

ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬ ВЫСОКОЧИСТОГО БЕРИЛЛИЯ

М.П. Старолат, А.А. Васильев, С.П. Стеценко, К.В. Ковтун

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

E-mail: kkovtun@kipt.kharkov.ua

Изучено влияние пластической деформации и отжига при температуре 700 °С на электропроводность высокочистого бериллия. После деформации бериллия от слитка до листа толщиной 40 мкм прирост электросопротивления составил $\Delta\rho_{77}=1,53\cdot 10^{-7}$ Ом·см. При этом средний размер зерна снижается от 2 мм до 10 мкм, а плотность дислокаций возрастает до $5\cdot 10^9$ см⁻². Произведена оценка вклада дислокаций в электросопротивление бериллия, подсчитанного по результатам экспериментальных исследований. Этот вклад составляет $2\cdot 10^{-17}$ Ом/см³, что значительно больше значений, полученных из теоретических расчетов, и совпадает с предыдущими экспериментальными результатами.

ВВЕДЕНИЕ

Как известно, электрическое сопротивление металла позволяет судить о его возможном загрязнении примесями и увеличении плотности дислокаций в результате пластической деформации. Влияние пластической деформации на электрическое сопротивление бериллия и его возврат при отжиге исследовали в работах [1-3]. Бериллий по сравнению с другими металлами имеет самую высокую дебаевскую температуру ($\theta\sim 1470$ К), а также согласно расчетам, приведенным в работах [4,5], должен обладать большим сечением рассеяния электронов проводимости на дислокациях. Из этих расчетов следует, что величина прироста электросопротивления, обусловленного дислокациями и нормированная на их плотность, для большинства металлов укладывается в интервал: $1\cdot 10^{-14} \dots 1\cdot 10^{-19}$ Ом/см³. Расчеты для бериллия, приведенные в работе [4], дают величину $\Delta\rho_D / N \approx 1\cdot 10^{-18}$ Ом/см³, где $\Delta\rho_D$ — прирост электрического сопротивления, обусловленный дислокациями; N — плотность дислокаций.

Экспериментальные исследования на гидроэкструдированных образцах [1] показали, что прирост электрического сопротивления для бериллия за счет дислокаций составляет величину $\sim 2\cdot 10^{-17} \dots 4\cdot 10^{-18}$ Ом/см³.

Возврат сопротивления для этого материала после отжига при 620 °С составляет около 75 % от его прироста после деформации. Оставшиеся 25 % прироста электрического сопротивления, вероятно, следует связать с возникновением в процессе деформации границ зерен и блоков.

При этом авторы работы [1] указывают, что точность определения прироста сопротивления зависит от точности подсчета плотности дислокаций. Действительно, подсчет плотности дислокаций в бериллии является сложной задачей, потому что бериллий при исследовании в электронном микроскопе прозрачнее при толщине образца больше, чем у каких-либо других металлов. При этом многие дислокации почти не видны и их можно выявить, используя либо наклон образца по отношению к электронному лучу микроскопа, либо в экстинционных контурах.

Известно, что вклад в электросопротивление металлов вносят такие факторы, как точечные дефекты, дислокации и примеси. Точечные дефекты в бериллии исчезают при температурах ниже комнатной, а плотность дислокаций начинает меняться при отжиге, начиная с температур 400...600 °С [6]. Для уменьшения вклада примесей при исследовании возврата электрического сопротивления необходимо использовать материал высокой чистоты.

В связи с вышеизложенным представляет интерес провести исследования влияния степени пластической деформации при прокатке высокочистого бериллия на прирост электрического сопротивления и оценить вклад дислокаций в этот прирост.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследования проводили на образцах бериллия, исходный материал для которых был очищен методом вакуумной дистилляции, а затем переплавлен в слиток. Содержание бериллия в исходном слитке составляло 99,95 мас.%, удельное сопротивление при 77 К — $0,75\cdot 10^{-7}$ Ом·см, а отношение сопротивлений при комнатной температуре и температуре жидкого азота — $R_{300}/R_{77}=49,9$. Элементный анализ состава слитка и прокатанных заготовок проводили с помощью лазерного анализатора ЭМАЛ-2. Для исключения загрязнения в процессе деформации исходные слитки помещали в чехлы из малоуглеродистой стали. Первичная деформация слитков проводилась выдавливанием и осадкой на прессе при температуре 800 °С. В результате такой обработки получали пластины толщиной ~ 5 мм. Эти пластины помещались в новые чехлы из малоуглеродистой стали, а дальнейшую деформационную обработку проводили прокаткой заготовок на прокатном стане при температуре 800 °С до толщины пластин 0,5 мм. Дальнейшими операциями по деформации пластин бериллия являлись их прокатка в чехлах из нержавеющей стали при температуре 400 °С с промежуточными отжигами при 700 °С в течение 40 мин. Конечная толщины листов из бериллия составляла 40 мкм, что соответствует величине деформации около 90%.

