

УДК 569.725.539.372

РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ БЕРИЛЛИЯ

И.И. Папиров, П.И. Стоев, А.А. Николаенко

ИНЦ «Харьковский физико-технический институт», Украина, 61108, Академическая, 1

Поступила в редакцию 2 апреля 2008г.

Изучена рекристаллизация высокочистого бериллия 99,9% деформированного различными методами во взаимосвязи с особенностями эволюции развития структуры в процессе отжига. Определены энергетические параметры и средние скорости роста зерна на стадиях первичной и собирательной рекристаллизации. Установлено, что на скорость роста зерен в деформированном бериллии при рекристаллизации большое влияние оказывает совершенство образующейся ячеистой структуры и количество дефектов, которое вводится в материал в процессе его предварительной деформационной обработки.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: бериллий, прокатка бериллия, гидроэкструзия бериллия, выдавливание бериллия, бериллиевая проволока, ультрамелкое зерно, скорость роста зерен, энергия активации рекристаллизации.

Современная техника предъявляет высокие требования к уровню свойств материалов, а также к качеству и надежности изготавливаемых из них конструкций. Рекристаллизация является одним из основных технологических процессов, с помощью которого воздействуют на структуру металлов и тем самым формируют необходимый уровень механических, физических и иных свойств.

Общие закономерности и результаты экспериментальных исследований процессов, происходящих при отжиге наклепанных материалов, подробно рассмотрены в работах [1-3].

Изучение особенностей процессов, которые происходят при отжиге деформированного бериллия проведено в работах [4-9]. Используя прямые и косвенные методы исследований, авторы этих работ изучали особенности рекристаллизации литого и металлокерамического бериллия технической чистоты. Основное внимание исследователей было направлено на определение температуры, при которых проходят процессы рекристаллизации и влияние различных факторов на кинетику этих процессов. Так, Гаск с соавторами [10], исследуя структурные изменения, происходящие в выдавленном бериллии технической чистоты в процессе отжига после предварительной деформации сжатием, нашли, что восстановление структуры металла, предварительно наклепанного при относительно низких температурах (100 и 200°C), происходит при температурах отжига 650-725°C. Проводя отжиги при температуре до 700°C, Пинто [6] не удалось обнаружить признаков рекристаллизации в прессованных брикетах из порошкового бериллия. Смигельскэз и Баррет [11] показали, что в поликристаллическом бериллии рекристаллизация начинается при температуре 700°C. В работе [12] установлено, что рекристаллизация деформированного бериллия происходит в интервале температур 775-805°C (при выдержке 30 мин). При увеличении продолжительности отжига рекристаллизации бериллия происходит в интервале температур 750-785°C. Тэлл и Ньюкомб [13] нашли, что при выдержке один час температура рекристаллизации порошкового бериллия технической чистоты равна 830°C.

Из приведенных данных видно, что абсолютные значения температуры рекристаллизации бериллия, у этих авторов, сильно различаются. Такой же большой разброс экспериментальных результатов наблюдается и при определении энергетических характеристик процесса рекристаллизации.

Так, в работе [8] установлено, что энергия активации первичной рекристаллизации выдавленного бериллия технической чистоты составляет 15 ккал/моль, а роста зерен – 40 ккал/моль.

Изучая рекристаллизацию дистиллированного бериллия, прокатанного на 30% с последующим отжигом при 700°C в течение 15 часов, авторы работы [4] определили энергии активации процессов первичной и собирательной рекристаллизации: 21 ± 3 и 34 ± 4 ккал/моль соответственно. Для литого прокатанного бериллия энергия активации первичной рекристаллизации равняется 46 ккал/моль, а собирательной – 51 ккал/моль.

Изучая микроструктуру деформированного и затем термически обработанного бериллия, авторы [14] установили характерные участки, в которых наблюдались новые зерна. Чаще всего эти участки располагаются у краев полос сброса, внутри двойников, деформированных уже после их образования, вдоль границ зерен, в углах зерен, вблизи включений, у краев полигонизованных областей, в некоторых местах внутри зерен, где происходит интенсивное сбросообразование.

Чистота металла и степень деформации оказывают существенное влияние на процессы рекристаллизации бериллия. Рекристаллизация может способствовать перемещению слишком больших количеств примесей на поверхность рекристаллизованных зерен, что может оказывать большое влияние на скорость продвижения границы зерен и влиять на их окончательную величину. Уменьшение количества примесей (при прочих равных условиях) приводит к снижению температуры рекристаллизации у чистого бериллия на 100-150 градусов по сравнению с металлом технической чистоты. Поэтому естественным продолжением этих работ стало

исследование процессов рекристаллизации высокочистых бериллиевых материалов. В ННЦ ХФТИ были получены слитки бериллия чистотой 99,995%. Для измельчения исходной литой структуры слитки подвергали различным видам деформационной обработки. Результаты влияния режимов рекристаллизационной термообработки на формирование в высокочистом деформированном бериллии высокого уровня механических свойств приведены в работах [15-18].

Анализ литературных данных по изучению рекристаллизации бериллия показал, что количество имеющейся информации ограничено и исследования проведены не систематично.

Целью данной работы явилось комплексное изучение кинетики рекристаллизации деформированного высокочистого бериллия во взаимосвязи с особенностями эволюции развития структуры и оценка энергетических параметров процессов рекристаллизации.

Следует обратить особое внимание на то, что для каждого вида деформации особенности процесса рекристаллизации и изменения структуры изучали на одних и тех же образцах.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом для исследования рекристаллизации служил литой бериллий высокой чистоты, который подвергали различной механико-термической обработке: прокатке, гидроэкструзии, волочению и программной механико-термической обработке.

Для изготовления образцов при изучении процессов рекристаллизации прокатанного бериллия использовали слитки чистотой 99,9 – 99,95%, которые получали путем литья дистиллированного металла в вакууме. Для разрушения крупнокристаллической литой структуры слитки помещали в стальные обоймы и подвергали осадке в разных направлениях при температурах 900-1000°C. После такой обработки заготовка имела равноосное зерно диаметром 200-300 мкм. Для дальнейшего измельчения зерна образцы прокатывали при температурах 400, 600 и 800°C со степенью обжатия 88%. Следующим этапом обработки был рекристаллизационный отжиг образцов при температурах от 750 до 1000°C в течение от 1 минуты до 24 часов.

Для получения образцов при изучении рекристаллизации гидроэкструдированного бериллия, отлитые в вакууме слитки дистиллированного бериллия чистотой 99,9 – 99,95% подвергали экструзии со степенями деформации 40, 82 и 92% при 350°C. Полученные заготовки имели форму прутков диаметром 7 мм. Из прутков электроэрозионным способом вырезали образцы вдоль и поперек оси выдавливания. Рекристаллизационный отжиг проводили при температурах 700 – 900°C и временах от 15 минут до 10 часов.

Изучение рекристаллизации ультрамелкозернистого бериллия (УМЗ) чистотой 99,9 – 99,95% проводили на образцах, которые получали после комбинированной программной деформации слитков. Для этого, цилиндрические слитки чистого бериллия подвергали обработке давлением, которая состояла из многократного чередования выдавливания и осадки до исходного размера заготовки при постепенно понижающейся температуре деформации начиная с 850°C. Продолжительность отжига образцов при температуре 700 – 1000°C изменялась от 0,5 минут до 100 часов.

Образцами для изучения рекристаллизации бериллия после волочения служила бериллиевая проволока диаметром 0,4 мм, которую получали волочением из мелкозернистого слитка чистотой 99,98% с суммарной вытяжкой 1400:1. Рекристаллизационный отжиг проводили при температурах 600 – 900°C и продолжительностью от 0,25 минут до 10 часов.

После отжигов все образцы бериллия подвергали механической шлифовке, химической и электрохимической полировке.

Структуру деформированного и отожженного металла исследовали методами оптической и электронной микроскопии. В последнем случае для получения тонких фольг образцы утоняли путем химического, а затем электрохимического травления. Средний размер зерна определяли на шлифах по методу секущей линии на микроскопе МИМ-7 в поляризованном свете.

Методика изучения и обработки результатов исследования процессов рекристаллизации описаны в работах [1-3].

