

## ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ТЦО НА АКУСТИЧЕСКУЮ ЭМИССИЮ БЕРИЛЛИЯ

*П.И.Стоев, И.И.Папиров*

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,  
г.Харьков, Украина, E-mail:nsc@kipt.kharkov.ua; Тел(0572)-35-35-30*

Наведені результати впливу на акустичну емісію гарячопресованого берилію верхньої температури ТЦО, швидкості ТЦО і комплексного впливу термічних і термоциклічних обробок. Показано, що верхня температура обробки істотно впливає на механічні і акустичні характеристики гарячопресованого берилію. При проведенні процесу ТЦО з верхньої температури 500<sup>0</sup>С у сорту матеріалу, що вивчається спостерігається мінімальна активність АЕ і загальна кількість імпульсів, що реєструються. Отримані акустичні спектри зразків берилію після процесу ТЦО з різними швидкостями. Встановлено, що попередня ТЦО обробка (старіння при 650<sup>0</sup>С, 5 годин) істотно не впливає на механічні і акустичні параметри берилію, а подальша після ТЦО обробка (600<sup>0</sup>С, 1 година) приводить до закріплення дислокацій і зменшення дислокаційної рухливості. Показана можливість використання акустичних параметрів для вибору оптимальної верхньої температури процесу ТЦО і оцінки міри дислокаційної рухливості.

Приведены результаты влияния на акустическую эмиссию горячепрессованного бериллия верхней температуры ТЦО, скорости ТЦО и комплексного воздействия термических и термоциклических обработок. Показано, что верхняя температура обработки существенно влияет на механические и акустические характеристики горячепрессованного бериллия. При проведении процесса ТЦО с верхней температуры 500<sup>0</sup>С у изучаемого сорта материала наблюдается минимальная активность АЭ и общее количество регистрируемых импульсов. Получены акустические спектры образцов бериллия после процесса ТЦО с различными скоростями. Установлено, что предшествующая ТЦО обработка (старение при 650<sup>0</sup>С, 5 ч) существенно не влияет на механические и акустические параметры бериллия, а последующая после ТЦО обработка (600<sup>0</sup>С, 1 ч) приводит к закреплению дислокаций и уменьшению дислокационной подвижности. Показана возможность использования акустических параметров для выбора оптимальной верхней температуры процесса ТЦО и оценки степени дислокационной подвижности.

The results of influence on an acoustic emission hot pressed beryllium of upper temperature thermocyclic treatment (TCT), velocity TCT and complex effect thermal and thermocyclic treatments are reduced. It is shown, that upper temperature of treatment essentially influences for mechanical and ultrasonic performances hot pressing of beryllium. At carrying out the process TCT from upper temperature 500<sup>0</sup>С at an investigated grade of material the minimum activity AE and total of registered impulses is observed. The acoustic spectrums of the beryllium specimens after the process TCT with different velocities were obtained. It is established that preceding TCT treatment (aging at 650<sup>0</sup>С, 5 hours) essentially do not influence on mechanical and acoustic parameters of beryllium, and consequent after TCT treatment (600<sup>0</sup>С, 1 hour) gives fixing dislocations and diminution of decrease mobility. The opportunity of use of acoustic parameters for select of optimum upper temperature of process TCT and estimate degree of dislocation mobility is shown.

### Введение

В настоящее время бериллий находит широкое применение в качестве конструкционного материала для гироскопии и силовой оптики [1]. В соответствующих устройствах бериллий работает под нагрузкой в жестких условиях теплосмен, поэтому к уровню физико-механических свойств материала предъявляются высокие требования. Уровень микронапряжений является важной структурной характеристикой материалов. Микронапряжения в поликристаллическом материале возникают как на стадии его получения (из-за анизотропии коэффициентов линейного расширения кристаллической решетки, присутствия в матрице вторичных фаз и др.), так и в результате последующих механических обработок. Рентгеновские методы, используемые для определения величины вну-

тренних остаточных напряжений, оказываются достаточно трудоемкими. Поэтому часто для качественной оценки уровня внутренних напряжений используют иные методы. Перспективным для решения этой задачи может оказаться метод изучения акустической эмиссии (АЭ). Излучаемые волны АЭ являются отражением процессов динамической перестройки материала и связаны как с характеристиками материала (структурное состояние, химический и фазовый составы и др.), так и с условиями нагружения.

