

05

## Эволюция структуры порошковой смеси $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$ при увеличении деформации

© З.А. Самойленко, Н.Н. Белоусов, Н.Н. Ивахненко,  
Е.И. Пушенко

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина  
НАНУ, Украина

Поступило в Редакцию 28 января 2009 г.

Методом рентгеновской дифракции анализировали скомпактированную смесь  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$  на разных стадиях деформационно-термической обработки ( $e = 0 \div 7.4$ ). Показано, что изменение атомного порядка характеризуется существованием критической деформации, соответствующей  $e = 4.6$ , при которой происходит формирование наноструктур деформационного происхождения в виде кластеров ОЦК-фазы  $\alpha$ -Fe размером порядка  $200 \text{ \AA}$ , когерентно связанных с поликристаллической ГЦК-структурой Cu, что представляет собой новый класс материалов.

PACS: 61.46.-w

Возрастание интереса к многокомпонентным порошковым материалам с развитой субмикро- и наноструктурой деформационного происхождения связано с необходимостью получения новых композиционных материалов и возможностью управления их физико-химическими свойствами [1–3]. В настоящее время представляет интерес получение новых материалов с использованием нетрадиционных технологий, одной из которых является порошковая технология, позволяющая получать сплавы из смеси порошков, используя различные комбинации деформационно-термического воздействия без объемного плавления, а следовательно, и без макроликвационных неоднородностей [4]. При этом особый интерес представляет получение сплавов из малорастворимых компонентов, в частности металлов, имеющих принципиально различные кристаллографические структуры, как например использовавшиеся в данной работе медь с ГЦК- и железо с ОЦК-решетками.

Цель работы заключалась в анализе атомной структуры образцов  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$  и выявлении ее особенностей при увеличении логарифмической деформации от  $e = 2.4$  до  $e = 4.6$  и далее до  $e = 7.4$ .

Получение наноструктур деформационного происхождения связано с использованием высокоэнергетических методов диспергирования и консолидации порошков, а также методов интенсивной пластической деформации. Материалом служила порошковая смесь  $\text{Cu}(M1) + \text{Fe}$  (карбонильное) в весовом соотношении 60/40. Смесь засыпалась в шаровую мельницу и осуществлялось дробление и смешивание в течение 30 ч. Полученная порошковая смесь засыпалась в медную оболочку диаметром 3 мм, уплотнялась с помощью ультразвукового вибратора и компактировалась при давлении  $P = 2\text{ГПа}$ . Консолидация смеси производилась путем ступенчатого спекания в вакууме при температуре  $T = 500\text{--}1200^\circ\text{C}$  с промежуточной горячей допрессовкой при  $P = 0.5\text{--}1.5\text{ГПа}$ . Интенсивная пластическая деформация осуществлялась путем многократной прокатки образцов высотой  $h = 2\text{мм}$  до толщин  $0.02\text{--}0.05\text{мм}$ . Исследуемые образцы были получены из первоначально скомпактированного прутка на разных стадиях деформационно-термической обработки и различались величиной логарифмической деформации.

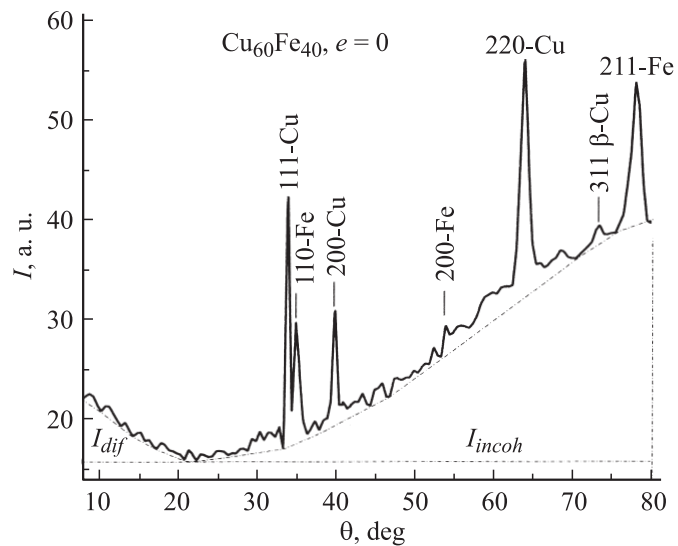
С помощью рентгеноструктурного анализа с использованием длинноволнового  $\text{CrK}_\alpha$ -излучения [5] проведены исследования изменения атомного порядка с увеличением деформации образцов и выявлены следующие закономерности.

