

Исследование методом малоуглового рассеяния нейтронов магнитоэластического эффекта в бериллиевой бронзе при старении в магнитных полях

© Ю.В. Осинская, С.С. Петров, А.В. Покоев, В.В. Рунов*

Самарский государственный университет,
Самара, Россия

* Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова РАН,
Гатчина, Ленинградская обл., Россия

E-mail: oiv@ssu.samara.ru

(Поступила в Редакцию 2 июня 2009 г.)

Магнитоэластический эффект, возникающий при старении бериллиевой бронзы БрБ-2 в магнитных полях до 1 Т, исследован с помощью метода микротвердости. Показано наличие „положительного“ и „отрицательного“ магнитоэластического эффекта. Рассмотрена возможность применения метода малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов для изучения влияния магнитного поля на кинетические процессы фазообразования в Cu–Be-сплавах. Предложены модели структуры возможных рассеивающих центров.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (№ 07-02-00209) и АВЦП „Развитие научного потенциала высшей школы (2009–2010)“ (проект № 2.1.1/841).

1. Введение

Сравнительно недавно был обнаружен эффект влияния слабых магнитных полей с магнитной энергией порядка $E_m \approx \mu_B B \ll kT$ (μ_B — магнетон Бора, B — индукция магнитного поля ~ 1 Т, k — постоянная Больцмана, T — абсолютная температура) на макро- и микроскопические свойства различных материалов [1], такие как внутреннее трение [2], микротвердость [3,4], предел прочности [5] и т. д., а также на движение дислокаций [6]. Несмотря на то что количество экспериментальных данных в этом направлении постоянно увеличивается, до сих пор не установлен механизм возникновения магнитоэластического эффекта (МПЭ) в металлах и сплавах. Предпринимаются попытки объяснения МПЭ с точки зрения спин-зависимых реакций дефектов [5,7]. В настоящей работе рассматривается МПЭ, возникающий при старении бериллиевой бронзы БрБ-2 в магнитных полях (МП). При старении в решетке сплава образуются дисперсные кластеры (так называемые зоны Гинье–Престона), которые представляют собой области, обогащенные одним из компонентов сплава. Они существенно влияют на передвижение дислокаций и тем самым во многом определяют пластические и прочностные свойства материалов. В частности, наложение МП на процесс старения сплава бериллиевой бронзы БрБ-2 приводит к изменениям в структуре кластеров и, как следствие, к изменениям в свойствах сплава. Так, при старении бериллиевой бронзы БрБ-2 в постоянных [8] и импульсных [9] МП было обнаружено различное по характеру их влияние на пластические свойства сплава.

Изучение процесса старения бериллиевой бронзы БрБ-2 в рассматриваемых далее условиях термомагнитной обработки может дать понимание кинетики фазооб-

разования как диффузионно-контролируемого процесса и способствовать получению функциональных сплавов с заданными физико-механическими свойствами. Основной интерес представляют не только эффекты, обнаруживаемые после снятия внешних воздействий (постэффекты), но и непосредственное их наблюдение (эффекты *in situ*) в процессе старения бериллиевой бронзы БрБ-2 в МП, что и было предпринято в работе [10] методом малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов.

Исходная идея эксперимента состояла в следующем. Малоугловое рассеяние нейтронов чувствительно к изменениям мезоскопической структуры при старении сплава. Поэтому, если изменения в пластичности в зависимости от отжига в МП или в отсутствие поля связаны с выделениями обогащенных фаз в объеме материала, то в нейтронных экспериментах можно ожидать изменения в рассеянии нейтронов в зависимости от условий отжига (в поле или без поля). Основываясь на этих предположениях, была выполнена работа [10], в которой установлена корреляция в изменении интегрального сечения рассеяния нейтронов в процессе отжига закаленного образца с модуляцией (включение-выключение) постоянного магнитного поля $0 < B < 1$ Т. Экспериментальные результаты интерпретируются как влияние МП на кинетику фазообразования при искусственном старении диамагнитного сплава бериллиевой бронзы БрБ-2. Для объяснения результатов эксперимента предложена модель изменения масштаба рассеивающих неоднородностей в процессе отжига. Однако механизм реализации этой модели пока непонятен.

