

УДК 620.170

DOI dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2015-4-48-54

ИССЛЕДОВАНИЕ СОПРОТИВЛЕНИЯ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ИРИДИЯ

© 2015 г. Ю.Н. Логинов, С.В. Гладковский, А.И. Потапов, А.А. Фомин, Д.Р. Салихьянов

Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина (УрФУ), г. Екатеринбург

Институт машиноведения (ИМАШ) УрО РАН, г. Екатеринбург

Статья поступила в редакцию 31.10.14 г., доработана 13.11.14 г., подписана в печать 18.11.14 г.

Исследованы реологические свойства поликристаллического иридия марки И 99,9 с целью построения зависимости сопротивления деформации от исследуемых факторов (степени, скорости и температуры деформации). Испытания цилиндрических образцов из иридия проведены на кулачковом пластометре в интервале температур $t = 900\div 1400$ °С при скоростях деформации $\xi = 0,2$ и 20 с⁻¹, а также при $t = 800\div 1400$ °С и $\xi = 2$ с⁻¹ методом осадки со степенью деформации до 0,8. Результаты исследований могут быть использованы для разработки технологий обработки давлением изделий из иридия при больших пластических деформациях и в широком диапазоне термомеханических параметров.

Ключевые слова: иридий, пластометрические испытания, сопротивление деформации, деформационное упрочнение.

Rheological properties of polycrystalline iridium of I 99.9 brand are investigated in order to construct the dependence of deformation resistance on studied factors (strain ratio, rate, and temperature). The tests of cylindrical samples made of iridium are performed using a cam plastometer in temperature range $t = 900\div 1400$ °С at strain rates $\xi = 0,2$ and 20 s⁻¹ as well as at $t = 800\div 1400$ °С and $\xi = 2$ s⁻¹ using the upsetting method at a strain rate up to 0,8. The results of investigations can be used to develop the pressure treatment of iridium wares at large plastic strains and in a broad range of thermomechanical parameters.

Keywords: iridium, plastometric tests, deformation resistance, strain hardening.

Актуальность проблемы и цель работы

Иридий и его сплавы благодаря своим уникальным свойствам (тугоплавкость, стойкость к агрессивным средам и др.) находят все большее применение в качестве конструкционного материала для изделий, эксплуатируемых при высоких температурах и в агрессивных средах. Иридий используется, например, при изготовлении тиглей для выращивания оксидных монокристаллов, контейнеров для малогабаритных источников тепловой и электрической энергии, обмоток для электропечей, катодов,

а также для производства точных измерительных приборов, лампочек накаливания, хирургических инструментов. Особенно он востребован как контейнерный материал, который может успешно эксплуатироваться до температуры 2100 °С.

Известно [1], что из-за сильного упрочнения и склонности к хрупкому межзеренному разрушению в поликристаллическом состоянии иридий с трудом поддается обработке давлением.

В литературе имеется целый ряд данных, сви-

Логинов Ю.Н. — докт. техн. наук, профессор кафедры обработки металлов давлением (ОМД) УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). Тел.: (343) 375-46-24. E-mail: j.n.loginov@urfu.ru.

Гладковский С.В. — докт. техн. наук, зав. лабораторией деформирования и разрушения ИМАШ УрО РАН (620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34). Тел.: (343) 362-42-17. E-mail: gsv@imach.uran.ru.

Потапов А.И. — канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник той же лаборатории. E-mail: potapov_ai@list.ru.

Фомин А.А. — аспирант кафедры ОМД УрФУ. E-mail: exile666@inbox.ru.

Салихьянов Д.Р. — аспирант той же кафедры. E-mail: misanthropy@mail.ru.

детельствующих о том, что монокристаллический иридий является высокопластичным материалом, и можно ожидать, что он будет обрабатываться даже при комнатной температуре. Однако при приложении к массивному монокристаллу растягивающих нагрузок на его поверхности появляется большое количество трещин, приводящих к распаду образца на части [1].

