

# Упругие, микро- и макропластические свойства поликристаллического бериллия

© Б.К. Кардашев<sup>1</sup>, И.Б. Куприянов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Высокотехнологический научно-исследовательский институт  
неорганических материалов им. акад. А.А. Бочвара,  
Москва, Россия

E-mail: b.kardashev@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 24 мая 2011 г.)

Изучено поведение модуля Юнга и внутреннего трения поликристаллов бериллия (размер зерна от 6 до 60  $\mu\text{m}$ ), приготовленных методом порошковой металлургии, в зависимости от амплитуды и температуры в интервале от 100 до 873 К. Измерения проводились методом составного пьезоэлектрического вибратора при продольных колебаниях на частотах около 100 kHz. На основе акустических измерений получены данные об упругих и неупругих (микропластических) свойствах в зависимости от амплитуды колебательных напряжений в пределах от 0.2 до 30–60 МПа. Показано, что при амплитудах выше 5 МПа диаграмма микропластического деформирования становится нелинейной. Проводится сравнение механических характеристик бериллия (предела текучести  $\sigma_{0.2}$ , предела прочности  $\sigma_B$  и условного предела микротекучести  $\sigma_y$ ) в зависимости от размера зерна. Для всех параметров при комнатной температуре удовлетворительно соблюдается соотношение Холла–Петча, хотя полного подобия нет. Подобие полностью отсутствует для температурных зависимостей. Если  $\sigma_{0.2}(T)$  и  $\sigma_B(T)$  монотонно уменьшаются при нагревании от комнатной к более высоким температурам, то  $\sigma_y(T)$  ведет себя необычно и имеет минимум вблизи 400 К. Различный уровень напряжений и отсутствие подобия указывают на то, что рассеяние ультразвуковой энергии и формирование уровня напряжений макроскопического течения происходят в бериллии на разных по своей природе препятствиях для движения дислокаций.

## 1. Введение

Взаимосвязи и сопоставлению акустических (действующий модуль упругости и поглощение энергии упругих колебаний или внутреннее трение) и макромеханических (пластичность и прочность) свойств кристаллических твердых тел уделяется достаточно много внимания [1–9]. В исследованиях с применением неразрушающей акустической методики достаточно ярко проявляются физические дислокационные механизмы, которые в той или иной мере контролируют процессы деформации и разрушения. Обычно поведение нелинейного амплитудно-зависимого внутреннего трения (АЗВТ), например, в зависимости от температуры сравнивают с поведением предела текучести или напряжения пластического течения [3–6]. По существу, речь в этом случае идет о сравнении микро- и макропластических характеристик кристаллов.

Оказалось, что, как и пластические свойства, некоторые аспекты разрушения, например хрупко-вязкий переход металлов и сплавов, можно изучать неразрушающим акустическим методом. Здесь, как было показано в [7–9], главным параметром в акустических исследованиях выступает амплитудно-независимое внутреннее трение (АНЗВТ), уровень которого предопределяется вязким торможением быстро движущихся дислокаций.

Сравнение микро- и макропластических свойств ведется, как правило, в области умеренно низких тем-

ператур, где можно говорить о существовании закона подобия [5,6]. Подобие обнаруживается между зависимостями от температуры характерных колебательных напряжений в акустическом эксперименте (при изучении АЗВТ в достаточно широком диапазоне амплитуд это так называемый условный предел микротекучести) и обычного предела текучести, который получается из диаграмм упругопластического деформирования. Закон подобия хорошо соблюдается для ионных кристаллов; в достаточно узком интервале температур он имеет место для ряда металлов (Al, W, Mo, Mg) и сплавов (Al–Si–Fe, Cu–Si, Fe–Cr); подобие не проявляется для поликристаллов меди с различным размером зерна [6].

В настоящей работе представлены экспериментальные данные совместных исследований акустических и пластических свойств поликристаллического бериллия с различным размером зерна. Исследования выполнены в диапазоне температур от 100 до 873 К. Результаты анализа полученных данных показали, что рассеяние ультразвуковой энергии в области АЗВТ в указанном интервале температур может быть связано с увеличением пластичности бериллия. Дополнительная потеря энергии движущимися дислокациями в какой-то мере может предохранять материал от разрушения. В этом случае рассеяние энергии в области АЗВТ играет практически ту же роль, что и вязкое торможение дислокаций (область АНЗВТ) для ОЦК-металлов и сплавов [7–9].

