

УДК УДК 539.4

ДИАГНОСТИКА ПЛАВЛЕНИЯ СВИНЦА МЕТОДОМ МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ, СОХРАНЕННЫХ ПОСЛЕ УДАРНО-ВОЛНОВОГО НАГРУЖЕНИЯ И РАЗГРУЗКИ

О. Н. Игнатова, Н. Ю. Илюшкина, А. Н. Малышев, В. И. Скоков,
А. В. Шиманов, А. Б. Георгиевская, А. С. Соколова

РФЯЦ, ВНИИ экспериментальной физики, 607190 Саров, postmaster@ifv.vniief.ru

Приведены результаты исследования плавления свинца марки С1 при ударно-волновом нагружении и разгрузке методом металлографического анализа. Нагружение образцов свинца, расположенных внутри титановой капсулы, осуществлялось плоской ударной волной с помощью алюминиевого ударника толщиной 6 мм, который разгонялся продуктами взрыва взрывчатого вещества. Приведены результаты металлографического анализа образцов в исходном состоянии, подвергнутых термической обработке при нормальных условиях и сохраненных после ударно-волнового нагружения. Обнаружены следы плавления в свинце после ударно-волнового нагружения давлением 25.6 ГПа и последующей разгрузки.

Ключевые слова: ударно-волновое нагружение, разгрузка, сохраненные образцы, металлографический анализ, свинец.

DOI 10.15372/FGV20200216

ВВЕДЕНИЕ

При исследовании поведения металлов под воздействием ударных волн различной интенсивности одними из важных характеристик являются давление и температура, при которых происходит смена фазового состояния, связанная с плавлением. Физические и механические свойства при этом изменяются: происходит увеличение удельного объема, выделение скрытой теплоты фазового перехода, уменьшение вплоть до нуля сдвиговой прочности и др. Смена фазового состояния, связанная с плавлением, может проходить как во фронте ударной волны, так и при последующей изоэнтропической разгрузке.

Таким образом, при построении уравнений состояния и моделей прочности необходимо надежно знать давление начала фазового перехода, связанного с плавлением металла.

Опубликованные экспериментальные данные по давлению, при котором свинец переходит в жидкое состояние при разгрузке, отличаются своими значениями. Согласно работе [1] это давление находится в диапазоне $p = 20 \div 30$ ГПа, в [2] указывается, что плавление свинца начинается при $p = 23 \div 25$ ГПа, в [3] —

при $p \geq 25$ ГПа, по результатам [4] плавление предполагается в диапазоне $p = 27 \div 33$ ГПа, а в [5] утверждается, что при $p = 46$ ГПа свинец находится в расплавленном состоянии, что также подтверждают расчетные оценки, сделанные в работе [6]. Таким образом, экспериментальный разброс давления ударно-волнового нагружения, при котором начинается плавление свинца при разгрузке, колеблется от 20 до 46 ГПа.

При выборе области исследования авторы также опирались на данные работ [7, 8] по исследованию уравнений состояния с фазовыми переходами, на результаты расчетов методом молекулярной динамики [9–11] и расчетов, приведенных в [12]. Для исследования выбран диапазон давления $23 \div 27$ ГПа.

Плавление определялось методом металлографического анализа сохраненных после экспериментов образцов путем сравнения микроструктур до и после нагружения.

