

PACS: 81.40.-z

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

ИНТЕНСИВНАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ БЕРИЛЛИЯ: СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий
ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина
E-mail: babun@kipt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 28 октября 2009 года

Исследовано влияние интенсивной пластической деформации (ИПД) при экструзии бериллия в полосу на механические свойства и структуру материала. Показано, что экструзия под углом 90° к направлению приложенной нагрузки приводит к повышению значений пределов прочности, текучести и относительного удлинения в материале. Определена температурная зависимость механических свойств материала заготовок после экструзии и рекристаллизационного отжига. Изучено влияние направления экструзии на микроструктуру материала. Показано, что экструзия под углом 90° к направлению приложенной нагрузки приводит к измельчению субструктуры.

Ключевые слова: бериллий, пластическая деформация, термообработка, механические свойства, структура

Введение

В последние годы активно ведется разработка новых методов деформационной обработки металлов, способствующих измельчению структуры и получению материалов со свойствами, отвечающими повышенным требованиям современной техники. В частности, развивается направление по созданию и исследованию особенностей структуры и свойств материалов, подвергнутых ИПД со сдвиговыми компонентами, подобно случаю равноканального углового прессования [1–3]. Данный метод обработки направлен на измельчение структуры, которая характеризуется наличием ячеистой субструктуры. Предполагается также, что за счет увеличения вклада зернограничного проскальзывания можно обеспечить дополнительный резерв пластичности материала без потери его прочности.

Известно, что структурным фактором, который во многом определяет склонность металлов к хрупкому разрушению, является размер зерна. Уменьшение

размера зерна в бериллии приводит к улучшению его механических свойств [4–7]. Однако получение мелкого зерна в бериллии реализовать сложно. Даже в деформированном порошковом бериллии после рекристаллизационного отжига обычно удается достичь величины зерна лишь на уровне 25–30 μm [8]. Вместе с тем при определенных условиях деформации и последующей термообработки в бериллии формируется ячеистая структура. Поведение бериллия с такой субструктурой, границы блоков которой характеризуются высокоугловой разориентацией, может быть подобно поведению ультрамелкозернистого металла [9,10].

В работе поставлена задача – исследовать влияние повышения ИПД при экструзии компактных заготовок из распыленного порошка бериллия на механические свойства и структуру материала.

Материал и методики исследований

Исходным материалом для получения заготовок, предназначенных для деформационной обработки, являлся порошок бериллия со сферической формой частиц, полученный распылением расплава дистиллированного металла чистотой 99.63% [11]. Рассевом этого порошка была выделена фракция с размером частиц 100–280 μm .

Полученный порошок загружали в металлический контейнер цилиндрической формы, дегазировали и герметизировали. Затем контейнер с порошком подвергали горячему изостатическому прессованию (ГИП) при температуре 1030°C и под давлением 100 МПа. При этом получали заготовки с плотностью 100%. Из них вдоль и поперек оси исходной ГИП-заготовки вырезали образцы в виде цилиндров диаметром 14.6 mm для дальнейшей деформационной обработки с последующим проведением механических испытаний и структурных исследований.

Следует отметить, что благодаря использованию исходных порошков со сферической формой частиц компактный материал рентгенографически был изотропным. При этом интенсивность отражения в трех ортогональных направлениях изменялась не более чем на 5% (в дальнейшем направление вырезки исходных образцов из компактных ГИП-заготовок не обсуждается).

Полученные образцы помещали в герметичные чехлы из ст.20 и подвергали деформации экструзией по схемам, приведенным на рис. 1, с применением специально изготовленного прессового инструмента.

По первой схеме (рис. 1,а) заготовку экструдировали вдоль направления приложенной нагрузки в полосу размерами 16 × 3.2 mm (степень деформации составляла около 80%).