Поскольку обработка давлением поликристаллического иридия сопряжена с опасностью разрушения заготовок ввиду его низкой деформируемости, большинство исследований посвящено изучению показателей пластичности (относительного удлинения до разрыва), а также механизмов разрушения поликристаллических образцов. По этой причине в технической литературе крайне мало работ, посвященных изучению сопротивления пластической деформации поликристаллического иридия, необходимого для расчета энергосиловых параметров процессов обработки давлением. Лишь относительно недавно стал известен ограниченный набор механических свойств иридия при температурах 1650 °С и 2300 °С [2, 3].

Опубликованные данные по сопротивлению деформации платины относятся только к комнатной температуре [4, 5]. В работе [6] выявлено, что образцы иридия, легированные малыми добавками Се и Th, а возможно, и без таковых, показывают неплохие значения пластичности на растяжение даже при комнатной температуре. Однако процессы деформации (ковки, штамповки) все же стараются проводить при повышенных температурах для снижения напряжений и усилий.

Анализ литературных данных показал, что практически все результаты исследований реологических свойств и деформируемости иридия и его сплавов [6–8] получены при испытаниях на растяжение, которые характеризуются относительно малой деформацией (не более 10–15 %). При этом из прочностных характеристик достоверно определяется лишь предел текучести, т.е. минимальное напряжение, при котором начинается пластическая деформация. Эксперименты на растяжение не позволяют достоверно оценить упрочнение при больших деформациях из-за их локализации в области шейки и перехода линейного напряженного состояния материала в объемное.

В связи с вышеизложенным цель настоящей работы — на основе пластометрических испытаний путем осадки получить кривые деформационного

упрочнения иридия, а также построить аналитическую зависимость его сопротивления пластической деформации от степени, скорости и температуры обработки, которая могла бы быть использована при расчете технологических процессов обработки давлением, характеризующихся большими пластическими деформациями.

Характеристика образцов и методика проведения исследований

При определении сопротивления пластической деформации (σ_p) наиболее информативной является осадка образцов на пластометрах, поскольку позволяет получать данные по этому показателю в широком диапазоне степеней, скоростей и температур деформации. Определение сопротивления деформации иридия осуществляли на установленном в Институте машиноведения УрО РАН (г. Екатеринбург) пластометре кулачкового типа с рабочим усилием до 1500 кН (рис. 1) по методике, подробно изложенной в работе [9].

Испытанию подвергали образцы из иридия марки И99,9 (ГОСТ 13099-2006). После переплава в вакуумной электронно-лучевой установке содержание иридия в литой заготовке составляло 99,97 %, а примеси распределились следующим образом, ppm: платина — 110, палладий — 7, родий — 4, золото — 5, железо — 5, рутений — 94, медь — 5, никель — 10, свинец — 2, алюминий — 3, кремний — 10, барий — 5.



Рис. 1. Общий вид кулачкового пластометра разработки ИМАШ УрО РАН

Использовали цилиндрические образцы диаметром 9,4–10,3 мм и высотой 14,3–16,1 мм, изготовленные из прутков диаметром 12 мм, которые были откованы из литой заготовки после ее переплава в вакуумной электронно-лучевой установке и послековки охлаждены в воде.

Испытания на осадку образцов проведены в интервале температур $t = 900 \div 1400$ °С при скоростях деформации $\xi = 0,2$ и 20 с^{-1} , а также при $t = 800 \div 1400$ °С при $\xi = 2 \text{ с}^{-1}$. Максимальная степень деформации образцов ($e = \ln(h_0/h_k)$, где h_0 и h_k – начальная и конечная высоты образца), достигнутая в экспериментах, составила $e = 0,8$. Скорость деформации в ходе всего процесса осадки поддерживалась постоянной благодаря соответствующему профилю кулачка и автоматизированному регулируемому электроприводу.

Для обеспечения равномерной осадки и схемы линейного одноосного сжатия использовали смазку в виде молотого стекла, содержащего, мас. %: 55 SiO₂, 7 VO₂, 21 Al₂O₃ и 14 CaO.

