

Н.В. Минаков, В.Ю. Пучкова, Г.Е. Хоменко, В.В. Бурдин

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев

УСТАНОВКА КОМПЛЕКСНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ В НЕРАВНОВЕСНЫХ УСЛОВИЯХ



Показаны возможности высокоскоростной рентгеновской установки — прибора реального времени для исследования ряда свойств металлов и сплавов в неравновесных условиях.

Ключевые слова: высокоскоростная рентгеновская установка, скоростные электронагревания, электросопротивление, дилатометрия, фазовые превращения.

В последние годы появилось много новых способов воздействия на фазовое и структурное состояния различных металлов и сплавов, что позволяет существенно повысить их прочность, надежность и другие эксплуатационные характеристики. Широкое распространение получил метод электротермической обработки. Применение метода непрерывного электронагревания не только значительно сокращает время обработки, но, что особенно важно, позволяет формировать в металле такие структурные состояния, которые часто нельзя получить, используя традиционные методы обработки. Объясняется это тем, что от условий нагревания и охлаждения, и, прежде всего, от скорости и конечных температур меняются условия фазовых и структурных изменений в металлах и сплавах. К настоящему времени накоплен обширный экспериментальный и теоретический материал по изменению свойств материалов при стационарных (обычно неизменных) условиях их эксплуатации, разработано большое количество методов и создано оборудование для определения раз-

личных свойств материалов [1–7]. Особый интерес представляет изучение этих факторов за время ≤ 1 с, т.е. при высоких скоростях изменения состояния, которые происходят в материалах при форсированном режиме двигателя в процессе сварки, термообработки, деформации. Возникла необходимость проводить одновременно контроль таких важных физических характеристик, как фазовый состав и структурное состояние, электросопротивление, тепловыделения, магнитные, температурные и линейные изменения.

До настоящего времени по целому ряду принципиальных положений структурообразования в материалах при неравновесных условиях их эксплуатации нет единого мнения. Это связано, прежде всего, с быстротечностью протекания тех или иных процессов и трудностью регистрации количественных параметров этих изменений. Поэтому для более глубокого понимания закономерностей изменения свойств материалов при неравновесных условиях их эксплуатации необходимо создавать новые приборы и оборудование с минимальным временем регистрации изменений тех или иных физических величин. Это позволит сознательно конструировать материалы с задан-

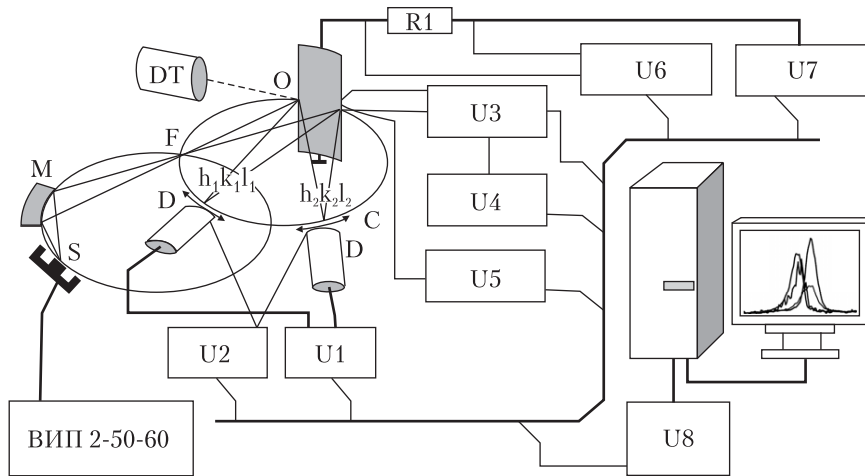


Рис. 1. Блок-схема автоматической установки комплексного исследования материалов при неравновесных условиях с использованием рентгеноструктурного анализа: *U1* – блок детектирования рентгеновского излучения; *U2* – блок сканирования щелью (с электромеханическим управлением перемещения щели); *U3* – блок измерения температуры; *U4* – блок измерения падения уровня переменного напряжения на термопаре ΔU ; *U5* – блок измерения тока, пропускаемого через образец; *U6* – устройство нагрева образца; *U7* – система сопряжения с персональной электронно-вычислительной машиной (ПЭВМ) с программным обеспечением; *ВИП 2-50-60* – источник питания рентгеновской трубки; *U8* – вакуумная система

