

Изменение свойств бериллия при старении

В. М. Ажажа, И. Г. Дьяков, И. И. Папиров, Г. Ф. Тихинский

Изучено изменение остаточного сопротивления и механических свойств металлокерамического бериллия в результате его старения при различных температурах. Показано, что ход зависимостей остаточного сопротивления и пластических характеристик бериллия от времени и температуры старения в общих чертах подобен. Путем термообработки горячепрессованного бериллия при оптимальном режиме, как и при старении других сортов бериллия, можно достичь значительного повышения его пластических свойств.

Пластичность бериллия в области «горячей» хрупкости при температурах 400—600° С может быть существенно улучшена в результате старения пересыщенного твердого раствора, образующегося при охлаждении металла после различных технологических обработок [1]. Для изучения кинетики процессов растворения избыточных фаз при гомогенизации и выделения этих фаз при старении перспективно использовать метод измерения остаточного сопротивления образцов [2]. Благодаря высокой чувствительности к структурным изменениям этот метод позволяет регистрировать начальные стадии процессов выделения как при обычных (~ 700° С), так и при пониженных (~ 400° С) температурах старения. С помощью измерения остаточного сопротивления показано, в частности, что эффективная температура старения зависит от чистоты металла, повышаясь с ростом количества примесей, и что даже металл максимальной чистоты (~ 99,96% Be) при соответствующей термообработке претерпевает старение. Эти обстоятельства следует учитывать при выборе режима старения, который необходимо изменять в зависимости от сорта металла.

Цель настоящей работы — установление эффективности влияния старения на механические свойства бериллия при повышенных температурах, а также взаимосвязи между механическими характеристиками состаренного бериллия и его остаточным электросопротивлением.

В качестве исходного металла был выбран горячепрессованный бериллий технической чистоты со следующим содержанием примесей (по данным спектрального и химического анализов):

Плотность металла равнялась 1,844 г/см³. Средний размер зерна в исходных образцах составлял около 60 мк. В качестве объекта исследования был выбран прессованный металл с относительно высоким содержанием примесей и крупным зерном, чтобы определить величину эффекта старения в наиболее неблагоприятных со структурной точки зрения условиях. Как известно, ранее изучалось старение лишь выдавленного мелкозернистого бериллия.

Механические свойства образцов определяли при испытаниях на растяжение на вакуумной машине конструкции Физико-технического института АН УССР при скорости нагружения 5 кг/мм² [3]. Плоские образцы вырезали из заготовок на электроэрозионном станке, шлифовали и полировали. Электрические и механические характеристики определяли на одних и тех же образцах. Относительное остаточное сопротивление образцов измеряли по описанной ранее методике [2].

Предел прочности исходных образцов при температурах 20 и 600° С составлял 23 и 13—13,5 кг/мм², а относительное удлинение 1 и 10,5% соответственно.

Перед старением образцы с целью растворения примесей и создания метастабильного состояния подвергали гомогенизирующей термообработке. Образцы нагревали до температуры 1100° С в безынерционной печи, выдерживали в течение 15 мин и затем быстро охлаждали до 800° С (скорость охлаждения 100° С/мин); скорость охлаждения в области температур 800—600° С составляла 20° С/мин, а от 600° С до комнатной температуры 5° С/мин. Указанный режим охлаждения определялся двумя факторами: необходимо свести к минимуму выделение избыточных фаз в процессе охлаждения и необходимо уменьшить внутренние напряжения, оказывающие существенное влияние на величину остаточного сопротивления. Первое достигалось быстрым охлаждением в области высоких температур, где скорость выделения значительна, второе — медленным охлаждением в

Fe	Al	Mn	Si	Cu	Ni	Cr	Mg	Ca	C	O	N
0,04	0,035	0,03	0,005	0,01	<0,002	0,004	<0,002	0,015	0,14	0,07	0,01

области температур ниже 600°C , где скорость выделения незначительна.

