

ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАВЛЕНИЯ ВИСМУТА ПРИ УДАРНО-ВОЛНОВОМ НАГРУЖЕНИИ
ОТ 0,7 ДО 27 ГПа ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 240°C

А.Н. Баландина, В.А. Бурнашов, А.В. Воронин, С.Ю. Калинин, А.Л. Михайлов,
А.М. Подурец, В.Г. Симаков, И.А. Терешкина М.И., Ткаченко, И.Р. Трунин, Е.Е. Шестаков

РФЯЦ-ВНИИЭФ, Саров, Россия

Введение

Экспериментальное исследование плавления веществ в ударных волнах является важной задачей, имеющей большое практическое и фундаментальное значение. Большой интерес представляют методы, основанные на лабораторном исследовании структуры сохранённых после нагружения образцов. Преимущество этих методов в том, что факт плавления фиксируется по видимым структурным изменениям, а не по косвенным признакам изменения физических или механических свойств.

Целью данной работы являлась отработка методики металлографической идентификации плавления в таком легкоплавком металле как висмут.

Фазовая P - T диаграмма висмута довольно сложная. В статических исследованиях при высоком давлении было получено около десятка его фаз (рисунок 1).

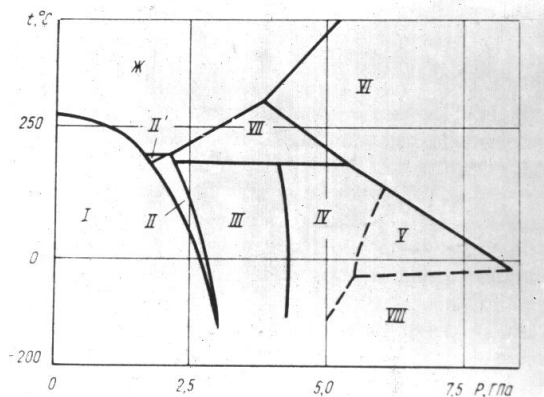


Рисунок 1. Фазовая P - T диаграмма висмута [1]

При исследовании ударной сжимаемости в висмуте фиксируется, как правило, только один фазовый переход, который связывается с превращением $Bi-I \rightarrow Bi-II$. В статике принятым давлением перехода $Bi-I \rightarrow Bi-II$ при комнатной температуре является 2,55 ГПа [1]. В динамике были зафиксированы и другие переходы. Переход $Bi-II \rightarrow Bi-III$ при 3,25 ГПа [2] и $Bi-III \rightarrow Bi-V$, которому соответствовала двухволновая конфигурация в УВ в интервале $P = 7,0 - 8,6$ ГПа [3]. Есть работы, в которых утверждается, что их авторами наблюдались более полные последовательности превращений. В частности, последовательность $Bi-I \rightarrow Bi-II \rightarrow Bi-III \rightarrow Bi-IV \rightarrow Bi-V \rightarrow Bi-VI$ наблюдалась при изэнтропическом нагружении с помощью измерения электросопротивления [4]. В [5] с помощью оптического рычага наблюдалась последовательность $Bi-I \rightarrow Bi-II \rightarrow Bi-III \rightarrow Bi-V$.

Сложная последовательность структурных превращений в УВ зафиксирована в Bi с применением импульсного рентгеноструктурного анализа [6], [7]. При наименьшем из применявшихся давлений — 6,7 ГПа наблюдалась структура $Bi-V$, давление соответствует области стабильности этой фазы. При большем давлении лежит область фазы $Bi-VI$, характеризующейся ОЦК структурой. При давлениях 8,5 и 13,7 ГПа картина на рентгенограммах была одинакова и содержала дифракционную линию, соответствующую межплоскостному расстоянию 0,222–0,225 нм, которая была интерпретирована как отражение от искажённой ОЦК структуры, данных о наблюдении которой в статических условиях нет.

Большой интерес представляет экспериментальное определение плавления висмута в УВ. В [8] плавление висмута было определено по точке начала отклонения адиабат холодного и нагретого до $T_0=400^\circ\text{C}$ материала. Это произошло при давлении нагружения 33 ГПа. В экспериментах по импульсному рентгеноструктурному анализу [6] при давлении 22 ГПа на рентгенограммах было зафиксировано широкое размытое гало. Размытое гало при отсутствии чётких дифракционных пиков свидетельствует о том, что дальний порядок в кристалле нарушается, структура становится ближе к структуре жидкости или аморфного тела. При 27 ГПа на всех взрывных рентгенограммах никаких дифракционных линий не зафиксировано. Это явление может быть связано с плавлением висмута в ударной волне. То есть плавление могло произойти между 22 и 27 ГПа.

