

01,07

Исследование структурных превращений в пластически деформированном кобальте

© Р.Ф. Альмухаметов, Л.А. Габдрахманова

Башкирский государственный университет,
Уфа, Россия

E-mail: AlmuhametovRF@rambler.ru

(Поступила в Редакцию 28 мая 2012 г.)

Приведены результаты рентгеноструктурных исследований пластически деформированного кобальта. Установлено, что пластическая деформация препятствует переходу высокотемпературной ГЦК-фазы в низкотемпературную ГПУ-фазу. Показано, что это связано с образованием мелкокристаллической структуры при пластической деформации.

1. Введение

Благодаря уникальным физическим свойствам нанокристаллические материалы представляют большой научный и практический интерес. С переходом в нанокристаллическое состояние значительно изменяются электрические и магнитные свойства, химическая активность, температура фазового превращения [1–3]. В настоящее время считается, что эти изменения физических свойств обусловлены ростом относительного вклада границ зерен. Однако, несмотря на многочисленные исследования, процессы, протекающие в нанокристаллических материалах, изучены недостаточно. В настоящей работе представлены результаты исследований структурных превращений в нанокристаллическом кобальте.

2. Образцы и методика исследований

Для получения нанокристаллической структуры образцы пластически деформировали на наковальнях Бриджмена под давлением 7 ГПа при комнатной температуре поворотом бойка на пять оборотов. Рентгеновские исследования проводились на дифрактометре ДРОН-7 на Со-излучении. Для измерения ширины дифракционных линий использовались K_{α} - и K_{β} -линии. В случае α -линий учитывалась их дублетность. Для изучения структурных превращений пластически деформированные образцы отжигались при различных температурах в муфельной печи в потоке аргона. Исследовались образцы в форме дисков диаметром 10 мм и толщиной около 0.3 мм, после пластической деформации. Рентгенограммы измерялись от плоской поверхности образца при комнатной температуре.

Размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) определялись методом аппроксимаций [4]. Результаты наших исследований показали, что профили дифракционных линий образцов удовлетворительно описываются функцией $f(\theta) \sim (1 + \alpha\theta^2)^{-1}$, где θ — угол дифракции, α — постоянный коэффициент. Поэтому физическое уширение дифракционной линии β определялось по

формуле $\beta = B - b$, где B — общее уширение дифракционной линии, b — инструментальное уширение. В этом случае физическое уширение связано с микронапряжениями в решетке ε и размерами областей когерентного рассеяния D выражением $\beta = \lambda/D \cos \theta + 4\varepsilon \tan \theta$. Величины D и ε находились из зависимостей $\beta \cos \theta$ от $\sin \theta$. В качестве эталона для определения инструментальной ширины использовался тот же образец, отожженный при температуре 800°C.

3. Результаты и их обсуждение

Согласно результатам электронно-микроскопических исследований [5], пластически деформированный кобальт имеет микроструктуру с сильно размытыми границами зерен, что затрудняет определение их размеров. По оценочным данным работы [5] размеры зерен составляют примерно 10–50 нм. Отжиг при температурах до 673 К не приводит к существенному изменению микроструктуры образцов. После отжига при $T \sim 873$ К на микроструктуре выявляются зерна с размерами порядка 500 нм. Однако результаты работы [5] не позволяют изучить изменение фазового состава и размеров кристаллитов при отжиге. Поэтому представляет интерес определение размеров ОКР и их изменения в процессе отжига.

На рис. 1 приведены дифрактограммы пластически деформированного образца, отожженного при различных температурах. Видно, что образцы, отожженные при температурах до 723 К, имеют низкотемпературную ГПУ-модификацию. Это согласуется с литературными данными для крупнокристаллического кобальта, который при температуре ~ 733 К обнаруживает переход типа фаза ГПУ \leftrightarrow фаза ГЦК. Из рис. 1 видно, что пластически деформированный кобальт, отожженный при 773 К, имеет линии только высокотемпературной ГЦК-фазы. Образцы, отожженные при температурах выше 773 К, являются двухфазными и состоят из смеси низкотемпературной ГПУ-фазы и высокотемпературной ГЦК-фазы. Отжиг при температуре 1173 К в течение 90 min не