В данной работе рекристаллизацию в образцах бериллия изучали по изменению среднего размера зерен в зависимости от продолжительности изотермических отжигов. По результатам металлографических измерений строили зависимости средних размеров зерен D_{cp} от продолжительности отжига t . Затем для определения количества стадий процесса рекристаллизации и их временных границ эту зависимость представляли в координатах $\lg D_{cp} - \lg t$. На кривых такой зависимости выделяли ветви, которые имеют различный наклон к оси абсцисс. Эти ветви характеризуют скорость роста зерен на разных стадиях рекристаллизации. Средние значения скорости роста зерна на различных этапах процесса определяли как

$$G = dD_{cp}/dt. \quad (1)$$

Для изучения влияния температуры отжига на кинетику процесса рекристаллизации строили зависимости скорости роста зерен на стадии первичной (G_{pn}) и собирательной (G_{pc}) рекристаллизации от $T_{от}$ и определяли величины dG_{pn}/dT и dG_{pc}/dT .

Обычно рекристаллизационная способность (или склонность к рекристаллизации) оценивается по температурным порогам начала и конца рекристаллизации [3]. Однако из-за экспериментальных трудностей,

очень часто [19,20] склонность металла к рекристаллизации оценивают по эффективной энергии активации рекристаллизации $Q^{\text{эфф}}$, которая характеризует температурную зависимость скорости рекристаллизации.

Так как инкубационный период рекристаллизации установить трудно из-за малой его величины, энергию активации первичной рекристаллизации определяли по моменту ее окончания, который, в свою очередь, определялся по излому кинетических кривых и металлографически.

Значение эффективной энергии активации первичной рекристаллизации $Q_{\text{рп}}^{\text{эфф}}$ определяли из экспоненциальной зависимости времени конца рекристаллизации τ от температуры T

$$\tau = \tau_0 \exp(Q_{\text{рп}}^{\text{эфф}}/RT), \quad (2)$$

где τ – время окончания первичной рекристаллизации; τ_0 – постоянная; R – универсальная газовая постоянная; T – температура в К.

Для этого строили зависимость времени окончания первичной рекристаллизации от величины температуры проводимых изотермических отжигов в координатах $\ln \tau - 1/T_{\text{от}}$. По углу наклона линии графика к оси абсцисс определяли величину $Q_{\text{рп}}^{\text{эфф}}$.

При определении эффективной энергии активации роста зерен (собирающей рекристаллизации) исходили из того, что эмпирическая зависимость изменения среднего размера зерна $D_{\text{ср}}$ от длительности отжига удовлетворительно описывается уравнением

$$D = C \tau^n, \quad (3)$$

где C и n – параметры, не зависящие от времени, n – для чистых металлов близко к 0,5, но в большинстве случаев $n < 0,5$ [21].

Кинетика собирающей рекристаллизации имеет резко выраженную температурную зависимость. Для одинаковой степени деформации зависимость скорости роста зерен ($G_{\text{рс}}$) от температуры описывается выражением

$$G_{\text{рс}} = G_0 \exp(Q_{\text{рс}}^{\text{эфф}}/RT), \quad (4)$$

где G_0 – постоянная; $Q_{\text{рс}}^{\text{эфф}}$ – эффективная энергия активации роста зерен (собирающей рекристаллизации). С другой стороны, скорость роста равна:

$$G = dD/d\tau. \quad (5)$$

Из уравнений (3) (4) и (5) получается следующее выражение для определения значения эффективной энергии активации роста зерна:

$$\lg \tau = \lg G_0 - 0,434 [Q_{\text{рс}}^{\text{эфф}} / (n-1) R T], \quad (6)$$

где τ – время роста зерна, $\lg G_0$ и n – постоянные.

ЭКСПЕРИМЕНАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 1а,б,в, рис. 2а,б,в, рис. 3а и рис. 4а представлены зависимости изменения среднего размера зерна от времени изотермического отжига при температурах 600 – 1000°C для:

- прокатанного бериллия при 400, 600 и 800°C (рис. 1а, 1б и 1в соответственно);
- гидроэкструдированного бериллия со степенью деформации 40, 82, 92% (рис. 2а, 2б и 2в);
- ультрамелкозернистого бериллия (рис. 3а);
- бериллиевой проволоки (рис. 4а).

Из этих рисунков видно, что характер увеличения размера зерна и его средний размер для каждой деформационной обработки и режима отжига имеет свои специфические особенности.

Так для ультрамелкозернистого бериллия эта особенность проявляется в росте более крупного зерна (для одинаковой температуры и продолжительности рекристаллизационного отжига), по сравнению с материалами, которые прошли иную деформационную обработку. Это, вероятно, вызвано с тем, что в процессе предварительной деформации протекает динамическая рекристаллизация и у исходных образцов, которые затем подвергаются отжигу, уже имеется значительное количество рекристаллизованных зерен со средним размером 1-3 мкм.

Процессы первичной рекристаллизации у образцов ультрамелкозернистого бериллия практически отсутствуют и поэтому полученные экспериментальные результаты описывают только процессы собирающей рекристаллизации.

Из рисунков также видно, что повышение температуры рекристаллизационного отжига приводит к увеличению скорости роста зерна.

Данные, приведенные на рис. 1-4, позволили рассчитать скорости роста зерен у исследованных материалов при всех режимах термической обработки.

Выполненные в работе расчеты показали, что средняя скорость роста зерен на стадии первичной и собирающей рекристаллизации линейно зависит от температуры отжига и увеличивается на порядок при росте температуры на 100°C. Анализ этих данных показал, что сохраняется максимальной скоростью процесса роста у образцов из проволоки на стадии первичной (ПР) и собирающей рекристаллизации (СР) при температурах 700-800°C и у образцов УМЗ при температуре выше 900°C. Увеличение степени деформации у

гидроэкструдированных образцов бериллия и температуры прокатки у прокатанного бериллия приводит к снижению скорости процесса как на стадии ПР, так и при СР.