Из-за того, что при малых давлениях в области стабильности *Bi-I* граница этой фазы с жидкостью на *P - T* диаграмме имеет отрицательный наклон (см. рисунок 1), возможно достижение плавления висмута при сравнительно низких давлениях нагружения, если образец предварительно нагреть. В работах [9] - [12] *Bi* нагретый до 200 – 250 °С подвергался нагружению до небольших давлений - около 2 - 3 ГПа. По форме профилей УВ, зафиксированных при помощи кварцевых датчиков [9] или лазерного интерферометра [10], [11] был сделан вывод о том, что висмут в УВ частично плавится, а в волне разрежения успевает пройти затвердевание [12]. Эти выводы позволяют рассчитывать на то, что если ударно нагруженный предварительно нагретый образец висмута сохранить, то можно зафиксировать факт плавления в УВ металлографическим методом. В [13] такая попытка была осуществлена. Висмут был нагружен до давления ~ 2 ГПа, длительность нахождения образцов под воздействием высокого давления составляла ~ 100 нс. Были обнаружены следы частичного расплавления в виде дендритов и участков перекристаллизованной микроструктуры. Микроструктура сохраненных образцов на некоторых участках была осложнена откольными трещинами, и авторами было замечено, что изменённая в результате плавления структура чаще наблюдалась вблизи этих трещин. Следы плавления в УВ были обнаружены также в аналогичных экспериментах и в сплаве *Bi - Zn* [14]. Таким образом, была установлена возможность наблюдения факта плавления висмута в УВ с помощью металлографического исследования сохраненных образцов.

Материал исследования

В данной работе для исследования был использован висмут марки Ви00, вырезанный из прутка. Для полученной микроструктуры висмута характерны крупные зёрна, пересечённые двойниками различного размера, образовавшимися, по-видимому, при остывании в результате напряжений, вызванных неравномерным охлаждением разных областей образца. Средний измеренный размер зерна в образце составлял 260 ± 210 мкм. Эта величина довольно условна, поскольку зеренная структура исходного висмута неоднородна, и в нём встречаются зёрна, размер которых достигает 2 мм, т.е. сравним с толщиной образца.

Постановка ударноволновых экспериментов

Нагружение образцов висмута проведено в двух областях давления: низкой - при 0,7 - 2,4 ГПа и высокой - при 18,5 - 27 ГПа. Более низкие давления создавались с помощью легкогазовой пушки, более высокие - при помощи взрыва химического ВВ.

Постановка опытов на легкогазовой пушке показана на рисунке 2. Обойма, в которую помещался образец висмута, была изготовлена из титана, вещества с меньшим ударным импедансом, для исключения повторного нагружения отраженной ударной волной. Расчетные давления были созданы разгоном медного ударника толщиной 2 мм, профили УВ амплитудой 1,7 и 2,4 ГПа приведены на рисунке 3.

