



多次冲击加载-卸载路径下铁 $\alpha - \epsilon$ 相变动力学特性研究

华颖鑫 刘福生 耿华运 郝龙 于继东 谭叶 李俊

Kinetics of iron $\alpha - \epsilon$ phase transition under thermodynamic path of multiple shock loading-unloading

Hua Ying-Xin Liu Fu-Sheng Geng Hua-Yun Hao Long Yu Ji-Dong Tan Ye Li Jun

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 70, 166201 (2021) DOI: 10.7498/aps.70.20210089

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.70.20210089>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

单晶铁沿[101]晶向冲击过程中面心立方相的形成机制

Formation mechanism of face-centered cubic phase in impact process of single crystal iron along [101] direction

物理学报. 2020, 69(13): 130202 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20191877>

李晶对Be材料冲击加-卸载动力学影响的数值模拟研究

Effect of twining on dynamic behaviors of beryllium materials under impact loading and unloading

物理学报. 2018, 67(16): 164601 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20180451>

铁冲击相变的晶向效应

Orientation effect of α -to- ϵ phase transformation in single-crystal iron

物理学报. 2017, 66(14): 146201 <https://doi.org/10.7498/aps.66.146201>

窗口声阻抗对锆相变动力学的影响

Phase transformation kinetics of zirconium under ramp wave loading with different windows

物理学报. 2018, 67(7): 070204 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172198>

单晶Ce冲击相变的分子动力学模拟

Molecular dynamics simulation of shock-induced isostructural phase transition in single crystal Ce

物理学报. 2020, 69(11): 116202 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200323>

高压高应变率加载下多晶相变的原位X射线衍射

In situ observation of phase transition in polycrystalline under high-pressure high-strain-rate shock compression by X-ray diffraction

物理学报. 2020, 69(24): 246201 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200929>

多次冲击加载-卸载路径下铁 α - ϵ 相变动力学特性研究*

华颖鑫¹⁾²⁾ 刘福生¹⁾ 耿华运²⁾ 郝龙²⁾ 于继东²⁾ 谭叶²⁾ 李俊^{2)†}

1) (西南交通大学高温高压物理研究所, 成都 610031)

2) (中国工程物理研究院流体物理研究所, 冲击波物理与爆轰物理重点实验室, 绵阳 621900)

(2021 年 1 月 14 日收到; 2021 年 4 月 8 日收到修改稿)

采用气炮作为加载手段, 结合反向碰撞技术和多台阶三层组合飞片技术, 通过精细的样品/窗口波剖面测量, 对典型加载-卸载-再加载路径下铁的相变动力学特性进行了研究. 观测到一次卸载阶段的多波结构及再加载段的双波结构. 获得首次逆相变阈值约为 (11.3 ± 0.5) GPa, 首次加卸载相变特征时间为 30 ns; 再加载相变起始压力为 10—12 GPa, 且随着再加载初始态 ϵ 相质量分数降低而降低. 实验显示二次相变压力阈值与 ϵ 相残余质量分数以及逆相变子相所含孪晶、缺陷相关, 同时二次加载相转变速率比首次加载更快. 上述结果揭示了多晶铁相变动力学行为与加载路径的强耦合, 为相关研究提供了新的视角和实验支撑.

关键词: 铁, 冲击加载, 相变动力学, 再加载

PACS: 62.50.Ef, 61.20.Lc, 64.70.K-, 64.70.kd

DOI: 10.7498/aps.70.20210089

1 引言

相变是指材料内部的原子排列、晶体结构或电子结构发生变化. 然而物质世界种类繁多、千差万别, 不同相变系统之间差异极大, 即使是同一相变系统, 在不同外界条件下相变类型和特征也有或大或小的差别. 尤其是在冲击波作用下由于耦合了高温、高压、高应变率、加载-卸载路径等极端且复杂的条件, 相变的复杂性超出了其平衡状态, 如相变为什么发生, 朝着什么方向进行? 相变是如何进行的, 它的途径和速度如何? 相变产物的结构转变有什么特征? 这些问题激发了研究者的极大兴趣, 在凝聚态物理、地球科学和材料科学中成为最吸引人的主题之一.

作为地球内-外核主要成分和众多工业应用研

究的重要材料, 铁在不同压力-温度条件下呈现出一系列复杂的晶体结构. 本文主要研究在高压条件下, α -Fe 经历结构转变为另一个物相 ϵ 相 (六角密排, hcp)^[1] 的相变, 这一相变行为最初在 Minshall 等^[2,3] 的冲击实验中发现, 随后被 Barker 和 Hollenbach^[4,5] 的速度剖面测量确认, 也在静高压电阻率测量^[6]、X 射线衍射 (XRD)^[7-9] 中得到证实.

