

УДК 539.37

МИКРОСТРУКТУРА ВИСМУТА ПОСЛЕ УДАРНО-ВОЛНОВОГО НАГРУЖЕНИЯ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ НАГРЕВОМ И РЕГИСТРАЦИЯ ПЛАВЛЕНИЯ ПРИ ДАВЛЕНИЯХ 1.6 ÷ 2.4 ГПа

А. Н. Баландина¹, В. А. Бурнашов¹, А. В. Воронин^{1,2}, С. Ю. Калинин^{1,2},
А. Л. Михайлов^{1,2}, А. М. Подурец^{1,2}, В. Г. Симаков^{1,2},
И. А. Терешкина^{1,2}, М. И. Ткаченко^{1,2}, И. Р. Трунин^{1,2}, Е. Е. Шестаков^{1,2}

¹РФЯЦ, ВНИИ экспериментальной физики, Институт физики взрыва, 607188 Саров
am.podurets@gmail.com

²Саровский физико-технический институт — филиал Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ», 607186 Саров

Проведено исследование структуры образцов висмута после ударно-волнового нагружения при давлениях 0.7 ÷ 2.4 и 22 ÷ 32 ГПа. Образцы перед нагружением были либо комнатной температуры, либо нагретыми до 230 ÷ 240 °С. В условиях нагружения давлением 1.5 ÷ 2 ГПа при начальной температуре 233 ÷ 240 °С в висмуте наблюдалось изменение структуры, свидетельствующее о плавлении образца в ударной волне. Время ударно-волнового воздействия составляло ≈ 0.7 мкс.

Ключевые слова: висмут, ударная волна, плавление.

DOI 10.15372/FGV20180504

ВВЕДЕНИЕ

Экспериментальное исследование плавления веществ в ударных волнах (УВ) является важной задачей, имеющей большое практическое и фундаментальное значение. При плавлении металлов на ударных адиабатах, как правило, отсутствуют особенности (изломы), поэтому для обнаружения факта плавления в УВ измерение ударной сжимаемости не используют, а применяют другие методы, например измерение скорости звука [1], электропроводности [2], температуры, прочностных характеристик [3].

Большой интерес представляют методы, основанные на лабораторном исследовании структуры сохраненных 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. Отрицательным моментом является то, что не всегда при анализе результа-

тов точно известно, когда произошло плавление: в УВ или после разгрузки. К такой категории методов можно отнести метод, предложенный в [3], когда исследуемый металл помещали в ампулу сохранения в контакте с более легкоплавким веществом, а о плавлении судили по образованию интерметаллидов.

Целью данной работы является металлографическая идентификация плавления в таком легкоплавком металле, как висмут.

Фазовая p - T -диаграмма висмута [4] довольно сложная. В статических исследованиях при высоком давлении получено около десятка его фаз (рис. 1).

При исследовании ударной сжимаемости в висмуте фиксируется, как правило, только один фазовый переход, который связывают с превращением $Bi-I \rightarrow Bi-II$. В работе [5] получено давление перехода, равное 2.85 ГПа, в [6] — 2.54 ÷ 2.59 ГПа, в [7] — 2.55 ГПа, в [8] — 2.8 ГПа. В статике принятым давлением перехода $Bi-I \rightarrow Bi-II$ при комнатной температуре является 2.55 ГПа [4].

В динамике были зафиксированы и другие переходы: $Bi-II \rightarrow Bi-III$ при 3.25 ГПа [8] и $Bi-III \rightarrow Bi-V$, которому соответствовала

© Баландина А. Н., Бурнашов В. А., Воронин А. В., Калинин С. Ю., Михайлов А. Л., Подурец А. М., Симаков В. Г., Терешкина И. А., Ткаченко М. И., Трунин И. Р., Шестаков Е. Е., 2018.

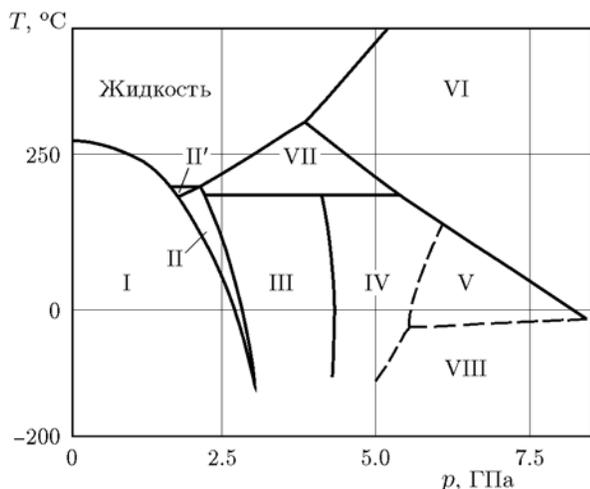


Рис. 1. Фазовая p - T -диаграмма висмута [4]

