

УДК 621.762

DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-25-33

Исследование формирования армирующей фазы на границах зерен спеченного бериллия

© 2020 г. **А.В. Ревуцкий, Б.В. Сырнев, В.Ю. Лопатин, О.В. Семилуцкая, Т.А. Сегеда**

Восточно-Казахстанский государственный технический университет (ВКГТУ) им. Д. Серикбаева,
г. Усть-Каменогорск, Казахстан

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

Статья поступила в редакцию 15.06.19 г., доработана 20.09.19 г., подписана в печать 30.09.19 г.

Аннотация: Представлены результаты исследований влияния состояния границ зерен, формирующихся в процессах консолидации бериллиевых порошков методом вакуумного горячего прессования, на прочностные свойства спеченного бериллия. С использованием растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа изучены зависимости морфологии, элементного состава и структуры дисперсной упрочняющей фазы – оксида бериллия – от содержания легкоплавких примесей на границах зерен спеченного бериллия. Предложена новая гипотеза, объясняющая различие морфологии и структуры армирующих частиц, основывающаяся на особенностях перехода аморфного оксида бериллия в кристаллическое состояние (расстеклования) на межзеренных границах металлического бериллия. Теоретически обосновано и экспериментально подтверждено, что в зависимости от содержания и соотношения примесей кремния и алюминия механизм расстеклования может быть гомогенным или гетерогенным. Это различие обуславливает образование либо мелкодисперсных высокопрочных армирующих частиц оксида бериллия, либо крупных менее прочных оксидных кластеров. Изменение морфологии и структуры армирующих оксидных частиц на межзеренных границах металлического бериллия, в свою очередь, влияет на динамику роста зерен микроструктуры бериллия в процессах вакуумного горячего формования и в конечном итоге на эффект дисперсно-зернограничного упрочнения спеченного бериллия. Приведены результаты статистической обработки результатов испытаний механических свойств промышленных горячепрессованных заготовок из порошков дисперсностью менее 56 мкм для определения влияния различных факторов (содержания примесей, их соотношения и размера частиц исходных порошков) на прочностные свойства горячепрессованного бериллия. Проведена оценка адекватности полученных закономерностей с помощью коэффициентов достоверности аппроксимации, которая подтвердила выводы теоретического и экспериментального анализов исследуемой проблемы. В результате проведенных статистических исследований обоснован комплексный показатель качества исходных порошков, позволяющий прогнозировать прочностные свойства горячепрессованного бериллия. Полученные результаты обосновывают новые возможности по управлению механическими свойствами спеченного бериллия различного назначения.

Ключевые слова: бериллий, порошок, горячее вакуумное прессование, микроструктура, границы зерен, примеси кремния и алюминия, расстеклование оксида бериллия, микрорентгеноспектральный анализ, механические свойства.

Ревуцкий А.В. – докторант факультета Международной высшей технической школы (МВТШ) «Оскемен» ВКГТУ им. Д. Серикбаева (070000, Казахстан, г. Усть-Каменогорск, ул. Серикбаева, 19). E-mail: RevutskiyAV@mail.ru.

Сырнев Б.В. – докт. техн. наук, профессор МВТШ «Оскемен» ВКГТУ им. Д. Серикбаева. E-mail: izusan@mail.ru.

Лопатин В.Ю. – канд. техн. наук, доцент кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: lopatin63@mail.ru.

Семилуцкая О.В. – ст. преподаватель МВТШ «Оскемен» ВКГТУ им. Д. Серикбаева. E-mail: 2009genius@mail.ru.

Сегеда Т.А. – канд. физ.-мат. наук, декан МВТШ «Оскемен» ВКГТУ им. Д. Серикбаева. E-mail: tsegeda@mail.ru.

Для цитирования: Ревуцкий А.В., Сырнев Б.В., Лопатин В.Ю., Семилуцкая О.В., Сегеда Т.А. Исследование формирования армирующей фазы на границах зерен спеченного бериллия. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2020. No. 3. С. 25–33. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-25-33.

Research of reinforcement phase formation on the borders of sintered berillium grains

A.V. Revutsky, B.V. Syrnev, V.Yu. Lopatin, O.V. Semilutskaya, T.A. Segeda

D. Serikbayev East Kazakhstan state technical university (EKSTU), Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan
National University of Science and Technology «MISIS», Moscow

Received 15.06.2019, revised 20.09.2019, accepted for publication 30.09.2019

Abstract: The paper presents the results of studying the effect of the state of grain boundaries (formed in the consolidation of beryllium powders by vacuum hot pressing on the strength properties of sintered beryllium. Scanning electron microscopy and

