

# РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ УПАКОВКИ И ДВОЙНИКОВ В СПЛАВАХ ЖЕЛЕЗА И ЦЕМЕНТИТЕ Fe<sub>3</sub>C

Д.А. Мирзаев<sup>1</sup>, К.Ю. Окишев<sup>1</sup>, И.Л. Яковлева<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск,

<sup>2</sup> Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения РАН,  
г. Екатеринбург

Разработан и использован в данном исследовании простой геометрический метод анализа картины дифракции рентгеновских лучей на кристаллах с произвольной атомной решёткой, содержащих дефекты упаковки и тонкие пластины микродвойников. Представленная теория дифракции учитывает эффект изменения межплоскостного расстояния вдоль линии пересечения рассматриваемой плоскости с дефектом упаковки или микродвойником. Такой подход существенно упрощает анализ дифракционных эффектов и их суммирование при переходе к поликристаллическим объектам. Подробно изучены размеры микродвойников и истинных блоков мартенситных кристаллов сплавов Fe–Ni, содержащих от 10 до 33 % Ni. При этом обнаружилось совпадение данных о толщинах микродвойников, полученных из дифракционного анализа и посредством электронной микроскопии. Предложена модель дефекта упаковки в плоскости (001) цементита, рассмотрена теория дифракции и приведены результаты определения концентрации дефектов упаковки в анизотропии уширения рентгеновских дифракционных максимумов. Рассмотренную теорию можно использовать для анализа экспериментальных картин дифракции, а также для дальнейшего развития методов дифракционных исследований структуры металлов и сплавов.

*Ключевые слова:* рентгеноструктурный анализ; дифракция; дефекты упаковки; микродвойники; размер блоков; ГЦК; ОЦК; сплавы Fe–Ni; цементит.

Дефекты упаковки (ДУ) играют исключительно важную роль в процессах фазовых переходов, двойникования, пластической деформации [1, 2]. Они обычно возникают [1, 2] как следствие расщепления полных дислокаций, релаксации внутренних напряжений при мартенситных превращениях либо воздействия внешних напряжений. Наиболее важными реакциями расщепления являются

$$\frac{1}{2}a < 110 \rangle \rightarrow \frac{1}{6}a < 121 \rangle + \frac{1}{6}a < 2\bar{1}\bar{1} \rangle \quad (1a)$$

в плоскостях  $\{1\bar{1}1\}$  ГЦК-решётки и

$$\frac{1}{2}a < 111 \rangle \rightarrow \frac{1}{3}a < 111 \rangle + \frac{1}{6}a < 111 \rangle \quad (1б)$$

в плоскостях  $\{11\bar{2}\}$  ОЦК-решётки. Расщеплённая дислокация имеет вид ленты дефекта упаковки, окаймлённой частичными дислокациями. Ширина дефекта  $\delta$  определяется энергией дефекта упаковки  $\gamma$ :

$$\delta = \frac{Gb^2}{8\pi} \frac{2-v}{1-v} \left( 1 - \frac{2v}{2-v} \cos 2\beta \right) \frac{1}{\gamma}, \quad (2)$$

где  $v$  – коэффициент Пуассона;  $b$  – модуль вектора Бюргера полной дислокации;  $\beta$  – угол между линией полной дислокации и её вектором Бюргера [1]. Энергия ДУ в ГЦК-металлах определяется разностью свободных энергий ГЦК- и ГПУ-фаз, а в сплавах очень сильно зависит от электронной структуры [1, 2].

Особенности дифракции рентгеновских лучей на дефектах упаковки, позволяющие определять их концентрацию, рассматривают в рамках слож-

ных теорий даже для простейших ГЦК- и ОЦК-структур [2, 3]. Но в данной статье предложен и используется простой геометрический метод анализа картины дифракции в материале с произвольной атомной структурой, содержащем дефекты упаковки.

**Определение концентрации дефектов упаковки.** В рентгенографии [2, 3] для учёта количества ДУ вводят вероятность образования дефекта упаковки  $\alpha$ . Этой величине можно придать смысл доли дефектных плоскостей, если дефект упаковки охватывает всю атомную плоскость. В случае лент дефектов упаковки под  $\alpha$  следует понимать отношение площади всех лент ДУ к площади всех плоскостей решётки в том же объёме.

Из рис. 1 ясно видна причина, по которой ДУ влияют на дифракцию рентгеновских лучей: в том месте  $l-2$ , где падающий луч пересекает плоскость дефекта упаковки, фактическое межплоскостное расстояние для отражающих плоскостей оказывается большим (или меньшим), чем в бездефектных участках. Изменение межплоскостного расстояния

$$\Delta d = \vec{\xi}_0 \cdot \frac{\vec{d}}{d} = \xi_0 \cos \varphi, \quad (3)$$

где  $\vec{\xi}_0$  – вектор сдвига при образовании ДУ;  $\vec{d}$  – вектор, перпендикулярный к отражающей плоскости и равный по модулю межплоскостному расстоянию  $d$ ;  $\varphi$  – угол между векторами  $\vec{\xi}_0$  и  $\vec{d}$ .