двухволновая конфигурация в УВ в интервале давления $p = 7.0 \div 8.6$ ГПа [9]. Имеются работы, в которых авторы утверждают, что наблюдали более полные последовательности превращений. В частности, в [10] сообщается о последовательности $\text{Bi-I} \rightarrow \text{Bi-II} \rightarrow \text{Bi-III} \rightarrow \text{Bi-IV} \rightarrow \text{Bi-V} \rightarrow \text{Bi-VI}$ при изоэнтропическом нагружении, обнаруженной при измерении электросопротивления; значения давления переходов в работе не указаны. В [11, 12] с помощью оптического рычага наблюдались превращения $\text{Bi-I} \rightarrow \text{Bi-II} \rightarrow \text{Bi-III} \rightarrow \text{Bi-V}$.

Сложная последовательность структурных превращений в УВ зафиксирована в Bi с применением импульсного рентгеноструктурного анализа [13, 14]. При наименьшем из применявшихся давлений — 6.7 ГПа — зарегистрирована структура Bi-V. При $p = 8.5$ и 13.7 ГПа картина на рентгенограммах была одинаковой и содержала дифракционную линию, соответствующую межплоскостному расстоянию $0.222 \div 0.225$ нм, которая была интерпретирована как отражение от искаженной ОЦК-структуры, данных о наблюдении которой в статических условиях нет.

Однако упомянутой выше фазе Bi-V, обнаруженной в экспериментах, в многофазном уравнении состояния (УРС) висмута в работе [15] на ударной адиабате места не нашлось. То же самое можно видеть и в УРС, сконструированном для висмута в [16]. Причины отсутствия на диаграмме равновесия фазы Bi-V авторы этих УРС не комментируют.

Большой интерес представляет экспериментальное определение плавления висмута в

УВ. В [17] плавление висмута было определено по точке начала отклонения адиабат холодного и нагретого до $T = 400$ °С материала. Это произошло при давлении нагружения 33 ГПа.

В экспериментах по импульсному рентгеноструктурному анализу [13] при $p = 22$ ГПа на рентгенограммах зафиксировано отражение в виде широкого размытого гало. Гало при отсутствии четких дифракционных пиков свидетельствует о том, что дальний порядок в кристалле нарушается, структура становится ближе к структуре жидкости или аморфного тела. При $p = 27$ ГПа на рентгенограммах никаких дифракционных линий не зафиксировано. Это явление может быть связано с плавлением висмута в УВ. То есть плавление могло произойти в диапазоне $p = 22 \div 27$ 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. рис. 1) (из элементов этим свойством обладают также Ga, Ge, Si, Se и Pu), можно достичь плавления висмута при сравнительно низком давлении нагружения, если образец предварительно нагреть.

В работах [18–21] Bi, нагретый до $200 \div 250$ °С, подвергался нагружению до давления около $2 \div 3$ ГПа. По форме профилей УВ, зафиксированных при помощи кварцевых датчиков [18] или лазерного интерферометра [19, 20], был сделан вывод о том, что висмут в УВ частично плавится, а в волне разрежения успевает пройти затвердевание [21]. Эти выводы позволяют рассчитывать на то, что если ударно-нагруженный, предварительно нагретый образец висмута после ударно-волнового воздействия сохранить, то факт плавления в УВ можно зафиксировать металлографическим методом по изменению структуры.

В [22] такая попытка была осуществлена. Предварительно нагретый висмут был нагружен до давления ≈ 2 ГПа, длительность нахождения образцов под воздействием высокого давления составляла ≈ 0.1 мкс. В сохраненных образцах обнаружены следы частичного расплавления в виде дендритов и участков перекристаллизованной структуры. Структура сохраненных образцов на некоторых участках была осложнена откольными трещинами, и авторы отметили, что изменения в результате плавления чаще наблюдались вблизи этих трещин. Следы плавления в УВ были обнаружены так-

же в аналогичных экспериментах в сплаве Bi—Zn [23].

МАТЕРИАЛ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для экспериментов использовался висмут марки Ви00, вырезанный из прутка. Структура его приведена на рис. 2. Для нее характерны крупные зерна, пересеченные двойниками различного размера, образовавшимися, по видимому, при остывании в результате напряжений, вызванных неравномерным охлаждением разных областей образца. На границах зерен и субзерен видны включения и поры. Средний измеренный размер зерна в образце составляет $d = 260 \pm 210$ мкм. Эта величина довольно условна, поскольку зеренная структура исходного висмута неоднородна, о чем свидетельствует большой разброс размеров, в нем встречаются зерна, размер которых достигает 2 мм, что сравнимо с толщиной образца. Отжиг исходного висмута при $T = 150$ °С в течение 30 мин не привел к изменению микротвердости образцов, поэтому в экспериментах использовался материал в состоянии поставки.

