution of the EI437A alloy]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of metals and metal science*, 1966, vol. 22, no. 2, pp. 221–226.
5. **Gitgarc M.I., Ivashin V.V.** O prirode uprochnenija starejushih spлавov tipa nimonik [On the nature of hardening of aging alloys of the nimonic type]. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of metals and metal science*, 1975, vol. 39, no. 6, pp. 1226–1232.