После измерения остаточного сопротивления гомогенизированных образцов осуществлялось их искусственное старение. На основании предварительно полученных характеристик старения [2] были выбраны следующие режимы: температура старения $700; 750; 800$ и 850°C , продолжительность выдержки $4; 40$ и 100 ч. Состаренные образцы после измерения остаточного сопротивления испытывали на растяжение при температурах 400 и 600°C .

Кривые изменения относительного удлинения $\Delta l/l$ и относительного остаточного сопротивления δ в зависимости от продолжительности старения при температуре 700°C показаны на рис. 1. Видно, что обе кривые имеют аналогичный характер. Уменьшение остаточного сопротивления в результате старения пропорционально росту относительного удлинения образцов. Это позволяет (в случае необходимости) пользоваться данными анализа остаточного сопротивления для характеристики пластических свойств состаренных образцов. Как следует из рис. 1, старение при 700°C в течение 100 ч не сопровождается полным выделением, поэтому дальнейшее увеличение продолжительности процесса должно привести к некоторому увеличению пластичности.

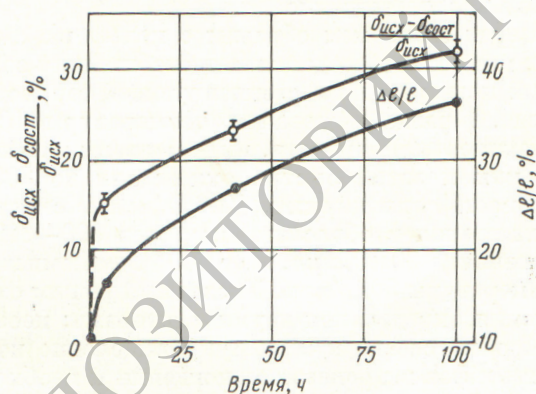


Рис. 1. Зависимости относительного электро-сопротивления и относительного удлинения $\Delta l/l$ при растяжении образцов от времени старения при 700°C .

На рис. 2 показаны кривые изменения относительных значений остаточного сопротивления δ , удлинения $\Delta l/l$ и сужения ψ состаренных образцов в зависимости от температуры термообработки. Продолжительность старения при температурах 700 и 750°C равна 40 ч, при температурах 800 и 850°C — 4 ч. Исследование

кинетики изменения остаточного сопротивления при различных температурах свидетельствует [2] о том, что указанные времена соответствуют одинаковой степени завершенности процесса выделения.

Зависимость относительного сужения от температуры построена по средним значениям, полученным в нескольких экспериментах, что связано со значительным разбросом экспериментальных данных. В связи с этим отметим, что

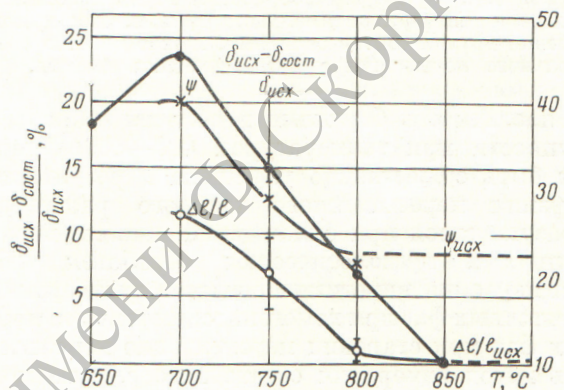


Рис. 2. Зависимости δ , $\Delta l/l$ и ψ образцов бериллия от температуры старения (механические испытания при 600°C).

высокой воспроизводимостью результатов при старении характеризуется лишь остаточное сопротивление образцов, которое является наиболее достоверной характеристикой состояния материала. Относительное удлинение и особенно относительное сужение изменяются от образца к образцу в значительных пределах, что, очевидно, обусловлено наличием поверхностных или внутренних дефектов макроскопического характера, мало влияющих на величину электросопротивления. Другими словами, остаточное сопротивление является характеристикой материала, тогда как относительное удлинение и сужение — характеристиками образцов.