## 2. Образцы и экспериментальная методика

Поликристаллы бериллия (размер зерна от 6 до 60 м) были приготовлены методом порошковой металлургии. Образцы для акустических измерений имели форму стержней с квадратным поперечным сечением  $\sim (2.5 \times 2.5 \text{ mm})$  и длиной  $l = 61.0 \text{ mm}$ . Такая длина обеспечивала резонанс продольных колебаний всех образцов, приготовленных из бериллия с разным размером зерна, на частотах  $f \approx 100 \text{ kHz}$ . Перед измерениями образцы выдерживались в течение 15 min при 873 K.

Акустические исследования проводились методом составного пьезоэлектрического вибратора при температурах в интервале от 100 до 873 K. Подробное описание экспериментальной методики имеется в [4]. Продольные колебания на резонансной частоте  $f$  возбуждались в образце с помощью кварцевого преобразователя. Изучаемыми параметрами были модуль Юнга  $E = 4\rho l^2 f^2$  и логарифмический декремент  $\delta$ , характеризующий затухание ультразвука (внутреннее трение) в образце. Плотность материала  $\rho$ , необходимая для оценки величины модуля упругости, определялась по массе и геометрическим размерам образца.

Метод составного вибратора помимо данных в модуле Юнга и внутреннем трении (декремент  $\delta$ ) позволяет получать сведения и о неупругих (микропластических) свойствах материала. Данные по неупругим свойствам получаются из измерений модуля  $E$  и декремента  $\delta$  в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации  $\varepsilon$ . При достаточно больших амплитудах в материале образца возникает нелинейное амплитудно-зависимое поглощение  $\delta_h = \delta - \delta_i$  и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга  $(\Delta E/E)_h = (E - E_i)/E_i$ . Здесь  $E_i$  и  $\delta_i$  — значения модуля Юнга и декремента, измеряемые при малых амплитудах, где модуль  $E$  и декремент  $\delta$  остаются еще амплитудно-независимыми. Акустические измерения в широком диапазоне амплитуд позволяют оценить микропластические свойства в обычных для механических испытаний координатах напряжение–деформация. Для этого по оси ординат откладываются значения амплитуд колебательных напряжений  $\sigma = E\varepsilon$  (закон Гука), а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация  $\varepsilon_d = \varepsilon(\Delta E/E)_h$ .

В результате проведенных исследований были получены данные об амплитудных и температурных зависимостях  $E$  и  $\delta$  для пяти марок поликристаллического бериллия, имеющих размер зерна от 6 до 60 м. Диапазон амплитуд колебательной деформации  $\varepsilon$  при измерениях амплитудных зависимостей лежал в пределах от  $\sim 6 \cdot 10^{-7}$  до  $\sim 1-2 \cdot 10^{-4}$ , что соответствует колебательным напряжениям  $\sigma$  от  $\sim 0.2$  до  $\sim 30-60 \text{ MPa}$ .

## 3. Экспериментальные данные и обсуждение

3.1. Амплитудные зависимости и микропластичность. На рис. 1 и 2 в качестве примера