后续的研究工作尤其是动态高压实验表明, 温度、加载路径、减压速率 (卸载速率)、剪切应力、样品大小、晶粒尺寸等对 $\alpha \rightarrow \epsilon$ 相转变的动力学途径都有很大影响. 例如, 不同加载方式实验表现出与时间依赖的相转变速率明显差异, 其中 Barker 等^[5] 冲击实验 (应变率 $\sim 10^6$ /s) 给出的相变特征时间从冲击压力 17 GPa 时的 60 ns 下降至 30 GPa 时的 12 ns, 且随终态压力呈线性衰减; Jensen 等^[10] 的反向碰撞冲击实验则显示了与先前的理解

* 科学挑战计划 (批准号: TZ2016001)、冲击波与爆轰物理国家重点实验室 (批准号: JCKYS2018212002) 和 NSAF 联合基金 (批准号: U1730248) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: lijun102@caep.cn

相反响应, 相变特征时间随峰值压力呈指数型衰减, 从相变压力处的百纳秒量级到高碰撞压力下的亚纳秒量级; Bastea 等^[11]的磁驱准等熵加载实验(应变率 $\sim 10^5$ 至 $10^6/\text{s}$)给定相变特征时间为12—50 ns左右, 且与准等熵加载上升时间(0.1—1 μs)的对数呈线性关系; 而更高应变率($\sim 10^7$ — $10^8/\text{s}$)的激光斜波实验^[12]则表明当应变率大于 $10^6/\text{s}$ 时相变起始压力更快速增加, 利用 KJMA 相变动力学唯象模型拟合的相变特征时间为1—2 ns. 此外, 还报道过卸载过程中 ϵ 相 \rightarrow α 相的逆相变特性, Barker 等^[5]给出的逆相变压力阈值为9.8 GPa.

这些关于热物理因素(温度, 卸载速率, 压力)影响相变特性的研究, 使得我们对于复杂工程条件中的单一影响因素有了更为深刻的理解和认识, 然而关于多种因素耦合在一起如何影响动力学路径的基本知识仍十分匮乏. 其中一种典型的工况条件是冲击加载-卸载-再加载的复杂热力学路径. 先前的冲击压缩实验表明 α 相 \rightarrow ϵ 相有时间依赖的转变速率(几十纳秒内完成)和逆相变迟滞现象, 使得一次冲击加载-卸载作用后可能存在高压 ϵ 相残余, 而非全部回到低压 α 相, 进而改变再加载过程的起始物相状态和动力学路径. 尽管有此假定, 但是基于高速平靶撞击实验的复杂路径加卸载控制技术存在较大的物理设计及可靠实施难度, 至今都缺乏冲击相变实验证据. 鉴于此, 本文利用基于气炮加载的反向碰撞技术, 通过多台阶三层复合飞片的精细设计, 实现典型冲击加载-卸载-再加载路径控制, 结合宏观混合相模型模拟计算对实测波剖面的特征信号进行分析, 揭示了多晶铁 α 相 \leftrightarrow ϵ 相动力学特征的路径相关性.

2 实验方法

针对多晶铁相变的路径相关性研究实现典型的冲击加载-卸载-再加载路径, 本文提出和发展了一种多台阶叠层飞片, 如图1所示, 其设计原理是基于Fe样品作为飞片的“反碰法”实验技术路径, 选择具有更高冲击阻抗且为单波结构的标准材料Ta实现再加载, 两者之间采用低阻抗高强度环氧树脂(epoxy)作为黏合剂. 上述方法既方便灌封粘接, 又可保证卸载压力足够低, 更为重要的是, 可在单发实验中实现多台阶再加载设计, 进而调控卸载路径的时长, 以研究与时间依赖的逆相变动力学特性.

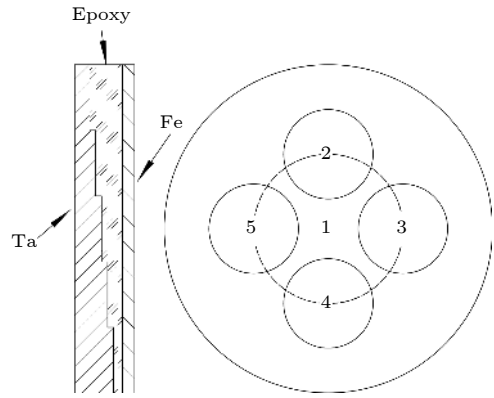


图1 多台阶三层组合飞片结构及台阶分布示意图

Fig. 1. Schematic diagram of multistage triple-layer impactor.

基于上述飞片设计, 选用[100]LiF单晶作为窗口, 在预估弹速1.5 km/s的条件下, 在铁中实现的典型加载-卸载-再加载路径如图2所示. 由阻抗匹配法结合已知材料Hugoniot参数(见表1)预估计算得知, Fe飞片(即样品)一次冲击时最大压力为18 GPa大于文献报道的 $\alpha \rightarrow \epsilon$ 相变起始压力13 GPa^[5], 卸载后压力降低至2 GPa附近, 发生 $\epsilon \rightarrow \alpha$ 逆相变, 再加载时最大压力约为20 GPa, 仍处于 α 相和 ϵ 相混合区域且基本转变为 ϵ 相. 与此同时, 复合飞片的多台阶设计使得同一冲击加载后的卸载时间长度可为不同, 有效地调控了再加载的

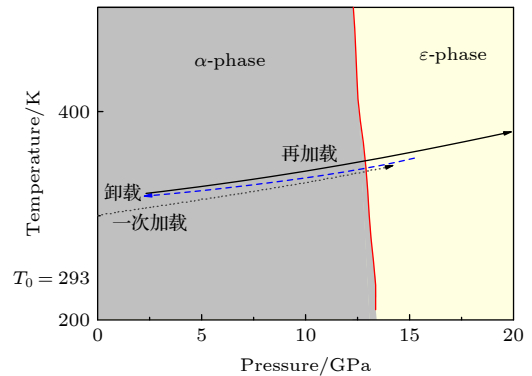


图2 Fe的低压部分相图及热力学加卸载路径设计

Fig. 2. The phase diagram of iron and the thermodynamic loading path.

表1 实验材料 Hugoniot 参数
Table 1. Hugoniot parameter of materials.