ПОСТАНОВКА УДАРНО-ВОЛНОВЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Нагружение образцов висмута проведено в двух областях: низкого давления — $0.7 \div 2.4$ ГПа и высокого — $22 \div 32$ ГПа. Низкое давление создавалось с помощью легкогазовой пушки, высокое — при помощи взрыва взрывчатого вещества (ВВ).

Схема опытов с легкогазовой пушкой показана на рис. 3. Для исключения повторно-

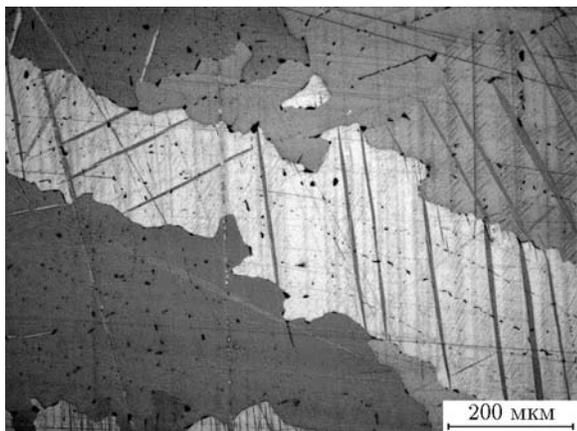


Рис. 2. Структура исходного висмута

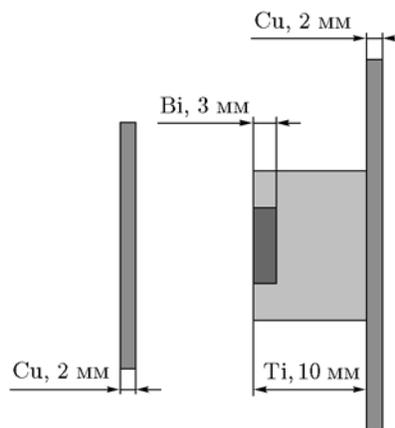


Рис. 3. Схема экспериментов на газовой пушке ($p = 0.7 \div 2.4$ ГПа)

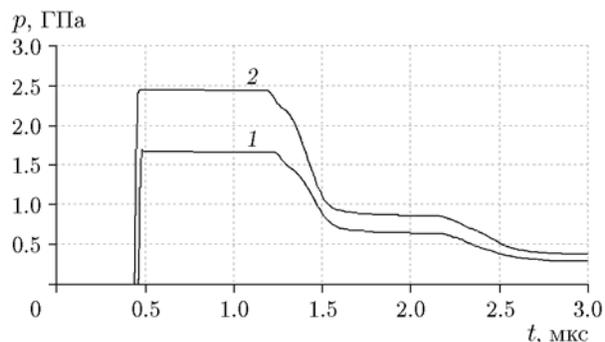


Рис. 4. Профили давления, рассчитанные для экспериментов на пушке при давлении нагружения $p = 1.6$ ГПа (1) и $p = 2.4$ ГПа (2)

го нагружения отраженной УВ обойма, в которую помещался образец висмута, была изготовлена из титана, материала с меньшим, чем у висмута, ударным импедансом. Давления были созданы разгоном медного ударника толщиной 2 мм. Предварительно образцы висмута разогревали электрическим нагревателем непосредственно в мишенной камере, при этом в канале ствола и мишенной камере сохранялась герметичность. Расчетные профили УВ приведены на рис. 4.

При максимальных давлениях нагружения $22 \div 32$ ГПа образцы заключали в стальную ампулу, нагружение которой проводилось продуктами взрыва ВВ через воздушный зазор. Слой асбестовой ткани изолировал заряд ВВ от нежелательного теплового воздействия со стороны нагревательного элемента, которым разогревалась ампула с образцом (рис. 5). Температура ампулы до момента подрыва контролиро-

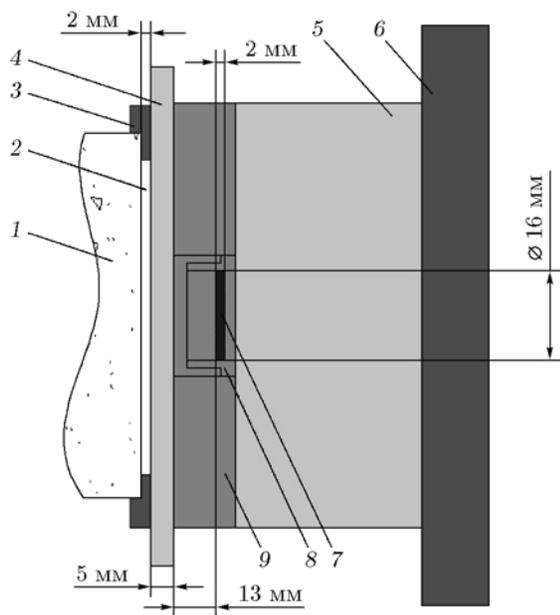


Рис. 5. Постановка опытов при $p = 22 \div 32$ ГПа:

1 — заряд ВВ, 2 — воздушный зазор, 3 — диск из фторопласта, 4 — асбестовая ткань, 5 — подложка из стали или латуни, 6 — нагревательный элемент, 7 — образец, 8 — стальная ампула сохранения, 9 — стальная обойма

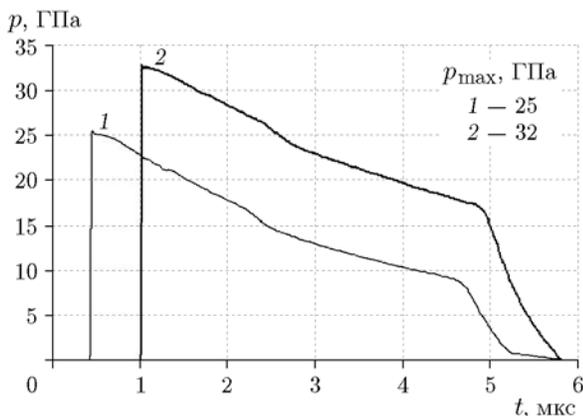


Рис. 6. Расчетные профили давления на задней стенке образца из висмута в стальной ампуле в области большого давления

валась термопарой через специальный тонкий канал. Расчетные профили давления на задней стенке образца приведены на рис. 6.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Вначале было проведено исследование структуры образцов висмута после нагруже-

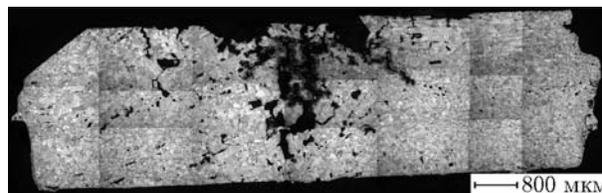


Рис. 7. Общий вид шлифа висмута после нагружения давлением $p = 2.4$ ГПа при $T_0 = 237$ °C (удар сверху)

ния до низкого давления — 0.7, 1.4, 1.6 и 2.4 ГПа.

Нагружение висмута до $p = 0.7$ ГПа при начальной температуре $T_0 = 233$ °C не привело к изменению микроструктуры образца. После нагружения до $p = 1.6$ ГПа при $T_0 = 233$ °C и до $p = 2.4$ ГПа при $T_0 = 237$ °C в образцах наблюдалась относительно равномерная мелкозернистая структура (рис. 7, 8). В образце, нагруженном при $p = 1.6$ ГПа, измеренный средний размер зерна оказался $d = 65 \pm 40$ мкм, при $p = 2.4$ ГПа — $d = 40 \pm 25$ мкм. При этом в обоих образцах после нагружения в центральной области образовалась зона значительной поврежденности (рис. 7). Поры имеются и в других областях образца, а также мелкие пустоты по границам зерен (рис. 8).

Измельчение зерна в объеме образца мы трактуем как следствие плавления в УВ с последующей кристаллизацией при разгрузке. К измельчению зерна может приводить не только плавление металла, но и динамическая рекристаллизация. В нашем эксперименте в пользу плавления говорит то, что резкое изменение микроструктуры произошло в условиях нагружения вблизи границы областей Vi-I и жидкости на фазовой диаграмме. В случае рекристаллизации резкого изменения структуры при переходе через эту границу не было бы. Формирование зоны поврежденности (см. рис. 7) тоже может свидетельствовать о временной потере прочности материала в жидком состоянии.

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 240 °C без нагружения УВ; в) при нагружении до $p = 2.3$ ГПа с последующим нагревом в печи до 240 °C и охлаждением образца на воздухе. Последний эксперимент был проведен с целью исключить объяснение структурных изменений рекристалли-