Во втором случае, в отличие от предыдущего, исходную заготовку деформировали в полосу таких же размеров с изменением направления экструзии на угол 90° (рис. 1,б). При этом предполагалось, что за счет привнесения сдвиговой компоненты можно будет достигнуть более высокой интенсивности деформации с возможным изменением прочностных и структурных характеристик материала. Исходные заготовки перед деформацией нагревали

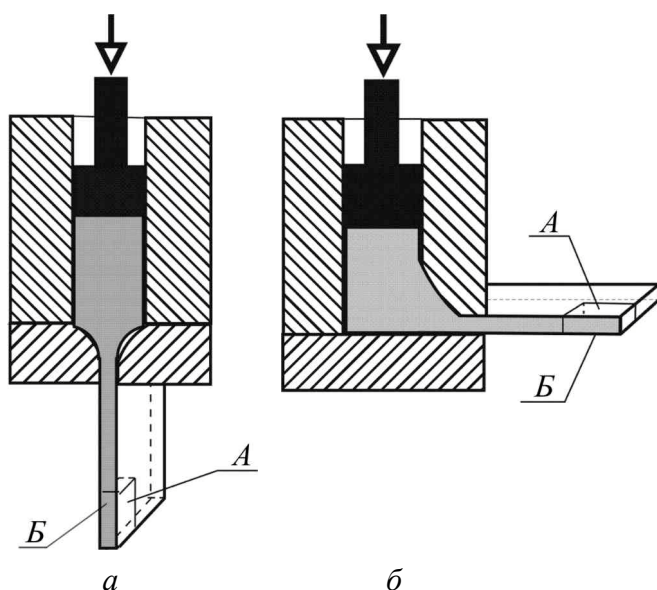


Рис. 1. Принципиальные схемы пластической деформации бериллия, экструдированного в полосу 16×3.2 мм: *a* – вдоль направления приложенной нагрузки; *б* – под углом 90° к направлению приложенной нагрузки

до 950°C , а пресс-инструмент – до 360°C . Из бериллиевых полос, полученных по схемам, показанным на рис. 1, электроискровым методом были вырезаны прямоугольные образцы для изучения механических свойств при испытании на растяжение, а также для проведения структурных исследований.

Структуру бериллия изучали на микроскопе МИМ-10 и электронном микроскопе «Tesla-BS-613» с использованием оптических и электронно-микроскопических методов исследований. Образцы для электронно-микроскопических исследований готовили методом струйного электрополирования. Механические свойства материалов изучали на испытательной машине с применением стандартных методик на растяжение в области температур $20\text{--}600^\circ\text{C}$ в вакууме 10^{-2} Па. Микротвердость измеряли с помощью прибора ПМТ-3.

Данные экспериментальных исследований механических свойств

На рис. 2 представлены температурные зависимости механических свойств бериллия при скорости деформации 10^{-3} s^{-1} . Эти зависимости построены для материала в состоянии сразу после экструзии (*a*), а также после рекристаллизационного отжига при температуре 750°C в течение 2 h (*б*).

Анализ результатов исследований температурных зависимостей механических свойств бериллиевых материалов, прошедших деформационную обработку с применением указанных выше схем (см. рис. 1), позволил установить следующее:

– применение экструзии под углом 90° к направлению приложенной нагрузки приводит к повышению механических характеристик бериллия (рис. 2, II, *a*) до значений: $\sigma_b = 600$ МПа, $\sigma_{0.2} = 564$ МПа, $\delta = 0.8\%$ при температуре испытаний $T = 20^\circ\text{C}$; $\sigma_b = 413$ МПа, $\sigma_{0.2} = 402$ МПа, $\delta = 21\%$ при $T = 400^\circ\text{C}$ по сравнению со свойствами материала образца (рис. 2, I, *a*), полученного экструзией вдоль направления приложенной нагрузки: $\sigma_b = 496$ МПа, $\sigma_{0.2} = 467$ МПа, $\delta = 1\%$ при $T = 20^\circ\text{C}$ и $\sigma_b = 423$ МПа, $\sigma_{0.2} = 404$ МПа, $\delta = 19.4\%$ при $T = 400^\circ\text{C}$;

