

## ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ БЕРИЛЛИЯ

*И.И. Папиров<sup>1</sup>, В.И. Иванцов<sup>1</sup>, А.А. Николаенко<sup>1</sup>, В.С. Шокуров<sup>1</sup>, Ю.В. Тузов<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий ННЦ ХФТИ,  
Харьков, Украина;*

<sup>2</sup>*Высокотехнологичный научно-исследовательский институт неорганических  
материалов им. академика А.А. Бочвара, Москва, Россия*

*E-mail: nikolaenko@kipt.kharkov.ua*

Систематически изучены характеристики микропластического течения разных сортов бериллия. У изостатически прессованного бериллия они снижаются с увеличением размеров частиц порошка, увеличением температуры прессования и повышением чистоты металла. Высокие начальные значения предела микроупругости и микротекучести в ряде случаев обусловлены повышением уровня внутренних напряжений термического происхождения и с течением времени возможна их медленная релаксация. В процессе длительного хранения бериллиевых материалов с высокими начальными значениями сопротивления микропластическим деформациям предел микротекучести и напряжение микротечения заметно снижаются, что связано, главным образом, с релаксацией термических микронапряжений.

### ВВЕДЕНИЕ

Исследование физических особенностей поведения материала в области микродеформации позволяет получить информацию о тенденциях и механизмах упругопластического перехода и последующего пластического течения до деформаций порядка  $10^{-4}$ . Эта информация не может быть получена при использовании традиционных методов испытаний и анализа макродеформации материалов. Исследования процессов деформации в области микропластичности позволяют лучше понять и объяснить некоторые особенности пластического течения материала, такие как формирование плоских дислокационных скоплений, которые наблюдаются еще до начала процессов макроскопического течения и разрушения, дислокационный пиннинг на точечных дефектах, а также неупругое поведение хрупких материалов под растягивающей нагрузкой и т. д.

Имеющиеся к настоящему времени экспериментальные данные по изучению процессов микроскопической деформации бериллия недостаточны и противоречивы [1], поэтому поведение металлов (бериллия, в частности) в области микропластичности требует дальнейшего изучения.

Целью данной работы было изучение ранних стадий микротечения и влияния структурных факторов и термообработок (в частности, термоциклирования) на характеристики микропластичности различных сортов бериллия.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА

Для исследования прецизионных характеристик методом механостатического гистерезиса в данной работе использована машина для испытания микрообразцов при статическом растяжении конструкции ННЦ ХФТИ. Скорость перемещения захватов составляла  $5,4 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$ , благодаря чему обеспечено необходимое разрешение измеряемых характеристик микропластичности.

В качестве силоизмерителя применяли цилиндрический упругий элемент с тензорезисторной системой измерения нагрузки. Для измерения дефор-

мации образцов использовали датчики сопротивления типа 2ПКБ-20-200 с базой 20 мм, равной длине рабочей части образцов. Погрешность определения нагрузки не превышала  $\pm 1\%$ , деформации  $\pm 2 \cdot 10^{-7}$  единиц относительной деформации (ед. отн. деф.).

Образцы для исследования микропластичности вырезали электроискровым способом. Их размеры составляли: длина рабочей части 20 мм, поперечное сечение  $3,5 \text{ мм}^2$ . Данное соотношение размеров плоских образцов удовлетворяет условиям обеспечения высокой чувствительности по деформации при использовании тензометров с соответствующей базой.

В экспериментах определяли следующие величины, характеризующие поведение материалов в области микродеформаций ( $10^{-7} \dots 10^{-3}$  ед. отн. деф.):

- микроскопический предел упругости  $\sigma_E$  – напряжение, при котором обнаруживается отклонение от линейного упругого поведения материала при нагружении;
- микроскопический предел текучести  $\sigma_A$  – напряжение, при котором наблюдается первая остаточная деформация  $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-7}$ ;
- остаточную деформацию  $\varepsilon$  после каждого цикла нагрузки образца;
- модуль Юнга  $E$  в области микропластичности.

### МИКРОПЛАСТИЧНОСТЬ РАЗЛИЧНЫХ СОРТОВ БЕРИЛЛИЯ

В настоящее время практически весь металлический бериллий получают методами порошковой металлургии. Свойства полученного металла в значительной степени зависят от технологии получения порошка, размера его частиц и химического состава.

Компактирование материала производится в основном двумя методами: вакуумным горячим прессованием (ГП) и холодным или горячим изостатическим прессованием (ХИП-ГИП). Заготовки, которые получены методом ХИП-ГИП, имеют два важных преимущества по сравнению с горячепрессованными заготовками. Во-первых, ХИП-ГИП-заготовки имеют более высокую степень изотропности струк-

туры и свойств. Во-вторых, этим методом можно производить продукцию достаточно сложной формы, которая не требует дальнейшей существенной механической обработки.

Поэтому основное внимание было уделено порошковому бериллию, компактированному с помощью ХИП-ГИП-технологии.