X-ray spectral microanalysis were used to study the dependences of the morphology, elemental composition and structure of a dispersion hardening phase – beryllium oxide – on the content of low-melting impurities at the grain boundaries of sintered beryllium. A new hypothesis is proposed to explain the difference in the morphology and structure of reinforcing particles based on the transition features of amorphous beryllium oxide to a crystalline state (devitrification) at the grain boundaries of metallic beryllium. It is theoretically substantiated and experimentally confirmed that the devitrification mechanism can be homogeneous or heterogeneous depending on the content and ratio of silicon and aluminum impurities. This difference leads to the formation of either finely dispersed high-strength reinforcing particles of beryllium oxide or large, lower-strength oxide clusters. Changes in the morphology and structure of reinforcing oxide particles at the metallic beryllium grain boundaries, in its turn, influence the dynamics of beryllium microstructure grain growth during vacuum hot forming and, ultimately, the effect of dispersed grain-boundary hardening of sintered beryllium. The paper provides the statistically processed results of testing the mechanical properties of industrial hot-pressed blanks produced of less than 56 μm powders to determine the effect of various factors (the content of impurities, their ratio and particle size of the initial powders) on the strength properties of hot-pressed beryllium. The adequacy of the obtained regularities was evaluated using the approximation confidence coefficients and confirmed the conclusions made in the theoretical and experimental analysis of the research problem. The statistical studies substantiated a comprehensive quality indicator of initial powders in order to predict the strength properties of hot-pressed beryllium. The results obtained substantiate new possibilities for controlling the mechanical properties of sintered beryllium for various purposes.

Keywords: beryllium, powder, hot vacuum pressing, microstructure, grain boundaries, silicon and aluminum impurities, beryllium oxide devitrification, X-ray spectral microanalysis, mechanical properties.

Revutsky A.V. – PhD student of the International higher technical school «Oskemen» (ITPS OK), D. Serikbayev East Kazakhstan state technical university (EKSTU) (070000, Kazakhstan, Ust-Kamenogorsk, Serikbayev str. 19). E-mail: RevutskiyAV@mail.ru.

Syrnev B.V. – Dr. Sci. (Eng.), Professor of ITPS OK of EKSTU. E-mail: izusan@mail.ru.

Lopatin V.Yu. – Cand. Sci. (Eng.), Associate prof. of the Department of powder metallurgy and functional coatings, NUST «MISIS» (119049, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: lopatin63@mail.ru.

Semilutskaya O.V. – Senior lecturer of ITPS OK of EKSTU. E-mail: 2009genius@mail.ru.

Segeda T.A. – Cand. Sci. (Phys.-Math.), Dean of ITPS OK of EKSTU. E-mail: tsegeda@mail.ru.

For citation: Revutsky A.V., Syrnev B.V., Lopatin V.Yu., Semilutskaya O.V., Segeda T.A. Research of reinforcement phase formation on the borders of sintered beryllium grains. *Izvestiya Vuzov. Poroshkovaya Metallurgiya i Funktsional'nye Pokrytiya (Powder Metallurgy and Functional Coatings)*. 2020. No. 3. P. 25–33 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2020-3-25-33.

Введение

Бериллиевая промышленность выпускает изделия преимущественно с использованием методов порошковой металлургии — путем получения порошков и их дальнейшей консолидации в компактный спеченный материал. Частицы Ве-порошка в результате поверхностного окисления при механическом измельчении литого бериллия покрываются тонкой (в несколько нанометров) пленкой аморфного оксида бериллия (BeO) [1]. При нагреве до 950–1000 °С в процессе уплотнения и спекания порошков происходит деградация оксидной пленки, а при дальнейшем повышении температуры — формирование армирующих частиц BeO на наследственных границах зерен металлического бериллия [2]. Таким образом, спеченный бериллий представляет собой дисперсно-упрочненный композиционный материал, в котором роль армирующей фазы выполняют частицы BeO . Известно, что содержание оксида бериллия оказывает существенное влияние на физико-механические свойства спеченного бериллия, а морфология армирующей фазы в значи-

тельной степени определяет ряд его механических свойств [3–6].

В указанных работах механизм формирования армирующих частиц BeO представляется состоящим из двух стадий:

— растрескивание пленки BeO при нагреве порошка до 700–750 °С из-за разницы коэффициентов термического линейного расширения (КТЛР) оксида и металла;

— коагуляция мелких частиц оксида при дальнейшем нагреве и уплотнении порошков.

Показано также, что присутствие в бериллии легкоплавких примесей (Al, Si, Mg) влияет на процесс коагуляции BeO [2]. Несмотря на наличие значительного количества работ по исследованию полиморфизма оксида бериллия [7–10], механизм и кинетика процесса формирования армирующих частиц BeO представляются недостаточно изученными, что затрудняет разработку количественных зависимостей влияния химического состава и режимов обработки на механические свойства спеченного бериллия.

Цель работы состояла в дальнейшем изучении механизма формирования армирующих частиц оксида бериллия на границах зерен в процессах консолидации Be-порошков и их влияния на прочность спеченного бериллия.

Методика работы

Для исследований были отобраны 32 горяче-прессованных цилиндрических заготовки диаметром 210 мм и высотой 210–250 мм из разных промышленных партий бериллиевых порошков марки ПТБ-56. Примеси в исходных порошках находились в пределах, регламентированных действующими техническими условиями. Заготовки получали по штатной технологии: холодное изостатическое прессование порошков на установке УГС 350 конструкции ВНИИМетмаш (г. Москва) с последующим горячим вакуумным прессованием в печи ГПВ-200 при температуре 1030 °С.