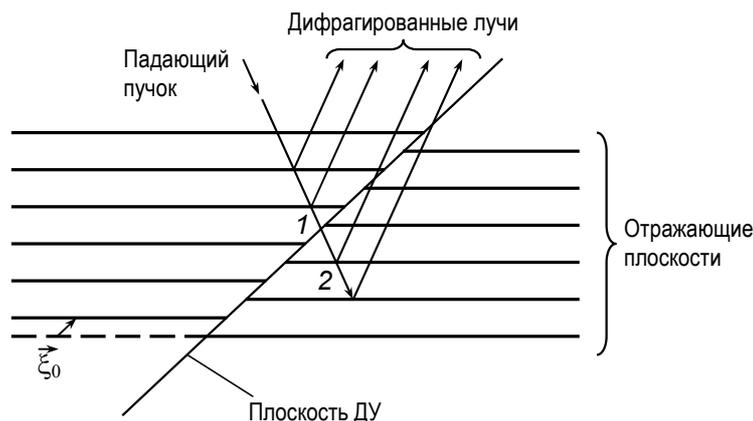


Рис. 1. Объяснение причины влияния ДУ на дифракцию рентгеновских лучей

Таблица 1

Значения параметра  $K_{hkl}$  некоторых плоскостей ГЦК-решётки

Отражение $\{hkl\}$	111	200	220	311	222
$K_{hkl}$	-0,0345	+0,0689	-0,0345	+0,0125	+0,0172
Отражение $\{hkl\}$	400	331	420	422	
$K_{hkl}$	-0,0345	-0,0073	+0,0069	0	

Из уравнения Вульфа–Брэггов следует, что  $\frac{\Delta d}{d} = -\text{ctg } \theta \cdot \Delta \theta$ , то есть происходит некоторое изменение угла отражения  $\theta$  падающего луча от плоскости  $(hkl)$  по сравнению с бездефектным состоянием. Поскольку ДУ возникают с вероятностью  $\alpha$ , то изменение угла отражения составит

$$\Delta \theta = -\alpha \frac{\xi_0 \cos \varphi}{d} \text{tg } \theta. \quad (4)$$

Для кристаллов кубической сингонии

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2a} \sqrt{H^2 + K^2 + L^2}, \quad (5)$$

где  $H = nh$ ,  $K = nk$ ,  $L = nl$  – индексы интерференции, пропорциональные индексам отражающей плоскости  $(hkl)$ ,  $n$  – порядок отражения,  $a$  – параметр решётки, а  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения.

Уравнение (4) абсолютно точно для монокристаллов. В том случае, когда исследование проводят на поликристаллических образцах, в уравнении (4) следует провести усреднение  $\cos \varphi$  по всем плоскостям, входящим в состав данного семейства  $\{hkl\}$ , и тогда (в градусах) результирующее смещение равно

$$\Delta(2\theta) = -\frac{360^\circ}{\pi} K_{hkl} \alpha \text{tg } \theta, \quad (6)$$

где  $K_{hkl} = \frac{\xi_0}{d} \cdot \frac{1}{p} \sum \cos \varphi_i$ ;  $p$  – фактор повторяемости;

$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$  – межплоскостное расстояние.

Значения  $K_{hkl}$  некоторых плоскостей для ГЦК-решётки приведены в табл. 1. Видно, что смеще-

ние дифракционных максимумов для различных плоскостей неодинаково как по величине, так и по знаку. Это обстоятельство используют при экспериментальном определении  $\alpha$  [2].

**Уширение дифракционных максимумов дефектами упаковки.** Широко распространено мнение, что ДУ вызывают уширение дифракционных линий. Такое мнение абсолютно ошибочно. Если бы ДУ располагались строго периодически, то никакого уширения бы не было. Это понятно: периодическое расположение дефектов упаковки фактически создаёт новый кристаллографический тип структуры. Уширение же линий обусловлено отклонениями расположения ДУ от периодического.

