

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И СХЕМЫ ВЫДАВЛИВАНИЯ НА СВОЙСТВА БЕРИЛЛИЯ

*А.В. Бабун, А.А. Васильев, М.П. Старолат, С.П. Стеценко,  
О.В. Трембач, С.В. Ховрич, К.В. Ковтун*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
Харьков, Украина  
E-mail: kkovtun@kipt.kharkov.ua*

Изучено влияние температуры деформации при выдавливании бериллия в полосу под углом  $90^\circ$  к направлению приложенной нагрузки на механические свойства, структуру и электрическое сопротивление бериллия. Проведено сравнение свойств с бериллием, полученным прямым выдавливанием. Максимальное значение относительного удлинения при температуре испытаний  $400^\circ\text{C}$  наблюдается после углового выдавливания при  $680^\circ\text{C}$  и последующего отжига при  $750^\circ\text{C}$  ( $\delta = 56,4\%$ ). Определена закономерность повышения отношений электросопротивлений  $\rho_{300}/\rho_{77}$  для выдавленных и отожженных материалов по сравнению с исходной ГИП-заготовкой, что может быть связано с перераспределением примесей после таких обработок.

### ВВЕДЕНИЕ

Интенсивная пластическая деформация (ИПД), применяемая для получения субмикроструктурных и наноструктурных материалов, является одной из важнейших методик получения материалов с высокими механическими свойствами [1]. Одним из таких методов является угловое прессование, где вследствие использования сдвиговой компоненты деформации удается повысить эффективность измельчения структуры [2]. Равноканальное угловое прессование является одним из наиболее активно развиваемых методов интенсивной пластической деформации, поскольку позволяет получать достаточно массивные заготовки, которые можно использовать не только для структурных исследований, но и для изготовления изделий.

Методы ИПД достаточно хорошо разработаны при использовании их применительно к металлам, обладающим достаточной пластичностью и сравнительно низкими температурами плавления [1, 3]. В работе [4] метод ИПД был использован авторами для обработки при температуре  $950^\circ\text{C}$  такого хрупкого высокотемпературного материала, каким является бериллий, и были изучены его структура и механические свойства. В работе [5] продемонстрирован потенциал для существенного измельчения зерна без разрушения материала при однопроходном равноканальном угловом прессовании бериллия при температуре  $430^\circ\text{C}$ .

Целью данной работы является изучение влияния температуры и схемы выдавливания при пластической деформации на механические свойства, структуру и электрическое сопротивление бериллия.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ

Исходным материалом для деформационной обработки являлся бериллий, полученный горячим изостатическим прессованием (ГИП) распыленного сферического порошка дистиллированного металла. Из ГИП-заготовок вырезали образцы в виде цилиндров диаметром  $14,6\text{ мм}$ , которые помещали в гер-

метичные чехлы из ст. 20 и подвергали деформации угловым выдавливанием в полосу.

Температуры предварительного нагрева перед деформацией составляли  $950, 850, 750, 680, 500^\circ\text{C}$ , а пресс-инструмент нагревали до  $360^\circ\text{C}$ . Для выявления влияния схемы выдавливания на структуру и свойства материала при  $950$  и  $500^\circ\text{C}$  также проводили прямое выдавливание в полосу. На рис. 1 приведены используемые схемы деформации. Внешний вид полос в оболочках после углового выдавливания показан на рис. 1, в.