Перед посадкой в печь образцы помещали в специальный цилиндрический контейнер (рис. 2) по центру деформирующих бойков из специального жаропрочного сплава и изолировали каолиновой ватой. Их нагрев до температур испытания осуществляли в электрической печи вместе с контейнером-пакетом. После достижения заданной температуры запускали и подготавливали компьютерную про-

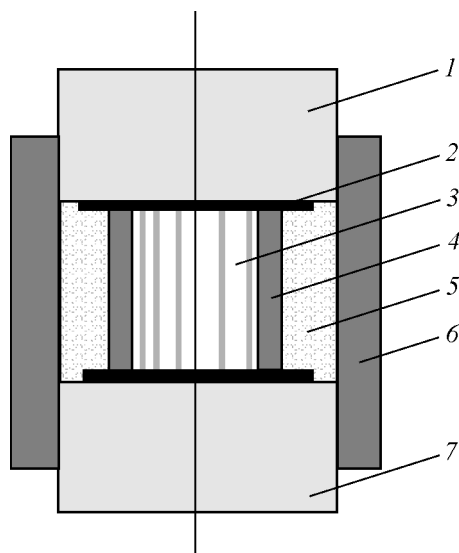


Рис. 2. Схема сборки образца в контейнере-пакете для испытания образца на осадку

1 – верхний деформирующий боек; 2 – слой смазки; 3 – образец; 4 – асбестовая изоляция; 5 – каолиновая вата; 6 – контейнер; 7 – нижний боек

грамму сбора и фиксации данных GeniDAQ (для $\xi = 0,2$ и $2,0 \text{ с}^{-1}$) или WinDAQ (для $\xi = 20 \text{ с}^{-1}$), включали привод вращения и разгоняли вал маховика до нужной скорости. Контейнер-пакет извлекали из печи и устанавливали в рабочее пространство пластометра на мездозу строго по ее оси, после чего немедленно проводили осадку образца с автоматической регистрацией параметров процесса на компьютере.

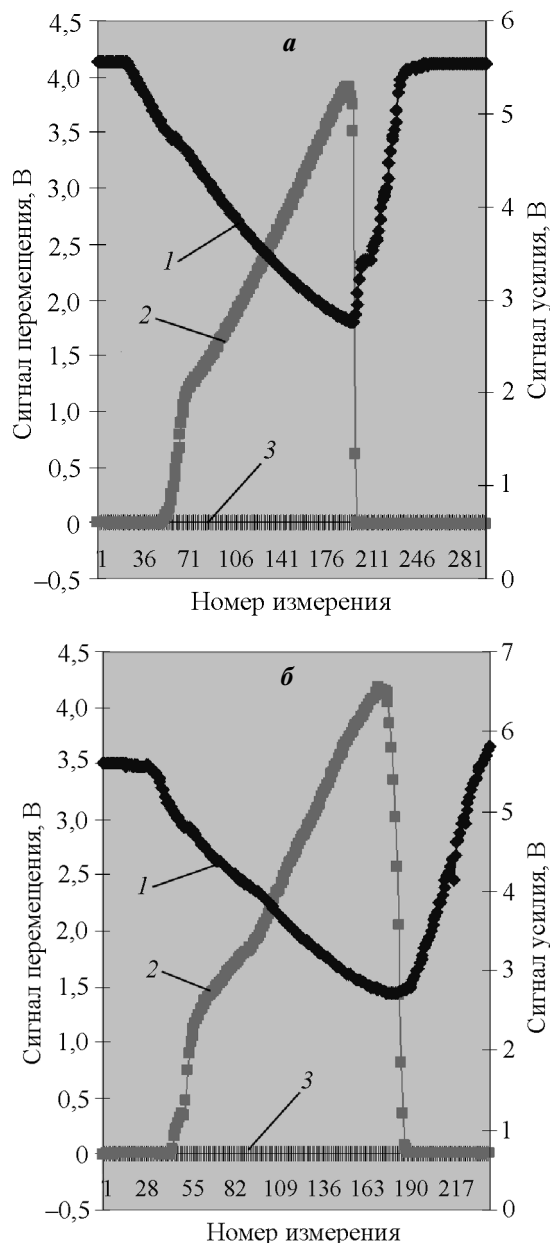


Рис. 3. Компьютерные диаграммы записи процесса осадки при $t = 1000$ °С на пластометре при скорости деформации $0,2 \text{ с}^{-1}$ (а) и 20 с^{-1} (б)

