

М. И. ГИТГАРЦ, В. В. ИВАШИН

ИССЛЕДОВАНИЕ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА СТАРЕЮЩИХ СПЛАВАХ, ИМЕЮЩИХ РАЗЛИЧНУЮ СТЕПЕНЬ ОБЪЕМНОГО НЕСООТВЕТСТВИЯ МЕЖДУ ФАЗОЙ ВЫДЕЛЕНИЯ И МАТРИЦЕЙ

(Представлено академиком Г. В. Курдюмовым 21 VI 1971)

В (¹⁻⁶) было показано, что основной причиной наблюдаемого размытия, а также своеобразного преобразования профиля дифракционных линий состаренных образцов сплава нимоник являются упругие смещения атомов в твердом растворе, вызванные различием удельных атомных объемов фазы выделения V_B и матрицы V_A . Однако последовательного изучения роли объемного фактора ($\Delta V/V = (V_B - V_A)/V_A$) в формировании селективных отражений не проводилось. В связи с этим представляло интерес изучить закономерности рассеяния рентгеновских лучей дисперсионно твердеющими сплавами с различной степенью объемного несоответствия между фазой выделения и матрицей.

Исследование проводилось на стареющих сплавах ХН77ТЮР (нимоник) и ХН67ВМТЮ, имеющих однофазные γ -твердые растворы и выделяющиеся γ' -фазы (⁷), однако существенно отличающиеся величиной объемного фактора. Для сплава ХН77ТЮР величина $\Delta V/V$, как известно (⁶), составляет $\sim 0,02$, а для сплава ХН67ВМТЮ ее максимальное абсолютное значение равно $\sim 0,001$. Значительная близость исследуемых сплавов по структурному состоянию позволяла исключить возможное влияние побочных факторов на дифракцию.

Из прокованных прутков изготавливались образцы диаметром 26 мм и высотой 6 мм, которые подвергались следующей термообработке: гомогенизационному отжигу для сплава ХН77ТЮР при температуре 1080°С в течение 8 час, для сплава ХН67ВМТЮ при 1150°С продолжительностью 5 час, закалке с указанных температур соответственно на воздухе и в масле * и старению по режимам, приведенным в табл. 1.

После удаления окисленного слоя и электрополирования образцы снимались в медном излучении на дифрактометре ДРОН-1 с использованием сцинтилляционного счетчика. Дифрагированный пучок монохроматизировался при помощи фокусирующего кварцевого монохроматора. Изучалась дифракционная линия (420), соответствующая высоким углам рассеяния, на которых дифракционные эффекты наилучшим образом разрешены. Профиль линии строился по точкам через угловой интервал 0,1° на пологих участках линии и 0,05° на крутых. Измерение интенсивности в каждой точке проводилось за время, равное 100 сек. Вследствие крупнозернистости сплавов рентгенографическая съемка образцов осуществлялась в специальной приставке, сообщающей образцу сложное движение.

Для определения объемной концентрации p , выделяющейся в сплавах γ' -фазы, применялся метод количественного электролитического разделения фаз (^{8, 9}) и пересчет весовых содержаний на объемные (⁴). Оцен-

* В отличие от сплава ХН77ТЮР, закалка сплава ХН67ВМТЮ на воздухе приводит к заметному распаду твердого раствора, поэтому в качестве закалочной среды для сплава ХН67ВМТЮ использовалось масло.

Таблица 1

Сплав	Режим термообработки		H_p , кг/мм ²	ρ	D , Å	a , Å	L	$(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{теор}}$	$(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{эксп}}$
	T , °C	t , час.							
ХН77ТЮР	α закалка		150	0		3,5700	0	1	1
	β 750	1	266	0,128	75	3,5681	0,23	0,79	0,79
	ϵ 750	20	309	0,143	130	3,5676	0,89	0,41	0,45
	z 800	1	280	0,120	110	3,5681	0,49	0,61	0,61
	∂ 800	20	297	0,130	230	3,5675	2,3	0,10	0,12
	e 850	1	262	0,097	180	3,5683	0,95	0,39	0,39
	ж 850	20	255	0,109	520	3,5664 *	6,9	0,001	
ХН67ВМТЮ	α закалка		177	0		3,5920	0	1	1
	μ 800	1	265	0,129	100	3,5893	<0,01	~1	~1
	κ 800	25	308	0,185	310	3,5881	То же	То же	То же
	λ 850	1	269	0,134	140	3,5891	» »	» »	» »
	μ 850	25	300	0,190	450	3,5881	» »	» »	» »
	η 900	1	257	0,121	250	3,5893	» »	» »	» »
	σ 900	25	276	0,147	760	3,5886	» »	» »	» »

* Профиль дифракционной линии для данного режима старения практически полностью описывается распределением интенсивности диффузного рассеяния, поэтому значение постоянной определялось по положению максимума J_1 ; для остальных режимов старения постоянная решетки определялась по максимумам J_0 .