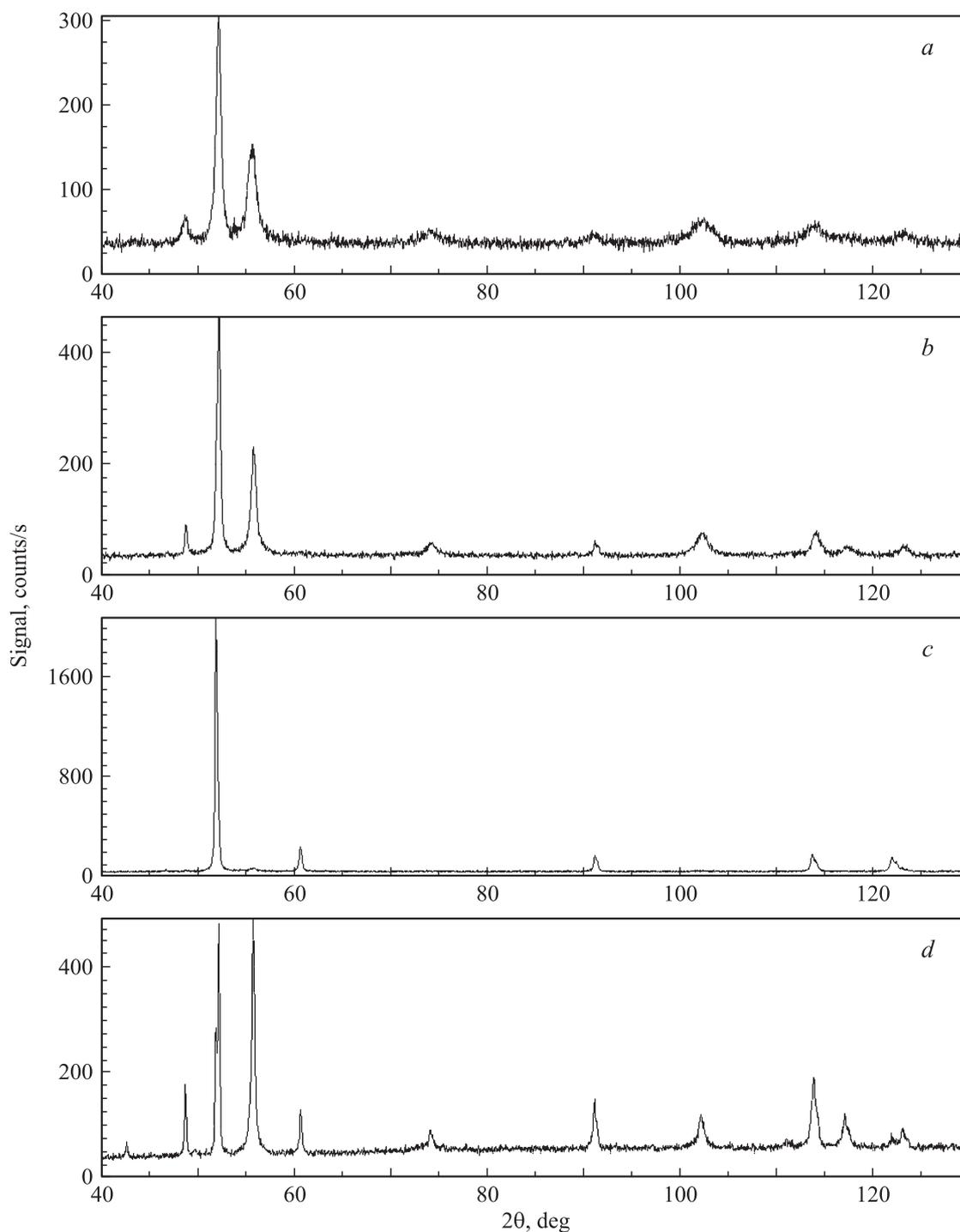


Рис. 1. Дифрактограммы пластически деформированного кобальта: исходного образца (*a*) и отожженного при температурах 723 (*b*), 773 (*c*) и 1173 К (*d*).

приводит к полному исчезновению на рентгенограммах линий ГЦК-фазы. Таким образом, согласно нашим данным, пластическая деформация препятствует переходу высокотемпературной ГЦК-модификации кобальта в низкотемпературную ГПУ-модификацию. Мы полагаем, что задержка фазового перехода в пластически деформированном кобальте связана с сильным измельчением

кристаллитов. В кристаллитах, размеры которых меньше критического, выгоднее образование ГЦК-структуры с более плотной упаковкой [1]. Для подтверждения этих предположений нами были определены размеры ОКР. Результаты наших исследований показали, что размеры ОКР вдоль различных кристаллографических осей заметно различаются. На рис. 2 представлены

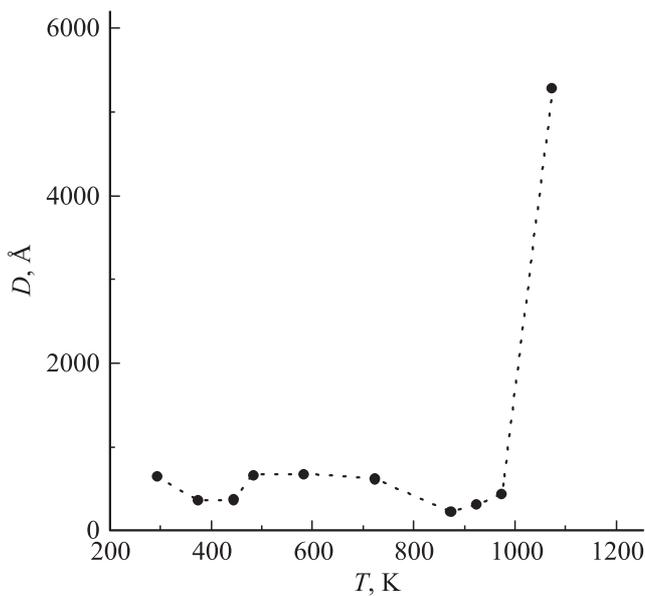


Рис. 2. Зависимость среднего размера ОКР пластически деформированного кобальта от температуры отжига.