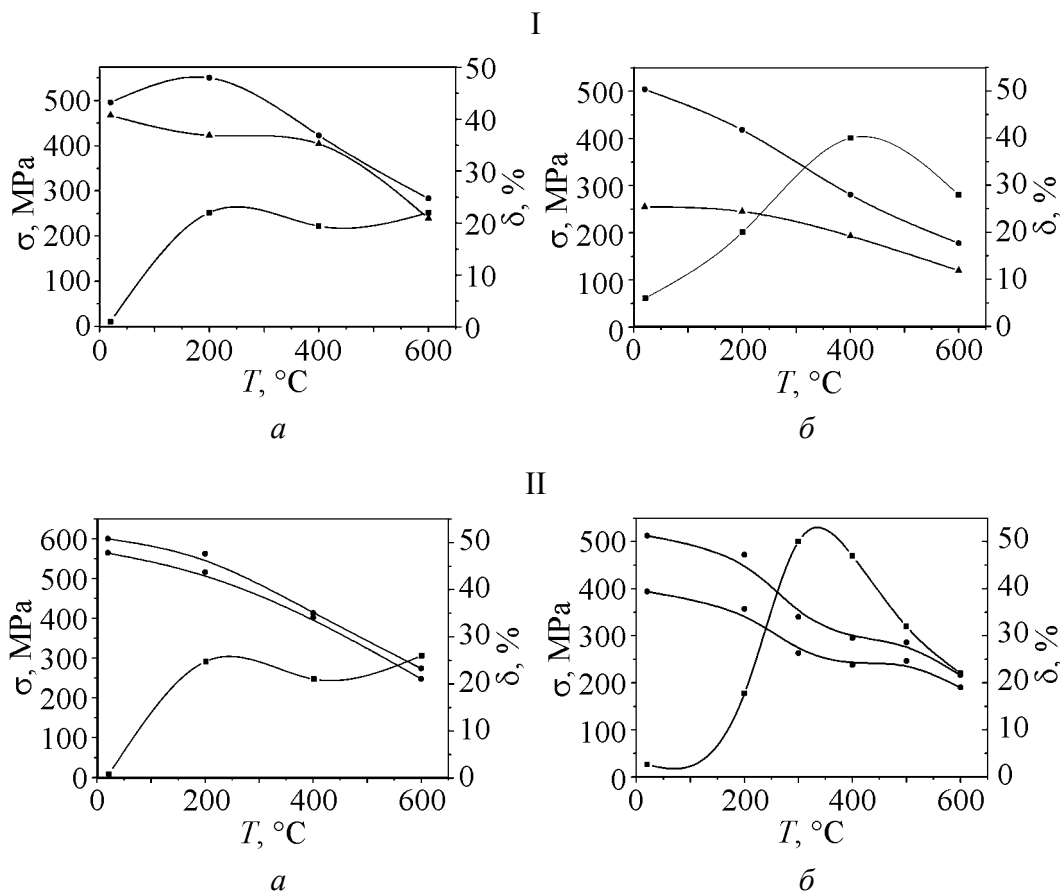


Рис. 2. Температурная зависимость механических свойств бериллия, экструдированного вдоль направления приложенной нагрузки (I) и под углом 90° к этому направлению (II): *a* – исходное состояние после деформации; *б* – после отжига при $T = 750^\circ\text{C}$ в течение 2 h; \bullet – σ_b , \blacktriangle – $\sigma_{0,2}$, \blacksquare – δ

– наблюдается хорошее совпадение прочностных и пластических свойств материалов исследуемых образцов, полученных по различным схемам (рис. 1, *a, б*), при температуре испытаний 400°C ;

– рекристаллизационный отжиг бериллиевых образцов при 750°C в течение 2 h положительно отражается на пластичности, несколько снижая прочностные характеристики материала (рис. 2, *б*). Необходимо отметить, что у материала образцов, прошедших экструзию под углом 90° к направлению приложенной нагрузки (рис. 2, II, *б*), пластичность существенно возрастает, проявляя максимум ($\delta \sim 50\%$) в широкой температурной области ($300\text{--}400^\circ\text{C}$), смещенной в сторону более низких температур, по сравнению с материалом образцов (рис. 2, I, *б*), выдавленных по первой схеме.

