

ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ КОМПАКТНЫХ БЕРИЛЛИЕВЫХ МАТЕРИАЛОВ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ СО СФЕРИЧЕСКОЙ ФОРМОЙ ЧАСТИЦ

А.В. Бабун, А.А. Васильев, К.В. Ковтун, Л.А. Корниенко

*ИФТТМТ Национального научного центра
“Харьковский физико-технический институт”,
г. Харьков, Украина; тел. (057)335-62-65*

Методами оптической и электронной микроскопии изучена термическая стабильность компактных бериллиевых материалов, полученных горячим изостатическим прессованием порошков со сферической формой частиц. Исследована зависимость среднего прироста размеров зерен от температуры и времени отжига. Показано, что размер и однородность исходного порошка существенно повышают термическую стабильность материала. Установлено, что наиболее высокой термической стабильностью обладают материалы высокой чистоты и легированные примесями в твердом растворе.

ВВЕДЕНИЕ

Термическая стабильность является одной из важнейших характеристик материала. Рекристаллизация и рост зерен в бериллии подробно исследованы, и информация об этом содержится в ряде обзоров [1,2]. Отмечена важная роль в термической стабильности размеров частиц ВеО и особенно равномерность их распределения. Кривая зависимости роста зерен от содержания ВеО носит квазиэкспоненциальный характер.

Рекристаллизация литого бериллия высокой чистоты после различных деформационных обработок и промышленных металлокерамических сортов бериллия изучена достаточно подробно [3-5]. При этом определены скорости роста зерен и энергетические параметры процесса, а также определено влияние структурных и деформационных факторов на термическую стабильность бериллия.

Термическая стабильность бериллиевых материалов из сферических порошков ранее не изучалась. Поэтому целью данной работы явилось изучение термической стабильности таких материалов, полу-

ченных методом горячего изостатического прессования (ГИП), а также влияние температуры прессования, крупности порошка, его исходной чистоты, предварительного окисления и содержания хрома, введенного в бериллий на стадии переплава с целью повышения прецизионного предела упругости $\sigma_{\text{пну}}$. Характерной особенностью таких материалов является то, что частицы после ГИП-процесса сохраняют сферическую форму, тем самым определяя распределение ВеО главным образом на их поверхности. Сами же частицы имеют по 2...3 зерна устойчивой формы.

1. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В работе использовали материалы, характеристики которых приведены в табл.1. Условия получения образцов из указанных порошков, а также способы их легирования хромом и кислородом с последующим уплотнением описаны [6,7]. В этих же работах приведены результаты механических испытаний и изучения структуры материалов.

В табл. 2 и 3 для порошков сорта ГИП-56 приведены их химический и гранулометрический состав.

Таблица 1

Используемые материалы и условия их получения

Номер образца	Температура прессования, °С	Крупность порошка, мкм	Чистота материала
1	1030	-56	дист.
2	1030	-56	техн.
3	1030	-56	техн.+Cr(0,29%) в матрице
6	980	-56	техн.
7	1100	-56	техн.
8	1030	-63 +42	техн.
9	1030	-160 +100	техн.

Таблица 2

Химический состав порошков, мас. %

Сорт	Be	Fe	Si	Mn	Mg	Ni	Al	Cu	Pb	N ₂	C	O ₂
Техн.	99,27	0,2	0,032	0,01	0,018	0,034	0,08	0,049	0,003	0,012	0,1	0,2
Дист.	99,45	0,073	0,01	0,005	0,002	0,004	0,022	0,002	0,002	0,011	0,1	0,2

Таблица 3

Гранулометрический состав порошков, мас. %

Сорт ГИП -56	Размер частиц, мкм						
	5	5...10	10...20	20...30	30...40	40...60	60
Техн.	0,5	1	11,7	16,3	14,6	28,2	27,7
Дист.	0,7	1,2	24,4	33,6	23,1	17	0

Обращает на себя внимание низкое содержание в порошке кислорода (0,2%) по сравнению с аналогичными по крупности порошками механического помола (более 1%).