1 – кривая записи перемещения ползуна с деформирующим бойком; 2 – кривая записи силы осадки; 3 – шкала отсчета точек записи



Рис. 4. Внешний вид иридиевых образцов, осажденных при $t = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ со скоростью $0,2$ (а), $2,0$ (б) и 20 c^{-1} (в)

Используемые программные комплексы сбора и регистрации данных GeniDAQ и WinDAQ осуществляли вывод результатов измерений в формате Microsoft Excel. Примеры компьютерной записи процесса осадки иридиевого образца при $t = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ с различными скоростями представлены на рис. 3.

Из графиков, в частности, видно, что зависимости перемещения l близки к прямой линии, дифференцирование этих функций в каждой точке по времени приведет к константе, что говорит о поддержании постоянной скорости испытания. Полученные данные использовали для расчета кривых упрочнения по специальной программе, разработанной в ИМАШ УрО РАН. Она предусматривает расчет сопротивления деформации по формуле $\sigma_s = P/F$ (где P — измеренная сила, F — расчетная площадь поперечного сечения) и осуществляет вывод результатов (кривых упрочнения) в формате Microsoft Excel. Для перевода показаний в вольты в единицы силы использовали результаты тарировки мессдозы.

Фотографии образцов, осажденных при температуре $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ с разными скоростями, представлены на рис. 4. Видно, что процесс сопровождается незначительным бочкообразованием, что свидетельствует о соблюдении условий однородной деформации.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Результаты экспериментов — кривые упрочнения иридия в виде зависимости сопротивления деформации (σ_s) от логарифмической степени деформации (e) при различных скоростях и температурах испытаний — представлены на рис. 5. Из рассмотрения и сопоставления этих данных можно сделать следующие обобщения.

В интервале $t = 800\div 1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ иридий характеризуется весьма высоким уровнем сопротивления деформации, существенно превышающим таковой большинства сталей и сплавов [10].

Характер кривых упрочнения иридия в определенной мере зависит от скорости деформации. При малой ее величине ($0,2\text{ c}^{-1}$) упрочнение металла имеет место почти во всем интервале степеней деформации вплоть до $e = 0,8$; с увеличением $e > 0,6$ упрочнение замедляется. При этом величина σ_s возрастает монотонно без каких-либо нарушений этой тенденции.

При более высокой скорости (2 c^{-1}) упрочнение заканчивается при $e = 0,6$ и стабилизируется при дальнейшем увеличении степени деформации.