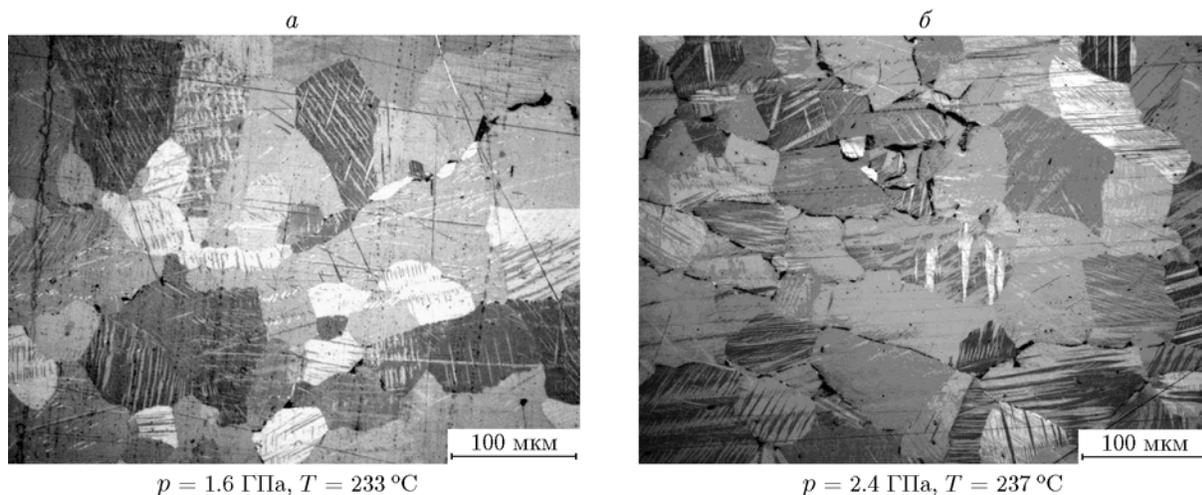


Рис. 8. Структура висмута после нагружения

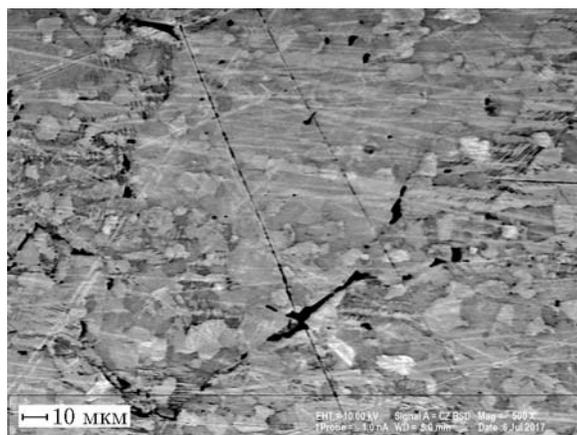


Рис. 9. Структура висмута после нагружения давлением $p = 1.4$ ГПа при $T_0 = 233$ °С (сканирующий электронный микроскоп)

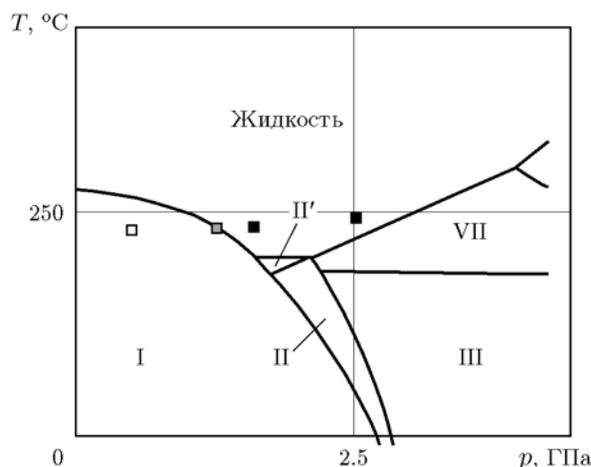


Рис. 10. Участок p - T -диаграммы висмута (см. рис. 1) с нанесенными состояниями в ударной волне, без учета ударного разогрева: светлый квадрат — крупнозернистая структура, темный — мелкозернистая структура, заштрихованный — переходное состояние (см. рис. 9)

зацией после деформации в УВ. Во всех перечисленных образцах структура не претерпела измельчения и осталась подобной исходной.

Обратим внимание на то, что в работе [22] при попадании в ту же область на фазовой диаграмме наблюдалось только частичное плавление. Объяснение этого отличия может быть в том, что в наших опытах металл дольше находился под нагрузкой — 0.7 мкс, в то время как в опытах [22] — 0.1 мкс, и за это короткое время плавление происходило лишь локально.

Необычная структура наблюдалась в образце, сохраненном после нагружения до $p = 1.4$ ГПа при $T_0 = 233$ °С (рис. 9). На фоне крупных зерен видны многочисленные мелкие

зерна (среднего размера $d = 13 \pm 1$ мкм), что можно понимать как начало процесса перекристаллизации. Подтверждением этого предположения может служить рис. 10, где на фазовую диаграмму висмута [4] нанесены состояния, достигаемые в экспериментах. Состояние в опыте $p = 1.4$ ГПа при $T_0 = 233$ °С, как следует из рисунка, лежит вблизи фазовой границы Vi-I и жидкости.

