

## ФОРМИРОВАНИЕ ЯЧЕИСТОЙ СТРУКТУРЫ В БЕРИЛЛИИ ПРИ ОБРАБОТКЕ ДАВЛЕНИЕМ

*И.И. Папиров, А.А. Николаенко, В.С. Шокуров, А.И. Пикалов*  
*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий,*  
*ННЦ «Харьковский физико-технический институт», Харьков, Украина*  
*E-mail: papirov@kipt.kharkov.ua*

Исследованы условия образования ячеистой структуры при различных видах деформации и термообработки слитков бериллия. Показано, что ячеистая структура играет важную роль в формировании комплекса физико-механических свойств бериллия. Исследовано влияние примесей, различных условий деформации (температуры, обжатия) и термообработки на субструктуру, текстуру и механические свойства металла. Определены оптимальные условия прокатки и термообработки бериллия. Предложен способ знакопеременной циклической деформации слитков бериллия для получения квазиизотропного мелкозернистого металла. Изучены физико-механические свойства ультрамелкозернистого металла.

### ВВЕДЕНИЕ

Уникальное сочетание физико-химических и физико-механических свойств делает бериллий незаменимым материалом в ряде важнейших приложений.

К сожалению, широкому промышленному использованию бериллия в качестве конструкционного материала препятствует его малая пластичность и низкотемпературная хрупкость [1, 2].

В целом ряде важнейших приложений изделия из бериллия должны обладать высокими изотропными механическими свойствами. Обычно в таких случаях используются заготовки металло-керамического горячепрессованного металла, которые имеют весьма ограниченную трехмерную пластичность. Проблема повышения пластичности изотропного материала является одной из наиболее актуальных.

Одной из целей деформационного и термического воздействия на металл является измельчение зерна. Именно с развитием этого направления связана, главным образом, реализация высоких механических свойств, достигнутых в последние годы на бериллии. В данной работе изучено влияние условий деформации и термообработки слитков бериллия на структуру, субструктуру и механические свойства металла. Исследована также возможность дальнейшего измельчения зерна в бериллии за счет формирования ячеистой субструктуры и определена взаимосвязь между дислокационной структурой и механическими свойствами материала.

Содержанием исследований является изучение условий деформации (вида, температуры, степени, направления и др.) и условий термообработки литого бериллия на его структуру, субструктуру и механические свойства.

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Для получения мелкозернистого бериллия путем деформации высокими суммарными обжатиями нами предложены методы циклической

разнонаправленной деформации [3, 4] и квази-гидростатического сжатия [5].

Исследование пластической деформации бериллия включало в себя определение механических характеристик, структуры и текстуры образцов.

Определение механических свойств проводили на специальных жестких машинах ИМ-500 и ИМ-1500 конструкции ХФТИ с тензометрической системой записи нагрузки. Машины обеспечивают возможность измерений механических характеристик в интервале температур 77...900 К и скоростей деформации 0,002...20 мм/мин.

Структуру образцов в различных состояниях изучали с помощью оптической металлографии и электронной микроскопии. Для текстурного анализа были получены полные полюсные фигуры (0002) и (1010) съемкой шарообразного образца на автоматическом текстур-гонометре.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

#### Механико-термическая обработка бериллия

Проведенные нами ранее исследования показали, что бериллиевые листы, прокатанные из предварительно состаренных заготовок, имеют более высокие прочностные и пластические свойства. Для исследованного материала чистотой 99,9 % оптимальным режимом старения является отжиг при 600 °С в течение 0,5 ч или при 500 °С в течение 40 ч. В этом случае размер выделившихся частиц второй фазы составляет 1500...2000 Å. Экспериментально показано также, что повышение механических свойств достигается в результате дополнительного измельчения зерна в процессе пластической деформации.

Влияние механико-термической обработки на свойства материала сильно зависит от размера выделений. Прокатка заготовок, содержащих скоагулированные включения частиц второй фазы размером 0,5...1 мкм, приводит к последеформационному охрупчиванию листов, которое не устраняется рекристаллизационными отжигами.

