

РАЗДЕЛ ТРЕТИЙ:

ФИЗИКА И ТЕХНОЛОГИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

УДК 621.762.4.01

ЗАВИСИМОСТЬ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ БЕРИЛЛИЯ ОТ ПАРАМЕТРОВ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ

П.И.Стойев, И.И.Папиров

*Национальный Научный Центр «Харьковский физико-технический институт», г.Харьков, Украина, E-mail: nsc@kipt.kharkov.ua; Fax:(057) 335-16-88;
Tel: (057) 335-35-30*

В работе изучено влияние температур дегазации порошка и процесса прессования на уровень механических свойств заводского бериллия, полученного из порошка с различным размером частиц. Показано, что оптимальными технологическими параметрами получения компактной заготовки из промышленных порошков различной чистоты и размеров частиц методом ГИП являются $T_{\text{гип}}-900-1000^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{дег}}-750-900^{\circ}\text{C}$. На основании данных структурного анализа делаются предположения о причинах низкой пластичности отечественного промышленного ГИП бериллия.

ВВЕДЕНИЕ

Использование бериллия в качестве конструкционного материала в различных областях техники предъявляет особые требования к уровню его физико-механических характеристик. Анализ свойств бериллиевых материалов, полученных по различным технологиям, показал, что требуемый высокий уровень свойств может быть получен только с использованием современных методов порошковой металлургии [1,2]. Одним из них является метод ГИП. В настоящее время ГИП – самая передовая технология порошковой металлургии, которая находит широкое практическое использование. Во многих случаях полученные методом ГИП материалы имеют уровень свойств, который невозможно обеспечить другими методами.

Компактирование бериллия представляет собой сложный инженерный и многоэтапный технологический процесс. Параметры каждого элемента процесса существенным образом влияют на уровень физико-механических свойств и должны быть оптимизированы. Систематического изучения влияния комплекса этих процессов на механические характеристики бериллия ранее не проводилось. Влияние параметров прессования (температуры и давления) – на качество бериллиевых изделий исследовано недостаточно. Давление прессования обычно определяется параметрами изостата и в большинстве случаев не превышает 100 МПа. Сведения о влия-

нии температуры ГИП на уплотнение порошков малочисленны и противоречивы, а данные о зависимости свойств от температуры прессования практически отсутствуют. По разным данным, оптимальные температуры ГИП для металлов и керамических материалов изменяются в широких пределах – (0,5 - 0,86) $T_{\text{пл}}$ и (0,7-0,8) $T_{\text{пл}}$ соответственно [3].

Целью данной работы явилось изучение влияния температуры дегазации и процесса горячего изостатического прессования на уровень механических свойств заводского бериллия, полученного из порошка с различным размером частиц.

МЕТОДИКА И ИССЛЕДУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Изучение влияния параметров порошка и процесса прессования на характеристики ГИП бериллия производили на образцах, вырезанных из заготовок, которые были получены из порошка различной чистоты (технический и дистиллированный) и крупности (30, -56, +56-100, +100-180 мкм) после различных режимов дегазации. Содержание основных примесей в промышленном порошке бериллия различной чистоты приведено в табл. 1.

Заготовки после холодного изостатического прессования помещали в контейнер и дегазировали в вакууме при температурах 700, 900 и 1100 $^{\circ}\text{C}$. Затем их подвергали горячему изостатическому

Таблица 1.

Чистота	Mn	Fe	Mg	Ni	Al	Cu	Si	Cr	C	O
Т	0.013	0.33	0.001	0.025	0.018	0.009	0.02	0.11	0.07	1.1
Д	0.003	0.047	0.002	0.004	0.018	0.003	0.011	0.015	0.012	1.6

прессованию при температурах 800, 900, 1000 и 1100°C и давлении 100 МПа. Заготовки после холодного изостатического прессования помещали в контейнер и дегазировали в вакууме при температурах 700, 900 и 1100°C. Затем их подвергали горячему изостатическому прессованию при температурах 800, 900, 1000 и 1100°C и давлении 100 МПа.