Аттестация полученных заготовок по химическому составу проводилась аккредитованной лабораторией, а по механическим свойствам — по ГОСТ 1497-84. После механических испытаний на растяжение вырезанных из заготовок образцов отбирались разорванные половинки тех из них, которые значительно отличались по прочностным свойствам. Эту выборку исследовали на растровом электронном микроскопе с микроанализатором Jeol ISM 5610. На трансграничных участках изломов образцов изучали морфологию, структуру и состав оксидных частиц.

Результаты исследований и их обсуждение

Влияние примесей на морфологию и структуру оксидной фазы

Характеристики отобранных для металлографических исследований образцов приведены в табл. 1. Указанные в ней значения предела проч-

ности на растяжение (σ_p) охватывают практически весь диапазон разброса механических характеристик промышленно выпускаемого бериллия. Наблюдаемое различие величины σ_p имеет существенное значение, так как заготовки с $\sigma_p < 350$ МПа признаются некондиционными (браком) и снижают технико-экономические показатели производства.

Анализ микрофрактограмм (рис. 1) изломов образцов показал, что структурные различия состоят не только в величине зерна (d), но и в морфологии и структуре упрочняющих частиц оксидной фазы. Было установлено, что в структуре образца из заготовки 1 с повышенным содержанием кремния (0,023 %) имеются зоны с крупным зерном ($d_{cp} = 41$ мкм) и скоплением вторичных фаз — оксидных кластеров размером 4–5 мкм на основе оксида бериллия, включающих его наночастицы величиной $\sim 50\div 100$ нм (см. рис. 1, т. 1).

В изломе образца заготовки 2 с низким содержанием кремния (0,012 %) микроструктура более мелкозернистая ($d_{cp} = 26$ мкм), а на межзеренных участках поверхности разрушения имеются вторичные фазы — монокристаллические частицы оксида бериллия размером около 1 мкм (см. рис. 1, т. 2).

Микрорентгеноспектральный анализ оксидных частиц в точках 1 и 2 (см. рис. 1) показал, что их основу составляет BeO (табл. 2). Пониженное содержание оксида бериллия (87,59 %), обнаруженное при исследовании обр. 1, связано с тем, что в зону анализа попали элементы примесей (Si, Al, Fe), из которых состоит металлическое связующее, цементирующее наночастицы BeO в кластер. После затвердевания это связующее, по-видимому, состоит из эвтектики Be–Al–Si и соединения $AlFeBe_4$ [11].

Таким образом, при одинаковых режимах прессования в одном случае (обр. 2 с 0,012 мас.% Si) формируются мелкодисперсные частицы кристаллического оксида бериллия, а в другом (обр. 1

Таблица 1. Характеристики образцов

Table 1. Specifications of samples

№ обр.	Содержание осн. примесей, мас.%				d_{cp} , мкм	σ_p^* , МПа
	O	Si	Al	Fe		
1	0,8	0,023	0,023	0,12	41	337
2	0,75	0,012	0,027	0,13	26	405

* Значения предела прочности получены усреднением по результатам 3 испытаний.

Таблица 2. Химический состав оксидных включений на границе спеченного бериллия

Table 2. Chemical composition of oxide inclusions on the sintered beryllium boundary

№ обр.	Морфология	Химический состав, мас. %			
		BeO*	Si	Al	Fe
1	Кластер	87,59	2,67	2,89	6,97
2	Моночастица	95,5	1,3	—	2,84

* Содержание оксида бериллия определено расчетом по элементному составу.