Микротвердость материала, экструдированного в полосу вдоль направления приложенной нагрузки, измеренная на плоскостях «А» и «Б» (см. рис. 1, *a*), обладает близкими средними значениями (~ 2330 МПа), тогда как микротвердость материала, полученного при экструзии под углом 90° к направлению приложенной нагрузки (рис. 1, *б*), в плоскости «А» составляет 2430 МПа,

а в плоскости «Б» – 2180 МПа. Проведенный рекристаллизационный отжиг сопровождается снижением значений микротвердости материала (в среднем до 1869 МПа) на всех рассмотренных поверхностях.

Структура исследованных материалов

Исходные распыленные порошки со сферической формой частиц, которые были использованы для получения исходных заготовок, представляют собой закаленные с высокой (10^5 – 10^6 deg/s) скоростью микрослитки с метастабильной структурой [11,12]. Вторая особенность таких порошков – высокая чистота по основным примесям, особенно по содержанию кислорода. Так, например, содержание кислорода в порошке фракции 100–280 μm составляет 0.2%, что значительно чище по сравнению со значением 0.7–0.9% в существующих промышленных сортах бериллия. На рис. 3,*а* показана структура компактного материала после ГИП, иллюстрирующая зеренную структуру металла, а на рис. 3,*б* отражена дендритная структура зерен в виде блоков в компактном материале, сохраняющаяся в процессе прессования. Средний размер зерен компактных ГИП-образцов, как и исходных частиц порошка, находится в пределах 100–280 μm .

На рис. 4 приведены структуры бериллиевых образцов, подвергнутых пластической деформации. В результате экструзии материала в полосу вдоль направления приложенной нагрузки (см. рис. 1,*а*) зерна компактного бериллия деформируются, вытягиваясь до толщин 10–20 μm , большей частью не измельчаясь. При этом объем такого зерна соответствует его исходному объему (рис. 4,*а*).

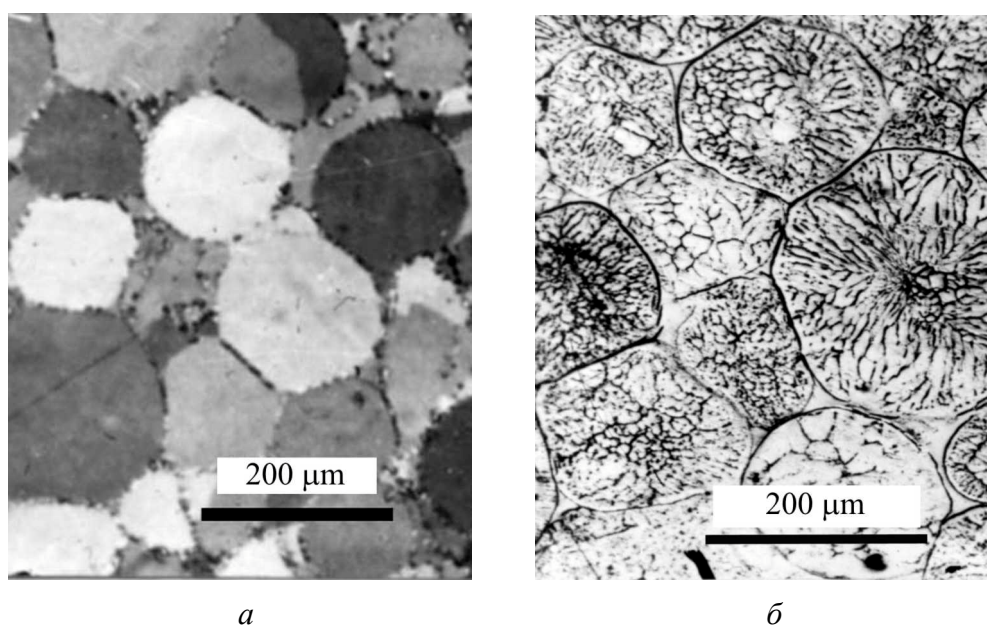


Рис. 3. Микроструктура компактной бериллиевой заготовки дистиллированного металла, спрессованного методом ГИП: *а* – зеренная структура компактного бериллия; *б* – дендритная структура зерен в виде блоков, сохраняющаяся в компактном материале после высокотемпературного прессования