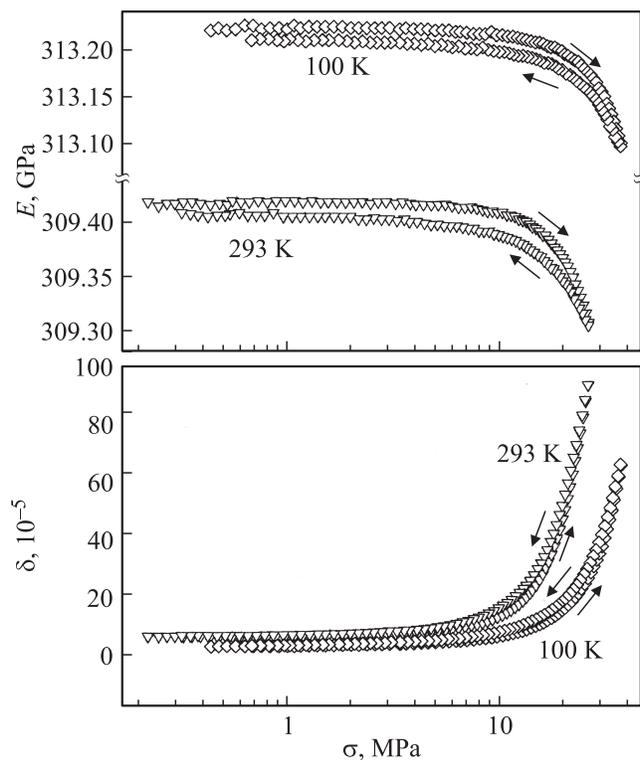


Рис. 1. Амплитудные зависимости модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$  для образца Be с размером зерна 20–25 м при 100 K и комнатной температуре. Стрелки указывают направление изменения амплитуды.

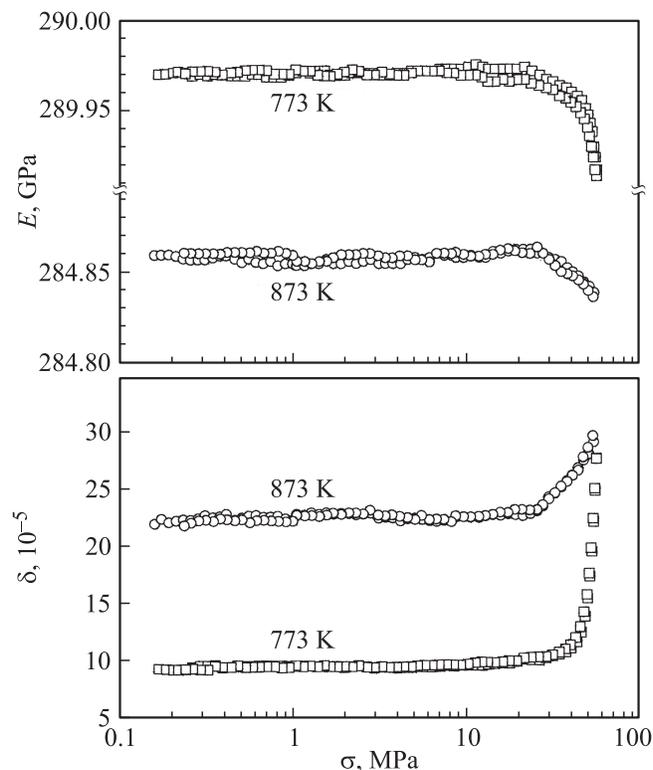
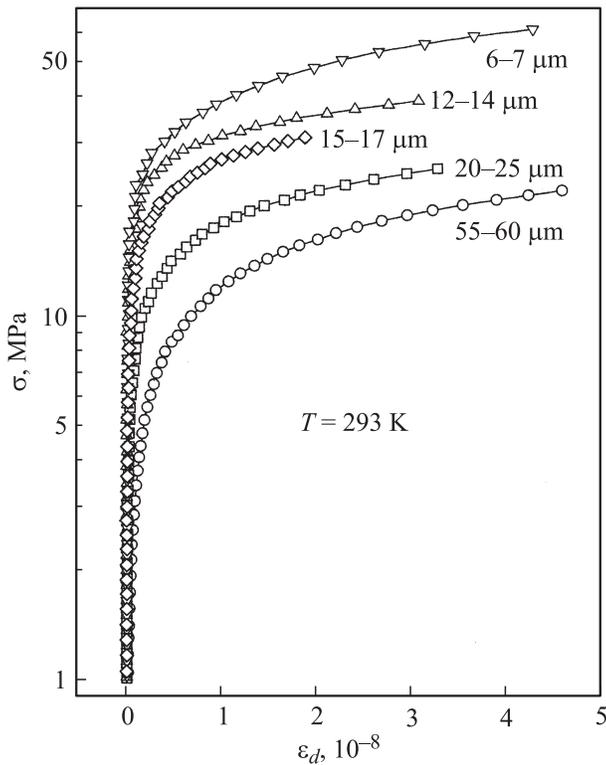
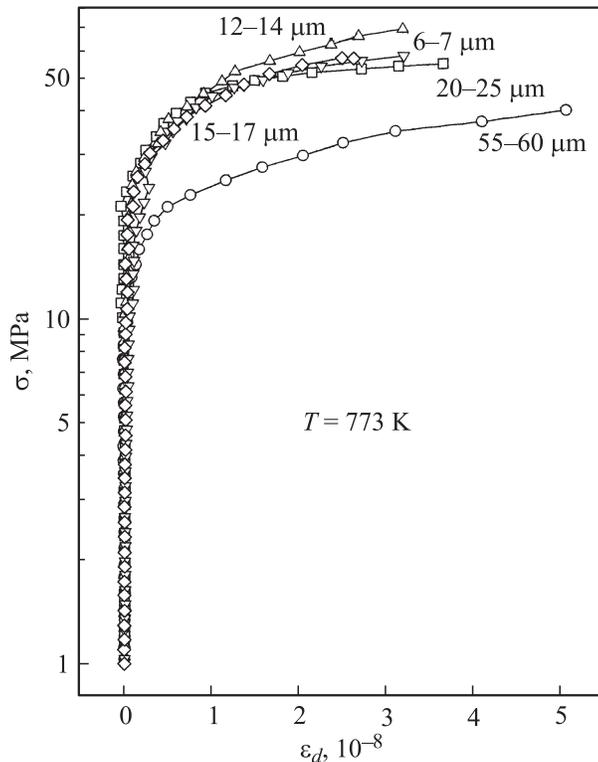