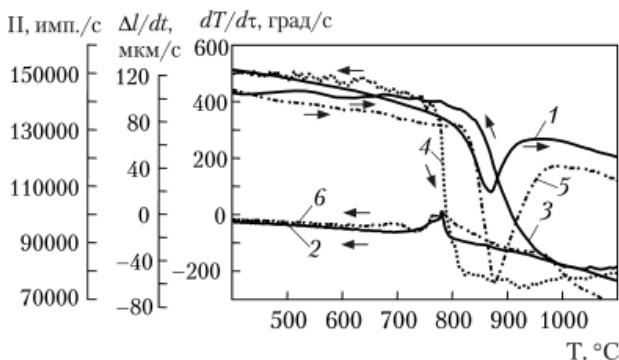


Рис. 2. Дифференциальная термическая ($dT/d\tau$) и дилатометрическая ($d\Delta l/d\tau$) кривые сплава Zr-1Nb: 1, 2 – дифференциальные термограммы при нагревании (1) и охлаждении (2); 3, 4 – интегральная интенсивность линии сплава $(101)_{\alpha}$ Zr-1Nb при нагревании (3) и охлаждении (4); 5, 6 – дилатограммы при нагревании (5) и охлаждении (6)

ными свойствами, а значит повысить надёжность и долговечность изделия.

В Институте проблем материаловедения (ИПМ) им. И.Н. Францевича НАН Украины разработана вакуумная рентгеновская уста-

новка, позволяющая в режиме реального времени проводить комплексные исследования изменения некоторых физических свойств материалов в широком интервале температур при нагревании и охлаждении (с различными скоростями). Нагревание образца осуществляется прямым пропусканием тока промышленной частоты. Непосредственно в процессе эксперимента автоматически регистрируются (в аналоговой или цифровой форме) температура, линейные размеры образца, а также дифференциал этих характеристик по времени, что позволяет проводить более тонкий термический и дилатометрический анализы. При необходимости регистрируется также электросопротивление. Блок-схема установки представлена на рис. 1.

С целью достижения максимальной светосилы рентгенооптическая часть установки построена как камера Зеемана–Болина: фокус рентгеновской трубки, образец и сканирующие щели расположены на одной окружности диаметром 100 мм. Количество щелей, шаг и часто-

та сканірування определяются задачами и условиями проведения эксперимента. Распределение интенсивности рентгеновских интерференционных максимумов записывается за каждый период сканирования, осуществляемое с помощью механического возвратно-поступательного движения щелей. Щели устанавливаются на ожидаемое положение рентгеновских максимумов, соответственно этому положению устанавливается неподвижно детектор рентгеновского излучения. Установка конструктивно позволяет в широких пределах изменять шаг и частоту сканирования и устанавливать необходимое количество щелей. При достаточно качественной регистрации профиля интерференционных максимумов для анализа изменения тонкой структуры в исследуемых материалах можно использовать широкий спектр хорошо развитых методов рентгеноструктурного анализа, в том числе и гармонический. Важно отметить, что все эти характеристики регистрируются непосредственно в процессе фазовых и структурных перестроек в материале через малый промежуток времени (период сканирования). Созданная установка имеет следующие технические характеристики:

Минимальное время записи интенсивностей рентгеновских максимумов, с	10^{-3}
Период сканирования, с	от 0,5 до 10^{-2}
Диапазон углов отражения Θ , град	$10 \div 70$
Число каналов (линий) записи интенсивностей дифракционных линий	4
Погрешность измерения интенсивности рентгеновских максимумов, %	5
Точность определения параметра кристаллической решетки, нм	$\pm 10^{-4}$
Точность определения температуры образца, К	± 2
Скорость нагрева образца, К/с	до 10^3
Вакуум, мм.рт.ст.	10^{-4}
Температурный интервал нагрева образца, К	до 2073

Проиллюстрируем определения температурного интервала фазового превращения и изменения некоторых физических параметров на примере сплава Zr-1Nb. Состав: Nb — 1 мас. %, остальное — Zr (см. рис. 2).

