

PACS: 81.40.-z, 80.40.Vw

Н.Н. Белоусов

## *IN SITU*-ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ МАТЕРИАЛОВ В АЛМАЗНЫХ НАКОВАЛЬНЯХ.

### 1. ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

*Описаны конструктивные особенности структурно-деформационной камеры высокого давления с алмазными наковальнями-окнами. Показаны экспериментальные возможности камеры по осуществлению и визуализации процессов структурообразования и фазовыделения, протекающих непосредственно на поверхности и в объеме материалов в условиях интенсивной пластической деформации (ИПД) под давлением. Описаны экспериментальные особенности и методики проведения структурно-кинетических исследований в этих условиях оптическими, спектроскопическими, рентгеновскими и другими методами.*

### **Введение**

В настоящее время между физикой высоких давлений [1–5] и физикой прочности и пластичности [6–10] определился целый ряд общих проблем, являющихся составной частью интенсивно развивающегося нового направления – физики наноструктурных материалов [11–14]. Последняя занимается изучением свойств и явлений формирования объемных и планарных (поверхностных) наноструктур в условиях влияния внешних высокоэнергетических воздействий. Среди параметров таких воздействий на вещество особое место занимают высокие давления и ИПД (объемные, поверхностные) [13,14]. В этой связи актуальным является комплексное сочетание: а) различных видов ИПД с величиной давления; б) непрерывного наблюдения структурно-кинетических изменений с возможностью управления внешними структуроформирующими параметрами.

За основу взят разработанный Бриджменом [1,2,15–17] метод алмазных наковален. Высокая прочность алмазов позволила получать сверхвысокие давления [15–17] и осуществлять обработку поверхности [18]. Оптическая прозрачность алмаза дает возможность проводить исследования структуры и свойств вещества непосредственно в условиях сверхвысоких давлений [15]. Несмотря на явные достоинства, метод Бриджмена не лишен недостатков,

таких как: высокая стоимость алмазов; частые их повреждения, связанные с влиянием предельных нагрузок; ограниченная сдвиговая прочность алмазов; технические несовершенства камер сверхвысокого давления и др. [15–17]. В связи с этим актуальным является усовершенствование метода алмазных наковален, которое позволит: 1) обеспечивать долговременное и многократное использование алмазов в условиях действия предельных напряжений и деформаций; 2) осуществлять контроль за напряженно-деформированным состоянием алмазов в условиях предельных нагрузок; 3) расширять технологические и исследовательские функции камер с алмазными наковальнями; 4) разрабатывать и изготавливать новые технические конструкции камер. В настоящее время расширена область применения метода алмазных наковален, в частности, для получения объемных наноматериалов [14] и планарных наноструктур путем интенсивной поверхностной пластической деформации [19–21].

### Оборудование и методика эксперимента

Разработана и изготовлена структурно-деформационная камера с алмазными наковальнями-окнами (SDDAC – structure-deformation diamond anvil cell). В отличие от существующих [1–4,14–17] эта камера (рис. 1,*a*) предназначена не только для создания сверхвысокого давления, но, в основном, для осуществления объемных (осадка, сдвиг, экструзия) и поверхностных (фрикционно-контактное воздействие, абразивное выглаживание, сухое трение под контролируемым давлением и др.) пластических деформаций микрообразцов в сочетании с влиянием высокого давления (microbaroforging).

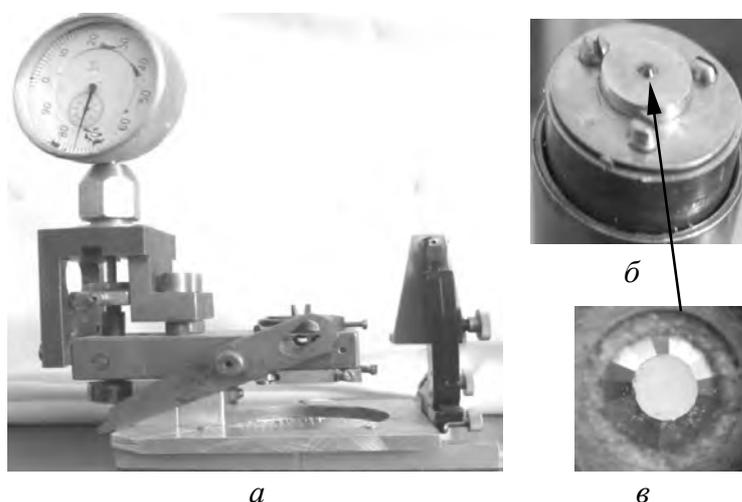


Рис. 1. Структурно-деформационная камера с алмазными наковальнями (*a*), нижний пуансон (*б*), алмаз в увеличенном виде (*в*)

**Функциональные особенности камеры SDDAC.** Конструкция камеры обеспечивает ее многофункциональность, в первую очередь возможность проведения *in situ*-исследований непосредственно в условиях ИПД под давлением (в дальнейшем будем ее называть камерой SDDAC *in situ*). Кроме этого, камеру можно устанавливать в реверсное устройство деформационной машины (2167P-50) для осуществления структурообразования в процес-

се ИПД (с записью диаграммы нагружения, регистрацией фрагментации и динамической рекристаллизации), а после разгрузки проводить изучение механических и структурно-кинетических свойств данного образца в условиях структурной релаксации.