Рис. 2. Амплитудные зависимости модуля Юнга  $E$  и декремента  $\delta$  для образца Be с размером зерна 20–25 м при 773 и 873 K. Измерения выполнены последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды.



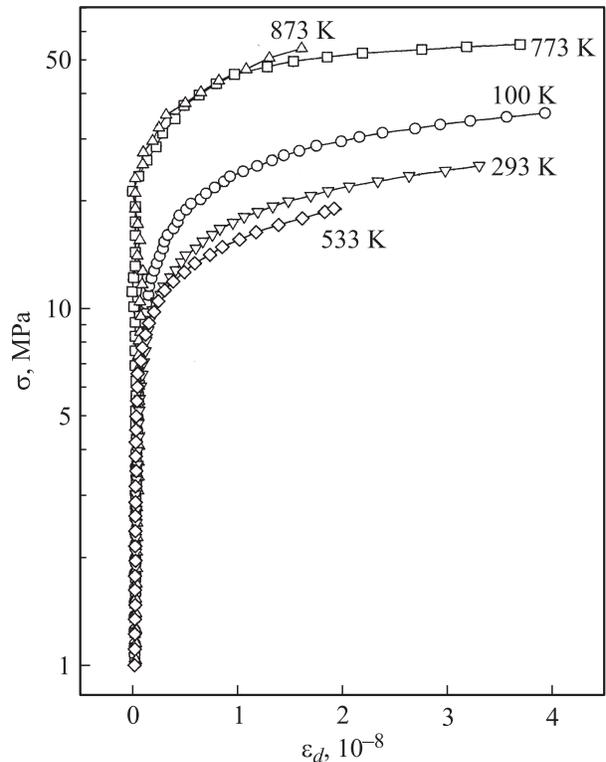
**Рис. 3.** Диаграммы микропластического деформирования образцов бериллия с различным размером зерна. Измерения выполнены при комнатной температуре.



**Рис. 4.** Диаграммы микропластического деформирования образцов бериллия с различным размером зерна. Измерения выполнены при 773 К.