Механические свойства определяли при растяжении круглых образцов с диаметром рабочей части 5 мм и длиной 20 мм. Испытания образцов проводили при комнатной температуре на универсальной испытательной машине 1958-У10 при скорости перемещения захвата $0,2 \times 10^{-2}$ мм/мин.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Зависимость механических свойств (предела прочности σ_B , предела текучести σ_T и относительного удлинения δ) исследованных материалов от температуры дегазации и последующего процесса ГИП приведены на рис. 1-2. На рис. 1, а и рис. 2, а

представлена зависимость предела прочности на растяжение от температуры ГИП для бериллия, полученного из порошков технической чистоты крупностью -56 и +100-180 мкм. Видно, что прочность материала при комнатной температуре уменьшается с ростом температуры прессования от 450-500 МПа (при $T_{ГИП}=800^\circ\text{C}$) до 400-430 МПа (при 1100°C) для порошка -56 мкм и от 320-350 МПа до 250-280 МПа для более крупнозернистого. Вероятно, при повышении температуры прессования происходит более полный отжиг наклепанных в процессе получения частиц порошка, и прочность заготовки понижается. Из рис. 1 видно, что порошок, который прошел дегазацию при 700°C , полностью не спекается при температурах прессования 800 и 900°C . Это приводит к низким значениям предела прочности, предела текучести и относительного удлинения у материала, который компактировался при этих условиях. Из результатов, представленных на рис. 1 и рис. 2, видно, что порошок из крупных фракций можно дегазировать и прессовать при более низких температурах.

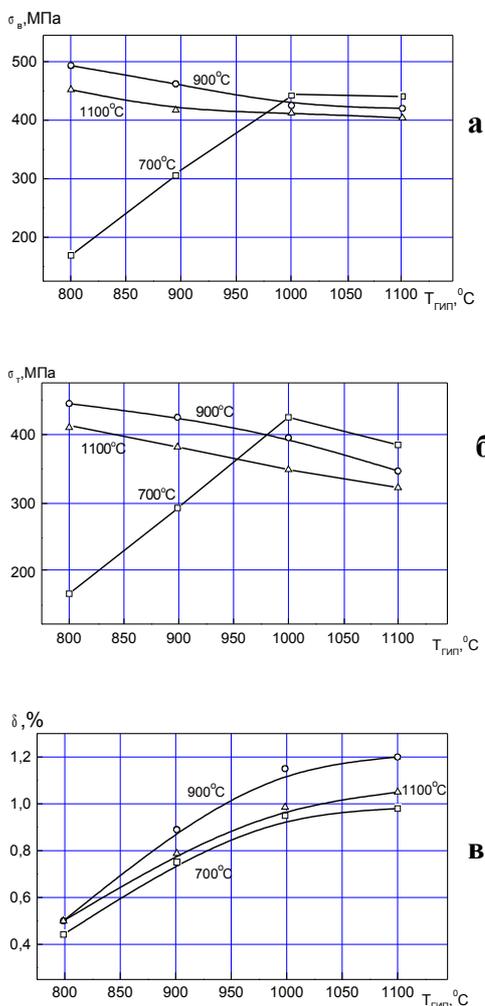


Рис. 1. Зависимость механических свойств от температуры ГИП для бериллия технической чистоты, полученного из порошка крупностью -56 мкм при различных режимах дегазации: предел прочности (а); предел текучести (б); относительное удлинение (в)