В структуре образца после нагружения до $p = 22$ и 32 ГПа без нагрева заметно возросло количество двойников (висмут, обладая низкой

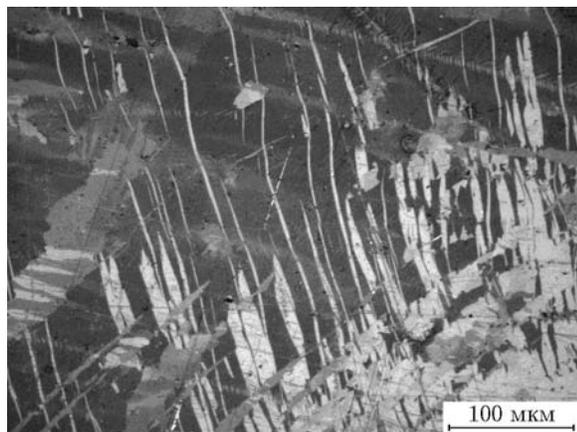


Рис. 11. Структура висмута после нагружения до давления $p = 22$ ГПа

кристаллической симметрией, деформируется в основном двойникованием; роль двойникования в висмуте повышается при росте скорости деформации [24], рис. 11). При этом двойникование идет по разным системам, нередко возникают двойники внутри двойников.

Отличие структуры нагруженных образцов от исходного в следующем:

- больше густота двойниковых пластин;
- пластины часто имеют искривленную форму, в то время как в ненагруженном материале они всегда прямые;
- много пересечений двойниковых пластин друг с другом.

Каких-либо признаков, которые могли бы прямо свидетельствовать о плавлении висмута при нагружении УВ при нормальной темпера-

туре, в образцах не обнаружено.

Структура образца после опыта при $T_0 = 200$ °С, $p = 25$ ГПа приведена на рис. 12. Структуру отличает большое количество трещин. Трещины наблюдались и в исходном образце до нагружения, но там они располагались по границам зерен и субзерен (см. рис. 2), а после нагружения появились и по границам, и внутри зерен. В работе [22] также отмечалось наличие трещин в структуре висмута после нагружения. Трещины в указанной работе были названы откольными, вблизи них обнаружены особенности структуры, интерпретированные как дендриты, свидетельствующие о плавлении. В наших экспериментах никаких подобных особенностей вблизи трещин, включений и границ зерен не найдено (рис. 12).

Структура образца после опыта при $T_0 = 240$ °С, $p = 25$ ГПа приведена на рис. 13. В ней на фоне крупнозернистой матрицы обнаружены отдельные мелкие зерна в несколько микрометров в поперечнике (рис. 13, б).

В целом картина, наблюдаемая после нагружения висмута давлениями $22 \div 32$ ГПа, иная, чем в области низкого давления ($0.7 \div 2.4$ ГПа), и не поддается такой же интерпретации. Некоторые особенности макроструктуры сохраненных образцов (разрушение, фрагментация) могут быть интерпретированы как свидетельство плавления висмута после разгрузки.