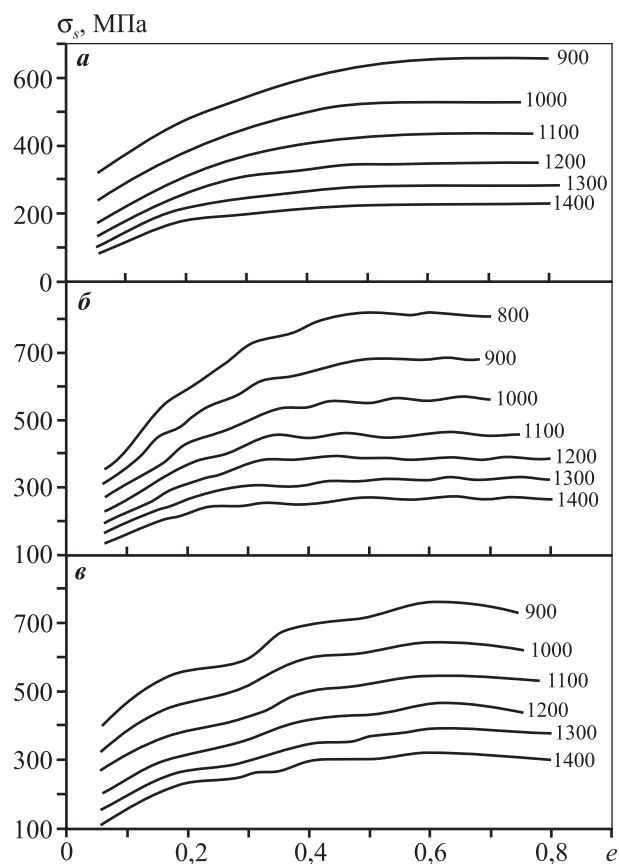


Рис. 5. Экспериментальные кривые упрочнения иридия при осадке со скоростями $0,2$ (а), $2,0$ (б) и 20 c^{-1} (в) при различных температурах (цифры у кривых, $^{\circ}\text{C}$)

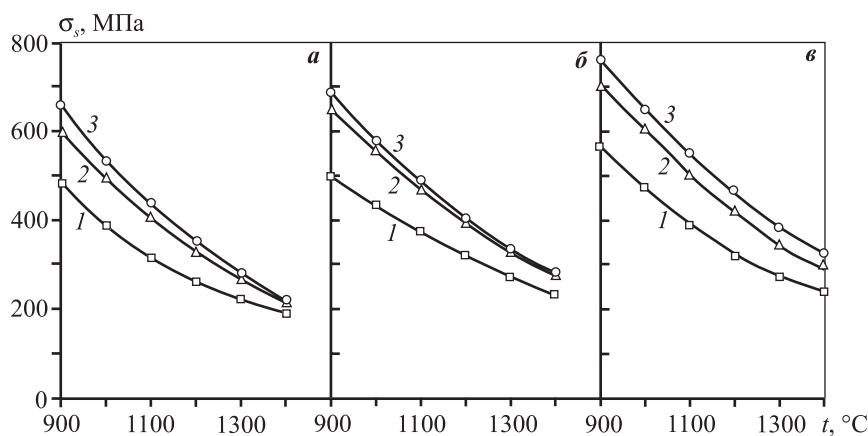


Рис. 6. Температурные зависимости сопротивления деформации иридия при осадке с различными скоростью и степенью деформации
a – $\xi = 0,2 \text{ c}^{-1}$, *б* – $2,0 \text{ c}^{-1}$, *в* – 20 c^{-1}
 1 – $e = 0,2$, 2 – $0,4$, 3 – $0,6$

Однако ход кривых упрочнения свидетельствует о наличии участков динамического разупрочнения, сменяющихся участками последующего упрочнения, в результате чего имеет место так называемая осцилляция величины σ_s .

При значительной скорости деформации (20 c^{-1}) упрочнение заканчивается также при $e = 0,6$, однако при дальнейшем повышении e наблюдается динамическое разупрочнение, сопровождающееся небольшим снижением величины σ_s . Для кривых упрочнения также характерна осцилляция σ_s , но с большей амплитудой его изменения.

Осцилляции опытных данных на диаграмме являются характерными, по крайней мере для ГЦК-металлов, что отмечается в работах [12, 14] применительно к деформации иридия и меди соответственно. Само явление авторы объясняют особенностями прохождения динамической рекристаллизации.

Наибольшее упрочнение имеет место при $t = 800$ и $900 \text{ }^\circ\text{C}$, т.е. ниже температуры рекристаллизации, которая для иридия равна $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ [11]. При $t > 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ вплоть до $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ интенсивность упрочнения с увеличением деформации несколько уменьшается.

На рис. 6 показаны температурные зависимости сопротивления деформации иридия для $e = 0,2, 0,4$ и $0,6$. Из рассмотрения представленных данных следует, что величина σ_s с повышением температуры от 900 до $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ монотонно снижается, причем более резко это происходит на начальном этапе, замедляясь при приближении к $t \sim 1400 \text{ }^\circ\text{C}$. Кривые изменения σ_s для степени деформации в интервале $e = 0,2 \div 0,6$ идентичны.

