

PACS: 81.40.Vw, 81.40.-z

А.И. Дерягин¹, Б.М. Эфрос², В.А. Завалишин¹, Ю.В. Сыропятова¹,
Н.Б. Эфрос²

ВЛИЯНИЕ МАТЕРИАЛА НАКОВАЛЕН БРИДЖМЕНА НА МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ОБРАЗЦОВ ПАРАМАГНИТНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

¹Институт физики металлов УрО РАН

ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620219, Россия

²Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины

ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 22 сентября 2003 года

При интенсивной пластической деформации (ИПД) сдвигом под давлением в наковальнях Бриджмена из сплава ВК-6 обнаружено, что парамагнитные образцы ниобия приобретают ферромагнитную составляющую, обусловленную проникновением кобальта в поверхностный слой образца. ИПД в наковальнях из вольфрама приводит к незначительному увеличению намагниченности и восприимчивости, обусловленному дефектами поверхностного слоя. Предложено для исследования магнитных свойств парамагнитных образцов после ИПД проводить электрохимическую полировку с целью снятия поверхностного слоя, обогащенного кобальтом.

Введение

Приборы исследования и инструменты, применяемые для приготовления образцов различных металлов, могут оказывать на последние механическое, тепловое или электромагнитное воздействие, что в той или иной мере влияет на физико-механические свойства образцов. При контакте инструмента с поверхностью образца в процессе его приготовления посредством обработки резанием, прокаткой, волочением и др. возможно проникновение материала инструмента в поверхностный слой образца. Поэтому для обеспечения корректной оценки истинных свойств изучаемого объекта необходимы как анализ влияния материала инструментов, так и меры, устраняющие данное влияние.

Ранее отмечалось, что при пластической деформации прокаткой, волочением и др. изменялись магнитные свойства парамагнитных металлов, что объяснялось обогащением поверхности образцов материалом инструмента [1]. ИПД сдвигом в условиях высокого квазигидростатического давления в наковальнях Бриджмена, изготовленных из сплава ВК-6, используется для приготовления ультрамелкозернистых (УМЗ) образцов металлов и сплавов,

а также для создания твердых растворов, где компоненты материала зачастую близки по твердости к сплаву ВК-6. Исследуя механические или магнитные свойства УМЗ-образцов после ИПД сдвигом в наковальнях Бриджмена, авторы опубликованных работ не учитывают влияния материала наковален либо не указывают условий, устраняющих подобное влияние [2].

В этой связи в работе исследовано контактное взаимодействие наковален Бриджмена и образца парамагнитного металла с целью устранения указанного негативного эффекта.

Материал и методики исследования

В качестве объекта исследования нами взят монокристаллический парамагнитный ниобий чистотой 99.99 mass%. Магнитная восприимчивость Nb составляла $\chi = 2.28 \cdot 10^{-6}$. В этом случае изменения магнитных свойств при пластической деформации не могут быть обусловлены образованием ферромагнитных фаз, что зачастую наблюдается при пластической деформации парамагнитных сталей [3]. Образцы диаметром 5 mm и толщиной 0.2 mm подвергали ИПД сдвигом под высоким давлением до 5 GPa с различным числом оборотов наковален Бриджмена и, следовательно, различной величиной истинной пластической деформации e при комнатной температуре. ИПД осуществляли в наковальнях, изготовленных из сплава ВК-6 (94 mass% карбида вольфрама + 6 mass% кобальта), а также из чистого вольфрама (99.9 mass% W). Исследования магнитных свойств образцов проведены методом Фарадея на установке конструкции ИФМ УрО РАН [4].

Результаты эксперимента и обсуждение

На рис. 1,а представлена зависимость удельной намагниченности σ ниобия от напряженности магнитного поля H . Видно, что исходный недеформированный монокристаллический ниобий имеет типичную для парамагнетика линейную зависимость $\sigma(H)$ (кривая 1). После ИПД со степенью $e \approx 3.5$ в наковальнях Бриджмена, изготовленных из сплава ВК-6, образец Nb имеет отчетливый гистерезис зависимости $\sigma(H)$ (кривая 2). Величина коэрцитивной силы $H_c \approx 20$ Oe, что свидетельствует о наличии ферромагнитной составляющей в образце Nb. После того, как образец подвергли электрохимической полировке в растворе состава $\text{HNO}_3 (\approx 28.6 \text{ vol.}\%) + \text{HF} (\approx 28.6 \text{ vol.}\%) + \text{H}_2\text{SO}_4 (\approx 42.8 \text{ vol.}\%)$ и с поверхности сняли слой толщиной $h \approx 0.03$ mm, зависимость $\sigma(H)$ стала практически совпадать с этой зависимостью для недеформированного образца (рис. 1,а, кривая 4).