Микропластические свойства бериллия, спрессованного методом ХИП-ГИП из порошка различной чистоты и полученного методом литья и прокатки, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Характеристики микропластичности бериллия, полученного по различным технологическим схемам

Сорт металла	Способ получения	$E$ , ГПа	$\sigma_E$ , МПа	$\sigma_A$ , МПа	$\sigma$ , МПа при $\varepsilon=10^{-6}$	$\sigma$ , МПа при $\varepsilon=10^{-5}$
ХИП-ГИП	ХИП-ГИП порошка технической чистоты	359	11.6	35.3	73	–
ХИП-ГИП Сф	ХИП-ГИП измельченного сферического порошка	348	11.4	34.0	68	–
ГИП Сф	ГИП сферического порошка технической чистоты	340	17.2	41.0	49	113
ГИП Сф Д	ГИП сферического порошка из дистиллированного металла	385	–	–	6.3	20
Литой прокатанный	Вакуумная плавка дистиллированного металла, литье, выдавливание, прокатка	327	28.5	52.4	61	117

Основными факторами, которые определяют уровень величин и напряжения микротечения являются: размер частиц, химический состав порошка, а также технология получения металла [2].

Как видно из табл. 1, сорта бериллия ХИП-ГИП и ХИП-ГИП Сф показывают практически одинаковые значения  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$  в области микродеформации. Хотя эти материалы имеют приблизительно одинаковый размер зерен (соответственно 8 и 10 мкм), они различны по химическому составу исходных порошков. Сорт бериллия ХИП-ГИП содержит значительно меньше примесей и, следовательно, должен иметь более низкие значения  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$ . Наблюдаемое совпадение этих характеристик может быть связано с различиями в микроструктуре этих материалов и уровне внутренних напряжений. Это предположение подтверждается различиями в воздействии на характеристики микропластичности при термоциклических обработках этих сортов бериллия.

Увеличение чистоты материала за счет уменьшения в материале содержания  $BeO$ ,  $Fe$ ,  $Al$  и других примесей приводит к значительному снижению микропластических характеристик. Так, например, при микродеформации  $\varepsilon = 1 \cdot 10^{-6}$   $\sigma = 73$  МПа для изостатически спрессованного металла технической чистоты и  $\sigma = 6$  МПа для бериллия сорта ГИП Сф Д, который спрессован из дистиллированного металла. У литого и прокатанного дистиллированного бериллия данная тенденция не сохраняется: характеристики микропластичности этих сортов значительно возрастают из-за более низкой температуры упрочнения в процессе экструзии и прокатки. Увеличение температуры прессования и размера частиц приводит к наблюдаемому снижению микропластических характеристик.

### ВЛИЯНИЕ ДЛИТЕЛЬНОГО ХРАНЕНИЯ В НОРМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОПЛАСТИЧНОСТИ БЕРИЛЛИЯ

Характер изменения параметров микропластической деформации при длительном хранении определяет устойчивость структуры и свойств металла.

Результаты этих исследований позволяют с высокой точностью оценить влияние технологии получения материала и различных предварительных термообработок на размерную стабильность изделий.

Последствия длительного хранения при нормальных условиях на характеристики микропластичности ( $\sigma_E$  и  $\sigma_A$ ) и упрочнения для микродеформации в диапазоне  $2 \cdot 10^{-7} \dots 1 \cdot 10^{-4}$  изучали на образцах четырех сортов бериллия различного состава и технологии производства: ХИП-ГИП, ХИП-ГИП Сф, ГИП Сф и ГИП Сф Д. Продолжительность хранения бериллиевых образцов составляла 283...647 дней [3].

В табл. 2 приведены значения характеристик микропластической деформации бериллиевых образцов различных сортов в исходном состоянии и после длительного хранения.

Таблица 2

Характеристики микропластической деформации бериллиевых образцов различных сортов в исходном состоянии и после длительного хранения

Материал	Время хранения, тысячи часов	$\sigma_E$ , МПа	$\sigma_A$ , МПа	$\sigma$ , МПа при $\varepsilon$	
				$2 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
ХИП-ГИП Сф	Исходное состояние	11,4	34,0	158	229
	15,5	8,1	12,1	27	120
ХИП-ГИП	Исходное состояние	11,6	35,3	117	258
	14,8	11,9	29,9	53	150
ГИП Сф Д	Исходное состояние	–	6,3	8,4	13
	11,8	–	9,1	18	23
ГИП Сф	Исходное состояние	17,2	41,0	56	80
	11,8	16,4	44,6	79	112

Из табл. 2 видно, что после длительной выдержки у материалов сорта ХИП-ГИП Сф и ХИП-ГИП величина  $\sigma_E$  существенно не изменяется. В то же самое время параметры  $\sigma_A$  и напряжение микропластического течения заметно снизились по сравнению

нию с начальным состоянием в интервале рассматриваемой области микродеформации (рис. 1). Таким образом, хранение материалов в течение  $1,5 \cdot 10^4$  ч приводит к уменьшению значений  $\sigma$  от 2 до 5 раз при  $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-6}$  и в два раза при деформации  $\varepsilon = 5 \cdot 10^{-6}$ .

Разупрочнение материала (ХИП-ГИП Сф, ХИП-ГИП) в области микродеформации, вероятно, связано с релаксацией микронапряжений в течение длительного хранения материалов при комнатной температуре.

Для материалов с низким сопротивлением микропластической деформации (сорта ГИП Сф, ГИП Сф Д), которые имеют более низкое содержание примесей по сравнению с сортами бериллия ХИП-ГИП и ХИП-ГИП Сф, длительное хранение не приводит к уменьшению напряжений микротечения.