приводятся зависимости  $E(\sigma)$  и  $\delta(\sigma)$ , полученные на образце бериллия с размером зерна 20–25  $\mu\text{m}$ . Для других марок бериллия кривые  $E(\sigma)$  и  $\delta(\sigma)$  качественно выглядели так же. Однако величины измеряемых параметров могли заметно отличаться друг от друга. Это наглядно демонстрируется на рис. 3, где показаны диаграммы  $\sigma(\epsilon_d)$  для комнатной температуры, полученные на образцах, приготовленных из разных марок бериллия. Из этого рисунка видно, что уменьшение размера зерна в материале приводит к заметному увеличению деформирующих напряжений при фиксированном значении  $\epsilon_d$ . На рис. 4 показаны аналогичные данные для температуры 773 К. При этой, достаточно высокой температуре кривые  $\sigma(\epsilon_d)$  для большинства марок бериллия практически совпадают. Исключение составляет лишь Ве с самым большим размером зерна (55–60  $\mu\text{m}$ ), деформирующее напряжение у которого заметно меньше, чем у остальных материалов.

**3.2. Температурные зависимости.** Рис. 5 представляет диаграммы микропластического деформирования образца бериллия с зерном величиной 20–25  $\mu\text{m}$  при различных температурах. Видно, что поведение характерных напряжений носит немонотонный характер. Уровень напряжений (условный предел микротекучести  $\sigma_y$ ) при умеренных температурах (вблизи 400 К) для всех марок бериллия оказался самым низким, что демонстрируется на рис. 6, где показаны температурные зависимости  $\sigma_y(T)$  при фиксиро-



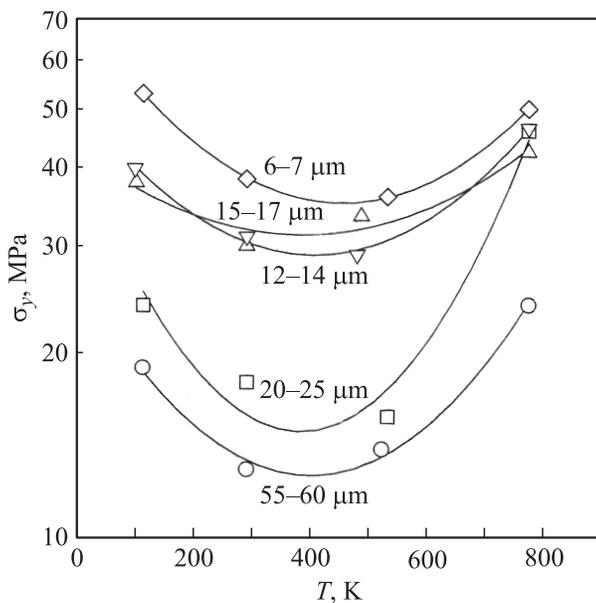
**Рис. 5.** Диаграммы микропластического деформирования образца бериллия с размером зерна 20–25  $\mu\text{m}$  при различных температурах.

ванной величине колебательной неупругой деформации  $\varepsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$ . Это означает, что в области температур от комнатной до 500 К должен наблюдаться максимум микропластической деформации, если поддерживать постоянным уровень амплитуды деформирующего напряжения  $\sigma$ .

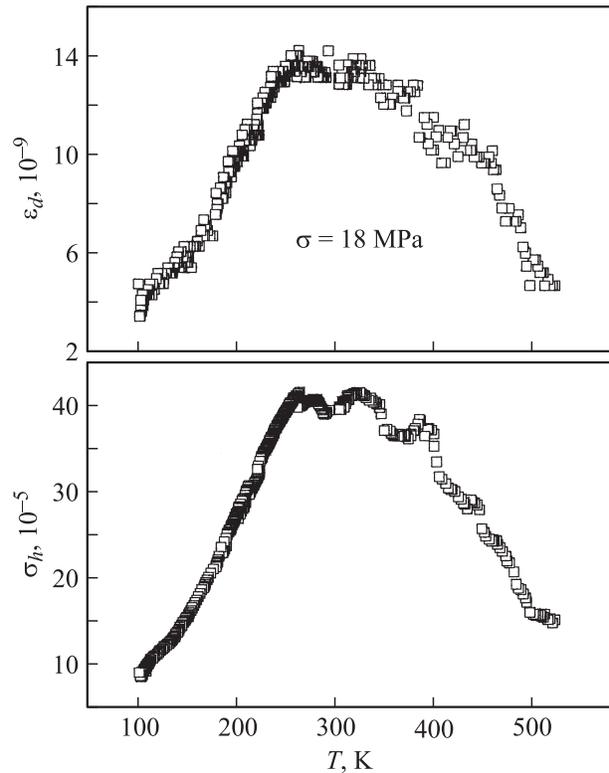
Контрольный эксперимент, проведенный на образце Be с зерном величиной 20–25  $\mu\text{m}$  (рис. 7), показал, что такой максимум действительно наблюдается. Он сопровождается максимумом АЗВТ (декремента  $\delta_h$ ). Наличие максимума означает, что в области умеренных температур носители пластической деформации (дислокации) в бериллии обладают наиболее высокой подвижностью при колебательном движении вблизи положения равновесия, что приводит к большим потерям ультразвуковой энергии.

