

Л. В. ЕРЕМИНА, А. М. РИВЛИН, Я. С. УМАНСКИЙ

ДВОЙНОЕ ВУЛЬФ-БРЕГГОВСКОЕ РАССЕЯНИЕ НА МАЛЫХ УГЛАХ ПРИ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ

(Представлено академиком Г. В. Курдюмовым 11 II 1971)

Существуют два механизма малоуглового рассеяния рентгеновых лучей (м.у.р.) кристаллическими веществами. Первый тип рассеяния, называемый «истинным» м.у.р., имеет место при наличии в веществе областей с электронной плотностью, отличной от электронной плотности матрицы (микропоры, дисперсные частицы, зоны Гинье — Престона, атмосферы Сузуки и др.). Вторым типом рассеяния являются двойные вульф-брегговские отражения (д.в.б.о.). Они появляются тогда, когда рентгеновский луч, отраженный в каком-либо зерне (блоке), отражается второй раз в другом зерне (блоке), ориентированном подходящим образом. Д.в.б.о. всегда присутствуют на рентгенограмме, но их интенсивность максимальна в малоугловой области в силу чисто геометрических причин. Интенсивность д.в.б.о. минимальна для материалов с наименее искаженной структурой и возрастает для деформированных благодаря измельчению блоков мозаики и их развороту. В настоящее время механизм д.в.б.о. используется для объяснения сильного м.у.р. от деформированных материалов и определения важной структурной характеристики — угла разориентации блоков мозаики (¹⁻⁵).

Д.в.б.о. могут возникнуть в металлах и сплавах, претерпевших фазовое превращение. Если фазовое превращение, в частности, мартенситное превращение, выделение дисперсной фазы, сопровождается фазовым наклепом и увеличением дефектности структуры, то как следствие неизбежно измельчение блоков мозаики и увеличение угла их разориентации.

В данной работе ставилась целью проверка этого предположения на кобальте и стали с 3 ат. % молибдена (12Х2М5ФБ). В кобальте при температуре 417°С происходит аллотропическое превращение г.ц.к. — г.ц.у., носящее мартенситный характер. Изменение удельного объема в результате превращения составляет примерно 0,5 %. В исследуемой стали, предварительно закаленной с 1050°, в процессе старения выделяется до 10 об. % фазы Лавеса Fe₃Mo. При этом происходит дробление блоков и разворот их. Объемные изменения в результате превращения составляют примерно 1 %. Для данных материалов предполагается, что эффект м.у.р. должен быть вызван д.в.б.о. и, главным образом, их внутризеренной составляющей. В стали с 3 ат. % Мо эффекты «истинного» м.у.р. не должны иметь места, так как разность электронных плотностей выделяющейся фазы и матрицы настолько мала, что ею можно пренебречь. Работ по исследованию тонкой структуры этих материалов почти нет, а данных по разориентации субструктурных составляющих не имеется.

Из листа зонно очищенного кобальта электрополированием изготавливались фольги оптимальной толщиной 13 м для съемки на Fe — K_α-излучении. Фольги подвергались циклической термообработке 20 ± 550° с целью выявления изменения тонкой структуры. Образцы из стали с 3 ат. % Мо толщиной 0,2 мм закаливались с 1050°, затем электролитически утонялись до оптимальной толщины 15 м. Отпуск при 725° в течение 20, 40 и 60 мин. проводился на одних и тех же образцах в специальных оправках, которые помещаются в малоугловую камеру.

Для получения картины м.у.р. использовалась малоугловая камера, собранная по схеме Кратки⁽⁶⁾ из концевых мер (плиток Иогансона) на хорошо притертой стальной плите. Ширина входной щели равна 0,17 мм, расстояние образец — пленка 194 мм. Камера установлена на аппарате УРС-60. Съемка велась на FeK_α -излучении с марганцевым фильтром

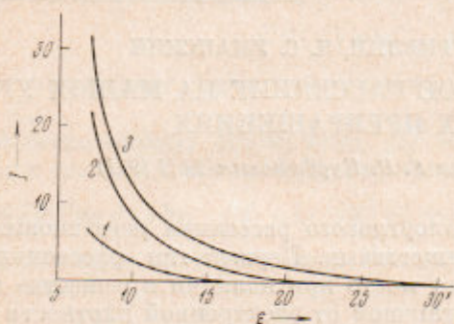


Рис. 1

Рис. 1. Интенсивность м.у.р. в зависимости от угла рассеяния для кобальта. 1 — отжиг при 300° , 30 мин.; 380° , 30 мин.; 1050° , 30 мин.; охлаждение на воздухе; 2 — $20^\circ \rightleftharpoons 550^\circ$, 21 цикл; 3 — $20^\circ \rightleftharpoons 550^\circ$, 6 циклов

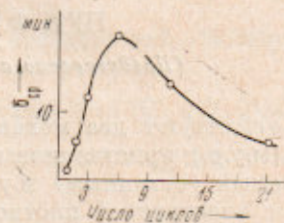


Рис. 2

Рис. 2. Зависимость величины $\delta_{\text{ср}}$ в кобальте от числа циклов превращения $20^\circ \rightleftharpoons 550^\circ$

при напряжении 27 кВ и токе 10 ма. При таких условиях съемки излучение практически монохроматизировано. Рентгенограммы снимались на пленку РТ-2 в течение 20 час. для кобальта и 8 час. для стали. Фотометрирование проводилось на микрофотометре МФ-4 с шириной измерительной щели 0,06 мм и шестикратным увеличением.