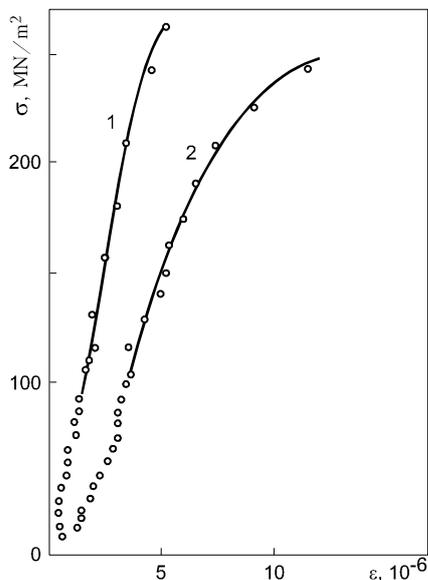


Рис. 1. Влияние времени хранения на характеристики микропластичности ХИП-ГИП бериллия: 1 – исходное состояние; 2 – после выдержки в нормальных условиях  $1,5 \cdot 10^4$  ч

### ВЛИЯНИЕ ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОПЛАСТИЧНОСТИ БЕРИЛЛИЯ

Термоциклическую обработку (ТЦО) образцов бериллия сорта ХИП-ГИП и ХИП-ГИП Сф проводили следующим образом: нагревали до температуры верхнего цикла (433...523 К), выдерживали при этой температуре 4 мин и после охлаждали в жидком азоте. Скорость нагревания и охлаждения образца составила 30 град/с. Подготавливали образцы к испытаниям с помощью четырех последовательных термических циклов.

ТЦО подвергали образцы в исходном состоянии и после отжига. Затем помещали в молибденовые пакеты и отжигали в вакууме ( $2 \cdot 10^{-3}$  мм рт. ст.) при 1273 К в течение 2 ч. В табл. 3 и 4 приведены результаты измерения характеристик микропластичности бериллия сортов ХИП-ГИП и ХИП-ГИП Сф после ТЦО при различных условиях.

Напротив, длительное хранение сопровождается некоторым повышением  $\sigma$  по сравнению с исходным состоянием. Кроме этого, наблюдается небольшой рост величины  $\sigma_A$  и упрочнения в исследованном интервале деформаций. Также установлено, что степень упрочнения более значительна, поскольку общая концентрация примесей в материале выше. Самый чистый из исследованной группы металлов бериллий сорта ГИП Сф Д имеет низкие значения  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$ , минимальное сопротивление течению в области микродеформации (см. табл. 2) и сравнительно высокую пластичность, что слабо зависит от времени хранения.

Увеличение упрочнения, наблюдаемое у данных сортов бериллия (рис. 2), является, вероятно, результатом старения в течение длительного хранения.

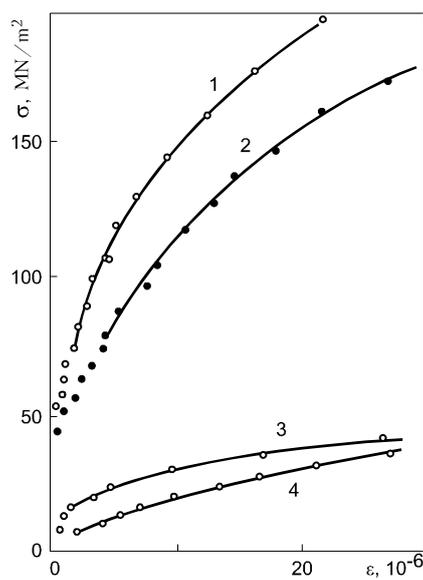


Рис. 2. Влияние времени хранения на характеристики микропластичности ГИП Сф и ГИП Сф Д бериллия: 1 – ГИП Сф после  $1,1 \cdot 10^4$  ч; 2 – ГИП Сф исходное состояние; 3 – ГИП Сф Д после  $1,1 \cdot 10^4$  ч; 4 – ГИП Сф Д исходное состояние

Из этих таблиц видно, что с увеличением верхней температуры ТЦО значения  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$  сначала возрастают, приближаясь к максимальным значениям в области температур 473 К (для ХИП-ГИП Сф сорта) и 523 К (для ХИП-ГИП сорта).

Таблица 3  
Микропластические характеристики ХИП-ГИП Сф бериллия после различных термических и термоциклических обработок

Термообработка	$\sigma_E$ , МПа	$\sigma_A$ , МПа	$\sigma$ , МПа	
			$\varepsilon = 2 \cdot 10^{-6}$	$\varepsilon = 5 \cdot 10^{-6}$
Исходное состояние	11,4	34,0	158	229
Отжиг при 1273 К, 2 ч	12,5	25,5	64	115
ТЦО 77↔433 К	13,8	35,4	90	155
ТЦО 77↔473 К	17,8	35,9	124	198
ТЦО 77↔523 К	17,2	37,6	87	170
ТЦО 77↔673 К	14,5	23,2	40	53

Таблица 4  
Микропластические характеристики ХИП-ГИП бериллия после различных термических и термоциклических обработок