Уоррен [2] рассмотрел предельный случай, когда расположение ДУ было совершенно хаотическим. Оказалось, что такая система ДУ вызывает уширение, аналогичное (в смысле угловой зависимости) уширению от дисперсных блоков. Это означает, что при работе стандартными методиками (гармонический анализ, метод интегральной ширины линий) измеряется не размер истинных блоков, а некоторая комбинированная величина, которую обозначают как эффективный размер блоков, причём

$$\frac{1}{D_{\text{эфф}}} = \frac{1}{D} + \frac{1,5\alpha}{a} V_{hkl}, \quad (7)$$

где  $D$  – истинный размер блоков, а числовые значения параметра  $V_{hkl}$  равны (для ГЦК-структуры):

Отражение $hkl$	111	200	220	311	222	400
$V_{hkl}$	$\frac{\sqrt{3}}{4}$	1	$\frac{\sqrt{2}}{2}$	$\frac{3\sqrt{11}}{22}$	$\frac{\sqrt{3}}{4}$	1

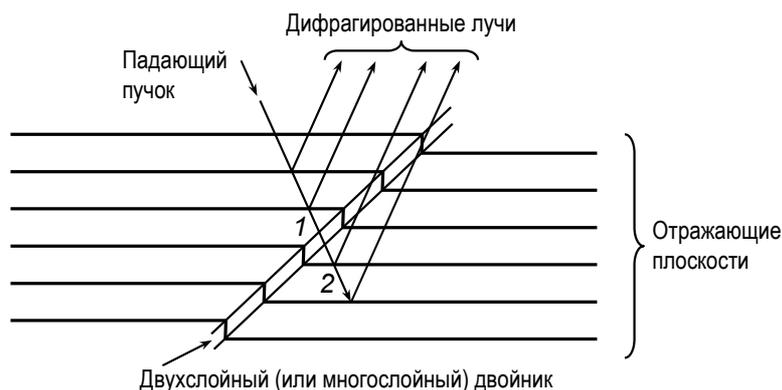


Рис. 2. Дифракция рентгеновских лучей около двойника

Как видно из (7), при наличии ДУ уширение максимумов дифракции, а следовательно, и измеримый размер блоков  $D_{эфф}$  оказываются анизотропными. Максимальное уширение должно наблюдаться для рефлекса 200. Однако анализ уширения часто не проводят, вероятно, потому, что значения  $\alpha$  (полученные решением системы уравнений (7) для отражений 111 и 200 и по смещению пиков) не очень хорошо согласуются. Это понятно: смещение пиков определяется числом всех дефектов упаковки, а уширение – только хаотических.

#### Двойниковые дефекты в ГЦК-структуре.

Уоррен [2] рассматривал также двойниковые дефекты по плоскостям  $\{111\}$  ГЦК-кристаллов типа ABCACBA, которые, по существу, являются двухслойными двойниками. С точки зрения теории дифракции, между дефектом упаковки и двойниковым дефектом нет большой разницы. И в этом случае фактическое межплоскостное расстояние для падающего луча на интервале  $l-2$  около двойника (рис. 2) окажется больше, чем в бездефектных участках кристалла. Следовательно, результат дифракции от двойника и дефекта упаковки должен быть похожим. Так и было бы, если бы в ГЦК-кристаллах не существовало двух взаимно противоположных и равновероятных направлений двойникования, в силу чего суммарное смещение пиков отсутствует. Уширение, конечно, имеется, если двойниковые дефекты расположены хаотически. Если  $\beta$  – вероятность обнаружить двойниковый дефект, то выражение для  $D_{эфф}$  усложняется:

$$\frac{1}{D_{эфф}} = \frac{1}{D} + \frac{1,5\alpha + \beta}{a} V_{hkl}, \quad (8)$$

где значения  $V_{hkl}$  те же, что и в (7). Кроме уширения линий двойниковые дефекты создают асимметрию их формы. Но её изучение требует особо точной методики фиксирования интенсивности и проводится редко.

**Дефекты упаковки и двойники в ОЦК-металлах.** Обычно ограничиваются рассмотрением ДУ и двойниковых дефектов по плоскостям  $\{11\bar{2}\}$ . Каждая из них является плоскостью и

скольжения, и двойникования. Образование дефекта упаковки по ней может происходить смещением атомов на вектор  $\vec{\xi}_0$ , равный либо  $\frac{1}{6}a[111]$ , либо  $-\frac{1}{6}a[1\bar{1}1]$ . Если оба варианта равновероятны, то смещение пиков отсутствует. По существу, главный способ измерения концентрации ДУ и двойников в ОЦК-структуре состоит в анализе анизотропии уширения [4]. Точно так же, как и для ГЦК-структуры, можно ввести эффективный размер блоков. Оказывается, что для ОЦК

$$\frac{1}{D_{эфф}} = \frac{1}{D} + \frac{\alpha + (2/3)\beta}{a} V_{hkl}, \quad (9)$$

где значения  $V_{hkl}$  для различных отражений равны:

Отражение $hkl$	110	200	211	220	310	222
$V_{hkl}$	0,71	2,0	1,22	0,71	1,90	1,73

**Изучение двойникования в железоникелевых сплавах.** Методикой гармонического анализа формы линий с использованием компьютерных расчётов были измерены эффективные размеры блоков  $\alpha$ -мартенсита большой группы сплавов Fe–Ni, закалённых от 1050 °С в воде, а затем в жидком азоте. Методика эксперимента была такой же, как в [4]. Результаты представлены в табл. 2. По существу, в последней колонке табл. 2 стоит вероятность образования двойниковых дефектов  $\beta$ , так как электронная микроскопия не обнаруживает дефектов упаковки. Интересно, что: 1) микродвойники присутствуют во всех сплавах; 2) основное уширение дифракционных максимумов мартенсита создают двойники.

Легко показать, что если  $f$  – объёмная доля двойников, а  $t$  – их толщина, то

$$\beta = \frac{2d_{112}}{t} f, \quad (10)$$

где  $d_{112}$  – расстояние между соседними плоскостями  $\{112\}$ . Для сплава Fe–33 % Ni из выражения (10) следует, что при  $f=0,5$  толщина микродвойников  $t=25 \text{ \AA}$ , что совпадает с данными электронной микроскопии.

Характеристики структуры сплавов Fe–Ni

Сплав	Эффективные размеры блоков, Å			Истинный размер блоков, Å	$(1,5\alpha + \beta) \cdot 10^3$
	$D_{эфф}^{110}$	$D_{эфф}^{100}$	$D_{эфф}^{211}$		
Fe–10 % Ni	680	360	720	1300	4,3
Fe–15 % Ni	420	205	270	950	8,1
Fe–17 % Ni	350	160	220	950	11
Fe–20 % Ni	280	130	200	750	13,5
Fe–25 % Ni	210	95	140	590	18
Fe–27 % Ni	200	90	140	600	18,5
Fe–30 % Ni	180	75	145	750	25,3
Fe–32 % Ni	150	56	100	1000	34,2
Fe–33 % Ni	140	50	100	5400	42,1
Fe–25 % Ni	210	95	140	590	18
Fe–25 % Ni–1,5 % Mn	185	85	130	520	21
Fe–25 % Ni–3 % Mn	170	80	100	460	23

**Изучение дефектов упаковки в цементите.** Дефекты упаковки в цементите по плоскости (001) наблюдались неоднократно [5–7]. Молекулярно-динамические расчёты показывают, что энергия ДУ в этой плоскости является минимальной [8]. Детально вопрос о кристаллогеометрии образования ДУ в литературе не рассматривается, но, на наш взгляд, можно предложить следующую модель. Любой ДУ может быть получен путём сдвига части кристалла на нетрансляционный вектор. Решётка цементита образована чередующимися вдоль [001] слоями призм типа А и В (...АВАВАВ...); наименьшее расстояние между атомами железа двух соседних слоёв призм равно 2,49 Å. Среди всех возможных вариантов сдвига по (001) минимальное изменение межатомных расстояний обеспечивает сдвиг вдоль [010] слоя А относительно слоя В на 0,390 параметра решётки  $a_2$  или, соответственно, слоя В относительно слоя А на

$-0,390 a_2$  (рис. 3). При таком сдвиге кратчайшее расстояние Fe–Fe немного уменьшается (до 2,19 Å), что, по-видимому, потребует небольших локальных смещений атомов железа, но расстояния Fe–С не изменяются. Отметим, что близкие величины сдвига были получены в эксперименте [7] ( $< 0,5 a_2$ ) и при моделировании методом молекулярной динамики [8] ( $0,40 \dots 0,44 a_2$ ).

Экспериментальное исследование было проведено на образцах углеродистой стали с 1,53 % С. Плоские образцы толщиной 2 мм аустенитизировали в соляной ванне при 1050 °С и переносили в ванну для распада  $\gamma$ -фазы, где выдерживали 2,5 ч при 330 °С и 1 мин при 500 °С для получения перлита различной дисперсности.

Запись профилей интенсивностей дифракции проводилась на дифрактометре STADI-P в монохроматизированном  $\text{Cu } K_\alpha$  излучении в режиме сканирования с шагом 0,030° по углу 2 $\theta$ . Дифрак-