材料	$\rho_0 / (\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	$C_0 / (\text{km} \cdot \text{s}^{-1})$	λ
Ta	16.65	3.43	1.19
Epoxy	1.19	2.73	1.49
Fe样品	7.86	3.93	1.58
LiF窗口	2.64	5.21	1.34

状态起点, 以揭示时间依赖的逆相变及再加载相变特性. 不同台阶 (见表 2) 典型的卸载时间长度设置为 355, 483, 630, 750, 940 ns, 5 个不同的再加载起始点将使材料处于逆相变的不同演化状态.

表 2 实验各部件名义尺寸
Table 2. Gauges of components.

部件	$\rho_0 / (\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$	直径 /mm	厚度 /mm	对应Epoxy 厚度/mm
Ta 1号台阶	16.65	55	2	2.2
Ta 2号台阶	16.65	15	2.5	1.7
Ta 3号台阶	16.65	15	2.8	1.4
Ta 4号台阶	16.65	15	3.2	1.0
Ta 5号台阶	16.65	15	3.5	0.7
Epoxy	1.19	55	—	—
Fe样品	7.86	55	1.5	—
LiF窗口	2.64	55	20	—

实验装置及测试系统示意图如图 3 所示. 其中, 1) 飞片速度测量采用安装于发射炮管出口处的磁感应测速系统^[13], 即利用飞片穿越磁感应线圈时引起的感应电动势变化确定到达不同位置的时刻, 给定平均速度, 测量误差优于 1%; 2) 粒子速度测量采用全光纤激光位移干涉测速系统 (DPS)^[14], 利用单位时间内产生的干涉条纹 (即多普勒频移, 反射光频率与入射光频率之差) 与界面速度成正比的关系, 获得时间分辨的界面粒子速度历史, 速度测量的不确定度达到了 1% 以内; 3) 为了获得高信噪比的实验数据, DPS 探头设计为带有透镜 ($f = 25 \text{ mm}$) 的聚焦探针结构, 其优点是可用于较长工作距离的测量, 同时插入损耗小, 避免样品反射回光信号过低导致干涉信号丢失. 此外测试用的 LiF 单晶窗口前表面镀有约 $1 \mu\text{m}$ 铝膜并粘接 $8 \mu\text{m}$ 铝箔作为测试面, 后表面镀 1550 nm 增透膜.

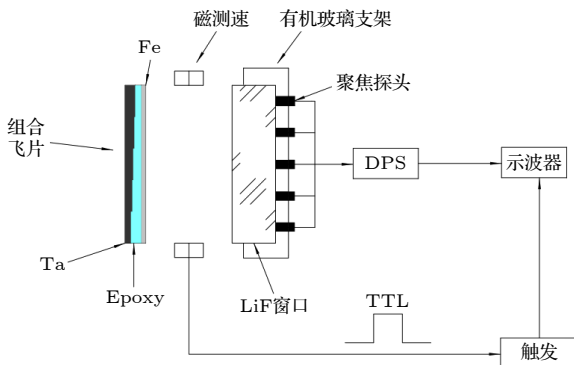


图 3 实验装置系统示意图

Fig. 3. Schematic diagram of experimental set up.

对实验中的波系相互作用进行分析:

1) 一次冲击过程. 当样品飞片以速度 W 撞击窗口时, 在样品中产生一个左行冲击波, 窗口中产生一个右行冲击波, 设定冲击压缩后样品和窗口的压力状态为 P_s 和 P_w , 对应的粒子速度分别为 u_s 和 u_w , 则根据界面连续条件, 可得

$$u_s = W - u_w, \quad (1)$$

$$P_s = P_w. \quad (2)$$

再结合已知材料的 $D-u$ 关系, 即可得冲击加载压力

$$D_w = C_{0w} + \lambda_w u_w, \quad (3)$$

$$D_s = C_{0s} + \lambda_s (W - u_w), \quad (4)$$

$$P_s = \rho_{0s} D_s (W - u_w), \quad (5)$$

$$P_w = \rho_{0w} D_w u_w, \quad (6)$$

式中, D_s , λ_s , ρ_{0s} 分别为样品的冲击波速、Hugoniot 参数、初始密度; D_w , λ_w , ρ_{0w} 分别为窗口的冲击波速、Hugoniot 参数、初始密度. 故, 利用实验中实测的飞片速度 W 和界面粒子速度 u_w , 即可获得样品的粒子速度, 冲击波速以及第一次加载压力. 通过将一次加载压力值与已被验证的铁冲击相变压力值 13 GPa 左右进行比较, 可知样品是否发生相变. 同时, 通过卸载阶段的粒子速度陡降拐折可以判断逆相变的发生, 以及再加载波剖面的双波结构, 判断再加载相变的发生.