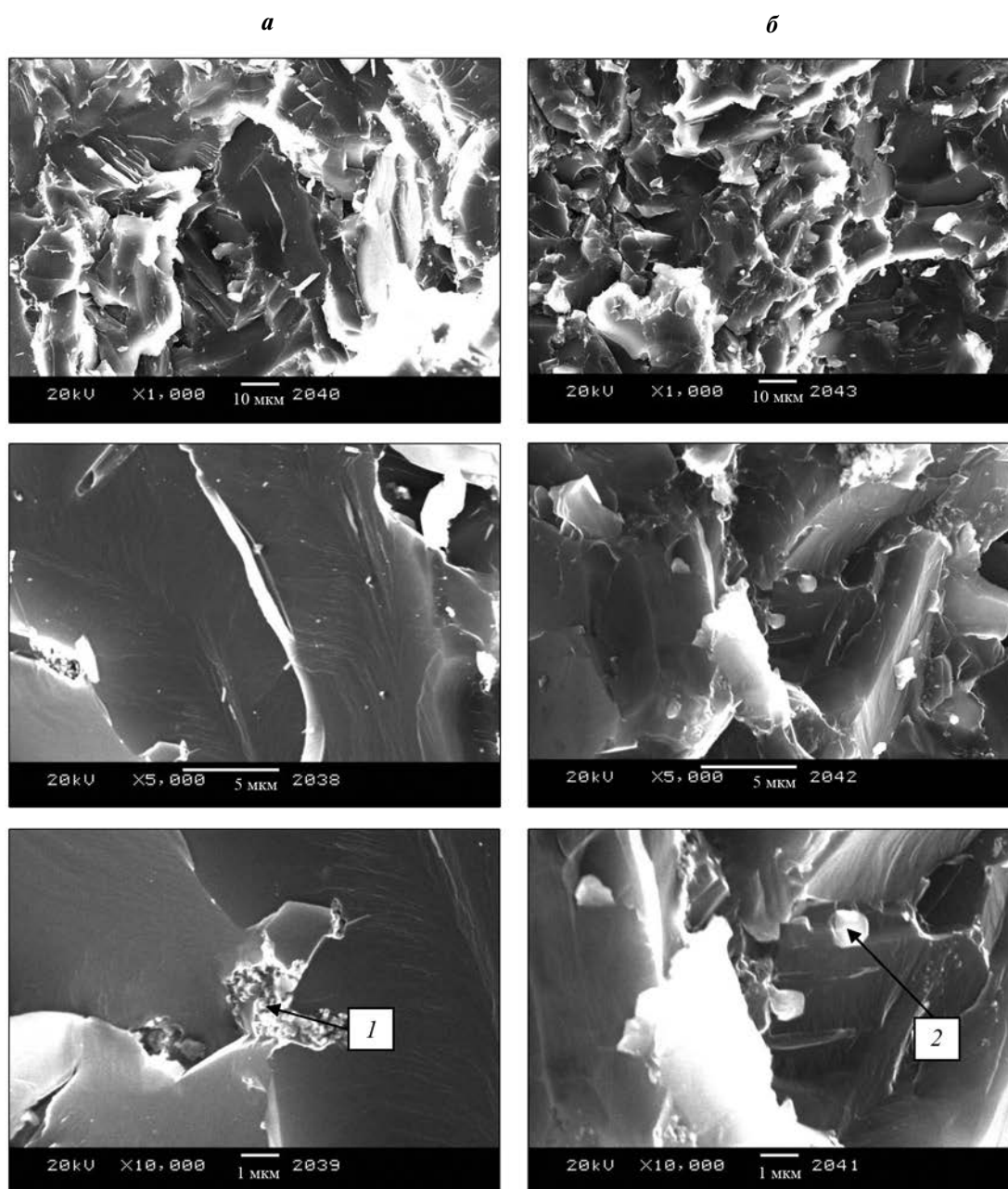


Рис. 1. Микрофрактография изломов образцов 1 (а) и 2 (б) при различном увеличении

Fig. 1. Microfractography of hot-pressed beryllium fractures 1 (a) and 2 (b)

с 0,023 мас.% Si) — крупные кластеры, состоящие из наночастиц BeO, цементированных металлической связкой на основе Si и Al, что существенно влияет на упрочняющий эффект и механические свойства спеченного бериллия.

Анализ особенностей механизма расстеклования оксида бериллия

Объяснить различия в морфологии, составе и структуре армирующих частиц можно, основываясь на том, что образование частиц BeO на границах зерен спеченного бериллия является результатом не растрескивания оксидной пленки под действием напряжений, вызванных разницей КТЛР металла и оксида [3, 6], а переходом аморфного оксида бериллия в кристаллическое состояние.

Известно, что энергетические условия перехода из аморфного в кристаллическое состояние подчиняются тем же законам, что и при кристаллизации из расплава [13]:

$$\Delta G = -\Delta G_{\text{св}} V_3 + \Delta \sigma S_3,$$

где ΔG — изменение свободной энергии Гиббса, Дж; $\Delta G_{\text{св}}$ — избыток свободной энергии, обусловленный «перегревом» аморфного вещества относительно равновесного с кристаллическим состоянием, Дж; V_3 — объем зародыша кристаллов, см³; S_3 — площадь поверхности зародыша кристаллов, см²; $\Delta \sigma$ — удельная поверхностная энергия на границе раздела двух фаз, Дж/см².

В этом уравнении величина $\Delta \sigma$ в значительной мере определяет механизм кристаллизации, а именно, скорости зарождения и роста зародышей кристаллов. Отношение поверхностной энергии оксида бериллия и межфазной энергии на границе оксид бериллия — эвтектика определяет гомогенный или гетерогенный характер кристаллизации.

В работах [14–17] методом «сидячей капли» исследована система BeO—Si_ж. Была выведена формула, позволяющая по результатам измерения краевого угла смачивания рассчитывать значения поверхностной и межфазной энергий, Дж/см²:

$$\sigma_{\text{тж}} = \sigma_{\text{ж}} \left[\frac{2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta}{2(1 - \cos \theta)} \right]^{1/2},$$

$$\sigma_{\text{т}} = \sigma_{\text{ж}} \left[\frac{2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta}{2(1 - \cos \theta)} \right]^{1/2} + \sigma_{\text{ж}} \cos \theta.$$

где $\sigma_{\text{тж}}$ — межфазная энергия на границе твердое тело — расплав; $\sigma_{\text{ж}}$ и $\sigma_{\text{т}}$ — поверхностная энергия

расплава и твердого тела соответственно; θ — краевой угол смачивания.

После подстановки в это уравнение экспериментальных значений $\sigma_{\text{ж}}$ и θ [1, 14] рассчитанные по этим формулам значения $\sigma_{\text{т}}$ и $\sigma_{\text{тж}}$ для системы BeO—Si_ж составили 752 и 727 мкДж/см² соответственно. Если учесть, что угол смачивания θ со временем уменьшается [1], то это различие становится еще более значимым.