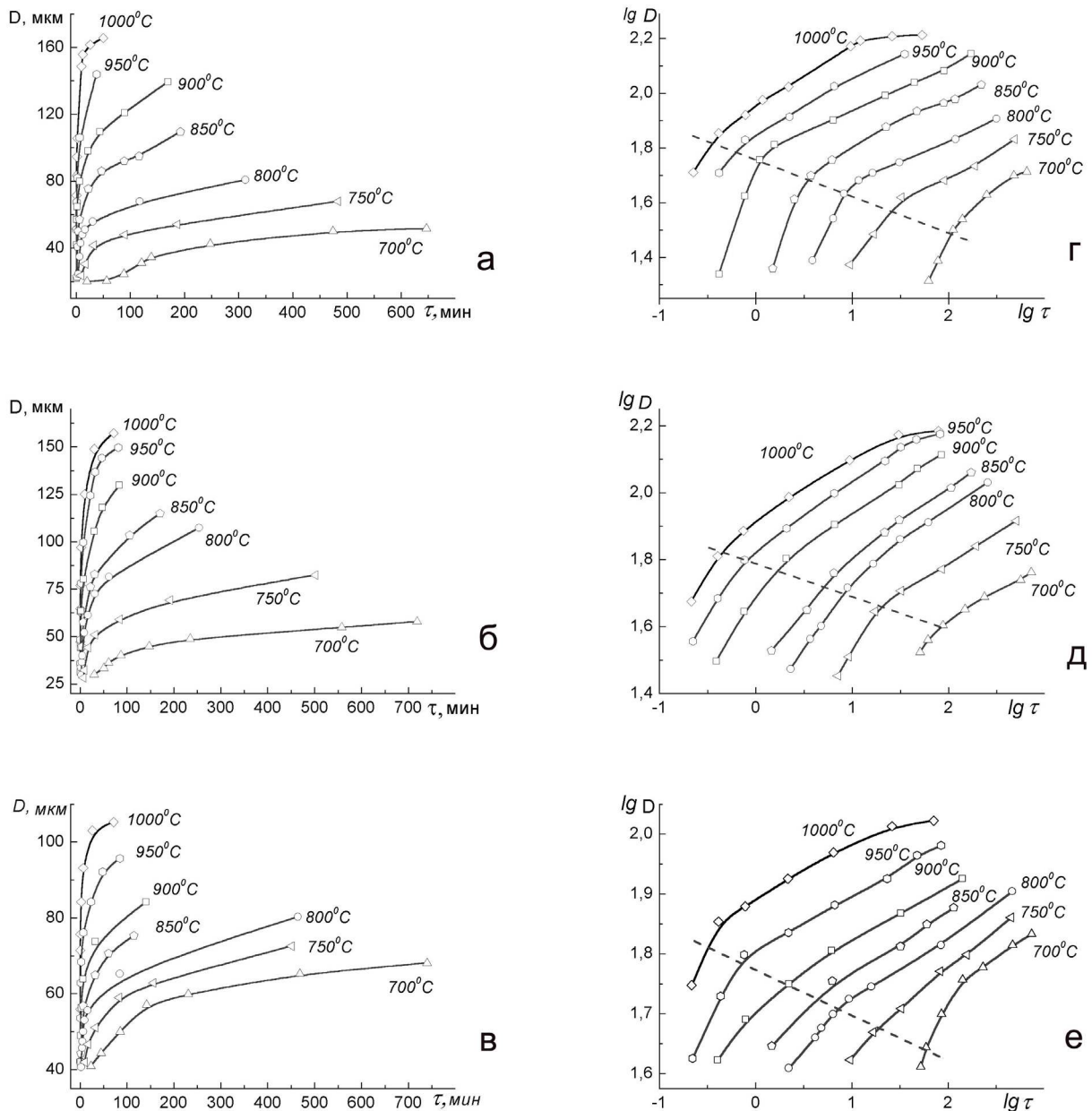


Рис. 1. Зависимость размера зерна от продолжительности отжига при разных температурах в обычных и логарифмических координатах для бериллия прокатанного при 400°C (а, г); 600°C (б, д) и 800°C (в, е)

На рис. 1г,д,е, рис. 2г,д,е, рис. 3б и рис. 4б зависимости среднего размера зерна от времени изотермического отжига построены в логарифмических координатах. Из этих рисунков видно, что зависимость $\lg D_{\text{ср}} - \lg \tau$ состоит из двух ветвей, которые характеризуют разные скорости роста зерен при отжиге бериллия. Более высокие скорости наблюдаются на начальных этапах отжига и соответствуют стадии первичной рекристаллизации, более низкие скорости наблюдаются на стадии собирательной рекристаллизации. Для образцов УМЗ бериллия (рис. 3б) экспериментальные точки ложатся на прямую линию и зависимость $\lg D_{\text{ср}} - \lg \tau$ не имеет изломов, то есть имеет одну ветвь, которая описывает процессы собирательной стадии рекристаллизации.

Прямолинейный ход зависимости $\lg D_{\text{ср}} - \lg \tau$ для всех испытанных материалов показывает, что изменение среднего размера зерна от продолжительности отжига на стадии собирательной рекристаллизации описывается уравнением (3) и позволяет определить параметр n . Были определены значения n для всех испытанных

матеріалів. Аналіз отриманих результатів показав, що у більшості зразків величина n приблизно однакова і росте з підвищенням температури отжига (середня величина n рівна $\sim 0,2-0,21$ при 700 і $0,25$ при 900°C). Так, при температурі 700°C значення n декількома вище у зразків із проволочки, а при підвищенні температури отжига більш високі значення n характерні для УМЗ. Обрачає на себе увагу тенденція збереження при всіх температурах отжига мінімальних значень n у прокатаних зразках берилія при 800°C .

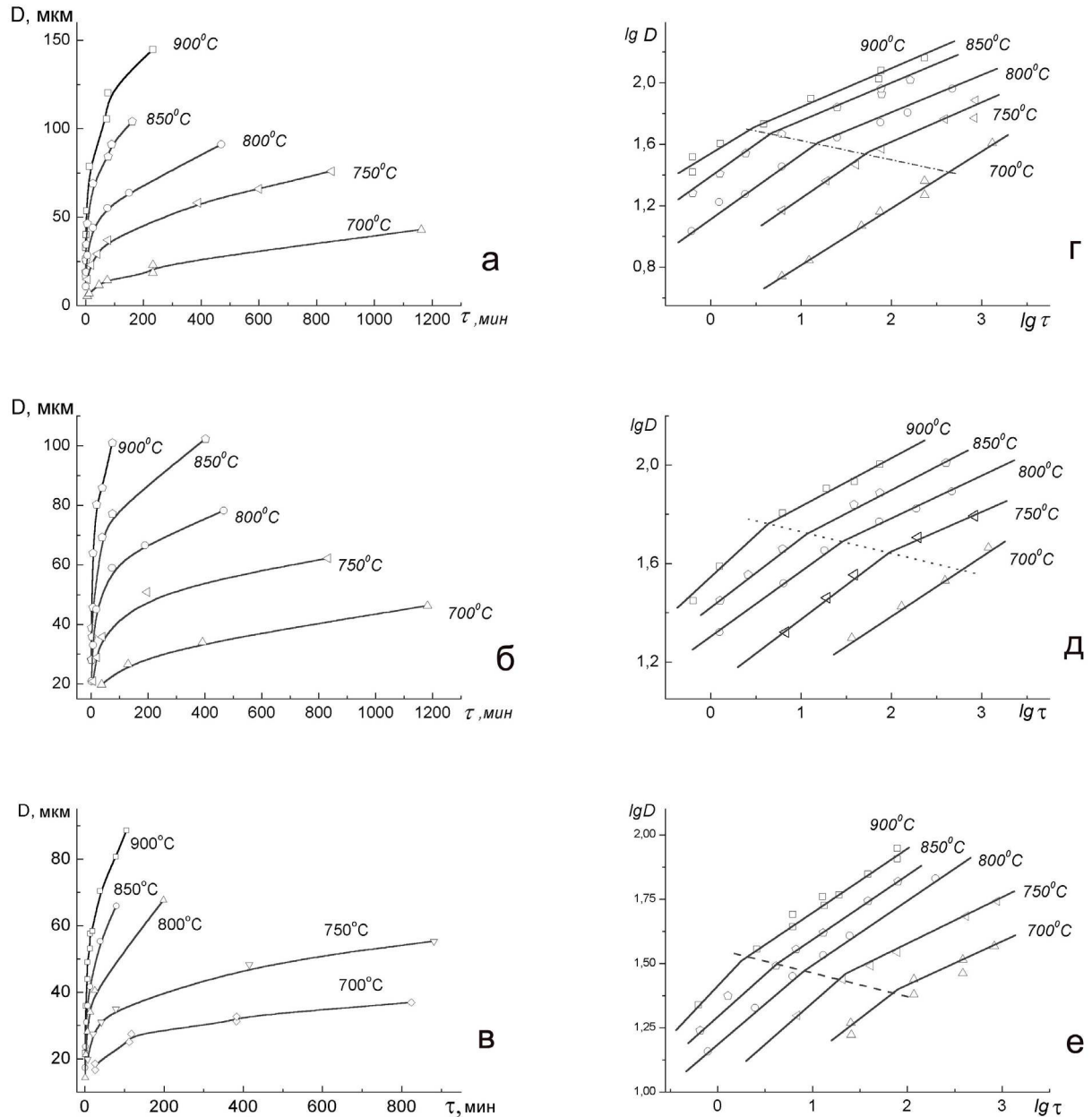


Рис. 2. Зависимость размера зерна от продолжительности отжига при разных температурах в обычных и логарифмических координатах для гидроэкструдированного бериллия со степенью деформации 40% (а, г); 82% (б, д) и 92% (в, е).

Для определения энергии активации на стадии первичной рекристаллизации строили зависимости времени окончания процесса (в логарифмических координатах) от обратной величины температуры отжига. Характерная зависимость $\ln t - 1/T$ для гидроэкструдированного бериллия приведена на рис. 5. Видно, что экспериментальные точки хорошо укладываются на прямую линию. Следовательно, процесс термической активации первичной рекристаллизации описывается логарифмической зависимостью (2).

Вычисленные по формуле (2) эффективные энергии активации первичной рекристаллизации $Q_{\text{рп}}^{\text{эфф}}$ бериллия после различных видов деформации приведены на рис. 6а.