**Исходное состояние**,  $e = 0$ . На дифракционных картинах от исходных компактированных порошковых смесей видны все табличные дебаевские линии, принадлежащие кристаллической фазе ГЦК-структуры меди и ОЦК-структуры железа (рис. 1), и некогерентное рассеяние, усиливающееся с увеличением угла дифракции  $I_{incoh} \sim \sin^2 \Theta$  [6] от неупорядоченно расположенных атомов.

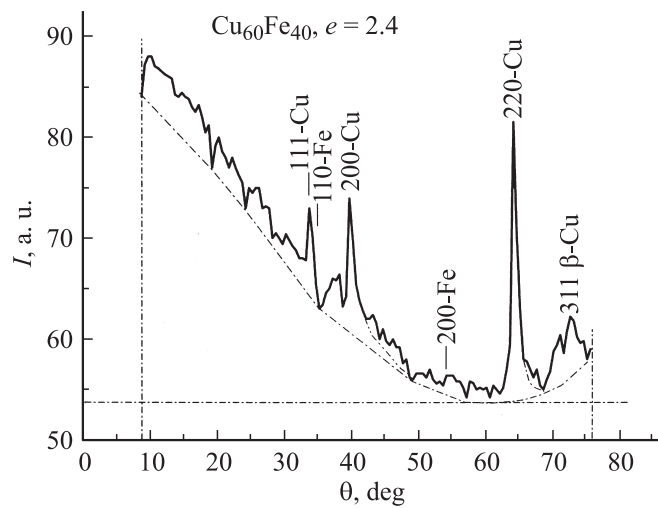
Диффузное рассеяние в малых углах дифракции  $I_{dif}$  означает присутствие малой доли аморфизированной структуры, обусловленной дисперсностью компонентов смеси.

Диффузные максимумы слабой интенсивности характеризуют наличие в материале незначительных низкоразмерных примесных группировок атомов.

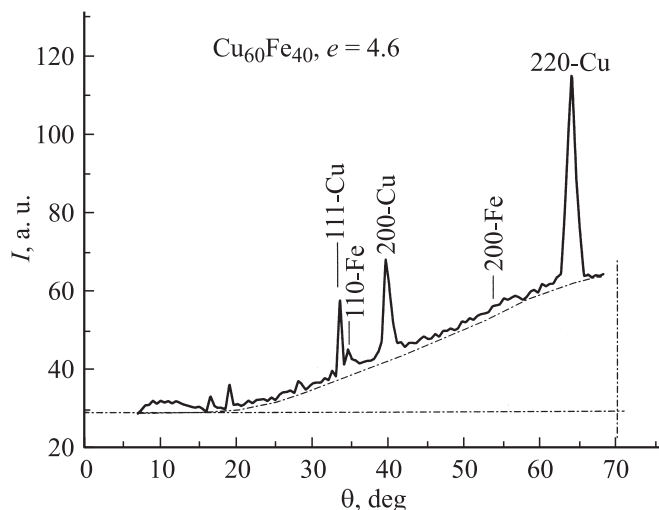
**Слабая деформация**,  $e = 2.4$ . В результате действия такой деформации (рис. 2) наблюдается ослабление интенсивности дебаевской



**Рис. 1.** Дифракционная картина от порошковой смеси  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$  с нулевой деформацией образца,  $e = 0$ .



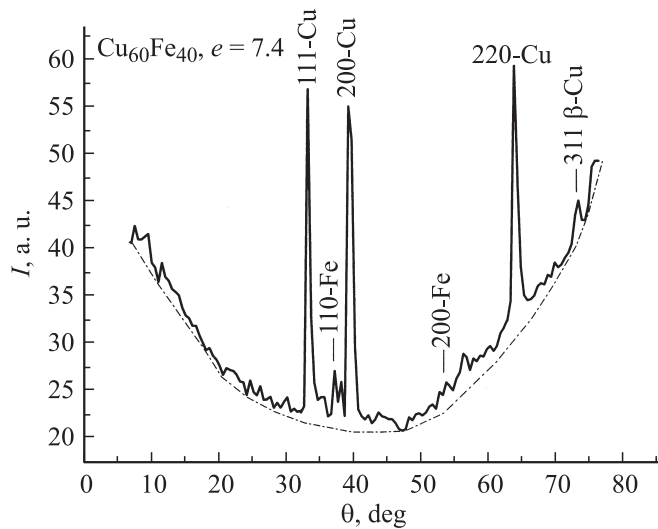
**Рис. 2.** Дифракционная картина от порошковой смеси  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$  с деформацией  $e = 2.4$ .