ИСХОДНОЕ СОСТОЯНИЕ СВИНЦА

Исследовался свинец марки С1. Микроструктура свинца в исходном состоянии (состояние поставки) однородная, зерна равноосные, среднего размера $D_0 = 300$ мкм. В зернах встречаются двойники отжига. Их плотность

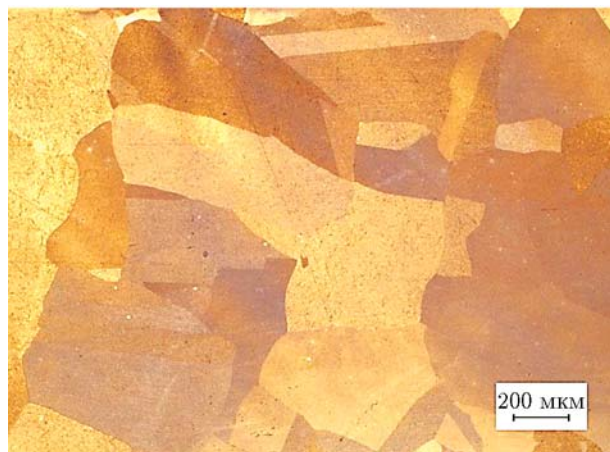


Рис. 1. Микроструктура свинца в исходном состоянии

невелика: $\rho_d \approx 10.3\%$. Фотография микроструктуры свинца в исходном состоянии приведена на рис. 1. Микротвердость свинца в исходном состоянии составила в среднем $H_V = 7.3 \text{ кгс/мм}^2$.

УДАРНО-ВОЛНОВОЕ НАГРУЖЕНИЕ СВИНЦА

Для уточнения нижней границы плавления свинца была разработана схема экспериментальной сборки (рис. 2). Алюминиевый ударник разгонялся продуктами взрыва заряда взрывчатого вещества (ВВ) на участке размером H (база полета ударника) и тормозился на поверхности составной титановой капсулы сохранения, содержащей свинцовый образец. Все титановые элементы сборки изготовлены из сплава ПТ-3В листового проката. При выборе сплава ПТ-3В в качестве материала для капсулы сохранения и подложек руководствовались отсутствием фазового перехода в данном диапазоне нагружений и близким к свинцу динамическим импедансом $\rho_0 C_0$, что позволило избежать появления дополнительных волн сжатия при выходе ударной волны из свинцового образца и обеспечить достаточно низкие возникающие растягивающие напряжения.

Скорость ударника была измерена ранее с помощью лазерного интерферометра (VISAR). Зарегистрированная диаграмма скорости ударника $W(t)$ и полученная ее интегрированием диаграмма перемещения ударника $x(t)$ приведены на рис. 3. Временные значения соответствуют осциллографическим.

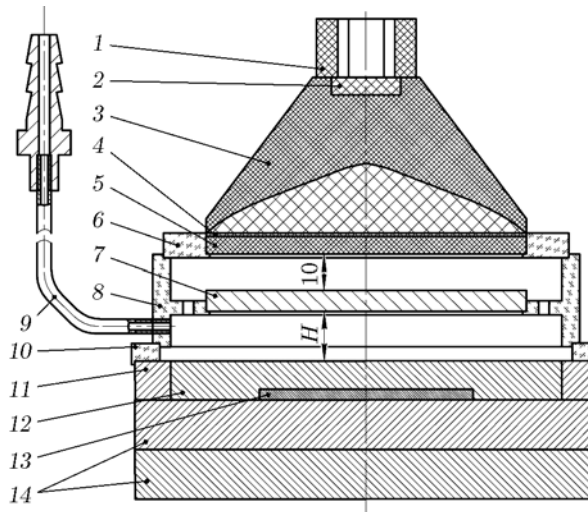


Рис. 2. Схема экспериментальной сборки:

1 — детонатор; 2 — слой пластического ВВ на основе тэна; 3 — генератор плоской детонационной волны, ВВ на основе тротила и гексогена; 4 — слой пластического ВВ на основе тэна толщиной 1 мм; 5 — заряд ВВ на основе октогена $\varnothing 90 \times 5 \text{ мм}$; 6 — обойма из оргстекла; 7 — ударник из алюминия АМг-6 $\varnothing 90 \times 6 \text{ мм}$; 8 — корпус из оргстекла; 9 — трубопровод вакуумной системы; 10 — вставка из оргстекла; 11 — обойма из титана; 12 — крышка капсулы из титана; 13 — образец из свинца $\varnothing 76 \times 2 \text{ мм}$; 14 — титановые подложки $\varnothing 90 \times 16 \text{ мм}$

Эксперименты проводились в двух постановках, отличающихся базой полета ударника H :

- 1) $H = 10 \text{ мм}$, $W = 1.9 \text{ км/с}$;
- 2) $H = 14 \text{ мм}$, $W = 2.0 \text{ км/с}$.