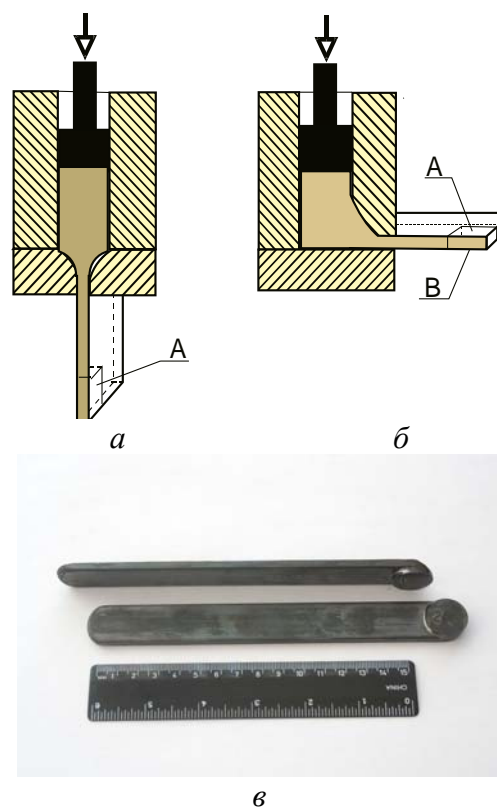


Рис. 1. Схемы деформации бериллия при прямым (а), угловым (б) выдавливаниях и внешний вид полос из бериллия в стальной оболочке после углового выдавливания (в)

Из бериллиевых полос электроискровым методом были вырезаны образцы для исследования механических свойств при испытании на растяжение, а также образцы для проведения структурных исследований и измерения электросопротивления. Механические свойства бериллиевых образцов изучали в состоянии после выдавливания и после рекристаллизационного отжига при 750 °С в течение 1 ч.

Для оценки степени дефектности бериллия после прессования и после отжига при 750 °С измеряли его электросопротивление при комнатной температуре и температуре жидкого азота. Сопротивление измеряли четырехточечным методом.

Структуру бериллия изучали с помощью микроскопов: оптического МИМ-10 и электронного «Tesla-BS-613». Образцы для электронно-микроскопических исследований готовили методом струйной электрополировки.

Механические свойства материалов исследовали на испытательной машине с применением стандартных методик испытаний на растяжение при температурах 20, 200, 400 и 600 °С в вакууме  $1 \cdot 10^2$  Па.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты механических испытаний образцов бериллия после углового выдавливания в деформированном и отожженном при 750 °С состояниях представлены в табл. 1.

На деформированных образцах, испытанных на растяжение при температурах от комнатной до 600 °С, наблюдается монотонное снижение прочностных характеристик и повышение пластичности. После отжига таких образцов при 750 °С наблюдается снижение прочностных характеристик и повышение пластичности с проявлением значительного (56,4%) максимума при температуре испытаний в районе 400 °С.

При комнатной температуре прочностные свойства образцов, выдавленных при 500 °С, на 50 МПа выше, чем у образцов из металла, выдавленного при 950 °С, при практически одинаковой пластичности. После отжига предел прочности бериллия, деформированного при 500 °С, также на 50 МПа выше, чем у деформированного при 950 °С, в то время как удлинение более чем в два раза выше.

При анализе кривых растяжения образцов, выдавленных по схеме рис. 1,б (в координатах нагрузка–деформация), наблюдается существенное различие в их характере для отожженных и неотожженных образцов. Типичные кривые для таких образцов приведены на рис. 2. Так для неотожженных образцов кривая растяжения (кривая 1) после упругого деформирования достигает максимального значения, а затем плавно опускается до разрушения образца, что свидетельствует о том, что деформация локализуется в области образующейся шейки. Отожженные образцы показывают другой характер кривых деформации (кривая 2). На этих кривых можно наблюдать все стадии деформации – упругую деформацию, деформационное упрочнение и

образование шейки перед разрушением. Отличительной особенностью зависимостей  $\sigma$ - $\varepsilon$  для образцов, вырезанных из металла после выдавливания при 500 °С, является то, что при испытаниях отожженных образцов на кривых деформации при температурах испытаний 200 и 400 °С появляются площадки текучести (см. рис. 2, кривая 3).

