

А. И. Рудской, В. В. Мишин, И. А. Шишов

БЕРИЛЛИЕВЫЕ ФОЛЬГИ. НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

УДК 548, 232, 2 ББК 24.5; 34.9 Р 83

Рецензенты: академик РАН *Л.И. Леонтьев*

академик РАН, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обработки металлов давлением Самарского национального исследовательского университета имени академика С.П. Королева Φ .В. Гречников

Рудской А. И. **Бериллиевые фольги.** Научно-технологические основы их получения: монография / А. И. Рудской, В. В. Мишин, И. А. Шишов. — М.: РАН, 2021. — 192 с. Рис.: 192. Табл.: 17. Библиогр.: 179 назв.

ISBN 978-5-907366-62-6

Монография посвящена проблемам горячей, теплой и холодной пластической деформации бериллия. Основной акцент сделан на разработку технологий получения фольг, широко используемых в современном приборостроении и рентгеновской технике. Предложена комплексная методика оценки вероятности разрушения бериллия в ходе его пластической деформации. Рассмотрены основные закономерности и механизмы формирования структуры и кристаллографической текстуры бериллия при изготовлении фольг методами пластической деформации в сочетании с термической обработкой. При помощи вязкопластической самосогласованной модели поликристаллической пластичности определены основные механизмы деформации бериллия и эволюции его кристаллографической текстуры в ходе получения фольг.

Книга предназначена для широкого круга научных работников и технических специалистов, интересующихся вопросами получения бериллиевых фольг, деформации анизотропных материалов, моделированием эволюции кристаллографической текстуры металлов при пластической деформации, а также вопросами конструирования и эксплуатации рентгеновской техники.

ISBN 978-5-907366-62-6

© А. И. Рудской, В. В. Мишин, И. А. Шишов, 2021

Оглавление

Введение
Глава 1. Бериллий как материал рентгеновской техники
1.1. Современные материалы рентгеновских окон
1.2. Проблемы и перспективы применения бериллия в рентгеновской технике 1
1.3. Основные способы получения бериллиевых фольг
1.4. Особенности пластической деформации бериллия
1.5. Основные механизмы пластической деформации бериллия
Глава 2. Взаимосвязь структуры, текстуры и механических свойств
тонких бериллиевых фольг
2.1. Экспериментальные исследования эволюции структуры, текстуры
и механических свойств бериллиевых фольг при пластической
деформации и высоковакуумном отжиге
2.1.1. Определение оптимальной формы образцов для определения
механических свойств бериллиевых фольг
2.1.2. Структура и механические свойства бериллиевых фольг,
подвергнутых горячей прокатке в металлическом контейнере
по различным технологиям. Концепция формирования высоких показателей физико-механических свойств
2.1.3. Эволюция кристаллографической текстуры и структуры при холодной
2.1.5. Эволюция кристаллографической текстуры и структуры при холодной прокатке и высоковакуумном отжиге
2.1.4. Влияние кристаллографической текстуры на формообразование
и разрушение бериллия при холодной прокатке
2.1.5. Неоднородность структуры и текстуры по толщине бериллиевых
фольг
2.1.6. Структура и механические свойства бериллиевых фольг, полученных по технологии многостадийной холодной прокатки в сочетании
с высоковакуумными отжигами
2.2. Математическое моделирование эволюции текстуры бериллия при
пластической деформации
2.2.1. Краткое описание вязкопластической самосогласованной модели 8.
2.2.2. Моделирование эволюции текстуры бериллия при сжатии
2.2.3. Моделирование эволюции текстуры бериллия во время
холодной прокатки
Глава 3. Комплексная методика оценки вероятности разрушения бериллия
при пластической деформации
3.1. Основные подходы к прогнозированию разрушения металлов при
пластической деформации9

Бериллиевые фольги. Научно-технологические основы их получения

3.2. Выоор критерия для оценки разрушения оериллия при пластическои деформации
3.3. Методика определения предельного значения критерия разрушения
Кокрофта—Латама
3.4. Влияние схемы напряженно-деформированного состояния на предельные значения критерия Кокрофта—Латама
3.5. Температурные зависимости предельных значений модифицированного
критерия Кокрофта—Латама для различных сортов бериллия
3.6. Экспериментальное и численное исследование разрушения бериллия
при теплой и горячей прокатке
3.6.1. Теплая прокатка бериллия на холодных валках
3.6.2. Теплая прокатка бериллия в контейнере
3.6.3. Учет релаксации напряжений при прогнозировании разрушения
бериллия12
3.7. Оценка вероятности разрушения бериллия при прессовании
рентгеновских линз
3.8. Оценка вероятности разрушения бериллия при холодной прокатке
3.8.1. Математическая модель холодной прокатки бериллиевых фольг
3.8.2. Анализ напряженно-деформированного состояния в бериллии
при холодной прокатке фольг
Глава 4. Деформация и разрушение бериллиевых фольг при эксплуатации
в рентгеновской технике
4.1. Деформация и разрушение фольг в условиях статического нагружения 14
4.1.1. Экспериментальные исследования деформации и разрушения
бериллиевых фольг при статическом нагружении внешним
давлением
4.1.2. Численное моделирование деформации бериллиевых фольг
при статическом нагружении
4.1.3. Прогнозирование разрушения бериллиевых фольг при статическом
нагружении внешним давлением
4.2. Деформация и разрушение фольг в условиях циклического нагружения 16
4.3. Процессы деформации и разрушения фольг в условиях статического
изгиба
4.4. Основные области применения бериллиевых фольг, полученных
по разработанным технологиям
Заключение
Список литературы

Основные обозначения и сокращения

```
C_{\kappa_{-}} и C_{\kappa_{-}} пред
                     критерий разрушения Кокрофта—Латама и его предельное
                     значение соответственно
E
                     модуль Юнга
δ
                     удлинение образца в момент разрушения
                     истинная деформация в различных направлениях (см. НН, НП,
\varepsilon, \varepsilon_{HH}, \varepsilon_{H\Pi}, \varepsilon_{\Pi H}
                     \Pi H
                     инженерная (условная) деформация
\epsilon_{_{\rm VCJI}}
                     интенсивность деформаций
\varepsilon_i
                     предельная деформация
\varepsilon_{\rm nlt}
                     параметр жесткости напряженного состояния
                     коэффициент трения
μ
                     коэффициент Пуассона
                     предел текучести
σ
                     тангенциальное растягивающее напряжение
\sigma_{\Theta}
                     среднее (гидростатическое) напряжение
\sigma_0
                     критическое сдвиговое напряжение
\tau_{\rm KD}
БУГ
                     большеугловая граница
                     высоковакуумный отжиг
BO
ГΠ
                     горячая прокатка
ГПУ
                     гексагональная плотноупакованная (кристаллическая решетка)
ИПД
                     интенсивная пластическая деформация
ΜУΓ
                     малоугловая граница
НДС
                     напряженно-деформированное состояние
HH
                     направление по нормали
ΗП
                     направление прокатки
HP
                     направление растяжения
ПН
                     поперечное направление
ППФ
                     прямая полюсная фигура
ПЧЛ
                     полосы Чернова—Людерса
ПЭМ
                     просвечивающая электронная микроскопия
РКУ
                     равноканальное угловое прессование
РЭМ
                     растровая электронная микроскопия
ΧП
                     холодная прокатка
EBSD (Electron Backscatter Diffraction) — дифракция отраженных электронов
MUD (Scale to Multiples of Uniform Distribution) — единицы равномерного распре-
                                                   деления
MRD (Multiples of Random Distribution) — единицы случайного распределения.
SDD (Silicon Drift Detector) — кремниевый дрейфовый детектор
VPSC (Visco-Plastic Self-Consistent Model) — вязкопластическая самосогласован-
                                             ная модель
XRD (X-Ray Diffraction) — дифракция рентгеновских лучей
```

Введение

В монографии рассмотрены новые подходы к технологическим процессам пластической деформации бериллия при получении тонких фольг с программируемой структурой и текстурой. Эти процессы обеспечивают производство бериллиевых фольг, обладающих повышенными показателями физико-механических и эксплуатационных свойств, необходимых рентгеновским окнам широкого класса современных приборов и устройств.

Проанализированы научные проблемы, связанные с пластической деформацией бериллия на основе разработанной комплексной методики оценки вероятности разрушения материала в ходе горячей, теплой и холодной пластической деформации. Кроме того, рассмотрены закономерности формирования заданной структуры и кристаллографической текстуры деформируемого бериллия.

Особое внимание уделено математическому моделированию эволюции текстуры бериллия при пластической деформации с использованием вязкопластической самосогласованной модели (Visco-Plastic Self-Consistent Model, далее — VPSC) поликристаллической пластичности. В этой современной и физически обоснованной модели поликристаллический материал представляется как совокупность отдельных зерен, которые взаимодействуют с некоторой «эффективной средой». Пластическая деформация материала происходит под действием приложенных внешних напряжений путем скольжения и двойникования по определенным системам скольжения (СС). При этом учитываются эффекты взаимодействия между зернами бериллия и деформационное упрочнение материала.

Использование VPSC позволило оптимизировать режимы деформации различных сортов поликристаллического бериллия для достижения максимальных значений физико-механических параметров тонких бериллиевых фольг за счет формирования благоприятной кристаллографической текстуры.

Установленные закономерности и механизмы повышения показателей физико-механических свойств бериллия позволили разработать новые научно обоснованные технические и технологические решения, обеспечивающие оптимальные параметры и максимальную долговечность работы тонких и сверхтонких бериллиевых фольг при эксплуатации в рентгеновской технике.

Авторы выражают искреннюю благодарность коллегам за помощь в подготовке материалов и проведении исследований — профессору, д-ру техн. наук Н. Г. Колбасникову; В. В. Часову; П. А. Глухову; канд. геол.-мин. наук И. А. Касаткину; канд. техн. наук О. Н. Столярову; а также коллективам НПО «СПЕКТРОН» (г. Санкт-Петербург) и АО «ВНИИНМ» им. академика А. А. Бочвара (г. Москва).

Исследования выполнены при финансовой поддержке Российского научного фонда (соглашение № 20-79-00014).

Глава 1. Бериллий как материал рентгеновской техники

В данной главе кратко рассмотрены современные материалы для изготовления окон детекторов рентгеновского излучения, отмечены их ключевые особенности и недостатки. Основной акцент сделан на проблемах применения бериллия в рентгеновской технике и возможных путях их решения. Представлены известные способы получения бериллиевых фольг, в том числе тонких. Рассмотрены проблемы пластической деформации бериллия с точки зрения формирования заданной текстуры и структуры бериллия, а также комплекса механических свойств.

1.1. Современные материалы рентгеновских окон

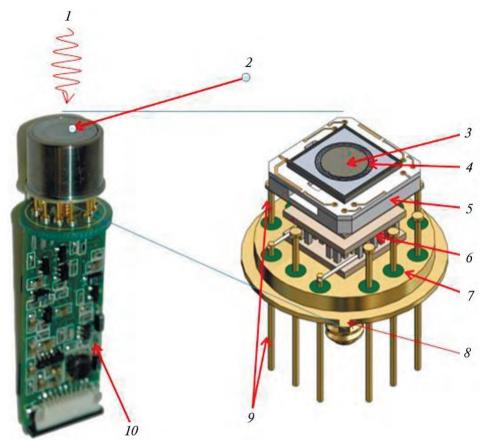
Вопросы обнаружения и идентификации рентгеновских лучей занимают важное место в различных областях науки и техники (физике элементарных частиц, ядерной физике, медицине, металловедении, промышленном контроле качества и т. д.). Для измерения потока, пространственного распределения, спектра и других свойств рентгеновского излучения используются специальные приборы — детекторы рентгеновского излучения, предназначенные для преобразования энергии ионизирующего излучения в другой вид энергии, удобный для регистрации и измерения. Детектор является обязательным элементом любого рентгеновского прибора. Существуют различные типы детекторов, основанные на различных физических принципах — электрохимических реакциях, ионизации газа, фотоэлектрическом эффекте, сцинтилляции [1–3].

В течение последних 20–30 лет шло бурное развитие рентгеновских детекторов, обусловленное ростом технологических возможностей микроэлектроники, лазерной техники, физики твердого тела. На сегодняшний день наиболее современными являются полупроводниковые (Si, Si-Pin, Silicon Drift Detector¹ (SDD)) и твердотельные детекторы (криогенные детекторы, детекторы на туннельных переходах). Наиболее распространены из них полупроводниковые Si-Pin и SDD. Конструкция современного SDD-детектора приведена на рис. 1.1.

Важная составная часть детектора — рентгеновское окно, которое должно пропустить рентгеновское излучение, одновременно сохраняя высокий вакуум в корпусе детектора. К примеру, чтобы SDD-детектор работал, внутри его корпуса необходимо обеспечить высокий вакуум с остаточным давлением не более 10^{-5} — 10^{-6} Па.

Основными параметрами работы детектора рентгеновского излучения являются его эффективность регистрации и чувствительность [1]. При одинаковой эффективности регистрации чувствительность детектора тем выше, чем больше площадь его поверхности (так называемая «активная площадь» или апертура рентгеновского окна) и меньше толщина входного окна.

¹ Кремниевый дрейфовый детектор.



 $Puc.\ 1.1.$ Конструкция современного SDD-детектора [4]: слева — общий вид, справа — показанная голубыми линиями увеличенная верхняя часть.

I — рентгеновское излучение, 2 — рентгеновское окно, 3 — рабочая область диода, 4 — многослойный коллиматор, 5 — керамическая печатная плата, 6 — термоэлектрический охладитель (ТЭО), 7 — контактная часть, 8 — место припоя к корпусу детектора, 9 — контакты с ТЭО и печатной платой, 10 — предусилитель / контроллер температуры

Малая толщина рентгеновского окна крайне необходима для предотвращения чрезмерного поглощения рентгеновского излучения. Это связано с тем, что интенсивность этого излучения, прошедшего через тонкую пленку вещества, подчиняется экспоненциальному закону убывания от начального значения из-за фотоэффекта, комптоновского рассеяния и образования электронных пар [5]. Пропускание рентгеновских лучей через рентгеновское окно можно описать зависимостью [6]:

$$T = \frac{I}{I_0} = e^{-\mu\rho t},$$
 (1.1)

где I_0 — интенсивность входящего (первичного) излучения; I — интенсивность излучения, прошедшего через рентгеновское окно; μ — массовый

коэффициент поглощения (массовый коэффициент ослабления излучения), характеризующий материал окна, ${\rm M}^2/{\rm K}\Gamma$; ρ — плотность материала окна, ${\rm K}\Gamma/{\rm M}^3$; t — толщина окна (дистанция поглощения), м.

Из формулы (1.1) следует, что для максимального пропускания излучения рентгеновское окно должно быть настолько тонким, насколько это возможно. Также из формулы (1.1) следует, что наилучшим образом для изготовления рентгеновских окон подходят материалы с малой плотностью.

Эффективность регистрации, т. е. отношение числа зарегистрированных сигналов к числу частиц (γ -квантов), падающих на детектор, определяется как [1]:

$$\varepsilon = \frac{J_{\varepsilon}}{\phi S},\tag{1.2}$$

где J_{ε} — частота зарегистрированных импульсов от излучения; ϕ — плотность потока излучения, падающего на детектор; S — площадь чувствительной поверхности детектора.

Чувствительность детектора (к) — это отношение количества зарегистрированных сигналов J_{ε} к плотности потока частиц ϕ (γ -квантов):

$$\kappa = \frac{J_{\varepsilon}}{\Phi}.\tag{1.3}$$

Чувствительность детектора к связана с его эффективностью ϵ соотношением:

$$\kappa = \varepsilon S.$$
 (1.4)

Как следует из формулы (1.4), чувствительность детектора увеличивается с ростом активной площади поверхности.

Чем больше квантов прошло через детектор, тем большую скорость их счета можно достигнуть. Высокая скорость счета позволяет собрать более точную статистику за определенный интервал времени, поэтому производители рентгеновской техники стремятся повысить площадь чувствительной поверхности детектора за счет увеличения площади рентгеновских окон [7, 8]. Например, современный SDD-детектор компании Amptek (США), имеющий активную площадь в 25 мм², способен регистрировать приблизительно 500 тыс. импульсов в секунду. В то же время аналогичный детектор с активной площадью в 70 мм² имеет скорость счета уже более 2 млн импульсов в секунду [9].

Современная рентгеновская техника требует применения рентгеновских окон с хорошей передачей для рентгеновских фотонов и с низкой, и с высокой энергией (так называемое мягкое и жесткое рентгеновское излучение). Жесткое рентгеновское излучение характеризуется длиной волны менее 0,2 нм. Оно обладает наибольшей частотой излучения и энергией фотона, а также значительной проникающей способностью. Мягкое рентгеновское излучение (с длиной волны более 0,2 нм) обладает меньшей энергией фотона и сильно поглощается веществом, через которое оно проходит [10].

На основании вышесказанного входные окна детекторов рентгеновского излучения должны удовлетворять нескольким противоречивым требова-

ниям. Во-первых, эффективного пропускания рентгеновских лучей можно достичь только за счет использования в качестве рентгеновских окон относительно тонких фольг (мембран, пленок), предотвращающих чрезмерное поглощение излучения [6]. Во-вторых, для сохранения высокого вакуума в корпусе детектора рентгеновское окно должно обладать вакуумной плотностью (вакуумной герметичностью), а также сохранять последнюю при внешнем нагружении статического и циклического характера. Однако очевидно, что чем тоньше окно и чем выше его активная площадь, тем выше напряжения, возникающие в нем при одних и тех же условиях нагружения. Повышение напряжений до некоторых критических значений может вызвать разрушение рентгеновского окна, что приведет к выходу детектора из строя вследствие потери вакуума в его корпусе.

Помимо нагружения внешним давлением, рентгеновское окно может подвергаться воздействию высоких и низких температур, вибрациям, ударам, контакту с агрессивными средами, вызывающими коррозию, а также непосредственно воздействию жесткого рентгеновского излучения, способного вызывать деградацию и последующее разрушение материала окна.

В некоторых случаях, когда площадь рентгеновского окна недостаточна, и не может быть увеличена из-за его недостаточной механической прочности, множество детекторов объединяют в единый кластер с увеличенной активной площадью. Отметим, что при одинаковой активной площади единичного окна и кластера изготовление и эксплуатация кластера могут быть значительно сложнее и дороже, чем детектора с одним рентгеновским окном, смонтированным в одном корпусе.

Таким образом, идеальное рентгеновское окно должно быть одновременно очень тонким и при этом механически прочным и вакуумно плотным, коррозионностойким, выдерживать воздействие пониженных и повышенных температур.

В настоящее время для изготовления рентгеновских окон в детекторах используются различные материалы.

Алмазные пленки. Синтетические алмазные пленки (рис. 1.2) используются в качестве ультратонких рентгеновских окон, поскольку обладают вакуумной плотностью, коррозионной стойкостью, нетоксичны и способны выдерживать высокие температуры [11–13]. Кроме того, алмазные окна способны выдерживать жесткое рентгеновское излучение в синхротронах и других высокоэнергетических установках, что делает их едва ли не единственной альтернативой бериллиевым окнам для данных устройств [14].

Применение алмазных пленок (мембран) в детекторах мягкого рентгеновского излучения эффективно при их толщине менее 1 мкм [16], при этом требуется обязательное использование опорной сетки (армирования) [17], что в некоторых случаях вызывает чрезмерное поглощение рентгеновских лучей материалом армирования.

Полимерные пленки. Рентгеновские окна на основе полимеров (рис. 1.3) часто используются в детекторах, рассчитанных на мягкое рентгеновское излучение [17–19]. Их основное преимущество — сверхмалая (вплоть до нескольких сотен нанометров) толщина, чем обеспечивается очень хорошее пропускание мягких рентгеновских лучей. Полимерные пленки обладают





окно производства компании Torr компании Moxtek (США) [20] Scientific Ltd (Великобритания) [15], смонтированное в держатель

Рис. 1.2. Алмазное рентгеновское Рис. 1.3. Полимерные рентгеновские окна производства

высоким модулем упругости и способны выдерживать перепады давления в определенных пределах [17].

Однако рентгеновские окна, изготовленные из полимерных материалов не способны работать в условиях высоких температур, что накладывает значительные ограничения на область их применения и на монтирование в корпус. Полимерные материалы также являются неэффективными барьерами для газовой диффузии и, таким образом, не обеспечивают длительной вакуумной плотности [21]. Еще к одному существенному недостатку полимерных пленок относится их низкая радиационная стойкость. Под действием ионизирующего излучения в полимере могут происходить радиационно-индуцированные химические реакции с образованием газа внутри пленки [17]. Это ведет к деградации пленочной структуры и постепенной потере вакуумной плотности. Таким образом, полимерные пленки не могут использоваться в детекторах, рассчитанных на жесткое рентгеновское излучение.

Крупнейший производитель полимерных рентгеновских пленок — компания Moxtek (США) [20]. Современная серия окон AP5 имеет активную площадь приблизительно 100 мм².

Пленки из нитрида кремния. Нитрид кремния (Si₃N₄, SiN) широко используется в полупроводниковой промышленности из-за своей прочности, термостойкости, газонепроницаемости и хорошей химической стойкости [22]. Из-за отсутствия подходящих технологий производства тонких пленок из нитрида кремния долгое время данный материал не рассматривался в качестве элементов рентгеновских окон.

Авторам работы [23] удалось получить слоистые мембраны (рис. 1.4), имеющие слой нитрида кремния толщиной 40 нм и тонкую опорную сетку из кремния, выдерживающие давление в 3 атм и более 250 тыс. циклов нагружения давлением в 1,2 атм без признаков разрушения и потери вакуумной плотности. В диапазоне энергий 50–1900 эВ такие мембраны демон-

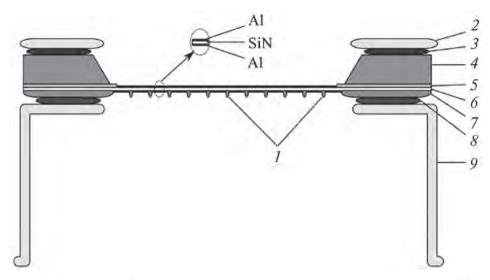


Рис. 1.4. Слоистая мембрана из тонкой кремниевой подложки и слоя нитрида кремния (SiN) с напыленным на него дополнительным алюминиевым слоем [23]. I — ребра сетки, 2 — защитная рамка, 3 — клей, 4 — слой Si (толщина 380 мкм), 5 — слой SiO $_2$ (толщина 40–100 нм), 6 — слой SiN (толщина 40–180 нм), 7 — сетка, 8 — клей, 9 — рамка-держатель

стрируют самые высокие показатели передачи мягкого рентгеновского излучения [23] и превосходят алмазные и полимерные пленки.

Крупным производителем окон из нитрида кремния является компания Amptek (США) [24]. Рентгеновские окна C-Series из нитрида кремния $\mathrm{Si_3N_4}$ с алюминиевым покрытием применяются на полупроводниковых детекторах SDD и Fast SDD для регистрации мягкого рентгеновского излучения. Окна марки C1 (толщиной 150 нм) предназначены для лабораторных, настольных и ручных приборов; марки C2 (толщиной 40 нм) — для использования в вакууме в сканирующих электронных микроскопах (Scanning Electron Microscope, SEM) в детекторах EDS (EDX)¹-анализа. В табл. 1.1 сравнивается эффективность детектирования легких элементов при использовании окон из нитрида кремния и бериллия по данным работы [25].

По данным табл. 1.1 видно, что окна из нитрида кремния обеспечивают более высокую эффективность для энергий излучения ниже 1,5 кэВ по сравнению со стандартными бериллиевыми окнами. Однако сверхмалая толщина данных пленок (40–150 нм) требует наличия специальной армирующей сетки (гексагональной формы), а также крайне щадящих условий откачки и напуска атмосферы при эксплуатации окон.

Графеновые пленки. Графит или отдельный графитовый слой, называемый графеном, обладает рядом существенных преимуществ, в первую очередь высокими физико-механическими свойствами [26]. Его использова-

¹ Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDX, EDRS или EDS.

75,4

64.7

80,3

81.8

73

82.

64

75

Элемент	Окно из нитрида кремния марки		Толщина бериллия, мкм		Элемент	Окно из нитрида кремния марки		Толщина бериллия, мкм	
	C1	C2	8	12		C1	C2	8	12
Li	0	29	0	0	F	46,1	69	4	1
Ве	0	13	0	0	Ne	58,1	72,9	20	9
В	0,06	19,7	0	0	Na	65,4	75,1	40	27
С	4,3	43,9	0	0	Mg	70,6	77,3	59	47

A1

Si

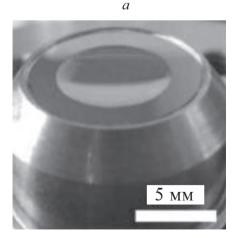
0

0

Таблица 1.1. Эффективность детектирования легких элементов при использовании окон из нитрида кремния и бериллия, % [25]

ние в перспективе позволит максимально снизить толщину рентгеновских окон и отказаться от использования поддерживающих сеток, поглощающих часть рентгеновского излучения. Кроме того, графен нетоксичен [27], обладает малым атомным весом, а также химической стойкостью [28] и газонепроницаемостью [29]. Все это делает его весьма перспективным материалом для передачи мягкого рентгеновского излучения в диапазоне энергий 0,1–1,0 кэВ.

Принципиальная пригодность графенового углерода в качестве материала для рентгеновских окон продемонстрирована в работе [30], авторы которой получили рентгеновские окна из графена толщиной 1 и 2 мкм с активной площадью 7 мм 2 . Свойства полученных окон тестировались путем непосредственного их монтажа в SDD-детектор рентгеновского излучения (рис. 1.5).



20,2

29.4

N

0

59,2

62.

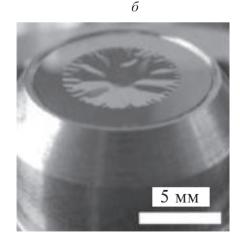


Рис. 1.5. Графеновое окно, вклеенное в корпус TO8 SDD-детектора рентгеновского излучения при откачке (a) и напуске атмосферы (δ) [30]

Графеновые пленки способны выдерживать до 10 тыс. циклов нагружения/разгрузки внешним давлением в 1 атм (при активном диаметре 7 мм) при сохранении вакуумной плотности (натекание по гелию составило не более 1×10^{-10} мбар · л/с). На рис. 1.6 показано улучшение пропускной способности окна в области низких энергий по сравнению с бериллиевым окном толщиной 8 мкм [30].

Однако графеновым окнам присущ ряд недостатков. В частности, осажденные графеновые пленки могут иметь внутренние дефекты (поры, трещины и др.), что обусловливается технологиями их получения. Это может значительно снижать прочность графеновых окон и вызывать их разрушение при внешнем нагружении. Кроме того, графен может быть только вклеен в корпус детектора, но не впаян в него, что делает невозможным применение его при повышенных температурах. В литературе пока также недостаточно сведений о радиационной стойкости графена при пропускании через него жесткого рентгеновского излучения.

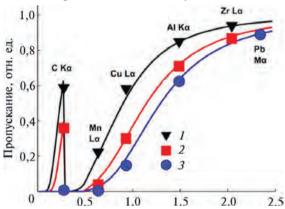


Рис. 1.6. Пропускная способность окон из графена и бериллия [30]. I и 2 — графен толщиной 1 и 2 мкм соответственно, 3 — бериллий толщиной 8 мкм

В целом графен — перспективный, но пока еще малоизученный с точки зрения рентгеновской техники материал. Авторы работы [30] отмечают, что для широкого применения графеновых окон в рентгеновской технике требуется дополнительно исследовать механические свойства этого материала (модуль Юнга, коэффициент Пуассона, предельную прочность на растяжение) и лучше понимать механическую устойчивость графеновых окон при нагружении давлением.

Таким образом, использование альтернативных материалов для рентгеновских окон в основном обусловлено необходимостью детектирования легких элементов (от Li до O) в диапазонах энергий мягкого рентгеновского излучения, а также трудностью изготовления бериллиевых фольг и их недостаточным качеством в части физико-механических свойств.

1.2. Проблемы и перспективы применения бериллия в рентгеновской технике

Бериллий имеет весьма важную особенность строения атома, заключающуюся в том, что его второй электронный слой содержит не восемь электро-

нов, а два. В сравнении с другими элементами подгруппы (магнием, кальцием, стронцием, барием и радием) бериллий обладает малым радиусом атома (приблизительно 0,113 нм) и большой энергией его ионизации [31]. Вследствие этого, а также малой плотности, бериллий значительно превосходит остальные металлы по пропускной способности и для жесткого, и для мягкого рентгеновского излучения. Помимо высокой пропускной способности бериллий обладает большим модулем упругости (приблизительно 300 ГПа), хорошей тепло- и электропроводностью [32], выдерживает воздействие высоких и низких температур, исходя из этого, может использоваться в криогенных детекторах и подвергаться пайке, в том числе и высокотемпературной.

Кроме того, бериллий не деградирует под действием жесткого рентгеновского излучения (в отличие от полимерных пленок), не подвержен коррозии в сухом воздухе, азоте, водороде и двуокиси углерода при температурах приблизительно до 815 °C, устойчив к чистой воде (без ионов галогенов) и жидким металлам (без кислорода). Хорошая химическая стойкость обусловлена образованием на поверхности бериллия оксидной пленки с предельной толщиной приблизительно 100 Å [33] (при атмосферном давлении и комнатной температуре в течение нескольких часов). Такое сочетание характеристик делает бериллий наилучшим материалом для изготовления рентгеновских окон, поэтому он стал применяться в рентгеновской технике с самого начала ее интенсивного развития [34, 35].

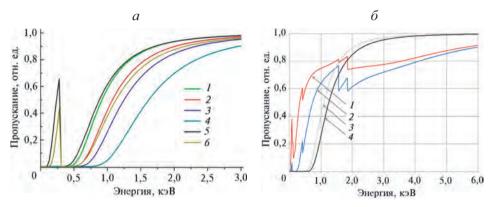
Как уже было сказано ранее, при прохождении через вещество рентгеновское излучение ослабляется, что в общем случае является следствием двух причин: 1) непосредственно поглощения рентгеновского излучения и 2) его рассеяния. Массовый коэффициент поглощения µ, являющийся численной характеристикой ослабления излучения, можно представить как сумму двух коэффициентов:

- 1) μ_p , который характеризует рассеяние рентгеновского излучения, заметно проявляющееся при коротких длинах волн излучения (жестком излучении). Данный коэффициент не зависит от атомного номера материала, пропускающего излучение;
- 2) $\mu_{\rm n}$, который определяет непосредственно само поглощение и зависит как от свойств материала, пропускающего излучение, так и от длины волны излучения. Он увеличивается с ростом атомного номера и плотности вещества и проявляется в основном при относительно длинных волнах (так называемое «мягкое излучение») [36]. Это объясняется тем, что количество рентгеновских лучей, поглощаемых веществом, зависит от строения его атомов (в частности, от размера электронных орбиталей и числа электронов в этих орбиталях).