В настоящей работе дан обобщенный анализ экспериментов по влиянию МП на кинетические процессы при искусственном старении бериллиевой бронзы БрБ-2 в постоянном и импульсном МП.

2. Методика эксперимента

Исследование МПЭ проводили на образцах сплава бериллиевой бронзы БрБ-2 следующего состава (wt.(at.%): Be — 2.08(13.0), Ni — 0.31(0.29), Si — 0.09(0.18), Al — 0.01(0.02), Mg — 0.02(0.04), Cu — остальное. Для измерения микротвердости образцы представляли собой цилиндры диаметром 10 mm и высотой 10 mm, которые предварительно подвергали выдержке в течение 20 min при температуре 800°C и последующей закалке в воду при 20°C. Режимы старения сплава БрБ-2 выбирали на основе литературных данных [11] и результатов ранее проведенных исследований процесса старения этого сплава в постоянном и импульсном МП [8,9]: старение в вакууме $\sim 10^{-3}$ Pa при температуре 350°C длительностью от 0 до 2 h в постоянном МП напряженностью 557.2 kA/m и в импульсном МП с амплитудой напряженности 557.2 kA/m и частоте импульсного МП 2 Hz. Для нейтронографических исследований образцы представляли собой пластины с размерами $2 \times 10 \times 30$ mm.

МП создавали электромагнитом ФЛ-1 с электронным блоком питания и управления. Форму сигнала напряженности ИМП можно описать следующим выражением:

$$H(t) = \begin{cases} H_1 \sin(2\pi ft), & 0 < t < t_1; \\ 0, & t_1 < t < t_1 + t_2, \end{cases}$$

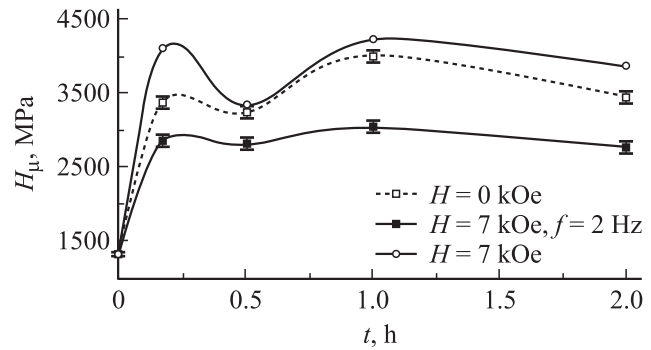
где H_1 — амплитуда напряженности импульсной гармонической составляющей МП, f — частота МП, t_1 — время импульса, t_2 — время паузы (задержки импульса), $t_1/t_2 \cong 0.4-0.6$.

В качестве основных методов исследования кинетики старения сплава бериллиевой бронзы БрБ-2 в МП использовались метод микротвердости и метод малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов. Микротвердость определяли с помощью микротвердомера HAUSER при нагрузке 0.98 N и времени нагружения 7 s по 10–15 измерениям с ошибкой 2–3%. Нейтронные исследования проводились на реакторе ВВР-М в Петербургском институте ядерной физики (ПИЯФ) им. Б.П. Константинова РАН.

Измерения выполнены на установке малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов ВЕКТОР на длине волны $\lambda = 9.2 \text{ \AA}$ ($\Delta\lambda/\lambda = 0.25$). Установка, оборудованная двадцатисчетчиковым (^3He)-детектором и многоканальным анализатором, работает в щелевой геометрии в диапазоне векторов рассеяния $1.5 \cdot 10^{-3} < q < 3 \cdot 10^{-1} \text{ \AA}^{-1}$ ($q = k - k'$, где k и k' — волновые векторы падающих и рассеянных нейтронов соответственно).

Методика проведения данного эксперимента описана в работе [10].

Ниже приводятся основные экспериментальные данные, полученные этими методами.