Термообработка	$\sigma_E$ , МПа	$\sigma_A$ , МПа	$\sigma$ , МПа	
			$\varepsilon = 2 \cdot 10^{-6}$	$\varepsilon = 5 \cdot 10^{-6}$
Исходное состояние	11,6	35,3	117	258
Отжиг при 1273К, 2 ч	10,2	33,0	115	181
ТЦО 77↔433 К	14,4	51,3	150	235
ТЦО 77↔523 К	26,0	73,6	155	241
ТЦО 77↔573 К	10,9	25,2	7	120
ТЦО 77↔673 К	8,8	20,7	55	68
ТЦО 77↔873 К	10,7	15,0	32	43

Максимальное увеличение  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$  для ХИП-ГИП Сф-бериллия составляет 55 и 10%, а для ХИП-ГИП – до 75 и 60% соответственно. Дальнейшее увеличение верхней температуры ТЦО приводит к снижению напряжения микротечения. Так, при верхней температуре ТЦО 673 К значения  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$  для бериллия сорта ХИП-ГИП уменьшаются на 23 и 40% по сравнению с исходным состоянием.

Отжиг образцов при 1273 К в течение 2 ч и приводит к понижению упругих и пластических характеристик.

В работе детально изучена зависимость напряжений микротечения  $\sigma$  от остаточной деформации  $\varepsilon$  бериллия в диапазоне деформации  $2 \cdot 10^{-7} \dots 10^{-5}$  (рис. 3, 4).

Верхняя температура ТЦО оказывает влияние на упрочнение бериллия.

Так, при верхних температурах 433...523 К у ХИП-ГИП сорта бериллия на начальном этапе микродеформации ( $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-6}$ ) наблюдается небольшое упрочнение.

Анализ полученных результатов позволяет предположить, что значения характеристик микропластичности исходных материалов определяются термическими напряжениями, которые возникают из-за анизотропии коэффициента теплового расширения вследствие охлаждения от температур прессования.

Известно, что термические микронапряжения, возникающие в связи с резкими изменениями температуры, взаимодействуют с внутренними микронапряжениями, и результат этого взаимодействия определяет интегральное внутреннее напряжение в металле [4]. Таким образом, наблюдаемое повышение устойчивости микропластических деформаций после ТЦО (от верхней температуры до 523 К) связано в основном с процессами быстрой релаксации микронапряжений в более напряженных областях материала во время тепловых смен.

В то же время подвижность дислокаций в объеме зерна контролируется содержанием и распределением дефектов (примесей) в кристаллической решетке.

При верхних температурах ТЦО, превышающих 573 К, релаксация микронапряжений сопровождается интенсивной деформацией значительной части

зерна, что подтверждается металлографическими исследованиями. Наличие легких подвижных дислокаций, образующихся в процессе пластической деформации зерен во время ТЦО, определяет, возможно, наблюдаемое понижение характеристик микропластической деформации материала.

Анализ зависимостей  $\sigma(\varepsilon)$  для бериллия сорта ХИП-ГИП (рис. 5) позволяет установить эволюцию стадий микротечения, определяемых предварительной термической обработкой.

Видно, что для исходного металла и после ТЦО от верхних температур цикла в диапазоне 433...523 К зависимость  $\sigma(\varepsilon^{1/2})$  имеет три стадии. При повышении верхней температуры ТЦО до 573...873 К вторая стадия микротечения постепенно исчезает, в то же время продолжительность первой стадии снижается.

В области остаточных деформаций  $(1 \dots 1,8) \cdot 10^{-6}$  присутствует вторая стадия микротечения, и она связана с пластической деформацией внутри единичных зерен с благоприятной ориентацией базисных плоскостей. С увеличением напряжения микротечения все больше зерен с менее благоприятной ориентацией базисных плоскостей включаются в процесс пластического деформирования. Такой механизм второй стадии развития подтверждается линейной зависимостью  $\sigma$  от деформации  $\varepsilon$ .

Что касается третьей стадии, то ее развитие, как известно, связано с кооперативной пластической деформацией зерен [5].

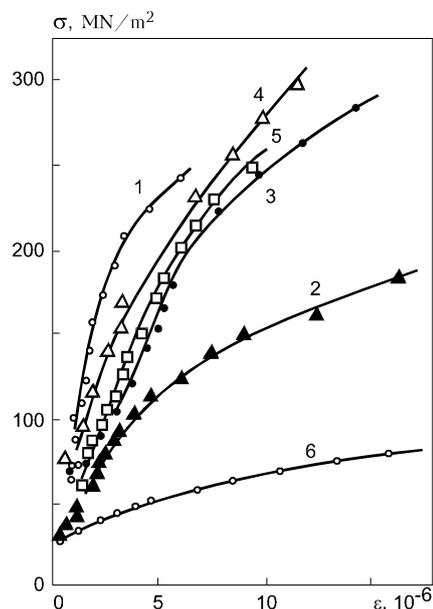


Рис. 3. Зависимости напряжения микротечения  $\sigma$  от остаточной деформации для ХИП-ГИП Сф-бериллия при различных термических и термоциклических обработках:  
1 – исходное состояние;  
2 – отжиг при 1273 К в течение 2 ч;  
3 – ТЦО при 77...433 К; 4 – ТЦО при 77...473 К;  
5 – ТЦО при 77...523 К; 6 – ТЦО при 77...673 К

