

УДК 539.376:666.24/52-624

РАЗРУШЕНИЕ ДАЛЬНОГО ПОРЯДКА И ФОРМИРОВАНИЕ АМОРФНОЙ ФАЗЫ В ПОЛОСЕ СУПЕРЛОКАЛИЗАЦИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ Ni_3Ge

© 2020 г. Ю. В. Соловьева^{а, *}, С. В. Старенченко^а, В. А. Старенченко^а, А. И. Анчаров^{б, с}

^аТомский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, 634003 Россия

^бИнститут химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, 630128 Россия

^сИнститут ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, Новосибирск, 630090 Россия

*e-mail: j_sol@mail.ru

Поступила в редакцию 04.05.2019 г.

После доработки 24.05.2019 г.

Принята к публикации 24.05.2019 г.

Рассматривается явление высокотемпературной суперлокализации пластической деформации монокристаллов сплава Ni_3Ge , при котором пластическая деформация локализуется в полосе шириной несколько десятков микрон, достигая значений, равных тысячам процентов. При использовании синхротронного излучения было исследовано структурное состояние в полосе суперлокализации. Показано, что явление суперлокализации пластической деформации связано с образованием поликристаллической субструктуры в исходном монокристалле. В полосе суперлокализации обнаружено частичное разрушение дальнего атомного порядка и образование аморфной фазы.

Ключевые слова: монокристаллы, интерметаллид, сверхструктура $L1_2$, суперлокализация, дальний порядок, аморфная фаза, синхротронное излучение.

DOI: 10.31857/S1028096020020156

ВВЕДЕНИЕ

Суперлокализация пластической деформации (сверхлокализация, макроскопическая локализация) — это явление, выражающееся в неограниченном пластическом течении в локальных объемах кристалла [1–4]. Деформационное расслоение кристалла на локальные зоны интенсивного сдвигообразования внутри практически недеформируемой матрицы наблюдается при температурах более $0.5 T_{пл}$. Величина локальной сдвиговой деформации в полосах локализации составляет тысячи процентов при общей средней деформации порядка десяти процентов. Наиболее ярко суперлокализация пластической течения выражена при высокотемпературной деформации монокристаллов интерметаллидов со сверхструктурой $L1_2$, которая была обнаружена на монокристаллах сплава Ni_3Ge с осью сжатия, близкой или совпадающей с кристаллографическим направлением [001] [5–8]. Материалы этого класса обладают сильной аномальной температурной зависимостью механических свойств (с увеличением температуры в определенном интервале сдвиговые напряжения, предел текучести и коэффициент упрочнения возрастают почти на порядок), что обуславливает высокий уровень деформирующих напряжений и большую плотность деформационных дефектов в высокотемпе-

ратурной области [9]. К настоящему моменту времени природа высокотемпературной суперлокализации пластической деформации остается до конца не выясненной.

Настоящая работа посвящена изучению структурных и фазовых превращений в локальных объемах кристалла, соответствующих областям суперлокализации пластической деформации. Задача исследования структурного состояния материала на образце шириной, не превышающей 100 мкм, решается путем применения источника синхротронного излучения (СИ), формирующего пучок сечением 0.1×0.4 мм.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Монокристаллы Ni_3Ge выращивали методом Бриджмена в атмосфере гелия в тиглях из оксида магния. Фаза Ni_3Ge (β -фаза) гомогенна, образуется в результате перетектической реакции при $T = 1405$ К, имеет сверхструктуру $L1_2$ (рис. 1) при содержании Ge от 22.5 до 25 ат. %. Постоянная кристаллической решетки $a = 3.57$ Å при 25 ат. % Ge [10]. Кристаллы вырезали из монокристаллического слитка на электроискровом станке, поврежденный слой удаляли механической шлифовкой, химическим травлением в царской водке