Из изложенного следует, что без жидкого кремния зародыши кристаллов будут образовываться в объеме аморфного оксида (гомогенная кристаллизация при скорости роста существенно выше скорости зарождения зародышей), а в присутствии жидкого кремния — на границе фаз оксид бериллия—кремний (гетерогенная кристаллизация при скорости зарождения, опережающей скорость роста зародышей).

В изученном температурном диапазоне жидкий кремний на границах зерен не возникает, но формируется легкоплавкая эвтектика на основе Si—Al переменного состава с изменяющимися свойствами в зависимости от содержания и соотношения этих примесей. Известно, что при нагреве технического бериллия в интересующем нас диапазоне температур 700–750 °С (деградация пленки оксида) [3] в нем образуется жидкая эвтектика Si—Al ($t = 430$ °С) и Be—Al (645 °С). При этом кремний хорошо смачивает оксид бериллия, а алюминий практически на него не влияет [11]. С увеличением соотношения Si : Al аддитивная смачиваемость будет улучшаться (краевой угол — уменьшаться). У исследованных образцов это соотношение составляет 1,0 (обр. 1) и 0,45 (обр. 2).

Как следует из анализа морфологии и наноструктуры оксидной фазы (см. рис. 1), в случае, когда контактирующая с аморфной оксидной пленкой жидкая фаза бедна по кремнию (обр. 2, Si : Al = 0,45), в результате гомогенной кристаллизации возникают зародыши кристаллического оксида (рис. 2, а). При этом количество и размер кристалликов BeO определяются скоростью диффузионного массопереноса и избытком свободной энергии $\Delta G_{\text{св}}$, т.е. от факторов, зависящих от температуры и скорости нагрева при горячем прессовании.

Следует отметить, что при переходе аморфного оксида бериллия в кристаллическое состояние уменьшается объем оксидной фазы, что может сопровождаться некоторым увеличением пористости. Возможно, по этой причине оксид-

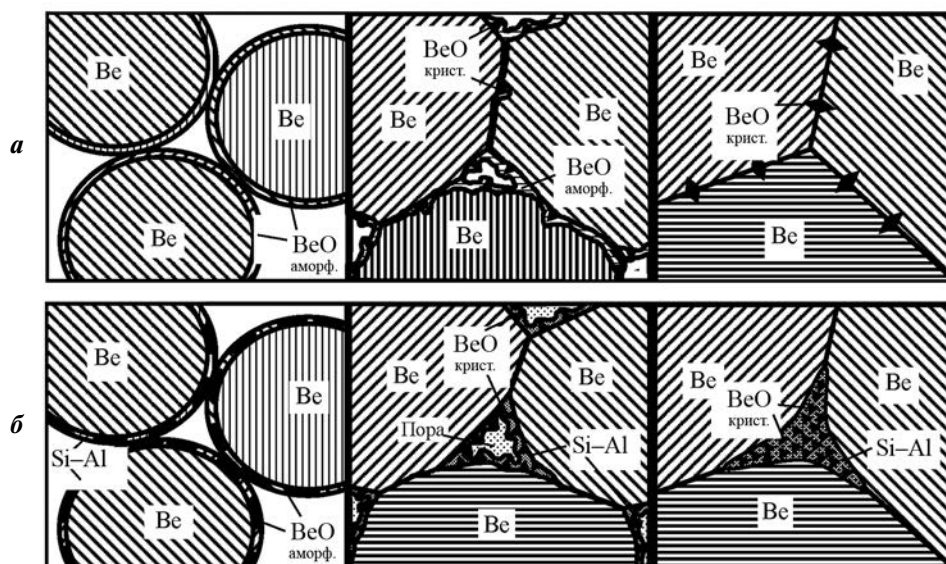


Рис. 2. Формирование структуры армирующей фазы BeO на границах зерен спеченного бериллия при различном содержании примеси кремния

Переход оксида из аморфного состояния в кристаллическое по механизму гомогенной (а) и гетерогенной (б) кристаллизации

Fig. 2. BeO reinforcing phase structure formation on sintered beryllium boundary grains at different silicon impurity content

Oxide transition from amorphous to crystalline phase by the homogeneous (a) and heterogeneous (b) crystallization mechanism

ная фаза часто наблюдается в порах бериллиевой матрицы.

В случае когда контактирующая с оксидной пленкой жидкая фаза обогащена кремнием (обр. 1, Si : Al = 1), зарождение зародышей кристаллического оксида происходит на межфазной границе оксид—эвтектика (см. рис. 2, б).

Поскольку $\sigma_{тж} < \sigma_t + \sigma_{ж}$, то энергетически целесообразны обволакивание жидкой фазой кристалликов оксида и их «отрыв» от аморфной пленки [18]. После этого диффузионный рост зародышей замедляется, и размер элементарных кристаллов в металлокерамических кластерах в заготовках не превышает 100 нм (см. рис. 1, обр. 1, т. 1). Одновременно жидкая эвтектика, «поглощая» кристаллы оксидной фазы, под действием капиллярных сил стремится к сфероидизации. В результате металлокерамические оксидные кластеры чаще всего оказываются в порах тройных стыков зерен, а границы бериллиевых зерен очищаются от вторичных фаз. Этот эффект уменьшает энергетические барьеры для миграции границ зерен, что проявляется в огрублении структуры — увеличении среднего размера зерна практически в 2 раза (см. табл. 1) и снижении прочностных свойств. Полученные данные не противоречат результатам работ по ис-

следованию рекристаллизации и механических свойств спеченного бериллия [19, 20].