### Оптимизация условий прокатки листов

Исследование влияния условий прокатки, температуры прокатки, степени единичного и суммарного обжатия, а также чистоты исходного материала на механические свойства, дислокационную субструктуру и кристаллографическую текстуру листов из слитков позволило нам выяснить, что размер зерна не является решающим фактором, контролирующим механические свойства. При сравнимом конечном размере металлографически выявляемого зерна механические свойства листов могут существенно изменяться в зависимости от режимов прокатки и термообработки.

Показано, что большую роль в формировании механических свойств листов играет субструктурный фактор — характер распределения и тип дислокаций, их плотность и степень подвижности, а также образующаяся при деформации и отжиге субструктура. Поэтому для достижения в материале высоких механических свойств необходим постоянный контроль его субструктурного состояния. Оптимальное сочетание прочностных и пластических свойств достигается в листах, в которых сформирована субзеренная (ячеистая) структура с низкой плотностью дислокаций.

Созданию равновесной дисперсной дислокационной субструктуры способствуют повышенные температуры прокатки (выше температуры рекристаллизации) и высокая чистота материала. Влияние примесей на формирование механических свойств значительно снижается, если пластическая деформация проводится при температурах, обеспечивающих переход примеси в твердый раствор, при этом угол изгиба плоских образцов, при их испытании на изгиб, растет с увеличением чистоты исходного материала (рис. 1).

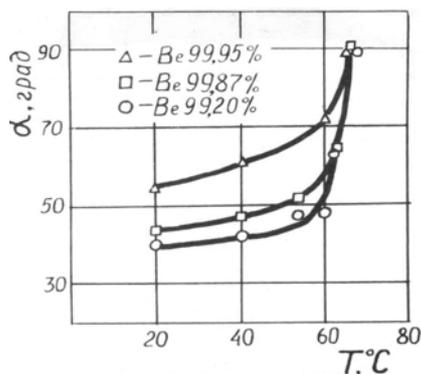


Рис. 1. Температурная зависимость угла изгиба листов бериллия различной чистоты

Большое значение имеет также правильный выбор режимов термообработки прокатанных листов. В зависимости от чистоты используемого материала наиболее высокие прочностные и пластические свойства листов достигаются в широком диапазоне структурного состояния бериллия — от начальной стадии процесса рекристаллизации для чистого материала (99,95 %) до стадии вторичной собирательной рекристаллизации для металла чистотой 98,6 %.

Повышение чистоты листов, прокатанных по оптимальным режимам, способствует увеличению прочностных свойств и особенно пластичности.

Относительное удлинение при комнатной температуре бериллиевых листов чистотой 99,95 % в 2 раза выше, чем листов чистотой 98,6 %, а различие в температуре пластично-хрупкого перехода  $T_x$  составляет 40 °C.

Значительного повышения механических свойств листов бериллия можно достичь также чередованием деформации при температурах 500...600 °C с кратковременными высокотемпературными отжигами после каждого обжатия. Высокотемпературные отжиги после больших степеней деформации являются малоэффективными, и улучшения механических свойств не происходит.

Прокатка при высоких температурах (850...900 °C) способствует более высокой изотропности прокатанных листов благодаря значительному повышению пластичности в направлении толщины листа. Этот эффект в значительной степени связан с уменьшением интенсивности базисной текстуры, наблюдаемый с повышением температуры прокатки.

### Субструктура и механические свойства выдавленного бериллия

Характер формирующейся в процессе пластической деформации дислокационной субструктуры определяется тремя основными параметрами: температурой, степенью деформации и видом напряженного состояния.

Мы систематически изучали формирование субструктуры при выдавливании и термообработке слитков бериллия, а также влияние механико-термической обработки на механические свойства (рис. 2). Деформацию выдавливанием осуществляли при температурах 400...700 °C со степенями обжатия 55...95 %.