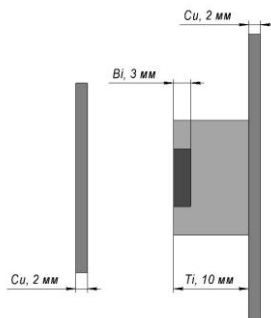


Рисунок 2. Схема постановки экспериментов на газовой пушке

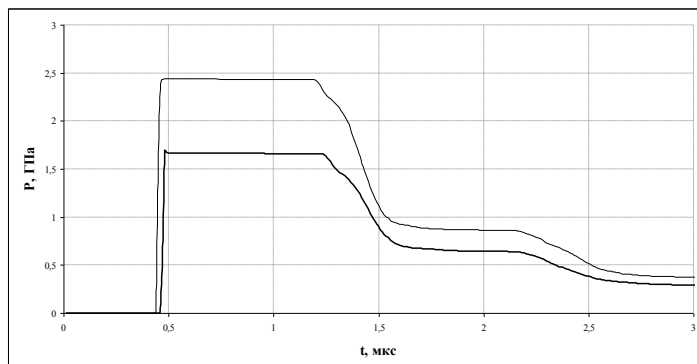


Рисунок 3. Профили давления в экспериментах на пушке. Расчет

Предварительный разогрев образцов висмута производился при помощи электрического нагревателя непосредственно в мишеньной камере. При этом в канале ствола и мишеньной камере сохранялась герметичность. При максимальных давлениях нагружения 18,5 и 27 ГПа образцы заключались в стальную ампулу, нагружение которой проводилось разлетающимися продуктами взрыва химического ВВ через воздушный зазор. Температура до момента подрыва контролировалась термопарой.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Нагружение висмута до $P=0,7$ ГПа при начальной $T=233^\circ\text{C}$ не привело к изменению микроструктуры образца. После нагружения до $P=1,6$ ГПа при начальной $T=233^\circ\text{C}$ и $P=2,4$ ГПа при $T=237^\circ\text{C}$ в образцах наблюдалась равномерная мелкозернистая микроструктура, которая показана на рисунке 4. В образце, нагруженном при $P=2,4$ ГПа, средний размер зерна оказался $d = 40 \pm 25$ мкм.

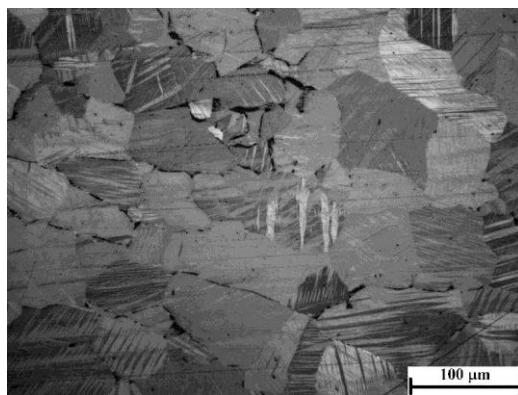


Рисунок 4. Микроструктура висмута после нагружения $P=2,4$ ГПа при начальной $T=237^\circ\text{C}$

Измельчение зерна в объеме образца мы трактуем как следствие плавления в УВ с последующей кристаллизацией при разгрузке.

Для того, чтобы быть уверенными, что наблюдаемое измельчение зерна вызвано плавлением, мы провели дополнительные опыты: а) при нагружении до $P=2,3$ ГПа без нагрева; б) при нагреве до $T=240^\circ\text{C}$ без нагружения УВ и в) при нагружении до $P=2,3$ ГПа с последующим нагревом в печи до $T=240^\circ\text{C}$ и охлаждением образца на воздухе. Последний эксперимент был проведен, чтобы исключить объяснение структурных изменений рекристаллизацией после деформации в УВ. Во всех перечисленных образцах структура не претерпела измельчения и осталась подобной исходной.

Обратим внимание на то, что в работе [13] при попадании в ту же область на фазовой диаграмме наблюдалось только частичное плавление. Объяснение этого отличия может быть в том, что в наших опытах было больше время нахождения металла под нагрузкой (0,7 мкс), а в опытах [13] - 0,1 мкс, и за это короткое время плавление происходило лишь локальное.

Необычная микроструктура наблюдалась в образце, сохранённом после нагружения до $P=1,4$ ГПа при начальной $T=233^\circ\text{C}$ (рисунок 5). На фоне крупных зерен видны многочисленные мелкие (средний размер этих зёрен $d = 13 \pm 1$ мкм), что можно понимать как начало процесса перекристаллизации. Подтверждением этого предположения может служить рисунок 6, где на фазовую диаграмму висмута [1] нанесены состояния, достигаемые в экспериментах. Состояние в опыте $P=1,4$ ГПа при $T=233^\circ\text{C}$, как следует из рисунка, лежит вблизи фазовой границы *Vi-I* и жидкости.