Для улучшения физико-механических характеристик использовали следующие обработки бериллия: различные виды старения, осуществляемые при температурах (600 ± 50)<sup>0</sup>С, стабилизирующие отжиги при температуре 750...800<sup>0</sup>С и иногда - гомогенизирующие отжиги при температурах выше 900...1000<sup>0</sup>С. В последнее время стали применяться

комплексные термические обработки, включающие в себя совокупность различных процессов, которые выполняются при определенных температурных и временных параметрах. Так для повышения размерной стабильности бериллия мы предложили использовать термоциклические обработки, проводимые в разных температурных интервалах и в разных средах. Наиболее известными из таких обработок являются термоциклирование бериллия в области  $+400\dots-196^{\circ}\text{C}$  и  $+160\dots-70^{\circ}\text{C}$ , используемое для материалов гироскопии и оптики соответственно.

Представляет научный интерес провести исследование процесса при более высоких верхних температурах термоциклирования (до  $700^{\circ}\text{C}$ ) и с различными скоростями охлаждения.

Целью данной работы является изучение влияния на акустическую эмиссию бериллия условий термоциклических обработок (ТЦО), в том числе: верхней температуры ТЦО, предшествующей ТЦО термообработке, последующих после ТЦО отжигов, скорости ТЦО.

### Материал и методика

В качестве материала использовали горячепрессованный бериллий технической чистоты, полученный из порошка крупностью  $-56$  мкм. Механические испытания на растяжение выполняли по стандартной методике на универсальной испытательной машине 1958У10-1 при комнатной температуре. Скорость перемещения активного захвата  $0,2$  мм/мин. На каждую точку использовали не менее трех образцов. Параметры нагружения регистрировали синхронно с параметрами 8-канального амплитудного анализатора импульсов АЭ. Регистрацию и дальнейшую обработку полученной информации выполняли с помощью ЭВМ. Для исключения сигналов АЭ от деформации головок перед механическими испытаниями проводили обжатие головок образцов. В работе использовали круглые (гагаринские) образцы на растяжение с диаметром рабочей части  $5$  мм и плоские образцы с сечением рабочей части  $4 \times 2$  мм. Круглые образцы вырезали механическим путем из блоков, а плоские электроискровым способом. Все образцы подвергали химическому травлению, а затем электрохимической полировке. ТЦО заключалась в их нагреве на воздухе в интервале температур  $400-700^{\circ}\text{C}$  и охлаждении в охлаждающей жидкости, в качестве которой в работе служили индустриальное масло И20 и дистиллированная вода (обычно проводили пять циклов нагрев—охлаждение). В данной работе были выбраны режимы ТЦО, при которых структурные изменения в материале не связаны с прохождением фазовых переходов.

Термообработка, предшествующая ТЦО проводилась при температуре  $650^{\circ}\text{C}$  в течение  $5$  ч, последующие после ТЦО термообработки выполняли при  $600^{\circ}\text{C}$  в течение  $1$  ч.

## Результаты и их обсуждение

### Влияние скорости ТЦО

В качестве охлаждающих сред при термоциклической обработке в данной работе использовали воду и масло марки И20.

На рис.1 приведены зависимости активности АЭ от времени нагружения для исходных и прошедших ТЦО (в воде и масле) образцов бериллия. Зависимость  $\dot{N}(t)$  при растяжении у исходных и термообработанных образцов существенно отличается. У нетермообработанного материала (кривая 1) на зависимости  $\dot{N}(t)$  имеется два максимума: первый в области предела текучести и второй в области напряжений, предшествующих разрушению. У материалов после ТЦО с охлаждением как в воде (кривая 3), так и в масле (кривая 2), первый максимум исчезает, а величина второго меняется. Полученные результаты хорошо согласуются с данными, которые получены нами ранее для других сортов бериллия [2,3].

Из рис.1 видно, что у образцов бериллия, которые охлаждались погружением в масло, абсолютная величина второго максимума уменьшается сильнее, чем у охлаждаемого в воде. Наблюдается смещение максимума на кривой активности АЭ после ТЦО в сторону меньших напряжений.

Обращаем внимание на практически полное совпадение кривых зависимости  $\dot{N}(t)$  для различных охлаждающих сред вплоть до области предразрушения.

На рис.2 приведены зависимости средней амплитуды регистрируемых импульсов АЭ в процессе деформирования образцов бериллия. Видно, что применение различных охлаждающих жидкостей при ТЦО не приводит к существенному изменению характера процесса деформирования: зависимости  $A(t)$  образцов, охлаждаемых в масле и воде, практически одинаковы.