Энергию активации собирательной рекристаллизации (роста зерен) $Q_{\text{рс}}^{\text{эфф}}$ рассчитывали из соотношения

$$Q = \frac{(n-1)R(\lg \tau_1 - \lg \tau_2)}{0,434\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}\right)}, \quad (7)$$

которое получали из уравнения (6). Для расчета параметры τ_1 и τ_2 – время отжига при температурах T_1 и T_2 выбирались для одинакового размера зерна $D_{ср}$.

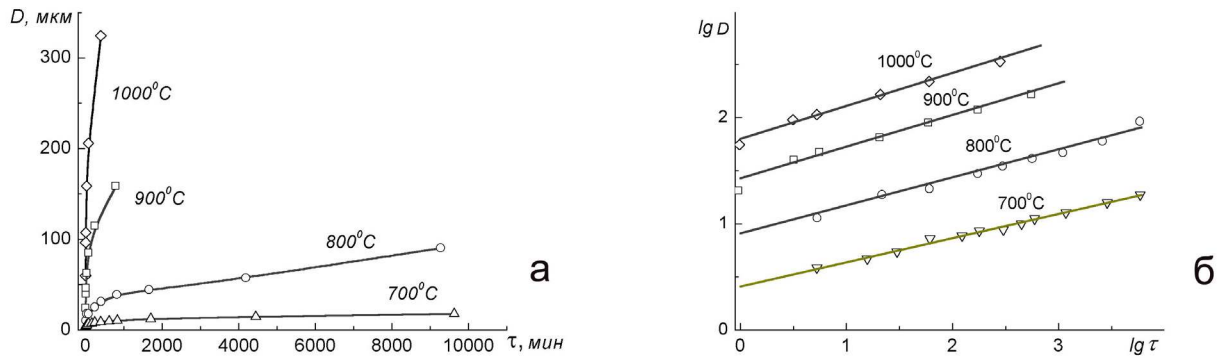


Рис. 3. Зависимость размера зерна от продолжительности отжига при температурах 700 – 1000°С для образцов ультрамелкозернистого бериллия в обычных (а) и логарифмических (б) координатах

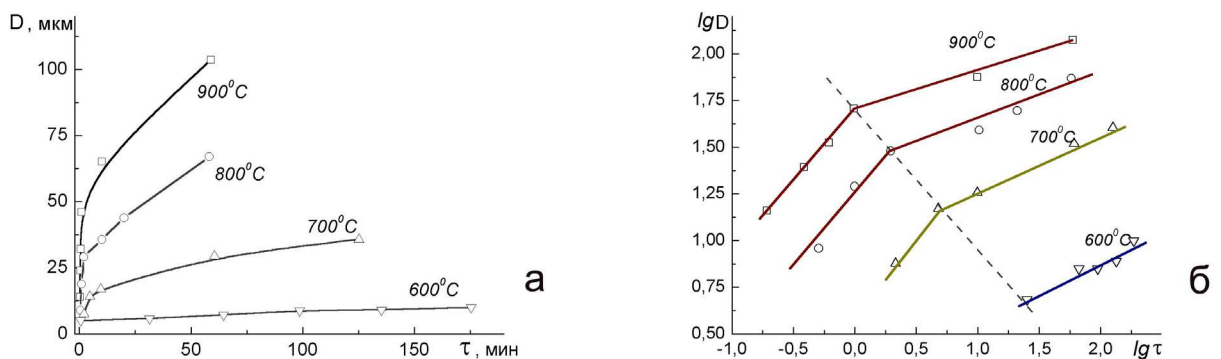


Рис. 4. Зависимость размера зерна от продолжительности отжига при температурах 600 – 900°С для проволоки бериллия в обычных (а) и логарифмических (б) координатах

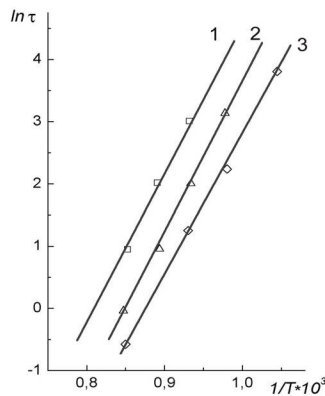


Рис. 5. Зависимость времени окончания первичной рекристаллизации от температуры изотермического отжига для бериллия, гидроэктудированного с различными степенями деформации: 1 – 40%; 2 – 82%; 3 – 92%

Вычисленные по формуле (7) эффективные энергии активации собирательной рекристаллизации $Q_{pc}^{эфф}$

исследованных образцов бериллия приведены на рис. 6б. Из рис. 6 видно, что энергия активации собирательной рекристаллизации приблизительно одинакова для всех деформированных образцов бериллия и составляет 53 ± 3 ккал/моль. На стадии первичной рекристаллизации абсолютные величины энергии активации деформированного бериллия несколько ниже и равны 48 ± 3 ккал/моль. Исключение составляет образцы проволоки бериллия, полученной волочением, у которых значение $Q_{\text{рп}}^{\text{эфф}}$ ниже, более чем в 2 раза.

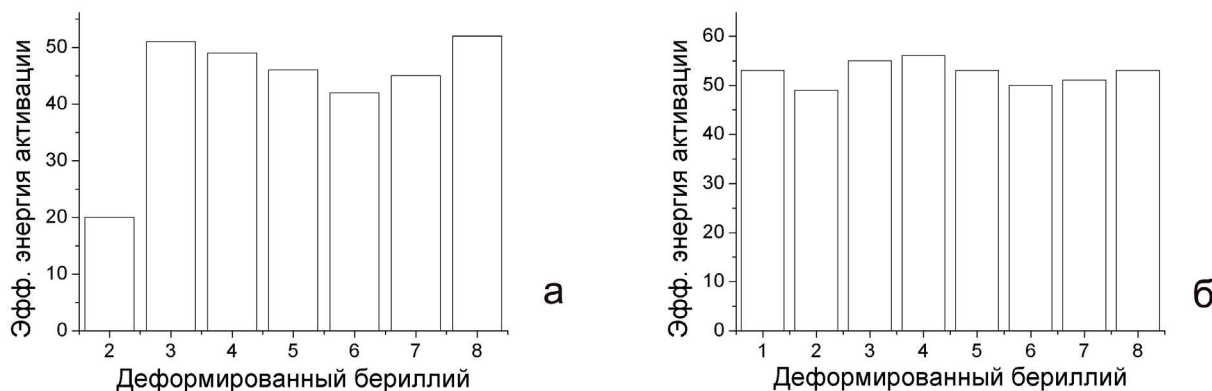


Рис. 6. Эффективная энергия активации на стадии первичной (а) и собирательной (б) рекристаллизации для образцов: 1 – ультрамелкозернистого Be; 2 – проволоки Be; гидроэкструдированного Be на 40%; 4 – на 82%; 5 – на 92%; 6 – прокатанного Be при 400°C ; 7 – при 600°C ; 8 – при 800°C

Для понимания особенностей процесса рекристаллизации было проведено электронно-микроскопическое изучение структуры образцов бериллия, прошедших различную деформационную обработку.

ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ

Структура деформированного и отожженного бериллия после разных видов обработки давлением представлена на рис. 7-12 (прокатка, выдавливание, гидроэкструзия, проволока, УМЗ). Из рисунков видно, что в исходном после деформации состоянии структура определяется: видом деформации, ее температурой и степенью. Тенденции здесь таковы:

1. После всех видов обработки давлением формируется ячеистая структура с малым размером ячеек (1-3 мкм) и высокой плотностью дислокаций внутри них (10^9 - 10^{11} см $^{-2}$).
2. Чем ниже температура деформации, тем выше плотность дислокаций в зерне и в области границ блоков (так, например, при температуре прокатки 500°C плотность дислокаций составляет $6,8 \cdot 10^9$, а при 800°C – $1,7 \cdot 10^9$ см $^{-2}$) (см. рис. 7а, г, рис. 8а).
3. Размер и форма образующихся после деформации ячеек определяются видом обработки давлением ее степенью и температурой.
4. При всех видах деформации, кроме гидроэкструзии и волочения проволоки, ячейки приблизительно изотропны по форме (размер ячеек 1-3 мкм). Неоднородность формы ячеек и плотность дислокаций внутри них явно растет при переходе от прокатки и выдавливания к гидроэкструзии, волочению проволоки и УМЗ (рис. 7г, 11а). Максимальная плотность дислокаций при этом может достигать 10^{11} см $^{-2}$ (рис. 12а).
5. С увеличением степени деформации при гидроэкструзии с 40 до 92% происходит явно выраженный процесс очищения ячеек от дислокаций и формирования более ярко выраженной ячеистой структуры с размером ячеек ~ 1 мкм (рис. 10а и 10б).
6. После выдавливания и особенно волочения бериллиевой проволоки (рис. 9а, 11а) ячеистая структура имеет тенденцию вытягиваться в направлении деформации, так что размер ячеек в направлении деформации на один-два порядка больше, чем в поперечном направлении. Из анализа полученных электронно-микроскопических снимков гидроэкструдированных образцов бериллия следует, что плотность дислокаций в ячейках после деформации и у выдавленных образцов и проволоки также будет уменьшаться по мере увеличения степени деформации и лучшего формирования ячеистой структуры.
7. Обращаем внимание, что образование ячеистой структуры с малым размером ячеек после деформации бериллия, не сопровождается улучшением пластических характеристик, но ведет к значительному упрочнению материала.