2) 卸载过程. 卸载波为中心稀疏波, 根据特征线理论, 基于卸载过程的速度剖面, 建立声速与粒子速度之间的联系, 进而计算对应的压力^[15]. 计算方法如图 4 所示. 设 t_0 为撞靶时刻, 则产生一个左行冲击波 D_s 和一个右行冲击波 D_w (下标 s 与 w 分别对应样品和窗口), 对应粒子速度分别为 u_s 和 $u_{w,H}$ (下标 H 代表 Hugoniot 态). 当飞片后界面的稀疏波达到界面时, 窗口界面粒子速度发生降低, 形成拐点 B , 图中 C 为卸载波剖面上任意一点. 则 A 点与 B 点时间差为

$$\Delta t_{AB} = t_1 - t_0 = \left(\frac{h}{D_s} + \frac{h}{c_{l,H}} \right), \quad (7)$$

其中, $c_{l,H}$ 为 Hugoniot 态界面粒子速度 $u_{w,H}$ 对应的样品拉格朗日声速. 则,

$$c_{l,H} = \frac{h}{D_s(t_1 - t_0) - h} D_s.$$

将上述方法推广, 由于当追赶稀疏波与飞片/窗口界面相遇时, 波头特征线不受到反射波的影响

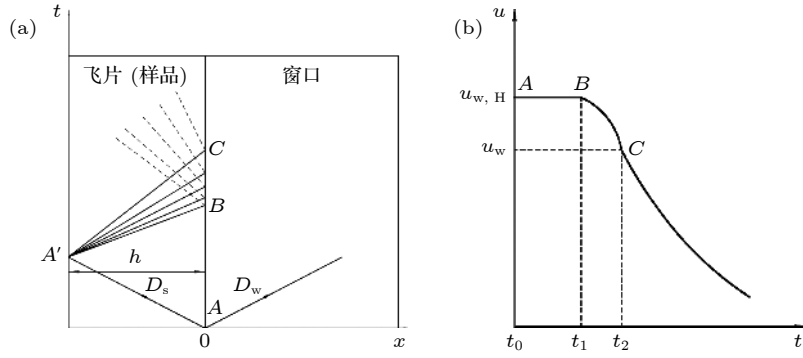


图 4 声速计算方法示意图 (A 点为碰撞时刻, B 点为稀疏波到达时刻, C 点为卸载过程中任意时刻)

Fig. 4. Schematic diagram of sound velocity calculation (A is the impact moment, B is the rarefaction wave arrival time, C is arbitrary time of unloading process).

响, 而且后方各特征线也已非常靠近该界面, 反射波对其传播时间的影响与 Δt_{AB} 相比, 可忽略不计. 所以可根据沿着卸载路径速度剖面上任意时刻 t_2 对应的粒子速度 u_w 计算出 C 点对应的卸载剖面上任意时刻样品中拉式声速:

$$c_{l,s} = \frac{h}{D_s(t_2 - t_0) - h} D_s. \quad (8)$$

由于卸载波应力连续变化, 故需用一系列连续变化的状态描写整个波列与界面作用引起的状态连续变化过程. 采用增量阻抗匹配法从界面粒子速度反演计算原位粒子速度和原位应力, 根据从特征线方程得到的近似解

$$dp_s = \frac{1}{2} [dp_w + (\rho_0 c_l)_s] du_w. \quad (9)$$

从样品进入窗口的应力波, 均为右行简单波, 穿过右行波特征线, 波前波后应力的变化为

$$dp_w = (\rho_0 c_l)_w du_w. \quad (10)$$

窗口材料中拉式纵波声速与粒子速度之间的一般关系可以表示为

$$(c_l)_w = (c_{l0})_w + 2\lambda_w u_w. \quad (11)$$

其中, $(c_{l0})_w$ 为窗口零压声速, λ_w 为窗口材料 $D-u$ 关系中的线性拟合常数. 由 (8) 式, (9) 式, (10) 式, (11) 式即可求解得到卸载阶段任意时刻 t_2 对应的原位应力状态.

3) 再加载压缩过程. 由于复杂的波系相互作用影响, 难以直观地利用解析方法求解, 故采用有限元数值模拟计算结果进行分析. 由于冲击相变多为马氏体相变, 相界面迁移依靠位错滑动而达成, 真实材料中存在缺陷阻碍界面迁移, 这是形成亚稳态的微观机制之一. 故本文采用由 Hayes 混合

相模型^[16] 衍生而出, 引入了亚稳相边界的概念的 Boettger-Wallace 模型^[17] 进行计算. 铁的 Helmholtz 自由能为

$$F = \Phi_0 + F_H + F_A + F_E, \quad (12)$$

其中, Φ_0 为冷能, F_H 和 F_A 分别为晶格热振动自由能谐振分量与非谐振分量, F_E 为电子热激发自由能, 各项具体表达式及计算参数取值参考文献^[17]. 弹塑性模型采用简单弹塑性模型:

$$\sigma = P + \frac{4}{3}y, \quad (13)$$

且屈服应力取为恒定值 $y = 3$ kbar. 新相质量分数的演化为

$$\dot{x} = \frac{x_m(P, T) - x(P, T)}{\tau}, \quad (14)$$

其中: τ 表示相转变特征时间; x_m 为冲击终态下材料相转变质量分数, 表示达到的亚稳状态, 相变过程中质量分数的演化由其与亚稳态的距离驱动. 非平衡状态下, x_m 是压力 P 和温度 T 的函数, $x_m = 1 - \exp[-(A_F - \Delta G)/B_F]$, A_F 表示相变激活能, B_F 表抑制相变进行的能量的大小, ΔG 为两相 Gibbs 势之差.