Зависимость микротвердости сплава от времени старения при температуре 350°C.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рисунке представлены результаты измерений микротвердости образцов в закаленном (исходном) состоянии, а также после их термической и термомагнитной обработки в постоянном и импульсном МП. Среднее значение микротвердости в закаленном состоянии составляло 1310 ± 30 МПа. Приведенные результаты измерения микротвердости при старении без МП хорошо согласуются с известными литературными данными [11], что свидетельствует, на наш взгляд, о повторяемости и достоверности результатов измерений.

Из рисунка видно, что наблюдается существенное изменение микротвердости в зависимости от времени отжига, что указывает на стадийность процесса старения. Наблюдается корреляция значений микротвердости при наложении МП разного типа. Это обстоятельство свидетельствует о том, что МП не меняют стадийности процесса старения во времени, а лишь оказывают влияние на величину значений микротвердости сплава. Кроме того, микротвердость образцов, отожженных в импульсном МП, не превышает микротвердости образцов, отожженных без МП, в отличие от соответствующих данных, полученных при наложении постоянного МП. Поскольку пластические свойства стареющих сплавов в основном обуславливаются взаимодействием дислокаций с фазовыми выделениями, возможно, что различные по типу МП не одинаково влияют и на процесс агломерации фазовых выделений, и на взаимодействие дислокаций с этими выделениями.

При старении в постоянном МП наблюдается возрастание микротвердости по сравнению с отжигом без поля на $\sim 10\%$, т.е. возникает „отрицательный“ МПЭ [8]. Наложение импульсного МП всегда приводит к уменьшению микротвердости по отношению к отжигу без поля примерно на 20% и, как следствие, к увеличению пластичности [9], что свидетельствует о „положительном“ МПЭ. Подобное изменение микротвердости образцов в МП обусловлено, тем, что полученные эффекты связаны с изменением концентрации бериллия в остаточной матрице и размером фазовых выделений, которые являются стопорами для движения дислокаций [8].

Таким образом, представленные результаты показывают, что, используя различные параметры термомагнитной обработки (время, температура, тип МП), можно изменять физико-механические свойства и характеристики сплава — пластичность, параметры тонкой структуры, параметры решетки и концентрацию бериллия в остаточной матрице. Все перечисленные параметры и их изменение исследованы в цитируемых работах и позволяют получать из одного и того же материала образцы с заданными функциональными свойствами для различных практических задач.

Обсудим основные результаты исследования кинетики старения бериллиевой бронзы БрБ-2 в МП, полученные методом малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов [10].

Анализ малоуглового рассеяния в диапазоне векторов рассеяния $0.005 < q < 0.03 \text{ \AA}^{-1}$, которое составляет примерно треть часть всех рассеянных нейтронов, показал, что характерный масштаб рассеивающих центров R_0 растет степенным образом от времени отжига и зависит от температуры отжига. В целом значение R_0 выросло от 50 до 160 \AA при отжиге в течение примерно 120 h (отжиг при 599 K примерно 50 h и при 628 K примерно 66 h). Установлено, что на температурно-временную эволюцию малоуглового рассеяния в этом диапазоне и, следовательно, на R_0 МП не влияет. В то же время МП влияет на интегральное сечение рассеяния, определяющее все процессы рассеяния в диапазоне $0 < \Omega < 4\pi$, т.е. включающее рассеяние на неоднородностях масштаба длины волны нейтронов $\sim 10 \text{ \AA}$. Это диффузный фон, интенсивность которого порядка двух третей всех рассеянных нейтронов. Образующиеся в процессе старения кластеры и зародыши новой фазы, по-видимому, и являются основными рассеивающими центрами для нейтронов. Основной вывод работы [10] сводится к тому, что в процессе старения в МП должна уменьшаться доля кластеров масштаба длины волны и увеличиваться доля крупномасштабных кластеров с масштабом, существенно большим (до $\sim 1000 \text{ \AA}$); этот масштаб определяется разрешением конкретной установки.

Так как на изменение трансмиссии влияют неоднородности $\sim 10 \text{ \AA}$, то можно предложить несколько возможных атомных моделей рассеивающих центров со следующими характерными размерами: примесный атом (сфера $\sim 3 \text{ \AA}$), димер (гантель $\sim 3-6 \text{ \AA}$), тример (треугольная призма $\sim 3-6 \text{ \AA}$), кластер ($\sim 10-500 \text{ \AA}$), примесные атмосферы Котрелла на дислокациях („роса на паутине“ $\sim 10-50 \text{ \AA}$), примесные атмосферы Сузуки на дефектах упаковки и т.д.

