

В. Ю. Карпов /д. т. н./,
В. В. Карпов /к. т. н./

Национальная металлургическая академия
Украины, г. Днепро, Украина
e-mail: karpvld@i.ua

Влияние N-слоев на структуру и свойства фольги из железа

V. J. Karpov /Dr. Sci. (Tech.),
V. V. Karpov /Cand. Sci. (Tech.)/

National Metallurgical Academy of Ukraine,
Dnipro, Ukraine
e-mail: karpvld@i.ua

Influence of N-layers on structure and properties of film from iron

Цель. Исследование тонкой структуры железных фольг при их термоциклировании в атмосфере водорода с переходом через температуру α - γ -превращения.

Методика. Металлографические исследования образцов, подвергнутых термическим циклам при различных давлениях водорода и градиентах температуры, проводили с помощью оптического и электронного микроскопов.

Результаты. Обнаружен эффект образования эквидистантных полос в структуре фольг малой толщины (20–30 мкм) из чистого железа, подвергнутых термическим циклам с переходом через температуру α - γ -превращения. Ранее этот эффект не наблюдался для массивных образцов. Предложен механизм возникновения эквидистантных полос, причины и условия для их возникновения в фольгах железа.

Научная новизна. Впервые показано принципиальное отличие структурообразования в тонких фольгах (20–30 мкм) из чистого железа в виде эквидистантных полос по сравнению с массивными образцами.

Практическая значимость. Достижение микрорельефа на поверхности фольг для изменения их поверхностных свойств (адгезия жидкостей, микрошероховатость, повышенная активность). (Илл. 4. Библиогр.: 4 назв.)

Ключевые слова: эквидистантная полоса, фольга, водород, термоциклирование, полиморфное превращение.

Введение. За последние десятилетия возрос интерес материаловедов к проблеме взаимодействия водорода с металлами, т. к. содержание водорода даже в очень малых количествах вызывает заметное изменение физико-химических и механических свойств металлов и сплавов [1; 2]. Как показывает открытие № 313, сделанное в области металлургии, многие вопросы взаимодействия водорода с металлами еще требуют углубленного изучения.

Методика. Для исследований влияния термического воздействия на структуру и свойства фольг из железа изготавливались образцы размером 5×10×0,03 мм. Поверхность образцов полировали с одной стороны для исследования их микроструктуры. Во время экспериментов их температуру контролировали вольфрам-рениевой термопарой ВР 5/20 на двух противоположных концах образца. При исследованиях фиксировался градиент температуры по длине образца. При ТЦО фольги определяли:

- влияние ширины интервала температур циклирования (100–400 К);
- симметрию интервала относительно точки полиморфизма железа (1093–1193 К, 1143–1243 К);

- скорость нагрева и охлаждения образцов (0,1 К/с, 3 К/с);

- состав газовой среды (аргон, водород) и давления газа.

Во время экспериментов три подготовленных образца помещали в печь вертикально. Образцы скрепляли между собой для уменьшения коробления при ТЦО. Температуру фиксировали на уровне рабочей зоны образцов, которые находились в подвешенном состоянии.

Термическое циклирование образцов проводили в водороде и аргоне под давлением 0,1 МПа с температурной амплитудой 100 К вокруг температуры полиморфизма (1183 К). В процессе ТЦО охлаждение образцов вели с двумя фиксированными скоростями (0,5 К/с и 2 К/с). После эксперимента проводили анализ макроструктуры и микрорельефа образцов.

Результаты. В результате ТЦО независимо от состава газовой среды на поверхности фольги наблюдали появление ярко выраженного рельефа поверхности и следы миграции границ зерен. Отмечено, что микрорельеф на железной

фольге после ТЦО в аргоне и в водороде был выражен гораздо ярче, чем у массивных образцов.

На поверхности как фольги, так и массивных образцов, после ТЦО в аргоне на фоне общего рельефа границ зерен обнаружен рельеф типа «апельсиновой корки» [3]. Он выражен настолько ярко, что рельеф зерен становится трудно различимым (рис. 1).