Камера SDDAC *in situ* изготовлена с учетом выявленных технических несовершенств камер сверхвысокого давления [15–17] и на основании комплексного использования физико-механических и кристаллографических свойств природных алмазов [22–29]. Это позволило осуществлять многократное и долговременное использование алмазов (как деформирующего, так и абразивного инструмента) для работы в предельной области напряжений: 1) методом непрерывного контроля напряженно-деформированного состояния наковален по характеру изменения двойного лучепреломления в поляризационном микроскопе; 2) путем регулярной профилактики рабочих граней алмазов (рис. 1, в, после 2–5 циклов нагружений), связанной с травлением царапин и микротрещин, наблюдаемых в интерференционном микроскопе, (травитель – азотная кислота,  $T = 45–70^\circ\text{C}$ ,  $t = 5–30\text{ s}$ ), температура и время варьировались в зависимости от степени повреждения алмазов (максимальная глубина травления не более 1.0–1.2  $\mu\text{m}$ ).

**Критерии отбора и параметры алмазов.** Использовали пару природных октаэдрических монокристаллов алмаза (рис. 1, а), отобранную по специально разработанным и апробированным критериям (с учетом [15–29]):

1) совпадение веса алмазов и их размеров  $m_{1,2} = 0.24 \pm 0.01\text{ ct}$ ,  $D_{1,2} = 3.9 \pm 0.1\text{ mm}$  (опорная плоскость),  $d_{1,2} = 0.85 \pm 0.03\text{ mm}$  (рабочая грань),  $h_{1,2} = 2.18 \pm 0.06\text{ mm}$ ;

2) отсутствие внутренних включений и бесцветность (визуальная оценка);

3) отсутствие исходных внутренних напряжений (оценка по величине двойного лучепреломления);

4) минимальное отклонение: рабочих граней от плоскости (100) на угол не более  $1.0–1.5^\circ$ , вертикальной оси алмазов от кристаллографического направления [100] – не более  $1.0–1.5^\circ$ ;

5) отклонение плоскопараллельности рабочих и опорных плоскостей на угол не более  $1.0–1.5^\circ$ ;

6) максимальная величина эффективности усилия (оценка по отношению усилия, передаваемого на торец наковальни, к усилию, прилагаемому к ее основанию);

7) одинаковое число граней ( $n = 16/16$ ), что исключало неоднородность распределения напряжений на рабочих площадках граненых алмазов, возникающую из-за несовпадения по периметру встречных торцов пары наковален;

8) незначительная выпуклость рабочих плоскостей ( $R \approx 1.0–1.5\ \mu\text{m}$ ), необходимая для компенсации ее прогиба при предельных напряжениях сжатия и для уменьшения градиента распределения напряжений по всей наковальне на этапе разгрузки.

Алмазы, не отвечающие вышеперечисленным критериям отбора, как правило, преждевременно (за 1–3 цикла) разрушались в условиях реализации предельных напряжений.

**Конструктивные особенности камеры SDDAC in situ.** Камера (рис. 1) состоит из корпуса, выполненного из прямоугольной пластины размерами  $120 \times 45 \times 20$  mm, изготовленной из высокопрочной стали 45XHMФА, закаленной до 45–50 HRC. Внизу камера имеет цилиндрическое отверстие, в котором перемещается подвижный поршень (рис. 1,а). Отверстие закрыто крышкой, служащей опорой для верхнего алмаза. Верхняя опора при необходимости устанавливается на миниатюрном упорном подшипнике, позволяющем производить вращение верхней наковальни (при неподвижной нижней) и осуществлять сдвиговую деформацию на поверхности и в объеме образца (в зависимости от величины приложенного давления). Вращение осуществляется вручную либо при помощи электродвигателя с редуктором. Опоры алмазов закалены до твердости 50–55 HRC и снабжены коническими отверстиями для ввода и вывода светового и рентгеновского излучения, пропускаемого через алмазы. Центровка в поперечной плоскости нижней опоры с алмазом осуществляется с помощью микровинтов. После завершения центровки опора закрепляется шайбами (с коническим центральным отверстием), притянутыми к ней винтами. Пара цилиндр–поршень обработана с высокой точностью, зазор между ними не более 10  $\mu\text{m}$ . Цилиндр при необходимости может извлекаться из корпуса (рис. 1,б).