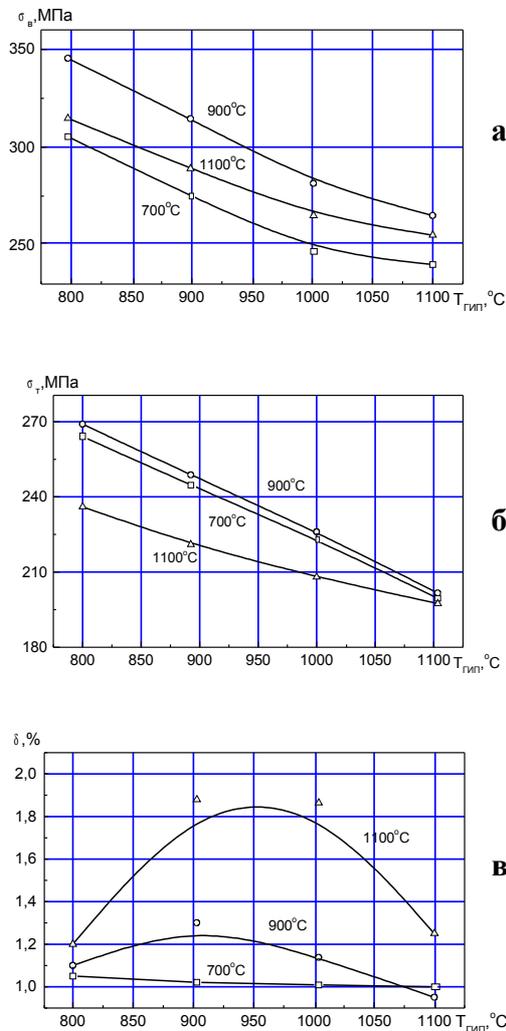


Рис. 2. Зависимость механических свойств от температуры ГИП для бериллия технической чистоты, полученного из порошка крупностью +100-180 мкм при различных режимах дегазации: предел прочности (а); предел текучести (б); относительное удлинение (в)

Следует отметить более высокие значения предела прочности и текучести (при $T_{\text{ГИП}} > 1000^{\circ}\text{C}$) мелкозернистого материала, дегазированного при 700°C , по сравнению с другими режимами дегазации (см. рис. 1. а и 1. б). Вероятно, при температуре дегазации 700°C не происходит полного удаления газов из порошка, а в процессе компактирования при высоких температурах оставшийся газ реагирует с примесями и образует вторичные фазы, которые и упрочняют материал.

На зависимости относительного удлинения от $T_{\text{ГИП}}$ можно выделить два участка. На первом в температурной области прессования $800-1000^{\circ}\text{C}$ наблюдается монотонный рост пластичности при всех температурах дегазации (см. рис.1, в и 2, в). На втором участке (область температур ГИП $1000-1100^{\circ}\text{C}$) относительное удлинение растет слабее с увеличением температуры прессования у мелкозернистого бериллия и уменьшается у порошка крупностью $+100-180$ мкм. Из приведенных данных следует, что при компактировании порошка бериллия технической чистоты -56 мкм оптимальной для обеспечения высоких механических свойств являются температура прессования $1000-1050^{\circ}\text{C}$ и температура дегазации $900-950^{\circ}\text{C}$ (анализ экспериментальных результатов данной работы позволил установить, что для промышленных порошков бериллия различной чистоты и размера частиц параметры процесса ГИП целесообразно выбирать в интервале: $T_{\text{ГИП}} - 900-1000^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{дег}} - 750-900^{\circ}\text{C}$). Для материалов, получаемых из более крупных порошков, выбор режима ГИП определяется приоритетами – обеспечением либо высоких прочностных характеристик, либо пластических.

На рис. 3 приведены зависимости механических свойств материалов из бериллиевого порошка крупностью $+56-100$ мкм от температуры дегазации. Налицо уменьшение абсолютных значений предела прочности и пластичности при увеличении температуры дегазации от 700 до 1100°C и рост пластичности в интервале температуры ГИП $700 - 1000^{\circ}\text{C}$.

В работе изучалось влияние технологических процессов ГИП на размер зерна получаемой поковки. Размер зерна полученных материалов приведен в табл.2.

Увеличение температуры дегазации от 700 до 1100°C незначительно влияет на рост зерна, в основном он зависит от температуры ГИП. Этот факт можно объяснить более интенсивным и кратковременным протеканием процессов рекристаллизации в условиях всестороннего сжатия в процессе ГИП, что подтверждается электронно-микроскопическими наблюдениями. Меньший размер зерен обеспечивает более высокие прочностные характеристики образ-

цов бериллия после ГИП по сравнению с ГП материалами.

Совместный анализ полученных в работе результатов и данных зарубежных исследований показывает, что технологические параметры получения и особенности воздействия на механические свойства процессов подготовки порошка у отечественного и зарубежного ГИП бериллия существенно не отличаются. Эти материалы обладают различным уровнем свойств, особенно пластических [4, 5, 6].