3 实验结果及讨论

3.1 实测典型速度波剖面

在中物院流体物理研究所的 $\varnothing 57$ mm 口径氢氧炮上开展了两发动态实验, 实测弹速 shot No.1 为 (1475 ± 15) m/s, shot No.2 为 (1521 ± 15) m/s. 图 5 所示为 shot No.2 中典型的速度剖面, 对应的含多波结构的波系相互作用过程见图 6, 两图中各点与时刻一一对应. 分析可知: 1) A 点为撞靶时刻

t_0 , 由 AB 平台段实测界面粒子速度 (1015 ± 10) m/s 确定出一次冲击压力为 (17.6 ± 0.1) GPa. 此刻飞片与窗口碰撞, 在碰撞面上 Fe 发生 $\alpha \rightarrow \epsilon$ 相变, 形成 E_p 波、 P_1 波和 P_2 波的多波结构左行传播, 碰撞面上应力波尚未分开, 故记录到粒子速度跃变信号. 2) B 点为 Fe 的 E_p 波到达 Epoxy/Fe 界面后的反射稀疏波传递至 Fe/LiF 窗口界面的时刻, 此时为卸载起始时刻 t_1 , B 点开始发生准弹性卸载. 3) C 点为弹-塑性拐点, 记为 t_2 时刻, P_1 波传到 Epoxy/Fe 界面, 反射稀疏波 R_1 , 右行传播与 P_2 波相互作用后到达飞片/窗口界面, 即塑性卸载波到达. 4) D 点为逆相变起始点, 记为 t_3 时刻, P_2 波左行传播与两道卸载波相互作用后, 于 Epoxy/Fe 界面反射稀疏波 R_2 , R_2 右行传播到达窗口, 界面粒子速度下降加快, 此刻 DPS 记录到逆相变卸载波到达. 5) F 点为再加载起始点, 记为 t_4 , P_1 波穿过 Epoxy/Fe 界面到达 Ta/Epoxy 界面反射冲击波 S_3 (由于粒子速度剖面中再加载弹性波无明显迹象, 故分析中忽略), 右行传播到达飞片/窗口界面, 将 Fe 样品再加载到达相变临界点 G . 6) H 点为再加载相变波到达时刻 t_5 , P_2 波的反射冲击波 S_4 此刻到达飞片/窗口界面, 将 Fe 加载到 ϵ 的 Hugoniot 态.

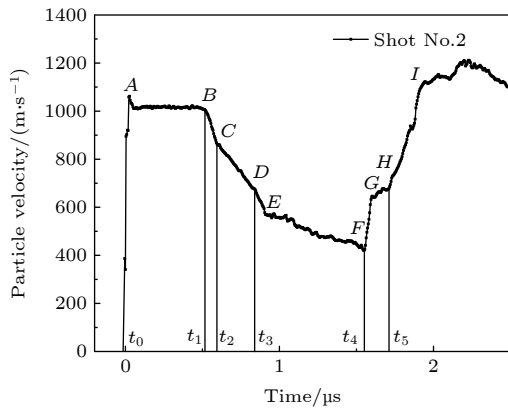


图 5 典型飞片/窗口界面粒子速度剖面 (A 点为碰撞时刻, B 点为稀疏波到达窗口界面, C 点为弹塑性卸载拐点, D 点为逆相变起始点, E 点为卸载过程终点, F 点为二次加载起始点, G 为相变临界点, H 为再加载 P_2 波到达时刻)

Fig. 5. Particle velocity of impactor/window interface (A is the impact moment, B is the rarefaction wave arrival time, C is the elastoplastic unloading crutch point, D is the start point of reverse phase transition, E is the ending of unloading, F is the start point of reloading, G is the phase transition point of the reloading process, H is the reloading P_2 wave arrival time).

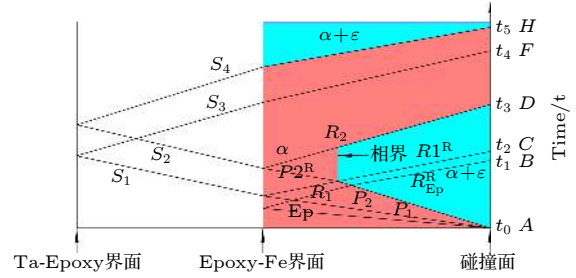


图 6 相组织及应力波示意图 (字母标识与图 5 同义)

Fig. 6. Schematic diagram of phase and strain wave (the letters on the time axis have the same meaning with Fig. 5).

实验 shot No.1 及 shot No.2 中 5 个不同厚度台阶的粒子速度剖面如图 7 所示. 不难看出, 两发实验重复性较好, 粒子速度剖面基本展现出相同特征. 在一次冲击及卸载段, 不同厚度台阶粒子速度剖面相同, 再加载起始位置依照实验设计被有效调控, 依次间隔开. 两发实验台阶 1 的再加载终态压力较其他台阶更低, 因为 Ta 厚度较薄, Epoxy 较厚, 冲击波传播时间较长, 导致来自 Ta 后界面的稀疏波在尚未达到最高压力即到达飞片/窗口界面, 但这仅影响后续多次冲击过程, 二次加载未受影响, 故表明本实验设计是有效、可靠的.

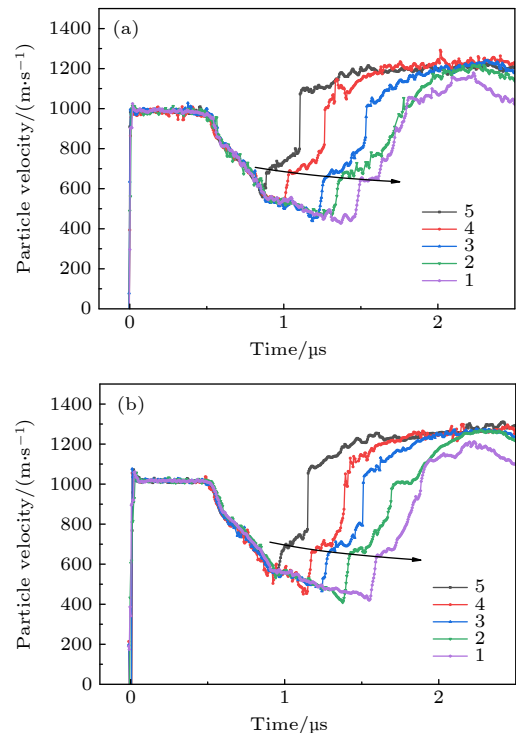


图 7 (a) shot No.1 和 (b) shot No.2 各台阶对应界面粒子速度历史 (1—5 分别表示台阶编号)

Fig. 7. The interface particle velocity history of all stages in (a) shot No.1 and (b) shot No.2 (1–5 is the serial number of each stage).