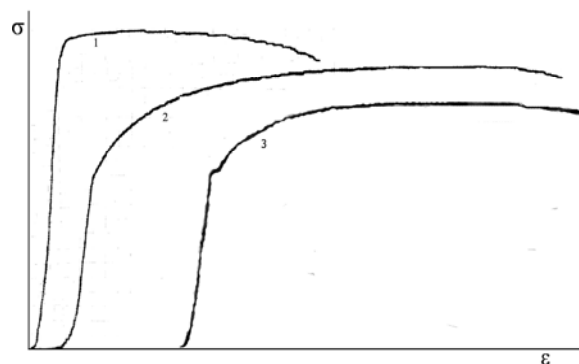


Рис. 2. Кривые растяжения образцов бериллия при температуре испытаний 200 °С:  
1 – для металла, выдавленного при 680 °С;  
2 – для металла, выдавленного при 680 °С и отожженного при 750 °С;  
3 – для металла, выдавленного при 500 °С и отожженного при 750 °С

Измерение величины микротвердости ( $H_{\mu}$ ) на различных поверхностях полос бериллия, выдавленных по разным схемам, показало, что после деформации при 950 °С вдоль направления приложенной нагрузки на плоскости А (см. рис. 1,а) и ей противоположной значения микротвердости одинаковы и в среднем составляют  $\sim 2330$  МПа. Тогда как микротвердость полос бериллия, полученных выдавливанием под углом 90° к направлению приложенной нагрузки (см. рис. 1,б), в плоскости А составляет 2430 МПа, а в плоскости В (нижней на рис. 1,б) – 2280 МПа.

Проведенный рекристаллизационный отжиг при 750 °С сопровождается снижением значений микротвердости материала (в среднем до 1869 МПа) на всех рассмотренных поверхностях. Снижение температуры выдавливания бериллия от 950 до 500 °С сопровождается значительным ростом  $H_{\mu}$ . Так, при деформации бериллия вдоль направления нагрузки микротвердость повышается до величины 3650 МПа, а для материала после деформации под углом 90° к направлению нагрузки – повышается до 4780 МПа.

Результаты механических испытаний образцов бериллия после прямого выдавливания (см. рис. 1,а) в деформированном и отожженном при 750 °С состояниях представлены в табл. 2.

В отличие от образцов, деформированных по схеме рис. 1,б, в образцах, полученных прямым прессованием при 500 °С (см. рис. 1,а), в исходном состоянии предел прочности на 150 МПа выше, чем у деформированных при  $T = 950$  °С.

Таблица 1

Механические свойства бериллиевых образцов в зависимости от температуры углового выдавливания и температуры испытаний

Температура выдавливания, °С	Температура испытаний, °С	Механические свойства					
		Исходные образцы			После отжига при 750 °С		
		$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_t$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_t$ , МПа	$\delta$ , %
950	20	600	504	0,8	513	394	2,6
	200	562	516	24,8	472	357	17,7
	400	413	402	21	295	238	47
	600	274	248	26	216	190	22
850	20	549	544	0,5	540	328	4,8
	200	517	496	18	392	263	39
	400	364	324	20,4	275	206	34
	600	230	174	34,6	197	169	28
750	20	649	577	1,2	567	339	5,4
	200	519	480	21	419	260	39
	400	376	359	26	290	218	39
	600	255	218	31	202	173	27,6
680	20	634	513	1,6	546	325	5
	200	516	484	22	410	260	36
	400	355	333	27	270	214	56,4
	600	214	136	34	193	163	29
500	20	650	560	1	560	310	5,6
	200	520	460	17	430	280	33
	400	340	300	17	280	230	33
	600	200	160	32	200	170	19

Таблица 2

Механические свойства бериллиевых образцов в зависимости от температуры прямого выдавливания и температуры испытаний

Температура выдавливания, °С	Температура испытаний, °С	Механические свойства					
		Исходные образцы			После отжига при 750 °С		
		$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_t$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_t$ , МПа	$\delta$ , %
950	20	496	467	1	504	255	6
	200	550	423	22	418	245	20
	400	423	404	19,4	281	193	40
	600	283	239	22	178	120	28
500	20	665	537	0,24	513	361	4,4
	200	490	466	19	489	360	38
	400	351	313	23	284	249	23
	600	194	167	35	213	176	25,4

В табл. 3 приведены значения удельного и относительного электрического сопротивления бериллия в состоянии после деформации и после отжига при температуре 750 °С. Видно, что образцы бериллия

после углового прессования обладают относительно высоким удельным электросопротивлением для материала, полученного из порошка.