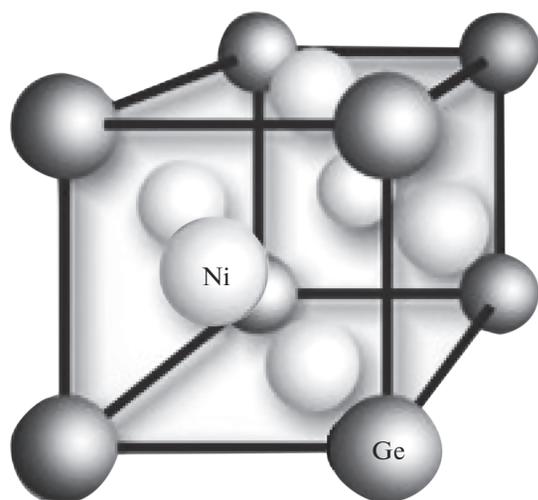


Рис. 1. Модель элементарной ячейки фазы Ni_3Ge со сверхструктурой $L1_2$.

(одна часть HNO_3 и три части HCl), электролитической полировкой в электролите (80 г Cr_2O_3 + 210 мл H_3PO_4) при напряжении $U=22$ В в течение 2–3 мин. Образцы имели форму параллелепипеда с размерами $3 \times 3 \times 5.0$ мм. Гомогенизацию проводили при температуре 953°C в течение 30 ч в атмосфере инертного газа с последующим охлаждением в печи до комнатной температуры. Ориентацию граней кристаллов определяли методом Лауэ и методами рентгеновской дифрактометрии. Опыты по одноосному сжатию проводили с постоянными скоростями $\dot{\epsilon} = 3.4 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и $\dot{\epsilon} = 3.5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ на испытательной машине типа Instron при температуре 973 К в вакууме (давление 10^{-2} Па).

Проведено рентгеноструктурное исследование на станции четвертого канала СИ накопителя ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера [11, 12]. Для съемки использовали схему на прохождение. Монохроматический пучок СИ с энергией квантов 33.7 кэВ (длина волны 0.3685 \AA) формировали с помощью выходного коллиматора (сечение пучка 0.1×0.4 мм), он проходил через образец. Использование двухкоординатного детектора позволяет регистрировать двумерную дифракционную картину. В качестве детектора использовали MAR-345, имеющий следующие характеристики: область детектирования диаметром 345 мм, пространственное разрешение 100×100 мкм, время считывания накоп-

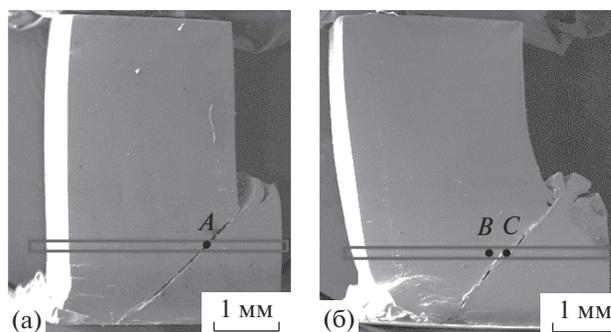


Рис. 2. Полоса суперлокализации пластической деформации на поверхности монокристалла Ni_3Ge после деформации вдоль оси $[001]$ при $T = 973$ К с постоянной скоростью $\dot{\epsilon}$: а – $3.4 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ ($\epsilon \approx 19.05\%$); б – $3.5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ ($\epsilon \approx 20.4\%$). Точками A, B, C указаны локальные области сечения кристалла, в которых исследована микроструктура.

ленной информации не более 2 мин. Расстояние от образца до детектора 72–426 мм, динамический диапазон градации яркости 0–65 000.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследованы особенности образования полос суперлокализации при условии изменения скорости деформации на порядок. На рис. 2 показано, как изменяется макроформа образца Ni_3Ge с осью сжатия, ориентированной вдоль направления $[001]$ после деформации с разными скоростями при температуре 973 К. В нижней части кристалла от торцевой грани в обоих случаях образуется одиночная полоса макролокализации, величина сдвига в которой составляет тысячи процентов. После того как смещение верхней части кристалла в результате сдвига оказывается ограниченным нижним пуансоном испытательной машины, на его противоположной грани с одиночной макроступенью появляются “зародыши” новых макровыступов. Рис. 2 также иллюстрирует области сечения кристалла внутри полосы суперлокализации, в которых исследовали микроструктуру с помощью СИ.