На рис. 1,б представлена в большем масштабе зависимость $\sigma(H)$ для недеформированного (кривая 1) и полированного после деформации (кривая 2) образцов. Некоторое отличие намагниченности и отклонение от линейности $\sigma(H)$ типичны для деформированных образцов с высокой плотностью дефектов (границы зерен, дислокаций) [5]. Снятие поверхностного слоя толщиной $\Delta = 0.05$ mm не изменило зависимость $\sigma(H)$.

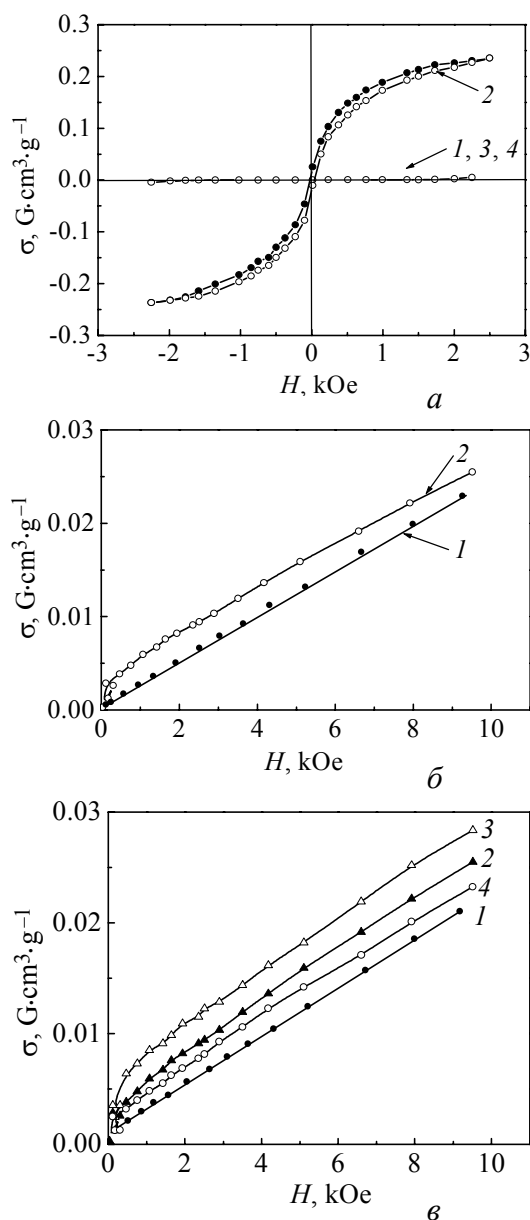


Рис. 1. Зависимости удельной намагниченности от напряженности магнитного поля для ниобия в недеформированном состоянии (кривые 1) и после деформации: *а*: 2 – ИПД ($e \approx 3.6$, $P \approx 5$ ГПа) в наковальнях из сплава ВК-6, 3 – то же, что для кривой 2, с последующей электрохимической полировкой, 4 – ИПД сдвигом ($e \approx 7$, $P \approx 2$ ГПа) в наковальнях из вольфрама; *б*: 2 – то же, что для кривой 3 (*а*); *в*: 2 – ИПД сдвигом ($e \approx 5.5$, $P \approx 1.1$ ГПа) в наковальнях из вольфрама; 3 – то же, что для кривой 4 (*а*), 4 – то же, что для кривой 3, с последующей электрохимической полировкой

С целью убедиться, что наблюдаемая ферромагнитная составляющая образца обусловлена влиянием материала наковален, а не структурными изменениями образца при ИПД, были изготовлены наковальни Бриджмена из технически чистого (≈ 99.9 mass%) вольфрама, восприимчивость которого $\chi = 0.29 \cdot 10^{-6}$, и проведена деформация образца сдвигом под давлением со степенями до $e \approx 7$ (рис. 1, *а*, кривая 4). Таким образом, контактная пара представляла собой только парамагнитные металлы, а набор степеней деформации позволял определить ее роль в изменении магнитных свойств образца при пластической деформации. Даже после деформации ниобия в наковальнях, изготовленных из вольфрама, со степенью $e \approx 7$ зависимость $\sigma(H)$ практически не отличается от аналогичной для недеформированного образца (рис. 1, *а*, кривая 1).

На рис. 1, *в* приведены эти зависимости в большем масштабе. Видно, что удельная намагниченность растет по мере увеличения степени деформации e (т.е. числа оборотов наковален). Зависимость $\sigma(H)$ отличается от линейной, но отсутствует гистерезис $\sigma(H)$ даже при больших степенях деформации.