**Принцип действия камеры SDDAC in situ.** Усилие с помощью механического винтового пресса с рамной станиной (силовой винт с коэффициентом редукции 1 : 2.5) передается на упругий элемент системы, затем через серьгу на концы рычагов (отношение плеч 1 : 2) и далее на подпятник, непосредственно передающий усилие на поршень (общая редукция 1 : 5). Подвеска рычагов на двух серьгах позволяет им принимать положение, при котором боковые усилия в паре цилиндр–поршень меньше, чем при жестком креплении рычагов. Нижний подвижный поршень снабжен полусферическим углублением, сопряженным с опорой второго алмаза с полусферической поверхностью. Полусферическая опора входит в соответствующее углубление в поршне, к которому она притерта для обеспечения равномерного прилегания по всей поверхности. Такая конструкция центрирующего устройства позволяет менять наклон второго алмаза до достижения плоскопараллельности рабочих торцов алмазных наковален.

**Контроль параметров.** Измерения плоскопараллельности рабочих поверхностей производили до и после эксперимента с помощью оптического микроскопа в момент касания наковален (при освещении на просвет) по интерференционным линиям с точностью до  $3'$ . Плоскопараллельность непосредственно под давлением, а также величину самого давления оценивали и контролировали как оптическим методом по появлению, расположению и конфигурации границ фазовых превращений в слоях: AgI при 0.24, 0.29 и 9.7 GPa [30],

KCl – 2.0 GPa [31], ZnS – 15.0 GPa [32], GaP – 22.0 GPa [32], так и спектроскопическим методом по барическому смещению  $R_1$ -линии люминесценции рубина:  $\lambda = 693.2$  nm ( $P = P_{\text{atm}}$ );  $\lambda = 696.8$  nm ( $P = 11.5$  GPa);  $\lambda = 700.1$  nm ( $P = 20.3$  GPa);  $\lambda = 703.4$  nm ( $P = 30.7$  GPa). Давление оценивали по формуле [33]:  $P = k\Delta\lambda$ , где  $k = 2.740 \pm 0.016$  GPa/nm, погрешности измерения длины волны  $\Delta\lambda = \pm 0.008$  nm, давления  $\Delta P = \pm 0.05$  GPa.

**Режимы деформации образцов в условиях ИПД под давлением.** Усилие к поршню (с 5-кратной редукацией) передается двумя способами: 1) с помощью рычажно-винтового механизма (квазистатический ручной режим): регистрация силы – тензометрической системой СИИТ-2 (точность  $\pm 10$  N), смещение винта – стрелочным индикатором (точность  $\pm 5$   $\mu\text{m}$ ), зависимость приложенного усилия от смещения винта линейная; 2) непосредственно в нагружающем устройстве деформационной машины 2167P-50 (динамический режим): точность регистрации силы  $\pm 1$  N, перемещения –  $\pm 1$   $\mu\text{m}$ .

Передача усилия в ручном режиме осуществляется: для реализации релаксации напряжения – путем передачи усилия через шток; для реализации режима ползучести – посредством упругого элемента, составленного из четырех пакетов тарельчатых пружин (сталь 60С2А, внешний диаметр 24 mm, внутренний – 12 mm, последовательное попарное соединение, область упругости каждой тарелки – 60 kg). Условия нагружения в динамическом режиме (машина 2167P-50): компьютерная запись зависимости напряжения от деформации; регистрация релаксации напряжений; циклические нагружения: мягкий режим ( $\sigma = \text{const}$ ,  $\pm 0.1$  N), жесткий режим ( $\epsilon = \text{const}$ ,  $\pm 1$   $\mu\text{m}$ ). Жесткость металлических конструкций камеры SDDAC *in situ* – 10 t/mm. В камере создается максимальное давление до 50 GPa, предельная степень логарифмической деформации  $e = 3$  (за один цикл).

**Универсальность и многофункциональность камеры SDDAC *in situ*.** Замена соответствующих приставок в камере SDDAC *in situ* (рис. 1, 2) позволяет производить: 1) визуальные наблюдения магнитной структуры; рентгеноструктурные исследования контактно-фрикционного взаимодействия, абразивного истирания поверхности (с изучением продуктов износа), алмазного выглаживания и процессов сухого трения при ИПД поверхности; исследование поверхностных микроструктурных изменений при освещении в видимом, ультрафиолетовом и инфракрасном диапазонах длин волн с применением флуоресцирующих красителей; твердофазное легирование (физическое, химическое) поверхности путем нанесения и последующего втирания (при сдвиге) или вдавливания (при сжатии) в поверхность легирующихся элементов (с последующей термической обработкой); твердофазное компактирование нанопорошков в условиях ультразвукового воздействия; оптическое наблюдение (в поляризованном свете по перемещению полосы Бекке) границ зерен и берегов трещин с оценкой показателя преломления на различных структурных элементах; изучение процессов зарождения и развития трещин, явлений вязкохрупкого перехода и кинетики трещинообразо-