Металлографическое исследование (рис. 3) показало, что ширина полосы суперлокализации зависит от скорости пластической деформации. С увеличением скорости деформации на порядок ширина полосы уменьшается в два раза, становится более четко очерченной (рис. 3). Такое поведение свидетельствует о диффузионной природе механизмов, определяющих явление суперлокализации пластической деформации, и указывает на существенную зависимость механизмов от времени активации микропроцессов.

Рентгенографические исследования структуры полосы суперлокализации при более низкой

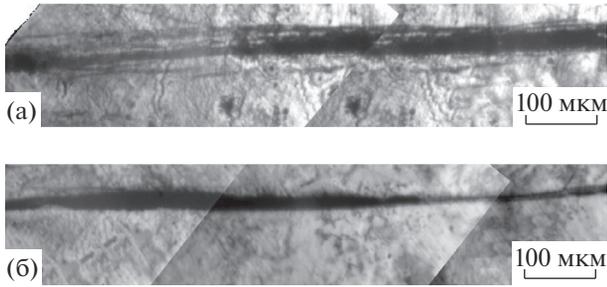


Рис. 3. Ширина полосы суперлокализации в зависимости от скорости деформации $\dot{\epsilon}$: а – $3.4 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ($l \approx 50 \text{ мкм}$); б – $3.5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ ($l \approx 24 \text{ мкм}$). Структура полосы суперлокализации выявлена травлением после удаления с поверхности слоя около 0.1 мм.

скорости квазистатического сжатия монокристалла ($\dot{\epsilon} = 3.4 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$) показало, что в ней происходит фрагментация деформируемого монокристалла. Образец теряет монокристалличность. На рис. 4 показана дебаеграмма, свидетельствующая о поликристаллическом состоянии материала. Кольца идентифицируются как основные кольца разупорядоченной ГЦК-решетки (гранцентрированной кубической). Подобный вид дифракционной картины свидетельствует о наличии всевозможных хаотически распределенных ориентаций разупорядоченных кристаллитов и формировании поликристаллической субструктуры. Распределение интенсивности вдоль колец

неоднородно, можно заметить точечный (зернистый) контраст, а на кольцах с индексами 111 и 200 наблюдаются заметные регулярные “сгущения” интенсивности. Индицирование “сгущений” на основных кольцах показало, что есть преимущественная ориентация зерен [110], т.е. в полосе формируется текстурированная ГЦК-структура кристалла. Зернистый контраст свидетельствует о неоднородности размеров кристаллитов и наличии крупных зерен с упорядоченной структурой $L1_2$, сравнимых с размерами сечения пучка.

Важной особенностью дифрактограммы является то, что сплошных сверхструктурных колец не наблюдается, однако есть отдельные сверхструктурные кольцевые дуги (рис. 4б), что является свидетельством того, что в структуре присутствуют отдельные зерна или области кристалла, имеющие дальний атомный порядок. В то же время в других кристаллографических направлениях упорядоченное состояние отсутствует полностью. Таким образом, можно констатировать, что в полосе суперлокализации разрушается состояние дальнего атомного порядка в различных областях кристалла, и такое разрушение захватывает не весь объем полосы, а лишь частично, т.е. в полосе наблюдается частичное разрушение дальнего атомного порядка в расположении атомов сверхструктуры различного сорта.

В случае, когда монокристалл Ni_3Ge деформирован в процессе одноосного сжатия со скоростью, превышающей на порядок рассмотренную

