

ОСОБЕННОСТИ IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В АППАРАТАХ БРИДЖМЕНА

¹Белоусов Н.Н., ¹Варюхин В.Н., ²Вьюненко Ю.Н.

¹ДонФТИ им. А.А.Галкина, г. Донецк, E-mail: bilniknik52@gmail.com

²ООО «Оптимикст ЛТД», г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: 6840817@mail.ru

Актуальность

Одним из основных научных направлений в физическом материаловедении, возникшем на стыке современной физики прочности (пластичности) и физики высоких давлений, является изучение кинетики формирования деформационных структур в экстремальных условиях внешних энергетических воздействий [1,2]. Наиболее актуальным является развитие технологии получения деформационно структурированных материалов с наноразмерными элементами в экстремальных условиях пластического деформирования под давлением в аппаратах Бриджмена [3].

Цель работы: инициировать и исследовать процесс деформационной стимуляции структурно-фазовых изменений в различных материалах (в объеме и на поверхности) в условиях комплексного влияния экстремально высоких значений деформации и давления, а также усовершенствовать метод микроиндентирования для установления взаимосвязи между структурно-фазовым состоянием и физико-механическими свойствами после мегапластической деформации под давлением.

Материалы и методика эксперимента

Для осуществления технологии получения объемных и поверхностных деформационных структур при сдвиге под давлением разработаны и изготовлены многофункциональные установки с наковальнями Бриджмена [3]. Для осуществления мегадеформации использовались наковальни в виде усеченных конусов, изготовленные из различных материалов: натуральные алмазы (монокристаллы) ($d=0.5-0.8$ мм, $h=0.1$ мм), металлокерамический W-Co композит (BK-6, $d=10$ мм, $h=1$ мм). Скорость деформации сдвига варьировалась в пределах $0.01-1$ рад/с; скорость деформации сжатия – $10^{-4}-10^{-2}$ с $^{-1}$.

Использовались образцы в виде дисков соответствующих диаметров и толщины, которые вначале подвергались одноосному сжатию, затем деформации кручения. Устанавливалась зависимость угла поворота φ от величины крутящего момента M для различных значений напряжения сжатия.

Установки позволяют: а) деформировать образцы непосредственно под наковальнями или в устройствах деформационной машины с компьютерной записью кривых сжатия и сдвига; б) контролировать процесс структуро- и фазообразования резистометрическим, акустическим и магнитометрическим методами; в) непосредственно следить за этапами структурно-фазовых изменений in situ – методами оптической металлографии и рентгеноструктурного анализа.

Объемные нанокристаллические структуры создавались методом кручения при $P \geq 5$ ГПа ($n \geq 10$), поверхностные – методом кручения при $P \leq 1$ ГПа ($n \geq 2$) в условиях фрикционно-контактного взаимодействия. Основным материалом исследования выбраны: Fe (различной чистоты) и твердые растворы на его основе Fe-(5, 20) % Co, Fe-(5, 10) % Mn, Fe-20 % Cr, Fe-N и высокоазотистая сталь (HNS) состава Fe-18 % Cr-10 % Mn-16 % Ni с различным содержанием азота $C_N=0.06-1.2$ % N.

Для исследования физико-механических свойств образцов, подвергнутых мегапластической деформации под давлением в наковальнях Бриджмена был усовершенствован метод динамического микроиндентирования (ДМИ) [3,4]. После усовершенствования данный метод применялся непосредственно в структурно-деформационной камере с алмазными наковальнями путем замены верхней наковальни на специальный миниатюрный алмазный индентор. Точности измерения: силы – $\Delta F = \pm 5 \cdot 10^{-4}$ N, перемещения – $\Delta L = \pm 10^{-4}$ мм. Скорость внедрения алмазного индентора $10^{-4}-0.1$ мм/мин, оптическая точность измерения размеров микротрещин в окрестности отпечатка – $\Delta l = \pm 2 \cdot 10^{-4}$ мм.

Методом ДМИ измерялись следующие параметры: коэффициент интенсивности напряжений первого рода (трещиностойкость), невосстановленная микротвердость, длина радиальных трещин, эффективная (поверхностная) энергия разрушения и др.

Основные результаты исследований

Обнаружено, что в процессе поверхностной деформации кручения в условиях фрикционного взаимодействия контактирующих тел, кривая зависимости напряжения сдвига от деформации имела стадийный характер: а) стадия упругого фрикционно-контактного взаимодействия; б) стадия локальной пластической деформации поверхности; в) стадия неустойчивой поверхностной деформации. Показано, что для различных материалов последняя стадия часто обусловлена структурно-фазовыми изменениями, а также может быть связана с динамической рекристаллизацией и фрагментацией исходной структуры.

Методом PCA-in situ [3] обнаружена структурно-фазовая нестабильность образцов HNS в условиях поверхностной мегадеформации со сдвигом. Для образцов HNS ($C_N=0.06$ % N) в деформационно-силовых условиях ($P \geq 8$ ГПа, $n \geq 5$) зафиксировано нарушение стабильности γ -фазы. Для образцов HN ($C_N=0.57$ % N) подобных изменений не обнаружено.