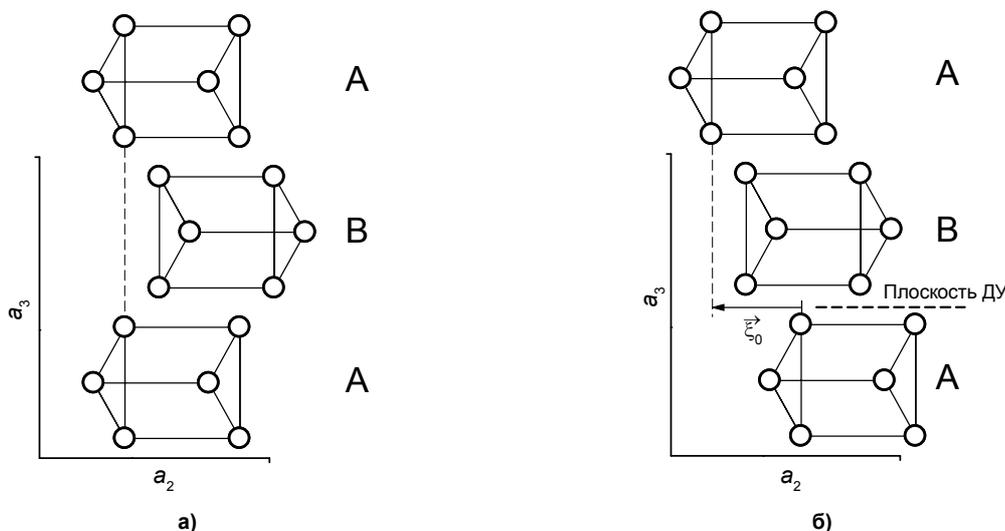


Рис. 3. Проекция решётки цементита вдоль направления [100]: а – бездефектная решётка; б – решётка с дефектом упаковки  $\xi_0 = -0,390\bar{a}_2$  в плоскости (001)

Таблица 3

Значения параметров  $\bar{p}$  и  $G_{HKL}$  в теории уширения от дефектов упаковки  $\xi_0 = 0,39\bar{a}_2$   
в плоскости (001) цементита

$d_{HKL}, \text{Å}$	$HKL$	$\bar{p}$	$G_{HKL}$
2,38	112 и 021	0,435	1,54
1,76	212	0,585	1,85
1,68	004 и 023	0,681	0,61
1,59	130	0,146	0

тограмма каждого образца была записана в интервале углов  $2\theta$  от 16 до 68°, что соответствует межплоскостным расстояниям от 5,54 до 1,38 Å. К сожалению, многие максимумы цементита перекрываются друг с другом либо с линиями феррита, поэтому фактически удалось использовать только четыре максимума. Соответствующие им межплоскостные расстояния и индексы интерференции указаны в табл. 3. Ширина линий определялась по методу интегральной ширины; физическое уширение выделялось по формуле  $\beta = \sqrt{b^2 - b_s^2}$ , где  $b$  – измеренная ширина максимума у исследуемого образца, а  $b_s$  – у эталона [9]. За эталонный, то есть не дающий физического уширения, был принят образец, который после распада  $\gamma$ -фазы при 500 °С был отожжён в течение 20 ч при 700 °С. По сравнению с ним у остальных двух образцов максимумы интенсивности дифракции были уширены.

Рассмотрим основные причины уширения. Эффект уширения от дефектов упаковки можно рассчитать на основе метода [10] при использовании выражений (3) и (4) и формулы Селякова–Шеррера [9], связывающей угловое уширение максимума с размером блоков  $D$ :

$$\beta_1(\theta) = \frac{\lambda}{2D \cos \theta}. \quad (11)$$

Цементит в перлитной структуре имеет форму пластин с плоскостями габитуса (101) или (001) [11, 12], поэтому величину  $D$  следует заметить на  $D_{\text{эфф}}$ :

$$\frac{1}{D_{\text{эфф}}} = \frac{\bar{p}}{S_{\text{Ц}}} + \frac{G_{HKL}}{a_3} \alpha, \quad (12)$$

где  $S_{\text{Ц}}$  – средняя толщина цементитных пластин;  $\bar{p}$  – усреднённый по всем возможным ориентировкам пластин цементита косинус угла между нормалью к отражающей плоскости и плоскости габитуса пластины;  $a_3$  – период трансляции в направлении [001], перпендикулярном плоскости ДУ, а  $G_{HKL}$  – ориентационный фактор уширения дифракционных пиков дефектами упаковки:

$$G_{HKL} = 4 \frac{d_{HKL}}{a_3} \sin^2(0,39KL). \quad (13)$$

Численные значения  $\bar{p}$  и  $G_{HKL}$  приведены в табл. 3.