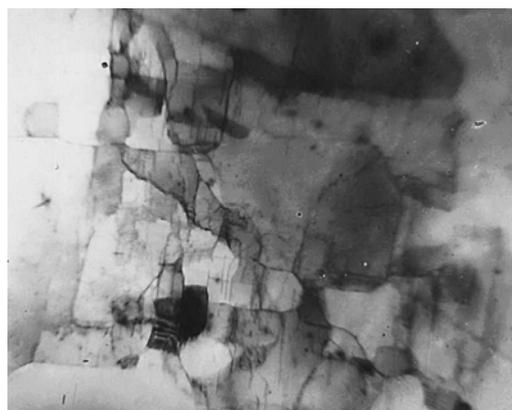


Рис. 2. Субструктура выдавленного бериллия. Температура экструзии — 600 °C, степень обжатия — 90 % (x 15000)

Однородность деформации и эффективность обработки давлением в значительной степени зависят от структуры исходного металла. Если в исходном материале предварительно измельчить

зерно, то пластические характеристики такого металла после выдавливания резко возрастают. Обнаружено, что в процессе выдавливания прутков при температуре 600 °С интенсивно проходит деформационное старение, которое способствует формированию ячеистой структуры, а после рекристаллизационного отжига приводит к образованию более мелкого зерна. В результате этого прочностные и пластические свойства прутков, выдавленных при температуре 600 °С, существенно более высокие (рис. 3).

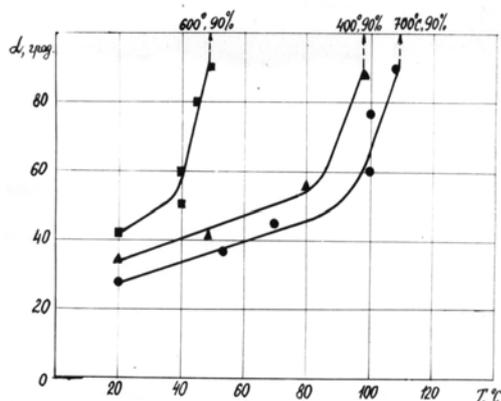


Рис. 3. Температурная зависимость угла изгиба прутков, выдавленных при различных температурах с одинаковым суммарным обжатием 90 %

Базисная текстура выдавленных прутков с увеличением степени деформации усиливается, что сопровождается снижением пластичности прутков в поперечном направлении.

При всех условиях деформации пластичность прутков в деформированном состоянии значительно ниже, чем после термообработки.

Хотя совершенная ячеистая структура в бериллии непосредственно в процессе выдавливания не образуется, механические характеристики выдавленного бериллия, особенно его низкотемпературная пластичность, могут быть существенно увеличены в результате оптимальных условий деформации и термообработки.

#### Субструктура и механические свойства гидроэкструдированного бериллия

Для расширения возможностей обработки давлением (а именно – повышения степени деформации и расширения ее температурной области) без разрушения следует использовать более «жесткие» виды деформации, чем прокатка или выдавливание. Таким видом является гидроэкструзия. В качестве исходного материала мы использовали литой и металлокерамический бериллий. Гидроэкструзию проводили при температуре 350 °С с тремя степенями обжатия – 40, 82 и 92 %. Исследования структуры полученных заготовок позволили установить, что ячеистая структура, образующаяся в гидроэкструдированном бериллии, совершенствуется с ростом степени деформации. При этом она существенно отличается от структуры прокатанного и выдавленного металла образованием более однородно распределенных в матрице ячеек (рис. 4).

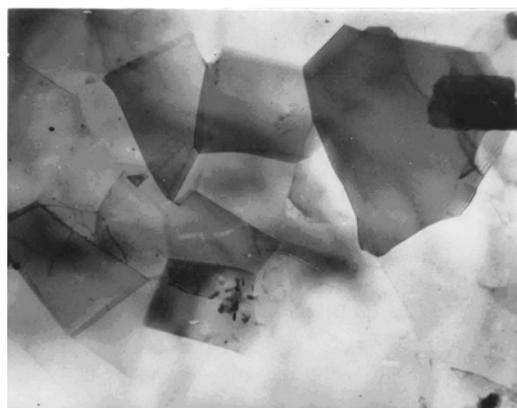


Рис. 4. Субструктура гидроэкструдированного бериллия (x 7000)

При испытании образцов на изгиб в деформированном состоянии гидроэкструдированные прутки имеют высокую температуру хрупкого перехода  $T_x$ , равную 170...190 °С (рис. 5).