Из исходного слитка и листов бериллия, прокатанного на различные степени деформации, вырезали на электроискровом станке образцы для измерения электросопротивления и исследования структуры методами оптической и электронной микроскопии. Эти образцы шлифовали на наждачной бумаге с последующей электрополировкой. Измерения электросопротивления проводили при комнатной и температуре жидкого азота. Измерение плотности дислокаций в бериллии после деформации и отжига проводилось с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии на приборе BS-613 TESLA. При этом для более полного выявления дислокаций образцы с помощью гониометра наклонялись по отношению к электронному лучу, либо дислокации подсчитывались в экстинционных контрах.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис. 1 показаны результаты измерения электросопротивления бериллия после различных видов обработки деформацией и термообработки.

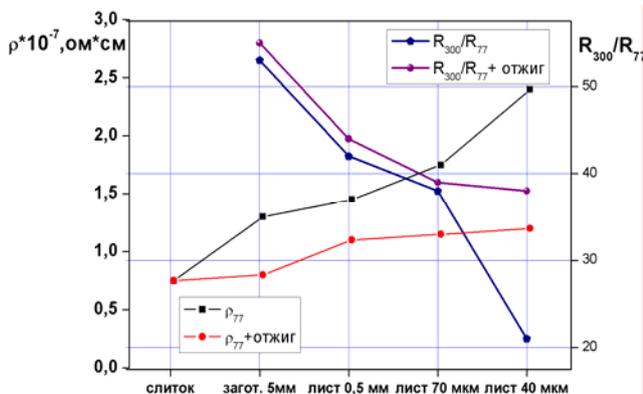


Рис. 1. Результаты измерения электросопротивления бериллия после различных видов обработки деформацией и термообработки

Значения средних размеров зерна после различных обработок приведены на рис. 2.

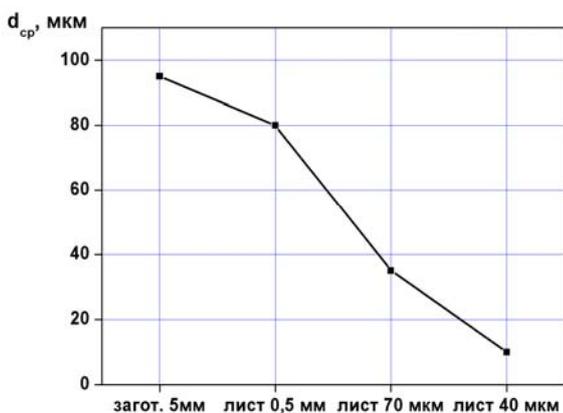


Рис. 2. Средний размер зерна после различных деформационных обработок

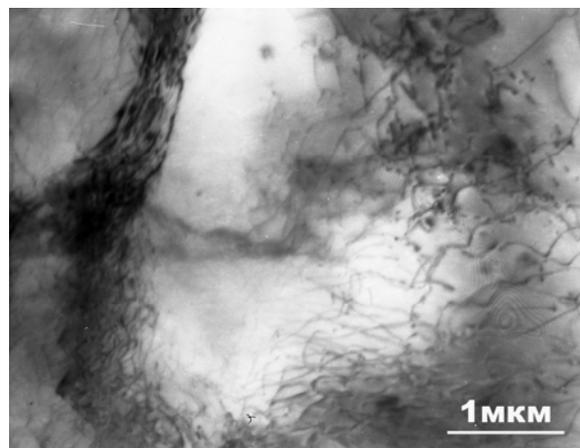
Из рис. 1 видно, что с повышением степени деформации материала удельное сопротивление существенно возрастает, но последующий отжиг при

700 °С приводит к значительному его снижению. Поведение отношения R_{300}/R_{77} имеет обратную зависимость от этих параметров. Это отношение, которое зависит от плотности дислокаций и содержания примесей в металле, с повышением степени деформации снижается от 49,9 до 22 (для листа толщиной 40 мкм). Однако после отжига при 700 °С его значение возрастает до 38.