Для сохранения образцов и обеспечения охлаждения после эксперимента сборка помещалась в стальную бочку с водно-песчаной смесью, начальная температура которой около 15°C . Расчетное время остывания свинца в таких условиях составляет $t_{\text{ост}} = 95 \text{ с}$. Отсеки над и под ударником вакуумировали с помощью вакуумного насоса до остаточного давления 0.1 атм . В каждой постановке проведено по два эксперимента.

В отдельном эксперименте в постановке 2 с помощью манганинового датчика давления проведены измерения давления на входе в свинцовый образец и на выходе из него. Для этого на границах между титановым экраном толщиной 8 мм и свинцовым образцом, между свинцовым образцом и титановой подложкой устанавливалось по два W -образных манганиновых датчика с размещением чувствительных элементов

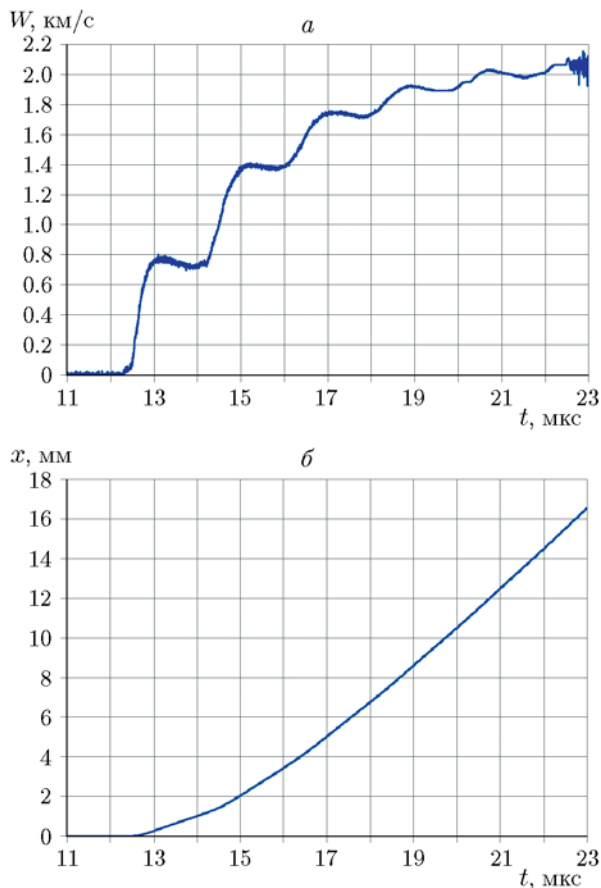


Рис. 3. Зависимости скорости ударника (а) и его перемещения (б) от времени

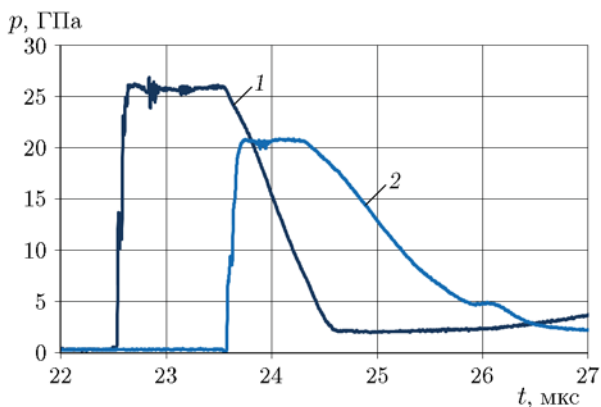


Рис. 4. Зависимость давления от времени (опыт в постановке 2):

1 — на входе в свинцовый образец, 2 — на выходе из свинцового образца

на диаметре 7 мм. Результаты эксперимента приведены на рис. 4. Временные значения соответствуют осциллографическим. Среднее зна-

чение давления на входе в образец составило 25.6 ГПа при погрешности измерения $5 \div 7 \%$.