Вторым источником уширения дифракционных линий являются поля упругих искажений, создаваемых дислокациями или возникающих в ходе фазовых превращений из-за объёмных изменений [13, 14]. Усреднённой характеристикой этих полей является  $\sqrt{\langle \varepsilon^2 \rangle}$  – среднеквадратическая деформация в направлении нормали к отражающей плоскости, а эффект уширения выражается формулой [14]

$$\beta_2 = \sqrt{2\pi} \cdot \text{tg } \theta \cdot \sqrt{\langle \varepsilon^2 \rangle}. \quad (14)$$

Будем считать, что уширения  $\beta_1$  и  $\beta_2$  складываются в квадратичной форме, то есть полное уширение максимумов  $\beta^2 = \beta_1^2 + \beta_2^2$ . Легко увидеть, что

$$\begin{aligned} \frac{4\beta^2 \cdot \cos^2 \theta}{\lambda^2} &= \left( \frac{\bar{p}}{S_{\text{Ц}}} \right)^2 + 8\pi \cdot \langle \varepsilon^2 \rangle \cdot \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} = \\ &= \left( \frac{\bar{p}}{S_{\text{Ц}}} + \frac{G_{HKL}}{a_3} \alpha \right)^2 + 8\pi \cdot \langle \varepsilon^2 \rangle \cdot \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}. \end{aligned} \quad (15)$$

График зависимости приведённого уширения  $4\beta^2 \cos^2 \theta / \lambda^2$  от переменной  $8\pi \sin^2 \theta / \lambda^2$  должен выражаться прямой с наклоном, пропорциональным деформации  $\langle \varepsilon^2 \rangle$ . На рис. 4 представлены такие зависимости для цементита перлита, образовавшегося при 330 и 500 °С. При построении графиков использованы указанные в табл. 3 четыре отражения, которые не сливаются с другими максимумами. Отметим, что для первых трёх максимумов дифракции фактор  $\bar{p}$  последовательно возрастает, однако монотонно восходящих кривых не наблюдается. Графики имеют пилообразную форму, свидетельствующую об анизотропном уширении, которое обычно создают ДУ.

Следует обратить внимание, что минимальную ширину имеет отражение 130, на которое, согласно данным табл. 3, ДУ влияния не оказывают. Но если судить по ординатам на рис. 4 для этого отражения, то величина  $\langle \varepsilon^2 \rangle$  должна быть пренебрежимо мала. Поэтому концентрацию ДУ и толщину пластин цементита рассчитывали как решение системы уравнений (15), записанных для разных отражающих плоскостей. Результаты такого расчёта по экспериментальным данным рис. 4 приведены в табл. 4. Степень согласия рассчитан-

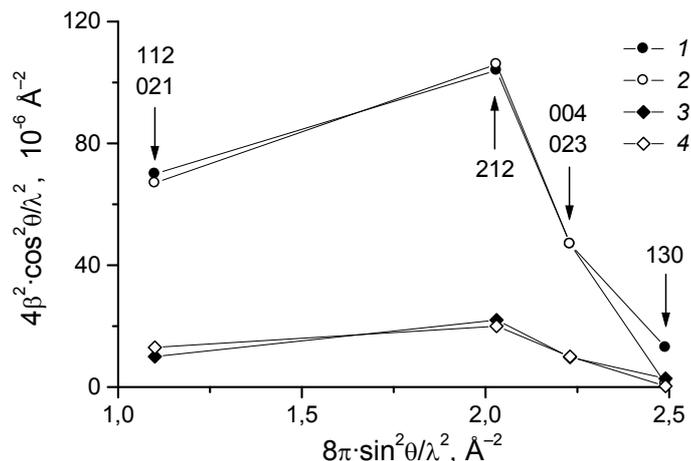


Рис. 4. Зависимости приведённой ширины дифракционных максимумов  $4\beta^2 \cos^2\theta/\lambda^2$  от параметра  $8\pi \sin^2\theta/\lambda^2$  для перлита, образовавшегося при 330 °С (1, 2) и 500 °С (3, 4). 1, 3 – экспериментальные данные; 2, 4 – теоретический расчёт

Таблица 4

Расчётные значения концентрации дефектов упаковки и толщины пластин цементита

Обработка	$\alpha$ , %	$S_{II}$ (расчётная), нм	$S_{II}$ (по [15]), нм
330 °С, 2,5 ч	2,2	14	11
500 °С, 1 мин	0,9	28	21

ного теоретического уширения с экспериментом показывают линии 2 и 4 на рис. 4.

Таким образом, разработанная методика рентгенодифракционного исследования дефектов упаковки в сплавах и соединениях железа по уширению последовательного ряда дифракционных максимумов позволяет надёжно определить концентрацию ДУ и её изменение в ходе различных структурных превращений.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 16-19-10252). В проведении экспериментальных исследований принимала участие А.Г. Тайзетдинова.