表 3 实验 shot No.2 测量及计算结果
Table 3. The data of experiment shot No.2.

	$W/(\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$	$u_{\text{w,H}}/(\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$	$u_{\text{m}}/(\text{m} \cdot \text{s}^{-1})$	P_{m}/GPa	p_{D}/GPa	p_{E}/GPa	$\Delta t_{\text{DE}}/\mu\text{s}$
Shot No.1	1475 ± 15	986 ± 10	489 ± 10	17.0 ± 0.1	11.2 ± 0.4	10.0 ± 0.2	0.08
Shot No.2	1521 ± 15	1015 ± 10	506 ± 10	17.6 ± 0.1	11.4 ± 0.4	10.0 ± 0.2	0.07

3.2 卸载过程 $\epsilon \rightarrow \alpha$ 逆相变特性分析

在首次加-卸载段, 实验中各台阶特征几乎完全相同, 以图 5 所示典型粒子速度剖面图进行分析. 实验测量值和计算值等列于表 3, 其中 W 为实测飞片速度, $u_{\text{w,H}}$ 为 Hugoniot 态的界面粒子速度, u_{m} 为一次加载 Fe 样品 Hugoniot 态的粒子速度, P_{m} 为一次加载峰值压力, $p_{\text{D}}, p_{\text{E}}$ 为利用增量阻抗匹配法计算得到的逆相变阈值压力及卸载终态压力, Δt_{DE} 为逆相变渡越时间. 与 Barker 等^[5]报道的逆相变压力阈值 (9.8 ± 0.2) GPa 比较, 本文得到的逆相变起始压力为 (11.3 ± 0.5) GPa, 与 Barker 结果不同, 但仍具有逆相变迟滞特性. 利用 Jensen 等^[10]的多晶铁反向碰撞实验数据进行逆相变阈值压力计算, 得到其两发实验对应逆相变阈值分别为 11.3 GPa 与 11.1 GPa, 与本文结果区间符合.

由于卸载材料的阻抗差异, 本实验中的最低卸载压力为 (10.0 ± 0.2) GPa, 远高于文献报道的完全逆相变压力 (5.5 GPa), 甚至高于 Barker 得到的逆相变阈值压力, 可能存在 ϵ 相的残余. 对此, 采用唯象的相变动力学模型 (Boettger-Wallace 模型)^[16] 对其进行分析. 图 8 所示为实验 shot No.1 的 4 号台阶实测速度剖面与计算结果的比较. 可以看到, 当相变特征时间 τ 取为 30 ns 时, 两者符合

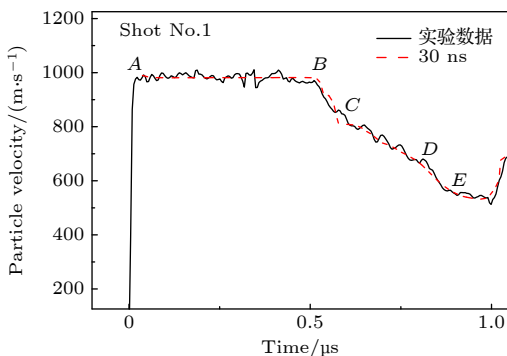


图 8 相变特征时间 τ 取 30 ns 的模拟结果 (字母标识与图 5 同义)

Fig. 8. Simulation of interface velocity with a characteristic time of 30 ns (the letters have the same meaning with Fig. 5).

较好 (文献报道中, 相关模型取 30 ns 与一次冲击实验符合较好^[17,18]). 计算结果得到 Hugoniot 态下 ϵ 相质量分数为 89%, 处于混合相态, 而卸载最低压力状态下 ϵ 相仍残余 26%.

3.3 再加载 $\alpha \rightarrow \epsilon$ 相变特性分析

如图 9 所示为实验 shot No.1 中 4 号台阶对应的再加载段速度剖面, 可见, F 点处, 再加载塑性冲击波到达界面, 将 Fe 带到相变临界点 G , 再加载相变波将 Fe 带到二次冲击 Hugoniot 态 I . 由此获得再加载时, $\alpha \rightarrow \epsilon$ 相变的起始压力为 10.9 GPa, 较首次加载相转变起始压力 (12.8 GPa) 低约 2 GPa. 其再加载起始点 ϵ 相质量分数为 27%. 图中同时给出了计算的速度剖面, 可见, $\tau = 30$ ns 的结果在受丰富相变动力学因素影响的 GH 段和 HI 段与实验结果表现出明显差异, GH 段更缓而 HI 段更陡. 故将相转变特征时间加快到 5 ns, 计算得到波剖面与实验结果更为接近. 上述计算结果表明, 相比于首次冲击, 二次再加载段的相转变速率更快. 分析其原因, 涉及的基本物理图像应该为一次加载-卸载后, 由于 $\alpha \rightarrow \epsilon$ 相变及其逆相变的发生, 材料内部的孪晶、缺陷、位错等会显著增加^[19,20], 导致再加载阶段的二次相变在这些位置更易于成核, 相变成核能降低, 成核密度增加, 从而降低了相变阈值压力, 同时提高了相转变速率^[21].