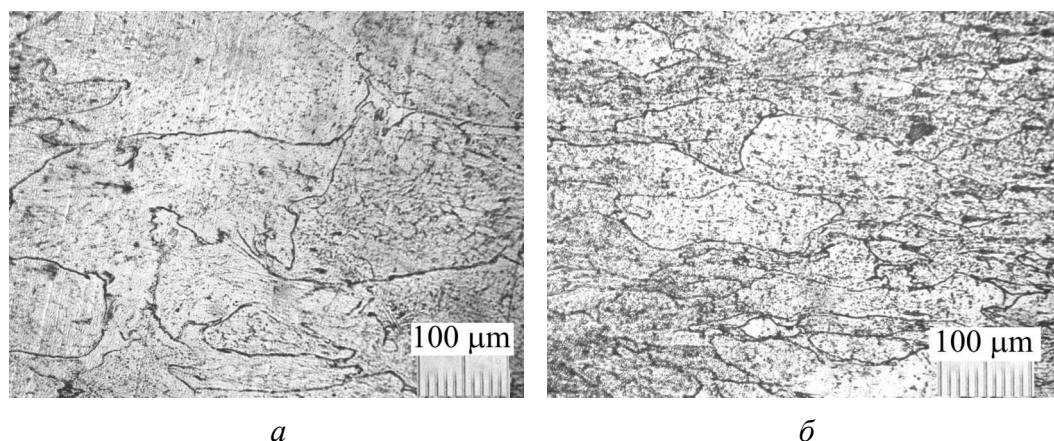


Рис. 4. Микроструктура деформированных образцов бериллия: *a* – экструзия вдоль направления приложенной нагрузки; *б* – экструзия под углом 90° к направлению приложенной нагрузки (ИПД)

В случае экструзии компактного материала по второй схеме (см. рис. 1,б) в условиях более интенсивной пластической деформации происходит дробление зерен с образованием более мелких. Практически структура представляет собой вытянутые вдоль направления деформации зерна. Кроме того, на поверхности шлифа (рис. 4) внутри отдельных зерен достаточно четко просматриваются следы блочной структуры с размерами блоков от 2 до 15 μm .

На рис. 5, I представлены электронно-микроскопические снимки структуры материала, экструдированного вдоль направления приложенной нагрузки до и после отжига, а на рис. 5, II – соответственно микроструктура материала, полученного в условиях экструзии под углом 90° к направлению приложенной нагрузки до (*a*) и после (*б*) отжига.

Как видно (рис. 5), в процессе деформации отдельные зерна разбиваются на блоки размером от 2 до 15 μm . Границы между ними не всегда четкие, а внутри отдельных блоков наблюдаются выделения дисперсных частиц, что связано со сравнительно высокой (950°C) температурой пластической деформации. По-видимому, в результате такой деформации в процессе постдеформационного охлаждения в материале проходят стадии возврата и полигонизации. Структура деформированного металла совершенствуется за счет перераспределения дислокаций с образованием субзерен, отделенных друг от друга дислокационными субграницами без заметного изменения ориентации кристаллов. В результате большая часть вытянутых вдоль направления деформации зерен состоит из полигонизированных субзерен. В отдельных зернах следы полигонизации отсутствуют или выражены слабо.

При этом в бериллии наблюдаются также некоторые структурные изменения (рис. 5, I, *a*). Так, границы зерен компактного металла, содержащие слой тонкой оксидной пленки, на начальной стадии разрушаются на отдельные фрагменты. В промежутках открываются чистые границы. Последующее охлаждение материала в область температур рекристаллизации сопровождается зарождением центров новых объединенных зерен и переходом от