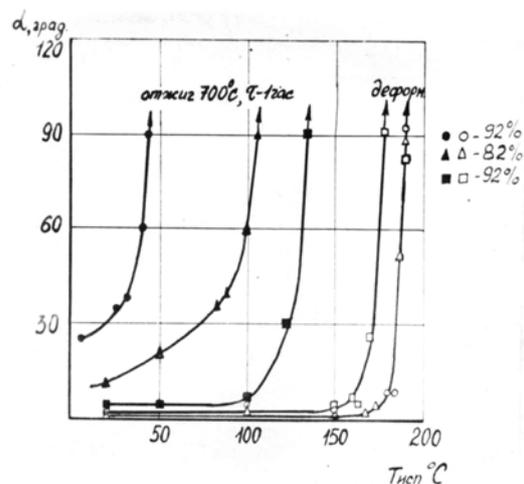


Рис. 5. Температурная зависимость угла изгиба гидроэкструдированного бериллия. Слева – после отжига при 700 °С в течение 1 ч; справа – после деформации. Суммарное обжатие – 62 и 92 %

Характер температурной зависимости угла изгиба отожженных прутков резко меняется, так что  $T_x$  после отжига металла составляет 46 °С для литого и 20 °С для порошкового материала.

Изменения, происходящие при отжиге гидроэкструдированного порошкового и литого металла, подобны, но рост новых зерен в порошковом металле происходит более равномерно и в рекристаллизованном состоянии величина зерна у него меньше.

Обнаружено, что в процессе постдеформационного отжига гидроэкструдированного металла происходит интенсивное старение.

#### Квазигидростатическое сжатие бериллия

Изучение структуры гидроэкструдированного бериллия показывает, что с увеличением шарового тензора сжатия процесс формирования ячеистой структуры активизируется. Поэтому мы продолжили исследование субструктуры литого бериллия после деформации в широком интервале температур

(20...600 °С) и степеней обжатия (30...90 %) в условиях квазигидростатического сжатия. Во избежание разрушения образцов при низких температурах деформацию цилиндрических заготовок осуществляли в специальном пресс-контейнере, препятствовавшем образованию и распространению трещин.

Механизм деформации бериллия в условиях квазигидростатического сжатия меняется в области температур около 250 °С. Ниже температуры 250 °С деформация происходит путем смещения фрагментов зерен относительно друг друга. С повышением температуры деформации выше 300 °С совершенство ячеистой структуры возрастает с температурой деформации, а величина ячеек увеличивается. Взаимосвязь между величиной ячеек  $d$  и температурой  $T$  удовлетворительно описывается соотношением  $d \sim Ae^{\alpha T}$ , причем  $\alpha = 3,9 \cdot 10^{-3} \text{ град}^{-1}$ . Анализ полученных результатов показывает, что образование ячеистой структуры при квазигидростатическом сжатии при повышенных температурах контролируется процессом переползания дислокаций и что высокая плотность дислокаций в ячейках связана с наличием в бериллии выделений.

#### Получение и свойства мелкозернистого бериллия

Исследование особенностей формирования бериллий-ячеистой субструктуры показало, что дислокационные ячейки наиболее интенсивно формируются в зернах, благоприятно ориентированных для призматического скольжения в процессе пластической деформации.

При последующей термообработке ячейки субструктуры несколько увеличивают свои размеры и приобретают высокоугловую разориентацию, превращаясь в обычные зерна. Процесс измельчения зерна разнонаправленным формированием субструктуры положен в основу предложенного нами метода циклической знакопеременной деформации, который состоит из многократного чередования выдавливания и осадки исходной заготовки до исходного размера при постепенно понижающейся температуре деформации.

Текстурные исследования таких заготовок показали, что полученные заготовки имеют относительно слабую квазиизотропную структуру.

После трех циклов деформации слитков (суммарная степень деформации 300 %) материал имел размер зерна 4...5 мкм (рис. 6).

Механические характеристики такого материала следующие: предел прочности  $\sigma_B$  и относительное удлинение  $\delta$  при комнатной температуре соответственно составляют 44 кг/мм<sup>2</sup> и 17 %.