Для оценки поглощения рентгеновских окон часто используют значение так называемой «оптимальной» толщины окна:

Из формулы (1.1) следует, что интенсивность излучения, прошедшего через окно толщины, вычисленной по формуле (1.2), составит $e^{-1} \approx 0,369$, или приблизительно 37 % интенсивности излучения, попадающего на окно. Расчеты с использованием данных [6] показывают, что для рентгеновского излучения с длиной волны $\lambda = 0,56$ нм «оптимальная» толщина t берилли-

евого окна составит 23,5 мм. При этом окно из алюминия для поглощения рентгеновского излучения такой же интенсивности должно иметь толщину t=1,4 мм, а для окна из свинца t=13 мкм. Излучение с длиной волны $\lambda=1,54$ нм будет ослабляться до 37 % бериллиевым окном толщиной t=3,6 мм, алюминиевым окном с t=76 мкм, свинцовым окном с t=4 мкм. Зависимости пропускной способности от энергии рентгеновского излучения для бериллиевых фольг, пленок из графена и нитрида кремния приведены на рис. 1.7.



 $Puc.\ 1.7.\$ Зависимости пропускной способности от энергии рентгеновского излучения при использовании окон из различных материалов: a — бериллий и графен [6]; δ — бериллий и нитрид кремния [37].

a: I-4 — бериллий толщиной 5,0, 8,0, 12,5 и 25,0 мкм соответственно, 5 и 6 — графен толщиной 1,0 и 2,0 мкм соответственно; 6: I и 2 — нитрид кремния толщиной 40,0 и 150,0 мкм соответственно, 3 и 4 —бериллий толщиной 8,0 и 12,5 мкм соответственно

Видно, что одной из основных проблем использования производимых в настоящее время тонких бериллиевых фольг толщиной 8–12,5 мкм является плохое пропускание излучения с энергией до 0,5 кэВ. Это главный недостаток бериллия по сравнению с пленками сверхмалой толщины из графена и нитрида кремния. По мере снижения толщины бериллиевого окна пропускание мягкого рентгеновского излучения значительно улучшается. По данным работы [38], в которой исследовали тончайшие бериллиевые пленки толщиной 90–627 Å, напыленные на специальную подложку, было отмечено увеличение пропускания излучения в спектре энергий менее 0,5 кэВ (рис. 1.8).

Снижение толщины бериллиевых окон сопряжено с рядом трудностей, в первую очередь с хрупкостью бериллия. Последняя значительно осложняет получение тонких бериллиевых фольг, что вынуждает производителей детекторов использовать относительно толстые фольги с меньшей активной площадью. Кроме того, хрупкость бериллия значительно затрудняет эксплуатацию рентгеновских окон, так как хрупкий металл плохо выдерживает внешние нагрузки и разрушается при малейшем внешнем воздействии.

Кроме того, один из существенных недостатков бериллия — его токсичность [39, 40]. Предельно допустимая концентрация для этого металла на два порядка ниже, чем для мышьяка, свинца и ртути [41]. Очень токсична бе-

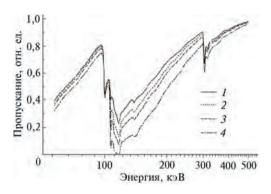


Рис. 1.8. Пропускание мягких рентгеновских лучей для бериллиевых пленок толщиной 90 (1), 202 (2), 300 (3) и 627 Å (4), осажденных на подложку из нитрида кремния толщиной 430 Å [38]

риллиевая пыль. Чем меньше размер ее частиц, тем сильнее проявляются ее токсические свойства. При эксплуатации бериллиевых фольг также актуален вопрос коррозионной защиты окон при длительном воздействии влажности, спиртов, кислот, масел и других агрессивных сред, которые способны нарушить вакуумную плотность, а также полностью разрушить бериллиевое окно.

Проблемы токсичности и коррозионной стойкости можно решить при помощи специальных покрытий, наносимых на бериллий разными способами, например путем вакуумного осаждения, электролиза, анодирования, плазменного напыления [33]. В качестве покрытий могут использоваться и тонкие слои металлов (серебро, никель, цинк, алюминий и др.), и алмазоподобные материалы (Diamond Like Carbon, DLC), а также оксид алюминия [42] и др. Перспективна защита бериллиевых фольг при помощи экологически безопасного покрытия на основе парилена (Parylene C, или поли-параксилилена) [43].

Современные покрытия хорошо защищают бериллий от коррозии и при этом незначительно снижают пропускную способность для рентгеновского излучения. К примеру, компания Moxtek (США) производит рентгеновские окна DuraBeryllium и DuraBeryllium Plus, представляющие собой бериллиевые окна толщиной 8–25 мкм со специальными неорганическими и полимерными одно- и многослойными покрытиями (рис. 1.9). Эти покрытия обеспечивают устойчивость рентгеновского окна к ряду веществ, вызывающих коррозию: 5%-му раствору соляной кислоты (вплоть до температуры 400 °С), воде при температуре до 65 °С, нефтепродуктам, метанолу, изопропанолу, этанолу и др. [44].



Puc. 1.9. Бериллиевое рентгеновское окно с покрытием DuraBeryllium производства компании Moxtek (США) [44], смонтированное в корпус детектора

Таким образом, использование бериллиевых фольг, сочетающих в себе высокую прочность и пластичность, позволит значительно увеличить чувствительность детекторов рентгеновского излучения за счет снижения толщины и увеличения активной площади детектора и одновременно обеспечить их надежную эксплуатацию.

1.3. Основные способы получения бериллиевых фольг

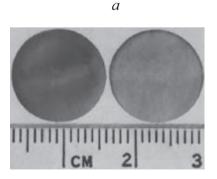
Для получения бериллиевых фольг известны технологии вакуумного осаждения и напыления бериллия, а также способы горячей, теплой и холодной прокатки.

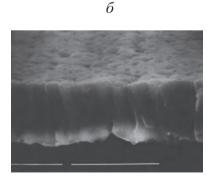
Одним из наиболее распространенных способов получения тонкой и сверхтонкой бериллиевой фольги является испарение бериллия в вакууме с конденсацией его паров на специальную подложку и последующее ее удаление.

К примеру, в работе [45] представлен способ получения тончайших фольг из бериллия путем его испарения при высоком вакууме (остаточное давление $4\cdot 10^{-5}$ Па) из вольфрамового тигля с последующим осаждением бериллия на пластины, покрытые тонким слоем термопластичной растворимой смолы. Таким способом были изготовлены бериллиевые фольги толщиной от 0.2 до 0.5 мкм, обладающие оптической плотностью.

В работе [46] предложена усовершенствованная методика осаждения пара, отличающаяся повышенной чистотой получаемой фольги (рис. 1.10) и отсутствием в последней внутренних напряжений, что достигается за счет нагрева подложки до $450-700\,^{\circ}$ С. Высокая чистота обусловлена использованием специальной медной подложки, покрытой послойно молибденом и кремнием (толщина слоев $0,1-0,2\,$ мкм). Покрытие необходимо для создания диффузионного барьера между подложкой и бериллием, который препятствует загрязнению фольг материалом подложки.

В работе [47] методом испарения получены бериллиевые пленки (фильтры) диаметром до 82 мм и толщиной в диапазоне 0,1–1,0 мкм. Металл ис-





 $Puc.\ 1.10.$ Образцы полученных по способу [46] бериллиевых фольг (a) и РЭМ-изображение поперечного скола, на котором виден характер роста кристаллитов в этих фольгах (δ) РЭМ — растровая электронная микроскопия

паряли из танталового тигля на специально подготовленные многослойные подложки в условиях высокого вакуума. Подложки были изготовлены из пластин слюды и покрыты NaCl и нитратом целлюлозы.

Помимо вакуумного испарения, для изготовления тонких бериллиевых фольг может использоваться вакуумное или ионно-плазменное напыление на подложку из меди, магния или кварцевого стекла с последующим отделением бериллия от подложки [48], а также ионно-лучевое распыление, позволяющее получать бериллиевые пленки толщиной 20–100 нм [49].

Существуют также магнетронные технологии получения сверхтонких бериллиевых фольг [50, 51]. Например, в способе, описанном в работе [50], слои фольги формируют осаждением бериллия путем магнетронного распыления мишени за счет повторяющихся перемещений поверхности подложки с заданной скоростью, обеспечивающей рост кристаллов материала слоя, наклонно ориентированных к плоскости подложки. Дополнительно на подготовленную подложку наносят слой, препятствующий диффузии материала фольги в подложку.

Существенными недостатками способов напыления и осаждения являются низкие физико-механические свойства получаемых фольг (хрупкость), а также и отсутствие гарантированных показателей вакуумной плотности. Хрупкость получаемых фольг можно несколько снизить, к примеру, имплантировав в них алюминий после отделения от подложки при помощи специальной термообработки [52]. Очевидно, что такой способ обладает высокой сложностью и низкой производительностью. Частично указанные недостатки могут быть устранены при использовании способа, указанного в работе [53]. Бериллиевая фольга после осаждения и отделения от подложки подвергается прокатке, что повышает ее плотность и механическую прочность.

Помимо хрупкости, у напыленных и осажденных фольг имеется еще один существенный недостаток — на стадии осаждения (напыления) в тонкой бериллиевой фольге могут формироваться пузыри и полости. Их наличие, во-первых, снижает вакуумную плотность. Во-вторых, оно может вызывать дифракцию проходящих через фольгу рентгеновских лучей, что приводит к негативным эффектам при эксплуатации рентгеновских окон [54].

Кроме того, у способов напыления и осаждения существуют и иные недостатки: ограниченные размеры получаемых фольг, очень сложный технологический процесс, требующий использования специфического и дорогостоящего оборудования. Особенно важно подчеркнуть, что при указанных способах принципиально отсутствует возможность управления структурным и текстурным состояниями бериллия для формирования определенных показателей физико-механических свойств.

Теоретически, тонкие бериллиевые фольги также могут быть получены непосредственно путем механической обработки литого металла [55], вакуумного формования из расплава [56] или холодного прессования порошков с последующим спеканием [57], однако сведений о получении и свойствах изготовленных такими способами бериллиевых фольг в литературе не представлено.

Более предпочтительны способы изготовления бериллиевых фольг для рентгеновской техники путем пластической деформации, а именно: прокатки.

Одним из способов получения бериллиевой фольги толщиной менее 500 мкм является горячая прокатка до толщины 200-250 мкм и последующее химическое утонение вплоть до 10 мкм. Существенными недостатками этой технологии являются очень большой расход материала (потеря более 75 % бериллия), низкие показатели механических свойств фольг, а также отсутствие гарантированных показателей вакуумной плотности [32].

Тонкие бериллиевые фольги могут быть получены непосредственно путем горячей прокатки в вакууме [58], однако для этого требуется наличие специальных вакуумных прокатных станов. Последние достаточно дороги, сложны в настройке и обслуживании. Кроме того, из-за особенностей их конструкции зачастую достаточно сложно обеспечить высокий вакуум при прокатке. При прокатке в вакууме нередки случаи разрушения бериллия из-за контакта с холодными валками стана [59]. На сегодняшний день такой способ получения бериллиевых фольг практически не используется.

Часто вместо прокатки в вакууме применяют специальную технику прокатки в защитных герметичных контейнерах. Заготовки бериллия завариваются в специально подготовленные контейнеры, что исключает его контакт с воздухом при нагреве и прокатке [32, 60-62]. Однако при помощи горячей и теплой прокатки весьма затруднительно получить вакуумноплотные фольги толщиной 50 мкм и менее по причине различия деформации металлического контейнера и бериллия. Исходя из этого вызывает сомнение возможность получения тонких вакуумноплотных фольг (толщиной до 10 мкм) по способу [60] прокатки бериллия в контейнере. Кроме того, поверхность фольг после удаления контейнера может иметь чрезмерную шероховатость, которая может приводить к локальным изменениям толщины и значительно снижать прочностные и пластические свойства фольг. Местные неравномерности оказывают особенно сильное влияние на пластичность фольг, поскольку они служат концентраторами напряжений и могут вызывать преждевременное разрушение фольг при растяжении даже при напряжениях ниже предела текучести [61].

Таким образом, на основании выполненного анализа различных способов получения тонких бериллиевых фольг можно сказать, что перспективным, а возможно и единственным способом обеспечения требуемых характеристик, а также самой возможности получения тонких вакуумноплотных бериллиевых фольг является холодная прокатка в сочетании с высоковакуумными отжигами (ВО). Способы холодной прокатки бериллия активно разрабатывались в Ленинградском политехническом институте (ЛПИ, ныне Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого — СПбПУ) начиная с 70-х годов прошлого века. В институте был накоплен значительный научно-технологический опыт, что позволило получить бериллиевые фольги толщиной до 20–30 мкм. Для того времени это являлось, несомненно, значительным научным достижением мирового уровня [63–66].

Таким образом, при получении тонких бериллиевых фольг (толщиной 5—30 мкм) горячую и теплую прокатку можно рассматривать как предварительный этап получения заготовок с заданной структурой и текстурой для дальнейшей холодной прокатки в сочетании с высоковакуумными отжигами.

1.4. Особенности пластической деформации бериллия

В российской и зарубежной литературе подробно описаны причины хрупкости, механизмы разрушения и возможности пластической деформации бериллия различной химической чистоты. Большинство исследователей склоняется к тому, что возможности существенного повышения показателей физико-механических свойств (в частности, пластичности) для бериллия отсутствуют, поскольку его хрупкость обусловлена внутренним строением: анизотропией межатомных связей, склонностью к разрушению вдоль плоскостей базиса, особенностями механизмов деформации и упрочнения, наличием недеформируемых частиц оксида бериллия и различных примесей [32, 67, 68].

Одним из возможных путей снижения хрупкости бериллия является измельчение его структуры за счет пластической деформации в сочетании с термическими обработками. В работе [69] показано, что относительно высокие значения прочности и пластичности при комнатной температуре ($\sigma_{0,2}=314$ МПа; $\sigma_{\rm B}=445$ МПа; $\delta=10,5$ %; $\psi=8,6$ %) имеют образцы высокочистого бериллия (не менее 99,95 %) с мелкозернистой структурой после горячей прокатки при 870 °C со степенью деформации 80 % (рис. 1.11).

Путем теплой прокатки в вакууме на подогреваемых валках при 600 °C [62] удалось достичь относительно высоких показателей механических свойств бериллиевых фольг толщиной 100–500 мкм ($\sigma_{0,2}$ = 250...300 МПа, $\sigma_{\rm B}$ = 380...420 МПа, δ = 2...7 %) за счет создания структуры со средним размером зерен 5 мкм (рис. 1.12).

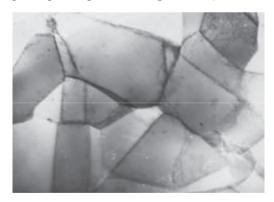


Рис. 1.11. ПЭМ-изображение субструктуры бериллия после горячей прокатки при 870 °С со степенью деформации 80 %. ПЭМ — просвечивающая электронная микроскопия

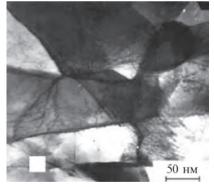
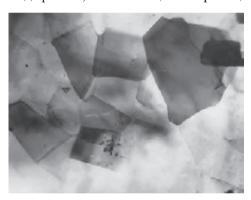


Рис. 1.12. ПЭМ-изображение бериллиевой фольги толщиной 200 мкм, полученной путем горячей прокатки на вакуумном стане при 600 °C [62]

В работе [70] показано, что показатели механических свойств бериллия определяются характером дислокационной структуры. Максимальные прочностные и пластические свойства имеют бериллиевые листы с ячеистой (субзеренной) структурой с низкой плотностью дислокаций (10^{-8} см $^{-2}$). Рассмотрено влияние условий получения оптимальной субзеренной

структуры при помощи схем деформации с развитыми полями сжимающих напряжений. Преобладающее действие сжимающих напряжений реализовано при помощи гидроэкструзии со степенями деформации 40-92 % при температуре 350 °C. Установлено, что образующаяся в бериллии после гидроэкструзии ячеистая структура совершенствуется по мере накопления деформации. Полученная таким образом структура существенно отличается от структуры прокатанного и выдавленного бериллия однородностью распределения субзерен (рис. 1.13). В упомянутой работе также предложен способ получения мелкозернистой структуры путем применения знакопеременной циклической деформации по заданной программе, которая состоит из многократного чередования выдавливания и осадки исходных литых заготовок при температуре деформации, постепенно понижающейся от 900 до 650 °C. Чтобы предотвратить разрушение бериллия, использовали специальные контейнеры. После трех циклов деформации (с суммарной степенью 300 %) средний размер зерен в бериллии составил 3 мкм (рис. 1.14). Показатели механических свойств данных образцов составили $\sigma_{\rm B} = 440~{\rm M}\Pi{\rm a},$ $\delta = 17~\%$. Отмечено, что использование степеней деформации более 300 % ведет к резкому снижению показателей механических свойств бериллия изза дефектов, возникающих на границах зерен.



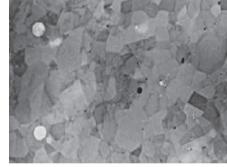


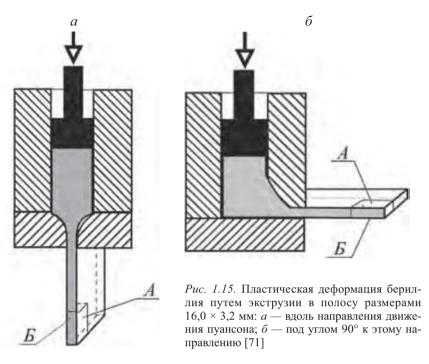
Рис. 1.13. Субструктура гидроэкструдированного бериллия (× 7000 раз) со степенью обжатия 92 % при 350 °C [70]

 $Puc.\ 1.14.\$ Структура бериллия после суммарной деформации 300 % [70]

Одним из способов измельчения структуры бериллия является интенсивная пластическая деформация (ИПД) [71]. В работе [71] рассмотрены две схемы экструзии бериллиевых заготовок в прямоугольную форму (рис. 1.15) при 950 °C. Различие схем состоит в разном уровне сдвиговых напряжений и деформаций. Схема на рис. 1.15, δ характеризуется более высоким уровнем сдвиговых компонент деформации за счет изгиба канала на 90° относительно оси перемещения пуансона.

В ходе деформации структура бериллия эффективно измельчается с образованием блоков с размерами 2–15 мкм (рис. 1.16, δ). Подчеркнем, что исходный размер зерен в заготовках для экструзии составлял 100–280 мкм.

В испытаниях на растяжение при 20 °С получены показатели механических свойств плоских образцов после ИПД: $\sigma_{0.2} = 564$ Мпа, $\sigma_{\rm B} = 600$ Мпа,



 δ = 0,8 %. Таким образом, ИПД является перспективным видом деформации для создания особого структурного состояния бериллия, которое характеризуется повышенными показателями механических свойств.

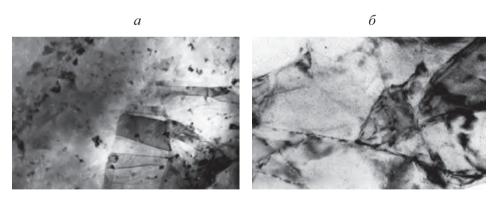


Рис. 1.16. ПЭМ-изображение структуры экструдированного при 950 °С бериллия [71] (× 5000 раз): a — схема с продольным движением пуансона; δ — схема ИПД

Размер зерна не является единственным и решающим фактором, определяющим механические свойства бериллия. При одинаковом конечном размере зерна механические свойства могут существенно изменяться в зависимости от текстурного состояния металла. Исследованию формирования текстуры образцов бериллия с различным химическим составом при горячей и теплой деформации посвящен ряд работ.

В работе [72] исследовано влияние режимов горячей и теплой прокатки бериллия в контейнере на формирование текстуры в материале различной чистоты (табл. 1.2). Исходные заготовки диаметром 20 и толщиной 10 мм были прокатаны в контейнерах из стали марки 20 (с толщиной стенки 1 мм) в одном направлении (без поперечных кантовок) при температурах 500, 700 и 900 °C с суммарной степенью деформации от 20 до 90 % (за один проход эта степень составляла 7–30 %).

Таблина 1.2	. Химический	состав образиов	бериллия	[72]

Сорт	орт Количество примеси, % масс.								
материала	Fe	Al	Cu	Si	Mn	Mg	Cr	Ni	Mo
A	0,30	0,20	0,30	0,20	0,03	0,01	0,01	0,01	0,20
В	0,80	0,40	0,30	0,30	0,03	0,01	0,03	0,01	0,30

На рис. 1.17 приведены полюсные фигуры ($\Pi\Phi$) для бериллиевых образцов, прокатанных с одинаковой степенью деформации, но при различной температуре. Установлено, что понижение температуры прокатки приводит

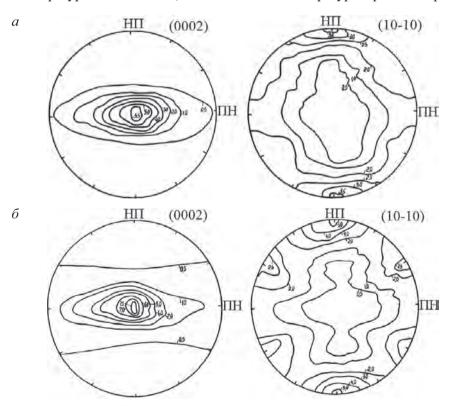
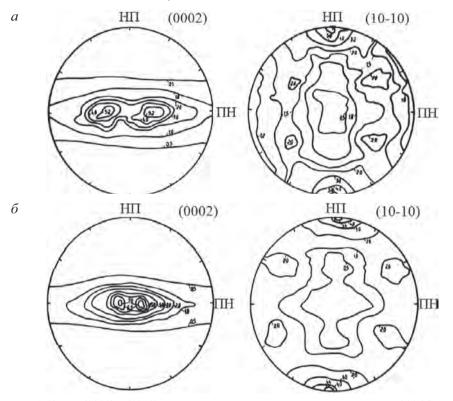


Рис. 1.17. Полюсные фигуры (0002) и (1010) листов сорта А, прокатанных с суммарной степенью деформации 90 % (единичное обжатие 7 %) при 900 (a) и 500 °C (δ) [72]. НП — направление прокатки, ПН — поперечное направление

к повышению остроты базисной компоненты на 20–30 %. Однако причины изменения интенсивности базисной текстурной компоненты в упомянутой работе не обсуждаются.

На рис. 1.18 показано влияние степени деформации на формирование текстуры при прокатке бериллия, отличающегося меньшей химической чистотой (см. табл. 1.2). Обращает на себя внимание характер текстуры ППФ (0002) с двойными расщепленными максимумами, при этом с ростом степени деформации угол между расщепленными полюсами снижается, а острота базисной компоненты увеличивается.



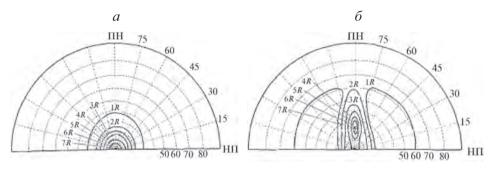
 $Puc.~1.18.~\Pi\Phi~(0002)$ и (1010) листов сорта B, прокатанных при температуре 900 °C с суммарной степенью деформации 20 (a) и 90 % (б)

Такой характер формирования текстуры в данной работе не совсем понятен. Повышение остроты базисной компоненты и уменьшение угла между расщепленными полюсами должно обусловливаться значительной деформацией в поперечном направлении прокатки, так как преимущественное направление скольжения бериллия $\langle 11-20 \rangle$ лежит в базисной плоскости и едино для основных систем скольжения (базисной и призматической) [32]. Этого можно добиться, например, за счет использования поперечных кантовок, о наличии которых в работе ничего не сказано. Кроме того, при незначительной разнице в химической чистоте бериллия (различие находится в пределах 0,1 % масс., см. табл. 1.2), наблюдаются принципиальные различия

в конечных текстурах (рис. 1.17, 1.18). На рис. 1.17, a при прокатке более чистого по металлическим примесям бериллия формируется базисная текстура волокна, при этом при прокатке металла с меньшей химической чистотой (рис. 1.17, δ) формируется расщепленная базисная текстура.

Механические испытания на растяжения показали относительно высокие показатели пластических свойств для бериллия при комнатной температуре ($\delta = 5...6$ %), полученного прокаткой при 500–900 °C, однако взаимосвязи текстуры и механических свойств в работе [72] не установлено.

В работе [61] острая базисная текстура бериллия была получена при горячей прокатке в контейнере при 750 °C за счет использования перекрестных кантовок образцов (рис. 1.19, a). При прокатке образцов в одном направлении была получена расщепленная базисная текстура (рис. 1.19, δ). Однако механические свойства и их взаимосвязь с текстурой и структурой бериллия в указанной работе не исследовались.



Puc. 1. 19. ПФ (0002) для образцов бериллия, прокатанных в металлическом контейнере при 750 °C с использованием перекрестных кантовок (a) и без них (δ)

Некоторая корреляция между интенсивностью базисной текстурной компоненты (0002) и пластическими свойствами бериллиевых фольг толщиной 20–500 мкм после прокатки на вакуумном стане установлена в работе [62]. С ростом интенсивности этой компоненты пластичность бериллия растет (рис. 1.20), но на основании данных работы [62] не ясно, какие механизмы приводят к формированию различного текстурного состояния в бериллиевых фольгах различной толщины, а также отсутствует четкая взаимосвязь текстуры и механических свойств бериллиевых фольг.

Таким образом, в большинстве работ затрагиваются вопросы влияния на свойства бериллия таких параметров, как его чистота, размер зерна, характер дислокационной структуры, технология получения и др. При этом относительно немного исследований, направленных на определение взаимосвязи кристаллографической текстуры с физико-механическими свойствами бериллиевых фольг при комнатной температуре. Кроме того, в ряде случаев данные исследований неполные: отсутствует информация о способах изготовления образцов для испытаний; направлениях вырезки и геометрии образцов; зависимостях, получаемых при испытаниях на растяжение (свзях условных (истинных) напряжений и условных (истинных) деформаций).

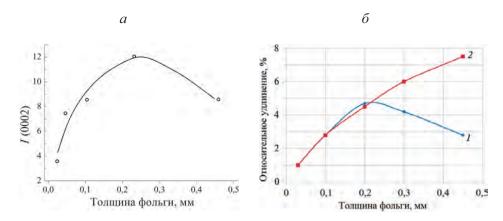


Рис. 1.20. Зависимость интенсивности базисной компоненты текстуры I (0002) (a) и относительного удлинения (δ) от толщины бериллиевых фольг, полученных путем прокатки в вакууме [62].

1 — после прокатки, 2 — после отжига

1.5. Основные механизмы пластической деформации бериллия

Металлы с гексогональной плотноупакованной (ГПУ) решеткой — ГПУметаллы — имеют различные механизмы деформации: базисное скольжение, призматическое скольжение, пирамидальное скольжение первого и второго порядка, а также двойникование (рис. 1.21) [73].

В идеальной модели ГПУ-решетки соотношение осей c/a = 1,633. Наиболее близки к идеальному соотношению параметра c/a кобальт и магний (табл. 1.3). У бериллия самое низкое значение c/a = 1,568. Максимальные значения c/a имеют кадмий и цинк (табл. 1.3). Для металлов с соотношением осей c/a, примерно равным или превосходящим идеальное значение (кадмия, цинка, магния, кобальта), первичной системой скольжения является базисная система $\{0001\}\$ $\{11-20\}\$. У металлов, имеющих соотношение c/a меньше идеального значения (циркония, титана, гафния), основная система скольжения — призматическая $\{10-10\}\$ $\{11-20\}\$. Бериллий, имеющий соотношение c/a = 1,568 (что меньше идеального c/a = 1,633), является исключением. Первичная система скольжения для него — базисная (табл. 1.3) [32].

¹ Форма гексагональной ячейки определяется длинами двух базовых векторов a и c. Соотношение длин этих векторов c/a влияет на деформационные, термические и радиационные свойства ГПУ-металлов.

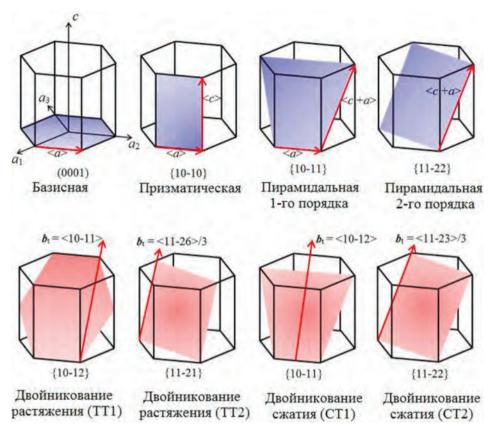


Рис. 1.21. Механизмы деформации металлов с ГПУ-решеткой [73]. ТТ и СТ (соответственно от англ. Tension Twins и Compression Twins) —двойникование при растяжении и сжатии

В качестве вторичных систем скольжения наибольший практический интерес представляют пирамидальные с вектором Бюргерса $\langle c+a \rangle$. Именно они обеспечивают деформацию в направлениях, отличных от плоскости базиса (см. табл. 1.3).

Как уже было отмечено, первичной системой скольжения в бериллии является базисная $\{0001\}$ $\langle 11-20 \rangle$, именно в ней дислокации стартуют первыми при самых низких критических сдвиговых напряжениях $(\tau_{\rm kp})$ (рис. 1.22) [32]. Вторичные системы скольжения (призматическая $\{10-10\}$ $\langle 11-20 \rangle$ и пирамидальные $\langle c+a \rangle$), характеризуются более высокими напряжениями для начала скольжения. Данные системы можно активировать в двух случаях. Во-первых, ориентировка кристаллов может быть такова, что активность первичных систем скольжения исключается. Во-вторых, активация вторичных систем возможна, когда напряжения начала скольжения в первичных системах значительно увеличены за счет деформационного упрочнения [32].

Таблица 1.3. Системы скольжения в ГПУ-металлах [74]

Элемент	c/a	Отклонение от идеального	Система скольжения				
Siemeni	парамет $c/a = 1,63$		первичная вторичная		дополнительная		
Cd	1,886	15,5	Базисная {0001} (11-20)	Пирамидальная {11–22} 〈11–23〉	Призматическая {10–10} \langle 11–20 \rangle Призматическая {11–22} \langle 11–23 \rangle		
Zn	1,856	13,6	То же	То же	Призматическая {10–10} 〈11–20〉		
Mg	1,624	-0,6	"	Призматическая {10-20} <11-20>	Пирамидальная {10–11} ⟨11–20⟩ {11–22} ⟨11–23⟩		
Со	1,623	-0,6	"	Нет	Нет		
Zr	1,593	-2,4	Призматическая {10–10} 〈11–20〉	Базисная {0001} (11-20)	Пирамидальная {10–11} $\langle 11–20 \rangle$ {11–22} $\langle 11–23 \rangle$		
Ti	1,588	-2,8	"	То же	То же		
Hf	1,581	-3,2	"	"	Нет		
Ве	1,568	-4,0	Базисная {0001} (11-20)	Призматическая {10–10} <11–20>	Пирамидальная {10–11} $\langle 11–20 \rangle$ {11–22} $\langle 11–23 \rangle$		

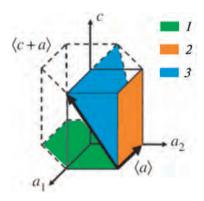


Рис. 1.22. Значения критических сдвиговых напряжений ($\tau_{\rm kp}$) для начала скольжения в бериллии по разным СС при комнатной температуре для различной чистоты материала [32].