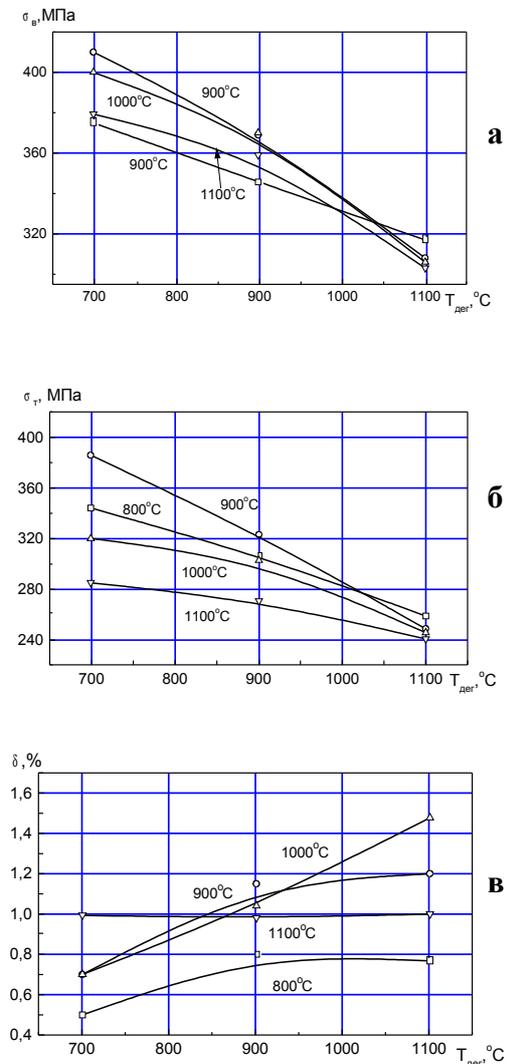


Рис.3. Зависимость механических свойств от температуры дегазации для бериллия, полученного из порошка крупностью -56 мкм при различных режимах ГИП: предел прочности (а); предел текучести (б); относительное удлинение (в)

Таблица 2

$T_{\text{ГИП}}$, $^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{дег}}$, $^{\circ}\text{C}$	Крупность порошка, мкм			
		-30	-56	+56-100	+100-180
900	700	6,0	6,75	10,1	16,2
900	1100	6,5	7,4	12,5	18,3
1100	700	7,8	7,5	7,8	27,1
1100	1100	8,0	8,5	12,9	30,65

Чтобы выяснить причину этого различия, в работе проведено исследование структуры ГИП бериллиевых материалов. Использовали стандартные оптические и электронно-микроскопические методы. У материалов из мелких порошков, полученных при температуре дегазации 700°C и ГИП 900°C , разрушение связано с наличием крупных участков неразрушенных оксидных пленок (рис.4, а). Прочность снижается и за счет наличия большого количества включений интерметаллидов, в основном FeBe_{11} , на границах зерен. Повышение температуры дегазации до 1100°C несколько улучшает ситуацию за счет рекристаллизации окисных пленок и их разрушения при ГИП (рис.4, б).

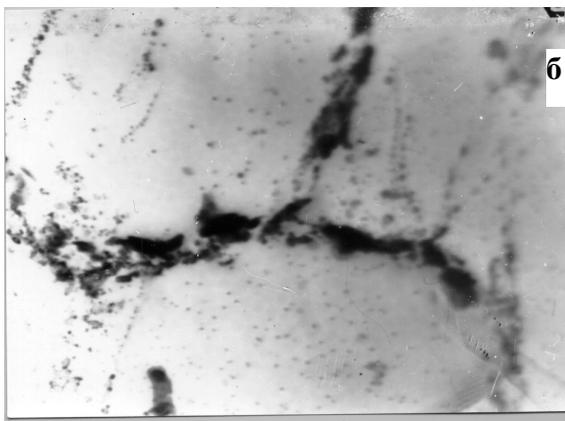
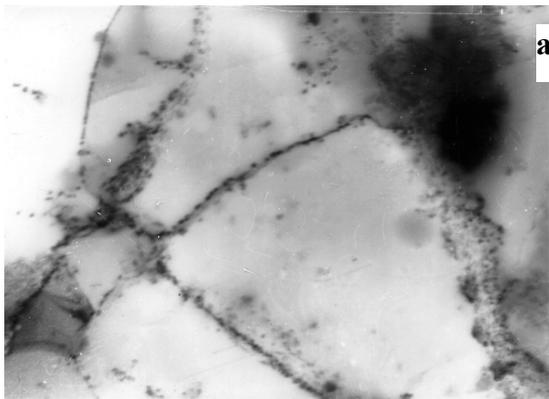