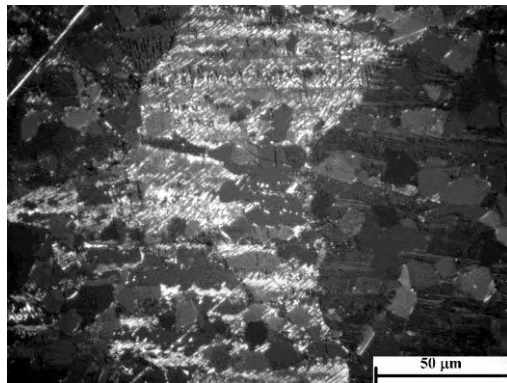


Рисунок 5. Микроструктура висмута после нагружения $P=1,4$ ГПа при начальной $T=233^\circ\text{C}$

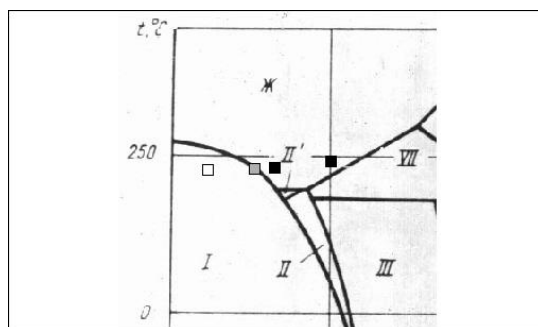


Рисунок 6. Участок $P - T$ диаграммы висмута (см. рисунок 1) с нанесенными состояниями в ударной волне. Белый значок - крупнозернистая микроструктура; черный значок - мелкозернистая структура; серый - «переходное состояние» (рисунок 5)

После нагружения в «высокой» области давлений (~ 20 ГПа и выше без нагрева в структуре заметно возросло количество двойников (висмут, обладая низкой кристаллической симметрией, деформируется, в основном, двойникованием; роль двойникования в висмуте повышается при росте скорости деформации [15], рисунок 7). При этом двойникование идёт по разным системам, нередко возникают двойники внутри двойников и пересечения двойников друг с другом.

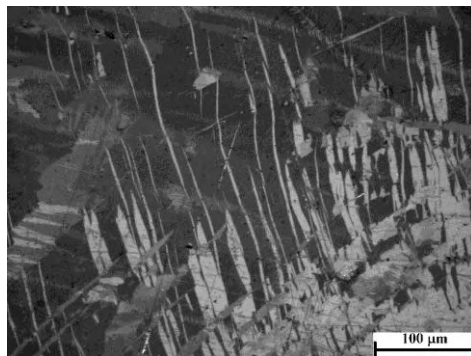
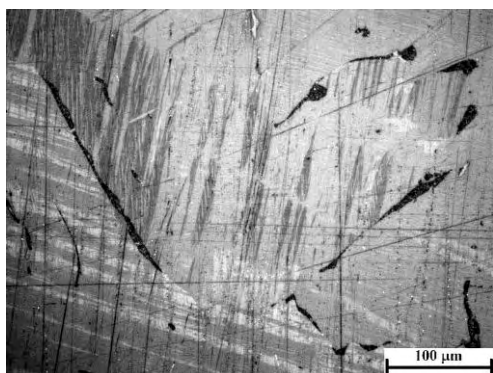


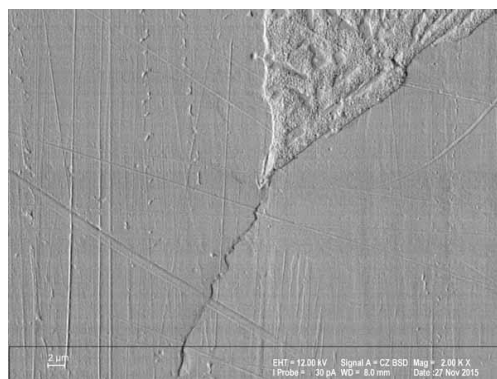
Рисунок 7. Структура висмута после нагружения до $P=18,5$ ГПа

Каких-либо признаков, которые могли бы свидетельствовать о плавлении висмута при нарушении УВ при нормальной начальной температуре, в образцах не обнаружено.

Микроструктура образца после опыта при $T=200$ °С, $P=20$ ГПа приведена на рисунке 8. Микроструктуру отличает наличие большого количества трещин. В работе [13] также отмечалось наличие трещин в структуре висмута после нагружения, трещины в указанной работе были названы откольными. Вблизи этих трещин были обнаружены особенности структуры, интерпретированные как дендриты, свидетельствующие о плавлении. Никаких подобных особенностей вблизи трещин, включений и границ зерен в наших экспериментах не было найдено (рисунок 8).