ка эффективного размера частиц γ' -фазы D осуществлялась рентгенографически по уширению $(^{10})$ дифракционных линий (111) и (420) $\text{CuK}\alpha$ -экстрагированных порошков. Величина постоянной кристаллической решетки твердого раствора и γ' -фазы определялась по угловому положению $\text{K}\alpha_1$ -максимумов отражения (420).

В результате исследования сплава ХН67ВМТЮ было установлено, что значение постоянной кристаллической решетки твердого раствора зависит от режима термообработки и изменяется от 3,5920 Å (закаленное состояние) до 3,5881 Å (см. табл. 1). Величина постоянной решетки изолированной γ' -фазы этого сплава составляет 3,589 Å. Относительная разность удельных атомных объемов γ' и матричной* фаз ($\Delta V/V$) сплава ХН67ВМТЮ, рассчитанная по значениям постоянных решеток, для исследуемых режимов старения находится в пределах от $-0,0002$ до $+0,0007$.

Используя найденные значения $\Delta V/V$, а также данные по количеству и размеру частиц γ' -фазы сплава ХН67ВМТЮ (см. табл. 1) был проведен согласно $(^1)$ расчет критерия L (показателя экспоненциала в факторе ослабления интенсивности правильных отражений $(^{11}, ^{12})$) для отражений (420). Расчет показал, что для всех изучаемых режимов старения величина L не превышает 0,01. Поэтому, основываясь на результатах работ $(^{1-6}, ^{11}, ^{12})$, можно было предполагать, что при столь невысоких значениях величины L распад сплава ХН67ВМТЮ не должен вызывать существенных изменений в распределении интенсивности дифракционной линии (420), так как в этом случае интенсивность правильных отражений J_0 ($J_0 \sim e^{-L}$) изменяется незначительно.

Действительно, как видно из рис. 1, характер распределения интенсивности в линии (420) сплава ХН67ВМТЮ для всех исследуемых режимов старения остается практически неизменным: профиль линии как у закаленного, так и у состаренных образцов остается идентичным и описывается распределением интенсивности J_0 . Между тем, структурное состо-

* В связи с очень малым значением $\Delta V/V$ в качестве V_A можно было принять величину, равную $V_A = a^3/4$, где a — рентгенографически измеренное значение постоянной решетки твердого раствора.

яние сплава характеризуется существенными изменениями, о чем убедительно свидетельствуют данные по постоянной кристаллической решетке твердого раствора, количественному содержанию и размеру частиц γ' -фазы, а также результаты измерения твердости (см. табл. 1).

Таким образом, можно заключить, что если выделение частиц новой фазы практически не вызывает деформации кристаллической решетки твердого раствора (следствие малости $\Delta V/V$), то распределение интенсивности в дифракционных линиях оказывается слабо чувствительным * к количеству и размеру частиц выделений.

В то же время в тех случаях, когда величина $\Delta V/V$ имеет заметное значение, вид распределения интенсивности в дифракционной линии может существенно и даже радикально меняться. Иллюстрацией этого служат результаты, полученные по сплаву ХН77ТЮР в наших предыдущих (см., например, (4, 5)) и настоящем исследовании.

Как видно из рис. 1, вид дифракционных линий сплава ХН77ТЮР претерпевает изменения, которые характеризуются уменьшением высоты K_α -пиков, появлением на краях распределения «крыльев» и образованием диффузных максимумов J_1 . Наблюдаемое преобразование профиля линии обусловлено особенностями дифракции волн на решетке, упруго искаженной выделениями (11, 12). Последнее подтверждается очень хорошей корреля-

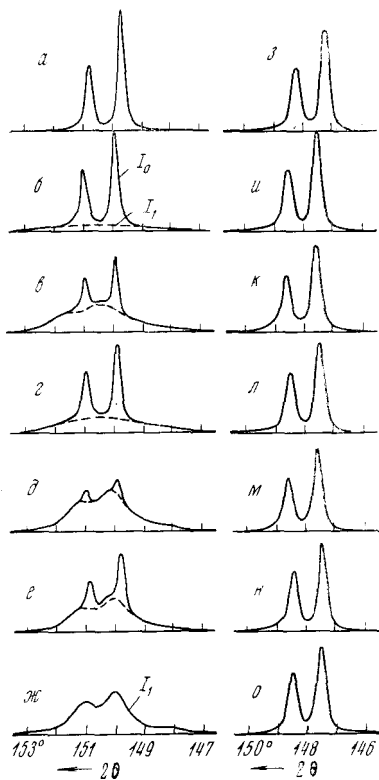


Рис. 1. Распределение интенсивности в дифракционной линии (420) $\text{Cu } K_\alpha$ -сплавов ХН77ТЮР (а — ж) и ХН67ВМТЮ (з — о), при различных режимах старения (см. табл. 1)