I — базисная $\{0001\}\ \langle 11{-}20 \rangle,\ \tau_{\rm kp}=2,5...15,0\ {\rm M}\Pi a;$ 2 — призматическая $\{10{-}10\}\ \langle 11{-}20 \rangle,\tau_{\rm kp}=20,0...50,0\ {\rm M}\Pi a;$ 3 — пирамидальные $\langle c+a \rangle$), $\tau_{\rm kp}=2000...2400\ {\rm M}\Pi a$

Дополнительное скольжение по призматической $\{10-10\}\ \langle 11-20\rangle$ и пирамидальной $\langle c+a\rangle$ системам также возможно при повышении температуры, поскольку при этом критические напряжения сдвига $(\tau_{\rm kp})$ для данных систем снижаются [75]. При температуре выше 700 °C значения $\tau_{\rm kp}$ близки для всех систем скольжения (рис. 1.23).

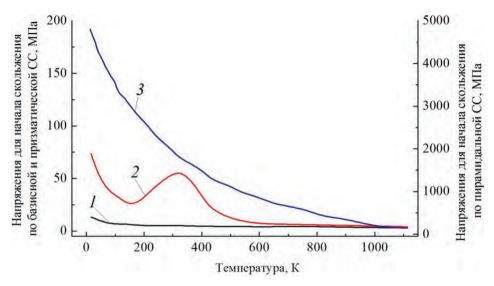


Рис. 1.23. Температурная зависимость критических сдвиговых напряжений для начала скольжения по базисной (1), призматической (2) и пирамидальной (3) СС в монокристаллах бериллия [75]

Базисное скольжение. Базисное скольжение при комнатной температуре — основной механизм деформации бериллия по причине наименьших критических напряжений для начала скольжения (рис. 1.22 и 1.23) [32]. Такое скольжение можно активировать при испытаниях монокристаллов бериллия на сжатие и растяжение при ориентации базисной плоскости на некоторый угол относительно оси нагружения. В ходе деформации кристаллиты разворачиваются так, что базисная плоскость стремиться сориентироваться параллельно оси растяжения (при испытаниях на растяжение) и перпендикулярно оси сжатия (при испытаниях на сжатие) [32]. Базисное скольжение в бериллии связано с вектором Бюргерса $\langle 11-20 \rangle$, лежащим в базисной плоскости (0001). Базисная система скольжения $\langle 0001 \rangle \langle 11-20 \rangle$ содержит только два независимых вида скольжения, так как сумма двух векторов скольжения $\langle a_1 + a_2 \rangle$ равна третьему вектору.

Призматическое скольжение. При определенных ориентациях монокристалла относительно оси действия нагрузки возможно подключение вторичных небазисных систем скольжения в бериллии даже при комнатной температуре. Наиболее яркий пример этого — активация призматического скольжения при растяжении образца монокристалла бериллия, в котором плоскость (10–10) располагается параллельно оси растяжения. Это приводит к значительной пластической деформации образца, при которой относительное сужение в шейке образца достигает значений $\psi = 60 \%$ [76, 77] (рис. 1.24).

В зависимости от ориентации монокристалла известны стабильное и нестабильное скольжение [32] (рис. 1.25). Стабильное двойное скольжение имеет место, когда плоскость {10–10} перпендикулярна оси растя-



Рис. 1.24. Результаты растяжения образца монокристалла бериллия, в котором плоскость (10–10) располагалась параллельно оси растяжения [32, 76].

а и б — плоскость базиса соответственно параллельна и перпендикулярна плоскости рисунка

жения, и происходит одновременно по двум другим плоскостям системы $\{10-10\}$, ориентированным под углом 30° к оси растяжения (рис. 1.25, a). При этих условиях кристалл во время растяжения не вращается, поэтому двойное скольжение действует как самовыравнивающее, что является одной из причин повышенной пластичности бериллия [32]. При активации нестабильного призматического скольжения (рис. 1.25, δ) деформация по семейству плоскостей несколько снижается из-за переориентации кристаллита и увеличения касательных напряжений на смежных плоскостях. Деформация при этом преимущественно развивается в той плоскости, где она возникла, что приводит к некоторому снижению пластичности бериллия [32].

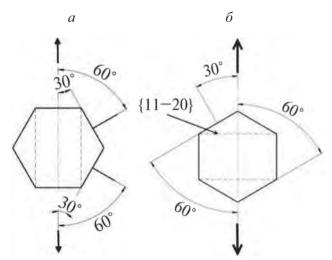


Рис. 1.25. Схема стабильного (а) и нестабильного (б) двойного скольжения по призматическим системам

В работе [78] исследованы особенности формирования тонкой дислокационной структуры в монокристаллах бериллия при призматическом скольжении. Векторы Бюргерса дислокаций, участвующих в нем, также лежат в направлении $\langle 11-20 \rangle$. Данный вид скольжения по призматической системе $\langle 10-10 \rangle$ $\langle 11-20 \rangle$ дает два независимых вида деформации (рис. 1.26).

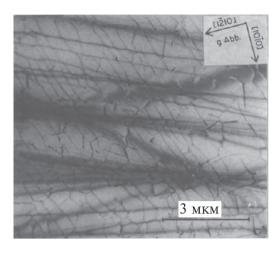


Рис. 1.26. Дислокационная структура монокристалла бериллия после призматического скольжения (плоскость фольги параллельна плоскости листа) [78]

Пирамидальное скольжение. Считается [32], что одним из факторов, обусловливающих хрупкость бериллия, является сложность активации пирамидального $\langle c+a \rangle$ скольжения. При комнатной температуре эта сложность в первую очередь связана с аномально высокими напряжениями для начала скольжения (для монокристаллов), а также необходимостью строгой ориентации кристаллита относительно оси нагружения для блокирования возможности базисного скольжения.

При сжатии монокристаллов бериллия вдоль оси c в работе [79] были получены кривые пластического течения в зависимости от температуры испытаний для пирамидального $\langle c + a \rangle$ скольжения (рис. 1.27). Напряжения

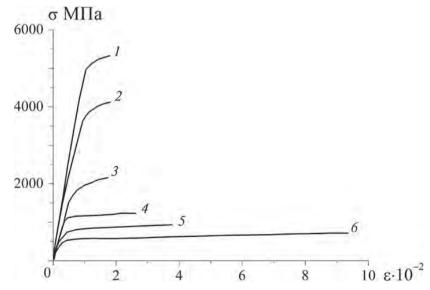


Рис. 1.27. Кривые «напряжение—деформация» для сжатия монокристаллов бериллия вдоль оси c решетки при различной температуре [79]. I-6 — соответственно 4,2; 77,0; 300; 500; 700 и 900 К

для начала скольжения в материале различной чистоты варьируются в диапазоне 2000—2400 МПа [32, 79]. При этом очистка бериллия от примесей не влияет существенно на показатели напряжений течения. По всей видимости, химическая чистота сильно влияет на характер образования и роста микротрещин при нагружении образцов.

 \mathcal{A} войникование. Двойникование в бериллии происходит по плоскостям $\{10-12\}$ с осью $\langle 10-11 \rangle$ [32]. Оно приводит к дилатации (т. е. расширению) кристаллической решетки вдоль оси c и, возможно, тогда, когда вдоль оси c решетки действуют растягивающие напряжения. Поэтому его можно наблюдать при сжатии кристаллов параллельно базисной плоскости или при их растяжении вдоль оси c. При комнатной температуре деформация бериллия путем двойникования при растяжении образцов завершается хрупким разрушением, когда достигаются относительно низкие значения накопленной деформации [32]. Однако в работе [80] показано, что при растяжении поликристаллического бериллия двойникование не приводит к зарождению и развитию трещин (рис. 1.28).



Рис. 1.28. Образование двойников в структуре образца поликристаллического бериллия при растяжении до разрушения [80]

Важно, что пластическая деформация поликристаллического материала значительно сложнее, чем монокристаллического, поскольку решающее значение может иметь взаимодействие множества зерен друг с другом. Более подробно механизмы деформации поликристаллического бериллия подробно рассмотрены в следующей главе.

Глава 2. Взаимосвязь структуры, текстуры и механических свойств тонких бериллиевых фольг

Как указано выше, основные проблемы применения бериллия в качестве материала окон рентгеновской техники — его хрупкость и низкая технологичность (обрабатываемость). Очевидно, что режимы пластической деформации и термической обработки будут существенно влиять на структуру, текстуру и механические свойства фольги. Однако имеющихся в литературе данных по бериллию явно недостаточно, чтобы определить однозначную взаимосвязь его структурного и текстурного состояния с механическими свойствами. Таким образом, определение режимов деформации бериллия, обеспечивающих повышенные показатели прочности и пластичности бериллиевых фольг, представляет значительный научный и практический интерес. В данной главе представлены результаты исследований эволюции микроструктуры, текстуры и механических свойств фольг после горячей прокатки (ГП) в металлическом контейнере, а также после холодной прокатки (ХП) и высоковакуумных отжигов.

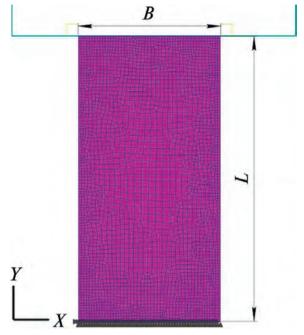
2.1. Экспериментальные исследования эволюции структуры, текстуры и механических свойств бериллиевых фольг при пластической деформации и высоковакуумном отжиге

2.1.1. Определение оптимальной формы образцов для определения механических свойств бериллиевых фольг

Для определения механических свойств фольг использовали традиционный вид испытаний — на статическое растяжение до разрушения. Применительно к бериллиевым фольгам определение оптимальной формы образцов имеет принципиальное значение по двум причинам. Во-первых, форма образца не должна приводить к его преждевременному разрушению во время испытаний. При тестировании механических свойств фольг крайне важно избегать любых возможных мест локализации деформации, приводящих к разрушению уже при относительно малых изменениях формы. Во-вторых, размеры образца должны обеспечивать наименьший расход дорогостоящего бериллия при испытаниях.

Оптимальную форму образцов определяли методом конечных элементов в пакете Deform-2D, позволяющим учесть все особенности напряженно-деформированного состояния образца при испытании и параметры исследуемого материала. Использовали упруго-пластическую модель среды материала. Упругие свойства бериллия задавали модулем Юнга $E=300\ \Gamma\Pi a$ и коэффициентом Пуассона v=0,02. В качестве граничных условий задавали нулевое перемещение нижней границы образца по осям X и Y (рис. 2.1), а

также неразрывный контакт с верхним подвижным захватом без проскальзывания. Такие ограничения соответствуют реальным условиям опытов на испытательной машине. Растяжение образцов моделировали за 30 шагов (шаг по времени 0,01 с), пока суммарное перемещение верхней траверсы не составило 1,5 мм.



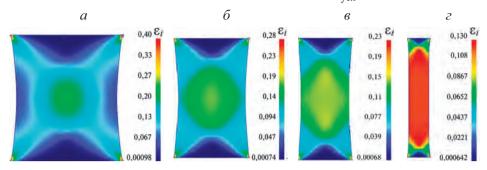
Puc. 2.1. Математическая модель растяжения бериллиевых образнов в Deform-2D

Наиболее просты в изготовлении пропорциональные плоские образцы. Поэтому первоначально было смоделировано растяжение прямоугольных образцов с различным соотношением длины L к ширине B (табл. 2.1).

Таблица 2.1. Геометрические параметры образцов, использованных для моделирования испытаний на растяжение

Тип образца	В, мм	L, mm	L/B
1	15,0	15,0	1,0
2	10,0	15,0	1,5
3	7,5	15,0	2,0
4	3,0	15,0	5,0

являются области, непосредственно граничащие с местом зажима образцов. На рис. 2.2 и 2.3 приведены рассчитанные поля значений интенсивности деформаций и критерия разрушения $C_{\rm K_Л}$ для области локализации при перемещении траверсы 1,5 мм (условная деформация $\varepsilon_{\rm vcn}$ = 10 %).



Puc.~2.2.~ Поля интенсивности деформации $\varepsilon_{\rm i}~(\varepsilon_{
m ycn}=10~\%)$ при различных значениях параметра L/B.

Здесь и на рис. 2.3: a— ϵ — L/B = 1,0; 1,5; 2,0 и 5 соответственно

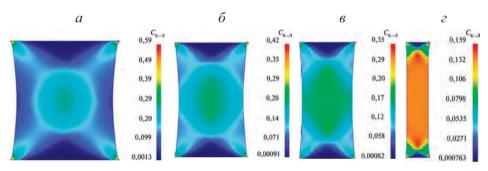


Рис. 2.3. Поля значений критерия $C_{\text{K} \rightarrow \text{Л}}$ ($\varepsilon_{\text{усл}} = 10\%$) при различных значениях параметра *L/B*: a - 1; b - 1, b - 1; b - 2; b - 2; b - 2; b - 3

При одинаковых значениях $\varepsilon_{\text{усл}}$, рассчитанных исходя из перемещения верхней траверсы, значения интенсивности деформации ε_i в области локализации и критерия $C_{\text{К}_{\text{Л}}}$ могут весьма различаться в зависимости от параметра L/B (рис. 2.4). Чем меньше L/B, тем больше ε_i и $C_{\text{К}_{\text{Л}}}$ в области возможного разрушения. Таким образом, для минимизации риска преждевременного разрушения бериллия при тестировании механических свойств необходимо использовать образцы с наибольшими значениями L/B.

На основании полученных данных (рис. 2.2–2.4) для проведения механических испытаний были выбраны образцы с соотношением L/B=5. Так как кромочные области образцов могут иметь дефекты резки (микротрещины, сколы и др.), то для перераспределения области локализации деформации от кромки в центральные слои образца были разработаны переходные участки с заданными радиусами (рис. 2.5). При использовании данного типа образцов распределение деформаций в рабочей части приблизительно соответствует значениям $\varepsilon_{\text{усл}}$, в отличие от использования пропорциональ-

ных плоских образцов (рис. 2.4), при этом локализация деформации в кромочной области практически отсутствует.

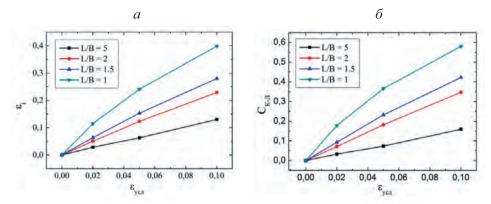
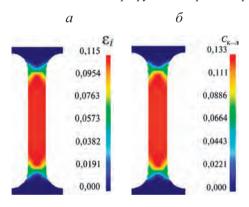


Рис. 2.4. Рассчитанные значения интенсивности деформации $\varepsilon_i(a)$ и критерия $C_{\mathrm{K--J}}(\delta)$ для области возможного разрушения бериллия при различных значениях $\varepsilon_{\mathrm{vcn}}$ и L/B



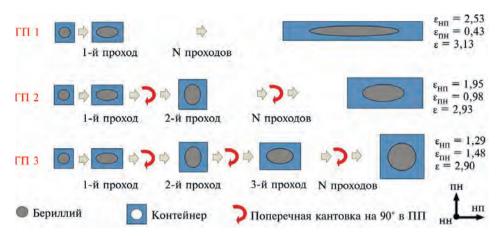
Puc.~2.5.~ Поля интенсивности деформации $ε_i$ (a) и критерия $C_{\rm K--Л}$ (б) для перемещения траверсы 1,5 мм ($ε_{\rm ycn}$ = 10 %)

Таким образом, на основании анализа напряженно-деформированного состояния образцов бериллиевых фольг при растяжении найдена их оптимальная геометрическая форма. Отметим, что образцы такой формы сложнее для изготовления по сравнению с пропорциональными плоскими образцами, поэтому требуют специальных методов обработки, например, электроэрозионной проволочной резки.

2.1.2. Структура и механические свойства бериллиевых фольг, подвергнутых горячей прокатке в металлическом контейнере по различным технологиям. Концепция формирования высоких показателей физико-механических свойств

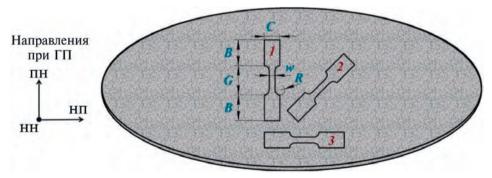
Для анализа влияния технологических режимов многопроходной горячей прокатки на структуру и физико-механические свойства бериллиевых фольг рассмотрены три технологии прокатки, различающиеся маршрутами деформирования (рис. 2.6):

- 1) прокатка без перекрестных кантовок с преимущественной вытяжкой в направлении прокатки (ГП 1);
 - 2) прокатка с перекрестными кантовками для набора ширины (ГП 2);
- 3) прокатка с перекрестными кантовками с равномерными вытяжками в направлении прокатки и в поперечном направлении (ГП 3).



 $Puc.\ 2.6.$ Схемы разработанных технологий получения бериллиевых фольг путем ГП в контейнере при 870 °C и достигнутые истинные деформации бериллия в различных направлениях

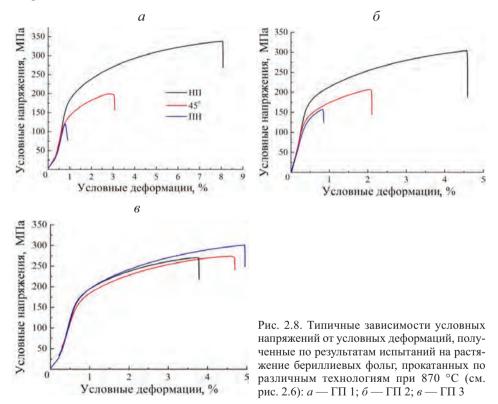
Прокатку осуществляли при 870 °C за 15 проходов ($N_{\rm np}$) с относительным обжатием 10–25 % за проход в зависимости от толщины образцов. Междеформационная пауза при температуре прокатки составляла 7–10 мин. Таким образом обеспечивали полное протекание процессов разупрочнения. Конечная толщина полученных образцов фольг после химического удаления контейнера составляла 150–160 мкм. Схема изготовления образцов для исследований механических свойств и дальнейшей холодной прокатки приведена на рис. 2.7.



 $Puc.\ 2.7.$ Изготовление образцов для исследований механических свойств бериллиевых фольг после $\Gamma\Pi.$

I-3 — образцы для растяжения соответственно вдоль НП, под углом 45° и вдоль ПН; латинские буквы — размеры: C=8.0 мм, B=13.0 мм, G=15.0 мм, W=3.0 мм, R=2.5 мм

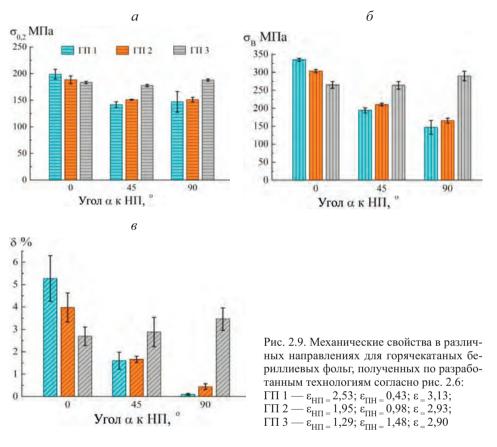
На рис. 2.8 приведены типичные зависимости условных напряжений от условных деформаций, полученные по результатам испытаний бериллиевых фольг, прокатанных по различным технологиям при 870 °C согласно рис. 2.6. По этим зависимостям видно, что для схем с преимущественными вытяжками в направлении прокатки (технологии ГП 1 и ГП 2 на рис. 2.6) наблюдается существенная анизотропия механических свойств. Максимальные значения показателей прочностных и пластических свойств наблюдаются при растяжении вдоль НП, наименьшие — при растяжении вдоль ПН, средние — при растяжении под углом 45°. Отметим, что при прокатке по данным режимам показателей пластических свойств вдоль ПН практически равны нулю. Преимуществом данных технологий является получение относительно большой длины бериллиевого раската, при этом вытяжка контейнера с бериллием вдоль НП не ограничена таким параметром стана, как ширина бочки валков.



Анизотропия механических свойств может снижаться при использовании режимов горячей прокатки с равномерными вытяжками вдоль $H\Pi$ и ΠH (технология $\Gamma\Pi$ 3 на рис. 2.6). Однако данная технология производства ограничена шириной бочки валков, и на практике ее сложно реализовать, в отличие от других рассмотренных режимов.

На рис. 2.9 приведены статистически обработанные результаты испытаний на растяжение образцов бериллиевых фольг, полученных по различным

технологиям горячей прокатки. Видно, что чем выше значения вытяжек вдоль рассматриваемых направлений, тем больше показатели прочностных и пластических свойств фольг в данных направлениях.



На рис. 2.10 приведены прямые полюсные фигуры (ППФ) для исходной бериллиевой заготовки, полученные при помощи XRD-анализа (X-ray Diffraction, анализ методом рентгеновской дифракции), а также построенные ППФ на основании полученных EBSD-карт (Electron Backscatter Diffraction, дифракция отраженных электронов) для образцов, прокатанных по различным технологиям. В исходных бериллиевых образцах, изготовленных путем горячего выдавливания, преобладает текстура волокна $\langle 10-10 \rangle$ (рис. 2.10, а), характерная для данной технологии получения заготовок [81]. В ходе горячей прокатки существенно трансформируется исходная текстура последних: после прокатки с преимущественной вытяжкой вдоль НП преобладает компонента $\{0001\}\ \langle 10-10\rangle$, которая отклонена на угол $\pm 70^\circ$ для технологии $\Gamma\Pi$ 1 и $\pm 30^{\circ}$ — для технологии $\Gamma\Pi$ 2 в обоих направлениях относительно ПН (так называемая «расщепленная базисная текстура», в зарубежных источниках — Split Basal Texture) [82, 83]. При этом чем выше деформация вдоль $H\Pi$, тем выше интенсивность компоненты $\{0001\}\ \langle 10-10 \rangle$ и тем больше угол ее отклонения относительно ПН.

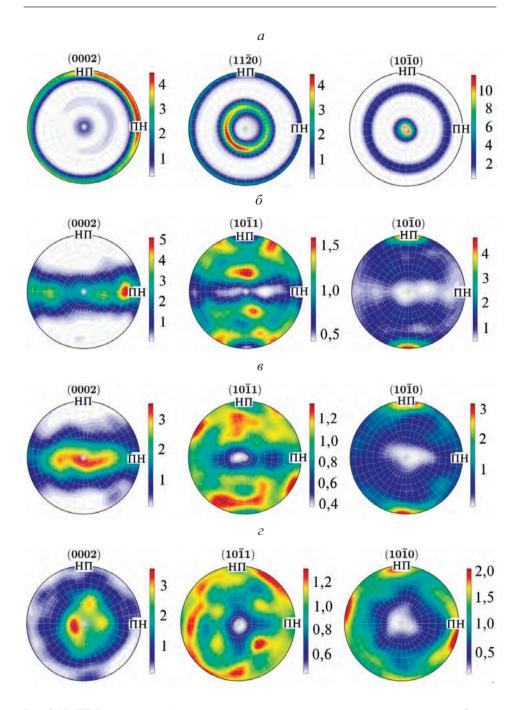


Рис. 2.10. ППФ для исходной заготовки под горячую прокатку из дистиллированного бериллия (a) и для образцов после горячей прокатки по различным технологиям (см. рис. 2.6): $\delta - \Gamma\Pi$ 1; $\epsilon - \Gamma\Pi$ 2; $\epsilon - \Gamma\Pi$ 3

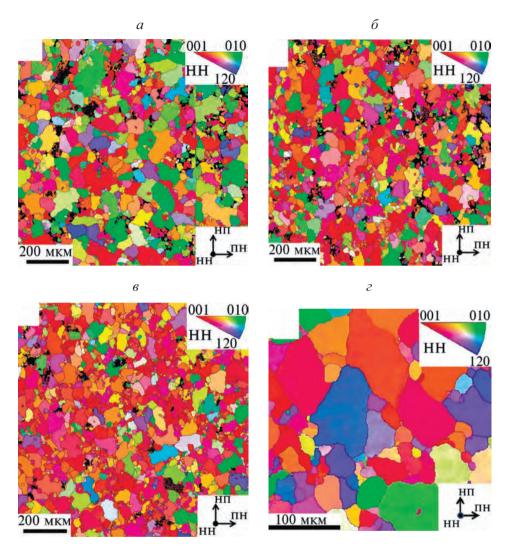
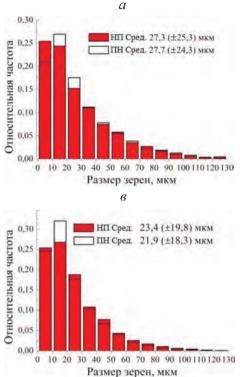


Рис. 2.11. Карты кристаллографических ориентировок для образцов после горячей прокатки по различным технологиям (см. схему рис. 6). $a - \Gamma\Pi$ 1; $\delta - \Gamma\Pi$ 2; $\epsilon - \Gamma\Pi$ 3; $\epsilon - \Gamma\Pi$ 2 (съемка при увеличении ×700 раз)

При прокатке с равномерными вытяжками вдоль НП и ПН (технология $\Gamma\Pi$ 3) в фольгах формируется расщепленная в двух направлениях базисная текстура $\{0001\}$ $\langle10-10\rangle$, отклоненная на угол $\pm30^\circ$ в обоих направлениях относительно НП и ПН, что соответствует четырем максимумам на ППФ (10–10). На рис. 2.11 приведены карты кристаллографических ориентировок для образцов, полученных по различным технологиям прокатки.

Анализ карт кристаллографических ориентировок (рис. 2.11) и распределений размеров зерен вдоль направлений НП и вдоль ПН (рис. 2.12) для



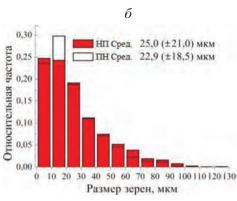


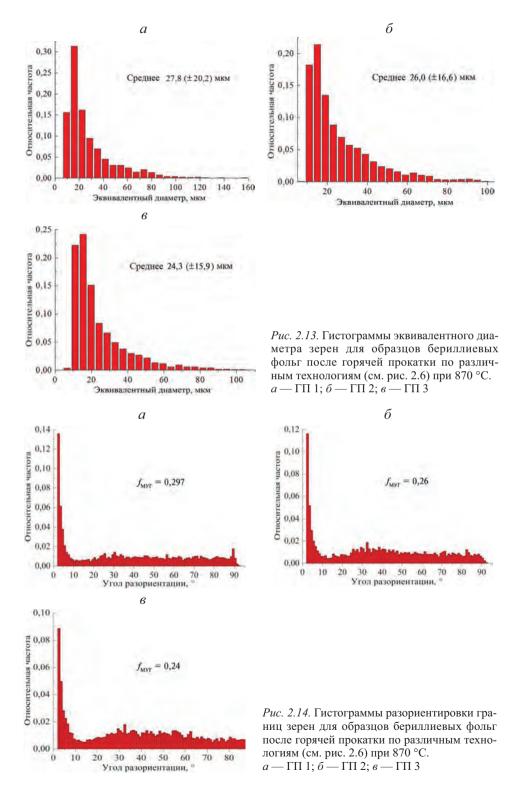
Рис. 2.12. Гистограммы размера зерен вдоль направлений НП и ПН для образцов бериллиевых фольг после горячей прокатки по различным технологиям (см. рис. 2.6) при 870 °C

 $a - \Gamma\Pi 1$; $\delta - \Gamma\Pi 2$; $\epsilon - \Gamma\Pi 3$

образцов, полученных по разработанным технологиям, показал отсутствие удлинения или волокнистости зерен и их границ вдоль преимущественных направлений деформации при ГП (так называемая «механическая», или «морфологическая» текстура). Отсутствие вытянутости границ зерен вдоль преимущественных направлений деформации можно объяснить интенсивно протекающими процессами динамической и статической (в междеформационных паузах) рекристаллизации в дистиллированном бериллии при 870 °C, что подтверждают исследования на комплексе Gleeble-3800 [84]. Движущей силой рекристаллизации и роста зерен, по-видимому, является энергия, запасенная в исходных заготовках бериллия под прокатку, полученных выдавливанием [61].

Микроструктура полученных бериллиевых фольг характеризуется значительной разнозернистостью: на фоне мелких зерен с размером 10–20 мкм встречаются зерна с размером 100–120 мкм (рис. 2.13). Важно, что размер зерен для образцов, полученных по различным технологиям, приблизительно одинаковый, их средний эквивалентный диаметр составляет 24–27 мкм.

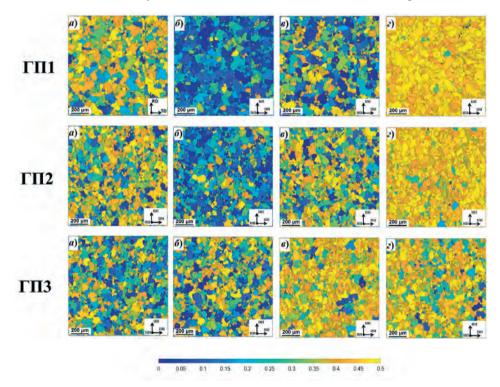
Число малоугловых границ (МУГ) в микроструктуре образцов приблизительно одинаково для всех рассмотренных режимов горячей прокатки и составляет f = 0,24...0,29 (рис. 2.14). Наиболее вероятны МУГ с углом разориентации около 2,5° и большеугловые границы (БУГ) с углом разориентации 30° .



Таким образом, на основании выполненного структурного и текстурного анализов образцов после горячей прокатки по различным технологиям в сочетании с механическими испытаниями можно утверждать, что основной причиной низких значений показателей физико-механические свойств бериллиевых фольг и их плоскостной анизотропии является сформированная кристаллографическая текстура.

Дополнительно для объяснения установленного характера формирования механических свойств в бериллиевых фольгах (см. рис. 2.8, 2.9) были выполнены расчет и анализ значений фактора Шмида (рис. 2.15, 2.16). Анализ выполнен для основных систем скольжения бериллия: базисной и призматической. Направления нагружения при расчете фактора Шмида соответствовали НП и ПН образцов после горячей прокатки, а также направлениям растяжения при определении механических свойств.