а

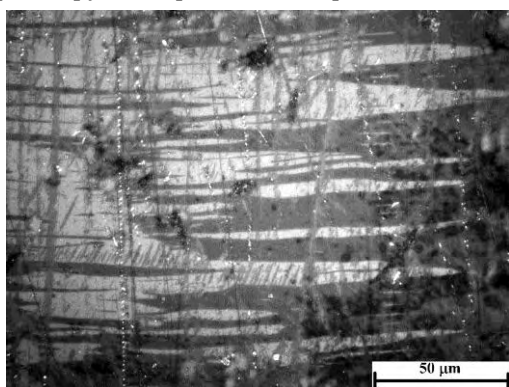


б

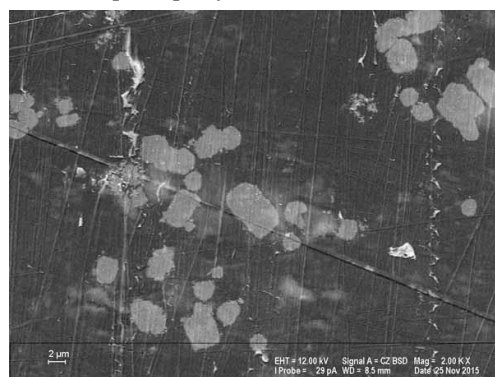
а - оптический микроскоп; б - сканирующий электронный микроскоп

Рисунок 8. Микроструктура образца при $T=200$ °С, $P=20$ ГПа

Микроструктура образца после опыта при $T=240$ °С, $P=27$ ГПа приведена на рисунке 9. В ней на фоне крупнозернистой матрицы видны отдельные мелкие зерна (рисунок 9б).



а



б

а - оптический микроскоп; б - сканирующий электронный микроскоп

Рисунок 9. Микроструктура образца при $P=27$ ГПа, $T=240$ °С

В целом, картина, наблюдаемая после нагружения висмута давлениями 18,5 - 27 ГПа, более комплексная, чем в области низких давлений (0,7 - 2,4 ГПа) и такой же интерпретации не поддается.

Полезную информацию о состоянии и истории образцов может дать измерение микротвердости. Микротвердость всех исследованных образцов висмута приведена в таблице 1.

Таблица 1. Значения микротвёрдости образцов висмута

образец	P , ГПа	T , °C	H_v
исходный	0	20	$13,1 \pm 0,5$
после нагружения	2,3	20	$19,2 \pm 1,6$
	0,7	233	$13,2 \pm 0,6$
	1,4	233	$15,2 \pm 0,5$
	1,6	233	$13,6 \pm 0,7$
	2,4	237	$13,8 \pm 0,6$
	18,5	20	$18,2 \pm 0,4$
	27	20	$18,0 \pm 0,3$
	20	200	$15,1 \pm 1,0$
	27	240	$14,4 \pm 1,1$

Максимальная микротвердость ($H_v = 19,2$) - в образце, нагруженном до $P=2,3$ ГПа без нагрева. Чуть ниже значения микротвердости при нагружении до 18,5 и 27 ГПа. Видимо, разогрев в достаточно интенсивных УВ и при разгрузке несколько снижает H_v . В образцах с мелким зерном микротвердость снизилась до значения в исходном материале, что можно объяснить происшедшим плавлением материала в УВ. И, наконец, образец, нагруженный с нагревом, но не испытывавший полной перекристаллизации ($P = 1,4$ ГПа) обладает промежуточным значением микротвердости.

Выводы

С помощью металлографической методики по измельчению зерна и по изменению микротвердости установлен факт плавления висмута в УВ при $P = 1,6 - 2,4$ ГПа и предварительном нагреве до $T \sim 230 - 240^\circ\text{C}$.

Список литературы

1. Тонков Е.Ю. Фазовые превращения соединений при высоком давлении. т. 1. М., 1988.
2. Rozenberg Z. Determination of the dynamic phase transitions in bismuth with in-material manganese gauges. J. Appl. Phys. vol. 56, 11 (1984) 3328-3329.
3. Romain J.P. Phase transformation in bismuth under shock loading // J. Appl. Phys. 1974. V. 45. № 1. P. 135-139.
4. Постнов В.И., С.С. Набатов и др. Регистрация в условиях динамического эксперимента фазовых переходов в Bi , Yb и Sn при изэнтропическом сжатии // IV Всесоюзное совещание по детонации. Телави, 1988. Доклады, т. 1, стр. 70-75.
5. Шорохов Е.В. Ударные волны в висмуте в области полиморфных превращений при нагружении скользящей детонацией ВВ // Межд. конф. Ударные волны в конденс. средах. Киев, 2012. Доклады, стр. 217-220.
6. Подурец А.М., В.В. Дорохин, Р.Ф. Трунин. Рентгеноструктурное исследование фазовых ударно-волновых превращений в цирконии и висмуте. ТВТ 41 2 254-258 (2003).
7. Подурец А.М. Импульсные рентгенографические исследования структуры веществ в ударных волнах. УФН, 2011, т. 181, № 4, 427-434.