цией между теоретически рассчитанными отношениями ** $(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{теор}} \approx e^{-L}$ и найденными из эксперимента $(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{эксп}}$ (J_0 и $J_0^{\text{зак}}$ — интенсивности правильных отражений соответственно состаренного и закаленного (нераспавшегося) твердого раствора).

На основании полученных результатов можно сделать вывод о том, что при распаде пересыщенных твердых растворов, для которых различие в удельных атомных объемах фазы выделения и матрицы невелико (сплав ХН67ВМТЮ), характер распределения интенсивности в дифракционных линиях остается практически неизменным независимо от старения. В тех же случаях, когда $\Delta V/V$ имеет заметную величину (сплав ХН77ТЮР), регистрируются значительные изменения в виде дифракционных линий.

Полученные результаты позволяют рассмотреть еще один вопрос, касающийся природы уширения дифракционных линий. Во многих работах

* Вообще говоря, изменение размера частиц и количества выделяющейся фазы должно оказывать определенное влияние на характер дифракции даже в случае, когда $\Delta V/V = 0$ (эффект дырок (12)).

** $(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{теор}}$ определялось по найденным значениям L , которые рассчитывались согласно (5). Для оценки $(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{эксп}}$ проводилось приближенное выделение на профиле линий K_α -пигов J_0 от диффузных максимумов J_1 . В качестве величины $(J_0/J_0^{\text{зак}})_{\text{эксп}}$ принималось отношение высот K_α -пигов состаренных и закаленного образцов.

(см., например, (¹³⁻¹⁵)) уширение дифракционных линий, наблюдаемое при старении сплавов, связывается с возникновением в твердом растворе концентрационной неоднородности. В частности, аналогичное мнение сказывалось и в отношении сплава лимоник (^{14, 15}). Однако, как показывают результаты настоящего исследования, такое истолкование уширения дифракционных линий неправомерно, во всяком случае, для случая выделения γ' -фазы.

Основанием для сделанного заключения является следующее.

Условия для образования концентрационной неоднородности в сплаве ХН67ВМТЮ, представляющего сложнотелегированную систему, не менее благоприятны, чем в сплаве ХН77ТЮР. Однако во всем исследованном диапазоне температур и времен старения уширения дифракционной линии (420) (а также других линий) сплава ХН67ВМТЮ не наблюдается.

Таким образом, можно считать, что наблюдаемое размытие линий сплава ХН77ТЮР не связано с концентрационной неоднородностью твердого раствора и полностью обуславливается закономерными смещениями атомов твердого раствора, вызванными различием атомных объемов фазы выделения и матрицы. Вероятно, этот вывод может быть распространен и на другие стареющие системы.

Научно-исследовательский
институт машиноведения
Минск

Поступило
15 VI 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ М. И. Гитгарц, Физ. мет. и металловед., 19, 380 (1965). ² М. И. Гитгарц, Там же, 26, 541 (1968). ³ М. И. Гитгарц, В. В. Ивагин, Там же, 26, 798 (1968). ⁴ М. И. Гитгарц, В. В. Ивагин, Т. В. Литвинович, Там же, 27, 489 (1969). ⁵ М. И. Гитгарц, ДАН, 192, № 1, 82 (1970). ⁶ М. И. Гитгарц, Физ. мет. и металловед., 31, 128 (1971). ⁷ Ф. Ф. Химушин, Жаропрочные стали и сплавы, 1969. ⁸ Н. И. Блок, А. И. Глазова и др., Зав. лаб., 20, 903 (1954). ⁹ М. Арбузов, М. И. Гитгарц, Физ. мет. и металловед., 13, 411 (1962). ¹⁰ Л. Лысак, Сборн. Вопр. физики металлов и металловедения, № 5, Киев, 1955, стр. 11. ¹¹ М. А. Кривоглаз, Физ. мет. и металловед., 9, 641 (1960). ¹² М. А. Кривоглаз, Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами, М., 1967. ¹³ Я. С. Уманский, Рентгенография металлов, 1960. ¹⁴ Е. Нестеренко, К. В. Чуистов, Сборн. Физические основы прочности и пластичности металлов, М., 1963. ¹⁵ М. П. Арбузов, М. И. Гитгарц, Физ. мет. и металловед., 11, 568 (1961).