Наличие гистерезиса зависимости $\sigma(H)$ для образцов, деформированных кобальта в наковальнях из сплава ВК-6, свидетельствует о проникновении кобальта в поверхностный слой образца, так как карбид вольфрама является парамагнитным и, следовательно, не может привести к подобной зависимости

$\sigma(H)$. Кроме того, величина $H_c \approx 20$ Ое образца близка к значению $H_c = 8.9$ Ое кобальта [4]. По величине приращения удельной намагниченности $\Delta\sigma$ можно оценить количество кобальта ($\sim 1.3 \cdot 10^{-3}$ mass%) в поверхностном слое образца. Отличие начальной магнитной проницаемости $\mu \approx 37$ от таковой для чистого кобальта $\mu = 68$ [5], вероятно, обусловлено образованием твердого раствора Nb–Co в поверхностном слое образца. Возврат к исходной зависимости $\sigma(H)$ после снятия 0.03 мкм этого слоя посредством электрохимической полировки свидетельствует о его обогащении кобальтом. Подтверждением факта загрязнения поверхности образца материалом наковален является использование наковален из парамагнитного вольфрама, восприимчивость которого близка к восприимчивости исследуемого материала образца. В этом случае $\sigma(H)$ практически не изменяется. Проникновение в поверхность образца кобальта, вероятно, обусловлено его диффузией по дефектам поверхностного слоя (дислокациям, границам зерен). Некоторое отличие зависимости $\sigma(H)$ для Nb, деформированного в наковальнях из сплава ВК-6 и полированного (рис. 1,б) и деформированного в наковальнях из вольфрама (рис. 1,в, кривая 4), от зависимости $\sigma(H)$ для недеформированного Nb обусловлено дефектной структурой деформированного образца [6]. Причем, чем выше степень деформации, тем больше восприимчивость и, следовательно, величина намагниченности отличаются от соответствующих значений для недеформированного образца (рис. 1,в, кривая 3). При электрохимической полировке поверхности снимается наиболее дефектный (наклепанный) поверхностный слой, что приводит к понижению восприимчивости и намагниченности (рис. 1,в, кривая 4).

Выводы

При интенсивной пластической деформации сдвигом под высоким давлением в наковальнях Бриджмена из сплава ВК-6 поверхностный слой образца Nb обогащается кобальтом. Для исследования магнитных свойств деформированных парамагнитных образцов в данных условиях необходимо проводить электрохимическую полировку с целью снятия загрязненного поверхностного слоя.

1. *A. Kussman, H. Seeman, Z. Für Phys.* **77**, 567 (1972).
2. *А.А. Ремпель, А.И. Гусев, С.З. Назарова, Р.Р. Мулюков, ДАН СССР* **345**, 330 (1995).
3. *А.И. Дерягин, В.А. Завалишин, В.В. Сагарадзе, А.Р. Кузнецов, Изв. вузов. Физика* **44**, № 2, 71 (2001).
4. *А.И. Дерягин, Б.М. Эфрос, В.А. Завалишин, Л.В. Лоладзе, Н.Б. Эфрос, В.П. Пиллюгин, ФТВД* **13**, № 3, 55 (2003).
5. *Р. Бозорт, Ферромагнетизм, Изд-во иностр. лит., Москва* (1956).
6. *А.И. Дерягин, В.А. Павлов, К.Б. Власов, ФММ* **34**, 279 (1972).

A.I. Deryagin, B.M. Efros, V.A. Zavalishin, Yu.V. Syropyatova, N.B. Efros

EFFECT OF THE BRIDGMAN ANVILS MATERIAL ON MAGNETIC PROPERTIES OF SAMPLES OF PARAMAGNETIC METALS AND ALLOYS SUBJECTED TO SHEARING STRAIN UNDER PRESSURE

It has been found that paramagnetic niobium samples subjected to severe plastic deformation (SPD) by shear under pressure, in Bridgman anvils made of the BK-6 alloy, acquire the ferromagnetic component due to cobalt penetration into surface layer of the specimen. SPD in tungsten anvils results in a negligible growth of magnetization and susceptibility at the expense of surface-layer defects. To investigate the magnetic properties of paramagnetic samples after the SPD it is proposed to polish the samples electrochemically for removing the cobalt-rich surface layer.

Fig. 1. Dependencies of specific magnetization on magnetic-field strength for niobium in undeformed state (curve 1) and after deformation: *a*: 2 – SPD ($e \approx 3.6$, $P \approx 5$ GPa) in BK-6 alloy anvils, 3 – the same as for curve 2, but with electrochemical polishing, 4 – shearing SPD ($e \approx 7$, $P \approx 2$ GPa) in tungsten anvils; *b*: 2 – the same as for curve 3 (*a*); *c*: 2 – SPD by shear ($e \approx 5.5$, $P \approx 1.1$ GPa) in tungsten anvils, 3 – the same as for curve 4 (*a*), 4 – the same as for curve 3, but with electrochemical polishing