Давление ударно-волнового нагружения свинца в постановке 1 определялось расчетным способом. Для этого проводилось моделирование экспериментальной сборки по одномерной методике УП [13] с использованием уравнения состояния Ми — Грюнайзена и модели сдвиговой прочности РИНГ алюминия, свинца и титана [14]. Среднее значение давления на входе в образец составило ≈ 23.7 ГПа.

МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СВИНЦА В РАЗЛИЧНЫХ СОСТОЯНИЯХ

Известно, что микроструктура металлов после плавления меняется, и получаемая при кристаллизации структура зависит от времени охлаждения [15]. Процесс кристаллизации при охлаждении металла начинается с образования зародышей кристаллизации. Число зародышей и скорость их роста возрастают с увеличением степени переохлаждения относительно температуры плавления, при определенной степени переохлаждения эти параметры достигают максимума и потом убывают. При этом скорость образования зародышей возрастает быстрее, чем скорость их роста, что характеризуется образованием большого количества мелких зерен.

Свинец марки С1 относится к классу чистых металлов с гранцентрированной кубической кристаллической решеткой. Плавление при нормальном давлении происходит при температуре ≈ 600 К. Заготовка для изготовления образцов получена прокаткой брусков, изготовленных по ГОСТ 3778-98. В процессе проката при холодной деформации не образуется наклепанного слоя, так как температура рекристаллизации свинца ниже комнатной.

Для четкой интерпретации следов плавления проведено исследование влияния времени охлаждения на кристаллизацию и размер зерна свинца при нормальном (атмосферном) давлении, а также влияние отжига (нагрева до температуры ниже температуры плавления) на рост зерен. Для этого подготовили пять образцов в различных состояниях:

- исходное состояние — состояние поставки (образец № 1, см. рис. 1);
- после нагрева до $T = 563$ К и охлаждения на воздухе (образец № 2);
- после плавления с охлаждением вместе с печью (образец № 3);

- после плавления с охлаждением на воздухе (образец № 4);
- после плавления с охлаждением в кювете со льдом (образец № 5).

Время охлаждения свинца после плавления можно оценить по закону Ньютона — Рихмана:

$$\frac{dQ}{dt} = \alpha S(T_S - T),$$

где Q — количество теплоты, $Q = c_v T$, c_v — удельная теплоемкость при постоянном объеме, S — площадь поверхности, T — температура тела, T_S — температура окружающей среды, α — коэффициент теплообмена, $\text{кг}/(\text{с}^3 \cdot \text{К})$. После упрощения для случая плоского бруска длиной $h = 15$ мм и высотой $l = 2$ мм получаем выражение

$$t_{\text{ост}} \approx \frac{c_v}{\alpha l^2} \ln \left(\frac{T_S - T_0}{T_S - T} \right),$$

где T_0 — начальная температура тела. Вычисленные при $\alpha = 35 \text{ кг}/(\text{с}^3 \cdot \text{К})$, $c_v = 0.12 \cdot 10^{-3} \text{ кг} \cdot \text{м}^2/(\text{с}^2 \cdot \text{К})$ значения времени охлаждения свинца приведены в таблице.

Микрошлифы для исследований приготавливали на оборудовании и по методикам фирмы «Struers» (Дания) с использованием оригинальных расходных материалов, травление проводилось в реактиве состава 10 мл воды + 5 мл этилового спирта + 5 мл 30 % пероксида водорода + 35 мл уксусной кислоты. Микроструктуру исследовали на оптическом микроскопе CarlZeiss Axiovert 200MAT с помощью системы анализа изображений «ВидеоТесТ-Размер 5.0» при различных увеличениях.