вания; наблюдения обратимого и необратимого выпадения фаз высокого давления (ФВД), измерения размеров и объемов ФВД с использованием флуоресцирующих жидкостей, которые применяются в качестве микродатчиков фазового состояния поверхности; изучение состояния деформированной поверхности путем исследования квантового выхода люминесценции адсорбированных молекул нанесенного красителя; 2) оптические исследования при консолидации нанопорошков путем изучения интенсивности светового излучения (различной длины волны) и изменения коэффициента пропускания светового излучения (в проходящем свете); 3) спектроскопию оптического и комбинационного рассеяния; 4) рентгенографические исследования (параметры решетки, величина микронапряжений, размеры области когерентного рассеяния (ОКР), фазовые превращения и структура новых фаз); 5) дифрактометрические исследования процесса структурной релаксации *in situ*; 6) компьютерную запись: а) кривых нагружения  $\sigma(\epsilon)$  (при различных скоростях деформации) с оценкой коэффициента скоростной чувствительности  $m$ ; б) кривых релаксации напряжений  $\sigma(t)$  с оценкой величины близко- и дальнедействующих полей внутренних напряжений; 7) оценку уровня запасенной энергии сильнодеформированного наноструктурированного тела; 8) термодинамический анализ процесса структурообразования при ИПД в алмазных наковальнях; 9) динамические измерения акустической эмиссии и электросопротивления.

**Создание сверхвысокого давления.** В камере SDDAC *in situ* предусмотрена возможность создания сверхвысокого гидростатического давления  $P \geq 10$  GPa с использованием металлических контейнеров (прокладки-гasketки) из прочной нержавеющей стали 12X18H10T и жидкости, передающей давление (метанол-этаноловая смесь в соотношении 4 : 1). Для получения квазигидростатического давления  $P \geq 15$  GPa применяли парафин, для  $P \geq 30$  GPa – мелкодисперсную, пластичную при высоком давлении поваренную соль. Величину негидростатического давления оценивали по изменению среднего значения параметра решетки NaCl (точность  $\pm 0.05$  GPa). Металлические контейнеры использовали в основном для осуществления компактирования микро-, субмикро- и нанопорошков. При необходимости применяли ультразвуковое воздействие. Использовались узко- (кварцевые) и широкополосные (ЦТС-керамика) пьезодатчики, служащие одновременно и датчиками акустической эмиссии.

**Консолидация и гомогенизация порошков в камере SDDAC *in situ*.** Для визуального наблюдения процессов консолидации и гомогенизации нанопорошков в камере SDDAC *in situ* (рис. 3) проводили оптические исследования по изменению коэффициента пропускания светового излучения.

**Выбор материала контейнеров.** Особое внимание уделяли выбору материала гasketок для компактирования, который осуществляли из условий [15–17]: 1) проявления высокой прочности при сохранении достаточной пластичности (вязкости) для уплотнения содержимого контейнера; 2) опти-

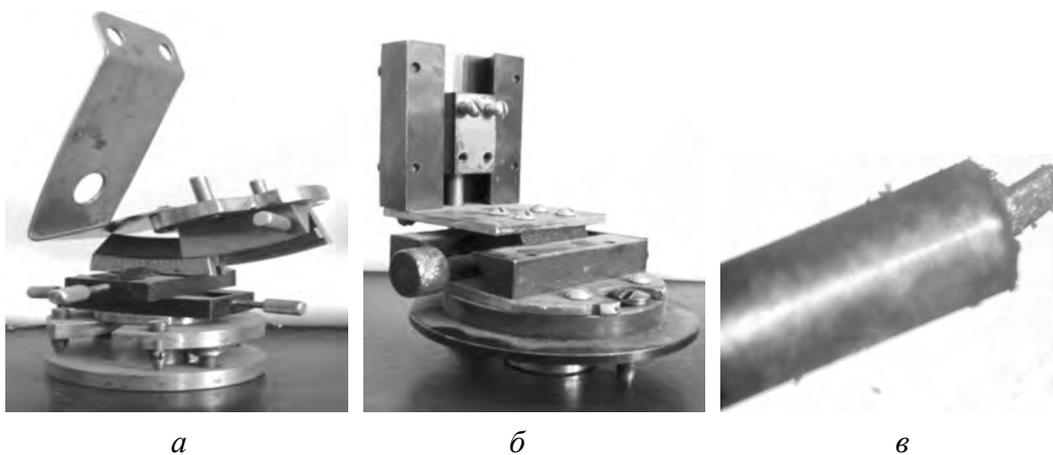
мальной величины коэффициента внутреннего трения (отношение прочности на сдвиг к сжимающей силе) в пределах 0.4–0.6 (при меньших значениях наблюдалось сильное вытекание (экструзия) материала контейнера); 3) линейного изменения объемной сжимаемости не менее чем на 15% (при максимальном давлении); 4) обратимости этих свойств, дающих возможность повторного использования контейнеров-гasketок после воздействия высокого давления. Из различных сортов исследованных сталей, удовлетворяющих поставленным условиям, выбраны следующие: 12X18H10T, 12X18H9, 0.8X15H50-2T (ЭП-450).