Таким образом, гомогенный механизм расстеклования BeO на границах зерен спеченного бериллия обеспечивают высокий упрочняющий эффект за счет образования как высокодисперсной армирующей фазы, так и более мелкого размера зерен микроstructures металлического бериллия. Гетерогенный механизм расстеклования оксида бериллия, обусловленный неблагоприятным соотношением кремния к алюминию, снижает упрочняющий эффект из-за формирования при расстекловании оксида крупных «оксидно-кремний-алюминиевых» кластеров и значительного роста зерен бериллия (см. рис. 2, б). Изложенное составляет особенность «дисперсно-зернограничного» механизма упрочнения спеченного бериллия.

Количественная оценка эффекта дисперсно-зернограничного упрочнения спеченного бериллия

Для количественной оценки вклада различных факторов в упрочнение спеченного бериллия была проведена статистическая обработка результатов определения прочностных свойств (предела проч-

Таблица 3. Результаты статистической обработки по аппроксимации зависимости прочностных свойств партии промышленных заготовок от показателей качества исходных порошков

Table 3. Statistical processing results for approximating the dependence of commercial blank lot strength properties on the quality indicators of initial powders

Показатель качества	Функция аппроксимации	R^2
Si + Al + Mg	$Y = 40,289e^{-1,878x}$	0,1951
$(Si + Al + Mg) \cdot d$	$Y = -3,8335x^2 + 7,873x + 33,531$	0,2451
$(Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$	$Y = 39,414e^{-1,454x}$	0,3729
$d \cdot (Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$	$Y = 39,588e^{-0,054x}$	0,4037

Примечание. Si, Al, Mg – содержание примесей, мас.%; d – средний размер частиц порошка, мкм.

ности на растяжение) промышленной продукции, полученных при аттестации горячепрессованных заготовок. Были отобраны 32 цилиндрические заготовки диаметром 210 мм и высотой 210–250 мм из порошка технического бериллия дисперсностью менее 56 мкм, спрессованных в вакууме при температуре 1030 ± 20 °C. В качестве параметров были выбраны различные комбинации показателей качества, характеризующих химический состав и дисперсность исходных порошков, а в качестве функции — предел прочности на растяжение (табл. 3, рис. 3 и 4). Эта методика использована для получения возможности сравнения с результатами работ других исследователей [6].

Первый столбец диаграммы на рис. 4 показывает влияние параметра Si + Al + Mg, взятого из работы [6], на разупрочнение бериллия. Коэффициент достоверности аппроксимации составляет $R^2 = 0,1951$. Если дополнительно учесть размер частиц исходного порошка $(Si + Al + Mg) \cdot d$, то значение R^2 увеличивается до 0,2451. Другими словами, статистически подтверждается, что крупность частиц исходного порошка (d) при изменениях гранулометрического состава в пределах требований технических условий к порошку марки ПТБ-56 (который в определенной степени определяет размер зерна компактной заготовки) влияет на предел прочности. Влияние соотношения примесей $(Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$, связанного с формированием армирующей фазы еще более существенно: величина R^2 увеличивается до 0,3729. Это указывает на то, что роль дисперсного упрочнения (третий столбец на рис. 4) значительнее, чем зернограницного. Совместный эффект от обоих видов упрочнения $d \cdot (Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$ еще выше: $R^2 = 0,4037$.

Анализ результатов, полученных после статистической обработки, показывает, что кроме сум-

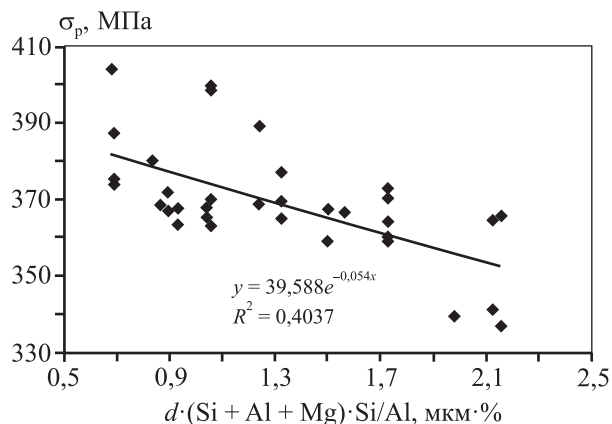


Рис. 3. Влияние характеристик исходных порошков (содержания примесей, их соотношения и средневзвешенного размера частиц) на прочностные свойства горячепрессованных заготовок

Fig. 3. Effect of initial powder specifications (impurity content, ratio and weighted average particle size) on strength properties of hot-pressed blanks