Микротвердость измеряли микротвердомером ПМТ-3 при нагрузке на индентор 10 гс в соответствии с ГОСТ 9450-76.

№ п/п	T , К	$t_{\text{ост}}$, с	D_0 , мкм	ρ_d , %	H_V , кгс/мм ²
1	293	—	300	10.3	7.3
2	563	5	490	7.78	6.9
3	600 (плавление)	>3600	460	—	6.8
4		5	200	5.4	6.6
5		2.2	89	—	6.5
6	—	≈95	315	—	7.3
7	—	≈95	130	—	6.84

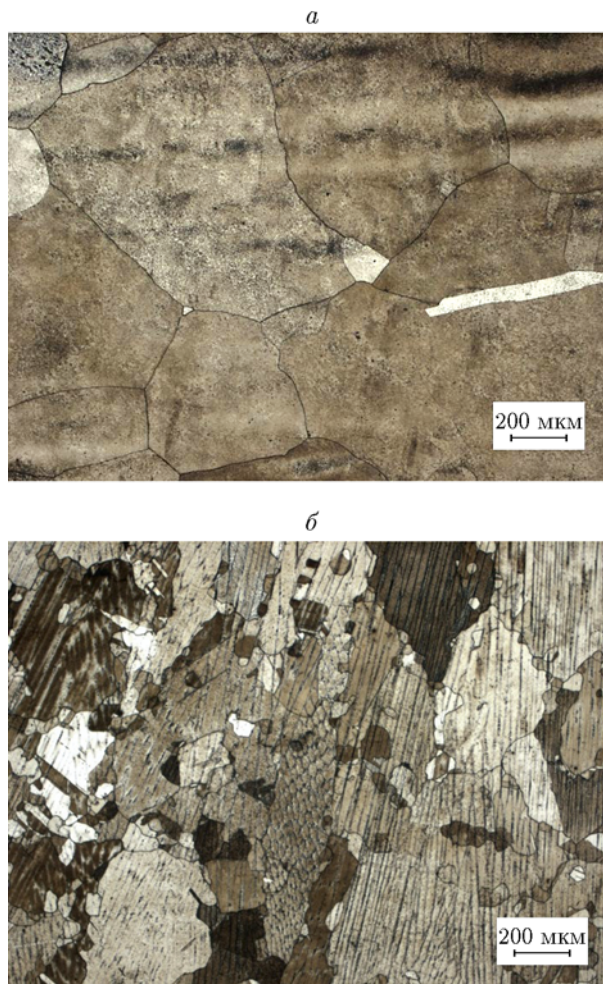


Рис. 5. Микроструктура свинца после нагрева до температуры 563 К и охлаждения на воздухе (а) и после плавления и охлаждения на воздухе (б)

На рис. 5,а приведена фотография микроструктуры свинца после нагрева его до температуры $T = 563 \text{ К}$, т. е. меньше температуры плавления, но больше температуры рекристаллизации. Структура материала после нагрева практически не отличается от структуры материала в состоянии поставки, однородна по сечению, состоит из крупных равноосных зерен, внутри некоторых из них видны двойники. Средний размер зерна увеличился на ≈60 % по сравнению с исходным образцом.

На рис. 5,б приведена фотография микроструктуры образца № 4 после плавления и охлаждения на воздухе. Структура образца неоднородна по сечению, рядом с крупными вытянутыми зернами встречаются участки с мелким равноосным зерном. Внутри зерен хоро-

шо просматривается литая дендритная структура. Некоторые зерна свинца имеют двойниковое строение. Средний размер зерна уменьшился на $\approx 30\%$ по сравнению с исходным образцом.