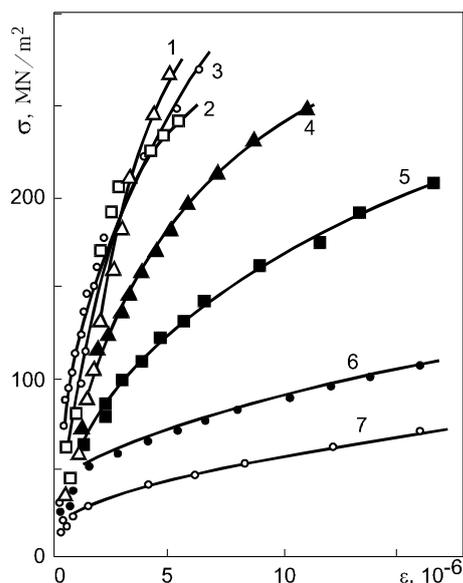


Рис. 4. Зависимость напряжения микротечения  $\sigma$  от остаточной деформации для ХИП-ГИП-бериллия при различных термических и термоциклических обработках: 1 – исходное состояние; 2 – ТЦО при 77...433 К; 3 – ТЦО при 77...523 К; 4 – отжиг при 1273 К в течение 2 ч; 5 – ТЦО при 77...573 К; 6 – ТЦО при 77...673 К; 7 – ТЦО при 77...873 К

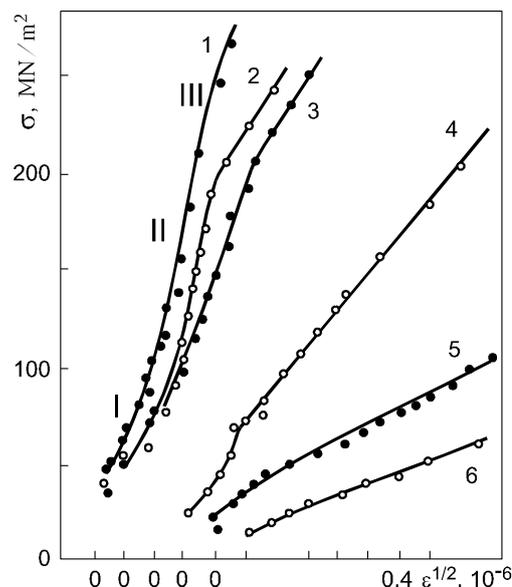


Рис. 5. Зависимость напряжения ( $\sigma$ ) от деформации ( $\varepsilon^{1/2}$ ) в микродеформированных областях ХИП-ГИП-бериллия в исходном состоянии и после различных режимов ТЦО: 1 – исходное состояние; 2 – ТЦО при 77...433 К; 3 – ТЦО при 77...523 К; 4 – ТЦО при 77...573 К; 5 – ТЦО при 77...673 К; 6 – ТЦО при 77...873 К

Таким образом, выбранный интервал верхних температур ТЦО существенно влияет на характер микротечения и упрочнения на разных стадиях течения. Это влияние определяется особенностями в изменении структуры бериллия, которое вызвано различными параметрами его термической обработки.

Мы также провели исследования влияния ТЦО на свойства литого прокатанного бериллия. Слиток дистиллированного металла диаметром 50 мм экструдировали и затем прокатывали в лист толщиной 2,5 мм. Образцы для микропластических испытаний были вырезаны вдоль направления прокатки. Размер зерна у образцов в исходном состоянии составлял  $\sim 30$  мкм.

Результаты влияния термообработки на характеристики микропластичности литого прокатанного бериллия приведены в табл. 5.

В отличие от порошкового бериллия ТЦО литого прокатанного бериллия в интервалах температур 77...873 и 293...873 К повышает характеристики микропластичности и напряжение микротечения при сопоставимых остаточных деформациях. На начальной стадии микротечения (до  $3 \cdot 10^{-6}$  остаточной деформации) у термоциклированных материалов наблюдается рост коэффициента упрочнения по сравнению с исходным состоянием металла.

Старение литого прокатанного бериллия (после ТЦО по режиму 293...873 К, 5 циклов) при 923 К в течение 2 ч примерно в два раза увеличивает величину  $\sigma_A$ . Характеристики напряжений микротечения при сопоставимых остаточных деформациях также увеличиваются.

Таблица 5

Влияние различных обработок на микропластические свойства литого прокатанного бериллия

Режим термообработки	$\sigma_A$ , МПа	$\sigma$ , МПа		
		$\varepsilon = 1 \cdot 10^{-6}$	$\varepsilon = 1 \cdot 10^{-5}$	$\varepsilon = 2,5 \cdot 10^{-5}$
Исходное состояние	52,4	61	117	163
Отжиг при 993 К 0,5 ч	36,3	51	80	97
Отжиг при 923 К 2 ч	76,8	108	164	198
ТЦО при 77...873 К, 5 циклов	94,8	105	153	186
ТЦО при 293...873 К, 5 циклов	90,6	112	150	176
ТЦО при 293...873 К, 5 циклов +отжиг при 923 К 2 ч	107,2	137	182	206

Увеличение характеристик микропластичности на начальном этапе микротечения для образцов литого прокатанного бериллия после ТЦО, вероятно, связано с тепловой релаксацией микронапряжений двойникованием [3]. Кроме того, следует учитывать возможное ускорение процесса старения бериллия во время ТЦО [6]. Это подтверждается аналогичным характером зависимости  $\sigma(\varepsilon)$  для образцов после ТЦО и старения (рис. 6).