Таблица 3

### Электрическое сопротивление бериллия

Виды обработок заготовок бериллия	После прессования		После отжига при 750 °С, 1 ч	
	$\rho_{77}$ , Ом·см, $\times 10^{-7}$	$\rho_{300}/\rho_{77}$	$\rho_{77}$ , Ом·см, $\times 10^{-7}$	$\rho_{300}/\rho_{77}$
ГИП (исх.)	–	7,15	–	–
ГИП + прям. прес. (950 °С)	6,25	6,83	5,6	7,42
ГИП + угл. прес. (950 °С)	6,32	6,95	5,66	7,44
ГИП + угл. прес. (850 °С)	6,26	6,646	5,73	7,26
ГИП + угл. прес. (750 °С)	6,124	7,08	5,79	7,48
ГИП + угл. прес. (680 °С)	6,478	6,65	5,79	7,48
ГИП + угл. прес. (500 °С)	6,48	6,47	5,7	7,06
ГИП + прям. прес. (500 °С)	6,19	6,06	5,56	6,96

Здесь  $\rho_{77}$  – удельное электросопротивление при температуре жидкого азота;  $\rho_{300}$  – удельное электросопротивление при комнатной температуре;  $\rho_{300}/\rho_{77}$  – отношение электросопротивлений при комнатной температуре и температуре жидкого азота.

Если сравнивать этот порошковый материал с сильно деформированным литым материалом [6], то у чистого литого материала эта величина приблизительно в два раза меньше. Сравнение отношений сопротивлений  $\rho_{300}/\rho_{77}$  изученного в данной работе материала с литым деформированным бериллием указывает на то, что это отношение для литого составляет около 20, тогда как в нашем случае эта величина  $\sim 6,5$  (см. табл. 3).

Отжиг образцов при  $750^\circ\text{C}$  после углового прессования приводит к снижению удельного электро-сопротивления, что хорошо заметно по значениям электро-сопротивления, измеренного при  $77\text{ K}$ , и мало заметно при сравнении этих величин, измеренных при комнатной температуре. Снижение электрического сопротивления и возрастание отношений сопротивлений  $\rho_{300}/\rho_{77}$  после отжига указывают на то, что в процессе отжига происходят снижение плотности дислокаций и перераспределение примесей. Если предположить, что снижение электрического сопротивления после отжига связано со снижением плотности дислокаций, как это сделано в работах [6, 7], то по приведенным оценкам оно составляет величину  $\Delta\rho_D/N \approx 2 \cdot 10^{-17} \text{ Ом/см}^3$ , где  $\Delta\rho_D$  – прирост электрического сопротивления, обусловленный дислокациями;  $N$  – плотность дислокаций.

Плотность дислокаций при отжиге снижается на  $3,4 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ , но это значение больше, чем плотность дислокаций после углового прессования ( $1 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ ). Вероятно, что снижение электрического сопротивления после отжига связано не только со снижением плотности дислокаций, но и с перераспределением примесей.

Особенностью поведения электрического сопротивления бериллия после углового прессования и последующего отжига является то, что величины удельных сопротивлений после таких обработок материала (см. табл. 3) мало зависят от температуры прессования. Тем не менее, просматривается закономерность повышения отношений электро-сопротивлений  $\rho_{300}/\rho_{77}$  для выдавленных и отожженных материалов по сравнению с исходной ГИП-заготовкой, что может быть связано с перераспределением примесей после таких обработок.