Исследования показали, что на поверхности фольги видны микродефекты в виде множества бугорков и ямок, а также образование микропор (рис. 2) размером от единиц до десятков микрон. Независимо от давления водорода в процессе ТЦО со скоростью охлаждения более 0,1 К/с на поверхности нетравленных образцов образовались области волнистого рельефа в виде эквидистантных полос в пределах одного зерна. Неметаллические включения и поры, находящиеся в такой области, огибались такими полосами без нарушения эквидистантности.

Обнаруженный эффект повторялся практически при любых параметрах ТЦО в водороде (рис. 3).

На поверхности образцов после ТЦО в атмосфере аргона волнистый рельеф не наблюдался. Проведение изотермической выдержки образцов из фольги при температурах выше и ниже точки АЗ в течение восьми часов, не приводило к образованию волнистого рельефа. Для сравнения провели ряд экспериментов на массивных образцах. В результате на их поверхности после ТЦО и выдержки в обеих средах эквидистантные полосы не замечены.

Предполагалось, что особое влияние на образование и характер обнаруженного волнистого рельефа оказало изменение градиента температуры по длине образца. При ТЦО образцов в водороде в изотермической зоне печи рельеф не наблюдался.

Для проверки образцы фольги помещали в зоны с градиентом 10, 20, 30 К/мм. В результате добивались образования волнистого рельефа с различной толщиной и высотой полос. Замечено, что с увеличением градиента рельеф выражен ярче, высота и ширина полос больше (рис. 4). Градиент полос создавали таким образом, что при ТЦО, верхняя температура интервала в полированной части образца доходила до 1300 К. При этом весь образец, даже при минимальном градиенте, охватывало полиморфное превращение.

Образование на поверхности фольги волнистого рельефа в пределах одного зерна при ТЦО в водороде связано, по-видимому, с геометрическими параметрами фольги. Толщина ее не превосходит размер зерна железа, что может существенно влиять на поведение водорода в фольге в отличие от поликристаллических массивных образцов, где пути диффузии значительно выше.

Кроме этого, появление рельефа можно объяснить предложенным ранее механизмом образования и строением Н-слоев, согласно которому де-

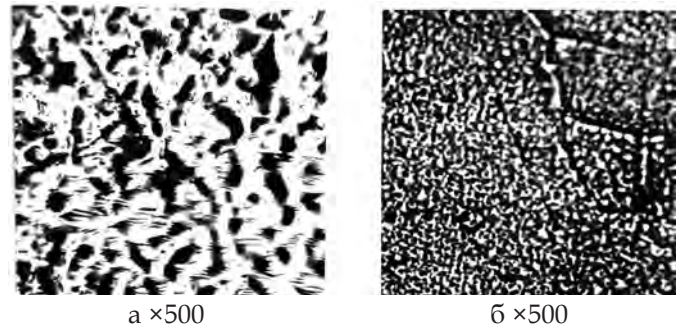


Рис. 1. Микрорельеф поверхности металла («апельсиновая корка») после ТЦО в аргоне:
а – фольга железа; б – массивный образец

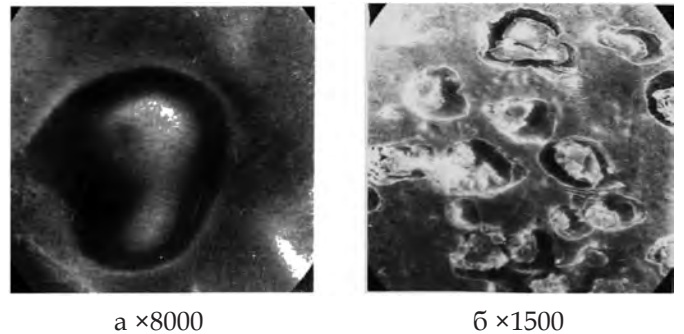


Рис. 2. Вид пор на поверхности фольги после ТЦО в водороде:
а – $P_H = 0,01$ МПа; $V_{охл} = 3$ К/с; $\Delta T = 1093-1193$ К;
б – $P_H = 0,01$ МПа; $V_{охл} = 3$ К/с; $\Delta T = 1143-1243$ К