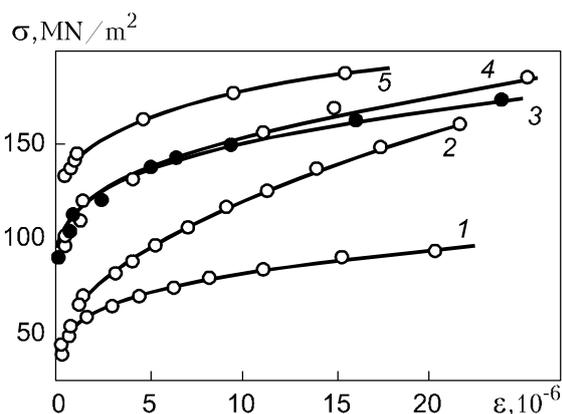


Рис. 6. Зависимость напряжения микротечения от остаточной деформации  $\varepsilon$  для литого прокатанного бериллия при различных предварительных термических обработках: 1 – рекристаллизация в течение 0,5 ч при температуре 993 К; 2 – исходное состояние; 3 – ТЦО при 293...873 К; 4 – ТЦО при 77...873 К, 5 циклов; 5 – ТЦО при 293...873 К, 5 циклов, отжиг при 923 К 2 ч

Предложенный механизм упрочнения при ТЦО подтверждается экспериментальными данными о влиянии рекристаллизационного отжига на микропластичность металла. Рекристаллизационный отжиг (при 993 К в течение 0,5 ч) снижает предел микротекучести и деформацию микротечения так же, как и коэффициент деформационного упрочнения на ранних стадиях микротечения.

Таким образом, можно сделать вывод, что поведение металла при ТЦО определяется в значительной степени технологией его получения, которая приводит к различиям в уровне исходных механических

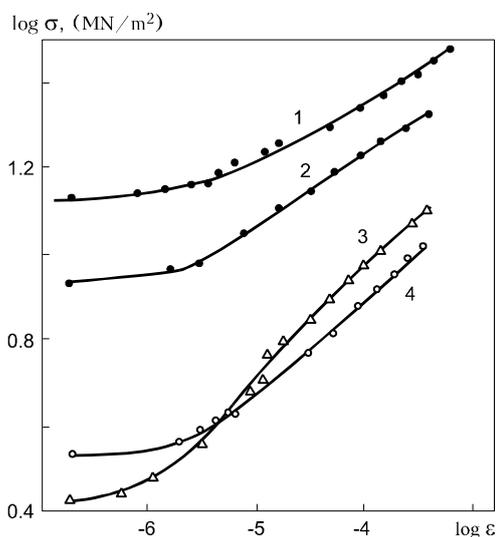


Рис. 7. Типичные кривые микродеформации для бериллия различной крупности: 1 –  $d=10$  мкм; 2 –  $d=20$  мкм; 3 –  $d=77$  мкм; 4 –  $d=147$  мкм

Особенности этих зависимостей следующие:

1. Зависимость Холла-Петча ( $\sigma = \sigma_0 + kd^{1/2}$ , где  $\sigma_0$  и  $k$  – константы,  $d$  – размер зерна) удовлетворительно выполняется в области размеров зерен 10...77 мкм при всех значениях остаточной деформации ( $\varepsilon$ ), в том числе и при  $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-7}$ , напряжение в этом случае является пределом микротекучести  $\sigma_A$ .

Используя методы порошковой металлургии, можно получить бериллий с высокими значениями  $\sigma_E$  и  $\sigma_A$ , но это не гарантирует его высокую стабильность. Это связано с тем, что уровень тепловых микронапряжений растет вместе с микропластичностью прочных материалов. Хотя эти напряжения могут, в принципе, быть удалены ТЦО, высокие верхние температуры таких обработок могут оказаться неприемлемыми для реальных конструкций.

## ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА НА МИКРОПЛАСТИЧНОСТЬ БЕРИЛЛИЯ

Влияние размера зерна на напряжение микротечения было изучено на литом поликристаллическом бериллии высокой чистоты. Относительное остаточное электрическое сопротивление металла  $\delta = R_{300K}/R_{77K} = 30$ . Образцы вырезали из листов и отжигали при температуре 1173 К в течение 27, 600 и 3600 с. Это позволило получить в образцах зерно размером 10...143 мкм.

Характерные зависимости напряжения течения от деформации в районе микропластичности для бериллия с различным размером зерна показаны на рис. 7. В области деформаций меньше  $10^{-6}$  и более  $10^{-5}$  наблюдаются две стадии упрочнения материала. Упрочнение на первой стадии не очень сильное ( $n = d \log \sigma / d \log \varepsilon \approx 0,04...0,05$ ) и слабо зависит от размера зерна. Величина упрочнения на второй стадии возрастает до  $n = 0,14...0,20$ . На рис. 8 показана зависимость напряжения течения от размера зерна при различных величинах микродеформации (на графике приведен разброс измеряемых величин).