Рис. 4. Структура бериллия из порошка крупностью -56 мкм, спрессованного при $T_{\text{ГИП}}=900^{\circ}\text{C}$ после различных режимов дегазации: 700°C (а); 900°C (б) ($\times 9500$)

На снимке видны крупные включения AlFeBe_4 . Внутризеренный оксид бериллия является дополнительным источником внутренних напряжений, которые неблагоприятно сказываются на пластических характеристиках материала. При повышении температуры ГИП до 1100°C компактный бериллий обладает субзернами, свободными от дислокаций, на

границах которых видны включения BeO и AlFeBe_4 , а в тройных стыках остатки непрореагировавшего алюминия. Внутри субзерен видны мелкие ($20-40$ нм) включения BeO и интерметаллидов FeBe_{11} (рис.5).

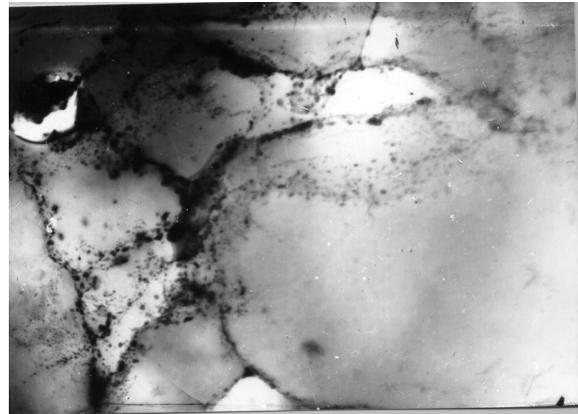


Рис. 5. Структура бериллия из порошка крупностью -56 мкм, спрессованного при $T_{\text{ГИП}}=1000^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{дег}}=900^{\circ}\text{C}$ ($\times 9500$)

В материалах из крупных порошков ситуация иная. Образцы из порошка крупностью $+56$ мкм -100 мкм даже при минимальных режимах дегазации 700°C и ГИП 800°C обладают высокой плотностью и прочностью. Их структура характеризуется наличием субзерен с остатками первичных оксидных пленок вперемешку с включениями интерметаллидов (AlFeBe_4 и FeBe_{11}). В крупнозернистом материале ($+100-180$ мкм) при температуре дегазации 700°C и ГИП 800°C интенсивно проходят процессы старения с выпадением интерметаллидов на границах и особенно в тройных стыках зерен. Увеличение температуры дегазации и ГИП до 1100°C приводит к коагуляции включений на границах зерен, поэтому разрушение образцов этого материала носит межзеренный характер.

Данные химического анализа состава материалов и изучение структуры показали, что ГИП бериллий содержит повышенное количество как металлических, так и газовых примесей. Структура практически всех изученных ГИП бериллиевых материалов характеризуется наличием на границах зерен крупных частиц оксида бериллия—остатков первичных неразрушенных оксидных пленок прессуемых частиц. Оксид бериллия, находящийся на границах зерен, при температурах ГИП (выше 1000°C) заметно коагулирует и вместе с другими интерметаллическими включениями образуют скопления, оказывающие охрупчивающее воздействие на свойства материала. Избыточное количество металлических примесей и повышенные режимы охлаждения прессованных за-

готовок приводят к тому, что образуется большое количество включений интерметаллидов, в основном FeBe_{11} (в матрице и на границах зерен), соединение AlFeBe_4 (на границах зерен) и, кроме того, в тройных стыках зерен всегда присутствует в небольших количествах свободный алюминий. Материал с такой структурой принципиально не может иметь при комнатной температуре высокий уровень пластичности.