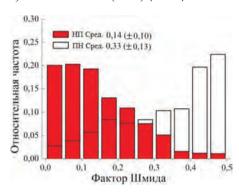
При сопоставлении данных испытаний на растяжение с результатами расчетов фактора Шмида установлено, что одна из причин хрупкого разрушения и пониженных механических показателей бериллиевых фольг — возможность деформации только по базисной СС $\{0001\}\$ $\langle11-20\rangle$. По рис. 2.16, $a, \, \delta$ видно, что в полученных по технологиям $\Gamma\Pi$ 1 и $\Gamma\Pi$ 2 образцах, име-



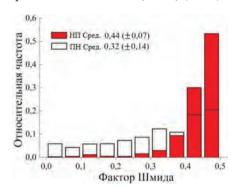
 $Puc.\ 2.15.$ Распределение рассчитанных значений фактора Шмида для разных СС и разных направлений растяжения (HP) в образцах фольг после ГП по различным технологиям (см. рис. 2.6).

a — CC {0001} $\langle 11-20 \rangle$, HР||ПН; δ — CC {0001} $\langle 11-20 \rangle$, НР||НП; ϵ — CC {10–10} $\langle 11-20 \rangle$, НР||ПН; ϵ — CC {10–10} $\langle 11-20 \rangle$, НР||НП

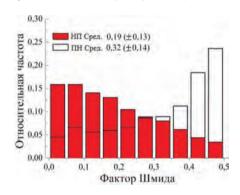
а) Базисная СС {0001} (11-20)



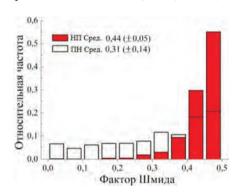
Призматическая CC {10–10} (11–20)



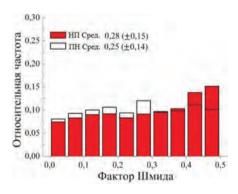
б) Базисная СС {0001} (11-20)



Призматическая CC {10–10} (11–20)



в) Базисная СС {0001} (11-20)



Призматическая СС {10-10} (11-20)

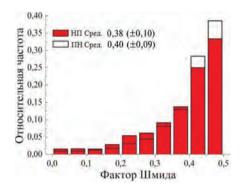


Рис. 2.16. Гистограммы рассчитанных значений фактора Шмида в направлениях нагружения, параллельных НП и ПН для образцов бериллиевых фольг после ГП по технологиям ГП 1 (a), ГП 2 (6) и ГП 3 (8)

ющих практически нулевую пластичность и пониженную прочность в ПН (рис. 2.8, 2.9), подавляющее большинство зерен благоприятно ориентировано для базисного скольжения, максимальная частота значений фактора Шмида для данной системы равна 0,4—0,5.

Повышенные механические показатели бериллия обеспечиваются за счет активации призматического скольжения по СС $\{10-10\}\$ $\langle 11-20\rangle$. У прокатанных по технологиям ГП 1 и ГП 2 образцов максимальная частота значений фактора Шмида для призматической системы при нагружении вдоль НП находится в диапазоне 0,4–0,5 (см. рис. 2.16, a, δ), что означает высокую вероятность ее активации. При растяжении образцов, ориентированных вдоль НП, пластичность бериллия достигает 6–7 %.

Высокие показатели механических свойств и их плоскостная изотропия в образцах бериллиевых фольг, полученных по технологии ГП 3, обусловлены активацией призматической системы скольжения $\{10-10\}\$ $\langle 11-20\rangle$ в двух направлениях нагружения параллельно НП и ПН, о чем свидетельствуют максимальные значения фактора Шмида (см. рис. 2.16, ϵ).

Таким образом, сформированная кристаллографическая расщепленная текстура {0001} <10–10⟩ приводит к значительному росту физико-механических показателей фольг в направлении <10–10⟩ и резкому их снижению в перпендикулярном направлении в ПП из-за отсутствия возможности активации призматического скольжения. Следовательно, для получения комплекса высоких физико-механических показателей фольг и их плоскостной изотропии необходимо решить проблему активации скольжения по призматическим СС.

Обеспечить активацию можно путем формирования необходимой текстуры и структуры бериллия. При этом плоскостная изотропия физико-механических свойств возможна только в одном случае — когда в фольгах сформирована острая текстура волокна $\langle 0001 \rangle$ (в зарубежных источниках — fiber texture) [85]. Исходя из этого, исследования, направленные на определение механизмов деформации бериллия и эволюции исходной расщепленной базисной кристаллографической текстуры $\{0001\}$ $\langle 10-10 \rangle$, а также микроструктуры при холодной прокатке и высоковакуумной термической обработке крайне важны для разработки промышленных технологических режимов получения тонких фольг (толщиной 5–30 мкм) с повышенными показателями физико-механических свойств.

2.1.3. Эволюция кристаллографической текстуры и структуры при холодной прокатке и высоковакуумном отжиге

Для исследований эволюции исходной кристаллографической текстуры, а также микроструктуры при холодной прокатке и высоковакуумной термической обработке были использованы образцы дистиллированного бериллия, полученные по технологии $\Gamma\Pi$ 2 (см. рис. 2.6).

Толщина образцов при замерах микрометром (с погрешностью 1 мкм) составляла 165 мкм. После удаления металлического контейнера по окончании горячей прокатки их поверхность имела большую шероховатость. Из-за этого фактическая толщина фольг была 125 мкм. Ее рассчитали при

взвешивании на аналитических весах (погрешность определения 0,0001 г) прямоугольных образцов-свидетелей размерами 6×15 мм (погрешность определения 10 мкм) исходя из плотности бериллия $\rho=1,848$ г/см³. Для более точных расчетов степени деформации в первых проходах при холодной прокатке принята толщина фольги 125 мкм.

На рис. 2.17 приведена схема вырезки образцов для холодной прокатки, имеющих разную ориентацию относительно исходной расщепленной базисной кристаллографической текстуры $\{0001\}$ $\langle 10-10 \rangle$ горячекатаных заготовок. Направление холодной прокатки образцов из групп A и B совпадало с ПН и НП (соответственно маршруты ХППН) и ХПНП) в образце после горячей прокатки. Многопроходную прокатку проводили до толщин фольг 105, 55 и 26 мкм на каждом пути деформирования, что соответствовало накопленной истинной деформации $\varepsilon = 0,174,\,0,82$ и 1,57. После прокатки до заданной степени деформации исследовали структуру и механические свойства фольг.

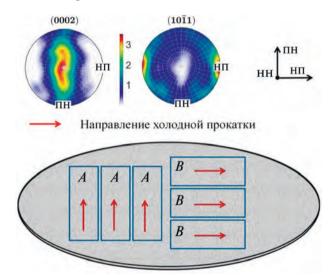


Рис. 2.17. Расположение образцов для XП относительно исходной текстуры образца, полученного по технологии ГП 2.

A и B — образцы соответственно вдоль ПН (маршрут ХППН) и вдоль НП (маршрут ХПНП)

Реконструированные в пакете МТЕХ по результатам XRD-анализа ППФ для различных маршрутов холодной прокатки бериллия приведены на рис. 2.18: при прокатке кристаллиты разворачивались вокруг оси c решетки с одновременным выходом базисных плоскостей (0001) в плоскость прокатки. Такая переориентация текстуры свидетельствует, что основной механизм деформации бериллия при холодной прокатке — скольжение по базисной $CC\{0001\}\$ $\langle 11-20\rangle$. Рис. 2.19 иллюстрирует этот механизм.

На рис. 2.20 приведены меридиональные профили ППФ (0002) и азимутальные профили ППФ (10–10), иллюстрирующие особенности холодной деформации бериллия. Видно, что с увеличением степени деформации (ε) при холодной прокатке увеличивается доля кристаллитов, плоскость базиса (0001) которых ориентирована параллельно плоскости прокатки фольг. Уже при небольших степенях деформации (толщина 105 мкм) в меридиональ-

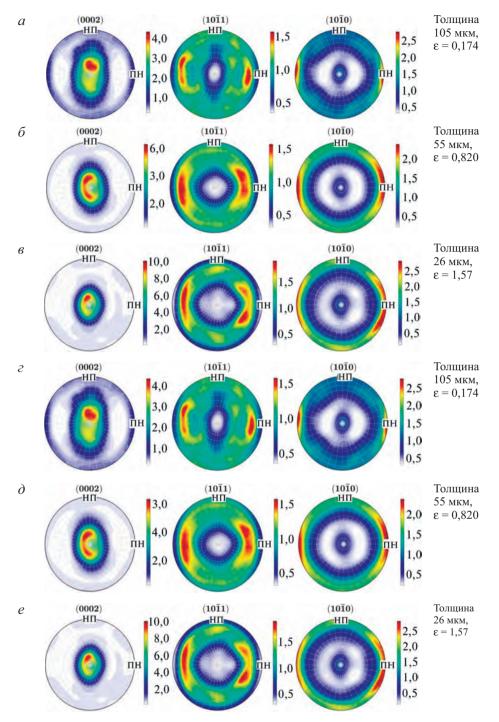


Рис. 2.18. Реконструированные по данным XRD-анализа ППФ (0001), (10–11) и (10–10) для образцов бериллиевых фольг разной толщины, прокатанных по маршрутам ХППН (a–e) и ХПНП (e–e) с различной степенью накопленной деформации

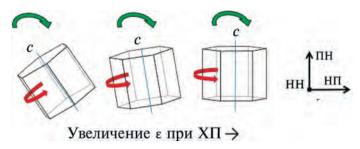
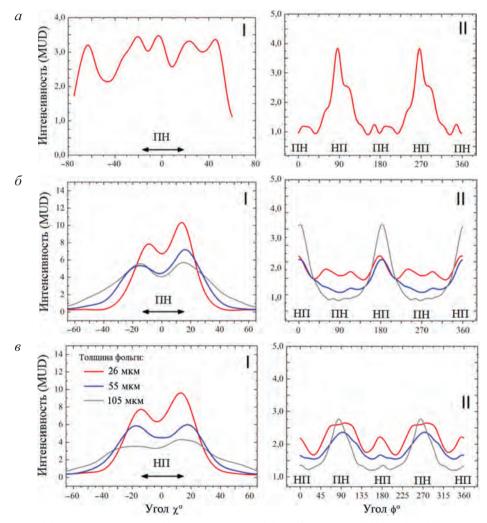


Рис. 2.19. Механизм деформации бериллия при XП путем скольжения по базисной системе $\{0001\}\ \langle 11-20\rangle$



Puc.~2.20. Меридиональные (I) и азимутальные (II) профили ППФ (0002) и (10–10) соответственно для бериллиевых фольг после горячей прокатки по технологии ГП 2 (a) и после холодной прокатки по маршрутам ХПНП (δ) и ХППН (s)

ных профилях ППФ (0002) усиливается интенсивность двойных максимумов, отклоненных на угол ± 20 –30° в зависимости от пути деформирования.

При дальнейшем увеличении степени деформации значительная доля кристаллитов приобретает строгую базисную ориентацию. При этом интенсивность деформации на профилях ППФ (0002) при $\chi=0^\circ$ достигает 4–7 относительных единиц в зависимости от пути деформирования. Подчеркнем, что характер профилей ППФ (0002) с двойными максимумами сохраняется на всем протяжении холодной прокатки. Однако угол χ между НН и осью c решетки уменьшается с ростом степени деформации, тем самым обеспечивается формирование требуемой для образования повышенных показателей физико-механических свойств текстуры волокна $\langle 0001 \rangle$. Причина наличия двойных максимумов на ППФ (0002) объяснена далее.

Строгая ориентация значительной доли кристаллитов с углом $\chi=0^\circ$ открывает возможность перехода во вторичные пирамидальные $\mathrm{CC}\,\langle c+a\rangle$ (см. главу 1) при холодной прокатке, что должно приводить к обратному эффекту в виде расщепления двойных полюсов и увеличению χ между НН и осью c решетки. Однако для этого требуются напряжения, которые значительно выше напряжений для первичной базисной СС. При холодной прокатке бериллиевых фольг толщиной менее 30 мкм это условие сложно реализовать, поскольку наблюдается упругое сплющивание валков. Деформация двойникованием по системе $\{10{-}12\}\,\langle 10{-}11\rangle$ в данном случае невозможна, так как для этого необходимо, чтобы базисная плоскость была параллельна оси нагружения [78].

Таким образом, сопротивление деформации бериллия в НН при холодной прокатке, помимо деформационного упрочнения, будет в значительной степени определяться кристаллографической текстурой, а именно: размером отклонения оси c решетки от НН. В тот момент, когда во всем объеме металла значительная часть кристаллитов будет иметь строгую базисную ориентацию, пластическая деформация бериллия при холодной прокатке остановится за счет исчерпания возможности скольжения по первичным CC.

Этот факт отличается от ранее принятого положения о теоретическом пределе «выкатываемости» бериллия при холодной прокатке, определяемом характеристиками оборудования и значением предела пропорциональности металла, определенного при испытаниях на растяжение [86].

Полученные результаты дают возможность оценить анизотропию физико-механических свойств бериллия в зависимости от направления холодной прокатки. Для характеристики текстурного состояния и его взаимосвязи с механическими свойствами были рассчитаны параметры Кернса для НН (f_{HH}) , ПН $(f_{\Pi \text{H}})$ и НП $(f_{\Pi \text{H}})$.

Параметр Кернса, широко используемый для анализа текстуры ГПУ-металлов [87–89], является средней характеристикой базисной интенсивности ППФ относительно заданного направления, и рассчитывается как [90]:

$$f = \int_0^{\pi/2} I_{\theta} \sin \theta \cos^2 \theta d\theta, \tag{2.1}$$

где $I_{\theta} \sin \theta$ — объемная доля зерен, ось c которых отклонена на угол θ от заданного направления.

Значение I_0 мы здесь приводим в так называемых единицах равномерного распределения (Scale to Multiples of Uniform Distribution, MUD), т. е. шкала измерений такова, что равномерному распределению текстуры соответствует значение интенсивности, равное 1. Сумма всех трех параметров равна единице. Для материала без текстуры со случайным набором ориентировок $f_{\rm HH} = f_{\rm \Pi H} = f_{\rm H\Pi} = 1/3$. По рис. 2.21, a видно, что исходное состояние образцов после горячей

По рис. 2.21, a видно, что исходное состояние образцов после горячей прокатки по технологии ГП 2 характеризуется значительным различием параметров Кернса в рассматриваемых направлениях, что свидетельствует о наблюдаемой в действительности плоскостной анизотропии механических свойств (рис. 2.21, δ).

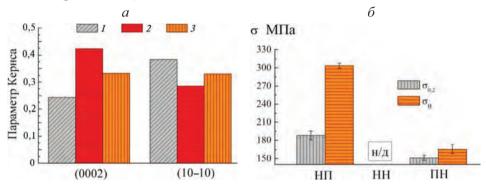


Рис. 2.21. Рассчитанные значения параметра Кернса в различных направлениях для ориентации нормали к плоскостям (0002) и (10–10) (*a*) и значения механических свойств бериллиенных фольг (δ) для образцов после горячей прокатки по технологии ГП 2. *a*: $1 - f_{\text{HII}}$, $2 - f_{\text{HII}}$, δ : н/д — нет данных

Традиционно для расчета текстурных параметров Кернса в таких материалах как цирконий, гафний и др. принято использовать значения отклонений оси c ГПУ-решетки относительно выбранных направлений. Однако также возможно использование альтернативных направлений, в частности, направления [10–10]. Применительно к бериллию использование направления [10–10] для расчетов дает лучшую корреляцию параметра Кернса с показателями прочностных свойств бериллия, измеренных в НП и ПН по сравнению с направлением [0002] (рис. 2.21). По рис. 2.21 видно, что максимальным и средним значениям параметра Кернса, наблюдаемым в НП ($f_{\rm HII}$) и ПН ($f_{\rm IIH}$), соответствуют максимальные и минимальные значения $\sigma_{0,2}$ и $\sigma_{\rm B}$ в тех же направлениях соответственно (рис. 2.21, δ). По очевидным причинам оценить механические свойства в НН фольг невозможно, поэтому на рис. 2.21, δ данные для данного направления отсутствуют.

На рис. 2.22 приведены результаты расчетов параметров Кернса для ППФ (0002) и (10–10) образцов бериллиевых фольг после холодной прокатки с различной степенью деформации по разным маршрутам деформирования: с увеличением деформации уменьшается разница значений параметров Кернса в НП и ПН в расчетах и для ППФ (0002), и для ППФ (10–10). Уменьшение разницы значений $f_{\Pi H}$ и $f_{H\Pi}$ коррелирует со снижением анизотропии

механических свойств фольг в плоскости прокатки. При получении бериллиевых фольг толщиной 26 мкм с минимальной анизотропией механических свойств наиболее эффективным маршрутом деформирования является XПНП, и в данном случае параметры Кернса $f_{\Pi H} = f_{H\Pi}$. Дополнительно для количественной оценки текстуры фольг после хо-

лодной прокатки был предложен параметр ξ , рассчитываемый по формуле

$$\xi = (\overline{I}_{\text{max}} - \overline{I}_{\text{min}}) / \overline{I}_{\text{max}} , \qquad (2.2)$$

где $I_{\rm max}$ и $I_{\rm min}$ — средние значения по максимумам и минимумам рассчитанной интенсивности (MUD) азимутального профиля ППФ (10–10) при угле $\gamma = 90^\circ$.

Для анализа была использована текстурная компонента {0001} (10–10), дающая более острые максимумы на ППФ за счет вращения кристаллитов вокруг направления (10–10) по сравнению с другими компонентами, например, с $\{0001\}$ $\{10-11\}$. При расчете ξ разницу в ширине пиков не учитывали, предполагая, что плоскостная анизотропия физико-механических свойств будет определяться главным образом разницей в значениях интенсивности. Для снижения этой анизотропии необходимо, чтобы параметр ξ был минимально возможным (рис. 2.23). Например, при получении бериллиевых фольг толщиной более 55 мкм необходимо выбрать маршрут деформации ХППН. При получении тонких фольг толщиной 26 мкм необходимо выбрать маршрут деформирования ХПНП, поскольку в данном случае параметр ξ будет минимальным.

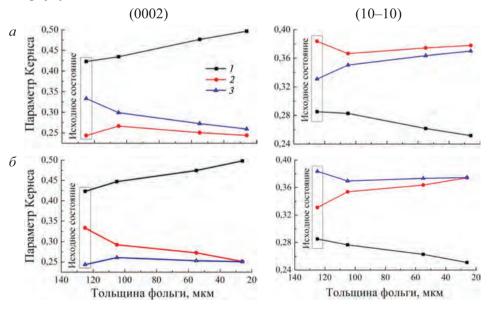


Рис. 2.22. Рассчитанные значения параметра Кернса ППФ (0002) и (10-10) для бериллиевых фольг, полученных ХП по различным маршрутам деформирования. $a - X\Pi\Pi\Pi, 6 - X\Pi\Pi\Pi; 1 - f_{HH}, 2 - f_{\Pi H}, 3 - f_{H\Pi}$

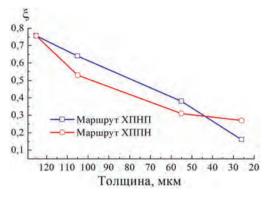


Рис. 2.23. Значения параметра ξ для различных маршрутов деформирования бериллиевых фольг, вычисленные на основании реконструированных профилей плоф

Таким образом, текстурный параметр Кернса и предложенный параметр ξ показывают схожие результаты при оценке взаимосвязи текстуры фольг с плоскостной анизотропией механических свойств. Однако важным преимуществом параметра ξ является отсутствие необходимости съемки и построения полноразмерных ППФ методами XRD- или EBSD-анализа, для его определения достаточно снять экспериментальные XRD-азимутальные профили (в некоторых случаях — на просвет) ППФ (10–10), что значительно ускоряет идентификацию текстурного состояния. На рис. 2.24 приведены азимутальные (экваториальные) профили ППФ (10–10), снятые на просвет для бериллиевых фольг после холодной прокатки по различным маршрутам деформирования.

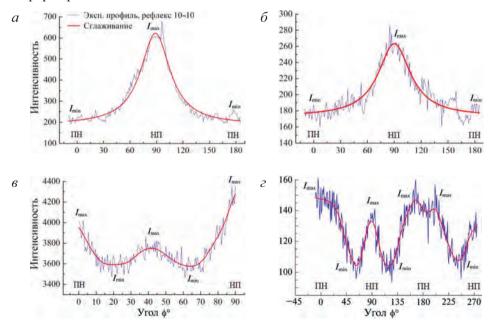


Рис. 2.24. Экспериментальные азимутальные (экваториальные) профили ППФ (10–10) при съемке бериллиевых фольг на просвет после холодной прокатки по различным маршрутам. a — толщина 105 мкм, ϵ = 0,174, ХПНП; δ — толщина 55 мкм, ϵ = 0,82, ХПНП; δ — толщина 26 мкм, ϵ = 1,57, ХППН

На рис. 2.24 также приведены рассчитанные при помощи формулы (2.2) значения параметра ξ . Как видно по рис. 2.23 и 2.24, эти значения, рассчитанные по данным реконструированных профилей ППФ (10–10) (рис. 2.23) и данным непосредственной съемки экспериментальных азимутальных (экваториальных) профилей ППФ (10–10) на просвет (рис. 2.24) приблизительно одинаковые.

Пригодность и эффективность использования ξ (см. формулу (2.2)) для оценки взаимосвязи текстуры бериллиевых фольг с плоскостной анизотропией их физико-механических свойств была подтверждена экспериментально. Для этого рассчитанные текстурные параметры сопоставлялись с результатами испытаний на статическое растяжение образцов, изготовленных при различных направлениях прокатки.

Предварительное тестирование механических свойств показало, что после холодной прокатки бериллиевые фольги находятся в хрупком состоянии и при испытаниях разрушаются, не достигнув предела текучести $\sigma_{0,2}$ (рис. 2.25). Это значительно затрудняет анализ и не позволяет раскрыть полноту взаимосвязи структурного состояния с механическими свойствами бериллия. Для снятия накопленного упрочнения был использован высоковакуумный отжиг, позволяющий значительно увеличить пластичность бериллия. Особенности влияния степени деформации, а также температуры и продолжительности отжига на структуру бериллиевых фольг подробно рассмотрены далее.

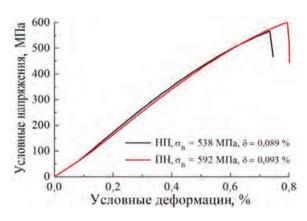
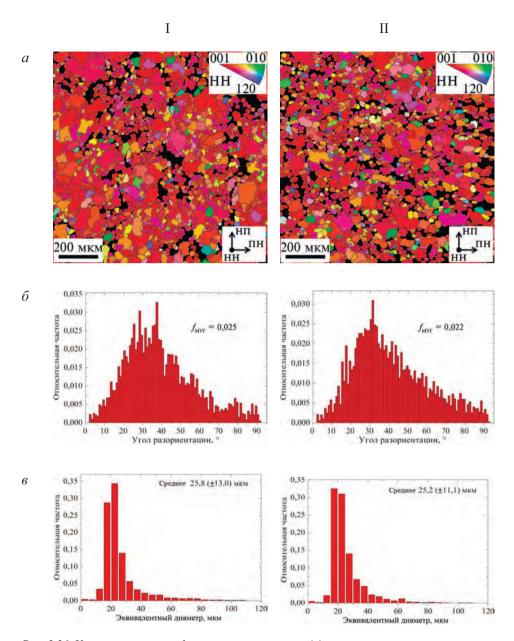


Рис. 2.25. Типичные зависимости условных напряжений от условных деформаций для различных направлений растяжения фольг толщиной 55 мкм ($\varepsilon = 0.82$), полученных путем прокатки по маршруту ХППН

На рис. 2.26 приведены карты кристаллографических ориентировок для бериллиевых фольг толщиной 26 мкм, прокатанных по различным маршрутам и отожженных в высоком вакууме при $850\,^{\circ}\mathrm{C}$ в течение 20 мин. Съемка карт осуществлялась непосредственно с поверхности образцов фольг. Видно, что при выбранном режиме отжига микроструктура фольг вне зависимости от маршрута деформирования практически полностью состоит из рекристаллизованных зерен. Об этом свидетельствует мала доля МУГ (менее $3\,^{\circ}$ %) в структуре, рис. 2.26, δ .



 $Puc.\ 2.26.$ Карты кристаллографических ориентировок (a), гистограммы углов разориентации (δ) и эквивалентный диаметр (s) для образцов бериллиевых фольг толщиной 25 мкм после ХП по различным маршрутам $(\epsilon=1,57)$ с последующим ВО. $I \longrightarrow X\Pi\Pi\Pi;\ II \longrightarrow X\Pi\Pi\Pi$

Средний эквивалентный диаметр зерен составляет 25,8 мкм при прокатке по маршруту ХПНП и 26 мкм — при прокатке по маршруту ХППН (рис. 2.26, δ). Отметим, что в этом случае неоднородность размеров зерен значительно ниже, чем в образцах после горячей прокатки (см. рис. 2.12, 2.13). Таким образом, параметры зеренной структуры (протяженность МУГ и БУГ) в рассматриваемых образцах для тестирования механических свойств приблизительно одинаковые.

На рис. 2.27 приведены меридиональные и азимутальные профили ППФ (0002) и (10–10), а на рис. 2.28 — ППФ, построенные по EBSD-данным для образцов бериллиевых фольг после холодной прокатки и последующего отжига. По рис. 2.27 и 2.28 видно, что в ходе отжига, при котором интенсивно протекают процессы рекристаллизации, снижаются интенсивность текстурной компоненты $\{0001\}\ \langle 10–10\rangle$, а также разница в интенсивностях двойных максимумов профилей ППФ (0001). По сути, снижение интенсивности компоненты $\{0001\}\ \langle 10–10\rangle$ позволяет восстановить способность бериллия пластически деформироваться при холодной прокатке за счет возобновления возможности скольжения по первичной базисной СС.

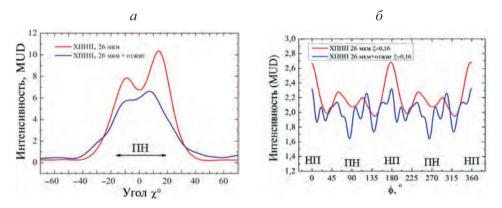
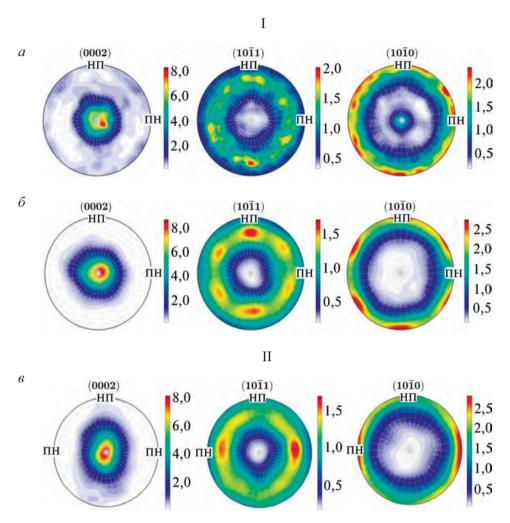


Рис. 2.27. Меридиональные (*a*) и азимутальные (*б*) профили ППФ (0002) и (10–10) для образцов фольг толщиной 26 мкм после прокатки по маршруту ХПНП (ϵ = 1,57) с последующим ВО при 850 °C в течение 20 мин

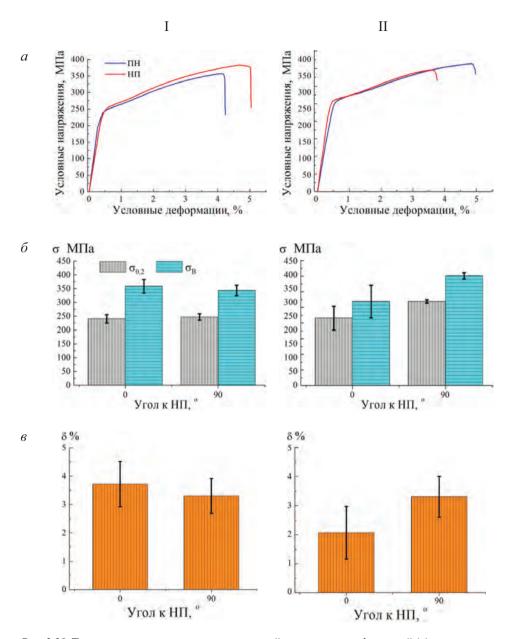
Подчеркнем, что текстура всего объема металла, наблюдаемая при XRD-анализе (рис. 2.28, a) образца, отличается от текстуры в поверхностном слое, наблюдаемой методами EBSD-анализа (рис. 2.28, δ). Подобная неоднородность текстурообразования рассмотрена ниже.

Параметр ξ для образцов фольг после горячей прокатки по технологии ГП 2 равен 0,75 (см. рис. 2.23), при этом наблюдается значительная анизотропия физико-механических свойств (см. рис. 2.8, 2.9). Как было показано ранее, холодная прокатка приводит к снижению значений ξ , при этом они зависят от маршрута прокатки и конечной толщины фольг (см. рис. 2.23). На рис. 2.29 приведены результаты определения механических свойств бериллиевых фольг толщиной 26 мкм после холодной прокатки по различным



 $Puc.~2.28.~\Pi\Pi\Phi$ (0001), (10—11) и (10—10) для образцов бериллиевых фольг толщиной 26 мкм после холодной прокатки по различным маршрутам с $\varepsilon=1,57$ и последующего отжига при 850 °C в течение 20 мин по данным XRD- (a) и EBSD-анализа (δ , s). I — XППП; II — XППН

маршрутам и последующего отжига при 870 °C в течение 20 мин. Фольги, полученные по маршруту ХПНП ($\xi=0,16$), имеют наименьшую анизотропию механических свойств: значения предела текучести $\sigma_{(0,2)}$ и относительного удлинения δ в НП и ПН приблизительно равны. Холодная прокатка по маршруту ХПНП ($\xi=0,27$) приводит к формированию незначительной анизотропии механических свойств бериллия в НП и ПН. Таким образом, предложенный параметр ξ показал высокую эффективность и может быть рекомендован для оценки анизотропии механических свойств бериллиевых фольг на основании их текстуры.



Puc.~2.29. Типичные кривые условных напряжений от условных деформаций (a) и механические свойства бериллиевых фольг (δ, s) толщиной 26 мкм $(\epsilon = 1,57)$ после XП по маршрутам ХПНП (I) и ХППН (II) и последующего BO

Рассмотрим детальнее механизм деформации, обеспечивающий повышенные показатели прочностных и пластических свойств бериллиевых фольг и их плоскостную изотропию. На рис. 2.30 приведены карты распределений, а на рис. 2.31 — гистограммы значений фактора Шмида в различных направлениях действия нагрузки для образцов фольг толщиной 26 мкм, имеющих наименьшую анизотропию физико-механических свойств. Хорошо видно, что при растяжении образцов вдоль НП и ПН базисная СС $\{0001\}$ $\langle 11-20 \rangle$ практически неактивна. Подавляющее большинство кристаллитов строго ориентировано для скольжения по призматической СС $\{10-10\}$ $\langle 11-20 \rangle$, о чем свидетельствуют частотные максимумы значений фактора Шмида в диапазоне 0,4-0,5 (рис. $2.31, \delta$). Таким образом, можно считать, что получение острой текстуры волокна $\langle 0001 \rangle$ ведет к активации призматического скольжения и обеспечивает повышенные показатели физико-механических свойств тонких бериллиевых фольг.

