

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ НА МИКРОПЛАСТИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ БЕРИЛЛИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

*В. И. Иванцов*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
г. Харьков, Украина, E-mail: nsc@kipt.kharkov.ua; Fax: (0572) 35-16-88; Tel: 35-60-32*

Досліджено вплив попередньої термообробки на межу мікротечії і поведінку в області мікрореформацій берилію високої чистоти. Встановлено, що значення межі мікротечії і коефіцієнта деформаційного зміцнення берилію високої чистоти після термоциклічної обробки (ТЦО 293 ⇔ 873 К) значно підвищуються, що пов'язано з релаксацією термічних мікронапружень шляхом двійникування і прискоренням процесів старіння при ТЦО.

Исследовано влияние предварительной термообработки на предел микротекучести и поведение в области микродеформаций бериллия высокой чистоты. Установлено, что значения предела микротекучести и коэффициента деформационного упрочнения бериллия высокой чистоты после термоциклической обработки (ТЦО 293 ⇔ 873 К) значительно повышаются, что связано с релаксацией термических микронапряжений путем двойникования и ускорением процессов старения при ТЦО.

The preliminary heat treatment and thermocycling effects on microplasticity characteristics and the behavior in the microplasticity area of high purity beryllium were study. It was established, that significance of micro yield stress and deformation hardening coefficient of high purity beryllium after thermocycling treatment (TC 293 ⇔ 873 K) considerably rise, which was related to relaxation of thermal microstresses by way of twinning and acceleration of aging processes attached to TC.

### Введение

Выбор конструкционных материалов для высокоточных изделий невозможен без детального исследования зависимости характеристик сопротивления микропластическим деформациям от структурных факторов и от режимов предварительных термообработок. Как известно, структурные изменения, практически не оказывающие влияния на прочностные свойства ( $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0,2}$ ), в ряде случаев приводят к значительным изменениям характеристик сопротивления микропластическим деформациям. Поэтому микропластические характеристики, определяющие способность материалов противостоять микродеформациям при действии нагрузок, приобретают важное значение при оценке их свойств. Это особенно актуально для деталей оптического назначения. К ним предъявляется определенная совокупность специальных требований: максимальная плотность (беспористость), ограниченное содержание и дисперсное состояние окиси бериллия, мелкокристаллическая структура, высокая однородность и изотропность физико-механических свойств.

Особый интерес представляют исследования влияния ТЦО на микропластическое поведение различных сортов бериллия, полученных как по порошковой, так и по литейной технологиям.

Необходимость изучения поведения бериллия при термоциклировании вызвана следующими обстоятельствами:

- отсутствием информации об изменении структуры и свойств бериллия при различных условиях термоциклирования;
- уточнение возможности снижения уровня внутренних напряжений после небольшого числа циклов.

Оба обстоятельства имеют большое практическое значение: первое - потому, что в реальных изделиях атомной и космической техники возникают значительные регулярно меняющиеся термоциклы; второе - вследствие того, что размерная стабильность может быть обеспечена только при условии полного прекращения релаксации внутренних напряжений. Поэтому необходим поиск режимов оптимальных обработок для снятия внутренних напряжений в бериллии.

Известно, что в бериллии, как и в других металлах с ГПУ-структурой при изменении температуры образуются значительные микронапряжения, являющиеся следствием анизотропии теплового расширения зерен. В литературе влияние теплосмен на свойства металлов ранее рассматривалось чаще в связи с их формоизменением и термической усталостью [1-3]. Более детальные исследования [4-6] показали, что путем термоциклирования можно повышать релаксационную стойкость горячепрессованного бериллия и изделий из него.

## Техника эксперимента

Для исследования прецизионных характеристик в данной работе использована машина для испытания микрообразцов при статическом растяжении конструкции ННЦ ХФТИ. В качестве силоизмерителя применяли упругий цилиндрический элемент с тензорезисторной системой измерения нагрузки. Для измерения деформации образцов использовали тензодатчики сопротивления с базой 20 мм, равной длине рабочей части образцов. Погрешность определения нагрузки не превышала  $\pm 1\%$ , деформации  $\varepsilon = \pm 2 \cdot 10^{-7}$  единиц относительной деформации (е.о.д.). Скорость перемещения захватов составляла  $\sim 5.4 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$ .