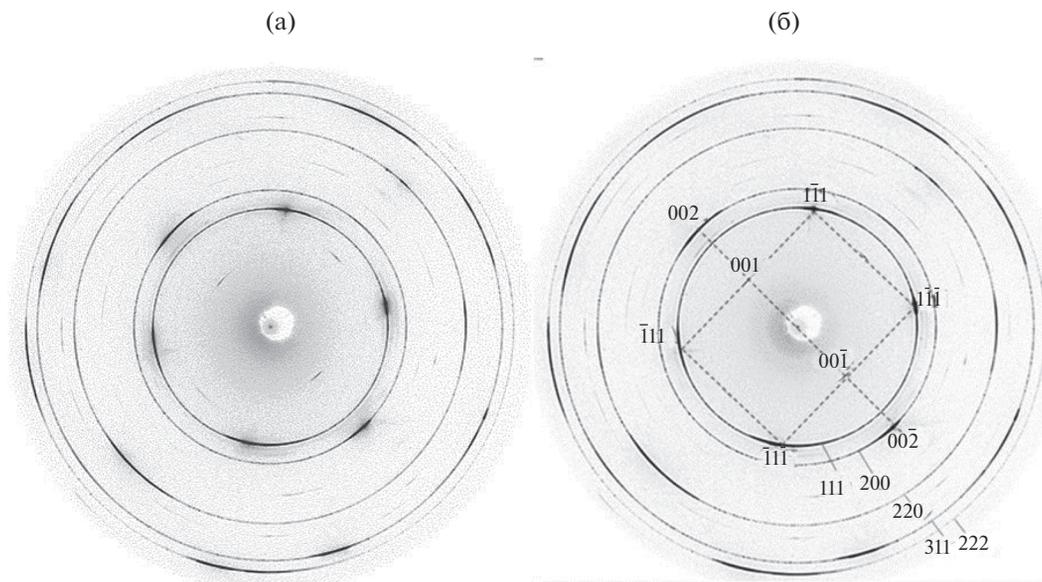


Рис. 4. Исходная (а) и индицированная (б) двумерная рентгенодифракционная картина, полученная в схеме на прохождение пучка через локальную область сечения (точка А на рис. 3) монокристалла Ni_3Ge с после деформации вдоль оси [001] с постоянной скоростью $\dot{\epsilon} = 3.4 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, $T = 973 \text{ К}$, $\epsilon \approx 19.05\%$.

интересным, прежде всего, в связи с тем, что аморфизировать рассматриваемый сплав обычными методами интенсивной пластической деформации (деформация в камере Бриджмена, канально-угловое прессование, всестороннее сжатие и другие методы) не удастся. Другой необычный фактор – это то, что аморфизация в рассматриваемых условиях протекает при высоких гомологических температурах испытания $T > 0.5T_{пл}$. Предположительно, аморфная фаза возникает на границах зерен, сформированных в процессе динамической рекристаллизации. Сравнение кольцевых дифрактограмм показывает, что в случае высокой скорости деформации в полосе суперлокализации создается сильно неравновесное состояние, базирующееся на основе сверхструктуры $L1_2$. В материале присутствует большое количество нерелаксированных деформационных дефектов, которые фрагментируют его, создают напряженное состояние, вызывают искажение решетки. Все эти факторы приводят к формированию равноосной мелкокристаллической упорядоченной структуры. Об этом свидетельствует наблюдаемая дифракционная картина, демонстрирующая расщепление дифракционных колец, что может быть связано с наличием протяженных дефектов упаковки и неоднородно напряженного состояния структуры. На дифракционной картине наблюдаются полные сверхструктурные рефлексы 110, 330, 550. Сверхструктурные отражения 100, 300, 500 сохраняются сегментарно. При более высокой скорости деформации больший объем кристалла сохраняет состояние дальнего атомного порядка со сверхструктурой $L1_2$.

ВЫВОДЫ

Применение СИ позволило выявить следующие особенности структурно-фазовых превращений в полосах суперлокализации монокристаллов сплава Ni_3Ge при разных скоростях деформации. Исходный монокристаллический образец Ni_3Ge в зоне полосы суперлокализации имеет поликристаллическую субструктуру. При деформации образца со скоростью $\dot{\epsilon} = 3.4 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в полосе суперлокализации формируется текстурированная ГЦК-структура с преимущественной ориентацией кристаллитов в направлении [110]. В полосе наблюдается разрушение дальнего атомного порядка в расположении атомов различного сорта по узлам кристаллической решетки с частичным сохранением локальных упорядоченных областей. При повышении скорости деформации на порядок ($\dot{\epsilon} = 3.5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$) в полосе суперлокализации появляются структурные области с аморфным состоянием. На дифрактограмме появляется аморфное гало. Аморфизация