*Подготовка контейнеров.* Оработана методика приготовления металлических контейнеров. Из листа выбранной стали толщиной 200–300  $\mu\text{m}$  вырезали заготовки диаметром 800–1000  $\mu\text{m}$ , которые предварительно обдавливали между наковальнями до толщины 80–100  $\mu\text{m}$ . В центре отпечатка сверлили отверстие диаметром 100–300  $\mu\text{m}$  и уменьшали его до 80–200  $\mu\text{m}$  дополнительным обжатием (без заполнения отверстия). Для достижения максимальных давлений и деформаций использовали более тонкие контейнеры и отверстия меньших диаметров. Толщину контейнера выбирали из условия осуществления максимальной боковой поддержки наковален выдавленным материалом, что уменьшало градиент распределения напряжений (в системе наковален и материала контейнера), а также снижало напряжение сдвига до величины меньше сдвиговой прочности алмаза. В условиях получения максимальных давлений осуществляли тщательный контроль за сохранением плоскопараллельности наковален (использовали вещества-свидетели или специальные флуоресцирующие жидкости).

*Сдвиг под давлением в камере SDDAC in situ.* В камере предусмотрена деформация сдвига под различным давлением для осуществления объемных (при  $P \geq 1$  GPa) и поверхностных (при  $P \leq 1$  GPa) структурно-фазовых изменений. Миниатюрный образец в виде диска диаметром порядка 0.3–0.4 mm и толщиной 0.02–0.03 mm помещали между рабочими поверхностями алмазных наковален. Мягкие металлы предварительно спрессовывали в тонкую полоску (для уменьшения неконтролируемого течения под нагрузкой), затем обрезали кромки и снова повторяли операцию. Полученный тонкий образец устанавливали под наковальни. После нормального сжатия до заданной величины осуществляли вращение (деформацию сдвига) в ручном режиме путем поворота верхней наковальни на ограниченный ( $\varphi \leq 10^\circ$ ) угол. При таком угле поворота (за один цикл) достигали значительной деформации сдвига  $\gamma$ , которую (без учета деформации осадкой) оценивали из соотношения:  $\gamma = \varphi(R/h)$  [14], где  $\varphi$  – угол поворота в радианах,  $R$  – радиус образца,  $h$  – его толщина. С целью накопления больших пластических деформаций в условиях высокого давления осуществляли многократный поворот верхней наковальни в обе стороны. В работе [7] показана идентичность эффектов, полученных как при однократном сдвиге на заданный угол  $\varphi$ , так и при наборе этой величины за несколько поворотов в разные стороны  $\Phi = n\varphi$ , где  $n$  – число поворотов.

**Экструзия металлов.** В камере SDDAC *in situ* реализована возможность поверхностной (выглаживание) и объемной (вытекание) экструзии деформируемого материала в трех направлениях: 1) радиальном – из-под сжимающих торцевых поверхностей наковален при нормальном сжатии; 2) тангенциальном – в условиях сочетания нормального сжатия и кручения; 3) продольном – с использованием в качестве наковален алмазов с цилиндрическими выемками и конусными отверстиями (применяли готовые алмазные фильеры).

**Возможности рентгеноструктурного анализа. 1. Фотометод.** Камеру SDDAC *in situ* (см. рис. 1,а) использовали для проведения рентгенографических структурно-кинетических *in situ*-исследований в предельных условиях напряженно-деформированного состояния вещества. *Технические средства и условия съемки:* 1) аппарат УРС-0.1; 2) коллиматор диаметром 0.1 mm, жесткое  $Mo K_{\alpha_1}$ -излучение; 3) острофокусная трубка с физическим фокусом  $0.1 \times 0.1$  mm; 4) максимальный угол дифракции камеры  $\theta = 60^\circ$  (благодаря дополнительному пропилу в выходном окне); 5) диаметр отверстия в прокладке камеры 0.1 mm, расчетный диаметр облучаемой поверхности не более 0.2 mm (при рабочем диаметре образца 0.4–0.8 mm).



