

ЗАЛЕЧИВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В ЛИТЫХ ЗАГОТОВКАХ ВЫСОКОЧИСТОГО БЕРИЛЛИЯ ГОРЯЧИМ ИЗОСТАТИЧЕСКИМ ПРЕССОВАНИЕМ

К. В. Ковтун

*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий
Национального научного центра «Харьковский физико-технический институт»
г. Харьков ул. Академическая, 1*

Экспериментально исследована возможность залечивания дефектов в заготовках высокочистого бериллия. Показано, что горячее изостатическое прессование (ГИП) является эффективным методом устранения типичных литейных дефектов. Методом ГИП в сочетании с механо-термической обработкой (МТО) получены бездефектные мелкозернистые заготовки, имеющие высокие свойства.

Успехи в технологии бериллия в последние годы связаны, в основном, с развитием методов порошковой металлургии. Однако для получения криопроводников или тонких вакуумплотных фольг из бериллия требуются заготовки из высокочистого (99,95 мас.%) материала, которые методами порошковой металлургии получить не удастся.

Проблема получения качественных литых заготовок из бериллия осложняется тем, что, в отличие от большинства металлов в бериллии сочетаются высокая скрытая удельная теплота плавления (~340 ккал/кг), относительно высокая температура плавления (1286°C), и низкая теплопроводность (0,32 кал/см·с·град). Это вызывает высокие внутренние напряжения в процессе охлаждения и, таким образом, повышает вероятность образования трещин и термических разрывов. Наиболее остро это проявляется для высокочистого бериллия, так как слитки металла высокой чистоты в большей степени подвержены растрескиванию [1].

Исследованию процесса получения качественных заготовок из высокочистого бериллия с использованием методик обработки высоким давлением посвящена данная работа.

Типичными дефектами, образующимися в слитках бериллия, являются усадочные раковины, пористость, микротрещины, дефекты по центральной линии слитка.

Представляло интерес проследить влияние горячего изостатического прессования на литейные дефекты в высокочистых слитках бериллия.

В работе изучали слитки, полученные методом вакуумной индукционной плавки и кристаллизовавшиеся в разных условиях. Слитки, затвердевавшие с высокими скоростями охлаждения, имели дефекты по центральной линии и трещины в радиальном направлении (рис.1,а). Слитки, полученные при меньших скоростях охлаждения, имеют более крупное зерно и трещины на боковой поверхности. Один из слитков (рис.2,а) имел закрытую усадочную раковину. Все изучаемые слитки имели пористость, и их удельная плотность составляла 1,79...

1,83 г/см³. Механические свойства таких слитков были низкие. Предел прочности не превышал 45 МПа, относительное удлинение менее одного процента, а некоторые образцы разрушались при установке в захваты испытательной машины.

Изменение структуры и свойств слитков контролировали различными методами. Изменение пористости - по удельной плотности, залечивание трещин - визуально и с помощью оптической микроскопии, большие поры - методом рентгеновской съёмки на просвет, субмикронные поры - методом малоуглового рентгеновского рассеивания (МУР), который является неразрушающим методом контроля. Он позволяет выявлять микропоры и выделения размером 0,5...200 нм, которые не могут быть обнаружены другими методами [2]. Достоинством метода малоуглового рентгеновского рассеивания является возможность его применения как метода контроля структуры в процессе различного рода воздействий на исследуемый металл и получения статистически достоверных данных [3].

Исследуемые слитки помещали в стальные чехлы, вакуумировали и герметизировали. Очехлованные слитки проходили горячее изостатическое прессование при температуре 900...1000°C давлением 100 МПа в течение 1...3 часов.

Для определения микродефектов методом МУР из слитка вырезали пластину размером 20×5×1 мм. После ГИП вырезали такие же пластины для МУР из места, непосредственно прилегающего к области вырезки исходных образцов.

Структура слитков после горячего изостатического прессования при температуре 980°C, давлении 100 МПа в течение трех часов полностью рекристаллизованная (см. рис.1,б). Трещины, которые были по центральной линии (см.рис.1,а) визуально и с помощью оптической микроскопии не выявляются. Размер зерна увеличивается на 10÷30%, причем в большей степени зерно вырастает в нижней части, где исходная структура была более мелкозернистая.