Анализ литературных источников показывает следующее. По данным статьи [12] при $t = 1600 \text{ }^\circ\text{C}$ максимальное значение напряжения пластического течения иридия при растяжении на интервале относительных удлинений $\delta = 0 \div 60 \%$ составляет 90 МПа . Экстраполяция полученных результатов в область более высоких температур ($1600 \text{ }^\circ\text{C}$), показывает примерную их сходимость. Кроме того, полученная в наших опытах величина σ_s на начальной стадии упрочнения (для $e = 0,05$) при скорости $0,2 \text{ c}^{-1}$ (см. рис. 5, *a*) близко совпадает с пределом текучести иридия, полученным авторами

работы [7] в опытах по растяжению (при $\xi \sim 0,1 \text{ c}^{-1}$).

Для тех же степеней деформации построены графики зависимости σ_s от скорости деформации ξ ,

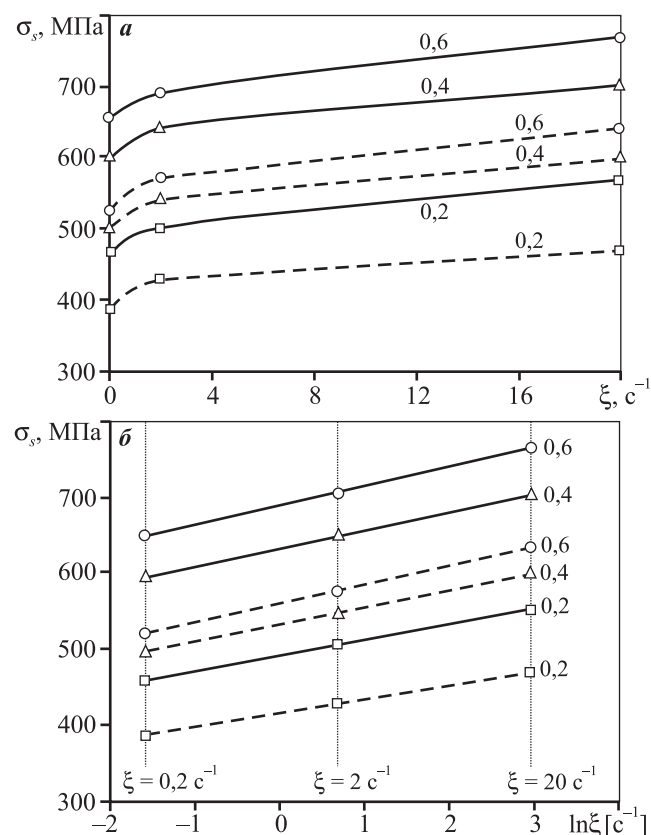


Рис. 7. Влияние скорости на сопротивление деформации иридия при температурах $900 \text{ }^\circ\text{C}$ (сплошные линии) и $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ (штриховые) для различных степеней деформации (цифры у кривых)
a – натуральная шкала скорости, *б* – логарифмическая

пример которых для температур 900 и 1000 °С представлен на рис. 7, а. В логарифмических координатах они имеют вид прямых с небольшими отклонениями экспериментальных точек от прямой линии (рис. 7, б).

Для количественной оценки влияния скорости на сопротивление деформации использовали условный коэффициент скоростного упрочнения n , который определяли как отношение величин σ_s при наибольшей ($\xi = 20 \text{ с}^{-1}$) и наименьшей ($\xi = 0,2 \text{ с}^{-1}$) скоростях. Значения σ_s взяты для степени деформации $e = 0,6$, при которой они близки к максимальным величинам.

Результаты расчета представлены ниже:

$t, \text{ }^\circ\text{C}$	900	1000	1100	1200	1300	1400
n	1,17	1,21	1,25	1,34	1,38	1,42

Они свидетельствует о том, что роль скоростного упрочнения иридия возрастает с повышением температуры деформации.