Образцы отжигали в вакууме при температурах 1100, 1150, 1200 °С. Длительность отжига составляла от 1 до 10 ч. Измерения роста зерен проводили металлографическим методом секущих в поляризованном свете.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Зависимость среднего прироста размеров зерен от времени отжига для исследованных материалов приведена на рис. 1 и 2. По устойчивости к нагреву исследованные образцы можно расположить в следующий ряд: 1,3,2,7,6,8,9 (см. табл.1). Необходимо отметить, что образцы дистиллированного металла по стойкости значительно превосходят исследованные материалы технической чистоты.

Характерной особенностью всех образцов является их распухание в процессе отжига, особенно заметное при 1200 °С. Поры образуются непрерывной цепочкой (рис.3,а), либо в виде больших полостей (см. рис.3,б).

Исследования показали, что величина и однородность исходного порошка существенно влияют на поведение материалов при отжиге, так как уменьше-

ние его размеров и наличие дисперсной фракции повышает термическую стабильность материала. Это связано главным образом с фактором более однородного распределения включений BeO на поверхности сферических частиц. Увеличение размеров частиц, а также их разнородность (например, фракция -160 +100 мкм) значительно снижают стойкость материала к нагреву, что, вероятно, связано с большей протяженностью границ соседних порошинок (рис. 4). На этот факт указывает существенно меньшая стойкость материала из крупных порошков (см. рис.1 и 2). Одновременно у таких материалов резко снижаются механические свойства [6].

Следует отметить, что перед нагревом образцы имели внутри отдельных частиц термически устойчивую структуру – стыки зерен составляли, как правило, угол 120°. Поэтому рост зерен в материале происходил главным образом за счет процесса коалесценции. Нередко наблюдалось интенсивное укрупнение зерен в соседних частицах.

Влияние примесей на термическую стойкость материала неоднозначно. При исследованных температурах отжига все примеси, находящиеся в твердом растворе [7], упрочняют материал и оказывают влияние на его диффузионное поведение. Это связано с разблокированием дислокаций и субграниц, что приводит к перестройке границ зерен и, как результат, к изменению их подвижности в сторону увеличения миграционной способности.

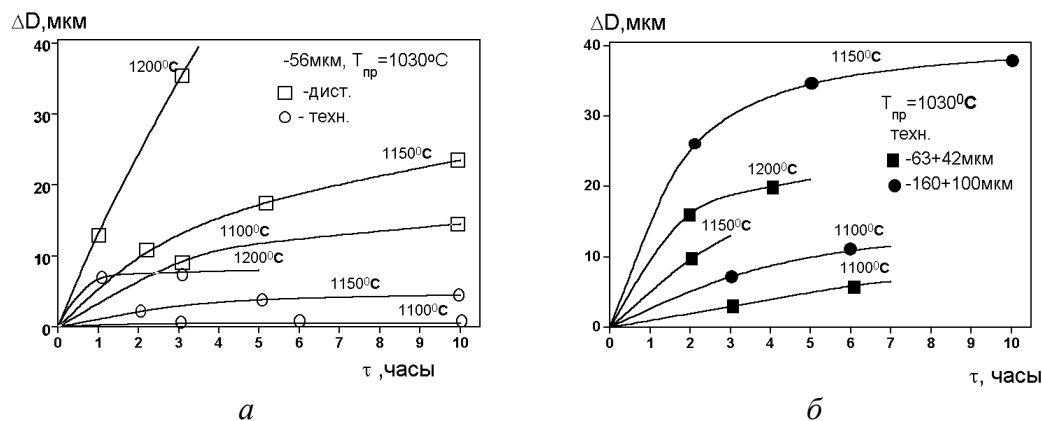
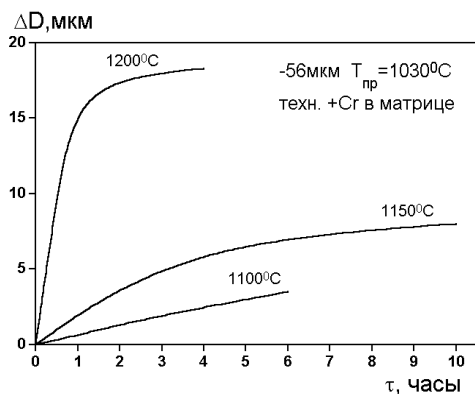
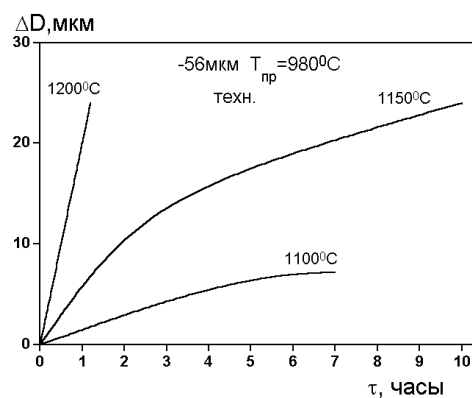