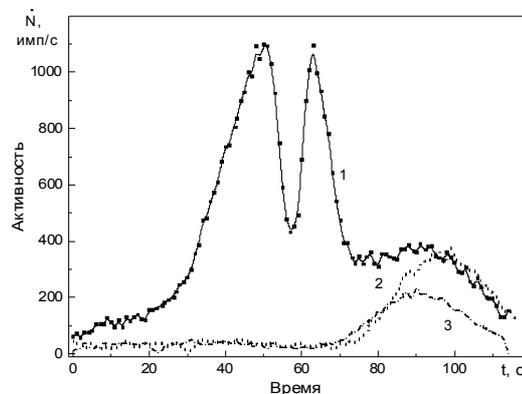


Рис. 1. Зависимость активности АЭ от времени деформации для образцов бериллия в исходном состоянии (1), после ТЦО в масле (2) и воде (3)

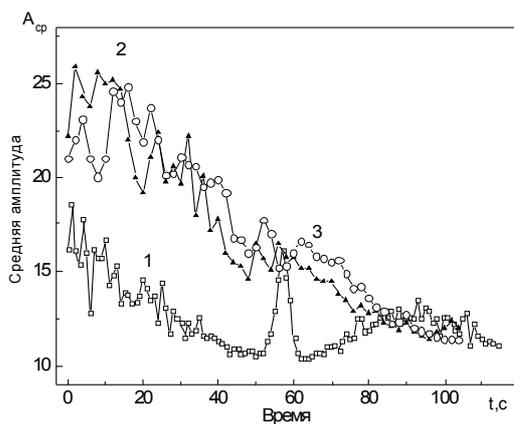


Рис.2. Зависимость средней амплитуды импульсов АЭ от времени деформации для образцов бериллия в исходном состоянии(1), после ТЦО в масле (2) и в воде (3)

В то же время, на всем участке деформирования средняя амплитуда импульсов АЭ у термообработанных образцов выше, чем у исходного материала (кривые 1 и 2). Это, по нашему мнению, связано с существенным влиянием ТЦО на дислокационную подвижность (образование новых и раскрепление имеющихся дислокаций). Процессы скольжения у такого материала облегчаются настолько, что генерируемые импульсы АЭ имеют амплитуду, которая ниже порога чувствительности приемной аппаратуры и поэтому не регистрируются. Это приводит к тому, что при расчете средней амплитуды из-за “неучета” в общем спектре АЭ существенного количества низкоамплитудных сигналов получаемая величина  $\bar{A}$  оказывается выше.

Следовательно, разница между абсолютными значениями  $\bar{A}_i(t)$  для исходного и термообработанного материала может служить оценкой изменения дислокационной подвижности (степени раскрепления дислокаций), которую дает ТЦО.

Скорость нагрева и охлаждения относятся к наиболее важным параметрам процесса ТЦО.

Из работы [4] следует, что скорость охлаждения и относительная охлаждающая способность воды в 3-4 раза выше, чем у масла. Потому у образцов бериллия скорости охлаждения в воде и масле заметно отличаются.

В работе [5] для сталей и сплавов изучена зависимость процесса ТЦО от скорости нагрева и охлаждения и показано, что снятие внутренних напряжений происходит наиболее эффективно при достижении определенного уровня скорости.

Вероятно, что при охлаждении бериллиевых образцов в масле, величина скорости охлаждения уже достаточна для оптимального прохождения процессов релаксации напряжений. Поэтому увеличение скорости охлаждения, в результате обработки образцов в воде, не приводит к заметному изменению прохождения процесса релаксации напряжения и, естественно, акустических параметров.

Анализ полученных данных указывает на нетривиальный механизм воздействия скорости ТЦО на

свойства материалов, поскольку даже такой структурно-чувствительный метод как АЭ, начинает регистрировать эффект различия в скоростях проведения ТЦО только при больших степенях деформации.

### Влияние верхней температуры ТЦО

На рис.3 приведена зависимость активности АЭ от времени деформирования при различных верхних температурах ТЦО.