**Рис. 2.** Дополнительное оборудование: а, б – приставки для рентгеноструктурного анализа соответственно фото- и дифрактометрическим методами, в – миниатюрная медьконстантановая термопара в защитном кожухе ( $\times 100$ )

*Условия съемки и методика эксперимента:* 1) измерения «на просвет» в плоскости, параллельной и перпендикулярной оси наковален; 2) расстояние между фокусом и отверстием коллиматора соответствует удвоенному расстоянию между отверстием коллиматора и образцом; 3) расстояние между образцом и пленкой 18–35 mm; 4) дифракционная картина регистрируется на плоскую пленку, вставленную в кадрированную кассету; 5) экспозиция 8 h и более; 6) образец и пленка в процессе съемки не вращаются.

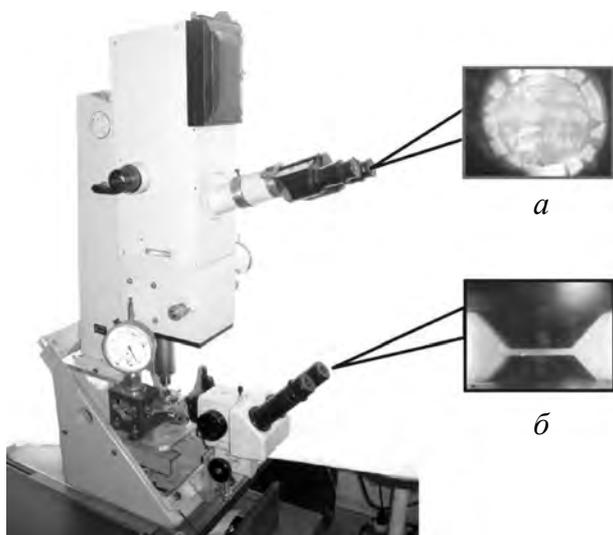
Камеру SDDAC *in situ* устанавливали на специально изготовленную универсальную подставку с гониометрической головкой (рис. 2,а), позволяю-

щую проводить юстировку в трех взаимно перпендикулярных направлениях (точность  $\pm 0.01$  mm) и осуществлять рентгенографирование различными методами. Юстировка камеры с подставкой заключалась в совмещении оси нагружения наковальни и линии распространения первичного рентгеновского луча. Предварительно юстировку производили на столике рентгеновской установки по максимуму проходящего через наковальни (без образца) лазерного излучения (от лазерной указки). Затем осуществляли более точную юстировку по максимуму рентгеновского вторичного излучения (в режиме счета фотонов), проходящего вдоль оси нагружения алмазов через деформируемый тонкий образец.

**2. Дифрактометрический метод. Технические особенности.** Изготовлена специальная подставка для камеры SDDAC *in situ* (рис. 2,б), позволяющая проводить исследования с помощью дифрактометра. Подставка выполнена на базе рентгеновской приставки ГП-13. В ее верхней части установлены салазки типа «ласточкин хвост», к которым жестко прикреплена камера. Салазки позволяют осуществлять перемещения в горизонтальной и вертикальной плоскостях в пучке рентгеновских лучей с помощью микрометрических винтов, удаленных из поля действия рентгеновского излучения. Подставки с камерой установлены на гониометр ГУР-8 дифрактометра ДРОН-3.

*Условия съемки и методика эксперимента:* 1) метод «на просвет» в интервале углов  $18^\circ \leq 2\theta \leq 120^\circ$ ; 2) излучение Mo  $K_{\alpha_1}$ ; 3) образец выводился из зацепления, и вращался лишь детектор; 4) регистрацию осуществляли на диаграммную ленту и дисплей компьютера; 5) каждую линию регистрировали в положительной и отрицательной зонах гониометра (при прямом и обратном ходе детектора); 6) проводили усреднение (по четырем измерениям) профилей и интенсивностей дифракционных линий для нахождения средних величин микронапряжений и размеров ОКР; 7) величину угла дифракции  $\theta$  (для определения параметра решетки) находили как среднее из четырех измерений (точность  $\Delta a = \pm 2 \cdot 10^{-4}$  nm). Исходное и последеформационное (текстурированное) состояние образцов контролировали в том же излучении стандартным методом Брэгга–Брентано с использованием текстурной приставки ГП-14.

**Оптическая микроскопия.** С помощью оптического длиннофокусного микроскопа MBT-71У4.2 (увеличение до 500, фокусное расстояние до 20 mm) в камере SDDAC *in situ* проводили визуальные наблюдения процесса деформации вдоль и перпендикулярно оси нагружения (рис. 3,а,б). Найдены условия реализации максимального (до 800) увеличения данного класса длиннофокусных микроскопов. Использовали объектив с увеличением 40 и числовую апертуру ( $NA = 0.52$ ). При таком увеличении усиливались aberrации в наковальнях ввиду большого показателя преломления алмаза ( $n = 2.42$ ). Эти aberrации уменьшались путем использования пластины из плавленого кварца стандартной толщины ( $d = 1.50$  mm). Для получения изображения наилучшего качества (при освещении на просвет) числовая апертура конденсора осветителя была сопряжена с апертурой объектива. Оптическим мето-