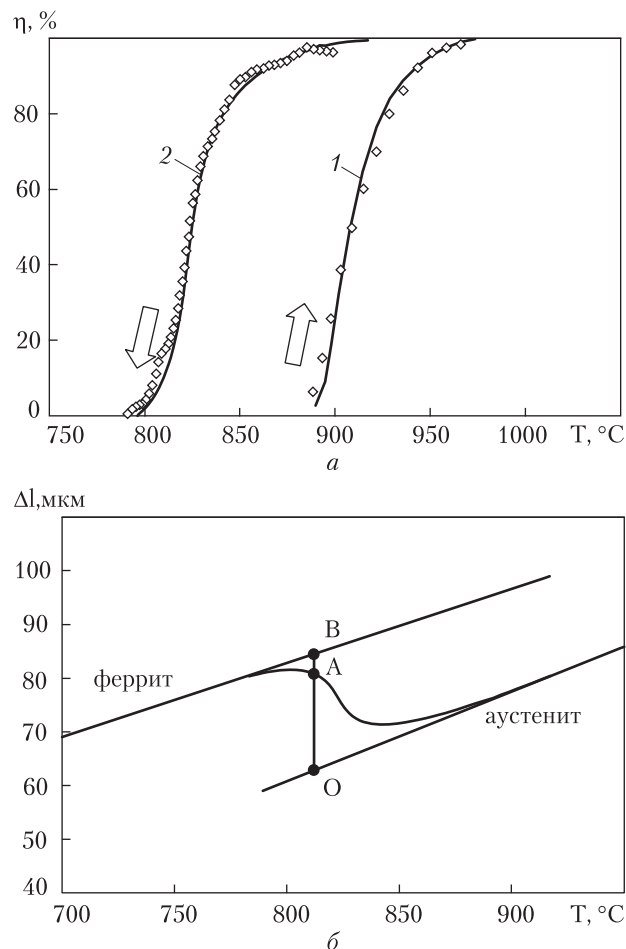


Рис. 3. Определение объемной доли аустенита по рентгеновским и дилатометрическим данным: *a* — объемная доля аустенита (η) в армо-железе при нагревании (1) и охлаждении (2) в зависимости от температуры по рентгеновским (линии) и дилатометрическим (точки) данным; *б* — методика определения объемной доли аустенита по дилатограмме

При скоростных электронагревах исследуемых образцов на установке одновременно регистрируются рентгеновские дифракционные линии и дилатометрические данные. При этом рентгеновские данные $\alpha \leftrightarrow \beta$ -перехода записываются в режиме интегральной интенсивности, т.е. за счет устранения щели перед детектором регистрируются все кванты рентгеновской линии. Изменение интенсивности характеризует степень протекания фазового перехода. Такой режим регистрации позволяет повысить

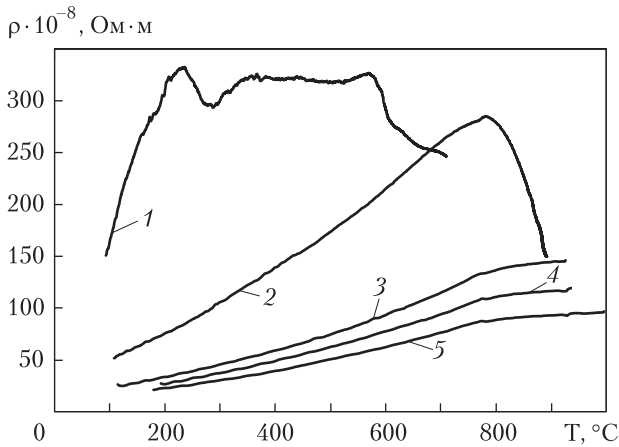


Рис. 4. Удельное электросопротивление ленты из порошкового железа в процессе спекания при разных режимах нагрева: 1 – подготовительный; 2 – до 900 °С; 3 – до 930 °С; 4 – до 930 °С; 5 – до 1000 °С

чувствительность при обнаружении первых порций образующейся фазы и более точно определить момент начала и конца фазового превращения и рассчитать объемную долю образующейся фазы во времени.

Для более точного разграничения тепловых и объемных изменений в ходе фазовых превращений производится дифференцирование термических и дилатометрических кривых. Непрерывная запись в процессе *нагрева–охлаждения* интегральной интенсивности дифракционных максимумов α - и β -фаз, термических и дилатометрических кривых ($dT/d\tau$, $d\Delta l/d\tau$) позволяет судить о характере изменений и фиксировать более тонкие процессы тепловыделения. Методика исследования образцов на установке изложена в [8].