Что касается структуры исследованных материалов после различных отжигов, то рассмотрим ее отдельно для каждого вида деформационной обработки.

Прокатка. Отжиг прокатанного материала, естественно, сопровождается ростом зерен и упорядочением дислокационной структуры (рис. 7б,в и 8б,в). Анализ электронномикроскопических снимков отожженных прокатанных материалов позволяет сделать такие выводы:

– с повышением температуры прокатки от 500 до 800°C начальная стадия формирования зерен происходит уже на стадии деформации: при прокатке при 800°C зерна уже частично сформированы, но имеют широкие границы с плотностью дислокаций до 10^{12} см⁻².

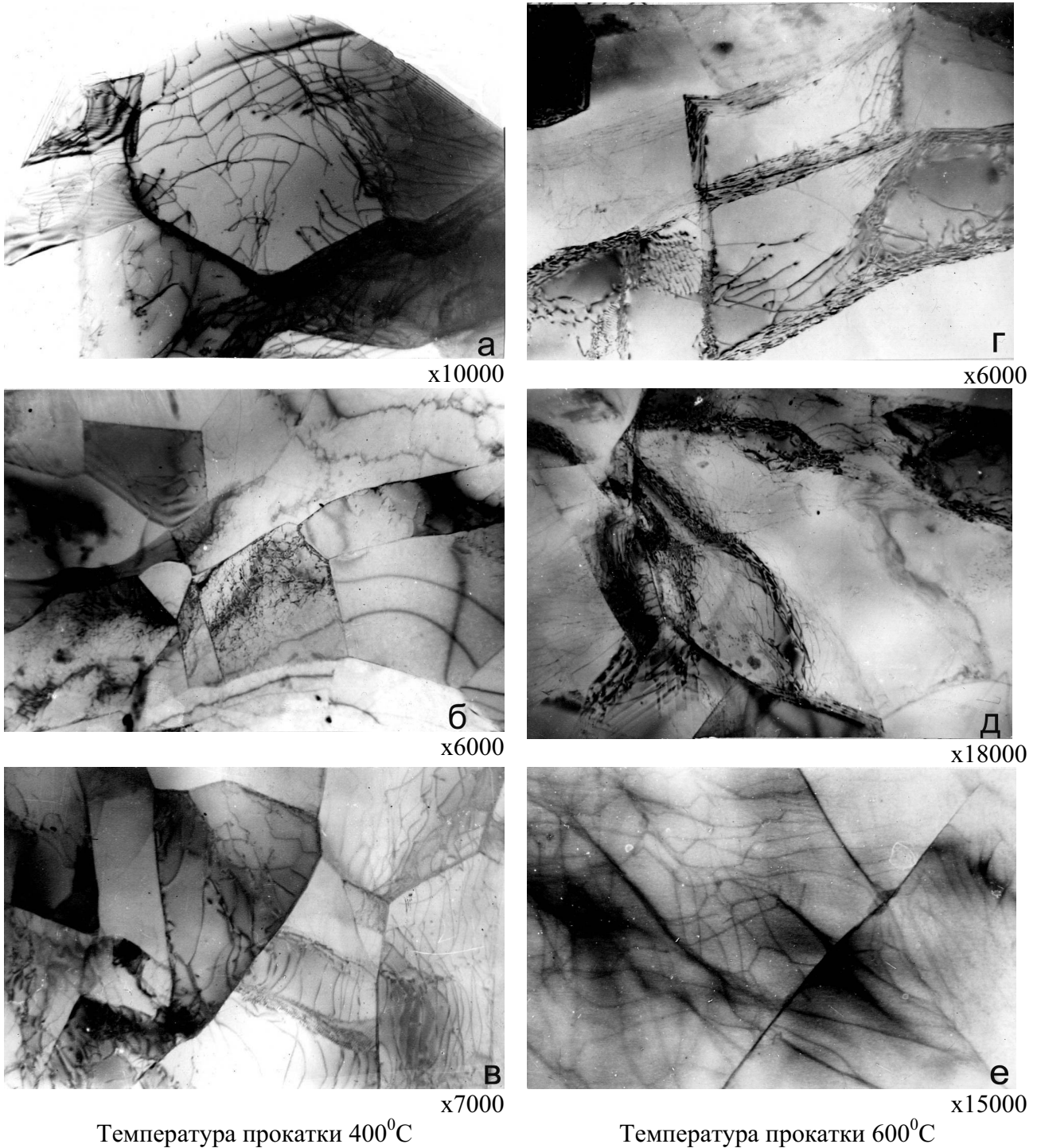
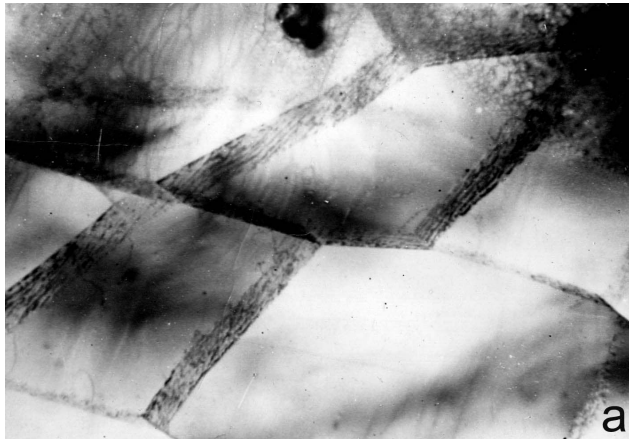


Рис. 7. Микроструктура образцов прокатанного при температуре 400 и 600°C бериллия: исходное состояние (а, г); отжиг 700°C 1 час (б, д); отжиг 900°C 1 час (в, е)

– отжиг ведет к формированию узких большеугловых границ, но высокая плотность дислокаций внутри зерен сохраняется даже при отжиге 700°C в течение 1 часа (рис. 8б).

– чем выше температура прокатки и температура последующего отжига, тем более совершенна зеренная структура металла (рис. 8в).

Выдавливание. При выдавливании бериллия формируется хорошо выраженная ячеистая структура с мелкими ячейками (~1 мкм) и высокой плотностью дислокаций внутри них ($2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$). Явно выражена текстура такого металла, о чем свидетельствует однонаправленность дислокаций внутри ячеек. Ячейки имеют тенденцию к выстраиванию вдоль оси выдавливания. Плотность дислокаций внутри ячеек заметно выше, чем после прокатки.