**Рис. 3.** Оптико-механическая установка для исследований структурных изменений в материалах в условиях деформации в камере SDDAC *in situ*: *a* – наблюдение вдоль оптической оси, *б* – перпендикулярно ей

дом в поляризованном излучении по характеру двойного лучепреломления (путем помещения наковален между скрещенными николями) реализована возможность наблюдения за характером изменения состояния алмазов в условиях предельных нагрузок. В зависимости от характера напряженно-деформированного состояния алмазов регистрировали периодические гашения интенсивностей (при вращении николей), а также нерегулярные светлые и темные области. В условиях предельных нагрузок наблюдался заметный сдвиг этих областей. Сдвиг измеряли доста-

точно ( $\pm 5 \cdot 10^{-3}$  mm) точно с помощью специальной оптической приставки. Величина сдвига линейно изменялась с ростом давления: в соотношении 0.1 mm на 1.0 GPa (оценка по рубиновому датчику). Этот метод (как менее трудоемкий и более быстрый) использовали для оценки предельных значений давления, а также сжимаемости вещества по изменению толщины образца (непосредственно в условиях сверхвысокого давления). Методом двойного лучепреломления однократно удалось наблюдать появление размытия линий (в виде гало), впоследствии один из алмазов разрушился, что, вероятно, является показателем предельного напряженно-деформированного состояния алмазов.

**Теплофизические измерения.** В камере SDDAC *in situ* предусмотрено измерение температуры с помощью специально изготовленной миниатюрной медьконстантановой термопары (см. рис. 2, в) [34]: толщина проводов 0.05 mm, точность  $\pm 0.05^\circ\text{C}$ , быстродействие 50 ms,  $\Delta T = 50^\circ\text{C}$ . Для исключения повреждений в процессе измерений термопара помещена в отверстие металлической иглы (рис. 2, в). При деформации образца между наковальнями (без предварительной термоизоляции) вследствие высокой (2000 W/mK [29]) теплопроводности алмаза происходил быстрый отвод тепла через наковальни, что исключало возможность измерения температуры данным методом. Разработана методика измерения температуры при деформации под давлением в условиях интенсивного теплоотвода алмазными наковальнями. Предусмотрены измерения при непосредственном контакте образца и термопары, а также при одновременной деформации образца и термопары. Во втором случае отдельно измеряли зависимость термоэдс термопары от дав-

ления, поскольку замечено возникновение в проволоке во время нагружения побочных ЭДС. Последние использовали для исключения дополнительного нагрева из реальной температуры образца. Предварительно изготавливали специальные термоизолирующие контейнеры из поваренной соли, графита, окиси магния или окиси алюминия. Контейнеры (внешний диаметр  $d \approx 0.7$  mm, высота  $h \approx 0.6$  mm, диаметр отверстия  $d \approx 0.3$  mm) заключали в тонкий металлический бандаж для предотвращения их разрушения под давлением. Металлический образец (с выведенным наружу термоконтактом) помещали в отверстие контейнера, после чего осуществляли предварительное обжатие до начала пластического течения материала контейнера. Это способствовало плотному заполнению пространства между образцом и отверстием контейнера, что надежно термоизолировало образец от наковален и не препятствовало процессу его пластической деформации.

С целью регистрации температурных изменений, протекающих в процессе структурообразования и фазовыделения при ИПД, разработана компьютерная программа [34]. По кривым нагружения  $\sigma(\epsilon)$  и деформационного изменения температуры  $T(\epsilon)$  оценивали работу формоизменения и уровень запасенной энергии в сильнодеформированном веществе. С целью определения механизма, лежащего в основе процесса структурообразования при ИПД в алмазных наковальнях по характеру температурных изменений, протекающих в процессе деформации, проводили термоактивационный анализ с оценкой величины активационного объема  $V$  и энергии активации  $H$ .

Таким образом, описаны конструктивные особенности структурно-деформационной камеры высокого давления с алмазными наковальнями-окнами. Показаны экспериментальные возможности камеры по осуществлению и визуализации процессов структурообразования и фазовыделения, протекающих непосредственно на поверхности и в объеме материалов в условиях ИПД под давлением. Описаны экспериментальные особенности и методики проведения структурно-кинетических исследований в этих условиях оптическими, спектроскопическими, рентгеновскими и другими методами.

1. П.В. Бриджмен, Физика высоких давлений, ОНТИ, Москва–Ленинград (1935).
2. П.В. Бриджмен, Новейшие работы в области высоких давлений, ИЛ, Москва (1948).
3. Л.Ф. Верещагин, Твердые тела при высоких давлениях, Наука, Москва (1981).
4. Твердые тела под высоким давлением, В. Пол, Д. Варшауэр (ред.), Мир, Москва (1966).
5. Б.И. Береснев, К.И. Езерский, Е.В. Трушин, Высокие давления в современных технологиях обработки материалов, Наука, Москва (1988).
6. Механические свойства материалов под высоким давлением, Х.Л. Пью (ред.), Мир, Москва (1973).
7. П.В. Бриджмен, Исследование больших пластических деформаций и разрыва, ИЛ, Москва (1955).