**Рис. 3.** Дифракционная картина от порошковой смеси  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$  с деформацией  $e = 4.6$ .

линии от семейства плоскостей (111) Cu. Линия (110) Fe не выявляется самостоятельно, но вызывает высокоугловую асимметрию формы линии (111) Cu. Высокая интенсивность диффузного некогерентного рассеяния в малых углах  $\theta$ . Данные результаты показывают, что в кристаллической решетке меди произошло сильное искажение в семействе диагональных плоскостей (111), при котором атомы Fe втиснуты в данное семейство плоскостей Cu, вызывая статистически беспорядочное смещение атомов меди из нулевых узлов основного семейства плоскостей ГЦК-решетки.

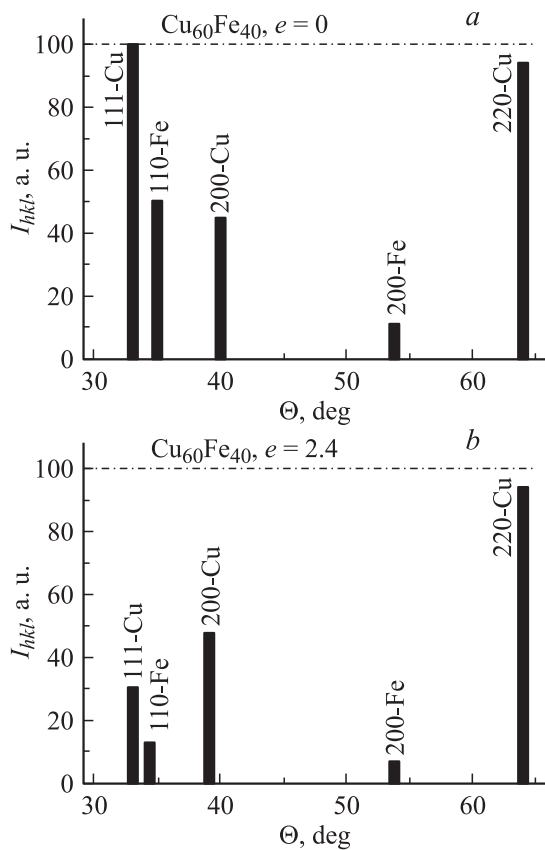
**Средняя деформация,  $e = 4.6$ .** На дифракционной картине от этих образцов (рис. 3) линии в малых углах остаются слабыми, но разделились на (111) Cu и (110) Fe. Фон в малых углах пропал, а в больших увеличился. Это указывает на развитие релаксационных процессов, при которых произошло химическое упорядочение твердого раствора Cu–Fe в семействе диагональных плоскостей ГЦК-структуры с топологическим обособлением атомов Cu и Fe, в результате которого выделилась структурная группа (110) Fe в виде кластеров мезоскопиче-



**Рис. 4.** Дифракционная картина от порошковой смеси  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$  с деформацией  $e = 7.4$ .

ского масштаба, как показали расчеты с использованием методики [7] ( $D = 200 \text{ \AA}$ ), расположенных вдоль семейства плоскостей (111) Cu, о чем свидетельствует диффузная форма соответствующего максимума на рис. 3. При этом смещенные из нулевых узлов атомы меди начали возвращаться, снижая микронапряжение структуры, что проявляется в уменьшении интенсивности некогерентного рассеяния в виде ослабления фона в малых и больших углах дифракционной картины.

**Сильная деформация,  $e = 7.4$ .** На дифракционных картинах от этого структурного состояния (рис. 4) вновь усилился фон в малых и больших углах  $\theta$ ; линии Cu фазы интенсивные в малых и больших углах дифракции. Линия (110) Fe отделилась от (111) Cu. Линия (111) Cu смещена в сторону малых углов  $\theta$ . Результаты указывают на дальнейшее развитие релаксационных процессов, при которых восстанавливается атомный порядок, характерный для ГЦК-структуры Cu, что сопровождается упорядочением типа фазового разделения на ГЦК и ОЦК и сильными искажениями межплоскостных расстояний растягивающего характера в семействе диагональных плоскостей (111) Cu и



**Рис. 5.** Изменение интенсивностей дебаевских линий на дифракционных картинах от образцов  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$ , различающихся величиной деформации: *a* —  $e = 0$ ; *b* —  $e = 2.4$ ; *c* —  $e = 4.6$ ; *d* —  $e = 7.4$ .

обособлением мезоскопических слоев (110) Fe, с сохранением частично нарушенной когерентной связи с медными слоями.