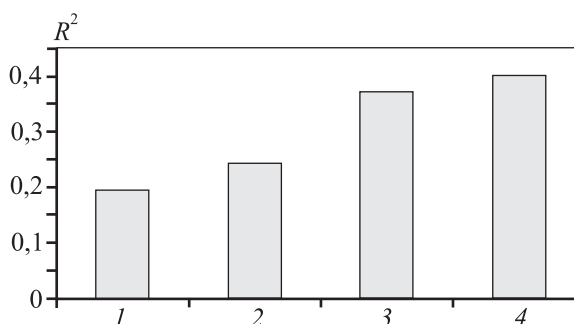
Рис. 4. Зависимость коэффициента достоверности аппроксимации R^2 от показателей качества исходных порошков1 – Si + Al + Mg, 2 – $(Si + Al + Mg) \cdot d$, 3 – $(Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$, 4 – $d \cdot (Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$

Fig. 4. Dependence of the approximation certainty factor on the quality indicators of initial powders

1 – Si + Al + Mg, 2 – $(Si + Al + Mg) \cdot d$, 3 – $(Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$, 4 – $d \cdot (Si + Al + Mg) \cdot Si/Al$

марного количества примесей, образующих легкоплавкую эвтектику $\text{Si} + \text{Al} + \text{Mg}$, значимыми являются размер частиц порошка (d) и соотношение примесей Si/Al . Еще большая достоверность прогноза прочностных свойств достигается при учете обоих параметров $d(\text{Si} + \text{Al} + \text{Mg})\text{-Si}/\text{Al}$.

Полученные экспериментальные данные подтверждают значимость механизма зернограницного упрочнения, описываемого уравнением Петча—Стро [12, 21], применительно к прогнозу свойств горячепрессованного бериллия, но основной вклад в увеличение прочностной характеристики спеченного бериллия вносит механизм дисперсного упрочнения, описываемый 2-й и 3-й моделями теории Мота—Набарро [22]. В соответствии с этой теорией взаимодействие дислокаций с дисперсными частицами может быть «упругим» (в твердых растворах), «пластичным» (перерезание—сдвиг когерентных частиц) и «разрывным» (разрыв дислокаций и образование петель Орована). Последний случай обеспечивает наибольший эффект упрочнения: приращение касательных напряжений пропорционально $G_{\text{Be}} b/(2l)$, где G_{Be} — модуль сдвига Be, b — вектор Бюргерса Be, $2l$ — расстояние между частицами. Он применим, когда модуль сдвига матричного материала меньше соответствующего модуля упрочняющей частицы ($G_{\text{Be}} < G_{\text{BeO}}$). В случае, когда частица представляет собой оксидный поликристаллический кластер, сцементированный эвтектическим сплавом на основе кремния, его модуль сдвига, по-видимому, близок к модулю кремния ($G_{\text{Be}} \sim G_{\text{Si}}$), и упрочнение будет пропорционально $b\sqrt{G_{\text{Be}}G_{\text{Si}}}/(2l)$, а эффект упрочнения меньше, чем при упрочнении оксидными моночастицами (уменьшается числитель и увеличивается знаменатель).

Понимание рассмотренных процессов важно для технологов-материаловедов при разработке сортов бериллия приборного и реакторного назначения, требования к которым существенно различаются. Структура приборного сорта бериллия, упрочненная дисперсными оксидными частицами, должна обеспечить хорошую размерную стабильность, т.е. иметь высокие значения прецизионного предела упругости. Реакторный сорт бериллия помимо повышенной чистоты должен иметь микроструктуру, по возможности с межзеренными границами без армирующих частиц, что обеспечит релаксацию термических напряжений в бериллиевых деталях, возникающих при работе атомного реактора.

Заключение

В ходе проведенных исследований выявлено, что упрочняющий эффект спеченного бериллия, получаемого методами горячего формования, в значительной степени определяется механизмом расстеклования оксида бериллия на границах зерен металлического бериллия. В зависимости от содержания и соотношения примесей (кремния и алюминия) этот механизм может быть либо гомогенным, либо гетерогенным. В зависимости от этого изменяются морфология, состав и структура армирующей фазы, а также размер зерна металлического бериллия, что в конечном итоге определяет упрочняющий эффект по дисперсно-зернограницному механизму.

Статистически подтверждена значимость роли механизма дисперсно-зернограницного упрочнения при прогнозировании прочностных свойств горячепрессованного бериллия марки ТГП-56 при использовании стандартных порошков ПТБ-56.

Литература/References

1. Беляев Р.А. Окись бериллия. М.: Атомиздат, 1980. Belyaev R.A. Beryllium oxide. Moscow: Atomizdat, 1980 (In Russ.).
2. Webster D. The effect of low melting phases on the elevated temperature microstructural stability of hot pressed beryllium. *Met. Trans. A*. 1975. Vol. 6. No. 4. P. 803—808.
3. Давыдов Д.А., Холопова О.В., Колбасов Б.Н. Образование и деградация оксидных пленок на бериллии. *Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Термоядерный синтез*. 2010. Вып. 2. С. 39—49. Davydov D.A., Kholopova O.V., Kolbasov B.N. Formation and degradation of oxide films on beryllium. *Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Ser.: Termoyadernyi sintez*. 2010. No. 2. P. 39—49 (In Russ.).
4. Taylor N., Baker D., Cattaglia S. Key issues in the safety and licensing of ITER. In: *IAEA, 3-rd TM «First generation of fusion power plants: Design and technology»* (Vienna, Austria, 13—15 July 2009); 9-th TM «Fusion power plant safety» (Vienna, Austria, 15—17 July 2009). CD-ROM proc., Thursday-2009-07-16.
5. Davydov D.A., Kholopova O.V., Kolbasov B.N. Inflammation and oxidation characteristics of beryllium: ITER Final Report, TA. No. ITA-81-06 Be Dust Explosion, July 2005.
6. Николаенко А.А., Тузов Ю.В. Влияние зернограницных включений оксида на механические свойства горячепрессованного бериллия. *Вопросы атом-*