протекает при высоких гомологических температурах испытания $T > 0.5T_{пл}$. Разрушение дальнего атомного порядка выражено в меньшей степени, чем в полосе суперлокализации, полученной при более низкой скорости деформации.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 16-03-00182-а). Синхротронные исследования проведены с использованием оборудования ЦКП “СЦСТИ” на базе ВЭПП-3/ВЭПП-4М/НЛСЭ ИЯФ СО РАН при поддержке Минобрнауки России (уникальный идентификатор проекта RFMEFI62117X0012).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смирнов Б.И. // Физика твердого тела. 1994. Т. 36. № 7. С. 2037.
2. Борисенко Е.Б., Мелентьев А.Г. // Физика твердого тела. 2005. Т. 47. № 7 С. 1232.
3. Скворцова Н.П. // Физика твердого тела. 1995. Т. 37. № 11. С. 3347.
4. Смирнов Б.И., Николаев В.И. // Физика твердого тела. 1993. Т. 35. № 7. С. 1840.
5. Старенченко В.А., Абзаев Ю.А., Конева Н.А. // Физика металлов и металловедение. 1987. Т. 64. Вып. 6. С. 1178.
6. Старенченко В.А., Соловьева Ю.В., Фахрутдинова Я.Д., Валуйская Л.А. // Изв. вузов. Физика. 2012. Т. 55. № 1. С. 62.
7. Потеев А.И., Старенченко В.А., Кулагина В.В., Соловьева Ю.В., Валуйская Л.А., Белов Н.Н. Слабоустойчивые состояния металлических систем. Монография. Томск: Изд-во НТЛ, 2012. 272 с.
8. Соловьева Ю.В., Старенченко В.А., Бурцев Б.И., Геттингер М.В., Ковалевская Т.А. Изв. РАН. Сер. физ. 2006. Т. 70. № 11. С. 1683. (Solov'eva Yu.V., Starenchenko V.A., Burtsev B.I., Gettinger M.V., Kovalevskaya T.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2006. V. 70. № 11. P. 1929.)
9. Starenchenko V.A., Kozlov E.V., Solov'eva Yu.V., Abzaev Yu.A., Koneva N.A. // Mater. Sci. Engin. A. 2008. V. 483–484. № 1–2. С. 602.
10. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Т. 2. / Под ред. Лякишева Н.П. М.: Машиностроение, 1997. 1024 с.
11. Анчаров А.И. // Изв. вузов. Физика. 2017. Т. 60. № 3. С. 150.
12. Piminov P.A., Baranov G.N., Bogomyagkov A.V. et al. // Phys. Proced. 2016. V. 84. P. 19. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.11.005>

Destruction of the Long-Range Order and Formation of Amorphous Phase in Superlocalized Shear Bands of Ni₃Ge Single Crystals

Yu. V. Solov'eva^{1, *}, S. V. Starenchenko¹, V. A. Starenchenko¹, A. I. Ancharov^{2, 3}

¹*Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, 634003 Russia*

²*Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of SB RAS, Novosibirsk, 630128 Russia*

³*Budker Institute of Nuclear Physics of SB RAS, Novosibirsk, 630090 Russia*

**e-mail: j_sol@mail.ru*

The phenomenon of high-temperature superlocalization of plastic deformation of single crystals of Ni₃Ge alloy is considered, in which plastic deformation is localized in a band a few tens of microns wide, reaching values of thousands of percent. Using synchrotron radiation, the structural state in the superlocalization band has been studied. The phenomenon of strain superlocalization is shown to be associated with the formation of polycrystalline substructure in the initial single crystal. Partial destruction of the long-range atomic order and formation of amorphous phase in the superlocalization band have been found.

Keywords: single crystals, intermetallide, $L1_2$ superstructure, superlocalization, long-range order, amorphous phase, synchrotron radiation.