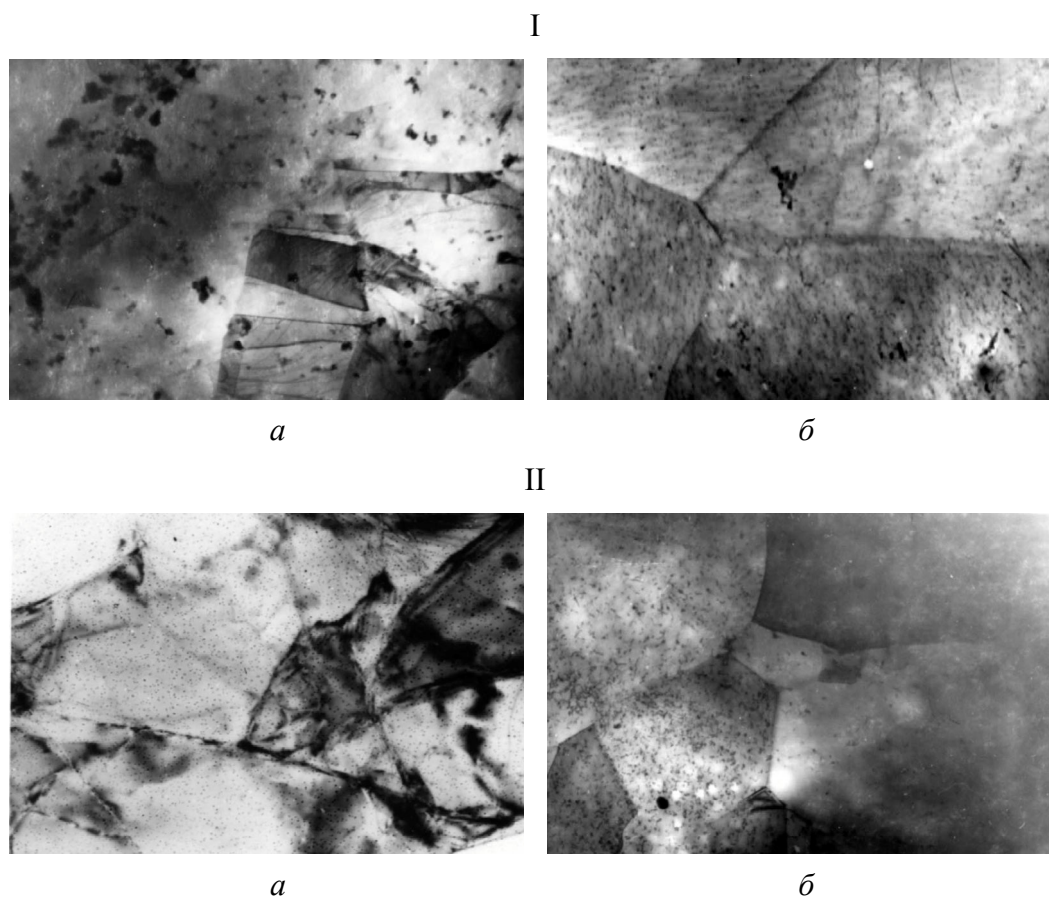


Рис. 5. Субструктура бериллия, экструдированного в полосу вдоль направления приложенной нагрузки (I) и под углом 90° к этому направлению (II): *a* – в исходном состоянии после ИПД; *б* – после отжига 750°C , 2 h; $\times 5000$

деформированной матрицы к структуре недеформированных зерен. Рассмотренный факт подтверждается результатом исследований методом микродифракции отдельных участков старой границы зерен образца, где произошел разрыв частичек оксида бериллия. Показано, что по месту разрыва границы образуются субзерна, имеющие сходную ориентацию.

Отжиг при температуре 750°C в течение 2 h приводит к коалесценции отдельных блоков с образованием субзерен, размер которых составляет от 2 до нескольких десятков микрон. Обозначаются границы между субзернами. Внутри последних наблюдается выпадение из твердого раствора дисперсных частиц (по-видимому, интерметаллида FeBe_{11}), на которых закреплены дислокации (рис. 5, I, II, б).