Распыленные порошки со сферической формой частиц, которые были использованы для получения горячим изостатическим прессованием заготовок для выдавливания, представляют собой закаленные с высокой скоростью ( $10^4 \dots 10^5$  град/с) микрослитки с метастабильной структурой [8, 9]. Вторая особенность таких порошков – высокая чистота по основным примесям, особенно по содержанию кислорода. Так, например, содержание кислорода в порошке фракции  $-280 \dots +100$  мкм составляет 0,2%, что значительно ниже по сравнению с промышленными сортами бериллия (0,7...0,9%). На рис. 3 показана структура компактного материала после ГИП, иллюстрирующая равноосную зёрненную структуру металла, которая определяется формой исходных порошков и схемой приложения нагрузки при ГИП. Размер зерен в исходных ГИП-заготовках определя-

ется размерами используемых частиц порошка и находится в пределах  $100 \dots 280$  мкм.

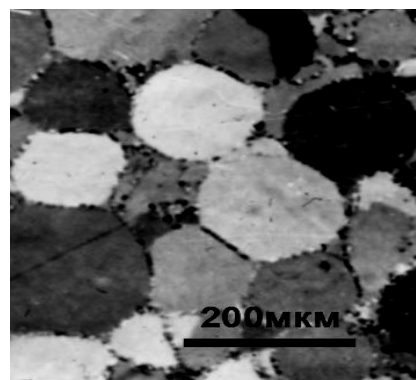
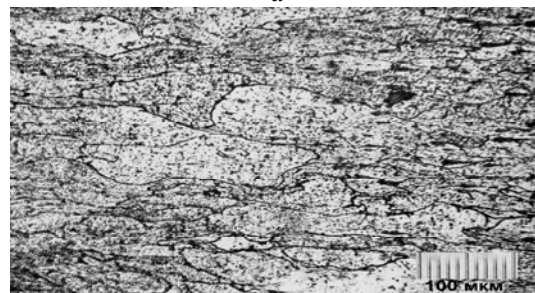


Рис. 3. Микроструктура исходной бериллиевой заготовки дистиллированного металла, полученного ГИП распыленного порошка со сферической формой частиц

На рис. 4 приведена структура бериллиевых образцов, подвергнутых деформации выдавливанием. В результате выдавливания материала в полосу вдоль направления приложенной нагрузки (см. рис. 1,а) зерна компактного бериллия деформируются, вытягиваясь до толщины  $10 \dots 20$  мкм, большей частью не измельчаясь. При этом объем такого зерна соответствует его исходному объему (см. рис. 4,а). В случае экструзии компактного материала по второй схеме (см. рис. 1,б) в условиях более интенсивной пластической деформации происходит дробление вытянутых зерен с образованием более мелких. Практически структура представляет собой вытянутые вдоль направления деформации зерна. Кроме того, на поверхности шлифа (см. рис. 4,а,б) внутри отдельных зерен достаточно четко просматриваются следы блочной структуры с размерами блоков  $2 \dots 15$  мкм.



а



б

Рис. 4. Микроструктура деформированных образцов бериллия: а – экструзия вдоль направления приложенной нагрузки; б – экструзия под углом  $90^\circ$  к направлению приложенной нагрузки (ИПД)

Электронно-микроскопические исследования структуры выдавленного материала показали, что зерна, образующиеся из сферических частиц, состоят из отдельных блоков с малоугловыми границами, разориентированными на  $3...5^\circ$ , а внутри блоков наблюдается дислокационная структура из пересекающихся дислокаций. Плотность дислокаций после деформации мало зависит от температуры заготовки при прессовании и составляет  $\sim 1 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ . Особенностью структуры исследованного материала является наличие пленки оксида на поверхности частиц распыленных порошков, которая при угловом выдавливании разрушается на отдельные частицы и формирует цепочки выделений размером в несколько сотен нанометров, распределенных в бериллиевой матрице.