### Литература

1. Штрель, М.А. Прочность сплавов: учеб. для вузов. Часть I: Дефекты решётки / М.А. Штрель. – М.: МИСиС, 1999. – 384 с.
2. Уоррэн, Б.И. Рентгенографическое изучение деформированных металлов / Б.И. Уоррэн // Успехи физики металлов. – Т. 5. – М.: Металлургия, 1963. – С. 172–237.
3. Лысак, Л.И. Физические основы термической обработки стали / Л.И. Лысак, Б.И. Николин. – Киев: Техніка, 1975. – 304 с.
4. Мирзаев, Д.А. Дифракция рентгеновских лучей на дефектах упаковки в структуре с ОЦК решёткой / Д.А. Мирзаев, М.М. Штейнберг, Ю.Н. Гойхенберг // Физика металлов и металловедение. – 1969. – Т. 28, вып. 4. – С. 593–602.
5. Томас, Г. Электронная микроскопия метал-

лов / Г. Томас. – М.: Изд-во иностр. лит., 1963. – 347 с.

6. Tian Y.L., Kraft R.W. Mechanisms of Pearlite Spheroidization / Y.L. Tian, R.W. Kraft // Metallurgical Transactions A. – 1987. – Vol. 18, no. 8. – P. 1359–1369. DOI: 10.1007/BF02646650

7. Карькина, Л.Е. Исследование дислокационной структуры цементита зернистого перлита после холодной пластической деформации / Л.Е. Карькина, Т.А. Зубкова, И.Л. Яковлева // Физика металлов и металловедение. – 2013. – Т. 114, № 3. – С. 255–263.

8. Карькина, Л.Е. Атомистическое моделирование дефектов упаковки в плоскостях (001), (010) и (100) цементита / Л.Е. Карькина, И.Н. Карькин, А.Р. Кузнецов // Физика металлов и металловедение. – 2014. – Т. 115, № 1. – С. 91–104.

9. Китайгородский, А.И. Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел / А.И. Китайгородский. – М.; Л.: Гостехиздат, 1952. – 588 с.

10. Рентгенографическое изучение микродвойникования в тетрагональных кристаллах / Д.А. Мирзаев, В.Л. Ильичёв, С.В. Руциц и др. // ФММ. – 1987. – Т. 64, вып. 5. – С. 929–939.

11. Ohmori, Y. Crystallography of Pearlite / Y. Ohmori, A.T. Davenport, R.W.K. Honeycombe // Transactions ISIJ. – 1972. – Vol. 12, no. 2. – P. 128–137.

12. Курдюмов, Г. В. Превращения в железе и стали / Г.В. Курдюмов, Л.М. Утевский, Р.И. Энтин. – М.: Наука, 1977. – 321 с.

13. Горелик, С.С. Рентгенографический и

электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСиС, 1994. – 328 с.

14. Джеймс, Р. Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей / Р. Джеймс. – М.: ИЛ, 1950. – 572 с.

15. О существовании низкотемпературного перлита в заэвтектоидных сталях / В.М. Счастливцев, В.Д. Садовский, О.П. Морозов, И.Л. Яковлева // Физика металлов и металловедение. – 1981. – Т. 51, вып. 5. – С. 991–1001.

Мирзаев Джалал Аминулович, д-р физ.-мат. наук, профессор кафедры физического металловедения и физики твёрдого тела, Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск; mirzaevda@susu.ru.

Окишев Константин Юрьевич, д-р физ.-мат. наук, профессор кафедры физического металловедения и физики твёрдого тела, Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск; okishevki@susu.ru.

Яковлева Ирина Леонидовна, д-р техн. наук, главный научный сотрудник лаборатории физического металловедения, Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, г. Екатеринбург; labmet@imp.uran.ru.

Поступила в редакцию 4 апреля 2016 г.

DOI: 10.14529/met160208

## X-RAY DIFFRACTION STUDY OF STACKING FAULTS AND TWINS IN IRON ALLOYS AND CEMENTITE Fe<sub>3</sub>C

D.A. Mirzaev<sup>1</sup>, mirzaevda@susu.ru,  
K.Yu. Okishev<sup>1</sup>, okishevki@susu.ru,  
I.L. Yakovleva<sup>2</sup>, labmet@imp.uran.ru

<sup>1</sup> South Ural State University, Chelyabinsk, Russian Federation,

<sup>2</sup> Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Science, Ekaterinburg, Russian Federation

A simple geometrical method of the analysis of X-ray diffraction patterns from crystals with arbitrary atomic lattice containing stacking faults and thin microtwin plates is presented. The theory takes account of the effect of changing interplanar spacing along the line of the intersection of a lattice plane with a stacking fault or a microtwin. This approach significantly simplifies the analysis of diffraction effects and their summation when considering polycrystalline objects. A detailed study of the size of microtwins and true blocks of martensite crystals in Fe–Ni alloys containing from 10 to 33 % Ni is presented. It was found out that microtwin thickness obtained from the diffractational analysis coincided with that determined by the transmission electron microscopy. A model of stacking fault in the (001) plane of cementite is proposed. Diffraction theory was considered and concentration of stacking faults was determined based on anisotropy of diffraction maxima broadening. The theory presented in the paper can be used both for the analysis of experimental diffraction patterns and for further development of diffractational methods of studying the structure of metals and alloys.