Результаты представлены на рис. 2. По дифференциальным термическим (скорости нагрева и охлаждения – линии 1, 2) и дилатометрическим кривым (линии 5, 6), а также по данным интегральной интенсивности линии (101) α -фазы (линии 3, 4) определяли температурный интервал $\alpha \rightarrow \beta$ -фазового превращения. При нагреве $\alpha \rightarrow \beta$ -фазовое превращение заканчивается полностью при 950 °С,

при охлаждении – при 711 °С. В нашем случае $\alpha \rightarrow \beta$ -фазовое превращение при нагревании происходит с поглощением тепла (линия 1), при охлаждении – с выделением тепла (линия 2). Интегральная интенсивность (линии 3, 4) показывает, что α -фаза превращается в β -фазу в интервале температур 950÷1000 °С.

По данным интегральной интенсивности и дилатометрии можно определить объемную долю фазы, образующейся в процессе фазового превращения в процессе нагрева–охлаждения.

На рис. 3, а приведен пример исследования объемной доли аустенита γ -фазы (η) в армо-железе при нагревании–охлаждении. Скорость нагрева армо-железа – 100 °С/с, охлаждения – 20 °С/с. Точки на рисунке соответствуют дилатометрическим данным, линии получены из интегральной интенсивности линии (311) γ -фазы. Для определения объемной доли γ -фазы по дилатометрическим данным был использован геометрический метод, разработанный Элдисом [9], методика которого показана на рис. 3, б с дальнейшим расчетом по формуле

$$\eta = \frac{BA}{OB}, \quad (1)$$

где BA , OB – отрезки на графике (рис. 3, б).

Данные по определению объемной доли фазы, полученные по дилатометрическим исследованиям и по интегральной интенсивности, совпадают.

Электросопротивление – структурно-чувствительная характеристика металлов, обусловленная рассеянием электронов проводимости, в том числе из-за колебаний атомов решетки. При повышении температуры растет амплитуда этих колебаний, что приводит к увеличению электросопротивления.

Метод, основанный на измерении электросопротивления, применяется в металловедении для изучения диаграмм фазово-структурных превращений. Кроме того, измерение электросопротивления позволяет получать данные относительно характера, природы и concentra-

ции разных дефектов, которые возникают в сплаве и металлах в процессе термомеханической обработки. При производстве порошковых материалов электросопротивление используется для анализа и контроля процессов спекания [10], т.к. величина электросопротивления характеризует качество формирования контакта между спекаемыми частицами. Обычно электросопротивление измеряют после каждого спекания по 4-точечной схеме с помощью измерительного моста, что не позволяет исследовать процесс спекания в реальном времени [11].

По данным измерения относительного электросопротивления r/r_0 и дальнейшего расчета удельного электросопротивления ρ можно исследовать и контролировать процесс спекания порошкового материала.

Для примера приведем данные по исследованию процесса спекания пористого порошкового железа. Образец в виде ленты толщиной ~1 мм, полученный прокаткой порошка железа при комнатной температуре, подвергался нагреванию с различной скоростью в температурном интервале 20÷1000 °С с выдержкой 120 с при максимальной температуре. Скорость нагревания составляла от 4 °С/с (рис. 4, линия 1) до 50 °С/с (рис. 4, линии 2–5). По разработанной нами методике на рис. 4 приведены данные по измерению относительного электросопротивления. Используя стандартные измерения по 4-точечной схеме, рассчитали значения удельного электросопротивления ρ . Линия 1, полученная при нагреве в интервале температур 20÷700 °С, показывает высокие значения электросопротивления, что говорит о несформированном контакте между спекаемыми частицами. При нагреве выше 750 °С и времени выдержки 120 с значение электросопротивления резко снижается (см. рис. 3, линия 2), что свидетельствует о протекании процесса спекания и улучшении контакта между частицами порошка.

При последующем нагревании до температуры 770 °С, при которой происходит магнитное превращение (точка Кюри), удельное

электросопротивление растет быстро (рис. 4, линия 3). При нагревании выше этой температуры (наклон линии на рис. 4) температурный коэффициент электросопротивления (ТКС) уменьшается за счет активизации процесса спекания и образования более плотных контактов между частицами. По мере спекания образцов ТКС приближается к значениям, характерным для компактного материала (рис. 4, линии 3–5). Сопротивление ρ спекленного образца (пористость 12 %) при 20 °С составило $12 \cdot 10^8$ Ом · м. Пористость измеряли объемнометрическим методом.