Отжиг при  $750^\circ\text{C}$  приводит к тому, что в оптическом микроскопе внутри бывших порошинок можно наблюдать отдельные зерна размером до 30 мкм. Электронная микроскопия показывает, что внутри этих бывших порошинок наблюдаются отдельные блоки с малоугловыми границами размерами от 3 мкм и выше. Плотность дислокаций в таких материалах снижается и составляет  $\sim 1 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ . Аналогичные результаты были получены ранее [10, 11] на литом бериллии.

Сравнивая значения механических свойств на температурных зависимостях, полученных при испытаниях, можно заметить, что температура нагрева заготовок перед выдавливанием не оказывает значительного влияния на прочностные свойства. Эти свойства существенно зависят от температуры испытаний и применяемого отжига исходных заготовок. Для получения максимальной пластичности при температуре испытаний  $400^\circ\text{C}$  оптимальной является температура деформации  $680^\circ\text{C}$ .

Слабая зависимость характеристик прочности и пластичности от температуры углового прессования в интервале  $950...500^\circ\text{C}$  может быть связана с незначительными отличиями в структуре, формирующейся в этом температурном интервале. Этот вывод подтверждается исследованием структуры методами оптической и электронной микроскопии в работе [12], а также измерениями электрического сопротивления, которое мало зависит от температуры прессования и снижается практически на одинаковую величину при последующем рекристаллизационном отжиге при  $750^\circ\text{C}$ .

Наблюдаемые после отжига при  $750^\circ\text{C}$  повышение относительного удлинения и снижение характеристик прочности образцов после углового выдавливания можно связать с перераспределением дислокаций и примесей при отжиге. Перераспределение дислокаций и примесей при такой термообработке приводит к тому, что плотность дислокаций уменьшается, расстояния между точками закрепления дислокаций увеличиваются, что приводит к снижению стартовых напряжений дислокаций и пределов упругости материала.

Сравнение механических свойств бериллия после прямого и углового прессования и последующего отжига показывает, что они мало отличаются при

одинаковых условиях термообработки и испытаний. Понижение температуры углового выдавливания с  $950$  до  $500^\circ\text{C}$  не приводит к существенному изменению механических характеристик для материала в этом температурном интервале, что может иметь существенное практическое значение при применении этого метода для получения заготовок целевого назначения. Сопоставляя результаты этой работы с данными, полученными в [5], интересно было бы снизить температуру углового выдавливания еще хотя бы на  $100^\circ\text{C}$ , однако для бериллия это связано со значительными техническими трудностями.

## ВЫВОДЫ

Изучено влияние температуры пластической деформации при выдавливании бериллия в полосу под углом  $90^\circ$  к направлению приложенной нагрузки на механические свойства, электрическое сопротивление и структуру бериллия.

Проведено сравнение различных схем выдавливания на структуру и свойства бериллия. Показано, что угловое выдавливание приводит к более интенсивному измельчению структуры и повышению пластичности материала.

Особенностью поведения электрического сопротивления бериллия после углового прессования и последующего отжига является то, что величины удельных сопротивлений после таких обработок материала мало зависят от температуры прессования. Определена закономерность повышения отношений электросопротивлений  $\rho_{300}/\rho_{77}$  для выдавленных и отожженных материалов по сравнению с исходной ГИП-заготовкой, что может быть связано с перераспределением примесей после таких обработок.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Р.З. Валиев, И.В. Александров. *Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией*. М.: «Логос», 2000, 272 с.
2. А.А. Мазилкин, Б.Б. Страумал, Р.З. Валиев и др. Структурные изменения в алюминиевых сплавах при интенсивной пластической деформации // *ФТТ*. 2007, т. 49, в. 5, с. 824-829.
3. С.В. Добаткин, Л.Л. Рохлин и др. Поведение при отжиге стареющих сплавов системы Mg-Sm, подвергнутых интенсивной пластической деформации // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2009, №5.
4. А.В. Бабун, А.А. Васильев, К.В. Ковтун, М.П. Старолат, С.П. Стеценко, О.В. Трёмбач, С.В. Ховрич. Интенсивная пластическая деформация бериллия – структура и механические свойства // *Физика и техника высоких давлений*. 2010, т. 20, №2, с. 133-142.
5. R.D. Field, K.T. Hartwig, C.T. Necker, J.F. Binger, and S.R. Agnew. Equal-Channel Angular Extrusion of Beryllium // *Metallurgical and Materials Transactions*. 2002, v. 33A, p. 965.
6. И.И. Папилов, П.И. Стоев, И.А. Тараненко. Электросопротивление гидроэкструдированного и отожженного бериллия // *ФММ*. 1972, т. 34, в. 5, с. 1022-1026.