В настоящей работе для экспериментов использовали бериллий, полученный по литейной технологии. Процесс получения готовых слитков заключался в переплаве дистиллированного металла в тигле из окиси бериллия в атмосфере аргона и последующем донным разливом в изложницу. Полученные слитки имели усадочные раковины, трещины по границам зерен и другие дефекты. Для их исключения проводили переплав слитка и его направленную кристаллизацию в изложнице. В результате получали бездефектный слиток с низким содержанием окиси бериллия и других включений (табл.1).

Для получения мелкозернистой структуры выплавленный крупнозернистый слиток диаметром 50 мм подвергали программированной разнонаправленной деформации в условиях квазивсестороннего сжатия [7]. Затем слиток был прокатан при 673...973 К в лист толщиной 2,5 мм. Размер зерна у образцов в исходном состоянии составлял  $\sim 30$  мкм. По данным рентгенографического анализа после деформации по использованной программе структура бериллия была квазиизотропна. После прокатки возникла слабая текстура, при которой плоскость базиса была параллельна плоскости прокатки [8].

Образцы для исследования микропластичности вырезали электроискровым способом вдоль направления прокатки. Их размеры: длина рабочей части 20 мм, поперечное сечение 3...3.5 мм<sup>2</sup>. Данное соот-

ношение размеров плоских образцов удовлетворяет ГОСТ 1497-73 и условиям обеспечения высокой чувствительности по деформации при использовании тензорезисторов с соответствующей базой.

В экспериментах определяли следующие величины, характеризующие поведение материалов в области микродеформаций ( $10^{-7} \dots 10^{-3}$  е.о.д.) [9]:

- предел микротекучести  $\sigma_A$  - напряжение, при котором наблюдается первая остаточная деформация  $\varepsilon = 2 \times 10^{-7}$  е.о.д.;
- остаточную деформацию  $\varepsilon$  после каждого цикла нагрузки образца.

Термоциклическую обработку бериллия проводили в интервале температур 293  $\leftrightarrow$  873 К (масляная ванна) и 77  $\leftrightarrow$  873 К (жидкий азот). Количество циклов теплосмен равнялось 5. Скорость изменения температуры составляла около 30 град/с. Часть образцов подвергали старению на воздухе при температурах 923 К (2 ч) и 993 К (0,5 ч).

Электронно-микроскопические исследования проводили на электронном микроскопе TESLA-BS-613 методом тонких фольг “на просвет”, а оптической микроскопии - на микроскопе МИМ-8М.

## Результаты

Результаты исследования влияния термообработок на микропластичность литого прокатанного бериллия представлены в табл.2 и рис.1. Из табл.2 видно, что термоциклическая обработка литого прокатанного бериллия как в интервале 77  $\leftrightarrow$  873 К, так и 293  $\leftrightarrow$  873 К приводит к повышению предела микротекучести и напряжения микротечения по сравнению с исходным состоянием металла при соответствующих остаточных деформациях. Наблюдается и рост коэффициента деформационного упрочнения на начальной стадии микротечения (до деформаций  $\sim 3 \cdot 10^{-6}$ ). При этом следует отметить, что увеличение интервала циклирования в результате уменьшения нижней температуры цикла с 293 К (масляная ванна) до 77 К (жидкий азот) не приводит к существенным изменениям  $\sigma_A$  и напряжения микротечения в области деформаций до  $10^{-4}$  е.о.д.

Таблица 1

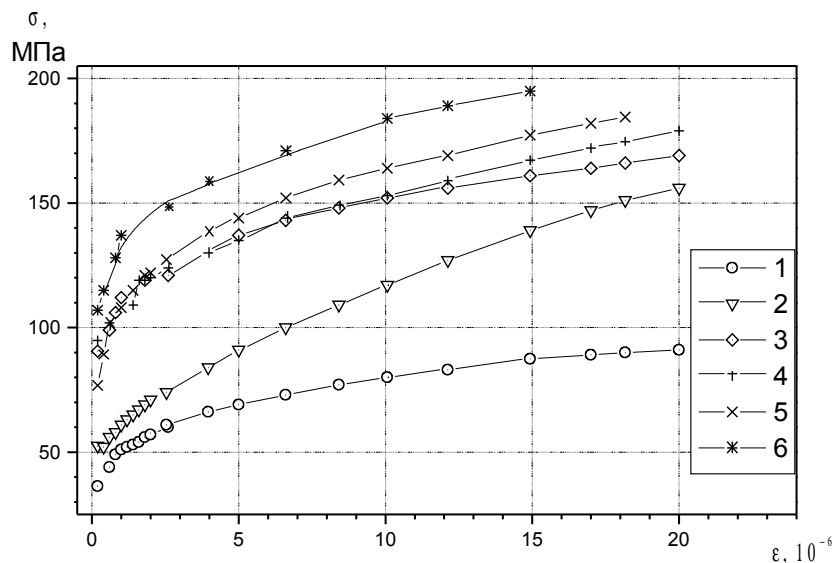
Содержание примесей в дистиллированном литом бериллии