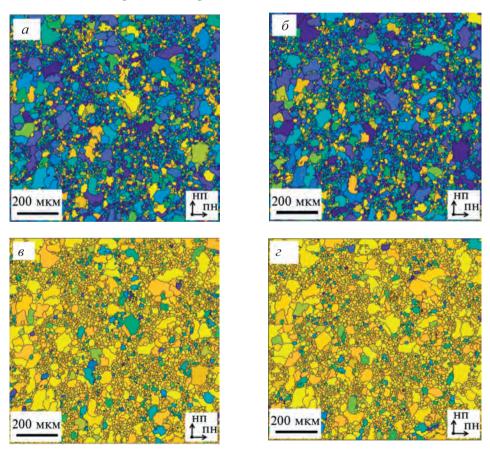


Рис. 2.30. Распределение рассчитанных значений фактора Шмида для различных СС и разных направлений растяжения (НР) для образцов фольг толщиной 26 мкм после прокатки по маршруту ХПНП с $\varepsilon=1,57$ и последующего ВО при 850 °C в течение 20 мин. a — СС $\{0001\}$ $\langle 11-20\rangle$, НР $\|\Pi$ H; δ — СС $\{0001\}$ $\langle 11-20\rangle$, НР $\|\Pi$ H; ε — СС $\{10-10\}$ $\langle 11-20\rangle$, НР $\|\Pi$ H; ε — СС $\{10-10\}$ $\langle 11-20\rangle$, НР $\|\Pi$ H; ε — СС $\{10-10\}$ $\langle 11-20\rangle$, НР $\|\Pi$ H $|\Pi$ H; $|\Pi$ H $|\Pi$ H |

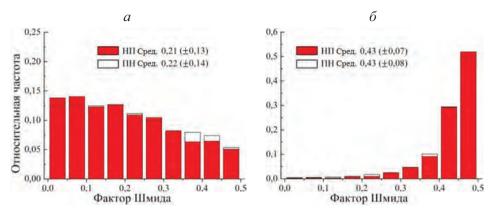
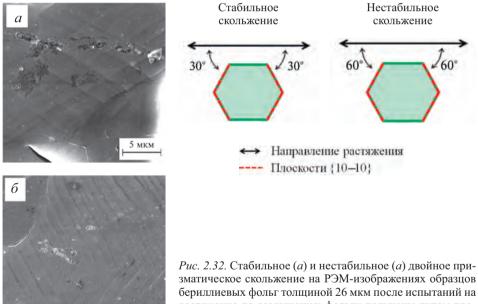


Рис. 2.31. Гистограммы значений фактора Шмида для образцов фольг толщиной 26 мкм после прокатки по маршруту ХПНП с ε = 1,57 и последующего ВО при 850 °C в течение 20 мин. a — базисная СС $\{0001\}$ $\{11-20\}$; δ — призматическая СС $\{10-10\}$ $\{11-20\}$



зматическое скольжение на РЭМ-изображениях образцов бериллиевых фольг толщиной 26 мкм после испытаний на растяжение до разрушения; фольги получены путем прокатки по маршруту ХПНП с $\epsilon=1,57$ и последующего ВО при 850 °C в течение 20 мин

Выполненные при помощи РЭМ исследования поверхности образцов показали, что на активацию механизма скольжения по призматическим СС $\{10-10\}\ \langle 11-20 \rangle$ однозначно указывают пересекающиеся линии скольжения в пределах кристаллитов (рис. 2.32). На рис. 2.32 показаны одновременный сдвиг по плоскостям призмы $\{10-10\}$, расположенным под углом примерно 30° (так называемое стабильное двойное скольжение», рис. 2.32, a) и примерно 60° (так называемое «нестабильное двойное скольжение»,

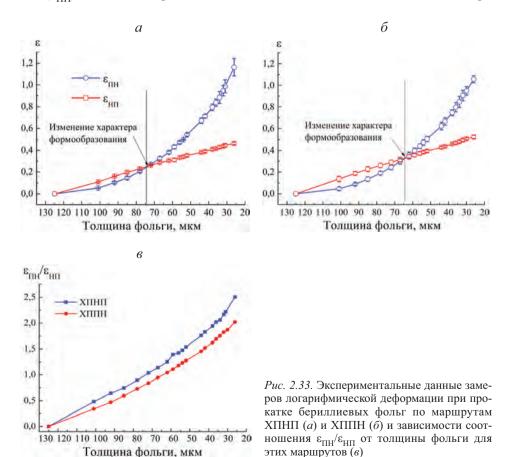
5 мкм

рис. 2.32, δ) к направлению растяжения (подробнее см. главу 1). Эффект перекрестного призматического скольжения, известный в монокристаллах бериллия [32, 78], а также в других металлах с ГПУ-решеткой [91, 92], в бериллиевых фольгах в мировой практике обнаружен впервые.

2.1.4. Влияние кристаллографической текстуры бериллия на его формообразование и разрушение при холодной прокатке

На рис. 2.33 приведены экспериментально определенные зависимости уширения и удлинения образцов при холодной прокатке по различным маршрутам (см. рис. 2.6). По рис. 2.33 a, δ видно, что такая прокатка бериллия характеризуется неравномерным характером формообразования заготовок в ее плоскости, а именно: изменением соотношения уширения и удлинения образцов в зависимости от степени накопленной деформации (т. е. от толщины фольги).

Первоначальные этапы холодной прокатки по рассматриваемым маршрутам характеризуются преобладанием вытяжки в НП ($\epsilon_{H\Pi}$) над уширением в ПН ($\epsilon_{\Pi H}$) до толщины фольг 75 мкм для ХПНП и 65 мкм — для ХППН. При



дальнейшей прокатке характер формообразования изменяется, в результате чего уширение в ПН ($\epsilon_{\Pi H}$) начинает преобладать над вытяжкой в НП ($\epsilon_{H\Pi}$). Дальнейшая деформация образца при холодной прокатке приводит к еще большему увеличению уширения в ПН ($\epsilon_{\Pi H}$) по сравнению с вытяжкой в НП ($\epsilon_{H\Pi}$). Подобный аномальный характер преобладания уширения над удлинением рассмотрен в работе [93] и является следствием наличия сверхнизкого очага деформации. Возможно, что данный эффект зависит от характера упрочнения материала, существенно влияющего на распределение контактных напряжений и характер напряженно-деформированного состояния (НДС) (см. п. 3.8). Однако для подтверждения этого необходимо выполнить сложное трехмерное конечно-элементное моделирование холодной прокатки, что выходит за рамки данной работы.

На рис. 2.33, ϵ , сравниваются зависимости показателя уширения $\epsilon_{\Pi H}/\epsilon_{H\Pi}$ от толщины бериллиевых фольг при холодной прокатке по рассматриваемым маршрутам. Видно, что при прокатке по маршруту ХПНП уширение образцов больше, чем по маршруту ХППН. По всей видимости, данный эффект обусловлен текстурным фактором и анизотропией физико-механических свойств исходных образцов бериллия после горячей прокатки по технологии ГП 2 (см. рис. 2.8, 2.9). Исходя из того, что минимальными напряжениями для начала скольжения обладает базисная СС (см. главу 1), в плоскости прокатки металлу «выгоднее» деформироваться по СС $\{0001\}$ $\langle 11-20 \rangle$ в том направлении, в котором зерна имеют преимущественную ориентацию с максимальными значениями фактора Шмида. Как следует из рис. 2.15 и 2.16, при ориентации образца для прокатки по маршруту ХПНП, максимальные значения этого фактора для базисной СС наблюдаются именно в ПН действия нагрузки, что может способствовать повышенному уширению по сравнению с уширением при прокатке по маршруту ХППН (рис. 2.33, ϵ).

Характер разрушения бериллия при холодной прокатке по рассмотренным маршрутам приведен на рис. 2.34 и 2.35. Видно, что не наблюдается принципиальное различие в характере разрушения бериллия при холодной прокатке образцов, по-разному ориентированных относительно исходной текстуры. Образец всегда разрушается в кромочной области. Некоторое различие состоит в том, что протяженность трещин при прокатке по маршруту ХПНП несколько выше, чем по маршруту ХППН (рис. 2.35).

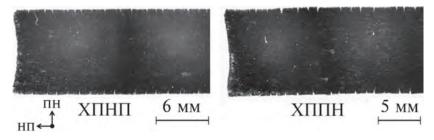
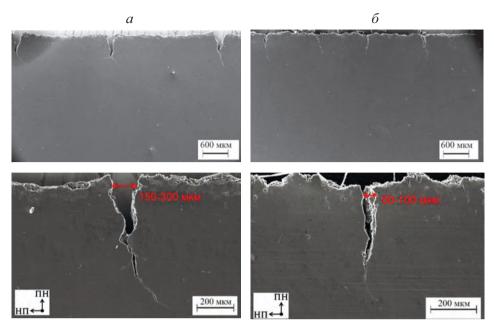
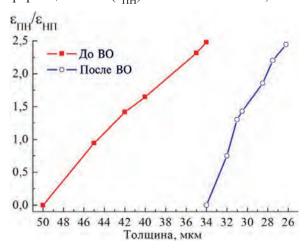


Рис. 2.34. Фотографии образцов бериллиевых фольг толщиной 75 мкм после XII по различным маршрутам, полученные на стереографическом микроскопе



 $Puc.\ 2.35.\ PЭМ-изображения образцов бериллиевых фольг толщиной 75 мкм после прокатки по маршрутам ХПНП (<math>a$) и ХППН (δ)

Экспериментальные измерения формообразования образцов бериллия при холодной прокатке показали, что на значения параметра $\varepsilon_{\Pi H}/\varepsilon_{H\Pi}$ значительное влияние оказывает отжиг, при котором интенсивно протекают процессы рекристаллизации. На рис. 2.36 приведены результаты экспериментальных замеров формообразования фольги толщиной 50 мкм при холодной прокатке до толщины 26 мкм ($\varepsilon=0,65$) с промежуточным отжигом на толщине 34 мкм ($\varepsilon=0,39$). Видно, что в ходе этого процесса монотонно растут значения параметра $\varepsilon_{\Pi H}/\varepsilon_{H\Pi}$, а при толщине фольги менее 45 мкм деформация в ΠH ($\varepsilon_{\Pi H}$) становится больше, чем в $H\Pi$ ($\varepsilon_{\Pi H}$).



Puc.~2.36. Изменение параметра $\epsilon_{\Pi H}/\epsilon_{\Pi \Pi}$ при холодной прокатке фольги из технического бериллия с промежуточным ВО при 750 °C в течение 20 мин

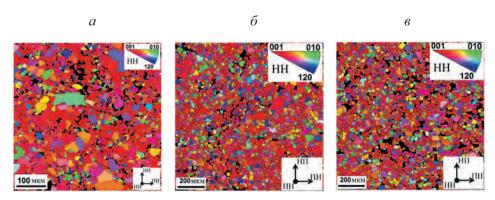
Перед отжигом, при достижении степени деформации $\varepsilon=0,39$ соотношение $\varepsilon_{\Pi H}/\varepsilon_{H\Pi}=2,5$, т. е. уширение образца, становитс в 2,5 раза больше его удлинения. При дальнейшей прокатке после отжига до степеней деформации $\varepsilon=0,08$ удлинение образца преобладает над уширением. При степенях деформации $\varepsilon>0,08$ характер формообразования меняется — уширение вновь преобладает над удлинением. Данный эффект влияния отжига на характер формообразования бериллия при холодной прокатке можно объяснить снижением сопротивления деформации, приводящим к изменениям формы очага деформации при прокатке (см. п. 3.8). Также на изменение характера уширения может влиять ослабление текстуры бериллиевых фольг после отжига (см. рис. 2.27, 2.28).

Таким образом, для эффективного управления текстурным состоянием и снижения анизотропии физико-механических свойств бериллиевых фольг, а также для получения необходимой геометрии раската при XП необходимо учитывать не только особенности исходной текстуры, но и закономерности уширения образцов в зависимости от их толщины.

2.1.5. Неоднородность структуры и текстуры по толщине бериллиевых фольг

Как было указано ранее, текстура бериллиевых фольг после холодной прокатки характеризуется высокой долей зерен, имеющих строгую ориентацию относительно НН, а также зерен, отклоненных на некоторый угол χ относительно НН с образованием двойных максимумов на меридиональных профилях ППФ (0002). Подобный характер формирования текстуры указывает на возможную неоднородность деформации при холодной прокатке тонких бериллиевых фольг.

Формирование неоднородной текстуры бериллиевых фольг было детально исследовано при помощи EBSD-анализа. Суть эксперимента состояла в съемке EBSD-карт с участков бериллиевой фольги после послойного химического утонения (рис. 2.37).



 $Puc.\ 2.37.$ Карты кристаллографических ориентировок для образца бериллиевой фольги толщиной 55 мкм, снятые с различных слоев по толщине.

a — поверхностный слой; δ — ¼ от поверхности; ϵ — центральный слой

Для исследований центрального слоя при химическом утонении одну из сторон покрывали эпоксидной смолой для защиты от растворения. Исследования были выполнены для образца толщиной 55 мкм, полученного по маршруту ХППН (см. рис. 2.17) и отожженного при 800 °C без выдержки ($\tau = 0$ мин). Исследования показали (рис. 2.38), что в поверхностном слое бериллиевой фольги формируется острая текстура волокна $\langle 0001 \rangle$, т. е. практически подавляющее большинство кристаллитов имеет строгую ориентацию базисных плоскостей с интенсивностью 5 отн. ед. параллельно плоскости прокатки. Центральные слои металла имеют расщепленную базисную текстуру $\{0001\}$ $\langle 10–10 \rangle$, отклоненную на $\pm 20^\circ$ относительно НП. Слои, расположенные на расстоянии $\frac{1}{4}$ от поверхности фольги, имеют промежуточное текстурное состояние между текстурами поверхности и ее центра.

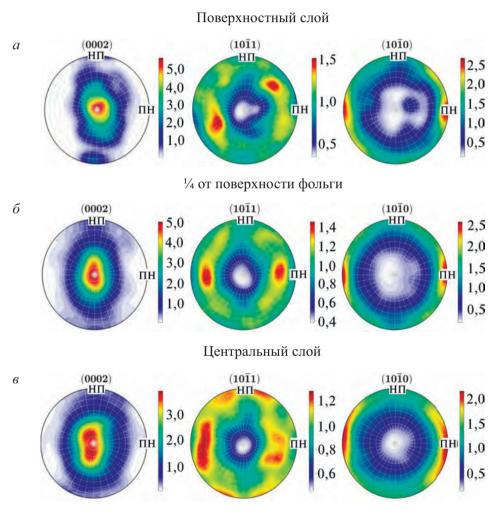


Рис. 2.38. ППФ (0001), (10–11) и (10–10), полученные по данным EBSD-анализа различных слоев бериллиевой фольги по толщине $^{\circ}$ С

На рис. 2.39 приведена схема, поясняющая характер неоднородности текстурообразования в бериллиевых фольгах при холодной прокатке, построенная на основании данных EBSD-анализа.

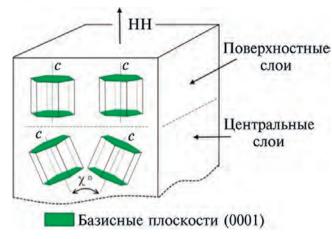


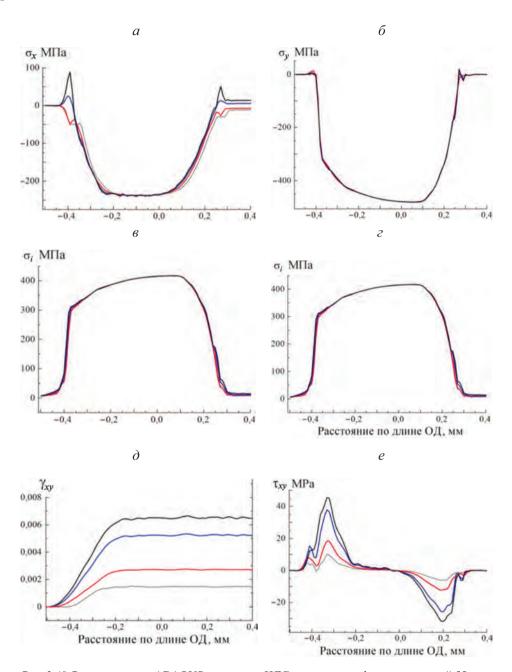
Рис. 2.39. Характер неоднородности текстурообразования при ХП бериллиевых фольг

Таким образом, выявленные характерные двойные расщепленные максимумы меридиональных профилей ППФ (0002) при XRD-анализе (рис. 2.20) связаны с неоднородностью формирования текстуры по толщине, поскольку при таком анализе вследствие рентгеновской «прозрачности» бериллиевых фольг в формировании результата участвуют кристаллиты, расположенные по всей толщине образца.

Исходя из рис. 2.39 прослеживается важная особенность пластической деформации бериллия при холодной прокатке фольг. Строгая текстура волокна (0001) в поверхностных слоях бериллия указывает на исчерпывание возможности скольжения по базисной СС (0001) (11–20), в то время как в центральных слоях такая возможность сохраняется. Другими словами, если учесть, что основным механизмом деформации при холодной прокатке является скольжение по СС (0001) (11–20), то пластическая деформация поверхностного слоя значительно затруднена по сравнению с деформацией центрального.

Для объяснения подобного характера текстурообразования в пакете ABAQUS были выполнены расчеты напряженно-деформированного состояния при помощи разработанной конечно-элементной модели холодной прокатки, учитывающей упругую деформацию валков. Результаты расчетов для стадии установившегося процесса холодной прокатки бериллиевой фольги толщиной 55 мкм приведены на рис. 2.40 (см. главу 3).

По рис. 2.40, a и b, видно, что очаг деформации характеризуется преимущественным действием сжимающих напряжений, исключение составляют поверхностные слои бериллия, где продольные напряжения σ_x —растягивающие. Интенсивности напряжений σ_i и деформаций ε_i (рис. 2.40, b и c) практически равномерно распределяются по толщине образца, в отличие от распределения сдвиговых напряжений τ_{xy} и деформаций γ_{xy} по его толщине



Puc. 2.40. Рассчитанные в ABAQUS параметры НДС при прокатке фольги толщиной 55 мкм. *а* и *б* — напряжения соответственно σ_x и σ_y , *в* и *г* — интенсивность соответственно напряжений (σ_i) и деформаций (ε_i), *∂* и *е* — сдвиговые соответственно деформации (γ_{xy}) и напряжения (τ_{xy}); ОД — очаг деформации

не (рис. 2.40, ∂ , e), что связано с влиянием контактного трения. В поверхностных слоях сдвиговые напряжения τ_{xy} и деформации γ_{xy} значительно выше, чем в центральных. Исходя из этого, переориентация кристаллитов в поверхностных слоях фольг, связанная со скольжением по базисной СС $\{0001\}\$ $\langle11-20\rangle$, идет интенсивнее, чем в центральных.

Таким образом, острая текстура волокна $\langle 0001 \rangle$ в поверхностных слоях бериллиевых фольг формируется за счет повышенных сдвиговых напряжений τ_{xy} и деформаций γ_{xy} в данных областях по сравнению с центральными слоями, где сохраняется расщепленная базисная текстура. Такая особенность формирования текстуры может быть важна для последующей эксплуатации фольг. К примеру, различная по толщине текстура способна вызвать значительные различия модуля упругости, что, в свою очередь, будет влиять на напряжения и деформации при изгибе фольг. В некотором роде такая фольга представляет собой композитный материал, состоящий из нескольких слоев с различными свойствами.

2.1.6 Структура и механические свойства бериллиевых фольг, полученных по технологии многостадийной холодной прокатки в сочетании с высоковакуумными отжигами

Как было показано ранее, для получения комплекса высоких показателей физико-механических свойств бериллиевых фольг необходимо активировать скольжение по призматическим СС за счет формирования определенного текстурного и структурного состояний бериллия. Обеспечение плоскостной изотропии физико-механических свойств возможно только в одном случае, когда в фольгах сформирована острая текстура волокна (0001).

При холодной прокатке бериллиевой фольги существует необходимость проведения промежуточных высоковакуумных отжигов для снятия накопленного упрочнения и восстановления ресурса пластичности металла. Кроме того, регламентированные отжиги позволяют управлять параметрами формообразования бериллия при прокатке тонких и тончайших фольг.

В табл. 2.2 приведены некоторые параметры многостадийной холодной прокатки горячекатаного бериллия, полученного по технологии ГП 2 (см. рис. 2.6) за несколько стадий в сочетании с высоковакуумными отжигами при 850 °С в течение 20 мин после каждой стадии. Исходные структурное и текстурное состояния образцов перед холодной прокаткой приведены на рис. 2.10, 6–2.11, δ . Направление холодной прокатки соответствовало ПН образцов после горячей прокатки.

Таблица 2.2. Параметры многостадийной ХП бериллия в сочетании с ВО

Стадия	Толщина фольги, мкм			0 /0
	h_0	h_1	3	$\varepsilon_{\rm H\Pi}^{}/\varepsilon_{\Pi \rm H}^{}$
1	310	211	0,38	2,95
2	211	137	0,43	1,42
3	137	100	0,31	1,02

Результаты анализа структуры и текстуры образцов после многостадийной холодной прокатки в сочетании с высоковакуумными отжигами приведены на рис. 2.41. По рис. 2.41, б видно, что характерный пик для МУГ наблюдается при углах разориентировки, близких к 2,5°. Доля МУГ в структуре составляет приблизительно 12 %, что меньше, чем в исходном состоянии (см. рис. 2.14). По рис. 2.41, в видно, что из исходной крупнозернистой структуры (средний эквивалентный диаметр зерен 27 мкм, см. рис. 2.13, б) формируется структура со средним эквивалентным диаметром зерен 12,52 мкм. При этом максимальный диаметр зерна, обнаруживаемый в структуре, составляет 45–65 мкм. Начальная ($\{0001\}\ \langle 10-10 \rangle, \pm 30^{\circ}, \Pi H$) текстура образцов после нескольких стадий холодной прокатки и высоковакуумных отжигов трансформируется в текстуру волокна (0001) (рис. 2.41, ϵ). Для большинства зерен ось ϵ решетки отклонена на угол $20-40^{\circ}$ вдоль НП и ПН. Трансформация текстуры в первую очередь обеспечивается за счет преимущественной вытяжки образцов в направлении, перпендикулярном полюсам (10–10) на ПП Φ для горячекатаного бериллия (см. рис. 2.10, ϵ),

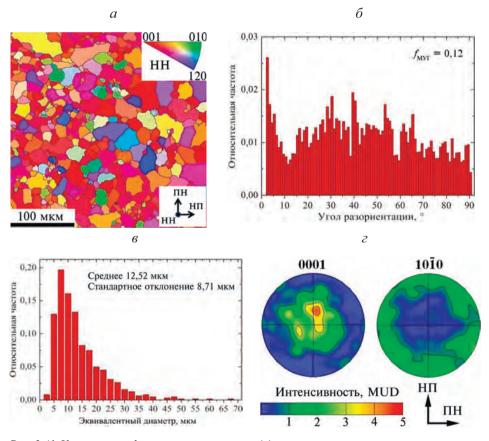


Рис. 2.41. Кристаллографические ориентировки (а), гистограммы границ зерен по углам разориентации (б), распределение эквивалентного диаметра зерен (в) и ППФ (0001) и (10−10) (ϵ) для фольг после нескольких стадий ХП и ВО по различным режимам (см. табл. 2.2)

за счет характера очага деформации при холодной прокатке бериллиевых фольг данной толщины, а именно: соотношением параметров $\varepsilon_{\rm HII}/\varepsilon_{\rm \Pi H}$ (см. табл. 2.2). Таким образом, технология многостадийной холодной прокатки с промежуточными отжигами позволяет эффективно управлять структурным и текстурным состояниями бериллия с целью получить максимальные показатели прочностности и пластичности фольг.

Одним из ключевых этапов в управлении свойствами бериллиевых фольг является их заключительная термическая обработка. Помимо температуры отжига, на кинетику процессов термического разупрочнения и, следовательно, конечную структуру и механические свойства этих фольг влияет степень деформации, накопленная при холодной прокатке. В табл. 2.3 приведены параметры режима холодной прокатки и отжига бериллиевых фольг, прокатанных до достижения различных степеней деформации. Исходными заготовками были бериллиевые подкаты толщиной 100 мкм, полученные по технологии, параметры которой также приведены в табл. 2.3.

Таблица 2.3. Режимы XП и термической обработки бериллия для исследований структуры методами EBSD-анализа

Режим	Толщина фольги, мкм	ε	Температура отжига, °С	Время отжига, мин
1 (исходное состояние)	100	_	_	_
2	92	0,08		
3	50	0,69	850	20
4	35	1,08		
5	50	0,69	850	150
6	50	0,69	750	20
7	50	0,69	950	20

Изменение структуры и кристаллографической ориентировки зерен в бериллиевых фольгах, прокатанных с различными степенями деформации и термически обработанных по одинаковому режиму, приведены на рис. 2.42–2.44. Видно, что при малых степенях деформации холодной прокатки (режим 2, см. табл. 2.3) в конечной структуре образцов после отжига протяженностт МУГ составляет 39 % общей протяженности границ. При этом МУГ образуют полигональную микроструктуру, что свидетельствует о прошедших процессах термического возврата деформированной структуры к первоначальному состонию. С увеличением степени деформации при прокатке (режимы 3 и 4, см. табл. 2.3) доля МУГ в образцах составляет всего 4 и 6 % соответственно. Такая их протяженность в микроструктуре свидетельствует, что накопленная в ходе холодной пластической деформации энергия обеспечивает практически полное протекание процессов рекристаллизации при отжиге длительностью 20 мин.

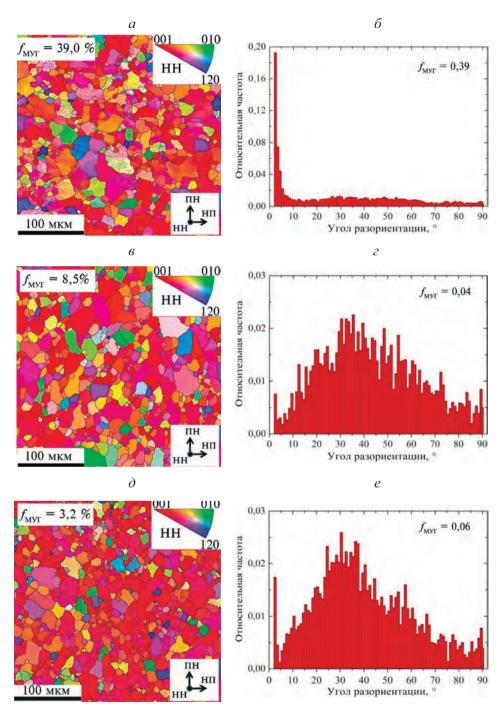
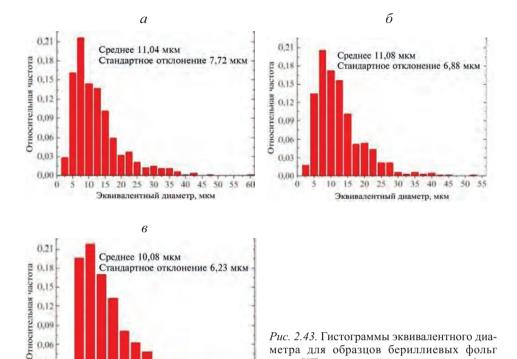


Рис. 2.42. Карты кристаллографических ориентировок $(a, \varepsilon, \partial)$ и границ зерен по углам разориентации (δ, ε, e) для образцов бериллиевых фольг после ХП с различной степенью логарифмической деформации и ВО при 850 °С в течение 20 мин a и $\delta - \varepsilon = 0.08$; ϵ и $\epsilon - \varepsilon = 0.69$; δ и $\epsilon - \varepsilon = 1.08$



0,09

0,06

0.03

5

Рис. 2.43. Гистограммы эквивалентного диаметра для образцов бериллиевых фольг после ХП с различной степенью логарифмической деформации и ВО при 850 °С в течение 20 мин.

 $a - \epsilon = 0.08$; $\delta - \epsilon = 0.69$; $\epsilon - \epsilon = 1.08$

Результаты статистического анализа распределения зерен в образцах по их размеру приведены на рис. 2.43. Видно, что средний и максимальный эквивалентный диаметр зерен, а также степень разнозернистости структуры существенно меньше, чем в исходном горячекатаном состоянии. Таким образом, изменение степени деформации перед заключительным отжигом в диапазоне $\varepsilon = 0.08...1.08$ не приводит к значительному изменению размеров зерен бериллиевых фольг: средние значения эквивалентного диаметра составляют 10-11 мкм. Однако большие значения накопленной деформации ($\epsilon = 1,08$) приводят к заметному снижению максимального диаметра до 35 мкм. Это позволяет сделать вывод о том, что увеличение степени деформации при холодной прокатке обеспечивает более однородную структуру.

35

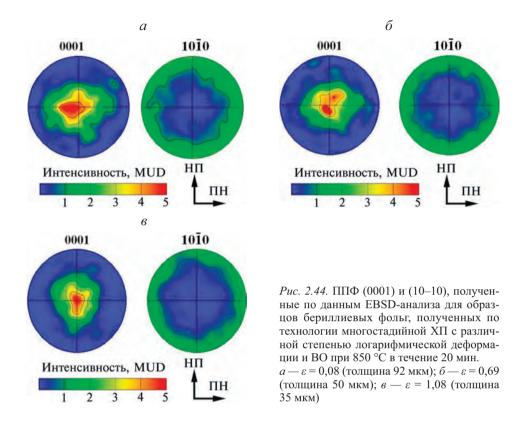
40

20 25 30

Эквивалентный диаметр, мкм

С ростом степени деформации при холодной прокатке перед заключительным отжигом увеличивается доля кристаллитов, плоскость базиса которых параллельна плоскости фольги, тем самым формируется необходимая острая текстура волокна (0001) (рис. 2.44).

Исследования показывают, что увеличение степени деформации перед вакуумным отжигом, помимо повышения остроты компоненты (0001) (рис. 2.44), приводит также к заметному снижению разнозернистости структуры (рис. 2.43) за счет возникновения большего числа потенциальных мест для образования зародышей новых зерен при первичной рекристаллизации



бериллия [94], а их дальнейший рост будет определяться параметрами заключительного отжига: температурой и временем выдержки. Дополнительно на рис. 2.45 сравниваются значения эквивалентного диаметра зерен для фольг из различных сортов бериллия, полученные по разным режимам прокатки и отжига. Данные обработаны статистически и приведены в виде диаграмм размаха (Вох plot).