Показано, что начало фазовой дестабилизации аустенита (образование α -фазы) связано с немонотонным изменением температуры, электросопротивления и интенсивности сигналов акустической эмиссии. Такие изменения свойств указывали на неустойчивый характер процесса структурно-фазовых изменений в условиях фрикционно-контактного взаимодействия. После прекращения деформации сдвига наблюдались: 1) релаксация напряжений; 2) исчезновение акустической эмиссии; 3) стабилизация температуры и электросопротивления; 4) остаточные структурно-фазовые изменения.

При объемной мегадеформации сдвига образцы HNS ($C_N=0.57$ % N) оставались однофазными (γ -фаза) во всем диапазоне изменения давления ($P \leq 20$ ГПа, $n \geq 2$). Несмотря на фазовую стабильность, в рамках чувствительности метода PCA-in situ, было зарегистрировано наличие остаточной намагниченности до 10 % магнитной фазы (в пересчете на α -Fe). Показано, что такая наведенная намагниченность имеет деформационную природу и, может быть обусловлена изменением структурно-фазового и магнитного состояния межзеренного пространства наноструктурированных образцов HNS.

При мегадеформации образцов HNS ($C_N=0.3$ % N) обнаружена структурно-фазовая дестабилизация аустенита и показано, что в условиях $P \leq 10$ ГПа и $n \geq 2$ рядом с линией (111) γ -фазы обнаружены две новые на фоне повышенного уровня диффузного рассеяния. Они идентифицированы как (110) и (1011) линии α - и ϵ -фазы. Показано, что их интенсивность (количество α - и ϵ -фазы) зависит от величины давления, деформации сдвига, температуры и времени выдержки под давлением.

Обнаружено, что деформационно-стимулированное фазовое превращение ($\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \epsilon$) при контролируемом сдвиге под давлением инициировало повышение пластичности азотсодержащей стали. Исследованы механические свойства поверхностных и объемных структур. Обнаружено что для HNS ($C_N=0.3-0.57$ % N) при деформациях $\epsilon \geq 15$ структурное упрочнение поверхности намного больше, чем при деформации $\epsilon \leq 10$, а для HNS ($C_N=0.06$ % N) – наоборот.

При PCA –insitu исследовании армко – Fe при давлении $P \leq 20$ ГПа рядом с линией (110) α -фазы обнаружена новая, как результат деформационно-стимулированной фазовой неустойчивости решетки. Она идентифицирована как линия (1011) ϵ -фазы. При уменьшении давления интенсивность новой линии обратимо уменьшалась. Обнаружено, что количество ϵ -фазы зависит от величины деформации и времени выдержки под давлением.

Разработана новая in situ -технология управления деформационно-силовыми параметрами для стабилизации деформационно-индуцированной фазы методом

циклирования по давлению в условиях постоянной сдвиговой деформации. Показано, что при бароциклировании ($\Delta P \approx 5 \leftrightarrow 20$ ГПа, $n=20$, $T=300$ К) инициировалось изменение обратимого фазового превращения $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ в частично обратимое $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Обнаружено, что $\alpha \rightarrow \varepsilon$ превращение сопровождалось формированием полидисперсной ($d=10-120$ нм) нанокристаллической структуры как в α - так и в ε - фазе. Установлено, что деформационно-стимулированное структурно-фазовое превращение инициировало изменение пластичности армко- Fe.

Методом ДМИ показано, что процесс структурно-фазовой неустойчивости характеризовался уменьшением модуля Юнга и выходом на насыщение деформационных зависимостей механических параметров. Для армко-Fe обнаружен выход на максимальные значения исследуемых параметров, а затем наблюдалась тенденция к их уменьшению. При микроиндентировании образцов HNSc $C_N=0.06-0.3$ % N в условиях структурно-фазовой неустойчивости обнаружено заметное увеличение коэффициента пластичности и определены значения коэффициента скоростной чувствительности.

Методом ДМИ предпринята попытка установления экспериментальной зависимости между параметрами внутризеренной структуры и сопротивляемостью поверхностной структуры зарождению и распространению трещин по оценке величины критического коэффициента интенсивности напряжений K_{1c} . Экспериментально обнаружено, что чем меньше размеры блоков и больше их разориентация, тем больше коэффициент трещиностойкости K_{1c} . Показано, что чем больше величина K_{1c} , тем лучше поверхностная структура сопротивляется разрушению. Это открывает возможности повышения трещиностойкости объемных наноматериалов путём формирования поверхностных наноструктур в условиях комплексного влияния высокого давления и мегадеформации сдвига.

Таким образом, обнаружена деформационно-стимулированная пластичность материалов, вызванная фазовой неустойчивостью объемных и поверхностных наноструктур, полученных в условиях предельного состояния при комплексном воздействии экстремально высоких значений деформации и давления, показана возможность управления свойствами наноматериалов, путем целенаправленных структурно-фазовых изменений объема и поверхности.

Список литературы:

1. Р.З. Валиев. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, М (2000).
2. П.В. Бриджмен. Новейшие работы в области высоких давлений. ИЛ, М (1948).
3. Н.Н. Белоусов. ФТВД 16, 4, 90 (2006).
4. В.И. Барбашов. Н.Н. Белоусов, ФТВД 11, 2, 86 (2001).