Таким образом, можно сказать, что полученные зависимости удельного электросопротивления от температуры при спекании порошковых материалов на установке позволяют контролировать процесс спекания и выбирать оптимальные режимы электроспекания для получения качественных компактных порошковых заготовок. Более подробно эти результаты представлены в работе [12].

Вакуумная рентгеновская установка, разработанная в ИПМ им. И.Н. Францевича НАН Украины, позволяет регистрировать в реальном времени большое количество физических характеристик и может быть использована для комплексных исследований быстро протекающих процессов в материале.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гинье А. Рентгенография кристаллов. — М.: Гос.изд. физ.-мат.лит., 1961. — 604 с.
2. Elmer J.W., Palmer T.A., Babu S.S. et al. Direct observations of austenite, bainite, and martensite formation during Arc Welding of 1045 steel using time – resolved X-ray diffraction // Welding Journal. — 2004. — № 9. — P. 244–253.
3. Минаков В.Н., Трефилов В.И. Исследование сталей и сплавов. — М.: Наука, 1964. — С. 384–388.
4. Безбах В.Д., Гарасим Ю.А., Ошкадеров С.П. и др. Автоматизированная рентгено-телевизионная установка для скоростного рентгенографирования поликристаллов // Заводская лаборатория. — 1992. — № 9. — С. 37–39.
5. Гарасим Ю.А. Образование аустенита при ускоренном электронагреве отожженной низкоуглеродис-

- той сталі с 0,14 % С // Метал. и нов. техн. — 2003. — Т. 25, № 10. — С. 1355—1367.
6. Ошкадеров С.П., Приходько С.В., Телевич Р.В. Высоко-температурная рентгеновская камера // Зав. лаб. — 1987. — № 8. — С. 45—46.
 7. Kalinyuk A.N., Trigub N.P., Zamkov V.N. et al. Microstructure, texture and mechanical properties of electron-beam melted Ti—6Al—4V // Mater. Sci. Eng. A. — 2003. — V. 346. — P. 178—188.
 8. Бурдин В.В., Минаков Н.В., Хоменко Г.Е. Установка комплексного исследования материалов в неравновесных условиях с использованием рентгеноструктурного анализа // Заводская лаборатория. — 2006. — Т. 72, № 3. — С. 41—43.
 9. Eldis G.T., Doane D.V., Kirkaldy J.S. Hardenability Concepts with Applications to Steel // Metallurgical and Petroleum Engineer, Inc., Warrendale, PA. — 1978. — P. 126.
 10. Гегузин Я.Е. Физика спекания. — М.: Наука, 1967. — 360 с.
 11. Черепин В.Т. Экспериментальная техника в физическом металловедении. — Киев: Техніка, 1968. — 280 с.
 12. Фирстов С.А., Подрезов Ю.Н., Минаков В.Н. и др. Исследование процесса спекания порошкового железа путем пропускания электрического тока // Электронная микроскопия и прочность материалов. — Киев, 2009. — С. 40—48.

*Н.В. Минаков, В.Ю. Пучкова,
Г.Е. Хоменко, В.В. Бурдин*

УСТАНОВКА КОМПЛЕКСНОГО
ДОСЛІДЖЕННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ МАТЕРІАЛІВ
У НЕРІВНОВАЖНИХ УМОВАХ

Показано можливості високошвидкісної рентгенівської установки — приладу реального часу для дослідження ряду властивостей металів та сплавів в нерівноважних умовах.

Ключові слова: високошвидкісна рентгенівська установка, швидкісні електронагрівання, електроопір, дилатометрія, фазові перетворення.

*N.V. Minakov, V.Y. Puchkova,
G.E. Khomenko, V.V. Burdin*

DEVICE OF THE COMPLEX ANALYSIS
OF THE MATERIALS PROPERTIES UNDER
THE NO EQUILIBRIUM CONDITIONS

It was shown the possibilities of using the high-speed X-ray apparatus — instrument of real time created in IPM for investigation of the metals and alloys properties in the no equilibrium conditions.

Key words: high-speed X-ray apparatus — instrument of real time, high-speed electroheatings, electrical resistance, dilatometer, phase transformations.

Надійшла до редакції 25.06.10