В ходе исследования влияния времени охлаждения на кристаллизацию свинца при нормальном (атмосферном) давлении установлено, что в материале всех изученных образцов хорошо просматривается литая дендритная структура в виде участков разной степени вытравливания, что объясняется химической микронеоднородностью внутри кристаллов. Химическая микронеоднородность обусловлена внутрикристаллитной ликвацией — кристаллизация расплава начинается с образования зародышей, которые становятся осями дендритов, в дальнейшем на них послойно нарастает металл. В то же время примеси, присутствующие даже в чистых металлах, отгоняются в расплав, застывающий в последнюю очередь в межосных пространствах. Применяемое для выявления структуры свинца химическое травление по-разному окрашивает участки с различным химическим составом, хорошо выявляя дендритную структуру и границы зерен. Образование вытянутых зерен можно объяснить неравномерностью теплоотвода при кристаллизации и преимущественным ростом кристаллов в направлении теплоотвода. При этом установлено, что увеличение скорости охлаждения (степени переохлаждения) при кристаллизации свинца приводит к уменьшению размеров дендритов и получению более тонкой структуры.

На рис. 6 представлены зависимости размера зерна от времени остывания и от температуры нагрева и последующего охлаждения на воздухе, а также зависимости плотности двойников и микротвердости от температуры нагрева и последующего охлаждения на воздухе. Все полученные значения приведены в таблице. Из рис. 6 и таблицы видно, что после плавления и остывания на воздухе размер зерна свинца значительно изменяется по сравнению с исходным. Наличие дендритной структуры является свидетельством плавления свинца и не зависит от скорости (способа) остывания. С увеличением температуры наблюдается уменьшение в два раза плотности зерен, содержащих двойники, и незначительное уменьшение микротвердости.