В этом опыте измерения декремента и модуля Юнга проводились через каждые 30 с параллельно при двух амплитудах: малой  $\sigma_1 = 0.6$  МПа (область АНЗВТ) и большой  $\sigma_2 = 18$  МПа (область АЗВТ). Большую часть времени образец колебался с амплитудой  $\sigma_2$ . Лишь на короткое время ( $\sim 2$  с) устанавливалась амплитуда  $\sigma_1$  для измерений амплитудно-независимых декремента и модуля Юнга. Скорость охлаждения была около 2 К/мин. Таким образом были получены температурные зависимости неупругой (микропластической) деформации  $\varepsilon_d$  и амплитудно-зависимого декремента  $\delta_h$  при постоянной амплитуде колебательного напряжения  $\sigma = 18$  МПа ( $\varepsilon = 6.0 \cdot 10^{-5}$ ) в области от низких до умеренно высоких температур.

Следует иметь в виду, что охлаждение от комнатной температуры до 100 К меняет декремент и характерную неупругую деформацию обратимо. Теория амплитудно-



**Рис. 6.** Температурные зависимости условного предела микротекучести  $\sigma_y$  (напряжения микропластического деформирования) при постоянной величине колебательной неупругой деформации  $\varepsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$  для различных марок бериллия.



**Рис. 7.** Температурные зависимости неупругой деформации  $\varepsilon_d$  и амплитудно-зависимого декремента  $\delta_h$  при постоянной амплитуде колебательного напряжения  $\sigma = 18$  МПа ( $\varepsilon = 6.0 \cdot 10^{-5}$ ) для образца бериллия с размером зерна 20–25  $\mu\text{m}$  при охлаждении в области температур 533–100 К.

зависимого внутреннего трения (см. обзоры [4,10,11]) влияние низких температур объясняет обратимым изменением силы связи дислокаций с центрами их закрепления (точечными дефектами): увеличением силы связи при охлаждении и уменьшением при нагревании.

В отличие от охлаждения нагрев до высоких температур может приводить как к обратимым, так и к необратимым изменениям и декремента, и деформационных характеристик. С точки зрения существующих теорий дислокационного внутреннего трения уменьшение АЗВТ с повышением температуры может быть связано с тремя процессами.

1) Дальнейшее уменьшение силы связи дислокации с точечными центрами закрепления (вплоть до нуля). В этом случае точечные дефекты перестают действовать как центры закрепления при высоких температурах и обратимо восстанавливаются при охлаждении.

2) Диффузия других (дополнительных) точечных дефектов к дислокациям, что приводит к их более сильному закреплению. Этот процесс является, как правило, необратимым.

3) Необратимое уменьшение плотности дислокаций в результате отжига.

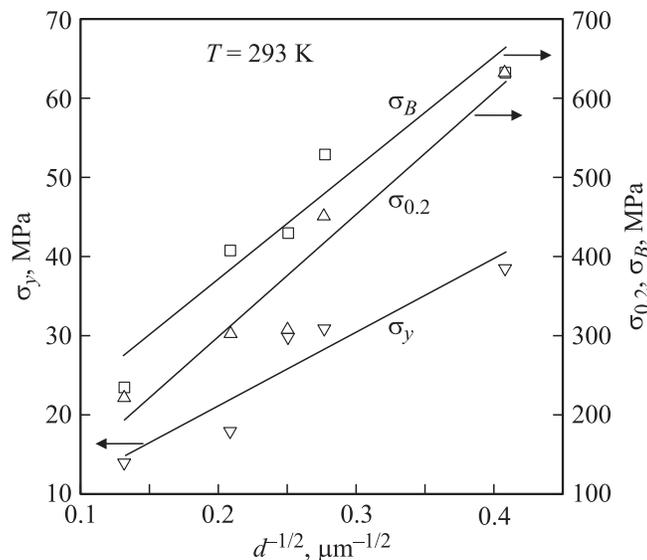
В нашем случае исследуемые образцы после изготовления специально нагревались до 873 К, так что