7. М.П. Старолат, А.А. Васильев, С.П. Стеценко, К.В. Ковтун. Влияние пластической деформации на электропроводность высокочистого бериллия // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2009, №6, с. 49-52.

8. И.С. Мирошниченко. *Закалка из жидкого состояния*. М.: «Металлургия», 1982.

9. А.В. Бабун, И.М. Неклюдов, В.М. Ажажа, К.В. Ковтун, А.А. Васильев, Г.Г. Бобылев. Порошковая металлургия бериллия. Современное материаловедение: достижения и проблемы // *Техника ма-*

*шиностроения*. М., 2006, №2, с. 2-6.

10. И.А. Тараненко, Г.Ф. Тихинский и др. Образование полигонизованной и ячеистой структуры в бериллии // *ФММ*. 1970, т. 29, №3, с. 619-624.

11. Л.А. Корниенко, А.А. Николаенко, И.А. Тараненко. Рекристаллизация ультрамелкозернистого бериллия // *МиТОМ*. 1978, №4, с. 78-79.

12. И.А. Тараненко, Г.Ф. Тихинский, И.И. Папиров и др. Получение и свойства мелкозернистого бериллия // *Космические исследования на Украине*. Киев: «Наукова думка», 1976, в. 9, с. 55-61.

*Статья поступила в редакцию 31.05.2013 г.*

## **ВПЛИВ ТЕМПЕРАТУРИ І СХЕМИ ВИДАВЛЮВАННЯ НА ВЛАСТИВОСТІ БЕРИЛІЮ**

*А.В. Бабун, А.А. Васильєв, М.П. Старолат, С.П. Стеценко, О.В. Трємбач, С.В. Ховрич, К.В. Ковтун*

Вивчено вплив температури деформації при видавлюванні берилію в смугу під кутом 90° до напрямку прикладеного навантаження на механічні властивості, структуру і електричний опір берилію. Проведено порівняння властивостей з берилієм, отриманим прямим видавлюванням. Максимальне значення відносного подовження при температурі випробувань 400 °С спостерігається після видавлювання при 680 °С і подальшого відпалу при 750 °С ( $\delta = 56,4\%$ ). Визначено закономірність підвищення відносин електроопору  $\rho_{300}/\rho_{77}$  для видавлених і відпалених матеріалів у порівнянні з вихідною ГПІ-заготівкою, що може бути пов'язано з перерозподілом домішок після таких обробок.

## **EFFECT OF TEMPERATURE AND SCHEMES FOR EXTRUSION ON PROPERTIES OF BERYLLIUM**

*A.V. Babun, A.A. Vasilyev, M.P. Starolat, S.P. Stetsenko, O.V. Trembach, S.V. Hovrich, K.V. Kovtun*

The effect of deformation temperature during extrusion of beryllium in the band at 90° to the direction of the applied load on the mechanical properties, structure and electrical resistance of beryllium. A comparison of the properties of beryllium obtained direct extrusion. The maximum value of elongation at a test temperature of 400 °C is observed after extrusion at 680 °C and subsequent annealing at 750 °C ( $\delta = 56.4\%$ ). The regularities of the increasing ratio of the electrical  $\rho_{300}/\rho_{77}$  for extruded and annealed material, as compared with the initial procurement of the HIP, which may be due to the redistribution of impurities after such treatments.