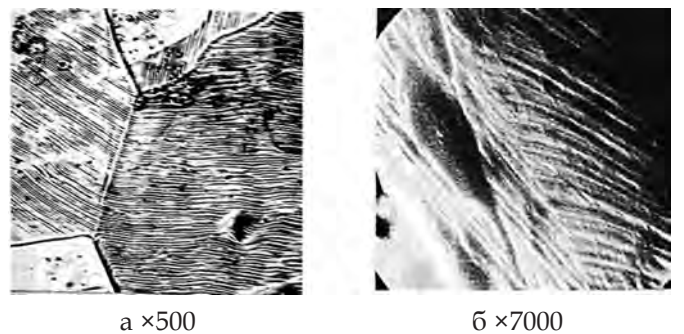


Рис. 3. Эквидистантные полосы на поверхности фольги после ТЦО в атмосфере водорода при параметрах:
а – $P_H = 0,5$ МПа; $V_{охл} = 0,1$ К/с; $\Delta T = 1123-1473$ К;
б – $P_H = 0,5$ МПа; $V_{охл} = 2,5$ К/с; $\Delta T = 1123-1223$ К

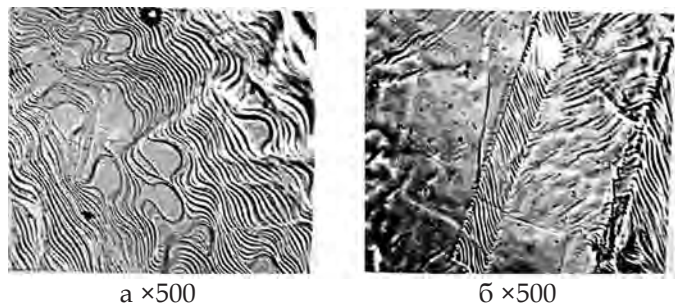


Рис. 4. Влияние величины градиента температур (ΔT) по длине образца, при ТЦО в водороде на геометрию эквидистантных полос:
а – $\Delta T = 30$ К/мм; б – $\Delta T = 35$ К/мм

формация носит не непрерывный, а дискретный характер. Волнистый рельеф, по нашему мнению, возникает в результате одиночных актов деформации металла Н-слоем, при которых водородонасыщенный слой теряет часть своей энергии, необходимой для деформации металла. Пройдя некоторый объем металла, Н-слой восстанавливает свою деформирующую способность (концентрацию водорода), что приводит к деформации следующего объема металла и т. д. до конца превращения в объеме одного зерна. Границы зерен, как чрезвычайно дефектные зоны разрушают Н-слой и прерывают эквидистантность полос.

Обнаруженный эффект образования эквидистантных полос повторялся практически при любых параметрах ТЦО в водороде.

Вероятно, что вышеописанный эффект проявляется в связи с выходом граней зерна на поверхность фольги. В этом направлении деформация металла менее затруднена в отличие от других граней зерна, контактирующих с соседними зернами. При определенном сочетании направления движения Н-слоя и плоскостей скольжения в отдельном зерне на поверхности фольги появляются следы микродеформации, как следствие прохождения Н-слоев.

Оценивая толщину Н-слоя по геометрии микрорельефа (если принять, что расстояние между соседними гребнями волн соизмеримо с толщиной Н-слоя), можно считать, что она меньше 0,04–0,2 мкм. Это подтверждают теоретические расчеты, по которым скорость движения фронта превращения находится в пределах 0,05–0,2 мм/с, что соответствует теоретически рассчитанной толщине Н-слоя (0,15–0,2 мкм) [4].