Проведен микроструктурный анализ об-

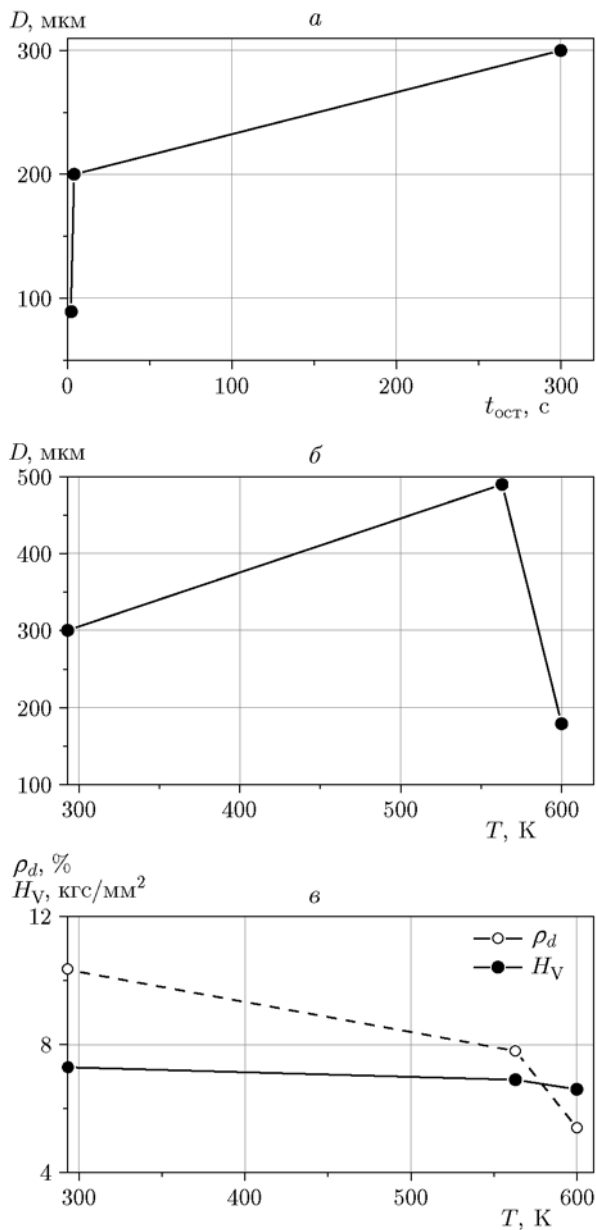


Рис. 6. Зависимости размера зерна от времени остывания (а), размера зерна от температуры нагрева и последующего охлаждения на воздухе (б), плотности двойников и микротвердости от температуры нагрева и последующего охлаждения на воздухе (в)

разцов, сохраненных после ударно-волнового нагружения и разгрузки:

- в эксперименте в постановке 1 (образец № 6);
- в эксперименте в постановке 2 (образец № 7).

На рис. 7 приведены характерные фотографии микроструктуры образцов.

В образце № 6 на фоне деформационных линий хорошо видны рекристаллизова-

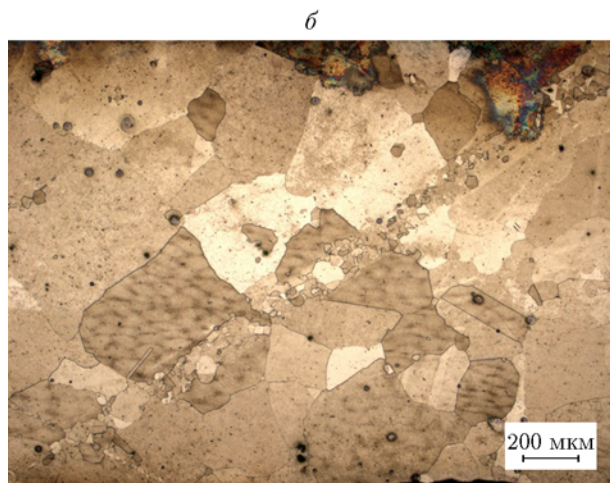
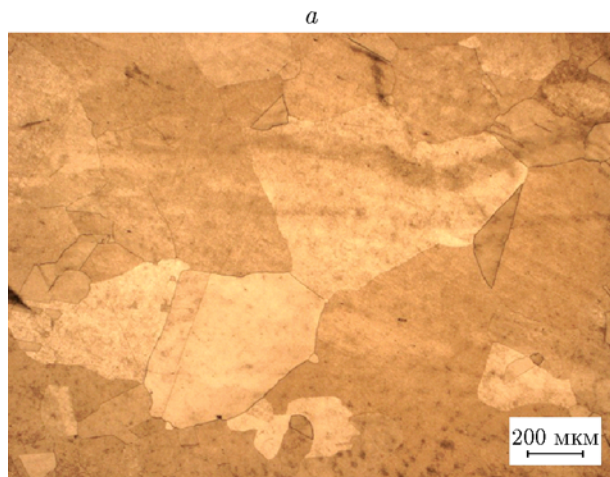


Рис. 7. Микроструктура образцов № 6 (а) и № 7 (б) после ударно-волнового нагружения

ные зерна. Структура образца аналогична структуре материала в состоянии поставки. Средний размер зерна близок к размеру в исходном образце. Следов плавления не обнаружено.

В центральной части образца № 7 обнаружены дефекты в виде пор, микротрещин различного размера, откольные повреждения (закнутые трещины чечевицепоподобной формы). Средний размер зерна уменьшился на $\approx 50\%$. В нижней части образца обнаружены участки с литой дендритной структурой. При перемещении от центральной части мишени к периферии количество и площадь, занимаемая оплавленными участками с дендритным строением, сокращаются. Можно сделать вывод о частичном плавлении образца.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

С помощью металлографического анализа показано, что наличие дендритной структуры свидетельствует о плавлении свинца, причем факт наличия не зависит от скорости (способа) остывания.