*Keywords:* XRD analysis; diffraction; stacking faults; microtwins; block size; fcc; bcc; Fe–Ni alloys; cementite.

### References

1. Shtremel' M.A. *Prochnost' spлавov. Chast' I: Defekty reshetki* [Strength of Alloys. Part I. Lattice Defects]. Moscow, MISiS Publ., 1999. 384 p.
2. Warren B.E. X-ray Studies of Deformed Metals. *Progress in Metal Physics* 8. B. Chalmers, R. King (Eds.). London et al., Pergamon Press, 1959.
3. Lysak L.I., Nikolin B.I. *Fizicheskie osnovy termicheskoy obrabotki stali* [Physical Basics of Steel Heat Treatment]. Kiev, Tekhnika Publ., 1975. 304 p.
4. Mirzaev D.A., Shteynberg M.M., Goykhenberg Yu.N. [Diffraction of X-Rays on Stacking Faults in a Structure with BCC Lattice]. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1969, vol. 28, no. 4, pp. 593–602. (in Russ.)

5. Thomas G. *Transmission Electron Microscopy of Metals*. New York, London, John Wiley and Sons Inc., 1962.
6. Tian Y.L., Kraft R.W. Mechanisms of Pearlite Spheroidization. *Metallurgical Transactions A*, 1987, vol. 18, no. 8, pp. 1359–1369. DOI: 10.1007/BF02646650
7. Kar'kina L.E., Zubkova T.A., Yakovleva I.L. Dislocation Structure of Cementite in Granular Pearlite After Cold Plastic Deformation. *The Physics of Metals and Metallography*, 2013, vol. 114, no. 3, pp. 234–241. DOI: 10.1134/S0031918X13030095
8. Kar'kina L.E., Kar'kin I.N., Kuznetsov A.R. Atomistic Simulation of Stacking Faults in (001), (010), and (100) Planes of Cementite. *The Physics of Metals and Metallography*, 2014, vol. 115, no. 1, pp. 85–97. DOI: 10.1134/S0031918X14010086
9. Kitaygorodskiy A.I. *Rentgenostrukturnyy analiz melkokristallicheskih i amorfnykh tel* [X-Ray Structural Analysis of Fine-Crystalline and Amorphous Bodies]. Moscow, Leningrad, Gostekhizdat Publ., 1952. 588 p.
10. Mirzaev D.A., Il'ichev V.L., Rushchits S.V., Arkhangel'skaya A.A., Goykhenberg Yu.N. [X-Ray Study of Microtwinning in Tetragonal Crystals]. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1987, vol. 64, no. 5, pp. 929–939. (in Russ.)
11. Ohmori Y., Davenport A.T., Honeycombe R.W.K. Crystallography of Pearlite. *Transactions ISIJ*, 1972, vol. 12, no. 2, pp. 128–137.
12. Kurdyumov G.V., Utevskiy L.M., Entin R.I. *Prevrashcheniya v zheleze i stali* [Transformations in Iron and Steel]. Moscow, Nauka Publ., 1977. 321 p.
13. Gorelik S.S., Skakov Yu.A., Rastorguev L.N. *Rentgenograficheskiy i elektronno-opticheskiy analiz* [X-Ray Diffraction and Electron Optical Analysis]. Moscow, MISiS Publ., 1994. 328 p.
14. James R. *Optical Principles of the Diffraction of X-Rays*. London, G. Bell and Sons Ltd., 1948.
15. Schastlivtsev V.M., Sadovskiy V.D., Morozov O.P., Yakovleva I.L. [On the Existence of Low-Temperature Pearlite in Hypereutectoid Steels]. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1981, vol. 51, no. 5, pp. 991–1001. (in Russ.)

*Received 4 April 2016*

---

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Мирзаев, Д.А. Рентгенографическое исследование дефектов упаковки и двойников в сплавах железа и цементите Fe<sub>3</sub>C / Д.А. Мирзаев, К.Ю. Окишев, И.Л. Яковлева // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». – 2016. – Т. 16, № 2. – С. 55–62. DOI: 10.14529/met160208

### FOR CITATION

Mirzaev D.A., Okishev K.Yu., Yakovleva I.L. X-Ray Diffraction Study of Stacking Faults and Twins in Iron Alloys and Cementite Fe<sub>3</sub>C. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Metallurgy*, 2016, vol. 16, no. 2, pp. 55–62. (in Russ.) DOI: 10.14529/met160208