а
x10000б
x6000в
x7000

Температура прокатки 800°C

Рис. 8. Микроструктура образцов прокатанного при температуре 800°C бериллия: исходное состояние (а); отжиг 700°C 1 час (б); отжиг 900°C 1 час (в)

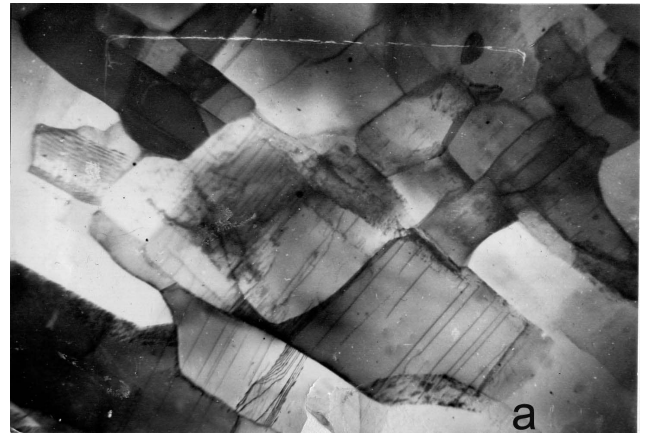
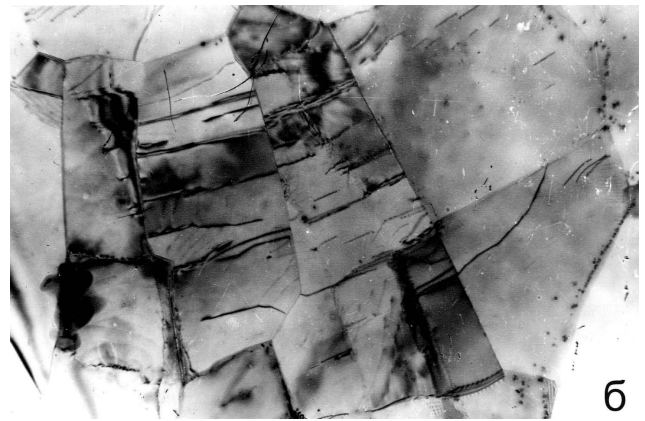
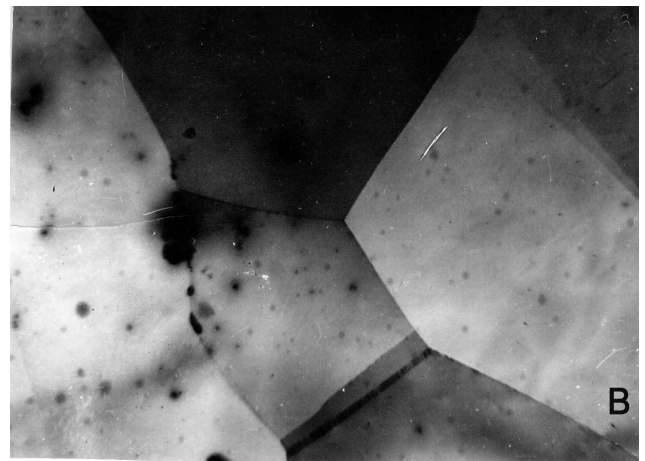
а
x6000б
x15000в
x10000

Рис. 9. Микроструктура выдавленного бериллия: исходное состояние (а); отжиг 700°C 1 час (б); отжиг 900°C 1 час (в)

Отжиг выдавленного бериллия при 700°C сопровождается формированием малоугловых границ и снижением плотности дислокаций внутри зерен до $\sim 10^9 \text{ см}^{-2}$ (рис. 9б).

Отжиг выдавленного бериллия при 900°C приводит к формированию совершенной зеренной структуре с низкой плотностью дислокаций ($\sim 10^8 \text{ см}^{-2}$) внутри зерен (рис. 9в).

Гидроэкструзия. Структура, формирующаяся при гидроэкструзии бериллия, в целом напоминает структуру выдавленного бериллия, но характеризуется образованием более мелких ячеек, структурирующихся по мере увеличения степени деформации. Отжиг при 700°C ведет к образованию большеугловых границ и существенной дислокационной перестройке (рис. 10б). После высокотемпературного отжига (900°C, 1 ч.) происходит заметный рост зерен и почти полная аннигиляция дислокаций внутри зерна (рис. 10в).

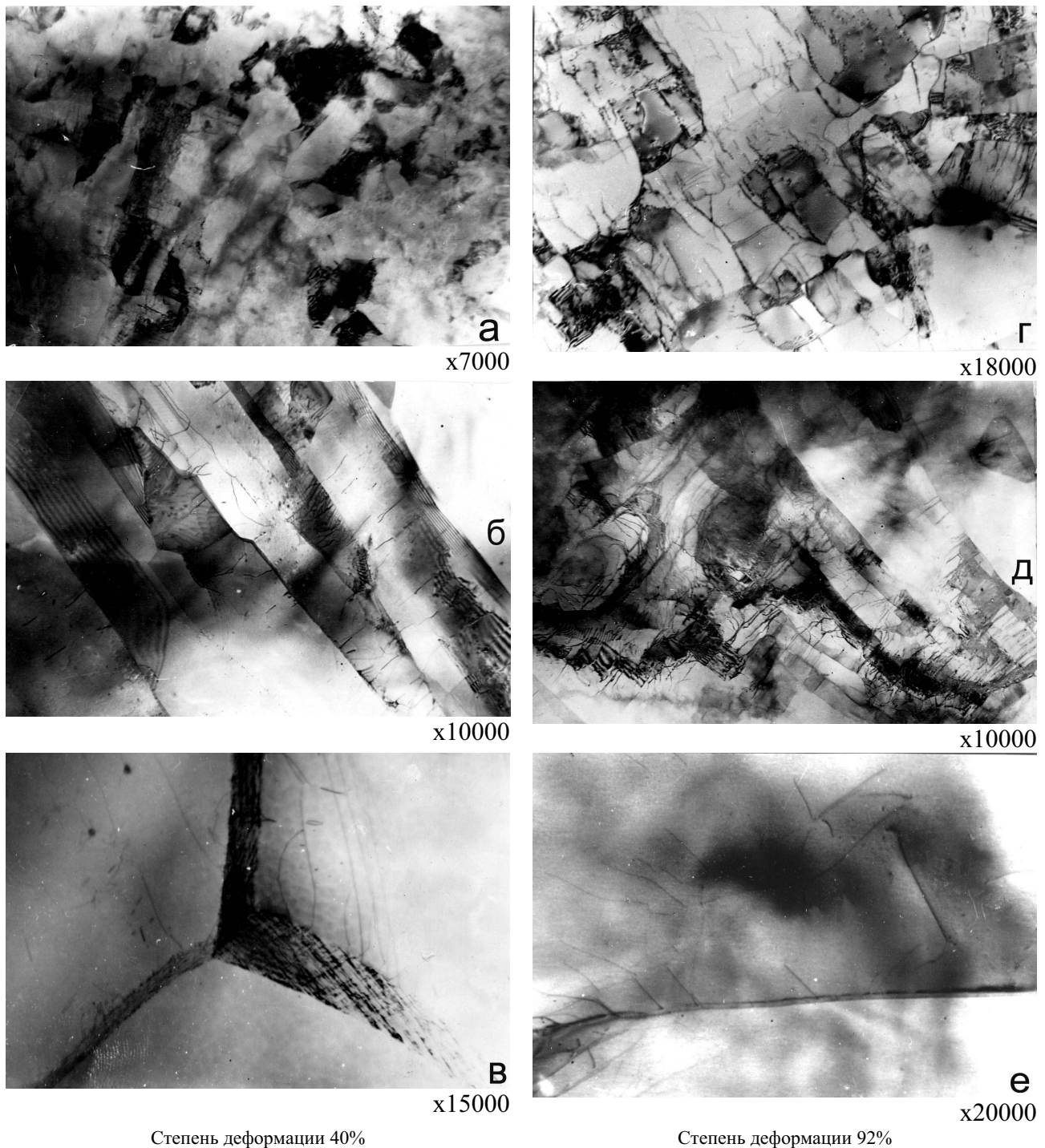


Рис. 10. Микроструктура образцов гидроэкструдированного бериллия: исходное состояние (а, г); отжиг 700°C 1 час (б, д); отжиг 900°C 1 час (в, е).

Волочение проволоки. Отжиг проволоки сопровождается ростом зерен, образованием большеугловых границ, однако зерна при этом сохраняют вытянутую форму (бамбуковая структура). Даже при высокой температуре отжига (900°C , 1 ч.) в некоторых зернах сохраняется повышенная плотность дислокаций ($\sim 10^{10}\text{ см}^{-2}$) (см. рис. 11б и 11в).