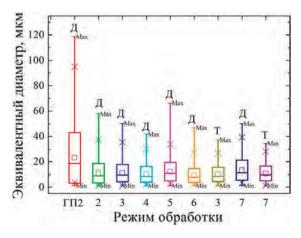
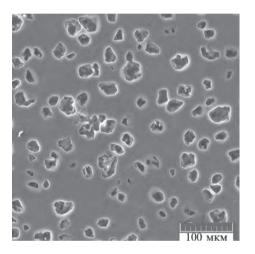
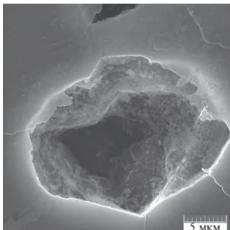


Рис. 2.45. Зависимости эквивалентного диаметра зерна от режима обработки (см. табл. 2.3) для дистиллированного (Д) и технического бериллия (Т) по данным EBSD-анализа

Выполненные исследования показали, что ключевыми моментами в формировании мелкокристаллической структуры и снижении разнозернистости являются большие степени деформации при холодной прокатке и применение кратковременных регламентированных отжигов, продолжительность которых не должна превышать нескольких десятков минут (рис. 2.45). Увеличение времени отжигов приводит к росту размера зерна и к повышенной неоднородности структуры бериллия (см. режим 5, рис. 2.45). Однако значительное увеличение длительности отжигов при высокой температуре (более 950 °C) приводит к испарению бериллия с поверхности фольги и образованию на ней отверстий различного размера, приводящих к потере вакуумной плотности фольги (рис. 2.46).





Puc.~2.46. РЕМ-изображения поверхности бериллиевых фольг после ВО при 950 °C в течение 180 мин, иллюстрирующие испарение зерен бериллия с поверхности фольг (слева — отверстия в фольге, справа — увеличенный вид одного из них)

Отметим, что при одинаковых режимах холодной прокатки и термической обработки размер зерна в бериллиевых фольгах, изготовленных из технического бериллия, меньше, чем в фольгах, изготовленных из дистиллированного бериллия. По всей видимости, данный эффект обусловлен большим содержанием примесных элементов в техническом бериллии, влияющих на миграцию границ зерен при интенсивно протекающих процессах рекристаллизации [32].

Таким образом, при помощи разработанной технологии многостадийной холодной прокатки были получены тонкие (8–25 мкм) и сверхтонкие (5 мкм) фольги из различных сортов бериллия. Параметры режимов их прокатки и отжига приведены в табл. 2.4. Структура полученных фольг была исследована методами ПЭМ.

Таблица 2.4. Режимы получения тонких и сверхтонких бериллиевых ф	ОЛЬГ

Режим		Толщина	Логарифмическа при холодной	Режим		
получения	Материал	л фольг, суммарная (расчет перед от горячекатаного заключительным состояния) отжигом		заключительного отжига (темпера- тура/время ВО)		
П 1	Д	25,0	2,48	0,49	Без отжига	
П 2	Д	25,0	2,48	0,49	750 °C / 15 мин	
П 3	Т	8,0	3,62	0,62	750 °C / 15 мин	
П 4	Т	5,0	4,09	0,69	730 °C / 15 мин	

Примечание: Д — дистиллированный бериллий, Т — технический бериллий.

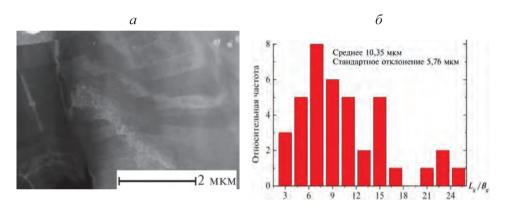
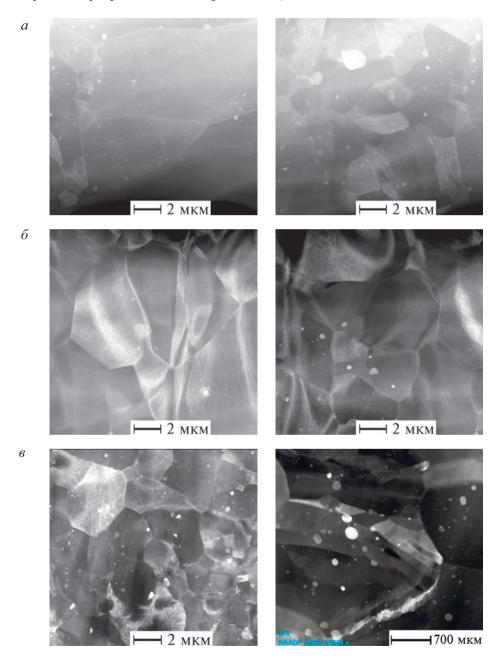


Рис. 2.47. ПЭМ-изображение (*a*) и гистограмма соотношения длины зерен L_g к их ширине B_g (*б*), иллюстрирующее формирование субзеренной структуры в бериллии после ХП с $\epsilon = 0.49$ (режим Π 1, см. табл. 2.4)

Результаты исследований показали, что при холодной прокатке в бериллии формируется ячеистая субзеренная структура. Субзерна имеют вытянутую форму и большую линейную протяженность. На рис. 2.47, а, приведено ПЭМ-изображение структуры бериллиевых фольг после холодной прокатки. Гистограмма соотношения длины зерен к их ширине, построенная по нескольким отснятым картам, приведена на рис. 2.47, б. Подобная структура в бериллии наблюдается после пластической деформации под действием гидростатических сжимающих напряжений, а также после ИПД (см. главу 1). Как показано далее при анализе напряженно-деформированного состояния (см п. 3.8), очаг деформации при холодной прокатке также характеризуется повышенными гидростатическими сжимающими напряжениями, что способствует большой степени деформации бериллия без его разрушения.

При высоковакуумном отжиге по рассмотренным режимам (см. табл. 2.4) в тонких фольгах формируются равновесные рекристаллизованные полиго-

нальные зерна бериллия (рис. 2.48). Наряду с такими зернами в некоторых областях наблюдаются вытянутые в ходе холодной прокатки зерна, не подвергшиеся рекристаллизации (рис. 2.48, θ).



 $Puc.\ 2.48.\ \Pi$ ЭМ-изображения с z-контрастом структуры исследуемых образцов тонких бериллиевых фольг, полученных по различным режимам (см. табл. 2.4). $a - \Pi$ 2; $b - \Pi$ 3; $b - \Pi$ 4 (на фото слева и справа — различные области сканирования)

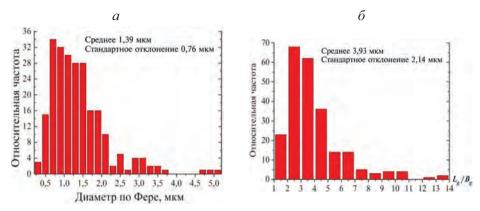
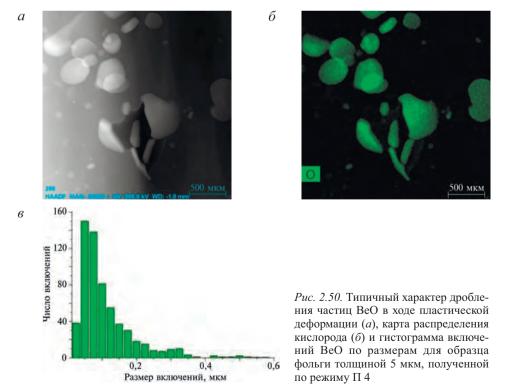


Рис. 2.49. Гистограммы диаметра зерен по Фере (*a*) и соотношения L_g/B_g (*б*) для образцов фольг толщиной 5 мкм, полученных за несколько стадий ХП и ВО с суммарной $\varepsilon = 4,09$

Средний размер зерен в полученных образцах фольг толщиной 5 мкм, измеренный по нескольким отснятым изображениям, составил 1,39 мкм (рис. 2.49, a). По рис. 2.49, δ видно, что при рекристаллизации существенно снижается протяженность зерен B_g/L_g . Плотность дислокаций не оценивали, однако по фотографиям видно, что в дистиллированном бериллии она меньше, чем в техническом при приблизительно одинаковых режимах прокатки и заключительного отжига.



Отметим, что при холодной прокатке с большими суммарными деформациями (см. табл. 2.4) частицы BeO интенсивно дробятся. Фотография включения BeO, раздробленного в ходе деформации, приведена на рис. 2.50, a и b. На рис. 2.50, b, приведена гистограмма включений BeO по размерам для фольг толщиной 5 мкм, прокатанных с общей суммарной деформацией b = 4,09. Видно, что средний размер включений — не более 100 нм. Отсутствие в структуре крупных частиц BeO, сопоставимых с толщиной фольг, снижает риск потери вакуумной плотности последних.

Важно, что использование разработанных технологий многостадийной холодной прокатки в конечном счете позволяет значительно повысить показатели физико-механических свойств бериллиевых фольг, а также снизить плоскостную анизотропию последних. Это видно из рис. 2.51, на котором приведены результаты механических испытаний образцов фольг, прокатанных с различными степенями деформации и термически обработанных по одинаковому режиму.

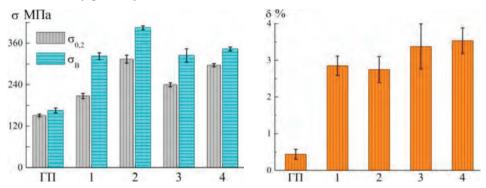


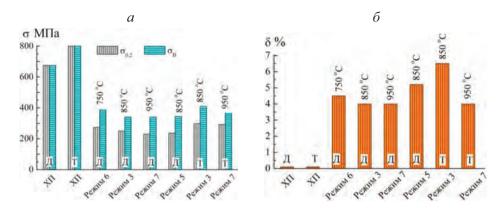
Рис. 2.51. Механические свойства бериллиевых фольг, полученных по разработанной технологии многостадийной ХП и ВО при 850 °С (в течение 20 мин, направление растяжения соответствует направлению ХП), и после прокатки по технологии ГП 2 при 870 °С (см. рис. 2.11, δ).

1 — после нескольких стадий ХП и ВО (см. рис. 2.41); 2 — после ХП с ε = 0,08 (толщина фольги 92 мкм) и ВО (см. рис. 2.42, a); 3 — после ХП с ε = 0,69 (толщина фольги 50 мкм) и ВО (см. рис. 2.42, δ); 4 — после ХП с ε = 1,08 (толщина фольги 35 мкм) и ВО (см. рис. 2.42, δ)

Таким образом, обобщив результаты исследований, можно сделать вывод, что повышение показателей физико-механических свойств главным образом обеспечивается за счет сформированной кристаллографической текстуры с компонентой волокна $\langle 0001 \rangle$. Такая текстура необходима для активации призматического скольжения во всех направлениях действия нагрузки в плоскости фольги. Дополнительным вкладом в увеличение показателей физико-механических свойств является повышение доли МУГ в структуре, а также снижение размера зерен (увеличение протяженности БУГ) и снижение разнозернистости структуры.

На рис. 2.52 приведены результаты механических испытаний образцов бериллиевых фольг толщиной 50 мкм, прокатанных в холодную со степенью деформации $\varepsilon = 0.69$ и отожженных при различных режимах (см. табл. 2.3).

Исходное состояние образцов соответствует режиму 1 в табл. 2.2. Холодно-катаное состояние бериллия характеризуется повышенным пределом прочности $\sigma_{\rm B}$, а также низкой пластичностью δ . При этом образцы разрушаются при напряжениях, не превышающих условного предела текучести $\sigma_{0,2}$. Рассмотренные режимы высоковакуумного отжига позволяют эффективно управлять конечными механическими свойствами бериллиевых фольг (рис. 2.52), главным образом за счет изменения размера зерен бериллия (протяженности БУГ) и разнозернистости структуры.

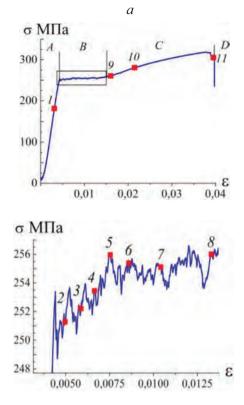


 $Puc.\ 2.52$. Механические свойства бериллиевых фольг толщиной 50 мкм после XП с $\epsilon=0.69$ и BO по различным режимам (направление растяжения соответствует направлению XП, параметры режимов см. табл. 2.3).

Т — технический бериллий; Д — дистиллированный бериллий

Зависимости эквивалентного диаметра зерна от режима обработки для дистиллированного и технического бериллия, построенные по данным EBSD-анализа, приведены на рис. 2.45. Видно, что повышенные показатели свойств, наблюдаемые в фольгах, изготовленных из технического бериллия обусловлены меньшим размером зерен по сравнению с дистиллированным, при одинаковых текстурных состояниях в фольгах. Механические испытания образцов бериллиевых фольг, полученных при помощи технологии многостадийной холодной прокати в сочетании с высоковакуумными отжигами, показали, что их характерная особенность — наличие продолжительной площадки текучести (рис. 2.53). Детальные исследования позволили установить, что такая площадка при растяжении образцов связана с локализацией пластической деформации, сопровождаемой образованием полос Чернова—Людерса (ПЧЛ) [95]. Пошаговые фотографии стадий образования ПЧЛ в бериллии приведены на рис. 2.53, б.

Отметим, что данный эффект впервые экспериментально обнаружен в бериллиевых фольгах. Одна из возможных причин образования ПЧЛ в бериллии — закрепление дислокаций атмосферами примесных атомов, предположительно углерода, образующих твердые растворы внедрения при высокотемпературных отжигах деформированного металла. Возможность диффузии углерода в виде смешанных пар атомов, один из которых зани-



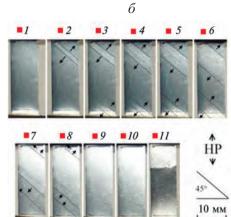


Рис. 2.53. Типичная диаграмма зависимости условных напряжений от условных деформаций при растяжении образцов бериллиевых фолыг, полученных при помощи ХП в сочетании с ВО (а); экспериментальное наблюдение стадий образования ПЧЛ в соответствии с приведенной диаграммой растяжения (б)

мает позицию внедрения, а другой — замещения, показана в работе [96]. Также известно, что относительная диффузионная способность углерода значительно увеличивается с ростом плотности дислокаций [96, 97]. Считается, что закрепление дислокаций в бериллии — одна из причин его хрупкого разрушения при малых пластических деформациях [32]. Кроме того, любая локализация деформации в хрупком бериллии негативно сказывается на общем уровне предельных деформаций до разрушения.

Известно, что один из способов устранения площадки текучести в бериллии — дополнительная холодная деформация с малыми степенями [23] (так называемая дрессировка). В данном случае происходит принудительный отрыв дислокаций от мест их закрепления, что приводит к повышению общей плотности подвижных дислокаций. Однако для бериллия, склонного к интенсивному деформационному упрочнению, деформация на стадии дрессировки не должна быть больше определенных значений. При их превышении показатели пластических свойств материала могут резко снизиться вплоть до нуля.

Установлено, что для устранения площадки текучести при холодной прокатке необходима оптимальная степень деформации $\varepsilon = 0,3...0,5$ %. В таких условиях растяжение бериллиевой фольги не сопровождается образованием ПЧЛ и площадки текучести на диаграмме (рис. 2.54). Даже незначи-

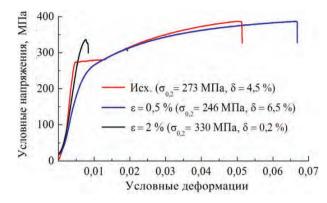


Рис. 2.54. Зависимости условных напряжений от условных деформаций при испытании образцов бериллиевых фольг толщиной 50 мкм до и после дрессировки с различной степенью логарифмической деформации є

тельное превышение оптимальной степени деформации ($\epsilon > 2 \%$) приводит к хрупкому разрушению бериллия при растяжении.

Таким образом, дальнейшее изучение дислокационной природы площадки текучести в различных сортах бериллия перспективно с точки зрения дополнительного повышения показателей физико-механических свойств фольг при статических и циклических нагружениях.

2.2. Математическое моделирование эволюции текстуры бериллия при пластической деформации

Объективные сложности, связанные с экспериментальными исследованиями механизмов деформации поликристаллических материалов, обусловливают широкое применение методов математического моделирования. Современные физически обоснованные модели кристаллической пластичности позволяют получать новые данные о механизмах деформации материалов, оптимизировать химический состав материала и технологии обработки для достижения заданного структурного состояния. Настоящий раздел посвящен вопросам использования вязкопластической самосогласованной модели (VPSC) применительно к процессам пластической деформации поликристаллического бериллия.

2.2.1. Краткое описание вязкопластической самосогласованной модели

Условия деформации зерна в поликристаллическом материале и монокристалле могут сильно различаться. Во-первых, это связано с наличием межзеренных границ, дефектов, примесей и т. д. Во-вторых, в реальном материале зерно всегда взаимодействует с окружающими его зернами, что необходимо учитывать при моделировании. Учет таких взаимодействий долгое время был значительной проблемой, ограничивающей применение расчетных методов для прогноза текстурообразования.

Одной из попыток учесть вклад каждого зерна в совокупный отклик поликристаллического материала является физически обоснованная вязкопластическая самосогласованная модель (VPSC), изначально предложенная для моделирования эволюции текстуры циркония [98]. Она нашла широкое применение с современной инженерной практике для прогнозирования эволюции текстуры во время пластической деформации металлов с гексагональной и кубической решеткой [99–102].

Согласно данной модели, поликристаллический материал рассматривается как совокупность отдельных зерен, каждое из которых представляет собой вязкопластическое анизотропное эллипсоидальное включение, внедренное в вязкопластическую анизотропную однородную эффективную среду и взаимодействующее с ней. В результате применения такого подхода рассчитанные напряжение и скорость деформации внутри каждого включения одинаковы, но отличаются от макроскопических (средних) значений в целом для поликристаллического материала.

Скорость вязкопластической деформации $\dot{\epsilon}(x)$ для кристаллита x, деформируемого путем скольжения дислокаций и двойникования, можно вычислить как:

$$\dot{\varepsilon}(x) = \sum_{s} \dot{\gamma}^{s}(x) m^{s}(x), \tag{2.3}$$

где s — обозначение системы скольжения, m — симметричная часть тензора Шмида, $\dot{\gamma}^s$ — скорость сдвиговой деформации кристаллита x по системе скольжения s.

Симметричная часть тензора Шмида находится из соотношения:

$$m^{s}(x) = \frac{1}{2} (b^{s}(x) \otimes n^{s}(x) + n^{s}(x) \otimes b^{s}(x)),$$
 (2.4)

где b^s — вектор Бюргерса для системы скольжения s, n^s — нормаль к плоскости скольжения для системы скольжения s.

Скорость сдвиговой деформации вычисляется по формуле:

$$\dot{\gamma}^{s}(x) = \dot{\gamma}_{0} \left(\frac{\left| \tau^{s}(x) \right|}{\tau_{c}^{s}(x)} \right)^{n} \operatorname{sign}(\tau^{s}(x)), \tag{2.5}$$

где $\tau^s(x)$ и $\tau^s_c(x)$ — соответственно напряжение сдвига и его критическое значение для кристаллита x в системе скольжения s; $\dot{\gamma}_0$ — начальная скорость сдвиговой деформации; n — величина, обратная параметру скоростной чувствительности.

Таким образом, начало пластической деформация, происходящей путем скольжения и двойникования, можно учесть при помощи критического напряжения сдвига.

Упрочнение материала при деформации можно учесть, использовав какой-либо закон упрочнения, к примеру, эмпирическое уравнение Войса (Voce) [103]:

$$\tau^{s} = \tau_{0}^{s} + (\tau_{1}^{s} + \theta_{1}^{s}\Gamma)(1 - \exp(-\Gamma \left| \frac{\theta_{0}^{s}}{\tau_{1}^{s}} \right|), \tag{2.6}$$

где s — обозначение системы скольжения, Γ — значение накопленной кристаллитом сдвиговой деформации, τ_0^s — начальное значение критического напряжения сдвига, $\tau_0^s + \tau_1^s$ — обратно экстраполированное значение критического напряжения сдвига, θ_0^s и θ_1^s — параметры упрочнения.

Зная деформацию каждого кристаллита, можно определить усредненное значение деформации для всего материала, применив какой-либо алгоритм усреднения. Важно, что уравнения (2.3) и (2.5) показывают наличие нелинейной связи между скоростью деформации и напряжением. Таким образом, модель VPSC учитывает влияние скорости деформации на поведение материала.

Модель VPSC, в которой физико-механические свойства всего объема материала определяются с учетом кристаллографической ориентации множества зерен, позволяет эффективно прогнозировать развитие текстуры в материале при деформации, а также оценивать механические свойства материала после деформации и их анизотропию. Кроме того, появляется возможность количественно оценить активность систем скольжения при пластической деформации.

Важно, что определяющее значение для модели VPSC имеет расчет критических напряжений и параметров упрочнения. Как правило, данные параметры определяются на основании экспериментальных исследований.

2.2.2. Моделирование эволюции текстуры бериллия при сжатии

Одной из первых попыток использования модели VPSC применительно к бериллию стали работы Д. Брауна с соавторами [85, 104]. Константы упрочнения и критические напряжения в начале скольжения для основных систем бериллия при комнатной температуре были определены авторами этих работ на основании экспериментальных исследований формирования текстуры при осадке горячекатаных и горячепрессованных образцов (рис. 2.55). В табл. 2.5 показано [104], что напряжения для начала скольжения ($\tau_{\rm кp}$) в поликристаллическом бериллии и в монокристаллах значительно различаются.

Особенно заметна разница в напряжениях для начала скольжения по пирамидальным $\langle c+a \rangle$ системам, где для поликристаллического состояния они ниже на порядок, чем для монокристаллов бериллия. Авторы работы [104] объяснили такое расхождение наличием примесей в бериллии, а также различными условиями деформации для монокристалла и зерна в поликристаллическом материале.

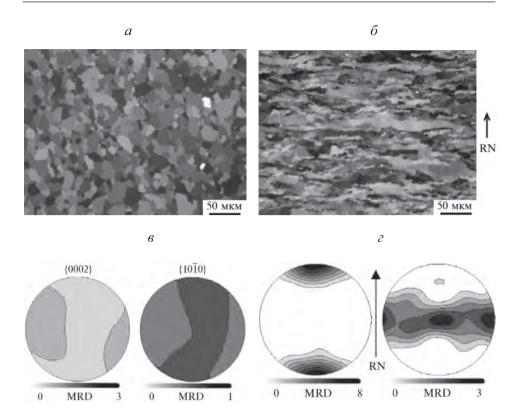


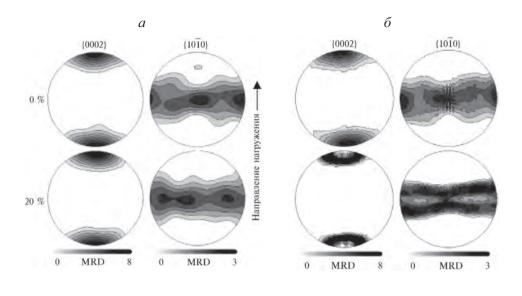
Рис. 2.55. Микроструктура (a, δ) и текстура (δ, ϵ) в образцах бериллия после горячего прессования и ГП соответственно [104]. RN — направление нормали при прокатке, MRD (Multiples of Random Distribution) — едини-

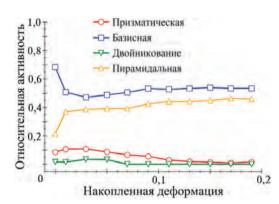
RN — направление нормали при прокатке, MRD (Multiples of Random Distribution) — единицы случайного распределения

Таблица 2.5. Критические сдвиговые напряжения для начала скольжения, МПа [104]

Система скольжения	$ au_{\mathrm{kp}}$
Базисная {0001} <11-20>	15,2
Призматическая {10-10} (11-20)	67,7
Пирамидальная $\langle c+a \rangle$	172,5

При помощи подобранных параметров упрочнения авторы работ [104—107] оценили активность основных систем скольжения, действующих в бериллии при осадке образцов с различной исходной кристаллографической текстурой при комнатной температуре.





в

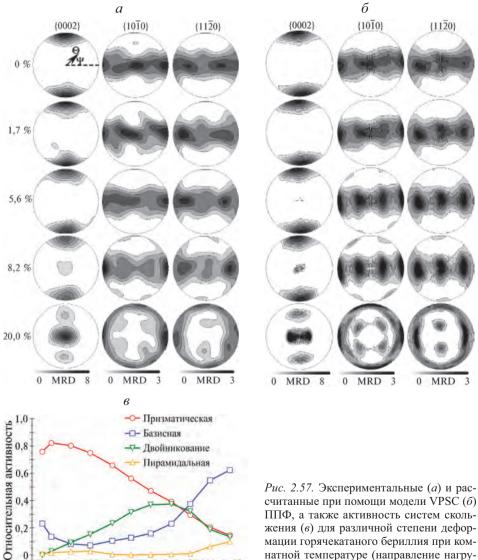
Рис. 2.56. Экспериментальные (а) и рассчитанные при помощи модели VPSC (б) ППФ, а также активность СС и двойникования (в) для различной степени деформации при осадке горячекатаного бериллия при комнатной температуре [85]

На рис. 2.56 приведены результаты моделирования эволюции текстуры, а также относительная активность систем скольжения для осадки бериллия до истинной степени деформации сжатием $\varepsilon = 0.2$ [85]. Видно, что деформация происходит преимущественно путем базисного и пирамидального скольжения (рис. 2.56, ϵ). По всей видимости, при установлении баланса между механизмами базисного и пирамидального скольжения обеспечивается отсутствие заметного изменения текстуры материала. При активности базисного скольжения плоскости (0002) стремятся занять положение, перпендикулярное оси нагружения, в то же время пирамидальное скольжение, напротив, приводит к их развороту от этой оси. Отдельно отметим отсутствие двойникования при сжатии бериллия при строгой ориентации кристаллитов осью ϵ вдоль направления действия нагрузки, а также минимальную активность призматической системы скольжения.

Когда направление нагружения меняется при сжатии образцов (рис. 2.57), их текстура значительно изменяется по сравнению со случаем, показанным

на рис. 2.56. При деформации до $\varepsilon = 0.08$ (на начальном этапе) в качестве ее механизма преобладает призматическое скольжение, которое конкурирует с двойникованием по системе {10–12} (10–11). Двойникование возможно, когда базисная плоскость параллельна оси нагружения [78].

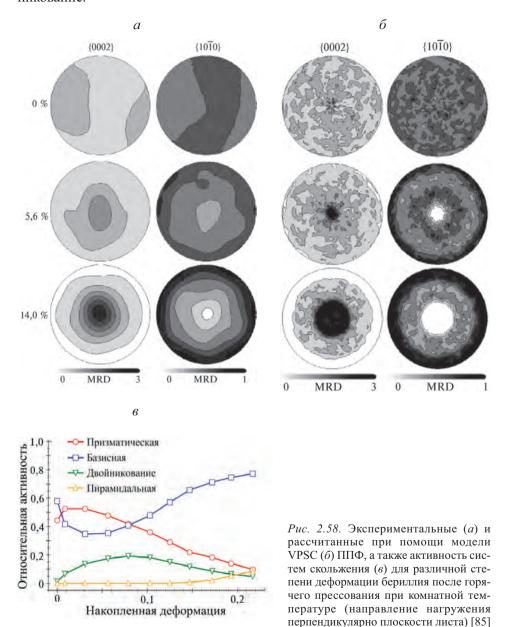
При достижении степени деформации $\varepsilon = 0.2$ за счет преимущественного базисного скольжения формируется волокнистая базисная текстура (рис. 2.57, а, б), а активность призматического скольжения и двойникования затухает. При этом становится активным пирамидальное скольжение (рис. 2.57, в). Если изменить ориентировку образца, то в конечном счете сформированная и исходная текстура будут похожи.



считанные при помощи модели VPSC (б) ППФ, а также активность систем скольжения (в) для различной степени деформации горячекатаного бериллия при комнатной температуре (направление нагружения перпендикулярно плоскости листа) [85]

0,2

0,1 Накопленная деформация При осадке образцов, полученных путем горячего прессования с преимущественно случайным распределением текстурных компонент (MRD < 1,3)¹, базисные плоскости выстраиваются перпендикулярно оси действия нагрузки (рис. $2.58~a,~\delta$) за счет преимущественного базисного скольжения (рис. 2.58, e). Кроме того, активным механизмом является двойникование.



¹ MRD (Multiples of Random Distribution) — единицы случайного распределения.

88

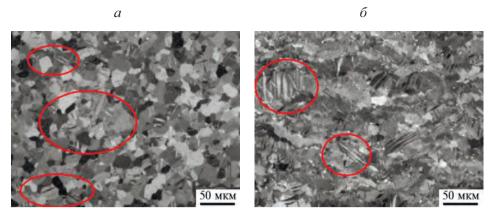


Рис. 2.59. Формирование двойников в микроструктуре образцов горячепрессованного (*a*) и горячекатаного (*б*) бериллия после деформации сжатием при комнатной температуре с $\varepsilon = 0.056$ и $\varepsilon = 0.082$ соответственно

Кроме того, при помощи металлографических исследований, выполненных для образцов бериллия с различной текстурой после деформации, было установлено наличие двойников в структуре металла (рис. 2.59) [85], формирование которых предсказано теоретически путем расчета активности систем деформации.

2.2.3 Моделирование эволюции текстуры бериллия во время холодной прокатки

Как уже упоминалось, расщепленная базисная текстура в поперечном направлении $\{0001\}$ $\langle 10-10\rangle \pm (30-70^\circ)$ является основной причиной низких показателей механических свойств и сильной плоской анизотропии. Значительное улучшение механических свойств достигается при использовании холодной прокатки в сочетании с высоковакуумными отжигами за счет образования острой текстуры волокна $\langle 0001\rangle$. Данный раздел посвящен детальному исследованию механизмов деформации и их влиянию на эволюцию кристаллографической текстуры при холодной прокатке тонких бериллиевых фольг. Для этого при помощи модели VPSC была рассчитана эволюция текстуры бериллия при холодной прокатке по режимам ХПНП и ХППН (см. рис. 2.17).

Точность расчетов при помощи модели VPSC напрямую зависит от корректности задания условий нагружения, которые могут быть представлены в виде тензора скорости деформации, соответствующего условиям холодной прокатки. Хорошо известно, что трение между валками и фольгой может приводить к тому, что текстуры поверхностных и средних слоев прокатанной фольги могут значительно различаться [108]. Такие же результаты были получены нами для бериллиевых фольг (см. п. 2.1.5). Однако для очень тонкой фольги градиент механических свойств по толщине не так важен, как их плоскостная анизотропия. Кроме того, вследствие высокого пропускания бериллием рентгеновского излучения, метод XRD-анализа по-

зволяет определить только некоторую усредненную по толщине текстуру. Таким образом, эффекты трения не учитывались при моделировании VPSC для возможности корректного сопоставления фактических и рассчитанных текстур.