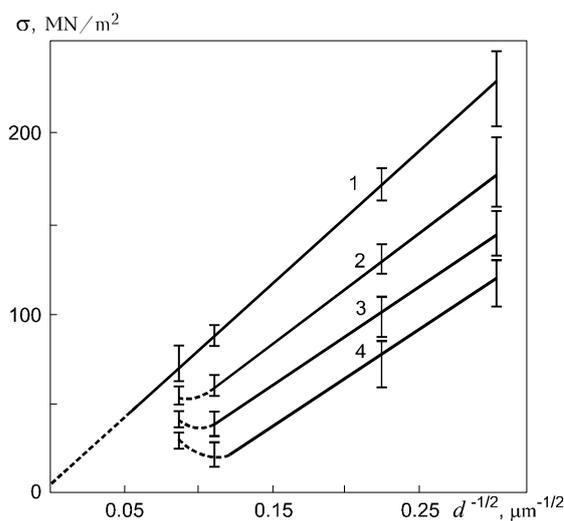


Рис. 8. Зависимость предела текучести от размера зерна в области микропластичности: 1 –  $\varepsilon = 1 \cdot 10^{-4}$ ; 2 –  $\varepsilon = 1 \cdot 10^{-5}$ ; 3 –  $\varepsilon = 1 \cdot 10^{-6}$ ; 4 –  $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-7}$

2. Отклонение от этой зависимости наблюдается при размере зерна  $d = 143$  мкм, и оно тем сильнее, чем меньше величина деформации. Так, при оста-

точной деформации  $\varepsilon = 10^{-4}$  отклонение практически отсутствует, а при  $\varepsilon = 2 \cdot 10^{-7}$  его величина максимальная.

3. Угол наклона зависимости Холла-Петча (коэффициент  $k$ ) растет с увеличением деформации:

$\varepsilon$	$2 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
$k, \text{MN/m}^2$	530	540	610	720

Аномалия кривых зависимости Холла-Петча в области микропластичности при больших размерах зерен, а также отрицательные значения  $\sigma_0$  при  $d \rightarrow \infty$  возможно вызваны значительной концентрацией примесей в бериллиевой матрице, растворение которых произошло в течение высокотемпературного отжига: уменьшение  $\sigma$  с ростом размера зерна компенсируется его увеличением в связи с растворением примесей.

Для проверки упомянутого выше предположения о влиянии примесей на микропластичность бериллия были исследованы свойства двух образцов с одинаковым размером зерна (20 мкм), но после различных режимов термообработки: в температурной области растворения примесей (1173 К, 27 с) и в области ниже предела растворимости (973 К, 1 ч). Результаты этих исследований приведены на рис. 9. Видно, что для зерен одинакового размера высокая температура (1173 К) отжига сопровождается увеличением предела текучести до 40 МПа (кривая 1), в отличие от отжига при температуре 973 К (кривая 4). Старение при температуре 873 К в течение 24 ч (температурный режим, который сопровождается осаждением примесей из твердого раствора и рафинированием матрицы) образцов, которые отжигались при 1173 К, приводит к снижению напряжений текучести (кривая 3), тогда как старение образцов, отожженных при 973 К, практически не оказывает влияния на результаты измерений (см. рис. 9, кривая 2).

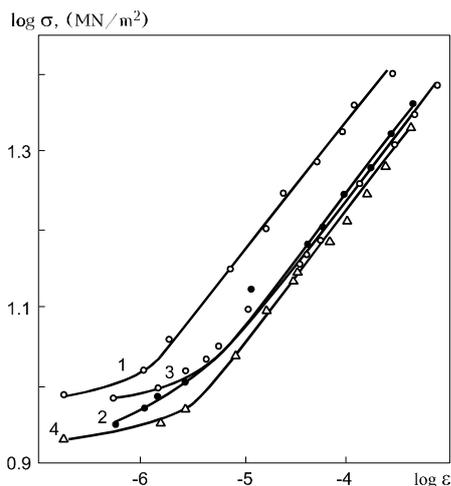


Рис. 9. Влияние термической обработки на характеристики микропластичности бериллия ( $d = 20$  мкм). Режимы термообработки (температура и продолжительность): 1 – 1173 К, 27 с; 2 – 1173 К, 27 с + 873 К, 24 ч; 3 – 973 К, 1 ч + 873 К, 24 ч; 4 – 973 К, 1 ч

При равном размере зерен в материале переход примесей в твердый раствор действительно сопровождается заметным изменением напряжений микротечения, а отжиги при температуре ниже предела растворимости или старение сопровождаются релаксацией напряжений.

Аналогичные результаты получены при старении (при 873 К в течение 24 ч) образцов с размерами зерен 77 и 143 мкм.

## ВЫВОДЫ

Микропластические характеристики изостатически прессованного бериллия снижаются с увеличением размеров частиц порошка, увеличением температуры прессования, повышением чистоты металла по  $BeO$ ,  $Al$ ,  $Fe$  и другим примесям.

Высокие начальные значения предела микроупругости и микротекучести в ряде случаев обусловлены повышением уровня внутренних напряжений термического происхождения и с течением времени возможна их медленная релаксация.