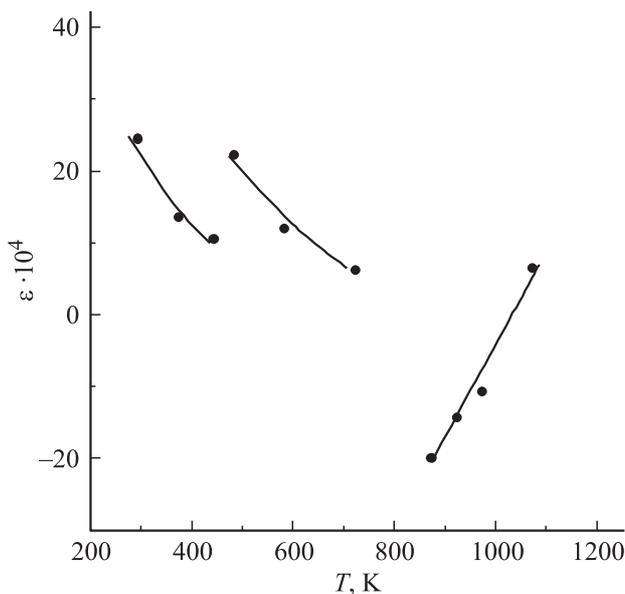


Рис. 3. Зависимость микронапряжений в пластически деформированном кобальте от температуры отжига.

средние размеры ОКР в зависимости от температуры отжига. Из рисунка видно, что отжиг при температурах 373–443 К приводит к заметному уменьшению размеров ОКР. Ввиду того что в работе [5] в этой области температур отдельные кристаллиты не выявляются, наши данные нельзя сравнить с результатами указанной работы. В интервале 443–483 К наблюдается заметное скачкообразное увеличение размеров ОКР. Мы полагаем, что это связано с процессами возврата. В интервале от 483 до 823 К средний размер ОКР

составляет примерно 660 Å и незначительно меняется в результате отжига. Это хорошо согласуется с данными электронно-микроскопических исследований [5]. После отжига при 973 К и выше наблюдается скачкообразный рост размеров ОКР. Этот результат подтверждает наши предположения о том, что задержка ГЦК–ГПУ-фазового перехода обусловлена малыми размерами кристаллитов.

На рис. 3 приведены величины микронапряжений в зависимости от температуры отжига. Видно, что микронапряжения в кристалле заметно уменьшаются после отжига при температурах 373–443 К. В области 443–483 К наблюдается заметный скачок на зависимости $\varepsilon(T)$. Этот скачок коррелирует со скачком на температурной зависимости размеров ОКР. Уменьшение микронапряжений с повышением температуры отжига связано с уменьшением структурных дефектов. Из рис. 3 видно также, что для образцов, отожженных при температурах выше температуры ГПУ–ГЦК-превращения, микронапряжения имеют отрицательный знак. Это объясняется двухфазным составом образцов и различными значениями коэффициента теплового расширения для ГПУ- и ГЦК-фаз. Двухфазный состав образцов, отожженных при $T > 773$ К, подтверждает наше предположение о существовании критического размера зародыша новой фазы и свидетельствует о неоднородности кристаллитов по размерам.

4. Заключение

На основе результатов проведенных исследований можно сделать следующие выводы. Пластическая деформация приводит к задержке перехода высокотемпературной ГЦК-модификации кобальта в низкотемпературную ГПУ-модификацию, что связано с образованием мелкокристаллической структуры с размерами кристаллитов меньше критического размера зародыша новой фазы.

Список литературы

- [1] Р.А. Андриевский, А.В. Рагуля. Наноструктурные материалы. Академия, М. (2005). 192 с.
- [2] Р.Н. Имашев, Х.Я. Мулюков, И.З. Шарипов, В.Г. Шавров, В.В. Коледов. ФТТ **47**, 536 (2005).
- [3] R.N. Imashev, Kh.Ya. Mulykov, V.V. Koledov, V.G. Shavrov. J. Phys.: Cond. Matter **17**, 2129 (2005).
- [4] Я.С. Уманский. Рентгенография металлов и полупроводников. Металлургия, М. (1969). 496 с.
- [5] И.Ш. Валеев, В.И. Сергеев, Х.Я. Мулюков. ФТТ **51**, 558 (2009).