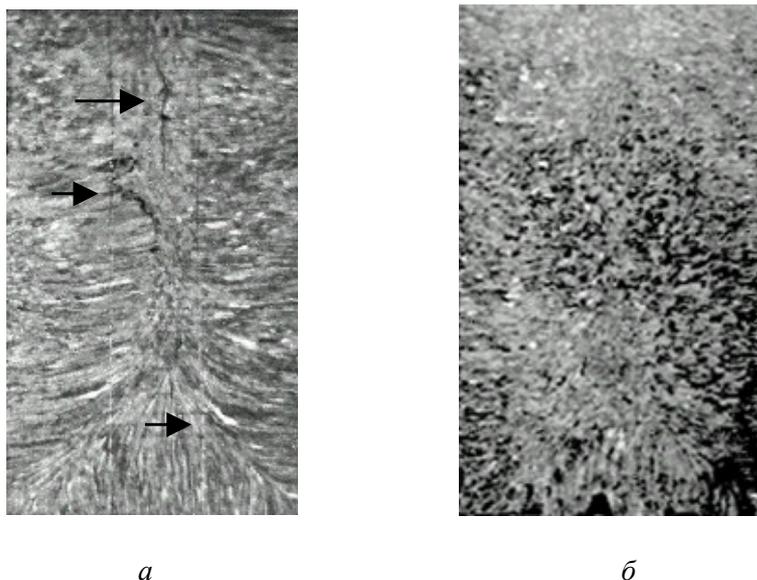


Рис.1. Слиток высокочистого бериллия с литейными дефектами: - до ГИП (а); - после ГИП (б)

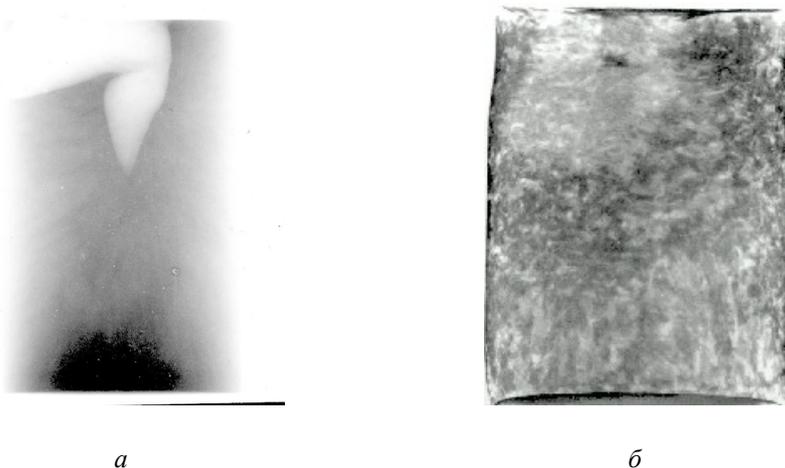


Рис.2. Рентгеновский снимок слитка №3: до ГИП (а); после ГИП (б)

Видно, что прошедшая рекристаллизация приводит к образованию более равноосной структуры. Заключаются даже очень крупные поры (рис.2,б).

Изменение пористости слитков после различных режимов горячего изостатического прессования представлено в таблице.

№	Исходная плотность, г/см ³	Исходная пористость, %	Вид МТО	Температура ГИП, °С	Плотность после ГИП, г/см ³	Размер зерна, мм	
						Исх.	После ГИП
1	1,832	0,7	в	1000	1,845	5-7	0,1
2	1,835	0,55	в	1000	1,845	7-12	0,1
3	1,795	2,7	-	1000	1,845	1-3	2-4
4	1,828	0,9	а	950	1,845	8-10	0,09
5	1,814	1,68	а	950	1,845	3-6	0,09
6	1,845	0,0	а	950	1,845	15-18	0,08
7	1,840	0,3	а	900	1,845	4-5	0,08

а – последняя экструзия в круглый пруток, в – последняя экструзия в полосу. Слиток №3 не подвергался разнонаправленной механо-термической обработке.

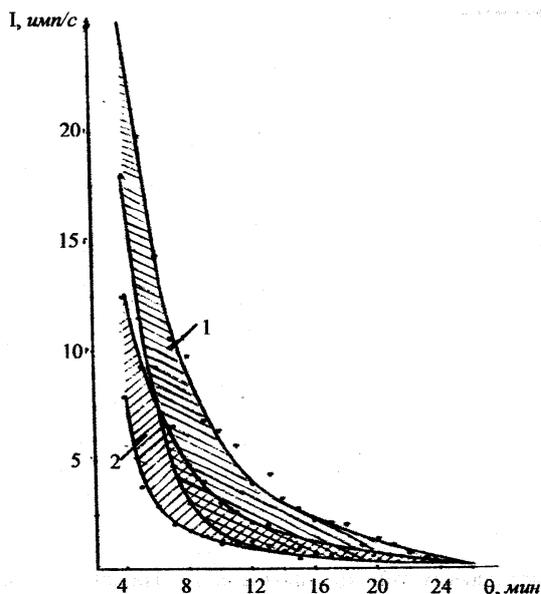


Рис.3. Изменение интенсивности малоуглового рассеивания литого бериллия до ГИП – область 1 и после ГИП в режиме $T=980^{\circ}\text{C}$, $P=100\text{МПа}$, $t=3\text{ч}$ – область 2