Примеси	Mg	Al	Si	Ti	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Mo	C	BeO
Содержание мас.%, $10^{-4}$	5	10	10	10	10	10	2	1	10	1	10	250	10

Таблица 2

Влияние термообработки на микропластичность литого прокатанного бериллия

Режим термообработки	$\sigma_A$ , МПа	$\sigma$ , МПа		
		при $\varepsilon=1 \cdot 10^{-6}$	при $\varepsilon=1 \cdot 10^{-5}$	при $\varepsilon=2,5 \cdot 10^{-5}$
Исходное состояние	52,4	61	117	168
Отжиг 993 К, 0.5 ч	36,3	51	80	97
Отжиг 923 К, 2 ч	76,8	108	164	198
ТЦО 77 $\leftrightarrow$ 873 К, 5 циклов	94,8	105	153	186
ТЦО 293 $\leftrightarrow$ 873 К, 5 циклов	90,6	112	150	176



Отжиг 923 К, 2 ч + ТЦО 293 ⇔ 873 К, 5 циклов	107,2	137	182	206
--	-------	-----	-----	-----

Рис.1. Зависимость напряжения микротечения  $\sigma$  от остаточной деформации  $\epsilon$  литого прокатанного бериллия для различных условий предварительной термообработки. 1 - отжиг 993 К, 0,5 ч; 2 - исходное состояние; 3 - ТЦО 293 ⇔ 873 К, 5 циклов; 4 - ТЦО 77 ⇔ 873 К, 5 циклов; 5 - отжиг 923 К, 2 ч; 6 - ТЦО 293 ⇔ 873 К, 5 циклов + отжиг 923 К, 2 ч

Наблюдаемое после ТЦО повышение предела микротекучести и коэффициента деформационного упрочнения на начальной стадии микротечения исследуемого сорта бериллия, возможно, связано с релаксацией термических микронапряжений путем двойникования [2,3]. Как показали исследования микроструктуры, у бериллия в исходном состоянии наблюдаются остаточные внутренние напряжения около включений на границах зерен, которые проявляются в виде экстинкционных контуров (стрелка на рис.2).

Кроме того, необходимо учитывать возможность ускорения процессов старения бериллия при термоциклировании [4,6]. Это подтверждается сходным характером зависимости  $\sigma(\epsilon)$  для термоциклированных и состаренных образцов (см. рис.1, графики 4 и 6).

Старение термоциклированных (293 ⇔ 873 К, 5 циклов) образцов литого прокатанного бериллия при 923 К (2 ч) повышает предел микротекучести более чем в 2 раза по сравнению с исходным состоянием. Возрастают и значения напряжения микротечения при соответствующих остаточных деформациях. Природа повышения сопротивления микропластическим деформациям после старения связана с выделением дисперсных фаз из твердого раствора. На степень увеличения характеристик микропластичности бериллия при старении (923 К, 2 ч) оказывает влияние и дисперсность этих выделений. Последовательное применение термоциклической обработки и старения приводит к снижению уровня

внутренних микронапряжений и прохождению процессов выделения дисперсных фаз из твердого раствора в полном объеме, чем и объясняются максимальные значения характеристик микропластичности у образцов литого прокатанного бериллия.

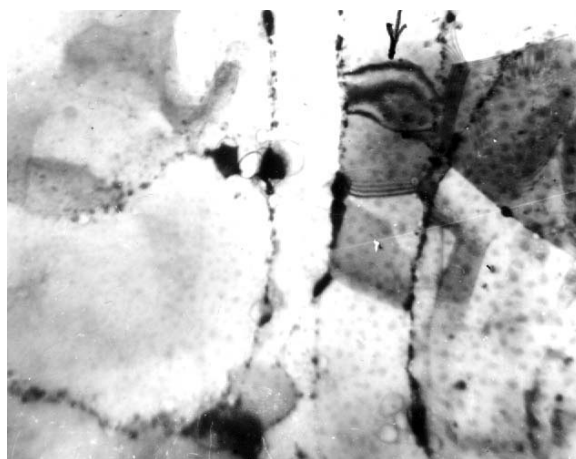


Рис. 2. Микроструктура бериллия в исходном состоянии.  $\times 8000$

Предложенный механизм упрочнения при ТЦО подтверждается и характером влияния отжига при повышенных температурах на микропластичность металла. Отжиг (993 К, 0,5 ч) приводит к понижению как предела микротекучести и напряжения ми-

кротечения, так и коэффициента деформационного упрочнения на ранних стадиях микротечения. Процесс обратного растворения выделений при отжиге проявляется в снижении предела микротекучести бериллия в 1,4 раза по сравнению с исходным состоянием. Наблюдается и снижение значений напряжений микротечения при соответствующих остаточных деформациях.