Обсуждение результатов

Благодаря сравнительным исследованиям структуры и механических свойств бериллиевых материалов, деформированных с помощью специального пресс-инструмента, представилась возможность увидеть различия и преимущества двух видов деформационных обработок металла. Интенсив-

ность деформации имеет существенные отличия: во втором случае изменение направления экструзии на угол 90° приводит к появлению сдвиговой компоненты. Этот процесс сопровождается активным измельчением структуры, а также ростом значений пределов прочности и текучести, что можно оценить как реализацию ИПД.

Следует отметить, что не все частицы порошкового бериллия в процессе деформации приобретают блочную структуру, а после отжига – субзеренную. Возможно, зерна, которые были ориентированы неблагоприятно для скольжения, не разбиваются на блоки, а только вытягиваются вдоль направления деформации. Зерна, ориентированные иначе, переориентируются с частичным дроблением на блоки и образованием при отжиге субзерен. В результате отжига интенсивно деформированных заготовок происходит рекристаллизация и существенно повышаются пластические свойства металла, что и наблюдается при температурах испытаний в области $300\text{--}400^\circ\text{C}$.

Плотность дислокаций внутри ячеек составляет 10^8 см^{-2} , что обычно характерно для отожженного состояния. По-видимому, в мелкозернистом металле границы зерен являются эффективным стоком для дислокаций.

Наличие сетки субграниц большой протяженности в интенсивно деформированном металле должно приводить к уходу примесей на границы и снижению их концентрации в матрице зерна. В результате этого ослабляется блокирующее влияние примесей на процессы перераспределения дислокаций, повышается их подвижность и облегчается уход в субграницы. Описанный механизм также должен способствовать снижению плотности дислокаций внутри субзерен. Различие в размере субзерен обуславливает в значительной мере и изменение механических свойств выдавленных полос.

Полученные результаты подтверждают, что оптимизацией режимов пластической деформации и термообработки с учетом состояния дислокационной субструктуры можно существенно повысить механические свойства металла.

Ранее показано [4,13], что характер распределения и тип дислокаций, их плотность и степень подвижности, а также роль дефектов кристаллического строения играют решающую роль в формировании зеренной структуры и механических свойств бериллия. Хотя строгая количественная взаимосвязь между состоянием субструктуры и физико-механическими свойствами бериллия не установлена, важно, что изменение субструктурного состояния металла вследствие пластической деформации и термообработки позволяет повышать его прочность и пластичность. Оптимальное сочетание прочностных и пластических свойств достигается путем образования в бериллии субзереной структуры с низкой плотностью дислокаций. Влияние примесей значительно снижается, если пластическая деформация проводится при температурах, которые обеспечивают переход примесей в твердый раствор.

Основной итог данной работы заключается в том, что, несмотря на предварительный характер исследований, показана перспективность использова-

ния методов ИПД применительно к бериллию. Они способствуют созданию особого субструктурного состояния, сопровождающегося повышением механических свойств и качества бериллиевых заготовок.

Выводы

1. Экструзией в полосу вдоль и поперек направления приложенной нагрузки получены заготовки из бериллия.

2. Изучена температурная зависимость механических свойств материала экструдированных заготовок в исходном состоянии и после рекристаллизационного отжига при температуре 750°C в течение 2 h. Показано, что применение ИПД повышает значения пределов прочности, текучести и относительного удлинения. Максимум относительного удлинения на температурной зависимости для материалов, подвергнутых ИПД, смещается в сторону более низких температур, что не свойственно существующим промышленным и экспериментальным сортам бериллия.

3. Исследования микротвердости на поверхности полос свидетельствуют об упрочнении материала на одной из сторон полосы, выдавленной под углом 90° к направлению приложенной нагрузки, которое исчезает после термообработки.

4. Изучено влияние направления экструзии на микроструктуру материала, показано, что экструзия под углом 90° к направлению приложенной нагрузки приводит к измельчению субструктуры.