УМЗ бериллий. Ячеистая структура оказывается полностью сформированной уже на стадии программированной деформации (рис. 12а). Отжиг ведет к росту ячеек и их трансформации в зерно с большеугловыми границами. При этом при 700°C в отдельных зернах сохраняется лес дислокаций с невысокой плотностью ($6\cdot 10^9\text{ см}^{-2}$), рис. 12б, а отжиг при 900°C приводит к дальнейшему уменьшению плотности дислокаций ($1\cdot 10^9\text{ см}^{-2}$) рис. 12в.

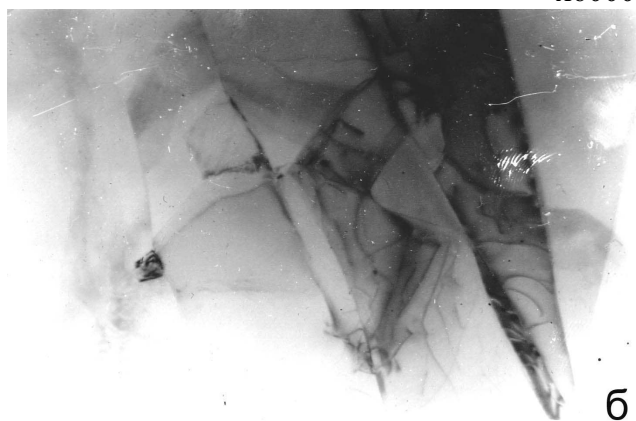
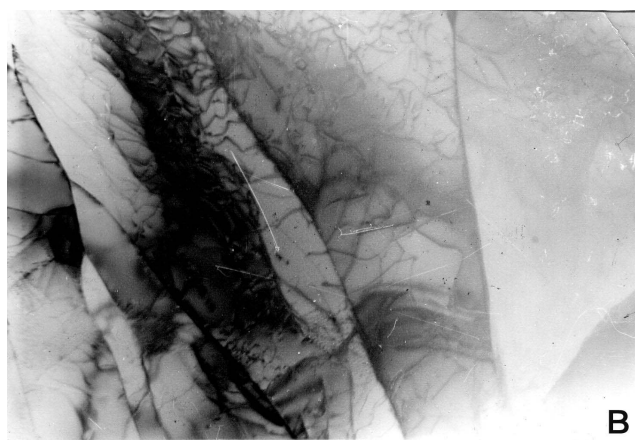
а
x6000б
x10000в
x12000

Рис. 11. Микроструктура образцов бериллиевой проволоки: исходное состояние (а); отжиг 700°C 1 час (б); отжиг 900°C 1 час (в).

а
x5000б
x10000в
x15000

Рис. 12. Микроструктура образцов ультрамелкозернистого бериллия: исходное состояние (а); отжиг 700°C 1 час (б); отжиг 900°C 1 час (в)

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно, что сущность процесса рекристаллизации заключается в формировании и росте в деформированной матрице центров рекристаллизации (зародышей) с неискаженной решеткой, которые отделены от матрицы границами с большими углами разориентировки.

Центры рекристаллизации формируются в тех участках кристаллической решетки, которые были сильнее всего искажены при деформационной обработке.

У бериллия основной причиной образования зародышей является значительная неоднородность деформации, как по объему материала, так и по телу зерна (деформация концентрируется, главным образом вблизи границ зерен). Образование рекристаллизационных зародышей в бериллии связано с границами и углами зерен и с особенностями деформации внутри зерен. Во многих случаях зародышами оказываются ранее сформированные ячейки.

Миграция границ, то есть рост зародышей, начиная с атомарных размеров, вероятно, происходит за счет беспорядочного диффузионного перемещения атомов. Следовательно, элементарные процессы образования новых зерен и их рост путем миграции границ зерен в бериллии имеет диффузионный характер. Поэтому процессы перемещения атомов в материале существенным образом зависят от исходной структуры. Это больше относится к стадии первичной рекристаллизации.

В исходном состоянии структура образцов бериллия определяется видом деформации, ее температурой и степенью, но общим является то, что у всех образцов формируется ячеистая структура с малым размером ячеек (см. рис. 7-11).

Ячейки, образующиеся в процессе деформации, имеют большое значение для дальнейшего формирования структуры при последующем отжиге металла, так как это потенциальные центры рекристаллизации.

Сформированные ячейки в деформированном различным способом бериллии (кроме образцов из проволоки) изотропны по форме и имеют внутри не сильно отличающуюся друг от друга плотность дислокаций.

Не вызывают существенных изменений структуры и варьирование параметров деформирование внутри одной партии материала.

Так различие субструктуры образцов, прокатанных при разных температурах носят в основном количественный, а не качественный характер. При всех температурах прокатки основным элементом субструктуры являются стенки и облака, образованные сложным переплетением дислокаций, однако их плотность и ширина изменяется с температурой.

На электронных микрофотографиях гидроэкструдированного бериллия наблюдаются ячейки, содержащие значительное число дислокаций ($\sim 5 \cdot 10^{10} / \text{см}^2$) и отделенные друг от друга большеугловыми границами. При увеличении степени деформации границы ячеек становятся тоньше, а угол разориентации растет.

Можно считать, что начальные условия протекания процесса первичной рекристаллизации у гидроэкструдированного и прокатанного бериллия отличаются незначительно.

Из рис. 10 видно, что после деформации у гидроэкструдированного бериллия по сравнению с прокатанным образуется несколько больше ячеек и это приводит к более высоким скоростям роста зерен на стадии первичной рекристаллизации.

Максимально высокие скорости роста зерен у образцов проволоки при температуре отжига 700-800°C определяются особенностью исходной структуры, которая состоит из зерен, сильно вытянутых вдоль оси проволоки. Плотность дислокаций в деформированном состоянии у образцов проволоки оставляет $9 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Это приводит к тому, что на стадии ПР уже при температурах отжига 700°C достигаются высокие скорости роста зерна, которые значительно превышают скорости роста зерен у других деформированных материалов. При температурах отжига 900°C плотность дислокаций в материале резко уменьшается (до 10^8 см^{-2} при отжиге в течение 1 ч.) и скорость роста зерен сравнивается со скоростями образцов с другими деформационными обработками.

Тенденции, которые наблюдаются на стадии первичной кристаллизации, переходят и на стадию собирательной.

Процессы первичной рекристаллизации у образцов ультрамелкозернистого бериллия практически отсутствуют, поэтому экспериментальные данные описывают только процессы собирательной рекристаллизации. Полученные результаты показывают, что процесс роста зерна в УМЗ бериллии отличается от роста зерен в металле, подвергнутом прокатке и гидроэкструзии из-за значительного различия в структуре металла после их деформации. В ультрамелкозернистом бериллии на границах зерен наблюдается значительное количество дислокаций, которые требуют дополнительных затрат энергии на аннигиляцию и оказывают дополнительное сопротивление перемещению границ в процессе рекристаллизации. Это приводит к тому, что при температурах отжига 700-800°C наблюдаются скорости роста зерен ниже, чем у других образцов, а при температурах 900°C и выше скорость роста становится максимальной по сравнению с другими деформационными обработками.

Следует обратить внимание на то, что влияние температуры отжига на скорость роста зерна на стадии собирательной рекристаллизации у проволоки и ультрамелкозернистого бериллия прямо противоположно.

В работе показано, что с увеличением температуры отжига у всех изученных материалов скорость роста зерен увеличивается.

Это вызвано тем, что миграция границ зерен контролируется главным образом диффузией межузельных атомов.

Увеличение температура отжига способствует большей подвижности зернограницных дислокаций, что приводит к быстрому совершенствованию структуры границ зерен и увеличение средней скорости роста зерен.

Этим можно объяснить существенное уменьшение раззернистости при повышенных температурах отжига.

Более высокие скорости роста зерен на стадии первичной рекристаллизации по сравнению с собирательной вызваны тем, что новые зерна растут в сильно деформированной матрице, содержащей большое количество точечных и линейных дефектов. При завершении процесса ПР число дефектов в материале и их плотность существенно уменьшается.

У образцов прокатанного бериллия уменьшение скорости роста зерна при увеличении температуры прокатки связано с уменьшением неоднородности деформации материала и формированием более совершенной структуры с меньшей плотностью дислокаций в ячейках (см. рис. 7-8).

У образцов гидроэкструдированного бериллия увеличение степени деформации приводит к уменьшению скорости роста зерен.