- ной науки и техники. Сер.: Термоядерный синтез. 2012. Вып. 2. С. 52—59.
- Nikolaenko A.A., Tuzov Yu.V. The effect of grain boundary oxide inclusions on the mechanical properties of hot-pressed beryllium. *Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Ser.: Termoyadernyi sintez*. 2012. No. 2. P. 52—59 (In Russ.).
7. Mori Y., Niiya N., Ukegawa K., Mizuno T., Takarabe K., Ruoff A.L. High-pressure X-ray structural study of BeO and ZnO to 200 GPa. *Physica Stat. Sol. B*. 2004. Vol. 241. No. 14. P. 3198.
 8. Cai Y., Wu S., Xu R., Yu J. Pressure-induced phase transition and its atomistic mechanism in BeO: A theoretical calculation. *Phys. Rev. B*. 2006. Vol. 73. Iss. 18. No. 184104.
 9. Sebahaddin A., Murat D. Pressure-induced phase transition of BeO. *Solid State Commun.* 2009. Vol. 149. No. 9-10. P. 345—348.
 10. Шабловский Я.О. Термодинамические закономерности полиморфизма оксида бериллия. *Журн. физ. химии*. 2010. Т. 8. No. 12. С. 2211—2216.
Shablovskii Ya.O. Thermodynamic laws of beryllium oxide polymorphism. *Zhurnal fizicheskoi khimii*. 2010. Vol. 8. No. 12. P. 2211—2216 (In Russ.).
 11. Weisz M., Mollen J., Voron J. Possibility of the appearance of a liquid phase at 430 °C in commercial beryllium. *J. Nucl. Mater.* 1963. Vol. 10. P. 56—59.
 12. Тузов Ю.В., Хомутов А.М. Разработка обобщающего критерия работоспособности изделий из бериллия. *Цветные металлы*. 2010. No. 2. С. 76—78.
Tuzov Yu.V., Khomutov A.M. Development of a general criterion for the performance of products from beryllium. *Tsvetnye metally*. 2010. No. 2. P. 76—78 (In Russ.).
 13. Кан Р. Физическое металловедение. М.: Мир. 1968. Т. 2.
Kan R. Physical metal science. Moscow: Mir. 1968. Vol. 2 (In Russ.).
 14. Дохов М.П. Межфазная энергия на границах твердая фаза — расплав и твердая фаза—пар некоторых металлокерамических систем. *Фундаментальные исследования*. 2008. No. 8. С. 50—51.
Dokhov M.P. Interfacial energy at the boundaries of the solid phase — melt and solid phase-pairs of some metal-ceramic systems. *Fundamental'nye issledovaniya*. 2008. No. 8. P. 50—51 (In Russ.).
 15. Humenik M., Kingery W.D. Metal-ceramic interactions: III. Surface tension and wettability of metal-ceramics systems. *J. Amer. Ceram. Soc.* 1954. Vol. 37. No. 1. P. 18—23.
 16. Rhee S.K. A method for determining surface energies of solids: Temperature-variant contact angle method. *Mater. Sci. Eng.* 1977. Vol. 16. No. 1. P. 45—51.
 17. Дохов М.П. Новый вариант термодинамической оценки межфазной энергии на границе раздела твердое тело—расплав. *Изв. вузов. Физика*. Томск: ВИНТИ, 1987.
Dokhov M.P. New version of the thermodynamic assessment of interfacial energy at the solid-melt interface. *Izvestiya vuzov. Fizika*. Tomsk: VINITI, 1987 (In Russ.).
 18. Гегузин Я.Е. Физика спекания. М.: Наука. 1984.
Geguzin Ya.E. Sintering physics. Moscow: Nauka, 1984 (In Russ.).
 19. Turner G.I., Lane R.A. The effect of powder particle size on the mechanical properties of hot pressed P1 beryllium. In: *Proc. Conf. «Beryllium»* (London, October, 1977). P. 1—15.
 20. Webster D., Crooks D.D., Vidoz A.E. The effect of oxide dispersion on the recrystallization of beryllium. *Met. Trans.* 1974. Vol. 4. No. 12. P. 2841—2847.
 21. Пануров И.И., Тухинский Г.Ф. Пластическая деформация бериллия. М.: Атомиздат, 1973.
Papirova I.I., Tikhinskii G.F. Plastic deformation of beryllium. Moscow: Atomizdat, 1973 (In Russ.).
 22. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972.
Khonikomb R. Plastic deformation of metals. Moscow: Mir, 1972 (In Russ.).