8. *В.В. Рыбин*, Большие пластические деформации и разрушение металлов, Металлургия, Москва (1986).
9. *В.И. Зайцев*, Физика пластичности гидростатически сжатых кристаллов, Наукова думка, Киев (1983).
10. *Б.И. Береснев, Л.Ф. Верещагин, Ю.Н. Рябинин, Л.Д. Лившиц*, Некоторые проблемы больших пластических деформаций металлов при высоком давлении, АН СССР, Москва (1960).
11. *И.Д. Морохов, Л.Д. Трусов, В.И. Лаповок*, Физические явления в ультрадисперсных средах, Наука, Москва (1984).
12. *H. Gleiter*, Prog. Mater. Sci. **33**, 223 (1989).
13. *В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов, Д.А. Павлик, В.Ф. Малышев*, Процессы пластического структурообразования металлов, Наука и техника, Минск (1994).
14. *Р.З. Валиев*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
15. *К. Брэдли*, Применение техники высоких давлений при исследованиях твердых тел, Мир, Москва (1972).
16. *Д.С. Циклис*, Техника физико-химических исследований при высоких и сверхвысоких давлениях, Химия, Москва (1976).
17. *Современная техника сверхвысоких давлений*, Е.Г. Понятовский (ред.), Мир, Москва (1964).
18. *В.М. Торбило*, Алмазное выглаживание, Машиностроение, Москва (1972).
19. *Н.Н. Белоусов*, в сб.: Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий, Кацевели (2004), с. 189–190.
20. *В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов*, в сб.: Нанотехнология и физика функциональных нанокристаллических материалов, Екатеринбург (2005), с. 13–21.
21. *В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов*, в сб.: Современное материаловедение: достижения и проблемы, Киев (2005), с. 561–562.
22. *Л.А. Васильев, З.П. Белых*, Алмазы, их свойства и применение, Недра, Москва (1983).
23. *И.И. Шафрановский*, Алмазы, Наука, Москва–Ленинград (1964).
24. *И.С. Рожков, А.П. Мороз*, Алмазы на службе человека, Недра, Москва (1967).
25. *М.Я. Коломейская*, Натуральные и синтетические алмазы в промышленности, Недра, Москва (1967).
26. *Е.В. Соболев*, Примесные центры в алмазе, Наука, Новосибирск (1972).
27. *А.Е. Ферсман*, Кристаллография алмазов, Наука, Москва (1955).
28. *Г.О. Гомон*, Комплексное изучение оптических свойств алмазов, Недра, Москва (1965).
29. *Физические свойства алмазов*. Справочник, Н.В. Новиков (ред.), Наукова думка, Киев (1987).
30. *В.М. Riggelman, H.G. Drickamer*, J. Chem. Phys. **38**, 2721 (1963).
31. *P.W. Bridgman*, Phys. Rev. **51**, 237 (1940).
32. *G.L. Piermarini, S. Block*, Rev. Sci. Instrum. **45**, 973 (1975).
33. *G.L. Piermarini, S. Block, J.D. Barnett*, J. Appl. Phys. **46**, 2774 (1975).
34. *Н.Н. Белоусов, В.Д. Бахмацкий*, Тез. докл. 9-й Международной конференции «Высокие давления – 2006. Фундаментальные и прикладные аспекты», Норд-Пресс, Донецк (2006), с. 116.

*N.N. Belousov*

## IN SITU INVESTIGATION OF STRUCTURE-FORMATION PROCESSES DURING THE DEFORMATION OF MATERIALS IN DIAMOND ANVILS.

### 1. EQUIPMENT AND EXPERIMENTAL PROCEDURE

Design features of structure-deformation high-pressure chamber with diamond anvils-cells are described. Experimental capabilities of the chamber to realize and visualize the processes of structure formation and phase separation developing on the surface and in the bulk of materials during severe plastic deformation under pressure are described. Experimental details and procedures of structural-kinetic investigations done in mentioned conditions by using optical, spectroscopic, X-ray and another methods are described.

**Fig. 1.** Structural-deformation chamber with diamond anvils (*a*), lower punch (*b*), diamond, enlarged view (*c*)

**Fig. 2.** Additional equipment: *a*, *b* – attachments for X-ray diffraction analysis by, respectively, photo- and diffractometric methods, *c* – miniature copper-constantan thermocouple in protective casing ( $\times 100$ )

**Fig. 3.** Optomechanical unit to study structure changes of materials under deformation in SDDAC chamber *in situ*: *a* – as-observed along optical axis, *b* – perpendicular to the axis