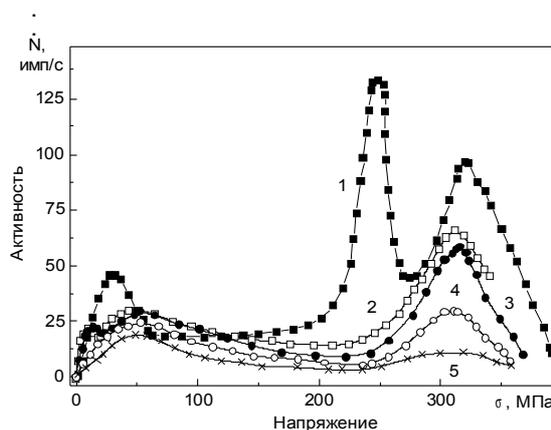


Рис.3. Влияние верхней температуры ТЦО на зависимость активности АЭ от напряжения для образцов бериллия: 1-исходное состояние, 2-700°C, 3-600°C, 4-400°C, 5-500°C

Видно, что при сохранении общего вида зависимости  $N(\sigma)$  верхняя температура ТЦО оказывает влияние на величину максимума перед разрушением. При верхней температуре ТЦО 500...600°C величина активности АЭ  $N$  минимальная, а при уменьшении и увеличении температуры ТЦО значение  $N$  возрастает.

Влияние верхней температуры ТЦО проявляется и на зависимости общего количества регистрируемых импульсов АЭ  $N$  от напряжения (рис.4).

Общая сумма импульсов АЭ материалов после ТЦО с 400...700°C в воде всегда снижается по отношению к исходному состоянию.

Видно, что имеется область температур ТЦО (для данного материала ~ 500°C), при которой общее количество регистрируемых импульсов минимально.

Температурные режимы ТЦО (верхняя и нижняя температура цикла) определяют степень воздействия термообработки на структуру материала и на уровень его физико-механических свойств.

При выборе верхней температуры необходимо учитывать два фактора. Температура не должна вызывать больших термических напряжений, которые могут привести к нарушению целостности материала, и, с другой стороны, запаса термической энергии должно быть достаточно, чтобы инициировать интенсивную релаксацию внутренних напряжений.

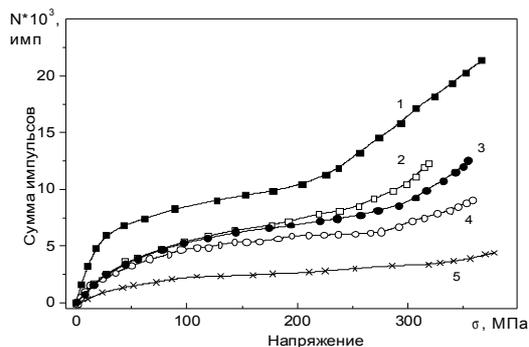


Рис.4. Влияние верхней температуры ТЦО на зависимость общего количества импульсов АЭ от напряжения для образцов бериллия: 1-исходное состояние, 2-700°C, 3-600°C, 4-400°C, 5-500°C

Анализ полученных данных показывает, что основные структурные изменения и уровень остаточных напряжений в бериллии при проведении процесса ТЦО определяется действием двух конкурирующих процессов: накоплением напряжений в результате термического расширения (нагрев) или сжатия (охлаждение) и противоположного процесса - релаксации напряжений.

Это хорошо иллюстрируют рис.3 и 4, свидетельствующие о действии этих двух механизмов.

Влияние верхней температуры начинает проявляться с определенного уровня (при 300...350°C влияние ТЦО на акустические параметры не наблюдается). По мере увеличения верхней температуры начинают активизироваться процессы релаксации напряжений. При температуре 500°C (для данной конфигурации и массы образца) достигается равновесие между процессами накопления и релаксации напряжений. Дальнейшее увеличение верхней температуры до 600...700°C приводит к нарушению этого равновесия и к росту внутренних напряжений в материале.

Ранее нами было установлено, что изменение активности АЭ соответствует изменению прочностных характеристик в результате воздействия ТЦО, а общая сумма импульсов уменьшается по мере снижения внутренних напряжений. Если такая корреляция окажется устойчивой для всех выпускаемых сортов бериллия, то акустическая эмиссия сможет стать инструментом для нахождения оптимальных параметров ТЦО.

Данные о влиянии верхней температуры ТЦО на акустические и механические характеристики бериллия позволят выбрать оптимальную (наименьшую верхнюю) температуру ТЦО, не подвергая тем самым бериллиевые образцы излишним тепловым ударам.