При включении МП происходит рост трансмиссии, что свидетельствует об уменьшении концентрации рассеивающих центров масштаба $R_0 \sim \lambda$. Поскольку дислокации могут обладать магнитным моментом [12–14], можно предположить, что под действием МП в образце происходит движение дислокаций (МПЭ), которые в свою очередь увлекают за собой примесные атомы и

их небольшие скопления, что приводит к образованию укрупненных кластеров и уменьшению концентрации рассеивающих центров. В такой интерпретации включение МП должно приводить к увеличению трансмиссии нейтронов, что и наблюдается в эксперименте [10].

Изложенные экспериментальные факты позволяют заключить, что нейтронные методы чувствительны к процессам фазообразования в МП и могут быть эффективны при изучении диффузионно-контролируемых процессов и кинетики фазообразования в конденсированных немагнитных средах с магнитоактивными дефектами (примесные атомы, дислокации и их комплексы) в МП.

4. Заключение

По мнению авторов, наиболее важным результатом представленной экспериментальной работы является то, что термомагнитная обработка постоянным и импульсным МП приводит к возникновению МПЭ, который ведет как к упрочнению, так и к пластификации сплава бериллиевой бронзы БрБ-2, что позволяет получать материалы с заранее предсказуемыми функциональными свойствами. Нейтронные исследования показали корреляцию изменения рассеяния нейтронов с модуляцией МП в процессе старения образцов бериллиевой бронзы БрБ-2. Эти результаты дают дополнительную информацию для более полного понимания структуры магнитоактивных центров и природы МПЭ в изучаемом сплаве.

Список литературы

- [1] Ю.И. Головин. ФТТ **46**, 769 (2004).
- [2] О.И. Дачко, В.И. Алексеенко. ФТТ **39**, 1234 (1997).
- [3] J.V. Osinskaya, A.V. Pokoev. Defect Diffusion Forum **216–217**, 157 (2003).
- [4] А.Е. Смирнов, Н.Н. Беккауер, А.Э. Волошин. ФТТ **47**, 1253 (2005).
- [5] Р.Б. Моргунов. УФН **174**, 131 (2004).
- [6] В.И. Альшиц, Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, Е.А. Петрижик. Кристаллография **48**, 838 (2003).
- [7] А.Л. Бучаченко. ЖЭТФ **132**, 827 (2007).
- [8] Ю.В. Осинская, А.В. Покоев. ФХОМ **3**, 12 (2003).
- [9] Ю.В. Осинская, А.В. Покоев. ФММ **105**, 385 (2008).
- [10] V.V. Runov, A.V. Pokoev, M.K. Runova, O.P. Smirnov. J. Phys.: Cond. Matter **20**, 104 226 (2008).
- [11] Р.Л. Тофпенек. Разупрочняющие процессы в стареющих сплавах. Наука и техника, Минск (1979). 184 с.
- [12] С.Н. Постников, В.П. Сидоров. В сб.: Прикладные проблемы прочности и пластичности. Методы решения задач упругости и пластичности / Ред. коллегия: Б.Г. Баженов, И.И. Ворович, И.В. Григорьев, А.А. Ильюшин, С.А. Капустин, А.В. Кармишин, М.А. Колтунов, В.А. Комаров, М.С. Корнишин, Ю.Г. Коротких, В.П. Малков (зам. отв. редактора), В.И. Мяченков, Ю.В. Немировский, А.Н. Паутов, В.А. Постнов, Л.А. Розин, А.Л. Синявский, В.А. Толок, А.Г. Угодчиков (отв. редактор), Н.М. Хуторянский (отв. секретарь), К.Ф. Черных. ГГУ им. Н.И. Лобачевского, Горький (1980). С. 165.
- [13] М.И. Молоцкий. ФММ **58**, 458 (1984).
- [14] М.И. Молоцкий. ФТТ **33**, 3112 (1991).