В случае прокатки с уширением тензор скорости деформации без сдвиговых компонентов (т. е. для прокатки без трения) можно записать следующим образом:

$$L = \begin{pmatrix} \dot{\varepsilon}_{\text{HII}} & 0 & 0 \\ 0 & \dot{\varepsilon}_{\text{TIH}} & 0 \\ 0 & 0 & -\dot{\varepsilon}_{\text{HH}} \end{pmatrix}, \tag{2.7}$$

где $\dot{\epsilon}_{\rm H\Pi}$, $\dot{\epsilon}_{\rm \Pi H}$ и $\dot{\epsilon}_{\rm HH}$ — скорости деформации в направлениях НП, ПН и НН соответственно.

Такой тензор соответствует растяжению фольги вдоль ПН и НП, а также сжатию вдоль НН. Компоненты тензора задавали на основе соотношений продольных и поперечных деформаций, измеренных при экспериментальной холодной прокатке.

Исходная текстура бериллиевой фольги после горячей прокатки была представлена совокупностью 2550 кристаллитов, ориентировки которых были извлечены из EBSD-карт при помощи МТЕХ. Каждый этап холодной прокатки между контрольными точками (от 125 до 105 мкм, от 105 до 55 мкми от 55 до 26 мкм) моделировали как совокупность 10 проходов, для каждого из которых задавали отдельный тензор скорости деформации. Высотная деформация $\varepsilon_{\rm HH}$ в каждом проходе составляла 0,0174, 0,082 и 0,157 на первом, втором и третьем этапах соответственно.

Чтобы иметь возможность однозначно разделить активности систем скольжения, параметр скоростной чувствительности n (см. уравнение (2.5)) был принят равным 20 по данным работы [109]. Двойникование бериллия по системе $\{10-12\}$ $\langle 10-11\rangle$ было учтено при помощи модели переориентации зерен, предложенной в работе [110]. Согласно этой модели, переориентация зерен при двойниковании описывается параметрами инициации (ϕ_{th1}) и насыщения (ϕ_{th2}) . Их значения были приняты равными 0,1 и 0,5 соответственно [85]. Еще один калибровочный параметр модели — значение характерного сдвига $\gamma_{\rm Be}$ — принят равными 0,2 по данным работы [104].

Как правило, критические напряжения для начала скольжения и параметры упрочнения для систем скольжения определяются путем подгонки расчетных и экспериментальных кривых пластического течения, полученных для различных направлений нагружения [111–113]. Для тонких бериллиевых фольг невозможно провести испытания на растяжение до больших деформаций, поэтому при определении подгоночных параметров модели VPSC использовали экспериментально полученные текстуры. После каждого моделирования набор рассчитанных ориентировок кристаллитов после деформации использовали для определения функции распределения ориентировок и построения полных ППФ с помощью МТЕХ, что позволяло количественно сравнивать рассчитанные и экспериментальные текстуры.

В качестве критерия схожести применяли индекс структурного подобия (Structural Similarity Index) [114], реализованный в модуле skimage языка программирования Python. Помимо эволюции текстуры также были определены активности систем скольжения и двойникования как функции накопленной деформации.

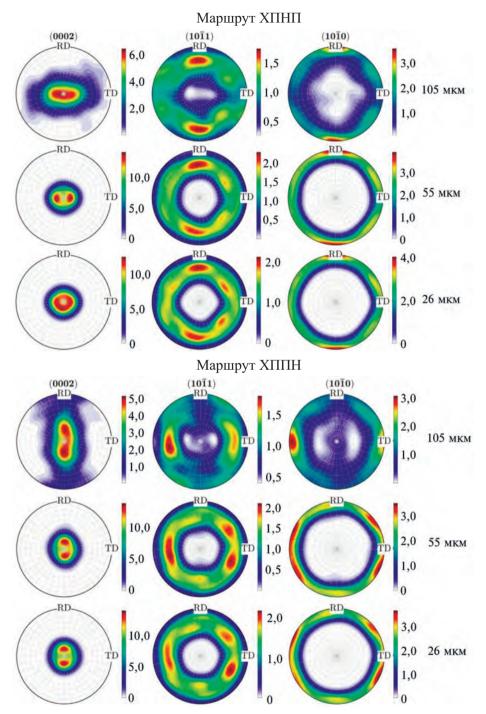
Значения критических напряжений и параметры упрочнения для бериллия при комнатной температуре, первоначально принятые по данным работы [104] (см. табл. 2.5), были скорректированы для лучшего совпадения расчетной и экспериментальной текстуры (см. табл. 2.6).

Таблица 2.6. Значения критических сдвиговых напряжений, параметров упрочнения и параметров модели двойникования, использованные для моделирования эволюции текстуры бериллия при холодной прокатке

Система скольжения	τ ₀ , МПа	τ ₁ , ΜΠα	θ_0 , ΜΠ a	$θ_1$, ΜΠ a
Базисная {0001} (11-20)	85	5	100	1
Призматическая {10–10} \langle 11–20 \rangle	95	5	400	1
Пирамидальная {11–22} ⟨11–23⟩	320	25	20	1
Система двойникован	τ ₀ , ΜΠα	$\phi_{\text{th}1}$	$\phi_{\text{th}2}$	
{10–12} 〈10–11〉	170	0,1	0,5	

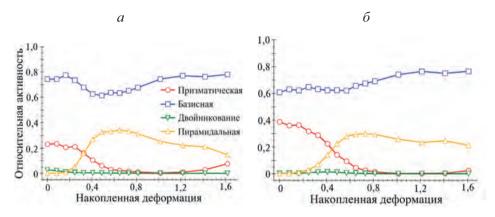
По всей видимости, необходимость корректировки была связана с различиями в химическом составе и исходной структуре бериллия, а также особенностями условий нагружения при прокатке тонких фольг. Также отметим, что скорректированные значения критических напряжений также существенно отличались от значений для монокристаллического бериллия [32]. Влияние температуры и скорости деформации на параметры упрочнения не принималось во внимание, поскольку фольга прокатывалась при комнатной температуре с низкими скоростями деформации.

Текстуры, рассчитанные при помощи модели VPSC для фольг после холодной прокатки по различным маршрутам (рис. 2.60), хорошо согласуются с экспериментальными данными. Отметим, что рассчитанные ППФ демонстрируют несколько более высокую интенсивность, чем измеренные. Этот эффект может возникать из-за особенности модели VPSC — при моделировании зерна с одной и той же ориентировкой будут одинаково взаимодействовать с «эффективной» средой, переориентируясь в результате деформации также одинаково [85]. В реальном материале зерна с одинаковой начальной ориентацией окружены соседними зернами с различной ориентацией, поэтому при деформации будут переориентироваться по-разному, что вызывает некоторое «размывание» интенсивности на ППФ.



 $Puc.\ 2.60$. Рассчитанные при помощи модели VPSC ППФ (0001), (10–11) и (10–10) для образцов бериллиевых фольг толщиной 105, 55 и 26 мкм, прокатанных по различным маршрутам с различной степенью накопленной деформации

Моделирование позволило количественно оценить относительную активность различных систем скольжения во время XП (рис. 2.61). Как и ожидалось, базисное скольжение стало основным механизмом деформации во всех случаях, поскольку для него характерны низкие значения критического напряжения и параметров упрочнения (см. табл. 2.6). При небольших степенях деформации ($\varepsilon_{\rm HH}=0,3...0,5$) призматическое скольжение более активно, чем пирамидальное. Доля призматического скольжения составляет 35 % для маршрута ХППН, что несколько выше, чем для ХПНП (приблизительно 20 %). По мере накопления деформации активность пирамидальной системы становится выше активности призматической системы для обоих маршрутов. Подобная картина активности систем скольжения также наблюдается при прокатке магниевых сплавов при 200–250 °C [115].



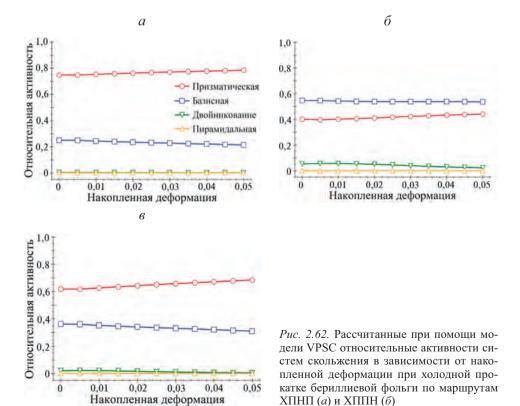
 $Puc.\ 2.61.$ Рассчитанные при помощи модели VPSC относительные активности систем скольжения в зависимости от накопленной деформации при холодной прокатке бериллиевой фольги по маршруту ХПНП (a) и ХППН (δ)

Хорошо известно, что пирамидальное скольжение и двойникование являются основными механизмами деформации сжатия вдоль оси c для ГПУ-металлов [116]. Двойникование в бериллии активируется в двух случаях: 1) при сжатии, когда направление нагрузки перпендикулярно оси c, и 2) при растяжении, когда направление нагрузки параллельно оси c [32]. Во время холодной прокатки бериллий испытывает сжатие в направлении, параллельном оси c, особенно при больших деформациях ($\epsilon_{\rm HH} > 0,8$). Таким образом, двойникование практически отсутствует, при этом деформация сжатия вдоль оси c приводит к вынужденной активации пирамидального скольжения. Такие же результаты были получены в работе [85], где описано, как бериллиевый лист после прокатки сжимали в различных направлениях. Двойникование было активно, когда направление сжатия лежало в плоскости листа, при этом оно практически отсутствовало при сжатии в направлении, перпендикулярном его плоскости.

Таким образом, базисное скольжение $\{0001\}\ \langle 11-20\rangle$ является основным механизмом деформации во время холодной прокатки поликристаллическо-

го бериллия вне зависимости от ее маршрута. Активность небазисных систем скольжения зависит от накопленной деформации и маршрута холодной прокатки.

Отметим, что в отличие от испытаний на растяжение, активность базисного скольжения во время прокатки не приводит к хрупкому разрушению фольги. Это несоответствие возникает из-за разного напряженного состояния металла. Как показали расчеты напряженного состояния бериллия при ХП (см. рис. 2.40), сжимающие гидростатические напряжения и отрицательные значения жесткости напряженного состояния наблюдаются практически на всей длине очага деформации, за исключением узких участков на входе в очаг и на выходе из него. Таким образом, преобладающие сжимающие напряжения предотвращают хрупкое разрушение бериллия во время холодной прокатки, даже если скольжение по базовой системе {0001} (11-20) является основным механизмом деформации. Напротив, во время испытаний на растяжение в фольге преобладают растягивающие напряжения, из-за чего значительно снижается пластичность бериллия. Такое неблагоприятное напряженное состояние вызывает хрупкое разрушение во время растяжения вдоль ПН, когда основным механизмом деформации является скольжение по базисной системе {0001} (11-20).



Важно, что одинаковые текстуры или кривые сопротивления деформации можно получить с использованием различных наборов параметров упрочнения, как это показано в работе [112]. Для дополнительной верификации подобранных значений критических напряжений и параметров упрочнения мы оценили относительную активность систем скольжения при растяжении бериллиевых фольг после горячей и холодной прокатки в сочетании с высоковакуумным отжигом. Результаты расчетов приведены на рис. 2.62. Видно, что рассчитанные активности хорошо согласуются со значениями фактора Шмида (см. рис. 2.15 и 2.30). Для образцов фольг после горячей прокатки призматическое скольжение является основным механизмом деформации при растяжении вдоль НП (рис. 2.62, а), а активности базисной и призматической систем примерно одинаковы при растяжении вдоль ПН (рис. 2.62, б). Для фольг после холодной прокатки значения относительной активности систем скольжения близки для всех направлений нагружения, при этом активность призматической системы скольжения выше для обоих направлений растяжения (рис. 2.62, ϵ). Кроме того, рассчитанные относительные активности режимов деформации близки к результатам, приведенным в работе [85] для сжатия бериллиевого листа в направлении, перпендикулярном его плоскости. Это также свидетельствует о том, что подобранный набор параметров упрочнения (см. табл. 2.6) адекватно описывает деформацию бериллия при холодной прокатке.

Глава 3. Комплексная методика оценки вероятности разрушения бериллия при пластической деформации

При определении параметров температурно-деформационной обработки фольг и реализации ее условий, обеспечивающих формирование заданных структурного и текстурного состояний, необходимо учитывать возможность разрушения бериллия.

Конечная структура и механические свойства изделий из бериллия напрямую связаны с температурно-деформационными режимами их изготовления (см. главы 1 и 2). В литературе приведено множество экспериментальных данных о взаимосвязи исходной чистоты бериллия и способа его обработки с конечной структурой и свойствами готовых изделий. Однако сведения о методиках прогнозирования вероятности разрушения бериллия при различных режимах пластической деформации в литературе практически не представлены. Кроме того, не существует общепринятых критериев разрушения и методик определения их предельных значений применительно к процессам пластической обработки бериллия.

3.1. Основные подходы к прогнозированию разрушения металлов при пластической деформации

В основе современных представлений о разрушении металла при его пластической обработке лежит модель, основанная на появлении и последующем накоплении (так называемой коагуляции) в нем микротрещин (так называемая «поврежденность») в ходе деформации. Данный подход получил широкое экспериментальное подтверждение.

Наиболее часто для численной оценки вероятности разрушения используют величины интенсивности напряжений (σ_i) и деформаций (ϵ_i), максимального главного (σ_1) и среднего (гидростатического напряжения) (σ_m).

Интенсивность напряжений (по Мизесу) вычисляется при помощи значений соответствующих компонентов тензора напряжений:

$$\sigma_i = \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + \sigma(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)}$$
(3.1)

Тензор напряжений всегда можно преобразовать к диагональному виду, исключив из него компоненты касательных напряжений. В этом случае напряженно-деформированное состояние будет характеризоваться только нормальными компонентами (так называемыми главными напряжениями). Главные напряжения принято обозначать как σ_1 , σ_2 и σ_3 . При этом σ_1 является наибольшим, а σ_3 — наименьшим. Среднее (гидростатическое) напряжение (σ_0) представляет собой усред-

ненное значение главных напряжений:

$$\sigma_0 = \frac{1}{3} \left(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 \right) \tag{3.2}$$

Интенсивность деформаций можно вычислить через значения главных деформаций:

$$\varepsilon_{i} = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{\left(\varepsilon_{1} - \varepsilon_{2}\right)^{2} + \left(\varepsilon_{2} - \varepsilon_{3}\right)^{2} + \left(\varepsilon_{3} - \varepsilon_{1}\right)^{2}}.$$
 (3.3)

В литературе представлены десятки критериев пластического разрушения, которые можно применять для прогноза разрушения материала при пластической деформации, однако единой исчерпывающей модели разрушения не существует. Причина заключается в том, что разрушение — физически очень сложный процесс, зависящий от множества факторов. Вероятность разрушения при пластической деформации, определяющаяся соотношением скорости образования и залечивания микротрещин, зависит и от свойств металла, и от параметров его пластической деформации.

Так, в феноменологической теории пластического разрушения Колмогорова—Богатова [117, 118] поврежденность материала (степень использования его запаса пластичности) описывается зависимостью

$$\Psi = \int_{0}^{t} \frac{\dot{\varepsilon}_{i} dt}{\varepsilon_{\text{np}}} = \int_{0}^{t} \frac{d\varepsilon}{\varepsilon_{\text{np}}},$$
(3.4)

где $\dot{\varepsilon}_i dt = d\varepsilon$ — приращение степени деформации элементарного объема металла за промежуток времени dt; $\varepsilon_{\rm np}$ — степень деформации, которую накопил элементарный объем металла к моменту достижения в нем предельной (критической) поврежденности.

Условие разрушения металла в момент $t_{\rm p}$ определяется следующим образом:

$$\Psi = \int_{0}^{t_{p}} \frac{\dot{\varepsilon}_{i} dt}{\varepsilon_{mp}} = 1. \tag{3.5}$$

Для анализа поврежденности металла по зависимости (3.4) необходимо, во-первых, определить напряженно-деформированное состояние металла в ходе формоизменения. Наиболее эффективно это можно сделать с достаточно высокой точностью при помощи численных методов, например метода конечных элементов. Во-вторых, требуется определить предельную степень деформации $\varepsilon_{\rm пр}$, накапливаемую к моменту разрушения металла при определенных температурах, степенях и скоростях деформации, соответствующих конкретному виду пластической обработки. Вторая задача значительно сложнее и, по сути, сводится к построению диаграммы пластичности материала, т. е. к получению зависимости предельной деформации от схемы напряженного состояния.

Для численной характеристики схемы напряженного состояния часто используют показатель напряженного состояния η:

$$\eta = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{\sigma_i},\tag{3.6}$$

где σ_1 — σ_3 — главные напряжения, σ_i — интенсивность напряжений.

Показатель η учитывает гидростатическое давление, оказывающее основное влияние на пластичность материла. При испытании на растяжение, сжатие и кручение он соответственно принимает значение 1, –1 и 0.

Для построения диаграммы пластичности необходима серия испытаний при различных значениях η. Наиболее полную информацию дает комплекс испытаний, состоящий из одноосного растяжения, одноосного растяжения с одновременным кручением; кручения; одноосного сжатия с одновременным кручением; одноосного сжатия. Как минимум, требуются испытания на одноосное растяжение, одноосное сжатие и кручение. В качестве примера на рис. 3.1 приведена диаграмма пластичности для некоторых марок латуни и меди, полученная в работе [119].

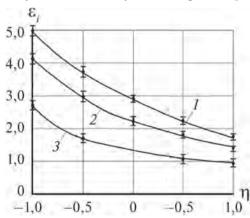


Рис. 3.1. Диаграммы пластичности латуни Л68 (1), латуни Л63 (2) и меди МС (3) [119]

Диаграмма пластичности не является единой для всех напряженных состояний, а зависит от характера изменения η (т. е. от истории нагружения, пути нагружения) в ходе накопления деформации. Поэтому диаграммы пластичности металлов необходимо строить по результатам испытаний, при которых значение η остается постоянным. Это обусловливает значительные трудности экспериментального определения диаграмм пластичности, поскольку сложно подобрать такой вид испытаний, чтобы обеспечить неизменность η и определить в месте разрушения предшествующую ему степень деформации. Кроме того, выполнить многочисленные испытания, особенно на кручение, для бериллия затруднительно вследствие его хрупкости, дороговизны и токсичности. Указанные факторы значительно затрудняют применение феноменологического подхода для описания разрушения бериллия при его деформации.

Среди моделей разрушения можно выделить модель Джонсона—Кука (Johnson—Cook model) [120], встроенную во все современные пакеты ко-

нечноэлементного моделирования (ANSYS, ABAQUS и др.). Данная модель учитывает зависимости предела текучести от температуры, скорости деформирования и накопленной пластической деформации.

Разрушение конечного объема металла происходит, если параметр его поврежденности D становится равным единице:

$$D = \sum \frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon_{\rm f}} = 1,\tag{3.7}$$

где $\Delta\epsilon$ — приращение пластической деформации за нагружение, $\epsilon_{\rm f}$ — предельная пластическая деформация.

Величина ε_f вычисляется по формуле:

$$\varepsilon_{\rm f} = (D_1 + D_2 e^{p/\sigma_{\rm eff}})(1 + D_4 \ln \dot{\varepsilon})(1 + D_5 T^*), \tag{3.8}$$

где $p/\sigma_{\rm eff}$ — параметр жесткости напряженного состояния (stress triaxiality), вычисляемый как отношение гидростатических напряжений σ_0 к эквивалентному напряжению по Мизесу $\sigma_{\rm eff}$; T^* — гомологическая температура (показывает, во сколько раз фактическая температура отличается от температуры плавления материала); D_1 — D_5 — эмпирические коэффициенты, характеризующие материал; $\dot{\varepsilon}$ — скорость пластической деформации.

Модель хорошо себя зарекомендовала при численном анализе процессов разрушения, особенно при динамическом высокоскоростном нагружении [121, 122]. Однако экспериментальное определение параметров модели D_1 — D_5 представляет собой очень сложную задачу, требующую большого числа испытаний множества образцов различной конфигурации [123], а единой методики определения параметров последней не существует.

Часто для прогноза разрушения применяется энергетический подход, в основе которого лежит оценка работы пластической деформации до разрушения.

Один из первых таких критериев был предложен А. М. Фройденталем [124]:

$$C = \int_{0}^{\varepsilon_{i}} \sigma_{i} d\varepsilon_{i}, \tag{3.9}$$

где C — критерий разрушения, ε_i — накопленная пластическая деформация (интенсивность деформации), σ_i — интенсивность напряжений, $d\varepsilon_i$ —приращение накопленной деформации.

В работе [125] П. Броззо и соавторы предложили модифицированный критерий поврежденности, в котором учтены гидростатические напряжения и главные напряжения. Критерий имеет вид:

$$C = \int_{0}^{\varepsilon_{i}} \frac{2\sigma_{i}}{3(\sigma_{i} - \sigma_{m})} d\varepsilon_{i}, \qquad (3.10)$$

где σ_1 — максимальное главное напряжение, остальные параметры см. формулы выше.

Критерий разрушения, предложенный в работе [126] М. Айяда и соавторами, имеет вид:

$$C = \int_{0}^{\varepsilon_{i}} \frac{\sigma_{m}}{\sigma_{i}} d\varepsilon_{i}, \qquad (3.11)$$

где σ_m — среднее (гидростатическое) напряжение, остальные параметры см. формулы выше.

Критерий разрушения, предложенный М. Кокрофтом и Д. Латамом в работе [127], имеет вид:

$$C = \int_{0}^{\varepsilon_{i}} \sigma_{1} d\varepsilon_{i}. \tag{3.12}$$

В работе [128] предложен критерий, предназначенный для оценки зарождения и распространения трещин под действием сдвиговых напряжений с учетом действия гидростатических напряжений:

$$C = \int_{0}^{\gamma} \frac{\tau}{\sigma_{i}} d\gamma + \int_{0}^{\gamma} \frac{3\sigma_{m}}{2\sigma_{i}} d\gamma, \tag{3.13}$$

где τ — сдвиговые напряжения, γ — сдвиговая деформация, $d\gamma$ — приращение сдвиговой деформации, остальные параметры см. формулы выше.

Данный критерий показал хорошие результаты прогноза разрушения при реализации схемы НДС с чистым сдвигом.

В работе [129] рассмотрено растяжение образцов в условиях различного гидростатического напряжения. Значения относительного удлинения при разрушении ($\Delta l / l_0$) будут зависеть от напряжений $\sigma_{\rm m}$, поскольку при одноосном растяжении максимальные главные напряжения $\sigma_1 \approx 3 \cdot \sigma_{\rm m}$. Таким образом, изменение удлинения образца в зависимости от средних напряжений будет равняться $\pm \Delta \sigma_{\rm m} / \tan(\theta)$, где θ — угол наклона кривой растяжения (рис. 3.2) .

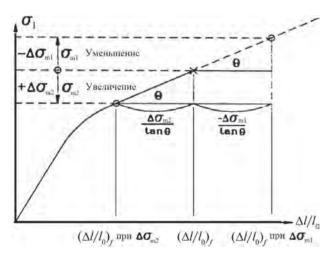


Рис. 3.2. Определение условий разрушения на основании кривой растяжения [129]

Тогда уменьшение или увеличение гидростатических напряжений σ_m вызовет изменение общей удельной поверхностной энергии:

$$\gamma_{\rm p} = \gamma_{\rm s} \frac{\Delta l / l_0 - \Delta \sigma_{\rm m} / \tan(\theta)}{(\sigma_{\rm u} - \Delta \sigma_{\rm m}) / E}, \tag{3.14}$$

где $\gamma_{\rm p}$ и $\gamma_{\rm s}$ — соответственно общая и упругая удельная поверхностная энергия, $\Delta\sigma_{\rm m}$ — изменение гидростатических напряжений, $\sigma_{\rm u}$ — предел прочности, E — модуль Юнга, $\Delta l \, / \, l_0$ — относительное удлинение при разрушении образца, θ — угол наклона кривой растяжения.

Исходя из формулы (3.14) при изменении гидростатических напряжений новое значение относительного удлинения $(\Delta l \ / \ l_0)_{\text{при } \Delta \sigma_m}$ можно вычислить как:

$$(\Delta l / l_0)_{\text{при }\Delta\sigma_m} = (\Delta l / l_0) - \Delta\sigma_m / \tan(\theta). \tag{3.15}$$

Таким образом, предел прочности металла можно скорректировать с учетом схемы напряженно-деформированного состояния. Недостатком такого подхода является его ограниченная применимость на практике. Методика предложена для оценки вероятности разрушения материала при штамповке, экструзии и выдавливании.

При конечно-элементном моделировании процессов обработки металлов давлением наиболее часто применяется модифицированный критерий Кокрофта—Латама ($C_{\mathrm{K}_{--}\!\!\!-\!\!\!-\!\!\!-}$), предложенный в работе [130]:

$$C_{K-J} = \int_{0}^{\varepsilon_{i}} \frac{\sigma_{i}}{\sigma_{i}} d\varepsilon_{i}. \tag{3.16}$$

Разрушение материала происходит в момент выполнения условия:

$$C_{K-\Pi} = \int_{0}^{\varepsilon_{i}} \frac{\sigma_{1}}{\sigma_{i}} d\varepsilon_{i} \ge C_{K-\Pi}^{\text{пред}}$$
(3.17)

т. е. когда $C_{\mathrm{K--\!M}}$ выше или равно предельному значению $C_{\mathrm{K--\!M}}^{\mathrm{пред}}$, которое является структурно чувствительной величиной и зависит от температуры, степени, скорости деформации, а также накопленной деформации в материале.

Другие критерии разрушения и их практическое применение к различным процессам пластической обработки представлены в работах [131–133]. Таким образом, даже краткий обзор показывает наличие множества различных подходов к описанию разрушения. Это делает выбор критерия для оценки вероятности разрушения бериллия при пластической деформации важной задачей.

3.2. Выбор критерия для оценки разрушения бериллия при пластической деформации

Наиболее простым, но эффективным способом выбора подходящего критерия является сопоставление опытных данных о разрушении бериллия при пластической деформации с результатами расчета значений различных критериев разрушения путем конечно-элементного моделирования. Данный способ позволяет учесть необходимые особенности технологического процесса, оказывающие влияние на напряженно-деформированное состояние в бериллии.

В настоящей работе критерий разрушения был подобран на примере теплой прокатки бериллия на холодных валках. Рис. 3.3 иллюстрирует характер разрушения образцов дистиллированного бериллия размерами $5 \times 30 \times 50$ мм при теплой прокатке на холодных валках стана ДУО-210 при 400 °C за один проход с относительным обжатием 35 %. Непосредственно на выходе из очага деформации было замерено падение температуры образцов, необходимое для калибровки конечно-элементной модели прокатки.





Направление прокатки

Рис. 3.3. Характер разрушения бериллия при теплой прокатке на холодных валках стана ДУО-210: видны трещины на боковой кромке (слева, белой стрелкой роказан увеличенный фрагмент кромки) и на торце заготовки (справа)

Температуру бериллия в момент выхода из валков измеряли при помощи лазерного пирометра СТ Laser 3МH, транспортировка образцов от печи до валков стана была не дольше 2–3 с. Непосредственно на выходе из очага деформации температура поверхности образцов была 200–250 °С. Основными видами разрушения в этом случае стали образование кромочных трещин, а также продольное растрескивание образца (см. рис. 3.3). Созданная конечно-элементная модель прокатки приведена на рис. 3.4.

Для решения деформационной задачи прокатки бериллия задавали следующие параметры: модель деформируемого материала — жестко-пластическая среда с упрочнением, свойства которой заданы кривыми сопротивления деформации, полученными в работе [84] (рис. 3.5), валки стана считали абсолютно жесткими, их диаметр 200 мм, длина бочки 210 мм. Между валками и заготовкой были заданы условия трения по Зибелю.

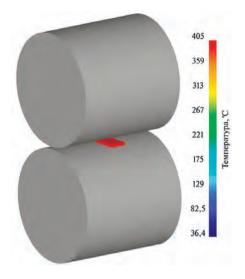
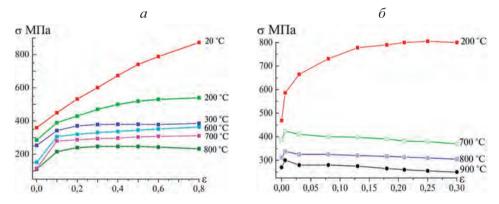


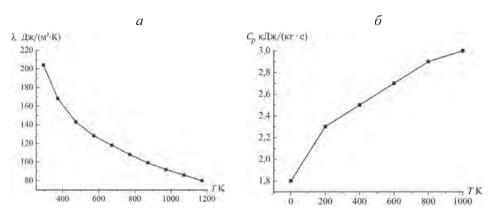
Рис. 3.4. Конечно-элементная модель теплой прокатки бериллия на стане ДУО-210, разработанная в Deform-3D



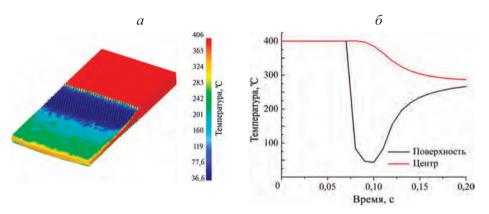
Puc.~3.5.~ Зависимости истинных напряжений от истинных деформаций при различной температуре для дистиллированного (a) и нанокристаллического (δ) бериллия, полученные экспериментально на комплексе Gleeble-3800 [84]

Для решения температурной задачи теплофизические свойства бериллия (коэффициент теплопроводности и коэффициент удельной теплоемкости) задавали в зависимости от температуры (рис. 3.6) согласно работе [84].

При расчетах учитывали изменения температуры образца, ход которой разбили на 40 тыс. конечных элементов. Поскольку образцы транспортировались от нагревательной печи до валков стана всего за 2–3 с, теплообменом с окружающей средой в данном случае пренебрегали, рассматривали только теплообмен с прокатными валками. Коэффициент теплопередачи в последние подбирали так, чтобы обеспечить максимальное соответствие рассчитанных и измеренных температур. Его подобранное значение составило $3\cdot10^6$ Вт/(м²-К). На рис. 3.7, a, приведено рассчитанное поле температуры образца при теплой прокатке на холодных валках. В момент контакта



 $Puc. \ 3.6. \ 3$ ависимость коэффициента теплопроводности (a) и удельной теплоемкости (b) бериллия от температуры



Puc. 3.7. Поля температур (a) и зависимости изменения температуры в поверхностном и центральном слоях образца бериллия при теплой прокатке на холодных валках стана с относительным обжатием 35 % (6)

бериллия с валками температура в поверхностных слоях образца падает с 400 до 50 °C (рис. 3.7, δ). После этого его поверхностные слои быстрый разогреваются до 200-250 °C за счет подвода тепла из центральных слоев. Такой характер изменения температуры поверхности образца подтверждают экспериментальные замеры пирометром.