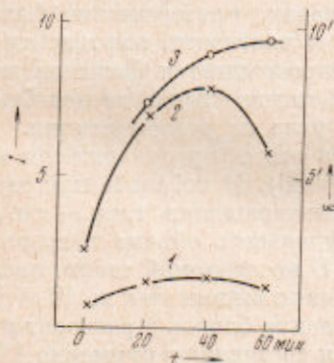


Рис. 3. Изменение интенсивности рассеяния I (1, 2) и угла разориентации δ (3) в зависимости от длительности отпуска при 725° стали с 3 ат.% молибдена; 1 — интенсивность рассеяния на угле 10° ; 2 — 5°

Во всех случаях наблюдалась значительная интенсивность м.у.р. Измеренная интенсивности проводилась на углах от $5'$ до $30'$, начиная от центра первичного пучка. При анализе кривых рассеяния учитывалась только их форма. Абсолютная интенсивность не определялась. Так как первичный пучок был довольно широким, с интегральной шириной $\sim 6'$, то при введении коллимационной поправки нельзя было удовлетвориться только учетом влияния длины первичного пучка на форму кривых рассеяния, как это обычно делается⁽⁷⁾. Поэтому для учета коллимационных искажений использовался метод, предложенный в⁽⁸⁾. Распределение блоков по ориентациям в зерне предполагается гауссовым:

$$P(\delta) = C \exp(-k^2 \delta^2), \quad (1)$$

где C — константа, k — параметр распределения, δ — угол разориентации. Ход кривых интенсивности, рассчитанных с учетом (1),

хорошо совпадал с ходом экспериментальных кривых, что не наблюдалось при использовании других методов, например⁽⁹⁾. Экспериментальные кривые ($I \sim \epsilon$) перестраивались в координатах $(\ln(I \cdot \epsilon) \sim \epsilon^2)$, ϵ — угол рассеяния. По тангенсу угла наклона полученных прямых определялись средние углы разориентации блоков в зерне $\delta_{\text{ср}}$, которые затем исправлялись на геометрию съемки. Ошибка определения $\delta_{\text{ср}}$ составляла 10%.

На рис. 1 представлены кривые м.у.р. в зависимости от угла рассеяния для кобальта после различной термообработки. На рис. 2 показана зависимость среднего вычисленного угла разориентации блоков мозаики в гексагональной фазе кобальта от числа циклов превращения. Кривая $\delta_{\text{ср}}$ имеет максимум при 6 циклах превращения. Этот максимум связан, очевидно, с наибольшей плотностью дефектов структуры, накапливающихся за предшествующие циклы превращения. С дальнейшим увеличением числа циклов $\delta_{\text{ср}}$ уменьшается, что можно объяснить уменьшением количества дефектов при многократном нагреве и полнотой превращения, которая равна 100%.

На рис. 3 показано изменение интенсивности м.у.р. на углах $5'$ и $10'$ и угла разориентации в зависимости от длительности старения. Интенсивность м.у.р. максимальна при выдержке 40 мин. Угол разориентации постоянно возрастает при увеличении времени выдержки и равен для 20, 40 и 60 мин. $7'$, $9'$ и $10'$ соответственно. Это объясняется тем, что в результате выделения фазы с отличным от матрицы удельным объемом и появления упругих искажений происходит разворот блоков мозаики.

На основании полученных данных можно сделать вывод, что метод м.у.р. вполне применим к исследованию субструктуры металлов, претерпевших фазовое превращение.

Московский институт
стали и сплавов

Поступило
9 II 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ В. Е. Варген, *Austr. J. Phys.*, 13, 376 (1960). ² В. И. Бетехтин, А. И. Слупкер, *ФММ*, 21, № 3 (1966). ³ М. И. Бабичева, М. Д. Терминасова, Л. В. Тузов, *Изв. высш. учебн. завед., Физика*, № 2 (1967). ⁴ В. И. Бетехтин, А. И. Петров, *ФММ*, 25, № 4 (1967). ⁵ А. Н. Бекренев, З. М. Гелунова и др., В сборн. *Металловедение и прочность материалов*, Волгоград, 1970. ⁶ O. Kratky, *Zs. Elektrochem.*, 62, № 1 (1958). ⁷ S. Heine, J. Roppert, *Acta phys. austr.*, 15, 148 (1962). ⁸ В. М. Пигин, Автореф. диссертации. Исследование субструктуры циклически деформированной меди методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей, Петрозаводск, 1967. ⁹ Л. В. Тузов, В. М. Пигин, *Сборн. работ каф. общ. физ. Кир. гос. унив.*, 1964.