С увеличением суммарной деформации до 600 % размер зерна уменьшается до 1...2 мкм, но возникающие дефекты на границах зерен приводят к резкому снижению механических свойств.

Деформационная обработка такого материала при температурах 550...600 °С и малой скорости деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  (в условиях ползучести) приводит к снятию внутренних напряжений; при этом можно достичь предела прочности 50 кг/мм<sup>2</sup>, а

температура хрупкопластичного перехода  $T_X$  при изгибе падает до -20 °С.

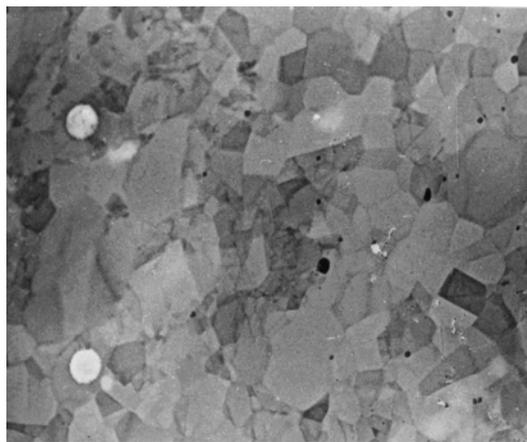


Рис. 6. Структура ультрамелкозернистого квазиизотропного бериллия.  
Средний размер зерна  $d = 3 \text{ мкм}$

#### ВЫВОДЫ

1. Уровень механических свойств прокатанного бериллия определяется характером дислокационной субструктуры и при сравнимом размере зерна может существенно изменяться. Максимальные прочностные и пластические свойства имеют листы из высокочистого металла (99,95 % Be) с хорошо сформированной ячеистой структурой.

2. Структурное состояние, соответствующее максимальному уровню механических свойств, определяется чистотой металла и изменяется от начальных стадий процесса рекристаллизации до стадии вторичной собирательной рекристаллизации.

3. При температурах прокатки 300...700 °С увеличение пластичности в плоскости листа сопровождается одновременным снижением ее в поперечном направлении и коррелирует с интенсивностью базисной текстуры. Повышение температуры прокатки приводит к более высокой изотропности механических свойств прокатанных листов бериллия.

4. Вредное влияние примесей на механические свойства бериллиевых листов значительно снижается, если прокатка проводится при температурах, обеспечивающих переход примесей в твердый раствор.

5. Механико-термическая обработка слитков перед прокаткой способствует повышению прочностных и пластических свойств бериллиевых листов. Эффект механико-термической обработки связан с повышением степени измельчения зерна. Оптимальный размер выделений второй фазы, соответствующий наибольшему эффекту механико-термической обработки, находится в области 1500...2000 Å. Увеличение размера выделений матрицы способствует охрупчиванию листов.

6. Предложен способ получения квазиизотропного ультрамелкозернистого металла с размером зерен до 1...2 мкм путем знакопеременной циклической деформации по заданной программе, обеспечивающей направленное формирование структуры в металле. Ультрамелкозернистый металл

имеет высокие прочностные и пластические свойства и сравнительно низкую температуру пластично-хрупкого перехода (при испытаниях на изгиб).

7. Проведено систематическое исследование влияния условий деформации (температуры, степени, вида напряженного состояния) и термообработки на формирование ячеистой структуры в бериллии. Выяснено, что:

а) ячеистая структура в бериллии деформируется при различных видах деформации (прокатки, выдавливании, гидроэкструзии, квазигидростатическом сжатии) и совершенствуется с повышением температуры и степени деформации, чистоты исходного металла, уменьшением исходного размера зерна и увеличением шарового тензора сжатия при деформации;

б) в деформированном состоянии ячейки имеют высокую плотность дислокаций ( $\rho \sim 10^{10} \text{ см}^{-2}$ ), и металл находится в хрупком состоянии. Последующий отжиг приводит к снижению плотности дислокаций внутри ячеек и некоторому их росту. Пластичность металла в металле с ячеистой структурой резко возрастает. Температура хрупкого перехода гидроэкструдированных прутков при испытании на изгиб составляет  $40^\circ\text{C}$ ;

в) деформационное старение препятствует интенсивному росту субзерен и способствует получению субзеренной структуры, а после рекристаллизации — более мелкого зерна;

г) найдены оптимальные условия термообработки выдавленных и гидроэкструдированных прутков бериллия.