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

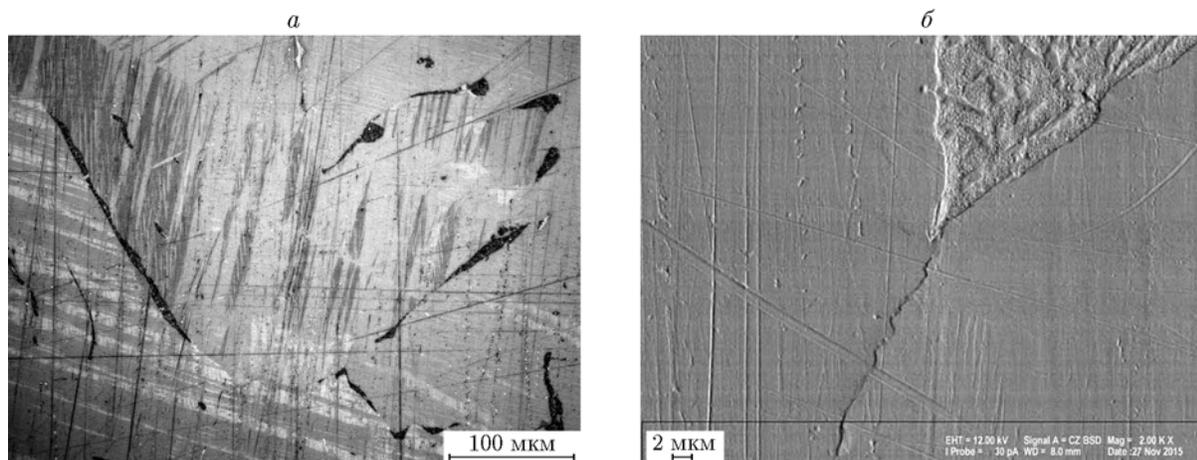
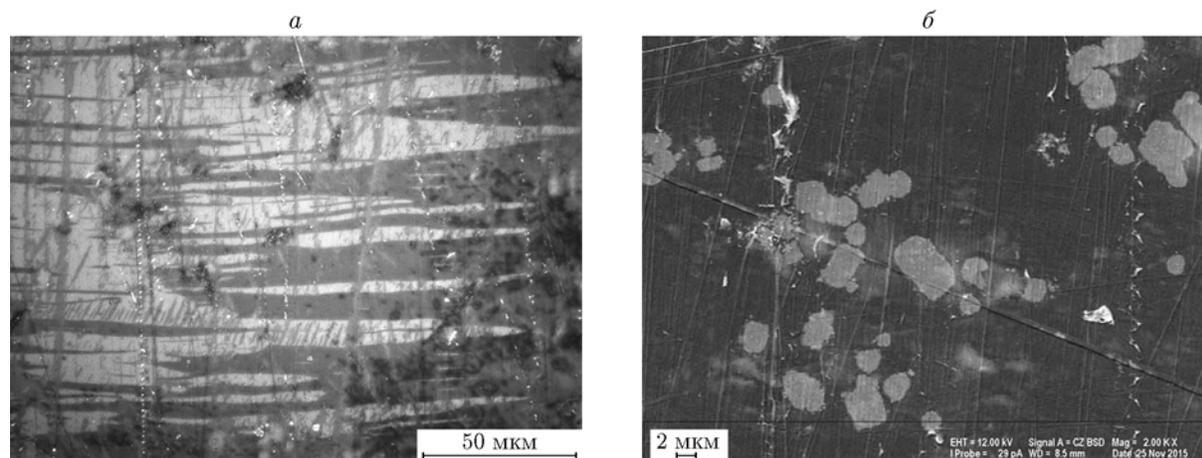


Рис. 12. Структура образца при $T = 200$ °С, $p = 25$ ГПа:

a — оптический микроскоп, *б* — сканирующий электронный микроскоп

Рис. 13. Структура образца при $T = 240\text{ }^{\circ}\text{C}$, $p = 25\text{ ГПа}$:

a — оптический микроскоп, *б* — сканирующий электронный микроскоп

Микротвердость образцов висмута

Образец	p , ГПа	T , $^{\circ}\text{C}$	H_V
Исходный	0	20	13.1 ± 0.5
После нагружения	2.3	20	19.2 ± 1.6
	0.7	233	13.2 ± 0.6
	1.4	233	15.2 ± 0.5
	1.6	233	13.6 ± 0.7
	2.4	237	13.8 ± 0.6
	22	20	18.2 ± 0.4
	32	20	18.0 ± 0.3
	25	200	15.1 ± 1.0
	32	240	14.4 ± 1.1

В области $p = 0.7 \div 2.4\text{ ГПа}$ максимальная микротвердость ($H_V = 19.2$) наблюдалась в образце, нагруженном до $p = 2.3\text{ ГПа}$ без нагрева. В образцах с мелким зерном ($p = 1.6 \div 2.4\text{ ГПа}$) микротвердость снизилась до того же значения, что в исходном материале, и объяснить это можно произошедшим плавлением материала в УВ. После нагружения с нагревом максимальная микротвердость получена при $p = 1.4\text{ ГПа}$, когда наблюдалась «промежуточная» структура с отдельными мелкими зёрнами (см. рис. 9).

При $p = 22 \div 32\text{ ГПа}$ высокие значения микротвердости зафиксированы после нагружения при комнатной начальной температуре. Образцы, нагруженные с нагревом, но не ис-

пытывшие очевидной перекристаллизации, обладают промежуточными значениями микротвердости.

ВЫВОДЫ

С помощью металлографической методики по измельчению зерна и по снижению микротвердости установлен факт плавления висмута в УВ при нагружении $p \approx 1.6 \div 2.4\text{ ГПа}$ и предварительном нагреве образца до температуры $\approx 233 \div 240\text{ }^{\circ}\text{C}$ за время $\approx 0.7\text{ мкс}$. Граница плавления фазы Bi-I в этой области хорошо согласуется с данными известной статической p - T -диаграммы висмута. При нагружении висмута давлением $22 \div 32\text{ ГПа}$ при комнатной и повышенной температуре исследование структуры не позволяет однозначно интерпретировать результаты.