Аналитическая обработка полученных результатов

Во многих расчетных модулях анализа процессов обработки давлением применяются не графические данные, а аппроксимирующие формулы. Поэтому полученные результаты привели к аналитическому виду зависимости сопротивления деформации иридия от термомеханических пара-

метров: степени (e), скорости (ξ) и температуры (t) деформации.

При построении модели использовали формулу, которая, как показано в работе [13], хорошо описывает возрастающий характер кривых упрочнения:

$$\sigma_s = \sigma_{s0} e^{K_e} \xi^{K_\xi} \exp(-K_t t). \quad (1)$$

В формулу входят неизвестные коэффициенты σ_{s0} , K_e , K_ξ и K_t , которые находятся с помощью регрессионного анализа. Его необходимым условием является то, что искомая функция, определяемая несколькими независимыми факторами, должна иметь линейную зависимость от исследуемых факторов. Для линеаризации уравнение (1) логарифмированием привели к следующему виду:

$$\ln \sigma_s = \ln A + K_e \ln e + K_\xi \ln \xi - K_t t. \quad (2)$$

Поиск значений неизвестных коэффициентов, а также проверку их статистической значимости осуществляли в модуле анализа данных пакета MS Office Excel. Статистическая значимость коэффициентов множественной регрессии с тремя независимыми переменными проверялась на основе t -статистики, которая подтвердила статистическую значимость всех коэффициентов множественной регрессии. Для оценки общего качества уравнения множественной регрессии использовали коэффициент детерминации R^2 , который по результатам расчетов составил 0,94.

После подстановки найденных значений неизвестных коэффициентов в искомую зависимость

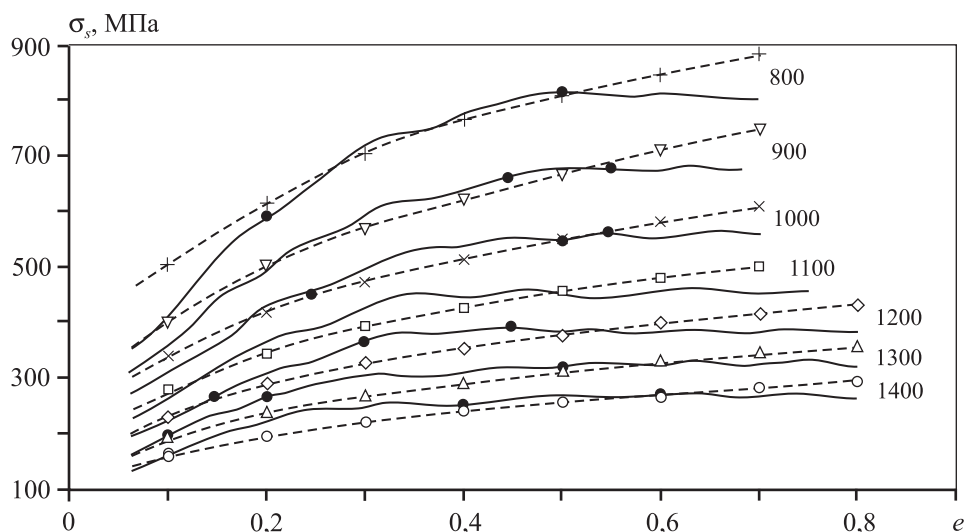


Рис. 8. Экспериментальные зависимости уппрочнения иридия при скорости 2 с^{-1} (сплошные линии) и расчетные кривые (штриховые)
Цифры у кривых — $t, \text{ }^\circ\text{C}$