#### Влияние термообработок

Для изучения влияния термообработки образцы были подвергнуты отжигу при температуре 650°C в течение 5 ч. На рис.5 приведены зависимости активности АЭ от напряжения для исходного и отожженного материала. Видно, что отжиг существенно меняет характер зависимости  $\dot{N}(t)$  у этих материа-

лов. У отожженных образцов несколько уменьшается ширина первого максимума и абсолютная величина второго. Установлено также, что характер зависимости средней амплитуды АЭ у отожженных образцов по сравнению с исходными существенно не изменяется.

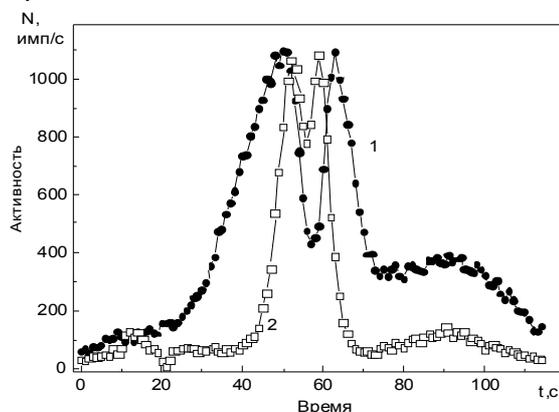


Рис.5. Зависимость активности АЭ от времени деформации для образцов бериллия в исходном состоянии(1) и после отжига 650°C – 5 ч

Таким образом, видно, что обычная термообработка образцов (без последующей ТЦО) не приводит к заметным изменениям параметров АЭ. Естественно представляло интерес рассмотреть влияние интегрального воздействия обычных термообработок и ТЦО.

На рис.6 приведены зависимости активности АЭ от времени деформирования образцов, прошедших ТЦО (кривая 1), отожженных с последующей ТЦО (кривая 2). Видно, что при сохранении общего вида зависимости  $\dot{N}(t)$  у отожженных образцов абсолютная величина второго максимума возрастает и смещается в область высоких напряжений.

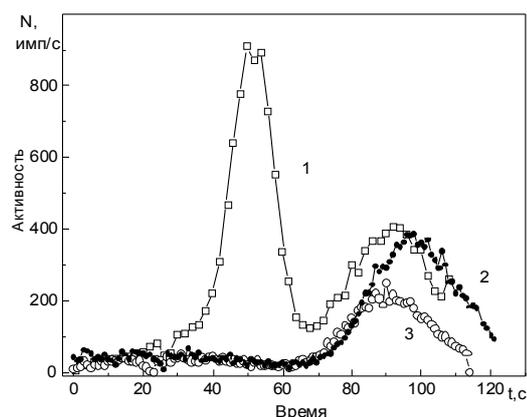


Рис.6. Зависимость активности АЭ от времени деформации для образцов бериллия после ТЦО(1), отжиг 650°C – 5 ч +ТЦО(2), отжиг 650°C – 5 ч +ТЦО(2)+отжиг 600°C – 1 ч

Было также изучено влияние на АЭ отжига после проведения ТЦО. На рис.6 (кривая 3) приведена за-

висимость  $\dot{N}(t)$  для образцов, отожженных после ТЦО при температуре  $600^{\circ}\text{C}$  в течение одного часа.

Хорошо видно, что последующий после ТЦО отжиг приводит к увеличению второго максимума на кривой  $\dot{N}(t)$  и к восстановлению максимума на пределе текучести.

На рис. 7 и 8 приведены зависимости общего количества импульсов и средней амплитуды для образцов, которые прошли термическую обработку и ТЦО.

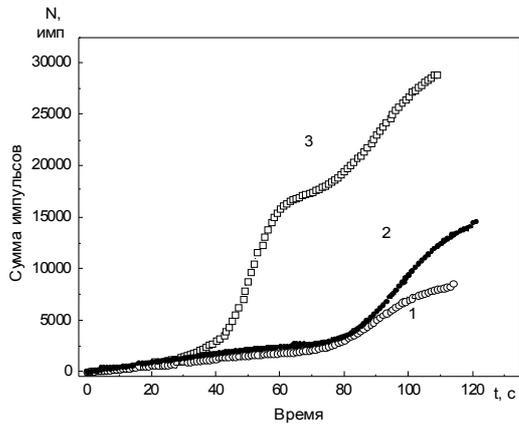


Рис. 7. Зависимость общего количества импульсов АЭ от времени деформации для образцов бериллия после ТЦО(1), отжиг  $650^{\circ}\text{C}$  - 5 ч + ТЦО(2), отжиг  $650^{\circ}\text{C}$  - 5 ч + ТЦО(2) + отжиг  $600^{\circ}\text{C}$  - 1 ч