В процессе длительного хранения бериллиевых материалов с высокими начальными значениями сопротивления микропластическим деформациям предел микротекучести и напряжение микротечения заметно снижаются, что связано, главным образом, с релаксацией термических микронапряжений.

Длительное хранение бериллия со сравнительно низкой величиной сопротивления микропластическим деформациям сопровождается некоторым повышением предела микротекучести и интенсивности деформационного упрочнения.

Температурный интервал ТЦО определяет поведение и стадийность процесса микротечения и упрочнения бериллия в области микродеформации.

Поведение бериллия при ТЦО определяется, главным образом, технологией его получения, которая приводит к различиям в уровнях исходных характеристик микропластичности и термических микронапряжений.

ТЦО вызывает значительные структурные изменения в бериллии, если верхние температуры ТЦО превышают 523 К. В этом случае интегральная деформация и внутренние процессы релаксации напряжений происходят с образованием линейных и точечных дефектов. Основной эффект ТЦО начинает проявляться уже после проведения последовательно двух, трех циклов нагрев–выдержка–охлаждение. Развитие межзеренной пластической деформации при ТЦО является следствием не только структурной анизотропии, но и возникающих в материале температурных градиентов.

ТЦО при  $77 \leftrightarrow 873$  К литого дистиллированного бериллия значительно улучшает микропластические характеристики и коэффициент упрочнения на первой стадии микротечения, что объясняется релаксацией термических микронапряжений из-за двойникования и ускорения процессов старения при ТЦО.

ТЦО при  $300 \leftrightarrow 873$  К горячепрессованного бериллия с высокими начальными значениями сопро-

тивления микропластической деформации приводит к значительной потере прочности в области микропластичности, в то время как в менее прочном горячепрессованном бериллии влияние ТЦО на характеристики микропластичности является слабым.

Анализ зависимости напряжения микротечения бериллия от размера зерна в области микродеформаций  $2 \cdot 10^{-7} \dots 10^{-4}$  показал, что соотношение Холла-Петча выполняется в области  $d = 10 \dots 77$  мкм для всех  $\varepsilon$ . Отклонение от зависимости Холла-Петча наблюдается при размере зерна выше  $d = 143$  мкм и усиливается с уменьшением величины деформации.

Возможной причиной отклонения кривых зависимости  $\sigma(d)$  от соотношения Холла-Петча при  $d \rightarrow \infty$  является процесс растворения примесей в бериллиевой матрице в процессе высокотемпературного отжига.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. V.I. Ivantsov, I.I. Papirov, G.F. Tikhinskij. *Microplastic deformation studies of Beryllium*: Preprint KhIPT, Kharkov, 1992, p. 24.
2. И.И. Папилов, П.И. Стоев, А.А. Николаенко, Ю.В. Тузов. *Влияние структурных факторов на вязкостные и прочностные характеристики бериллия*. Lap LAMBERT Academic Publishing, 2014, с. 511.
3. В.И. Иванцов А.А. Николаенко, И.И. Папилов, А.И. Пикалов, В.С. Шокуров. Изучение микропластичности и размерной стабильности различных сортов бериллия // *Вестник Тамбовского университета*. 2013, т. 18, в. 4, с. 1556-1558.
4. Г.А. Малыгин, В.А. Лихачев. Роль анизотропии теплового расширения и тепловых микронапряжений // *Заводская лаборатория*. 1966, т. 3, с. 335-347.
5. Е.Ф. Дударев, Е.Е. Дерюгин. Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов // *Известия вузов. Физика*. 1982, т. 6, с. 44-55.
6. М.Л. Хенкин, И.Х. Локшин. *Размерная стабильность металлов и сплавов в точном машиностроении и приборостроении*. М.: «Машиностроение», 1974, с. 256.

Статья поступила в редакцию 28.05.2014 г.

## ДОСЛІДЖЕННЯ МІКРОПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ БЕРИЛІЮ

*I.I. Papirov, V.I. Ivantsov, A.A. Nikolaenko, V.S. Shokurov, Y.V. Tuzov*

Систематично вивчено характеристики мікропластичної течії різних сортів берилію. У ізостатично пресованого берилію вони знижуються зі збільшенням розмірів частинок порошку, збільшенням температури пресування і підвищенням чистоти металу. Високі початкові значення межі мікропружності і мікроплинності в ряді випадків обумовлені підвищенням рівня внутрішніх напружень термічного походження і з плином часу можлива їх повільна релаксація. У процесі тривалого зберігання берилієвих матеріалів з високими початковими значеннями опору мікропружним деформаціям межа мікроплинності і напруга мікроплинності помітно знижуються, що пов'язано, головним чином, з релаксацією термічних микронапружень.

## STUDY BERYLLIUM MICROPLASTIC DEFORMATION

*I.I. Papirov, V.I. Ivantsov, A.A. Nikolaenko, V.S. Shokurov, Y.V. Tuzov*

Microplastic flow characteristics systematically studied for different varieties beryllium. In isostatically pressed beryllium it decreased with increasing particle size of the powder, increasing temperature and increasing the pressing metal purity. High initial values of the limit microelasticity and microflow in some cases are due a high level of internal stresses of thermal origin and over time it can relax slowly. During long-term storage of beryllium materials with high initial resistance values microplastic deformation microflow limit and microflow stress markedly reduced, due mainly to the relaxation of thermal microstrain.