формула для сопротивления деформации иридия приняла окончательный вид:

$$\sigma_s = 4272,2 e^{0,2917} \xi^{0,054} \exp(-0,00188t). \quad (3)$$

С целью количественной оценки погрешности был выполнен сравнительный анализ экспериментальных кривых упрочнения и рассчитанных по предложенной формуле (3). Вычисления проводили для всего исследуемого диапазона термомеханических параметров. В качестве критерия оценки была выбрана величина относительной ошибки, рассчитанная по формуле

$$\Delta = (\sigma_s^{\text{расч}} - \sigma_s^{\text{эксп}}) / \sigma_s^{\text{расч}} \cdot 100 \%. \quad (4)$$

Сопоставительный анализ показал, что среднее ее значение $\Delta_{\text{ср}} = 5,77 \%$, а максимальное — $16,61 \%$. Наилучшие результаты расчета (с минимальной ошибкой) по уравнению (4) получены при степенях деформации $e = 0,2 \div 0,6$ (при относительном обжатии $\varepsilon = 0,25 \div 0,45$).

На рис. 8 в качестве примера представлены кривые упрочнения иридия, полученные экспериментальным путем для скорости 2 с^{-1} и построенные по результатам расчета по формуле (3).

Выводы

1. По данным пластометрических испытаний методом осадки образцов из иридия марки И99,9 (ГОСТ 13099-2006) построены кривые деформационного упрочнения этого материала для скорости деформации в пределах $0,2 \text{—} 20,0 \text{ с}^{-1}$ и температуры испытаний $800 \text{—} 1400 \text{ }^\circ\text{C}$.

2. В исследованном интервале термомеханических параметров сопротивление деформации иридия превышает уровень σ_s большинства сталей и сплавов в $2,0 \text{—} 2,5$ раза. Наиболее высокое его значение (760 МПа) достигнуто при наименьшей температуре, наибольшем обжатии и максимальной скорости деформации.

3. Построена аналитическая зависимость сопротивления деформации иридия от исследуемых

термомеханических параметров (степени, скорости и температуры деформации), позволяющая рассчитывать уровень σ_s при любом (в исследованных пределах) показателе деформации.

Литература

1. Тимофеев Н.И., Ермаков А.В., Дмитриев В.А., Панфилов П.Е. Основы металлургии и технология производства изделий из иридия. Екатеринбург: УрО РАН, 1996.
2. Merker J., Koch M. // Advan. Mater. Res. 2014. Vol. 783-786. P. 1165.
3. Merker J., Fischer B., Lupton D.F., Witte J. // Mater. Sci. Forum. 2007. Vol. 539—543. Is. 3. P. 2216.
4. Loginov Yu.N., Yermakov A.V., Grohovskaya L.G., Studenok G.I. // Platinum Metal. Rev. 2007. Vol. 51. Is. 4. С. 178.
5. Логинов Ю.Н., Ермаков А.В., Гроховская Л.Г., Студенок Г.И. // Цв. металлы. 2006. № 6. С. 85—88.
6. George E.P., McKamey C.G., Ohriner E.K., Lee E.H. // Mater. Sci. Eng. A. 2002. Vol. 319—321. P. 466.
7. Ohriner E.K. // Platinum Metal. Rev. 2008. Vol. 52. Is. 3. P. 186.
8. Mordike B.L., Brookes C.A. // Platinum Metal. Rev. 1960. Vol. 4. Is. 3. P. 94.
9. Потапов А.И., Мазунин В.П., Двойников Д.А., Коквихин Е.А. // Завод. лаб. Диагностика материалов. 2010. Т. 76, № 9. С. 59.
10. Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов: Справочник. 2-е изд. перераб. и доп. М: Металлургия, 1983.
11. Panfilov P., Novgorodov V., Yermakov A. // J. Mater. Sci. Let. 1994. Vol. 13. P. 137—141.
12. Weiland R., Lupton D. F., Fischer, Merker J., Scheckenbach C., Witte J. // Platinum Metal. Rev. 2006. Vol. 50. Is. 4. P. 158—170.
13. Мигачев Б.А. Сопротивление деформации в механике обработки давлением. Екатеринбург: УрО РАН, 1997.
14. Prasad Y.V.R.K., Rao K.P. // Mater. Sci. Eng. A. 2005. Vol. 391. P. 141—150