Анализ полученных результатов позволяет предположить, что значения характеристик микропластичности бериллия в исходном состоянии определяются уровнем термических микронапряжений, возникающих вследствие анизотропии теплового расширения зерен и образующихся при охлаждении от температур прокатки [3,10].

Известно, что термические микронапряжения, возникающие при резком изменении температур, взаимодействуют с внутренними микронапряжениями, релаксация которых обуславливает внутренние деформации в металле [3]. Поэтому наблюдаемое повышение сопротивления микропластическим деформациям после ТЦО связано, главным образом, с протекающими при теплосменах процессами ускоренной релаксации микронапряжений в перенапряженных микрообъемах. При этом подвижность дислокаций в объеме зерен контролируется содержанием и распределением дефектов в кристаллической решетке.

Таким образом, можно заключить, что поведение литого прокатанного бериллия в области микродеформаций в значительной мере определяется условиями предварительной термообработки. Используя термоциклическую обработку и старение, возможно получение высоких значений предела микротекучести  $\sigma_A$  бериллия при низком уровне внутренних напряжений. Хотя при термообработке используются относительно высокие значения температур, что может привести к образованию остаточных внутренних напряжений, однако применение последующей термоциклической обработки приводит к релаксации этих напряжений. В процессе термоциклирования происходит перераспределение дислокаций и образование более стабильной структуры с меньшей плотностью дислокаций в скоплениях и с более выпрямленными дислокационными петлями и меньшим количеством порогов на дислокациях. Вместе с тем одновременно понижается уровень микронапряжений в металле. В результате повышается сопротивление металла микропластическим деформациям при кратковременных и длительных испытаниях.

### Выводы

1. Исследовано влияние предварительной термообработки на микропластические характеристики и поведение в области микродеформаций литого прокатанного бериллия.

2. Отжиг 923 К, 2 ч и термоциклическая обработка (ТЦО 293↔873 К, 5 циклов) дистиллированного бериллия значительно повышает значения характеристик микропластичности и коэффициента деформационного упрочнения в области микротечения.

3. Повышение значений предела микротекучести  $\sigma_A$  и коэффициента деформационного упрочнения связано с релаксацией термических микронапряжений путем двойникования и ускорением процессов старения при ТЦО.

*Данная работа выполнена при поддержке фонда CRDF.*

### Литература

1. И.Н. Давиденко, В.А. Лихачев. *Необратимое формоизменение металлов при циклическом тепловом воздействии*. М.: «Машиздат», 1962, 224 с.
2. В.И. Verkin, F.F. Lavrentiev, J.S. Braude et al.. Influence of Low-Temperature Thermocycling on Anisotropy of the Structural State of Commercial Purity Beryllium // *Cryst. Res. Technol.* 1984, v. 19, № 11, p. 1477-1482.
3. Г.А. Малыгин, В.А. Лихачев. Роль анизотропии теплового расширения и тепловых микронапряжений // *Зав. лаб.* 1966, № 3, с. 335-347.
4. М.Л. Хенкин, И.Х. Локшин. *Размерная стабильность металлов и сплавов в точном машиностроении и приборостроении*. М.: «Машиностроение», 1974, 256 с.
5. Е.Ф. Дударев, Е.Е. Дерюгин. Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов // *Изв. вузов. Физика*. 1982, № 6, с. 43-55.
6. И.Х. Локшин, М.Л. Хенкин, И.К. Левина. Изменение сопротивления микропластическим деформациям бериллия при старении // *Микротом*. 1972, № 3, с. 54-55.
7. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. Структура и механические свойства мелкозернистого деформированного бериллия // *ФММ*. 1970, т.29, вып. 5, с. 1057-1060.
8. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. *Физическое металловедение бериллия*. М.: «Атомиздат», 1968, с. 303-362.
9. Н. Браун. Наблюдения микропластичности. *Микропластичность* / Перев. с англ. М.: «Металлургия», 1972, с. 37-61.
10. W.R. Goygin. Beryllium comes into its own // *Opt. Spectra*. 1971, April, p.116-125.