Как видно из рис. 2, характер изменения всех трех рассматриваемых величин (δ , $\Delta l/l$ и ψ) в зависимости от температуры старения в общих чертах подобен. Термообработка бериллия при температуре выше оптимальной (700°C) ведет к снижению его пластических характеристик и одновременно к уменьшению относительного изменения остаточного сопротивления. Ниже 700°C процесс выделения протекает очень медленно, а при более высоких температурах уменьшается рафинирование твердого раствора. Для металла технической чистоты, содержащего различные примеси, можно ввести понятия

эффективной кривой растворимости, под которой понимается условная интегральная зависимость растворимости основных примесей от температуры. Поскольку каждая примесь в бериллии характеризуется своими конкретными параметрами растворимости, то эффективная кривая по существу представляет собой некоторую размытую область (полосу) растворимости. На величину остаточного сопротивления влияет именно этот эффективный процесс растворения. Анализ остаточного сопротивления образцов, состаренных в различных условиях, показывает, что в исследованном бериллии область эффективной растворимости лежит выше 850°C . Поскольку растворимость примесей в бериллии возрастает с увеличением температуры, то в соответствии с правилом рычага равновесная концентрация примесей в твердом растворе будет уменьшаться с понижением температуры старения, а количество выделившихся фаз будет при этом возрастать. Указанное обстоятельство ограничивает оптимальную температуру старения сверху. Нижним ее ограничением, как указывалось, является диффузионная подвижность. Поэтому, хотя старение ниже оптимальной температуры (700°C для

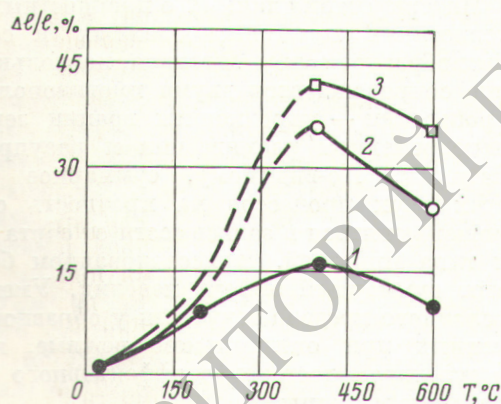


Рис. 3. Температурная зависимость относительного удлинения образцов: 1 — гомогенизированные; 2 — состаренные при 750°C в течение 40 ч; 3 — состаренные при 700°C в течение 100 ч.

исследованного бериллия) принципиально может привести к дальнейшему увеличению пластичности, время завершения процесса очень велико и неприемлемо с практической точки зрения. Возможно, что для уменьшения продолжительности старения следует проводить деформационную термообработку, поскольку диффузионная подвижность в напряженном материале существенно возрастает.

Влияние старения на свойства прессованного бериллия иллюстрируется рис. 3, на котором представлена зависимость относительного удлинения от температуры для гомогенизированных и состаренных (при 700°C в течение 100 ч и при 750°C в течение 40 ч) образцов. Отметим, что механические свойства исходных и гомогенизированных образцов практически одинаковы.



Рис. 4. Микрофотография места разрыва гомогенизированного образца; испытание при температуре 600°C ($\times 70$).

Из рис. 3 видно, что после старения высокотемпературная пластичность бериллия значительно возрастает. Старение сопровождается существенным изменением механизма пластической деформации при 600°C . В исходных и гомогенизированных образцах пластическая деформация за счет базисного и частично пирамидального скольжения локализована в узком участке вблизи места разрыва; разрушение происходит преимущественно по границам зерен (рис. 4). Старение при 700°C в течение 40 ч ведет к изменению характера разрушения — наблюдается образование шейки, волокнистый излом; линии скольжения имеются на значительном удалении от места разрыва; наблюдается сдвиг по двум системам плоскостей (100) и по базису (001) (рис. 5); образуются сбросы. В результате деформации зерна приобретают вытянутую вдоль оси растяжения форму (рис. 6). Однако металлографическое исследование состаренных образцов не дает никаких данных о структурных изменениях, обусловленных выделением новых фаз.