ЛИТЕРАТУРА

1. Методы исследования свойств материалов при интенсивных динамических нагрузках / ред. М. В. Жерноклетов. — Саров, 2003.
2. Гатиллов Л. А. Электросопротивление ударно сжатого свинца // Поведение веществ под воздействием сильных ударных волн. — Саров, 2007. — Т. 2. — С. 231–234.
3. Батьков Ю. В., Герман В. Н., Осипов Р. С. и др. Плавление свинца при ударном сжатии // ПМТФ. — 1988. — № 1. — С. 149.
4. Тонков Е. Ю. Фазовые превращения соединений при высоком давлении. — М., 1988. — Т. 1.
5. Duff R. E., Minshall F. S. Investigation of a shock-induced transition in bismuth // Phys. Rev. — 1957. — V. 108, N 5. — P. 1207.

6. **Larson D. B.** A shock-induced phase transformation in bismuth // *J. Appl. Phys.* — 1967. — V. 38, N 4. — P. 1541.
7. **Павловский М. Н., Комиссаров В. В.** Особенности фазового превращения висмута в волне разрежения // *ЖЭТФ.* — 1982. — Т. 83, № 6. — С. 2146–2151.
8. **Rozenberg Z.** Determination of the dynamic phase transitions in bismuth with in-material manganine gauges // *J. Appl. Phys.* — 1984. — V. 56, N 11. — P. 3328–3329.
9. **Romain J. P.** Phase transformation in bismuth under shock loading // *J. Appl. Phys.* — 1974. — V. 45, N 1. — P. 135–139.
10. **Постнов В. И., Набагов С. С. и др.** Регистрация в условиях динамического эксперимента фазовых переходов в Bi, Yb и Sn при изэнтропическом сжатии // IV Всесоюз. совещание по детонации: докл. — Телави, 1988. — Т. 1. — С. 70–75.
11. **Шорохов Е. В.** Ударные волны в висмуте в области полиморфных превращений при нагружении скользящей детонацией ВВ // Межд. конф. «Ударные волны в конденсированных средах»: докл. — Киев, 2012. — С. 217–220.
12. **Шорохов Е. В.** Затухание ударных волн в висмуте // XV Харитоновские тематические научные чтения: тр. междунар. конф. — Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2013. — С. 456–460.
13. **Подурец А. М., Дорохин В. В., Трунин Р. Ф.** Рентгеноструктурное исследование фазовых ударно-волновых превращений в цирконии и висмуте // *Теплофизика высоких температур.* — 2003. — Т. 41, № 2. — С. 254–258.
14. **Подурец А. М.** Импульсные рентгенографические исследования структуры веществ в ударных волнах // *Успехи физ. наук.* — 2011. — Т. 181, № 4. — С. 427–434.
15. **Сох G. A.** A multy-phase equation of state for bismuth // *Shock Compression of Condensed Matter* — 2007 / M. Elert, M. D. Furnish, R. Chau, N. Holmes, J. Nguyen (Eds). — 2007. — P. 151–154.
16. **Heuze O.** Building of equations of state with numerous phase transitions — application to bismuth // *Shock Compression of Solids* — 2005 / M. Furnish (Ed.). — 2005. — P. 212–215.
17. **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. — С. 222–226.
18. **Johnson J. N., Hayes D. B., Asay J. R.** Equation of state and shock-induced transformation in solid I — solid II — Liquid bismuth // *J. Phys. Chem. Solids.* — 1974. — V. 35. — P. 501–515.
19. **Asay J. R.** Shock-induced melting in bismuth // *J. Appl. Phys.* — 1974. — V. 45, N 10. — P. 4441–4452.
20. **Asay J. R.** Shock loading and unloading in bismuth // *J. Appl. Phys.* — 1977. — V. 48, N 7. — P. 2832–2844.
21. **Hayes D. B.** Wave propagation in a condensed medium with N transforming phases: Application to solid I — solid II — liquid bismuth // *J. Appl. Phys.* — 1975. — V. 46, N 8. — P. 3438–3443.
22. **Colvin J. D., Reed B. W., et al.** Microstructure morphology of shock-induced melt and rapid resolidification in bismuth // *J. Appl. Phys.* — 2007. — V. 101. — 084906.
23. **Colvin J. D., Jankowski A. F., et al.** Role of spall in microstructure evolution during laser-shock-driven rapid undercooling and resolidification // *J. Appl. Phys.* — 2009. — V. 105. — 014902.
24. **Остриков О. М., Дуб С. Н.** Влияние скорости нагружения на механизм пластической деформации в висмуте // *Журн. техн. физики.* — 2001. — Т. 71, № 9. — С. 139–141.

Поступила в редакцию 6/XI 2017 г.