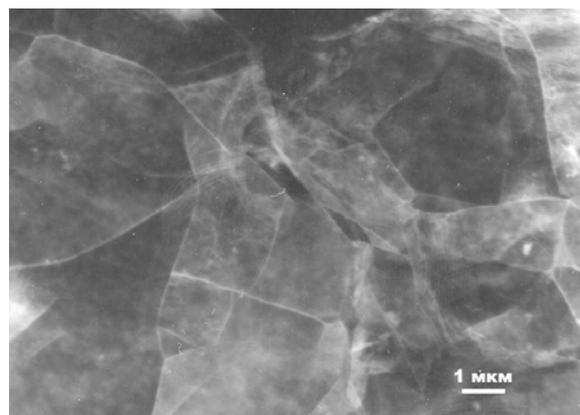
Процесс деформационной обработки бериллия сопровождается существенным измельчением зерна по мере уменьшения толщины листов.

Так, если средний размер зерна в слитке составляет 2 мм, то после деформации листа до толщины 40 мкм средний размер зерна уменьшается до величины ~10 мкм. Эта величина зерна не изменяется при последующем отжиге при температуре 700 °С.

После деформации заготовки от слитка до листа толщиной 40 мкм прирост удельного сопротивления составляет $\Delta\rho_{77} = 1,53 \cdot 10^{-7}$ Ом·см, а после отжига при 700 °С - $0,48 \cdot 10^{-7}$ Ом·см (см. рис. 1).



а



б

Рис. 3. Структура, образующаяся в листе бериллия после его прокатки до толщины 40 мкм (а) и после отжига при 700 °С (б)

Таким образом, возврат сопротивления от ухода дислокаций при отжиге составляет 73% от его прироста. Если загрязнения металла примесями при деформационной обработке отсутствуют (что подтверждается результатами элементного анализа заготовок на различных стадиях передела), то 27%

прироста сопротивления приходится на границы зерен и блоков.

При этом прирост электросопротивления за счет дислокаций составляет $\sim 1,05 \cdot 10^{-7}$ Ом·см.

На рис. 3 показана дислокационная структура, образующаяся в листе бериллия после его прокатки до толщины 40 мкм.

Подсчет плотности дислокаций, проведенный методом секущей [7], при толщине анализируемого образца, равной 2000 Å, составляет $\sim 5 \cdot 10^9$ см⁻².

Следует отметить, что при исследовании структуры материала, подвергнутого высокой степени деформации, проявляется существенное различие в структуре по площади исследуемого образца. Приблизительно половина наблюдаемых зерен разбита на блоки размером 2...5 мкм, а во второй половине зерен блоков не наблюдается.

После отжига при 700 °С плотность дислокаций снижается до $\sim 1 \cdot 10^8$ см⁻². Исходя из данных по возврату электросопротивления при дорекристаллизационных отжигах и изменению плотности дислокаций, был подсчитан вклад дислокаций в электросопротивление: $\Delta\rho_D / N \approx 2 \cdot 10^{-17}$ Ом/см³. Подсчет вклада границ зерен и блоков в электросопротивление затруднен вследствие того, что определение их площади связано с неопределенностью их геометрических границ.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно, что пластическая деформация осуществляется в результате образования дислокаций, их скольжения и взаимопересечения с образованием точечных дефектов. С повышением степени деформации плотность дефектов кристаллической решетки повышается, что и приводит к росту электрического сопротивления. При отжиге происходит уменьшение плотности дислокаций по механизму скольжения дислокаций вследствие напряжений, возникающих при пластической деформации, и их переползания из-за их взаимодействия с точечными дефектами. Поля внутренних напряжений, действующих на дислокации как внутри отдельных зерен, так и между зернами, обычно являются неоднородными [2], что и приводит к процессам аннигиляции и перемещения дислокаций к границам зерен и блоков. Снижение плотности дислокаций и точечных дефектов при отжиге предварительно деформированного материала сопровождается снижением электросопротивления.

Сравнивая результаты вклада дислокаций в электросопротивление бериллия, полученные в данной работе, с результатами, представленными в [1], видно, что, как и в работе [1], вклад дислокаций в электросопротивление составляет $\Delta\rho_D / N \approx 2 \cdot 10^{-17}$ Ом/см³. Хотя в [1] наблюдается разброс значений для вклада дислокаций в электросопротивление от величины $4 \cdot 10^{-18}$... $2 \cdot 10^{-17}$ Ом·см³, а теоретические расчеты в [5], дают значение, равное $34 \cdot 10^{-19}$ Ом/см³. Расчеты, приведенные в работе [2], показывают значение прироста электросопротивления за счет дислокаций, равное

$\sim 1 \cdot 10^{-18}$ Ом/см³. Столь сильные расхождения можно объяснить либо заниженной плотностью дислокаций, полученной из электронно-микроскопических исследований, либо заниженными оценками при теоретических расчетах.