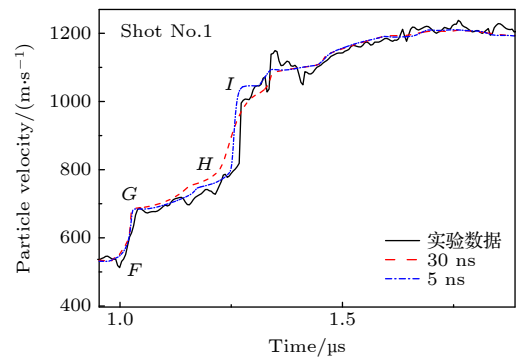


图 9 实测再加载段速度剖面与数值模拟的比较 (字母标识与图 5 同义)

Fig. 9. Comparison of the measured particle velocity and simulation (the letters have the same meaning with Fig. 5).

进一步地, 对不同厚度台阶 (即不同逆相变时长) 的再加载段进行分析, 并于表 4 中列出了各台阶对应的一次卸载终态残余 ϵ 相质量分数及二次相变起始压力. 可发现, 随卸载时间增长, 再加载塑性波顶端粒子速度下降, 且相变波带来的速度跃变逐渐变缓 (图 7). 卸载时长与 ϵ 相质量分数、二次加载相变压力关系如图 10 所示. 结果表明, 随卸载时长增长, 残余 ϵ 相质量分数下降, 二次相变压力降低. 造成此现象的原因可能为: 逆相变完成度越高, ϵ 相残余越少, 材料内部存在的孪晶、缺陷、位错等易于成核位置越多, 从而使相变阈值压力下降.

表 4 shot No.1 和 shot No.2 各台阶对应卸载尾段残余 ϵ 相质量分数及二次加载相变压力

Table 4. The mass fraction of ϵ phase in the end of unloading process and reload phase transition pressure on each stage.

台阶编号	Shot No.1		Shot No.2	
	ϵ 相质量分数/%	二次加载相变压力/GPa	ϵ 相质量分数/%	二次加载相变压力/GPa
5	52	11.5	77	12.0
4	27	10.9	36	11.1
3	21	10.6	26	10.8
2	16	10.4	20	10.5
1	12	10.1	15	10.2

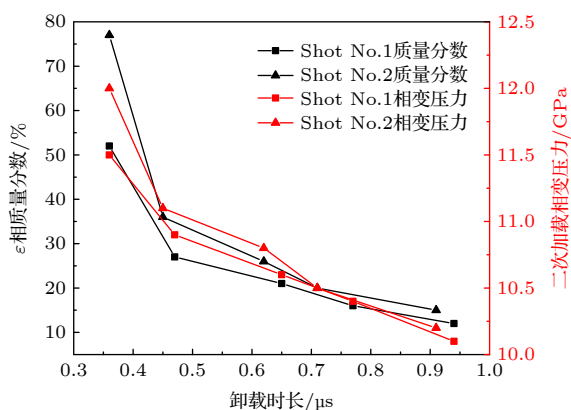


图 10 二次相变压力与 ϵ 相质量分数关系

Fig. 10. The relation between reloading phase transition pressure and mass fraction of ϵ phase.

4 结 论

本文基于气炮加载和反向碰撞实验技术, 结合多台阶三层组合飞片精细设计, 实现了典型的冲击加载-卸载-再加载路径控制, 并结合宏观混合相模

型模拟计算对实测波剖面的特征信号进行了分析, 得到的主要认识如下:

1) 一次冲击加-卸载段, 铁的卸载呈现弹性卸载、塑性卸载、卸载相变三波结构, 逆相变阈值约为 (11.3 ± 0.5) GPa, 与 Barker 文献报道结果不一致, 但仍存在典型相变迟滞特征, 一次卸载压力最低达到 10 GPa 左右. 确定了相变特征时间 τ 取 30 ns 符合一次加-卸载段实验结果.

2) 二次加载相变压力为 (11 ± 1) GPa 附近, 较一次相变压力低约 1—2 GPa, 结合不同相转变特征时间 τ 的计算结果, 指出二次相变过程相转变速率更快. 其根本原因应为一次卸载后材料内孪晶和缺陷的增多, 导致二次相变更易于成核, 相变成核能降低, 成核密度增加, 降低了相变压力阈值, 并加快了相转变速率.

3) 不同厚度台阶对应二次相变压力随卸载时长延长而降低, 且均低于一次相变压力. 且随 ϵ 相质量分数降低, 相变压力随之降低. 其物理原因或为逆相变完成度越高时, 孪晶、缺陷等易于成核位置越多, 相变成核能越低.

上述结果对理解和探索复杂热力学路径下 Fe 的相变动力学行为提供了新的角度, 对后续再加载路径实验提出了需待验证的问题, 且为相关数值计算模型提供了重要的实验支撑.

