

Одной из важнейших задач ударных испытаний является оценка склонности к хрупкому, разрушению. Эта задача решается построением температурной зависимости ударной вязкости и определением температуры хрупко-вязкого перехода. Возможны три типа кривых ударная вязкость – температура (рис. 1.23). Кривая 1 характерна для вязких даже при отрицательных температурах материалов, например металлов (медь, алюминий) и сплавов с ГЦК-решеткой (аустенитные стали). Кривая 2 получается при испытании хрупких в широком диапазоне температур материалов, например закаленных на мартенсит сталей. Наконец, кривая 3 характеризуется температурным интервалом хрупковязкого перехода, по ней можно оценить T_{xp} . Такой тип кривых $KC(T)$ типичен для металлов с ОЦК- и ГПУ-решетками, многих сталей с ферритно-перлитной структурой. Зная T_{xp} и рабочую температуру T_p испытуемого материала, можно оценить его температурный запас вязкости: $\chi = (T_p - T_{xp}) / T_p$. Чем больше χ , тем меньше опасность хрупкого разрушения.

1.3.4. Измерение твердости

Под твердостью понимают способности поверхностного слоя материала сопротивляться упругой и пластической деформации или разрушению при местных контактных воздействиях со стороны другого, более твердого и не получающего остаточной деформации тела (индентора). Существуют различные методы измерения твердости.

Ниже в практической работе 1.3.6 использованы данные измерения твердости по Виккерсу (ГОСТ 2999-75). В этом случае в поверхность образца вдавливают алмазный индентор в форме четырехгранной пирамиды с углом при вершине $\alpha = 136^\circ$. После удаления нагрузки P (в зависимости от условий опыта может меняться от 10 до 1000 Н, длительность воздействия 10-15 с) измеряют диагональ отпечатка d , оставшегося на поверхности. Число твердости HV определяют делением нагрузки на площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка: $HV = (2 P \sin \alpha/2) d^2$.

Значение твердости по Виккерсу является усредненным условным напряжением в месте контакта индентор-образец и характеризует сопротивление материала значительной пластической деформации.

1.3.5. Первичная рекристаллизация

Неравновесная структура, созданная пластической деформацией, как правило, устойчива при комнатной температуре. При нагреве создаются условия для перехода в более стабильное состояние.

Процесс уменьшения свободной энергии системы, происходящий путем зарождения новых зерен в участках с наибольшей плотностью дислокаций, называется рекристаллизацией. Для начала рекристаллизации требуется достижение определенной критической степени деформации. Новые зерна представляют собой области с минимальным количеством точечных и линейных дефектов и возникают путем перераспределения и частичного уничтожения дислокаций. Между деформированной матрицей и новым зерном образуется высокоугловая граница, которая служит стоком дислокаций.

Первичная рекристаллизация полностью снимает наклеп, созданный при пластической деформации. Свойства металла после рекристаллизации близки к свойствам отожженного металла. После завершения первичной рекристаллизации увеличение времени выдержки при повышенной температуре приводит к росту образовавшихся зерен (собирательная рекристаллизация).

Между температурой плавления $T_{пл}$ и температурой рекристаллизации $T_{рекр}$ существует связь: $T_{рекр} = aT_{пл}$, где a – коэффициент, зависящий от чистоты металла и степени пластической деформации. Для металлов технической чистоты $a = 0,3 - 0,4$ и понижается с увеличением степени деформации. Уменьшение количества примесей также может понижать значение a до $0,1 - 0,2$.

1.3.6. Практическая работа. Определение температуры рекристаллизации иридия, рафинированного различными методами

Иридий в настоящее время является единственным контейнерным материалом, который можно использовать при выращивании крупногабаритных оксидных монокристаллов. Срок службы контейнеров составляет от нескольких сотен часов до 5 – 6 тыс. ч. Технологией производства контейнеров обладает ограниченный круг производителей, в числе которых Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов (ЕзОЦМ). Иридий применяется также в сплавах для термопар IrRu10, IrRd40 (до 2000°С в окислительной атмосфере). Диски из иридия используются в качестве источников гамма-излучения для дефектоскопии.

Способы рафинирования благородных металлов от примесей (аффинаж) можно отнести к двум основным классам – пирометаллургическим и гидрометаллургическим (включая электролиз).

Пирометаллургические способы можно разделить на три группы.

1. Метод окислительной индукционной плавки, когда удаление примесей из иридия может протекать по трем механизмам: а) окисление примесных элементов с образованием устойчивых твердофазных оксидов и их перевод в шлаковую фазу (Al, Y, Cd, Zr); б) окисление примесных элементов с образованием летучих оксидов и их переход в газовую фазу (W, Mo, C, Ga, Re, Os, такие примеси, как Si, Nb, Pe, Mg, могут удаляться по обоим механизмам); в) непосредственное испарение примесей с поверхности расплава за счет более высокого, чем у иридия, парциального давления (Cu, Ni, Ag, Au, Pd).

2. Вакуумно-дистилляционная переработка, состоящая в испарении в вакууме (непосредственно при нагреве или с помощью плазменного распыления) благородных металлов с последующей их конденсацией из паров на охлаждаемой поверхности.