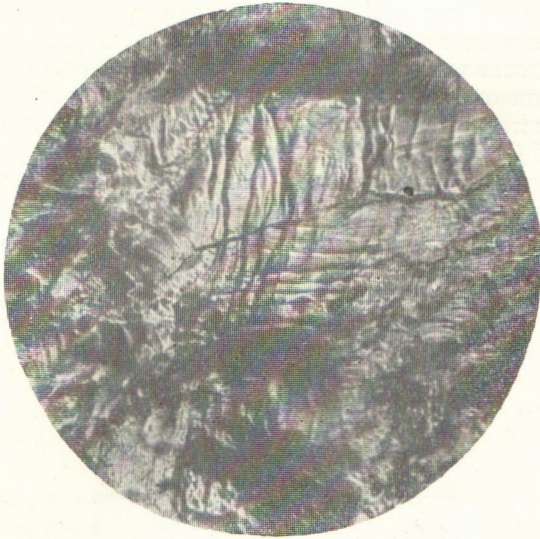


Рис. 5. Следы скольжения и сбросы в состаренном бериллии; старение при 700° С в течение 100 ч; испытание при температуре 600° С (×200).



Рис. 6. Микрофотография места разрыва состаренного образца; старение при 700° С в течение 40 ч; испытание при температуре 600° С (×70).

Отметим, что после старения, несмотря на общий рост пластичности, минимум на кривых $\frac{\Delta l}{l} = f(T)$ полностью не исчезает. Если бы охрупчивание бериллия в области температур

400—600° С вызывалось исключительно дисперсионным твердением, то после завершения старения относительное удлинение при 600° С не было бы ниже, чем при 400° С. Следовательно, спад пластичности у состаренных образцов при увеличении температуры от 400 до 600° С объясняется либо незавершенностью процесса выделения и его продолжением при высокотемпературной деформации, либо наличием другого механизма уменьшения пластичности. Маловероятно, что таким механизмом является возникновение жидкой фазы на границах зерен [1], так как содержание алюминия и кремния, образующих такую фазу, в исходном металле невелико и сравнимо с содержанием железа.

Предел прочности состаренных образцов при температурах 400 и 600° С равен 16—17 и 13—14 кг/мм², что в пределах разброса экспериментальных значений соответствует данным для исходного или гомогенизированного бериллия. Лишь после старения при 800—850° С предел прочности при 600° С уменьшается до 11,4—11,8 кг/мм². Условный предел текучести $\sigma_{0,2}$ у исследованных образцов находится в области 8,5—9,5 кг/мм² и лишь после старения при 700° С в течение 100 ч падает до 7,8 кг/мм².

Интерпретация данных о прочностных характеристиках гомогенизированных и состаренных образцов затруднительна, поскольку старение сопровождается двумя противоположными процессами — упрочнением границ зерен при одновременном размягчении и разупрочнении матрицы. По-видимому, суммарное влияние этих двух процессов на прочность образцов может меняться в зависимости от сорта металла и типа примесей. В исследованном бериллии этот суммарный эффект невелик. Уменьшение условного предела текучести у образцов, состаренных при оптимальном режиме, является результатом достаточно эффективного рафинирования матрицы.

Дальнейшие исследования старения бериллия, очевидно, следует направить на определение влияния отдельных добавок на свойства металла с минимальным содержанием других примесей и на изучение деформационного старения.

Поступила в Редакцию 25/VIII 1964 г.
В окончательной редакции 28/XII 1964 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. И. И. Папилов. «Атомная энергия», 19, 144 (1965).
2. И. Г. Дьяков, И. И. Папилов, Г. Ф. Тихинский. «Физика металлов и металловед.», 19, 848 (1965).
3. В. М. Ажажа, И. М. Борушко, «Заводская лаборатория», № 1, 92 (1961).