Изучение малоуглового рассеивания на исходных слитках бериллия выявило две характерные особенности (рис.3): во-первых, повышенное рассеивание под малыми углами, свидетельствующее о наличии достаточно крупных рассеивающих центров (трещин и пор); во-вторых, широкую область разброса рассеивания при съемке с разных мест, свидетельствующую о неоднородном распределении этих дефектов по слитку.

После ГИП слитков бериллия при температуре 980°C (давление – 100МПа , время – 3 часа) рассеивание под малыми углами резко уменьшается (см. рис.3, область 2), однако, область разброса рассеивания при съемках с разных мест не устраняется. Следовательно, горячее изостатическое прессование действительно способствует залечиванию крупных дефектов, однако, при указанном режиме обработки давлением не удается полностью устранить дефекты размерами менее $0,2\text{ мкм}$ и полностью ликвидировать неоднородности их распределения.

Механические свойства слитков, после ГИП, существенно увеличились по сравнению с исходными: предел прочности до 180МПа , а удлинение до 3%. Такие слитки могли быть использованы для получения проволоки или фольги. Однако из-за того, что в них сохранялась литая структура и крупный размер зерен, деформацию на первых этапах требовалось проводить с малыми степенями, чтобы избежать разрушения по границам зерен.

Учитывая это, вторая партия слитков была подвергнута горячему изостатическому прессованию после предварительной деформации. Слитки помещали в оболочку из малоуглеродистой стали, вакуумировали и герметизировали. После этого они проходили механо-термическую обработку, состоящую из чередующихся операций экструзии и осадки до

первоначального размера. Обработка проводилась в несколько циклов, причем температура каждого последующего цикла деформации ниже, чем предыдущего.

В отличие от методики, описанной в [4], где обработка проводится очень мягко, т.е. с плавным понижением температуры от цикла к циклу в настоящей работе обработка проведена в жестких режимах, что по мнению авторов [4], приводит к образованию большого количества дефектов. Но одновременно с образованием дефектов, что мы и наблюдали в процессе эксперимента, происходит измельчение литой структуры, появляются «чистые» границы, по которым легко идет диффузия. В работе [4] последним видом деформации была осадка, при которой преобладают растягивающие напряжения. В нашем случае последним видом деформации является экструзия, при которой преобладают сжимающие напряжения, а затем следует горячее изостатическое прессование.

Изменения пористости и размера зерна слитков, прошедших механо-термическую обработку и последующее горячее изостатическое прессование, представлены в таблице. Исходные слитки имели различную пористость от нуля до 1,68% и различный размер зерен от 3 до 18 мм. После механо-термической обработки с последующим ГИП полученные заготовки имеют нулевую пористость и размер зерна $80\dots 100\text{ мкм}$. Такие заготовки при комнатной температуре имеют относительное удлинение $10\dots 12\%$ и были с успехом использованы для получения тонких вакуумплотных фольг и проволоки.

ВЫВОДЫ

1. Горячее изостатическое прессование является эффективным методом устранения типичных литейных дефектов в слитках высокочистого бериллия.
2. Количество субмикронных дефектов, выявляемых методом МУР, после обработки ГИП уменьшается, однако, они полностью не исчезают.
3. Сочетанием механо-термической обработки с последующим ГИП получены мелкозернистые бездефектные заготовки из высокочистого бериллия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бериллий. Наука и технология / Пер. с англ. под ред. Тихинского Г.Ф. и Папинова И.И. М.: Металлургия, 1984, 624 с.
2. А.Н. Бекренев Малоугловая рентгенография металлов, Куйбышев, 1983, 258 с.
3. М.В. Катрич, А.С. Капчерин, И.И. Папинов и др. Исследование структуры бериллия методом МУР // Бериллий 83, М. 1984, т.4, с. 53-61.
4. Г.Ф. Тихинский, И.И. Тараненко, И.И. Папинов и др. Получение и свойства мелкозернистого бериллия // «Космические исследования на Украине». Киев: «Наукова думка», 1979.