8. Трунин Р.Ф., Жерноклетов М.В., Кузнецов Н.Ф., Шутов В.В. Динамическая сжимаемость расплавленных и охлажденных металлов // Теплофизика высоких температур. 1995. Т. 33. № 2. Р. 222-226.
9. Johnson J.N., D.B. Hayes, J.R. Asay. Equation of state and shock-induced transformation in solid I - solid II - Liquid bismuth. J. Phys. Chem. Solids. 1974, 35, 501-515.
10. Asay J.R. Shock-induced melting in bismuth. J. Appl. Phys. 45, # 10 (1974) 4441-4452.
11. Asay J.R. Shock loading and unloading in bismuth. J. Appl. Phys. 48, # 7 (1977) 2832-2844.
12. Hayes D.B. Wave propagation in a condensed medium with N transforming phases: Application to solid I - solid II - liquid bismuth. J. Appl. Phys. 46, # 8 (1975) 3438-3443.
13. Colvin J.D., B.W. Reed et al. Microstructure morphology of shock-induced melt and rapid resolidification in bismuth. J. Appl. Phys. 101, 084906 (2007).
14. Colvin J.D., A.F. Jankowski et al. Role of spall in microstructure evolution during laser-shock-driven rapid undercooling and resolidification. J. Appl. Phys. 105, 014902 (2009).
15. Остриков О.М., С.Н. Дуб. Влияние скорости нагружения на механизм пластической деформации в висмуте. ЖТФ, 2001, т. 71, № 9, 139-141.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО КВАЗИИЗЭНТРОПИЧЕСКОМУ СЖАТИЮ ДЕЙТЕРИЯ И ГЕЛИЯ ДО ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ДАВЛЕНИЙ ~ 3000 ГПа

*М.В. Жерноклетов, В.А. Раевский, С.Ф. Маначкин, Н.Б. Давыдов, К.Н. Панов, А.В. Рыжков,
В.А. Аринин, Б.И. Ткаченко, А.И. Давыдов, Н.Н. Анашкин, А.И. Логвинов, В.А. Комраков*

РФЯЦ-ВНИИЭФ, Саров, Россия

Проведено два эксперимента по исследованию процесса сферического сжатия дейтерия и гелия до давлений ~ 3000 ГПа в квазиизэнтропическом режиме. Процесс сжатия исследуемого газа в экспериментах регистрировался с помощью многокадрового рентгенографического комплекса, который позволяет в одном эксперименте получить до девяти рентгеновских снимков полости с газом в различные моменты времени.

Анализ экспериментальных данных показал, что взрывные устройства обеспечивают близкую к сферически-симметричной форму полости с газом вплоть до максимального сжатия газа. Имеется хорошее совпадение экспериментальных данных с результатами расчетов, выполненных с использованием разработанных во ВНИИЭФ уравнений состояния исследованных газов. По результатам этих расчетов определены параметры, характеризующие область достигнутых в экспериментах состояний сжатых газов:

Дейтерий – плотность 5,5 г/см³, давление 3,6 ТПа

Гелий - плотность 4,7 г/см³, давление 2,4 ТПа

Введение

Исследования поведения таких газов, как дейтерий и гелий, в экстремальных состояниях при давлениях в десятки и сотни мегабар и плотностях ~ 10 г/см³ представляют большой научный интерес. Результаты этих исследований необходимы для построения широкодиапазонных уравнений состояния данных газов. Эти уравнения состояния используются, например, при решении проблемы осуществления инерциального термоядерного синтеза. Кроме того, так как наша вселенная состоит в основном из водорода и гелия, уравнения состояния этих газов необходимы в космологии при разработке теорий образования и эволюции звезд и гигантских газовых планет.