По результатам металлографического анализа обнаружены следы плавления свинца при давлении нагружения 25.6 ± 1.3 ГПа. При меньшем давлении ≈ 23.7 ГПа, определенном расчетным способом, следов плавления не обнаружено.

ЛИТЕРАТУРА

1. Батьков Ю. В., Герман В. Н., Осипов Р. С., Новиков С. А., Цыганов В. А. Плавление свинца при ударном сжатии // ПМТФ. — 1988. — Т. 29, № 1. — С. 149–151.
2. Беляков Л. В., Валицкий В. П., Златин Н. А., Мочалов С. М. О плавлении свинца в ударной волне // Докл. АН СССР. — 1966. — Т. 170, № 3. — С. 540–543.
3. Федоров А. В., Михайлов А. Л., Финюшин С. А. и др. Исследование особенностей поведения свинца при ударно-волновом нагружении и последующей разгрузке // XV Харитоновские тематические научные чтения / под ред. А. Л. Михайлова. — Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2013. — С. 274.
4. Гатиллов Л. А. Электросопротивление ударно-сжатого свинца / Тр. ВНИИФТРИ. Физика импульсных давлений. — 1979. — Вып. 44 (77). — С. 104.
5. Новиков С. А., Сеницына Л. М. О влиянии давления ударного сжатия на величину критических напряжений сдвига в металлах // ПМТФ. — 1970. — Т. 11, № 6. — С. 98–106.
6. Урлин В. Д. Плавление при сверхвысоких давлениях, полученных в ударной волне // ЖЭТФ. — 1965. — Т. 49, № 2(8). — С. 485–492.
7. Копышев В. П., Медведев А. Б. Термодинамическая модель сжимаемого коволюма. — Саров, 1995. — С. 58. — (Препринт/РФЯЦ-ВНИИЭФ).
8. Медведев А. Б. Модель уравнения состояния с учетом испарения, ионизации и плавления // ВАНТ. Сер. Теорет. и прикл. физика. — 1992. — Вып. 1. — С. 23–29.
9. Xiang M., Hu H., Chen J., Liao Y. Molecular dynamics studies of thermal dissipation during shock induced spalling // J. Appl. Phys. — 2013. — V. 114, N 12. — 123509.
10. Xiang M., Hu H., Chen J. Spalling and melting in nanocrystalline Pb under shock loading: Molecular dynamics studies // J. Appl. Phys. — 2013. — V. 113, N 14. — 144312.

11. Xiang M., Hu H., Chen J., Long Y. Molecular dynamics simulations of micro-spallation of single crystal lead // *Modell. Simul. Mater. Sci. Eng.* — 2013. — V. 21, N 5. — 055005.
12. Альтшулер Л. В., Баканова А. А., Бушман А. В., Дудолодов И. П., Зубарев В. Н. Испарение ударно-сжатого свинца в волнах разгрузки // *ЖЭТФ.* — 1977. — Т. 73, вып. 5. — С. 1866–1872.
13. Гаврилов Н. Ф., Иванова Г. Г., Селин В. И., Софронов В. Н. Программа УП-ОК для решения одномерных задач механики сплошной среды в одномерном комплексе // *ВАНТ. Сер. Методики и программы численного решения задач математической физики.* — 1982. — Вып. 3. — С. 11–14.
14. Глушак Б. Л., Игнатова О. Н., Надежин С. С., Раевский В. А. Релаксационная модель сдвиговой прочности пяти металлов (алюминий, бериллий, медь, тантал, уран) // *ВАНТ. Сер. Мат. моделирование физ. процессов.* — 2012. — Вып. 2. — С. 25–36.
15. Лахтин Ю. М., Леонтьева В. П. *Материаловедение.* — 5-е изд., перераб. — М.: Альянс, 2009.

Поступила в редакцию 23.08.2018.

После доработки 06.09.2019.

Принята к публикации 06.11.2019.