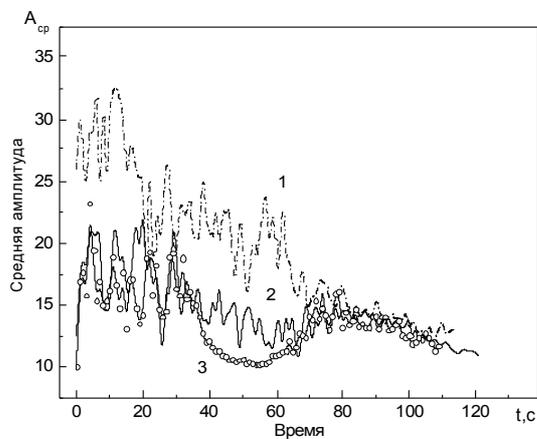


Рис. 8. Зависимость средней амплитуды АЭ от времени деформации для образцов бериллия после ТЦО(1), отжиг  $650^{\circ}\text{C}$  - 5 ч + ТЦО(2), отжиг  $650^{\circ}\text{C}$  - 5 ч + ТЦО(2) + отжиг  $600^{\circ}\text{C}$  - 1 ч

Анализ данных, приведенных на рис. 6-8, показывает:

а) невысокую эффективность предшествующих термоциклическим обработкам обычных термообработок. Не большие изменения акустических спектров, к которым приводят предшествующие ТЦО отжиги, связаны с тем, что изучаемый материал на заключительных стадиях процесса получения находился продолжительное время при достаточно высоких температурах, поэтому используемые в данной

работе отжиги не смогли заметно повлиять на структурные характеристики образцов бериллия;

б) уменьшение средней амплитуды импульсов АЭ, восстановление пика АЭ на пределе текучести, рост общего количества регистрируемых импульсов АЭ, которые вызывает отжиг после ТЦО.

Очевидно, что последующий после ТЦО отжиг приводит к дополнительному растворению имеющихся примесей, которые и подавляют высокую дислокационную подвижность, созданную в процессе ТЦО.

## Выводы

1. Изучено влияние на акустическую эмиссию горячепрессованного бериллия верхней температуры ТЦО, предшествующей ТЦО термообработки, последующих после ТЦО отжигов и скорости ТЦО.

2. Показано, что термоциклическая обработка исходного материала от температур  $400...700^{\circ}\text{C}$  в воде и масле приводит к исчезновению максимума на зависимости  $\dot{N}(t)$  АЭ на пределе текучести.

3. Изучено влияние верхних температур ТЦО на АЭ бериллия. Показано, что величина верхней температуры существенно влияет на механические и акустические характеристики горячепрессованного бериллия. При проведении процесса ТЦО с верхней температуры  $500^{\circ}\text{C}$  у изучаемого сорта материала наблюдается минимальная активность АЭ и общее количество регистрируемых импульсов.

4. Изучено влияние различных комплексных термообработок. Показано, что предшествующая ТЦО обработка ( $650^{\circ}\text{C}$ , 5 ч) существенно не влияет на механические и акустические параметры бериллия, а последующая после ТЦО обработка ( $600^{\circ}\text{C}$ , 1 ч) приводит к закреплению дислокаций и уменьшению дислокационной подвижности.

5. Показана возможность использования акустических параметров для выбора оптимальной верхней температуры процесса ТЦО и оценки степени дислокационной подвижности.

## Литература

1. И.И.Папиров. *Бериллий-конструкционный материал*. М.: «Машиностроение», 1977, 158 с.
2. И.И.Папиров, П.И.Стоев, Г.Ф.Тихинский. Акустическая эмиссия при деформации бериллия // *ФММ*, 1984, №57, вып. 5, с. 1037-1040.
3. П.И.Стоев. Изучение акустической эмиссии при термоциклической обработке бериллия // *Металлы*. 1998, №3, с. 68-70.
4. *Металловедение и термическая обработка* / Под редакцией М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадта. М.: «Металлургиздат», 1962, 1656 с.
5. А.С.Тихонов, В.В. Белов, И.Г. Леушин, В.И.Еременко, С.Ф.Забелин. *Термическая обработка сталей, сплавов и композиционных материалов*. М.: «Наука», 1984, 187 с.