Следовательно, основной причиной появления волнистого рельефа на поверхности фольги при ТЦО в водороде можно считать сочетание двух факторов: геометрии фольги, как монокристалла в одном направлении и градиента температуры, направленного параллельно свободным плоскостям кристаллов – зернам фольги.

Выводы. Исследования позволили определить следующее:

- волнистый рельеф в пределах одного зерна при ТЦО в водороде связан с геометрическими параметрами фольги, так как ее толщина не превосходит размер зерна железа, которое выступает в роли монокристалла;

- термоциклирование фольги железа в атмосфере водорода вызывает появление волнистого рельефа в виде эквидистантных полос, что является следствием движения в объеме металла водородонасыщенных зон (Н-слоев). Необходимым условием появления на поверхности фольги эквидистантных полос является наличие градиента температур, направленного вдоль поверхности образца;

- термоциклирование фольги железа в аргоне и массивных образцов в водороде не вызывает появления волнистого рельефа в виде эквидистантных полос на их поверхности.

Библиографический список / References

1. Баранов А. А. Фазовые превращения и термоциклирование металлов / А. А. Баранов. – К.: Наукова думка, 1974. – 231 с.

Baranov A. A. *Fazovye prevracheniy i termosiklirovanie metallov*. Kyiv, Naukova dumka. 1974, 231 p.

2. Лазарев Б. Г. О пластической деформации железа при фазовом α - γ переходе / Б. Г. Лазарев, А. И. Судовцев, А. П. Смирнов // Физика металлов и металловедение. – 1959. – Т. VII, вып. I. – С. 122–127.

Lazarev B. G., Cudovcev A. I., Smirnov A. P. *O placticheckoy deformatsii zeleza pri fazovom α - γ perexode*. Fizika metalov i metalovedenie. 1959, vol. VII, issue I, pp. 122–127.

3. Шаповалов В. И. О природе аномальной спонтанной деформации железа в присутствии водорода / В. И. Шаповалов, В. Ю. Карпов // Физика металлов и металловедение. – 1983. – Т. 55, вып. 4. – С. 805–811.

Shapovalov V. I., Karpov V. Ju. *O prirode anomalnoy spontanoy deformatsii zeleza v prisutstvii vodoroda*. Fizika metalov i metalovedenie. 1983, vol. 55, issue 4, pp. 805–811.

4. Шаповалов В. И. Структура железа после аномальной спонтанной деформации / В. И. Шаповалов, В. Ю. Карпов, В. Ю. Финк // Изв. Вузов. Черная металлургия. – 1988. – № 6. – С. 156–157.

Shapovalov V. I., Karpov V. Ju., Fink V. Ju. *Struktura zeleza posle anomalnoy spontanoy deformatsii*. Izv. Vuzov. Chernay metalurgiy. 1988, no. 6, pp. 156–157.

Purpose. Investigation of the fine structure of iron foils during their thermocycling in an atmosphere of hydrogen with a transition through the temperature of the α - γ -transformation.

Methodology. Metallographic studies were carried out using optical and electron microscopes samples subjected to thermal cycles at different hydrogen pressures and temperature gradients.

Findings. The effect of formation of equidistant bands in the structure of foils of small thickness (20–30 μ m) from pure iron subjected to thermal cycles with transition through the temperature of α - γ -transformation was observed. Previously, this effect was not observed for massive samples. A mechanism is proposed for the appearance of equidistant bands, the causes and conditions for their occurrence in iron foils.

Originality. For the first time, the principal difference in the structure formation in thin foils (20 \pm 30 μ m) from pure iron in the form of equidistant bands is shown for the first time in comparison with massive samples.

Practical value. Achievement of microrelief on the surface of foils to change their surface properties (adhesion of liquids, micro roughness, increased activity).

Key words: equidistant strip, foil, hydrogen, thermocycling, polymorphic transformation.

Рекомендована к публикации
д. т. н. В. З. Куцовой
Поступила 23.05.2017