8. Наиболее эффективным способом повышения прочностных и пластических характеристик бериллия является повышение чистоты материала и измельчение зерна. Полученный ультрамелкозернистый металл с величиной зерна  $1...2 \text{ мкм}$  имеет предел прочности до  $50 \text{ кг/мм}^2$  и  $T_x$  при изгибе  $-20^\circ\text{C}$ . Пластическую деформацию бериллия желательнее осуществлять в условиях, благоприят-

ных для формирования ячеистой субструктуры. Такими условиями деформации являются предрекристаллизационные температуры, высокие степени обжатия и высокая чистота исходного металла.

9. Для получения квазиизотропного ультрамелкозернистого металла рекомендуется способ знакопеременной циклической деформации, состоящий в попеременном чередовании выдавливания и осадки при постепенно понижающейся температуре от  $900$  до  $650^\circ\text{C}$ .

10. Старение слитков бериллия перед прокаткой значительно повышает свойства материала после обработки давлением. Эффект механико-термической обработки определяется степенью дисперсности выделений второй фазы, размер частиц которой необходимо строго контролировать. Перестаренный металл с крупными, скоагулированными выделениями обладает низкими механическими свойствами и склонностью к охрупчиванию.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. И.И. Папилов. *Бериллий – конструкционный материал*. М.: «Машиностроение», 1977, 160 с.
2. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. *Пластическая деформация бериллия*. М.: «Атомиздат», 1973, 304 с.
3. И.И. Папилов, И.А. Тараненко, Г.Ф. Тихинский. Получение и свойства мелкозернистого бериллия // *Атомная энергия*. 1974, т. 37, с. 220-222.
4. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. Структура и механические свойства мелкозернистого деформированного бериллия // *ФММ*. 1970, т. 29, с. 1057-1060.
5. Л.А. Корниенко, И.А. Тараненко, И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский, А.А. Николаенко. Образование полигонизированной и ячеистой структуры в бериллии // *ФММ*. 1970, т. 29, с. 619-624.

*Статья поступила в редакцию 24.04.2012 г.*

## ФОРМУВАННЯ ЯЧЕЙКОВОЇ СТРУКТУРИ В БЕРИЛІЇ ПРИ ОБРОБЦІ ТИСКОМ

*І.І. Папіров, А.О. Ніколаєнко, В.С. Шокуров, А.І. Пікалов*

Досліджені умови утворення ячеїкової структури при різних видах деформації і термообробки злитків берилію. Показано, що ячеїкова структура відіграє важливу роль у формуванні комплексу фізико-механічних властивостей берилію. Досліджено вплив домішок, різних умов деформації (температури, обтиску) і термообробки на субструктуру, текстуру і механічні властивості металу. Визначено оптимальні умови вальцювання і термообробки берилію. Запропоновано спосіб знакозмінної циклічної деформації злитків берилію для отримання квазіізотропного дрібнозернистого металу. Вивчено фізико-механічні властивості ультрадрібнозернистого металу.

## FORMATION OF CELLULAR STRUCTURE IN BERYLLIUM AT PROCESSING BY PRESSURE

*I.I. Papirov, A.A. Nikolaenko, V.S. Shokurov, A.I. Pikalov*

The conditions for formation of cellular structure during different types of deformation and heat treatment of beryllium ingots have been investigated. It was shown that the cellular structure has an important role in the formation of the complex of physical and mechanical properties of beryllium. The influence of impurities, different conditions of deformation (temperature, reduction) and heat treatment on substructure, texture and mechanical properties of the metal have been studied. The optimal rolling conditions and heat treatment of beryllium have been defined. Method of sign-changing cyclic deformation of beryllium ingots to obtain quasi-isotropic fine-grained metal has been proposed. The physical and mechanical properties of ultra fine-grained metal have been studied.