Зарубежные сорта бериллия прессуют из более мелкозернистых и чистых порошков [3, 7, 8]. Как показано в данной работе, именно эти факторы существенным образом влияют на уровень механических свойств ГИП бериллия. Так, на рис. 1 и рис. 2 четко прослеживается тенденция роста предела прочности и текучести при уменьшении крупности прессуемого порошка. Прочностные и пластические характеристики ГИП бериллия, полученного из порошков более высокой чистоты (Д) оказались на ~7-10% выше по сравнению с материалом из порошков технической чистоты, заметно снизился разброс измеряемых данных.

На уровень свойств отечественного бериллия сильно влияет загрязнение на стадии механического измельчения порошка на дисковых истирателях или при шаровом помоле. Это приводит к тому, что структура прессовок характеризуются сильной разнотернистостью, наличием выделений крупных частиц оксида бериллия и вторичных фаз.

По нашему мнению, одним из определяющих элементов всей технологической цепочки является качество прессуемого порошка. Способ получения металла, из которого изготавливают слиток, метод и оборудование процесса дробления слитка в порошок, в конечном счете, определяют его чистоту, размер частиц и структуру. Фактически уже на этой стадии закладывается уровень свойств будущего материала.

ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние температуры прессования и условий дегазации в процессе ГИП на механические свойства ГИП бериллия, полученного из порошков различной крупности и чистоты. Показано, что оптимальные параметры ГИП компактирования промышленных порошков различного размера частиц и чистоты лежат в интервале: $T_{\text{мин}}-900-1000^{\circ}\text{C}$ и $T_{\text{дег}}-750-900^{\circ}\text{C}$.

2. По прочностным свойствам отечественные бериллиевые ГИП материалы можно сопоставить с за-

рубежными аналогами, но по уровню пластических характеристик они существенно им уступают.

3. У всех изученных сортов материалов пределы прочности и текучести существенно повышаются, а относительное удлинение возрастает с уменьшением размера зерна.

4. Подробно изучена субструктура, характер разрушения и фазовый состав бериллиевых заготовок, прессованных при разных температурах и испытанных в разных условиях.

5. Основным фактором, влияющим на механические свойства ГИП бериллия является качество прессуемого порошка (чистота, размер частиц и равновесная структура), которое, в свою очередь, определяется способом получения металла, из которого изготавливают слиток, и методом дробления слитка в порошок.

Данная работа выполнена при поддержке фонда CRDF.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Процессы изостатического прессования*. Под редакцией И.И. Папинова, Я.Д. Пахомова. М: Metallurgy, 1990, 193 с.
2. E. S. Hodge *Elevated-temperature compaction of metals and ceramics by gas pressure* // Powder Metallurgy. 1964, V. 7, N. 7, p. 168—201.
3. N. P. Pinto, A. J. Martin. *High-purity beryllium powder components*. Powder Metallurgy // 1974, V. 17, N. 3, p. 71—84.
4. J. Fugardi, I Scheinhartz. *Isostatic forming of beryllium* // U.S. report SCNC-332, 1961, 45 p.
5. D. Roberts, J.N. Lowe, G.I. Turner. *Hot isopressing beryllium - the effect of temperature and pressure*// Proceedings of an International conference. held in London on 16—18 October, 1961. Inst. of Metals monograph 28. London, Chapman and Hall, 1963, 361-369 p.
6. F. Aldinger, E. Gold, G. Perzow. *Effects of oxide and grain size in high purity beryllium*// Proceedings of an International conference. held in London on 16—18 October, 1961. Inst. of Metals monograph 28. London, Chapman and Hall, 1963, 186-219 p.
7. G. J. London, G. H. Keith, N. P. Pinto. *Effect of grain size and oxide content on the strength and ductility of high purity beryllium* // Metallurgical Transaction, 1975, V.6, N.10, p. 2241-2247.
8. N. P. Pinto, G.H. Keith. *High-strength beryllium block* // Powder Metallurgy, 1975, V. 18, N. 4, p. 94-99.