ВЫВОДЫ

1. Результаты элементного анализа показывают, что в процессе пластической деформации слитков высокочистого бериллия в чехлах из малоуглеродистой стали и последующей прокатки материала до толщины листа 40 мкм загрязнения примесями не происходит.

2. Исследовано влияние деформации на электросопротивление высокочистого бериллия и его возврат при отжиге. После деформации бериллия от слитка до листа толщиной 40 мкм прирост электросопротивления составляет $\Delta\rho_{77} = 1,53 \cdot 10^{-7}$ Ом·см. При этом средний размер зерна снижается от 2 мм до 10 мкм, а плотность дислокаций возрастает до $5 \cdot 10^9$ см⁻².

3. Вклад дислокаций в электросопротивление бериллия, подсчитанный по результатам экспериментальных исследований, составляет $2 \cdot 10^{-17}$ Ом/см³, что значительно больше значений, полученных из теоретических расчетов, и совпадает с предыдущими экспериментальными результатами.

4. Исследование электросопротивления является оперативным инструментом, позволяющим судить о загрязнении бериллия в процессе деформации и увеличении плотности дислокаций в результате пластической деформации.

ЛИТЕРАТУРА

1. И.И. Папилов, П.И. Стоев, И.А. Тараненко. Электросопротивление гидроэкструдированного и отожженного бериллия // *Физика металлов и металловедение*. 1972, т. 34, в. 5, с. 1022-1026.
2. И.И. Папилов, П.И. Стоев, И.А. Тараненко. Кинетика изменения электросопротивления деформированного бериллия при отжиге // *Физика металлов и металловедение*. 1983, т. 35, в. 6, с. 1241-1247.
3. И.И. Папилов, Г.И. Волокита, А.С. Капчерин, П.И. Стоев. Возврат механических свойств, электросопротивления и микродеформации деформированного бериллия // *Известия вузов. «Цветная металлургия»*. 1974, № 9, с. 100-105.
4. Z.S. Basinski et al. // *Phil. Mag.* 1969, v. 8, p. 1989.
5. R.A. Brown. Electrical resistivity of dislocation in metals // *J. Phys. F.* 1977, v. 7(7), p. 1283-1295.
6. С.С. Авотин, П.И. Стоев, В.И. Терешин. Изменение электросопротивления бериллия при облучении ОКГ // *ЖЭТФ*. 1972, т. 62, с. 288.
7. И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский. *Физическое металловедение бериллия*. М.: «Атомиздат», 1968, 234 с.
8. П. Хирш, А. Хови, Р. Николеон, Д. Пэшли, М. Уэлан. *Электронная микроскопия тонких кристаллов*. М.: «Мир», 1968, 305 с.

Статья поступила в редакцию 23.10.2009 г.

ВПЛИВ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ НА ЕЛЕКТРОПРОВІДНІСТЬ ВИСОКОЧИСТОГО БЕРИЛІЮ

М.П. Старолат, А.О. Васильєв, С.П. Стеценко, К.В. Ковтун

Вивчено вплив пластичної деформації і відпалу при температурі 700 °С на електропровідність високо-чистого берилію. Після деформації берилію від злитка до листа завтовшки 40 мкм приріст електроопору склав $\Delta\rho_{77}=1,53\cdot 10^{-7}$ Ом·см. При цьому середній розмір зерна знижується від 2 мм до 10 мкм, а щільність дислокацій зростає до $5\cdot 10^9$ см⁻². Проведена оцінка внеску дислокацій в електроопір берилію, підрахованого за наслідками експериментальних досліджень. Цей внесок складає $2\cdot 10^{-17}$ Ом/см³, що значно більше значень, одержаних з теоретичних розрахунків, і співпадає з попередніми експериментальними результатами.

INFLUENCE OF PLASTIC DEFORMATION ON CONDUCTIVITY OF HIGH- PURITY BERYLLIUM

M.P. Starolat, A.A. Vasilyev, S.P. Stezenko, K.V. Kovtun

Influencing of plastic deformation and annealing is studied at the temperature of 700 °С on conductivity of high-purity beryllium. After deformation of beryllium from a bar to the sheet in thick did the 40 μm increase of make $\Delta\rho_{77}=1,53\cdot 10^{-7}$ Ω·cm. Thus does the middle size of corn go down from 2 mm to 10 μm, and the density of dislocations increases to $5\cdot 10^9$ cm⁻². The estimation of deposit of distributions is made in resistance of the beryllium calculated on results experimental researches. Does this deposit make $2\cdot 10^{-17}$ Ω/cm³, that the considerably anymore values got from theoretical calculations and coincides with previous experimental results.