**Распределение интенсивности дифракционных максимумов.** Нормируя к 100% интенсивность самой сильной линии на каждой дифракционной картине и рассчитав соответствующие значения интенсивностей остальных линий (рис. 5), можем видеть качественные изменения

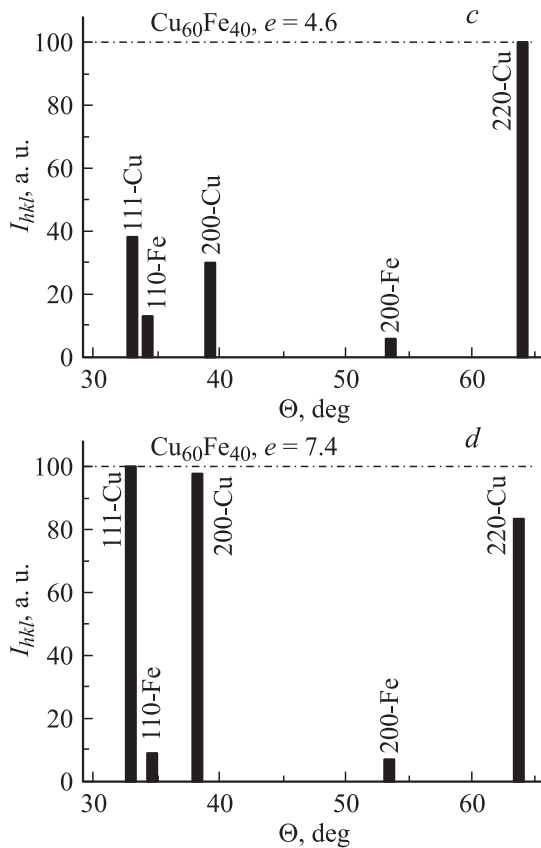


Рис. 5 (продолжение).

относительных интенсивностей дебаевских линий для хорошо известных фаз меди и железа в случае их присутствия в анализируемых образцах. При этом в образцах с малой и средней деформацией  $e = 2.4$  и  $e = 4.6$  (рис. 5, *b, c*) наблюдается резкое ослабление интенсивности по сравнению с соседними образцами  $e = 0$  и  $e = 7.4$  (рис. 5, *a, d*). Этот результат указывает на сильные нарушения в структуре ближнего атомного порядка в семействе малоиндексных, наиболее плотно упакованных плоскостей типа (111) и (110) кристаллической структуры Cu

и Fe. Увеличение же деформации способствует не только релаксационным процессам, восстанавливающим интенсивность вышеуказанных линий (рис. 5, *d*), но и изменяет заселенность атомов Fe вместо диагональных (111) плоскостей Cu на преимущественно плоскости оснований (200) кристаллической решетки Cu, на что указывает высокая интенсивность линии (200) на рис. 5, *d*.

В результате исследований образцов, полученных из порошковой смеси Cu + Fe (60/40) на разных этапах усиления деформационного воздействия в интервале значений параметра логарифмической деформации  $e = 2.4-7.4$ , показано, что в твердом растворе  $\text{Cu}_{60}\text{Fe}_{40}$ , полученном методом порошковой технологии, в медной фазе доминирует дальний атомный порядок, в то время как в железной фазе устойчивым оказывается мезоскопический порядок наноразмерного масштаба ( $\sim 10^2 \text{ \AA}$ ). Полученная структура представляется перспективной как класс новых материалов.

## Список литературы

- [1] *Yavari A.R., Desre P.J., Benameur T.* // Physical Review Letters. 1992. V. 68. N 14. P. 2235–2238.
- [2] *Sauvagw X., Wetscher A., Pareige P.* // Acta Materialia. 2005. V. 53. P. 2127–2135.
- [3] *Iskhakov R.S., Kuzovnikova L.A., Komogortsev S.V., Denisova E.A., Mal'tsev V.K., Bondarenko G.N.* // Химия в интересах устойчивого развития. 2005. Т. 13. С. 209–216.
- [4] *Гусев А.И.* // Успехи химических наук. 1998. Т. 168. № 1. С. 55–83.
- [5] *Самойленко З.А., Ивахненко Н.Н.* // Письма в ЖТФ. 2007. Т. 33. № 7. С. 8–15.
- [6] *Кривоглаз М.А.* Диффузное рассеяние рентгеновских лучей и нейтронов на флуктуационных неоднородностях в неидеальных кристаллах. Киев: Наук. думка, 1984. 281 с.
- [7] *Китайгородский Л.И.* Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел. М.: Наука, 1952. 588 с.