неравновесных дислокаций и точечных дефектов в процессе акустических измерений уже не должно быть. Здесь, очевидно, мы имеем дело лишь с обратимыми изменениями  $\varepsilon_d$  и  $\delta_h$ .

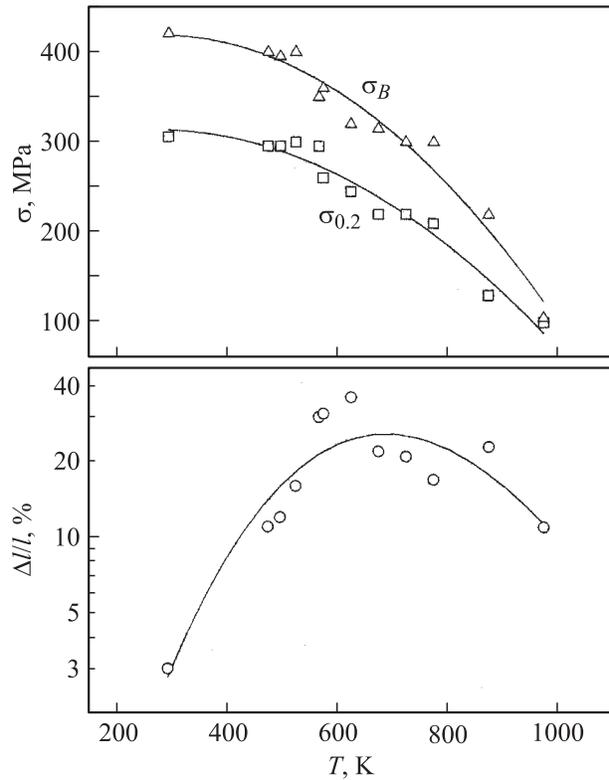
3.3. Микро- и макропластичность. На рис. 8 проводится сравнение механических характеристик бериллия (предела текучести  $\sigma_{0.2}$ , напряжения  $\sigma_B$ ) и условного предела микротекучести  $\sigma_y$  в зависимости от размера зерна в координатах Холла–Петча. Видно, что величины  $\sigma_{0.2}$  и  $\sigma_B$  более чем на порядок превосходят значения  $\sigma_y$ . Для всех параметров удовлетворительно соблюдается соотношение Холла–Петча (см., например, [12]), хотя полного подобия и не наблюдается (прямые линии на рис. 8 явно не параллельны друг другу). Для более высокой температуры соотношение Холла–Петча не соблюдается, что следует из данных, приведенных на рис. 4.

Подобие полностью отсутствует для температурных зависимостей. Если  $\sigma_{0.2}(T)$  и  $\sigma_B(T)$  монотонно уменьшаются при повышении от комнатной к более высоким температурам (рис. 9), то  $\sigma_y(T)$  имеет минимум в области 400 К (рис. 6). Различный уровень напряжений и отсутствие подобия, согласно существующим дислокационным представлениям, свидетельствует о том, что рассеяние ультразвуковой энергии и формирование уровня напряжений макроscopicического течения происходят в бериллии на разных препятствиях для движущихся дислокаций.

Тем не менее препятствия, на которых рассеивается ультразвук, по-видимому, сказываются на пластических характеристиках бериллия, а именно на величине относительного удлинения  $\Delta l/l$  при разрыве (разрушении). И для  $\Delta l/l$  (рис. 9), и для  $\delta_h(T)$  (рис. 7) имеет место максимум при температурах выше комнатной. Правда,



**Рис. 8.** Предел текучести  $\sigma_{0.2}$ , предел прочности  $\sigma_B$  и условный предел микротекучести  $\sigma_y$  (при величине неупругой деформации  $\varepsilon = 1.0 \cdot 10^{-8}$ ) в зависимости от размера зерна (в координатах Холла–Петча) при комнатной температуре.