参考文献

- [1] Tonkov E Y, Ponyatovsky E G 2004 *Phase Transformations of Elements Under High Pressure* (Boca Raton: CRC Press) pp53–254, 39–240
- [2] Minshall S 1955 *J. Appl. Phys.* **26** 463
- [3] Bancroft D, Peterson E L, Minshall S 1956 *J. Appl. Phys.* **27** 291
- [4] Barker L M, Hollenbach R E 1972 *J. Appl. Phys.* **43** 4669
- [5] Barker L M, Hollenbach R E 1974 *J. Appl. Phys.* **45** 4872
- [6] Balchan A S, Drickamer H G 1961 *Rev. Sci. Instrum.* **32** 308
- [7] Jamison J C, Lawson A W 1962 *J. Appl. Phys.* **33** 776
- [8] Takahashi T, Bassett W A 1964 *Science* **145** 483
- [9] Clenden R L, Drickamer H G 1964 *J. Phys. Chem. Solids* **25** 865
- [10] Jensen B J, Gray III G T, Hixson R S 2009 *J. Appl. Phys.* **105** 103502
- [11] Bastea M, Bastea S, Becker R 2009 *Appl. Phys. Lett.* **95** 241911
- [12] Smith R F, Eggert J H, Swift D C, et al. 2013 *J. Appl. Phys.* **114** 223507
- [13] Shi S C, Chen P S, Huang Y 1991 *Chin. J. High Pressure Phys.* **5** 205 (in Chinese) [施尚春, 陈攀森, 黄跃 1991 高压物理学报 **5** 205]
- [14] Tan H, Weng J D, Wang X *Proceedings of the 8th National Conference on Explosion Mechanics* Ji'an, China, September

- 20–25, 2007 p75
- [15] Tan H 2018 *Experimental Shock Wave Physics* (Vol. 1) (Beijing: National Defense Industry Press) pp3–18 (in Chinese) [谭华 2018 实验冲击波物理 (北京: 国防工业出版社) 第203—218页]
- [16] Hayes D B W 1975 *J. Appl. Phys.* **46** 3438
- [17] Boettger J C, Wallace D C 1997 *Phys. Rev. B* **55** 2840
- [18] Chong T, Tang Z P, Tan F L, Wang G J, Zhao J H 2018 *Chin. J. High Pressure Phys.* **32** 014102 (in Chinese) [种涛, 唐志平, 谭福利, 王桂吉, 赵剑衡 2018 高压物理学报 **32** 014102]
- [19] Dougherty L M, Gray III G T, Cerreta E K, McCabe R J, Field R D, Bingert J F 2009 *Scr. Mater.* **60** 772
- [20] Wang S J, Sui M L, Chen Y T, Lu Q H, M E, Pei X Y, Li Q Z, Hu H B 2013 *Sci. Rep.* **3** 1086
- [21] Tang Z P 2008 *Shock Phase Transformation* (Vol. 1) (Beijing: Higher Education Press) (in Chinese) [唐志平 2008 冲击相变(北京: 科学出版社) 第87—106页]

Kinetics of iron α - ϵ phase transition under thermodynamic path of multiple shock loading-unloading*

Hua Ying-Xin¹⁾²⁾ Liu Fu-Sheng¹⁾ Geng Hua-Yun²⁾ Hao Long²⁾
Yu Ji-Dong²⁾ Tan Ye²⁾ Li Jun^{2)†}

1) (*Institute of High Temperature and High Pressure Physics, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China*)

2) (*Laboratory for Shock Wave Detonation Physics Research, Institute of Fluid Physics, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China*)

(Received 14 January 2021; revised manuscript received 8 April 2021)

Abstract

The dynamics of iron under extreme conditions like high temperature and high pressure has been well studied for several decades. But, there have been not many reports about the phase transition kinetics coupled with complicated thermodynamic paths, especially loading-unloading-reloading path, which is closer to the real applications. A three-layer structure impactor with five stages performed in the front-surface experiment is made up to approach the special path. We choose epoxy to be the adhesive as it has low impedance and high strength. Tantalum, the standard material of high impedance which also has single wave structure, is selected for reloading process. The wave profile shows a 3-wave structure in the first unloading period and the inverse phase transition threshold is calculated to be about 11.3 GPa. This onset pressure of reverse phase transition is not consistent with Barker's result, higher than his result (about 2.5 GPa). By comparing with recalculated result of Jensen's data, we find that our result is consistent with theirs. In this work the inverse phase transition ends at about 10 GPa, the value from this way which is higher than Barker's finding, even higher than his result of the threshold pressure of reverse phase transition. And at this state there remains 12%–15% of ϵ phase. So it cannot be seen as the completed reverse phase transformation. The phase transition onset pressure is 10–12 GPa on the reloading path and it is about 1–2 GPa lower than the first phase transition. By simulating the wave profile, the discrepancy of using different phase transformation characteristic time τ as 30 ns and 5 ns is analyzed. It can be seen that the phase transition rate of reloading is faster than that of the first loading process. These phenomena may be caused by the twins and the dislocations which are produced by the inverse phase transition. Also, as unloading time becomes longer, the mass fraction of ϵ phase becomes lesser and the onset pressure of $\alpha \rightarrow \epsilon$ phase transition becomes lower. This because with more ϵ phases transforming into α phase, more twins and dislocations will be produced in material. Therefore, it brings the lower onset pressure.

Keywords: iron, shock loaded, kinetics of phase transition, reload

PACS: 62.50.Ef, 61.20.Lc, 64.70.K-, 64.70.kd

DOI: 10.7498/aps.70.20210089

* Project supported by the Science Challenge Project, China (Grant Nos. TZ2016001), the National Key Laboratory of Shock Wave and Detonation Physics, China (Grant No. JCKYS2018212002), and the NSAF (Grant No. U1730248).

† Corresponding author. E-mail: lijun102@caep.cn