Вероятно, это вызвано тем, что увеличение степени деформации приводит к очистке ячеек от дислокаций и совершенствованию структуры ячеек (см. рис. 8в). Кроме того, из диаграммы рекристаллизации материалов, которая показывает зависимость величины зерна после рекристаллизационного отжига от степени предварительной деформации, следует, что максимальная скорость роста и размер зерна в материале реализуется в области критической деформаций $\epsilon_{кр}$ (для бериллия $\epsilon_{кр} \approx 6-8\%$). Так как зависимость $D - \epsilon$ имеет ниспадающий характер, то при увеличении степени деформации выше критической, скорость роста зерна уменьшается.

Особенности процесса роста зерен на разных этапах рекристаллизации проявляются и на значениях эффективных энергий активации, поскольку они характеризует температурную зависимость скорости рекристаллизации. Так из рис. 7б видно, что на стадии собирательной рекристаллизации эффективные энергии активации приблизительно одинаковы, также равные (за исключением образцов из проволоки), но более низкие абсолютные значения эффективной энергии активации наблюдаются на стадии первичной рекристаллизации (рис. 7а).

По нашему мнению, более низкие значения энергий активации на стадии ПР связаны с тем, что на этом этапе процессы диффузии облегчены высокой плотностью дефектов, которая создается различными видами деформационной обработки. В процессе рекристаллизационного отжига структура деформированных образцов становится более совершенной и сравнимой, происходит существенное уменьшение плотности дефектов, поэтому скорости диффузии падают, и процесс диффузии требует больших энергетических затрат.

ВЫВОДЫ

1. Проведено комплексное исследование кинетики роста зерен и особенностей эволюции развития структуры в процессе рекристаллизационных отжигов деформированного различными методами бериллия высокой чистоты (99,9%).
2. Электронномикроскопическое исследование образцов после прокатки, гидроэкструзии, выдавливания, вытяжки и программной механико-термической обработки показало, что особенности структуры, которая формируется в деформированном материале, определяются видом деформации, ее температурой и степенью. Во всех деформированных образцах (кроме образцов из проволоки) в исходном состоянии формируется квазиизотропная ячеистая структура с малым размером ячеек (1-3 мкм), которая содержит не сильно отличающуюся при разных видах деформации плотность дислокаций ($10^9-10^{10} \text{ см}^{-2}$).
3. Исходная структура деформированной проволоки бериллия сильно вытянута вдоль оси вытяжки и имеет повышенную плотность дислокаций. Это приводит к более высоким скоростям роста зерен на стадии первичной рекристаллизации уже при температурах 700°C .
4. В процессе отжига рост зерна в ультрамелкозернистом бериллии отличается от роста зерен в металле, подвергнутом прокатке и гидроэкструзии из-за значительно большего количества дислокаций на границе зерен. Дополнительное сопротивление перемещению границ зерен в процессе рекристаллизации приводит к тому, что при температурах отжига $700-800^\circ\text{C}$ наблюдаются более низкие скорости роста по сравнению с другими видами обработки.
5. Средние скорости роста зерен при собирательной рекристаллизации линейно зависят от температуры отжига и увеличивается приблизительно на порядок при росте температуры на 100°C . Это, вероятно, связано, с тем, что процессы образования и роста зародышей зерен в бериллии определяются диффузионными процессами.
6. Определены энергетические параметры бериллия на стадии первичной и собирательной рекристаллизации. На стадии собирательной рекристаллизации эффективные энергии активации роста зерен приблизительно

одинаковые, при разных видах деформационной обработки. На стадии первичной рекристаллизации энергии активации тоже сравним (за исключением образцов из проволоки), но их значения более низкие.

Авторы выражают свою признательность Тузову Ю.В. и Хомутову А.М. за обсуждение работы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Возврат и рекристаллизация металлов: Перев. с англ. – М.: Metallurgizdat, 1966.- 258 с.
2. Рекристаллизация металлических материалов / Под ред. Хесснера. - М.: Metallurgiya, 1982. - 352 с.
3. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов.- М.: Metallurgiya, 1967. - 403 с.
4. Круглых А.А., Павлов В.С., Тихинский Г.Ф. Рекристаллизация бериллия // ФММ – 1960. - Т.IX. - С.148-151.
5. Туэр Г.Л. и др. Сб. «Бериллий» / Под ред. Д Уайта и Дж.Берка. - М.: Изд-во иностр. лит. 1960. – С.413.
6. Pinto N.P. сб. «Бериллий» / Под ред. Д Уайта и Дж.Берка. - М.: Изд-во иностр. лит. 1960. – С.56.
7. Daumas R. et al. Contribution a l'etude de la recristalization du beryllium et du beryllium-calcium. Conference Internationale sur la metallurgia du Beryllium, Grenoble, Press Universitaires de France, 1965. - P.405.
8. Mericean J., Logerot J.M., Croutzeilles M. Recrystallization of Beryllium // Mem. Sci. Met. – 1965. –Vol.62. - P.363-372.
9. Папиров И.И., Тихинский Г.Ф. Физическое материаловедение бериллия. - М.: Атомиздат, 1968. - 451 с.
10. Gasc C., Charrier J., Sarrazin S. Sur les processus de recristallisation du beryllium comprime parallelement a l'axe de filage // Comp .Renh. Acad. Sci. – 1966. – Vol.262C, №6.- P.445-448.
11. Smigelskas A., Barret tC.S. Preferred Orientation in Rolled and Recrystallized Beryllium // J. of Metals. – 1949. - №1(2). - P.145-148.
12. Kaufmann A.R., Gordon P., Lillie D.W. Some Measurements of Thermal Coefficients of Expansion of Beryllium // J.Appl. Physics. – 1949. - №20(10). - P.908-917.
13. Thell V.M., Newcombe J.A. Recrystallization and Preferred Orientation of Beryllium by X-Ray Diffraction // Trans. Can. Inst. Min. Met. – 1948. - №51. - P.223-226.
14. Alexander W.A., Swenton J.K., Pidgeon L.M. The Recrystallization Temperature of Beryllium // Trans. Can. Inst. Min. Met. – 1947. - №50. - P.657-622.
15. Корниенко Л.А., Николаенко А.А., Папиров И.И., Тихинский Г.Ф. Рекристаллизация прокатанного бериллия // ФММ. – 1970. - Т.29. - С.138-142.
16. Корниенко Л.А., Николаенко А.А. Рекристаллизация гидроэкструдированного бериллия // МиТОМ. – 1975. - №1. - С. 53-57.
17. Корниенко Л.А., Николаенко А.А., Тараненко И.А. Рекристаллизация ультрамелкозернистого бериллия // МиТОМ. – 1978. - №4. - С.78-79.
18. Корниенко Л.А., Николаенко А.А. Рекристаллизация бериллиевой проволоки // МиТОМ. – 1980. - №8. - С.56-57.
19. Каминский Э.З., Розенберг В.М. Изучение влияния растворенного углерода на рекристаллизацию и длительную прочность железоникельмарганцевого твердого раствора // Физика металлов и материаловедение. – 1958. - Т.6, №6. - С.1036-1039.
20. Гольденберг А.А. Рекристаллизация в металлах как процесс возврата и зарождения центров //Заводская лаборатория.- 1964. - №3. - С.302-305.
21. Бурке Дж.Е., Тарнбалл Д. Рекристаллизация и рост зерен: В сб. Успехи физики металлов, Т.1, М: Гос. науч-техн. изд-во по черной и цветной металлургии, 1956. - С.368-453.

RECRYSTALLIZATION OF BERYLLIUM

I.I. Papirov, P.I. Stoev, A.A. Nikolaenko

*National Science Center "Kharkov Institute of Physics and Technology"
Academicheskaya st.1, 61108, Kharkov, Ukraine*

The recrystallization of beryllium high-purity 99,9% deformed by different methods in correlation with features of structure evolution are investigated during of annealing. Energy parameters and middle rates of grain growth at stages of an primary and collective recrystallization are defined. It is determined that cellular structure and an amount of defects which is entered in a material during its preliminary deformation renders major influence on rates of growth grain.

KEY WORDS: beryllium, rolling of a beryllium, hydroextrude of a beryllium, extrusion of a beryllium, a beryllium wire, a fine grain size Be, rate growth of grains, an activation energy of recrystallization.