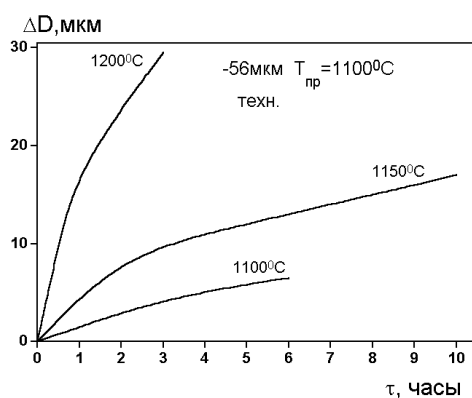
Рис. 1. Зависимость среднего прироста размеров зерен от времени отжига: а - образцы 1 и 2; б - образцы 8 и 9 (см. табл. 1)



a

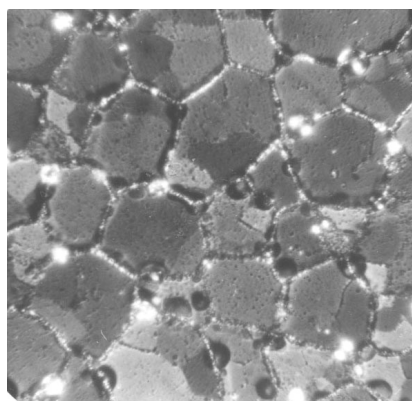


б

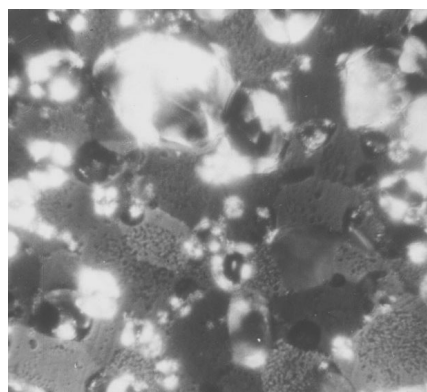


в

*Рис.2. Зависимость среднего прироста размеров зерен от времени отжига:
а - образец 3; б - образец 6; в - образец 7 (см. табл. 1)*



a



б

*Рис.3. Поры в ГИП-бериллии, отожженном при 1200 °С, 3 ч, х300:
а - ГИП-бериллия из порошка фракции -63+42 мкм;
б - ГИП-бериллия из порошка фракции -56 мкм, технической чистоты*

В этих материалах решающим фактором является наличие на границах порошинок частиц ВеО и специально созданных в отдельных образцах интерметаллидов Ве с Сг (рис.5,а,б). Наличие в бериллии дополнительных примесей, например Сг и О₂, оказывает влияние на термическую стабильность в зависимости от того, в каком состоянии находятся эти примеси в материале. Исследования показывают, что наличие Сг в матрице значительно повышает термостабильность за счет образования интерметал-

лида. В то же время наличие в некоторых случаях Сг на поверхности порошинок и ВеО после дополнительного окисления ухудшает свойства материала, вероятно, вследствие заполнения пустот скоплениями этих частиц, вызывающими внутренние напряжения в материале. Данные ранее были получены в процессе электронно-микроскопических исследований.