3. Метод зонной плавки, который заключается в перемещении снизу вверх вдоль цилиндрического слитка узкой зоны расплавленного металла так, чтобы примеси, постепенно всплывая, оказались в верхней части слитка. Нагрев проводится в вакууме с помощью электронного луча.

Гидрометаллургия — при этом методе используют классическую схему переработки через растворение металла в смеси кислот. Далее иридий выделяют в виде труднорастворимой соли, промывают и прокаливают, в результате чего получается металлический порошок. Порошок после компактирования переплавляют в слитки.

При **электролизе** в расплаве солей (смесь хлоридов цезия, натрия и калия) исходный металл является анодом. Процесс идет при температуре расплава около 580°C в атмосфере инертного газа. При включении постоянного тока на аноде происходит растворение основного металла и примеси переходят в расплав в виде ионов, а на катоде — образуется чистый металл, при этом примеси неблагородных металлов остаются в электролите.

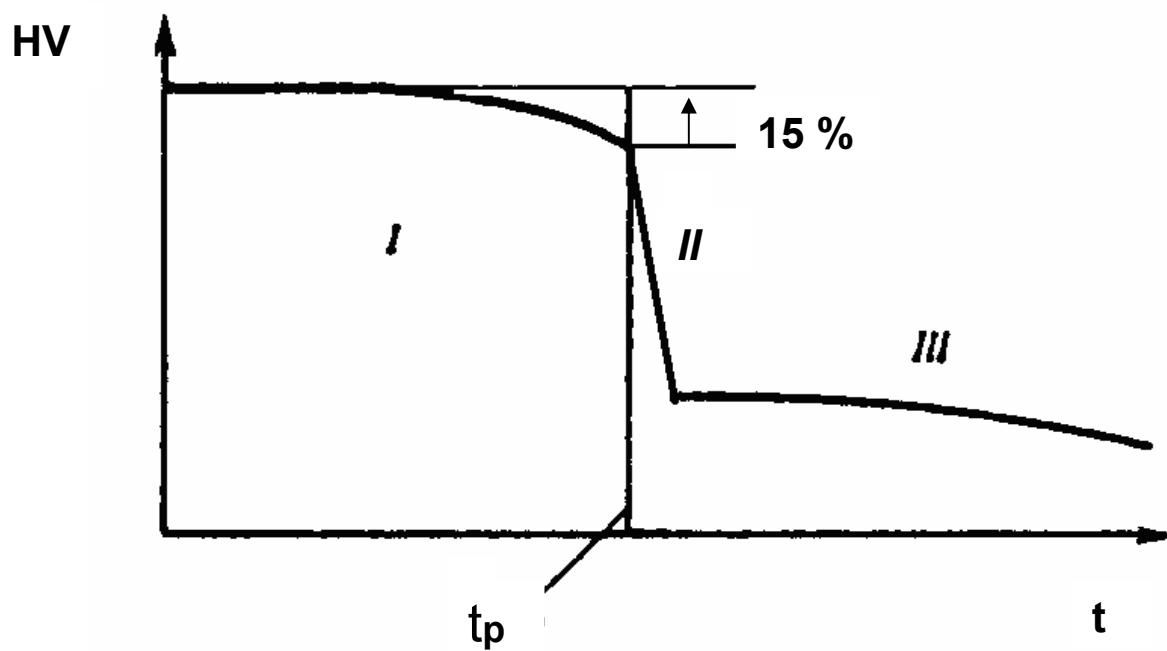


Рис. 1.24. Схема изменения твердости по мере развития процессов рекристаллизации: I – возврат, II – первичная рекристаллизация, III – собирательная рекристаллизация; t_p – температура начала рекристаллизации (соответствует снижению твердости на 15 %)

В табл. 1.3 приведены данные о твердости (HV , МПа) образцов иридия, вырезанных из слитка, деформированных и отожженных, в зависимости от температуры отжига. Точность измерений ± 50 МПа. Снижение твердости при отжиге вызвано развитием рекристаллизации. Чем ниже концентрация примесей в металле, тем легче в нем происходит рекристаллизация (примеси мешают перемещению границ зерен). Схема изменения твердости по мере развития процессов рекристаллизации приведена на рис. 1.24.

По данным табл. 1.3 постройте график, укажите на нем точность измерений. Определите температуру рекристаллизации t_p . Сделайте вывод о том, какой из методов аффинажа применительно к рафинированию иридия обеспечивает меньшее содержание примесей.

Таблица 1.3

Изменение твердости HV (МПа) деформированных образцов иридия в зависимости от температуры отжига в течение 2 ч

Температура отжига, °C	Метод рафинирования			
	Гидро-металлургия	Электролиз	Окислительная плавка	Зонная плавка
600	3500	4200	3450	4150
700	3500	4200	3450	4150
800	3000	4200	3450	4150
900	2300	3900	3450	3900
1000	1900	2500	3400	3700
1050	1800	1700	3350	3350
1100	1700	1700	3300	3150
1150	1700	1700	3100	2100
1200	1700	1650	2600	2000
1300	1700	1600	2050	1800
1350	1700	1600	1700	1700
1400	1700	1600	1700	1700