1. R.Z. Valiev, *Nanostructured materials* **6**, 73 (1995).
2. *Ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation. A thematical issue*, R.Z. Valiev (ed.), *Ann. Chim. Fr.* (1996), 21, p. 369.
3. R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov, *Mater. Sci. Eng.* **A186**, 141 (1993).
4. И.И. Папиров, Г.Ф. Тихинский, *Пластическая деформация бериллия*, Атомиздат, Москва (1973).
5. И.А. Тараненко, Г.Ф. Тихинский, И.И. Папиров и др., в сб.: *Космические исследования на Украине*, Наукова думка, Киев (1976), вып. 9, с. 55–61.
6. И.И. Папиров, Г.Ф. Тихинский, *ФММ* **29**, 1057 (1970).
7. R.D. Field, K.T. Hartwig, C.T. Necker, J.F. Bingert, S.R. Agnew, *Metallurgical and Materials Transactions* **A33**, 965 (2002).
8. Л.А. Корниенко, А.А. Николаенко, И.А. Тараненко, *МиТОМ* № 4, 78 (1978).
9. И.А. Тараненко, Г.Ф. Тихинский, Л.А. Корниенко, А.А. Николаенко, И.И. Папиров, *ФММ* **29**, 619 (1970).
10. В.Е. Иванов, Г.Ф. Тихинский, И.И. Папиров, *ФММ* **47**, 420 (1979).
11. А.В. Бабун, И.М. Неклюдов, В.М. Ажажа, К.В. Ковтун, А.А. Васильев, Г.Г. Бобылев, *Техника машиностроения* № 2, 2 (2006).
12. И.С. Мирошниченко, *Закалка из жидкого состояния*, Металлургия, Москва (1982).
13. А.И. Лотков, А.А. Батулин, В.Н. Гришков, В.И. Копылов, *Физическая мезомеханика* **10**, № 3, 67 (2007).

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

ИНТЕНСИВНА ПЛАСТИЧНА ДЕФОРМАЦІЯ БЕРИЛІЮ: СТРУКТУРА ТА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ

Досліджено вплив інтенсивності пластичної деформації при екструзії берилію в смугу на механічні властивості і структуру матеріалу. Показано, що екструзія під кутом 90° до напрямку прикладеного навантаження призводить до підвищення значень меж міцності, текучості і відносного подовження в матеріалі. Визначено температурну залежність механічних властивостей матеріалу екструдованих заготовок у вихідному стані і після рекристалізаційного відпалу. Вивчено вплив напрямку екструзії на мікроструктуру матеріалу. Показано, що екструзія під кутом 90° до напрямку прикладеного навантаження призводить до подрібнення субструктури.

Ключові слова: берилій, пластична деформація, термообробка, механічні властивості, структура

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

SEVERE PLASTIC DEFORMATION OF BERYLLIUM: STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES

The influence of severe plastic deformation (SPD) at beryllium extrusion to a flat on mechanical properties and structure of the material has been studied. It is shown that the extrusion at an angle of 90° to the direction of applied load results in the increase of ultimate strength, tensile strength, and relative elongation values in the material. The temperature dependence of mechanical properties of billet material after extrusion and recrystallization annealing has been determined. It is shown that the extrusion at an angle of 90° to direction of load application results in substructure refinement.

Keywords: beryllium, plastic deformation, thermal treatment, mechanical properties, structure

Fig. 1. Schematic showing the plastic deformation of beryllium extruded to a 16×3.2 mm flat: *a* – along the direction of applied load; *b* – at an angle of 90° to direction of applied load

Fig. 2. Temperature dependence of mechanical properties of beryllium extruded along the direction of applied loads (I) and at an angle of 90° to that direction (II): *a* – initial as-deformed state; *b* – after annealing at $T = 750^\circ\text{C}$ for 2 h; ● – σ_b , ▲ – $\sigma_{0.2}$, ■ – δ

Fig. 3. Microstructure of compact beryllium billet of distilled metal compacted by HIP: *a* – grain structure of compacted beryllium; *b* – dendrite block structure of grains conserved after high-temperature pressing

Fig. 4. Microstructure of deformed beryllium samples: *a* – extrusion along direction of applied load; *b* – extrusion at an angle of 90° to direction of applied load

Fig. 5. Substructure of beryllium extruded to a flat along direction of applied load (I) and at an angle of 90° to that direction (II): *a* – in initial state after SPD; *b* – after annealing at 750°C for 2h; $\times 5000$