**Рис. 9.** Предел текучести  $\sigma_{0.2}$ , предел прочности  $\sigma_B$  и относительное удлинение  $\Delta l/l$  при разрыве в зависимости от температуры для бериллия с размером зерна 15–17  $\mu\text{m}$ .

максимум для  $\delta_h$  наблюдается в области 400 К, а для  $\Delta l/l$  — при более высокой температуре ( $\sim 600$  К). Эти особенности в поведении (наличие максимумов), а также их различное расположение на температурной шкале можно объяснить следующим образом.

При поступательном движении дислокаций в процессе пластической квазистатической деформации их средняя скорость должна уменьшаться благодаря наличию препятствий, на которых происходит рассеяние ультразвука. При достаточно высоких деформирующих напряжениях выше предела текучести (они на порядок превосходят  $\sigma_y$ ) на этих препятствиях может иметь место заметное квазивязкое торможение дислокаций. Если скорость головных дислокаций в вершине трещин по какой-то причине замедляется, то и скорость распространения трещин, очевидно, будет меньше. В связи с этим разрыв образца может задержаться, и деформация до разрушения  $\Delta l/l$  материала при этом будет больше. Этим можно объяснить наличие температурного максимума и у  $\Delta l/l$ , и у  $\delta_h$ .

Если считать, что движение дислокаций в поле точечных дефектов (препятствий) носит термоактивируемый характер, то при высоких напряжениях, которые имеют место в процессе квазистатической деформации, время задержки дислокации на тех же барьерах должно быть существенно меньше по сравнению с ультразвуковыми испытаниями, где задержка является фикси-

рованной. На частоте 100 kHz это время составляет  $\sim 10^{-5}$  s. Уменьшение времени задержки должно приводить (с точки зрения термофлуктуационной теории) к повышению температуры, при которой будет иметь место максимум. Этот сдвиг в сторону более высоких температур по сравнению с  $\delta_h(T)$  и наблюдается для  $\Delta l/l(T)$ .

#### 4. Заключение

Проведенные исследования показали, что в области умеренных температур ( $\sim 400$  K) носители пластической деформации (дислокации) при колебательном движении вблизи положения равновесия в бериллии обладают наиболее высокой способностью рассеивать энергию. Это явление, как показывает анализ экспериментальных данных, может способствовать появлению максимума пластичности бериллия в области умеренно высоких температур вблизи 600 K.

#### Список литературы

- [1] T.A. Read. Phys. Rev. **58**, 4, 371 (1940).
- [2] G.S. Baker. J. Appl. Phys. **33**, 5, 1730 (1962).
- [3] Б.К. Кардашев. ФТТ **19**, 8, 2490 (1977).
- [4] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. Наука, М. (1985). 254 с.
- [5] А.Б. Лебедев, С.Б. Кустов. ФТТ **29**, 3, 915 (1987).
- [6] A.V. Lebedev. J. Phys. IV. Colloque C8 **6**, C8-255 (1996).
- [7] Б.К. Кардашев, А.С. Нефагин, Г.Н. Ермолаев, М.В. Леонтьева-Смирнова, М.М. Потапенко, В.М. Чернов. Письма в ЖТФ **32**, 18, 44 (2006).
- [8] Б.К. Кардашев, В.М. Чернов. ФТТ **50**, 5, 820 (2008).
- [9] V.K. Kardashev, V.M. Chernov. Mater. Sci. Eng. A **521–522**, 329 (2009).
- [10] V.L. Indenbom, V.M. Chernov. In: Elastic strain fields and dislocation mobility / Eds V.L. Indenbom, J. Lothe. North-Holland, Elsevier Science, Amsterdam (1992). P. 517.
- [11] G. Gremaud. Mater. Sci. Forum. **366–368**, 178 (2001).
- [12] Р. Хоникомб. Пластическая деформация металлов. Пер. с англ. Мир, М. (1972). 408 с.