Из сравнения термической стабильности различных материалов в зависимости от наличия примесей

следует, что определяющим здесь является не количество в том числе и легирующих элементов, а их состояние в материале, в частности, размеры и равномерность их распределения на поверхностях раздела порошинок.

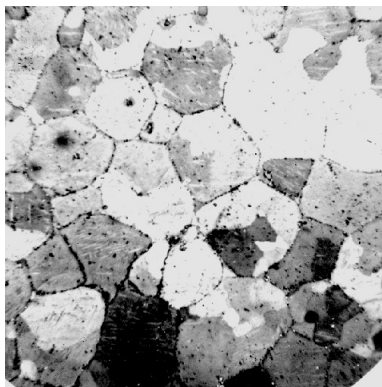
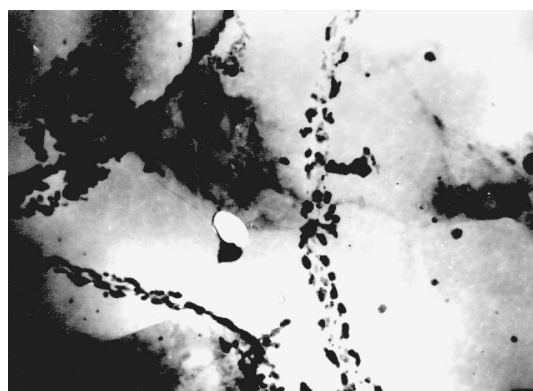
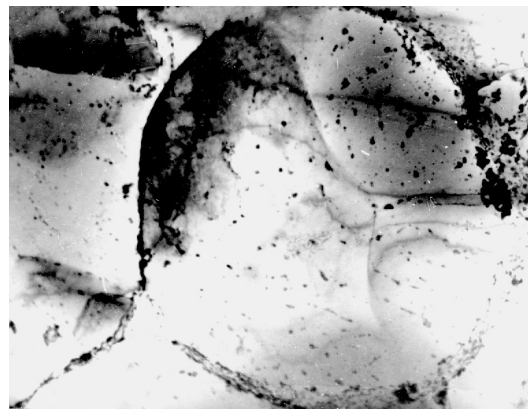


Рис.4. Структура ГИП-бериллия из порошка фракции $-63+42$ мкм, исх., $\times 200$



а



б

Рис.5. Структура ГИП-бериллия: а – распределение BeO по границам зерен, $\times 12000$; б - интерметаллид $CrBe_{12}$ внутри частиц, $\times 5000$

Хотя температура предварительной дегазации перед процессом ГИП значительно выше, чем температура адсорбции молекул воды, несмотря на это, в материале остается значительное количество влаги, играющей в дальнейшем существенную роль в распухании металла. Следует отметить, что образование пор при отжиге характерно и для ГП-металла, полученного из порошка механического помола [9]. Из проведенных исследований видно, что термическая стабильность ГИП-материалов на порядок выше, чем чистого литого бериллия, так как скорости роста зерен составляют $0,5 \cdot 10^{-6}$ и $0,05 \cdot 10^{-6}$ м/с соответственно [4].

ВЫВОДЫ

В результате проведенной работы изучена термическая стабильность компактных материалов, полученных горячим изостатическим прессованием порошков со сферической формой частиц. По-

казано, что наиболее высокой термической стабильностью обладают материалы высокой чистоты и легированные примесями в твердом растворе.

В процессе исследования было обнаружено явление распухания, заключающееся в существенном изменении формы образцов. Это распухание начинается при температуре отжига 1150 °С. Повышение температуры до 1200 °С позволило определить наименее стойкие к нагреву материалы. Ими оказались в первую очередь образцы с узкофракционным составом порошков. Лучшими свойствами обладали образцы бериллия, объемно-легированные Cr (образец №3), и из дистиллированного металла (образец №1).

Распухание бериллия после горячего изостатического прессования (ГИП-процесса) было отмечено в докладе Робертса, Лоува и Тернера [8]. Авторы считают, что это явление может быть вызвано разложением водородсодержащих соединений, в частности, $Be(OH)_2$. Улучшение условий вакуумной дегазации перед процессом ГИП существенно повышает стойкость материала к распуханию.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Beryllium Science and Technology* / Edited by Webster D. Plenum Press, N.Y., 1980, v. 1,2, 624 p.
2. D.E. Dombrowski, E.B. Deksnis, M.A. Pick. Thermomechanical properties of beryllium // *Atomic and plasma-material interaction data for fusion*. Vienna, Austria, IAEA, 1994, v. 5, p. 19-75.
3. Ю.Г. Костюк, В.Н. Пронин. Особенности формирования структуры металлокерамического бериллия в процессе горячего прессования // *Порошковая металлургия*. 1984, т.3, с.179-192.
4. Г.Ф. Тихинский, И.И. Папилов, Л.А. Корниенко и др. Влияние температуры рекристаллизации

- на механические свойства бериллия // *MuTOM*. 1978, №6, с. 74-76.
5. Г.Ф. Тихинский, И.И. Папилов, Л.А. Корниенко и др. Рекристаллизация гидроэкструдированного бериллия // *MuTOM*. 1975, №1, с. 53-57.
6. A.V. Babun, G.F. Tikhinskij, I.I. Papirov, G.G. Bobylev, A.A. Vasil'ev. New beryllium materials on atomised powders // *Powder Metallurgy*. 1994, v. 37, N 3, London, p.222.
7. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. *Физическое металловедение бериллия*. М.: «Атомиздат», 1968, 450 с.
8. D. Roberts, J.N. Lowe, G.I. Turner. Hot Isopressing Beryllium - the Effect of Temperature and Pressure // *Beryllium*. 1977, v.2, p.156-169.
9. R.D. Watson, D.L. Youchison, D.E. Dombrowski, R.N. Guiniatouline, I.B. Kupriyov. Thermal fatigue behavior of US and Russian grades of beryllium // *SOFE '95: 16. IEEE/NPSS symposium on fusion engineering. Champaign, IL (United States). 30 Sep. - 4 Oct. 1995.*

ТЕРМІЧНА СТАБІЛЬНІСТЬ КОМПАКТНИХ БЕРИЛІЄВИХ МАТЕРІАЛІВ, ВИГОТОВЛЕНИХ НА ОСНОВІ ПОРОШКІВ З СФЕРИЧНОЮ ФОРМОЮ ЧАСТОК

А.В. Бабун, А.А. Васильєв, К.В. Ковтун, Л.А. Корнієнко

Методами оптичної та електронної мікроскопії вивчена термічна стабільність компактних берилієвих матеріалів, одержаних гарячим ізостатичним пресуванням порошків з сферичною формою часток. Досліджена залежність середнього приросту розмірів зерен від температури і часу відпалу. Показано, що розмір та однорідність вихідного порошку істотно підвищують термічну стабільність матеріалу. Встановлено, що найвищою термічною стабільністю володіють матеріали високої чистоти і леговані домішками в твердому розчині.

THERMAL STABILITY OF COMPACT BERYLLIUM MATERIALS MANUFACTURED ON THE BASIS OF DUSTING POWDER WITH THE SPHERICAL FORM OF PARTICLES

A.V. Babun, A.A. Vasilyev, K.V. Kovtun, L.A. Kornienko

Through the use of optical and electronic microscopy were investigated thermal stability of compact beryllium materials obtained by hot isostatic pressing of dusting powder with the spherical form of particles. The relation of a mean gain of aggregate size to temperature and time of an annealing is investigated. It is shown, that the size and uniformity of an initial dusting powder essentially increase thermal stability of a material. It is established, that the highest thermal stability has the materials of high parallax purity and doped by impurity in solid solution.