Характер распределения напряжений и деформаций при теплой прокатке приведен на рис. 3.8: максимальные значения растягивающих напряжений наблюдаются на входе и выходе из очага деформации. Поля распределения максимальных главных напряжений σ_1 по толщине образца для прикромочной области при наличии и отсутствии теплопередачи в валки стана приведены на рис. 3.9: резкое падение температуры бериллия приводит к более выраженной неоднородности распределения σ_1 по толщине образцов. Резкий рост (приблизительно в 1,5 раза) растягивающих напряжений в поверхностном слое, по-видимому, — одна из причин разрушения образ-

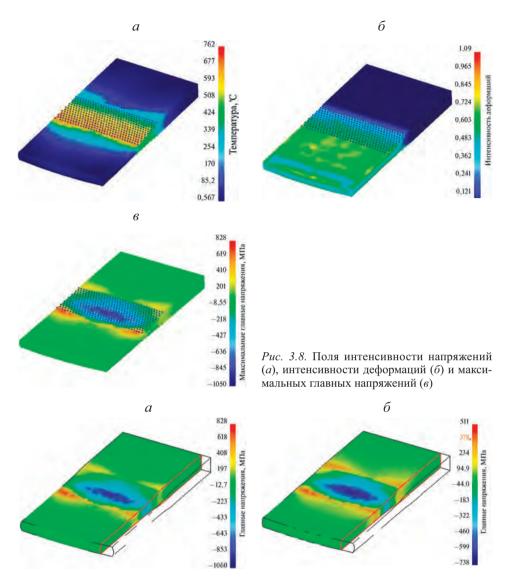
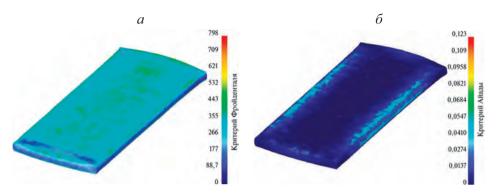


Рис. 3.9. Поля главных напряжений σ_1 в ходе теплой прокатки бериллия при 400 °C с относительным обжатием 35 %, с теплопередачей в валки стана (a) и без нее (δ)

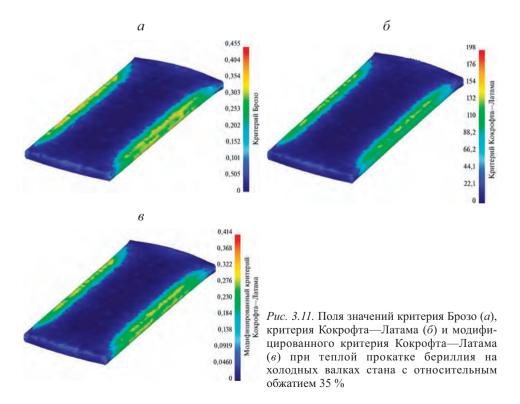
цов бериллия при теплой прокатке на холодных валках стана (см. рис. 3.3). Такой характер их разрушения позволяет оценить пригодность различных критериев разрушения применительно к прокатке бериллия.

На рис. 3.10 приведены рассчитанные распределения значений различных критериев разрушения после прокатки бериллия при 400 °C с относительным обжатием 35 % и с учетом коэффициента теплопередачи в валки стана. Расчеты критерия Фройденталя (см. формулу (3.9)) показали, что областью возможного разрушения является весь приповерхностный

слой металла, что отличается от результатов экспериментальных прокаток (см. рис. 3.3). Данная особенность обусловлена принципами расчета этого критерия на основании интенсивности напряжений σ_i и деформаций ε_i , поскольку максимальные значения последних при прокатке сосредоточены в приповерхностных слоях. Более достоверную картину возможных областей разрушения бериллия отражает критерий Айады (см. формулу (3.11)), учитывающий гидростатические напряжения (рис. 3.10, δ).



 $Puc. \ 3.10. \$ Поля значений критериев Фройденталя (a) и Айады (δ) при теплой прокатке бериллия на холодных валках стана

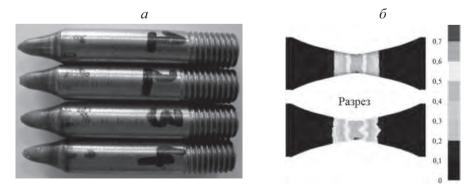


Расчеты областей возможного разрушения по критериям Броззо (см. формулу (3.10)), Кокрофта—Латама (см. формулу (3.12)) и модифицированному критерию Кокрофта—Латама (см. формулу (3.16)) показали приблизительно одинаковые результаты. Критерии достоверно отражают картину разрушения бериллия, установленную при экспериментальных прокатках (см. рис. 3.3). Моделирование с использованием рассмотренных критериев (рис. 3.11) показало, что разрушение наиболее вероятно в кромочных областях, а также на торцах заготовки.

Сопоставление результатов расчетов с экспериментальными данными о разрушении бериллия при теплой прокатке показывает, что наиболее достоверно картину разрушения описывает модифицированный критерий Кокрофта—Латама. Данный критерий также успешно используется для прогнозирования разрушения сталей и сплавов при термомеханической обработке [134—136]. Таким образом, указанный критерий можно рекомендовать для прогноза вероятности разрушения бериллия при его пластической деформации.

3.3. Методика определения предельного значения критерия разрушения Кокрофта—Латама

Несмотря на множество работ, в которых разрушение материала оценивается по модифицированному критерию Кокрофта—Латама, единой методики расчета предельных значений этого показателя в литературе не встречается. Так в работе [137] при описании штамповки листа предельные значения критерия Кокрофта—Латама, а также других критериев разрушения определены на основе сопоставления данных эксперимента и конечно-элементного моделирования. В работе [138] предложена методика расчета предельных значений критерия Кокрофта—Латама по результатам испытаний на растяжение образцов стали 45 на комплексе Gleeble при температурах 900–1200 °С и последующем сопоставлении экспериментальных данных с результатами конечно-элементного моделирования (рис. 3.12). Однако авторы указанной работы при моделировании не использовали технику удале-



 $Puc. \ 3.12.$ Образцы из стали 45 после испытаний на растяжение на комплексе Gleeble (a) и рассчитанные значения критерия Кокрофта—Латама в шейке образца после испытания на растяжение (δ) [138]

ния элементов, в связи с чем могли получить неточные значения критерия. Последнее обусловлено тем, что образец продолжает деформироваться после начала разрушения, и конечная форма образца для случаев с учетом и без учета удаления элементов будет различаться.

В работе [135] на основе экспериментальной осадки при комнатной температуре образцов, изготовленных из цветных металлов и конечно-элементного моделирования предложена методика расчета предельных значений критерия Кокрофта—Латама путем сравнения картины разрушения при испытаниях и моделировании. Момент разрушения образцов при опытной осадке фиксировали визуально (рис. 3.13).

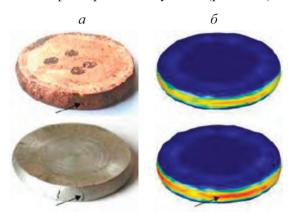
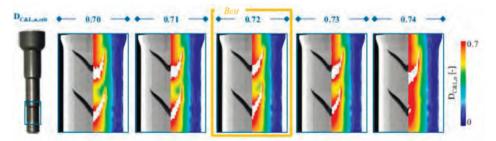


Рис. 3.13. О бразцы из цветных металлов после опытной осадки (a) и конечно-элементного моделирования (δ) [135] (стрелками показаны трещины)

В большинстве исследований в расчетах предельных значений критерия при конечно-элементном моделировании не учитывается характер распространения трещин, что, безусловно, сказывается на точности прогноза разрушения. Попытка учесть распространение трещины в расчете предельного значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама при моделировании экструзии (рис. 3.14) показана в работе [136]. Характер распространения трещин, установленный экспериментально, реализован при конечно-элементном моделировании через функцию удаления элементов, в которых выполняется условие равенства рассчитанных и предельных значений критерия Кокрофта—Латама. Расчеты показали высокую сходимость расчетных и экспериментальных картин разрушения металла.



 $Puc.\ 3.14.$ Результаты определения предельного значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама [136]

В работе [139] при помощи испытаний на растяжение получены зависимости истинных напряжений от истинных деформаций для магниевого сплава. На их основании при помощи формулы (3.16) определены предельные значения модифицированного значения критерия разрушения Кокрофта—Латама. При анализе хода равноканального углового прессования (РКУ) с использованием предельных значений выбранного критерия и функции удаления элементов удалось очень точно воспроизвести картину разрушения, наблюдаемую в эксперименте (рис. 3.15).

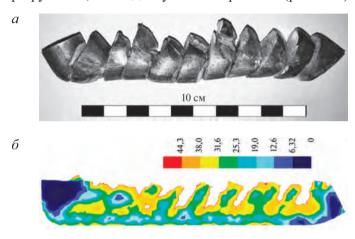


Рис. 3.15. Форма образца из магниевого сплава после РКУ (а) и моделирование его разрушения с использованием критерия Кокрофта—Латама и функции удаления элементов (б) по данным работы [139]

Таким образом, при определении предельного значения критерия разрушения Кокрофта—Латама крайне важно учитывать и реологические свойства материала, и параметры НДС, а также характер образования и развития трещин при моделировании разрушения. Для выполнения этих требований в настоящей работе мы предлагаем методику определения $C_{K-1}^{\rm пред}$, основанную на сочетании методов физического и математического моделирования. Она включает в себя следующие основные этапы:

- 1) получение информации о реологических и релаксационных свойствах бериллия с учетом технологических параметров процессов его обработки;
- 2) конечно-элементное моделирование технологических процессов пластической обработки бериллия с использованием полученных реологических свойств. Получение сведений о напряженно-деформированном состоянии и температурных полях в исследуемых образцах;
- 3) физическое моделирование пластической обработки с учетом данных, полученных при конечно-элементном моделировании. Определение пластичности металла при испытаниях на растяжение или сжатие с фиксированием момента образования трещин.
- 4) сопоставление данных численного и физического моделирования с целью определить $C_{\kappa_-}^{\text{пред}}$.

3.4. Влияние схемы напряженно-деформированного состояния на предельные значения критерия Кокрофта—Латама

Хорошо известно, что схема НДС прямо влияет на вероятность разрушения металлов при их пластической деформации [118]. Для оценки пригодности критерия в условиях различных схем НДС при помощи пакета Deform были смоделированы случаи растяжения образца до разрушения при воздействии внешних напряжений различного знака. Рассматривали и растягивающие, и сжимающие напряжения, действующие в рабочей части образца в ходе испытаний. При постановке задачи использовали жесткопластическую модель среды с упрочнением. Рабочая часть образца имела диаметр 6 мм, высоту 10 мм. В качестве материала модели была взята сталь X42, реологические свойства которой были заданы для 900 °C согласно рис. 3.16 [140].

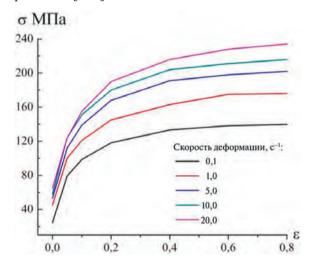


Рис. 3.16. Реологические свойства стали X42 °C, принятые при моделировании

Конечно-элементная модель, состоящая из 10 тыс. элементов, показана на рис. 3.17. Задачу решали в осесимметричной постановке, рассматривали $\frac{1}{2}$ образца. В его рабочей части были заданы условия нагружения в виде приложенных внешних напряжений, которые составляли $\sigma_{\text{вн}} = \pm 150 \text{ МПа}$.

При решении задачи приняли $C_{K-J}^{\text{пред}} = 3,3$. При моделировании была включена функция удаления элементов с условием, что достигаются предельные значения $C_{K-J}^{\text{пред}}$ в соответствующих элементах. Как уже отмечалось выше, функция удаления элементов обеспечивает более достоверную картину разрушения за счет учета локализации пластической деформации в неразрушенных областях образца.

На рис. 3.18 приведены поля значений критерия Кокрофта—Латама для финальной стадии разрушения образцов. При растяжении в нормальных условиях (без действия внешних напряжений) относительное сужение в шейке образца в момент разрушения составляет $\psi = 0.86$ (рис. 3.18, a).

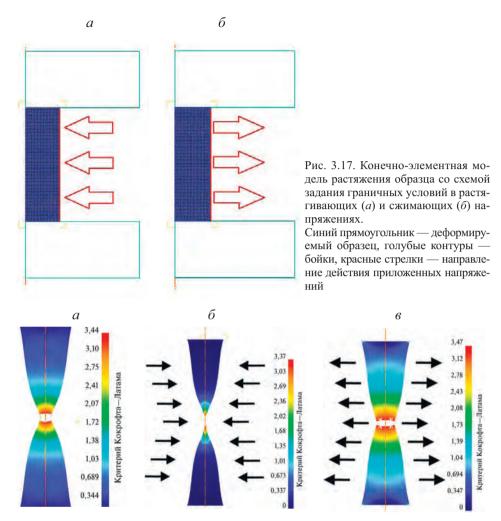


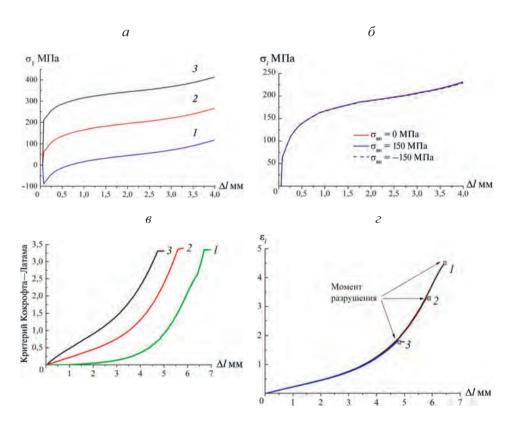
Рис. 3.18. Поля распределения значений критерия разрушения Кокрофта—Латама на финальной стадии разрушения образца ($C_{K-JI}^{\text{пред}} = 3,3$):

a — при нормальных условиях (ψ = 0,96); δ — при действии сжимающих напряжений $\sigma_{\rm BH}$ = -150 МПа (ψ = 0,99); ϵ — при действии растягивающих напряжений $\sigma_{\rm BH}$ = 150 МПа (ψ = 0,86)

Действие приложенных в рабочей части образца дополнительных сжимающих напряжений приводит к повышению пластичности металла (что хорошо согласуется с литературными данными [117]) и увеличению относительного сужения в шейке ψ до 0,99 (рис. 3.18, δ). Действие дополнительных растягивающих напряжений приводит к понижению пластичности металла до $\psi = 0,86$ (рис. 3.18, δ).

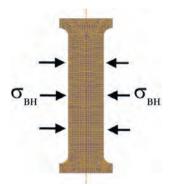
На рис. 3.19 приведены рассчитанные значения параметров напряженно-деформированного состояния для области разрушения образца — его цен-

тральной части. По рис. 3.19, a видно, что знак и значения приложенных внешних напряжений $\sigma_{\rm BH}$ прямо влияют на максимальные значения главных напряжений $\sigma_{\rm I}$ в месте разрушения, при этом интенсивность напряжений $\sigma_{\rm I}$ не изменяется (рис. 3.19, δ). Важно, что разрушение во всех рассмотренных при моделировании случаях происходит при заданном $C_{\rm K-J}^{\rm npeq}=3,3$ (рис. 3.19, ϵ), несмотря на то что интенсивности деформаций $\epsilon_{\rm I}$ в момент разрушения (на рис. 3.19, ϵ) заметно различаются для рассматриваемых случаев. Данный факт позволяет утверждать, что предельные значения модифицированного критерия разрушения Кокрофта—Латама не зависят от схемы напряженно-деформированного состояния и определяются только свойствами материала образца. Это связано с тем, что в этом критерии схема напряженно-деформированного состояния учитывается через соотношение максимальных главных напряжений и интенсивности напряжений (см. формулу (3.16)).



Puc.~3.19.~ Зависимости изменения главных напряжений σ_1 (a), интенсивности напряжений σ_i (b), значений модифицированного критерия разрушения Кокрофта—Латама (b), значений накопленной интенсивности деформации ε_i (c) в месте разрушения образца от перемещения Δl траверсы, полученные по результатам моделирования: 1 — при действии сжимающих напряжений $\sigma_{\rm вн} = -150$ МПа; 2 — при нормальных условиях ($\sigma_{\rm вн} = 0$ МПа); 3 — при действии растягивающих напряжений $\sigma_{\rm вн} = 150$ МПа

Чтобы подтвердить данное предположение, были смоделированы испытания на растяжение до разрушения для образцов бериллия при действии гидростатического давления на основании экспериментальных данных, приведенных в работе [141]. На рис. 3.20 показана конечно-элементная модель образца для испытаний, построенная согласно данным упомянутой работы. Реологические свойства бериллия были заданы по экспериментальным данным (см. рис. 3.5), параметры конечно-элементной модели схожи с параметрами задачи, описанной на рис. 3.18.



Puc. 3.20. Конечно-элементная модель растяжения образца под действием внешнего давления

Испытывались образцы бериллия чистотой 99,7 %. Их диаметр составлял 3,81 мм, длина рабочей части 15,24 мм. Смоделированы случаи растяжения для значений внешних сжимающих напряжений $\sigma_{\rm BH}=-100,\,-500$ и -1000 МПа. Относительное сужение в шейке у при нормальных условиях растяжения без гидростатического давления для литого бериллия по экспериментальным данным работы [141] составляет 2–3 %. Исходя из значения у при растяжении был определен $C_{\rm K--Л}^{\rm пред}=0,1$. Результаты моделирования растяжения образца до разрушения при различном приложенном внешнем напряжении, в сравнении с результатами экспериментов приведены на рис. 3.21: при увеличении напряжений $\sigma_{\rm BH}$ увеличиваются относительное сужение в шейке ψ , а также интенсивность деформаций в момент разрушения. Подчеркнем, что при моделировании образцы разрушаются во всех случаях при заданном $C_{\rm K--Л}^{\rm пред}=0,1$.

Также отметим высокое сходство геометрической формы образцов после разрушения по результатам моделирования и по данным эксперимента (рис. 3.22). Видно, что рассчитанные значения ψ практически полностью совпадают с экспериментальными.

Таким образом, предельное значение критерия $C_{\mathrm{K--J}}^{\mathrm{пред}} = 0,1$ для литого бериллия, которое не зависит от схемы напряженно-деформированного состояния.

Важно, что $C_{\mathrm{K-J}}^{\mathrm{пред}}$ можно применять для прогноза разрушения бериллия при различных схемах НДС в условиях монотонного нагружения. Под последним в данной работе понимается такое нагружение, при котором не изменяется знак максимальных главных напряжений σ_1 .

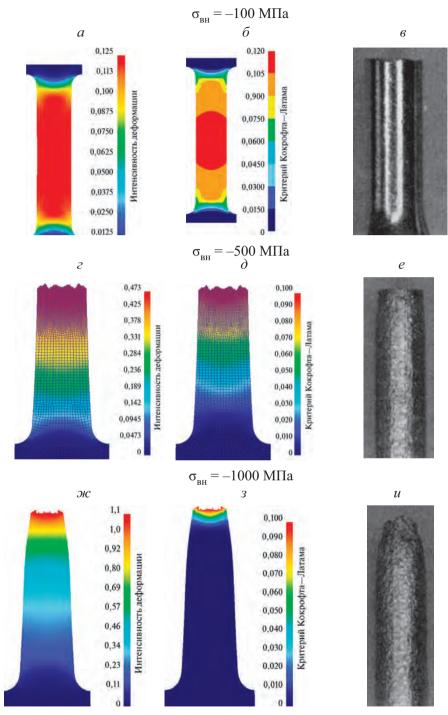


Рис. 3.21. Рассчитанные поля значений интенсивности деформации (a, c, c), модифицированного критерия разрушения Кокрофта—Латама (δ , δ , s) и экспериментальные данные растяжения (s, e, u) [141] при различном внешнем давлении

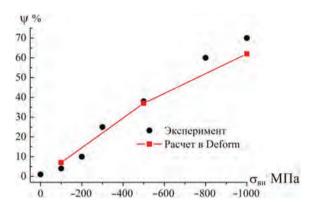


Рис. 3.22. Зависимость сужения в шейке образца в момент разрушения при испытаниях на растяжение под действием внешнего давления по данным моделирования ($C_{\mathrm{K-J}}^{\mathrm{npeq}}=0,1$) и эксперимента [141]

Выводы, сделанные нами в настоящей работе, противоположны выводам работы [142], в которой заключается, что предельное значение критерия Кокрофта—Латама не может быть только характеристикой материала и зависит от значений максимального главного напряжения, вида напряженного состояния и пути деформирования. Вывод работы [142] соответствует описанию не предельного значения критерия, а рассчитанного, которое, безусловно, зависит от схемы НДС и пути деформирования. По всей видимости, в работе [142] не учтен тот факт, что $C_{\mathrm{K}}^{\mathrm{пред}}$ нужно определять, когда схемы НДС при экспериментальных исследованиях и конечно-элементном моделировании полностью соответствуют другу другу.

3.5. Температурные зависимости предельных значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама для различных сортов бериллия

Для определения предельных значений критерия разрушения Кокрофта—Латама были использованы полученные в работе [143] экспериментальные данные о растяжении при $20{\text -}1000~^\circ\text{C}$ образцов бериллия диаметром 5 мм и длиной рабочей части 14 мм в вакуумной камере, исключающей окисление бериллия при высокой температуре. На рис. 3.23 приведены экспериментальные температурные зависимости относительного сужения в шейке образцов при растяжении до разрушения, по которым были определены значения $C_{\text{K}}^{\text{пред}}$ для различных температур испытания.

Созданная в Deform-2D конечно-элементная модель растяжения образца дистиллированного бериллия приведена на рис. 3.24, a. Расчетная сетка состояла из 10 тыс. элементов. На рис. 3.24, δ и ϵ , приведены поля распределений значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама на финальной стадии разрушения образцов при различных температурах.

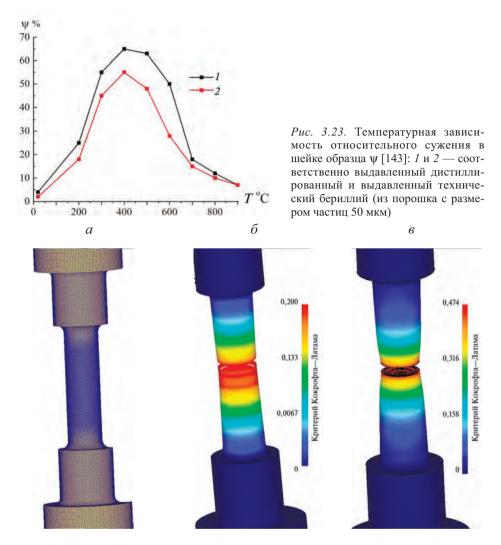


Рис. 3.24. Конечно-элементная модель растяжения образца (a) и поля значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама для финальной стадии разрушения образцов при 20 (δ) и 700 °C (a)

Предельные значения критерия для нанокристаллического бериллия, полученного в АО «ВНИННМ», были определены исходя из фактической картины разрушения при испытаниях на сжатие цилиндрических образцов на комплексе Gleeble-3800 [84]. Это связано с невозможностью провести испытания на растяжение, поскольку эти образцы имели ограниченные размеры — в исходном состоянии их диаметр составлял 5,5-5,6 мм, а высота — 6,4-6,5 мм. При комнатной температуре они хрупко раскалывались на несколько частей при незначительных перемещениях деформирующего бойка, составляющих 0,3-0,4 мм (рис. 3.25,a). Испытания при повышенных температурах (700-900 °C) показали увеличение пластичности металла.



Рис. 3.25. Характер разрушения нанокристаллического бериллия при испытаниях на сжатие на комплексе Gleeble-3800 при 20 (a) и 800 °C (b)

Из-за ограниченного числа образцов эксперименты на сжатие до разрушения при повышенных температурах были выполнены только при 600 и 800 °C. На рис. 3.25, δ приведен результат осадки до разрушения при температуре 800 °C. Перемеще ние деформирующего бойка в момент разрушения составляло 2,7 мм.

Рассчитанные поля значений интенсивности деформаций и модифицированного критерия Кокрофта—Латама для момента разрушения образцов нанокристаллического бериллия при испытаниях на сжатие приведены на рис. 3.26.

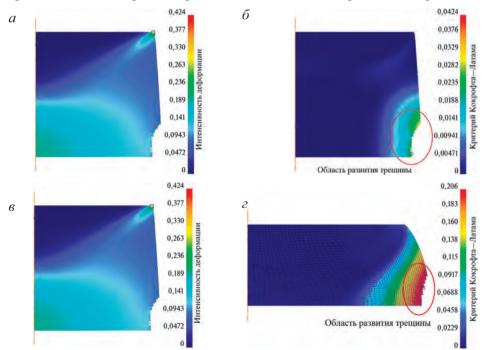


Рис. 3.26. Рассчитанные поля значений интенсивности деформаций и модифицированного критерия Кокрофта—Латама в момент разрушения при испытаниях нанокристаллического бериллия на сжатие на комплексе Gleeble-3800 при 20 (a, δ) и 800 °C (δ , ϵ). Значения $C_{K-\Pi}^{\rm пpeq}$ при 20 и 800 °C составляли 0,02 и 0,20 соответственно

По результатам экспериментального растяжения и сжатия образцов бериллия различных сортов были построены зависимости изменения предельных значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама в диапазоне температур 20–800 °C согласно предложенной методике (рис. 3.27).

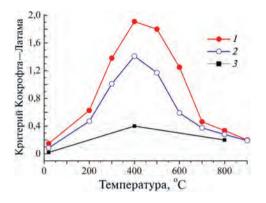


Рис. 3.27. Температурные зависимости $C_{\mathrm{K-JI}}^{\mathrm{пред}}$ для различных сортов бериллия: I и 2— соответственно выдавленный дистиллированный и выдавленный технический (из порошка с размером частиц 50 мкм); 3— нанокристаллический, расчет по данным экспериментов на сжатие на комплексе Gleeble-3800 [84]

3.6. Экспериментальное и численное исследование разрушения бериллия при теплой и горячей прокатке

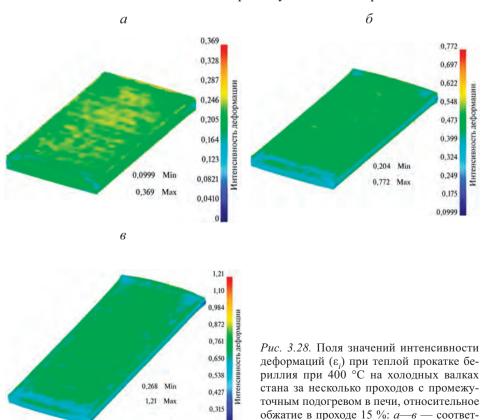
Большой практический интерес представляет пластическая деформация бериллия в диапазоне температур 400-600 °C, в котором этот металл обладает повышенной пластичностью [143]. Эффект повышенной пластичности используется в технологиях теплой прокатки бериллия для получения фольг из него [62, 72]. Исследования реологических и релаксационных свойств различных сортов бериллия показали [84], что высокую пластичность при теплой деформации невозможно объяснить интенсивным термическим разупрочнением, которое даже при более высоких температурах для бериллия различных сортов протекает крайне медленно. Мы предполагаем, что возрастание пластических свойств бериллия при температурах теплой деформации обеспечивается за счет действия дополнительного механизма деформации и релаксации напряжений — двойникования. Кроме того, эффект увеличения пластичности бериллия при теплой деформации можно связать и с формированием благоприятной кристаллографической текстуры относительно оси нагружения. Чтобы подтвердить это предположение, требуются дополнительные исследования и расчеты при помощи вязкопластической самосогласованной модели VPSC, описанной в главе 2.

Одной из интересных особенностей теплой деформации бериллия является отсутствие роста его зерен. Однако накопление деформационного упрочнения, свойственного теплой прокатке, вызывает необходимость проводить высокотемпературные отжиги для снятия напряжений в металле при 700–900 °С. Продолжительность таких междеформационных отжигов может достигать 2–3 ч. Очевидно, что из-за большого числа отжигов существенно снижается производительность производства фольг. Сокращения числа регламентированных высокотемпературных промежуточных отжигов при теплой многопроходной прокатке требует корректировки режимов пластической деформации бериллия.

Таким образом, задачей данной части работы стало определение оптимальных термодеформационных параметров теплой прокатки бериллия путем математического моделирования процесса в Deform-3D с учетом предельных значений критерия разрушения (рис. 3.27).

3.6.1. Теплая прокатка бериллия на холодных валках

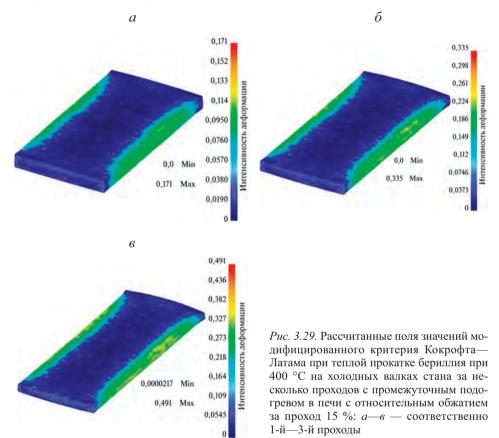
На рис. 3.28 показаны результаты моделирования прокатки бериллия на холодных валках с использованием промежуточных подогревов.



ственно 1-й—3-й проходы

0,204

Поскольку, согласно данным работы [84], за время междеформационных выдержек в печи при 400 °С релаксационные процессы в бериллии практически не протекают, прокатка за несколько проходов приводит к накоплению упрочнения (рис. 3.28). А последнее приводит к росту модифицированного критерия Кокрофта—Латама в кромочных областях образца, где и разрушается металл (рис. 3.29).



На выходе из очага деформации в области действия растягивающих максимальных главных напряжений σ_1 температура достигает $100\,^{\circ}\mathrm{C}$ (рис. 3.30). Согласно зависимостям на рис. 3.27, значения критерия $C_{\mathrm{K},\mathrm{L}}^{\mathrm{пред}}$ при $100\,^{\circ}\mathrm{C}$ составляют 0,076,~0,24 и 0,35 соответственно для нанокристаллического, технического и дистиллированного бериллия. На рис. 3.31 приведены зависимости рассчитанных максимальных значений $C_{\mathrm{K},\mathrm{L}}^{\mathrm{пред}}$ для бериллия различных сортов от номера прохода в сопоставлении со значениями $C_{\mathrm{K},\mathrm{L}}^{\mathrm{пред}}$ при $100\,^{\circ}\mathrm{C}$.

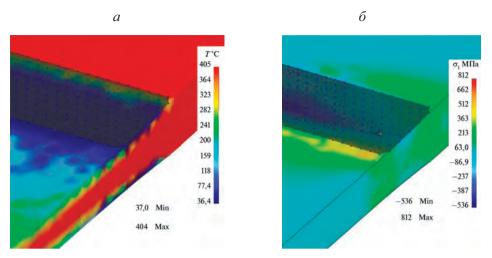


Рис. 3.30. Рассчитанные поля температур (*a*) и максимальных главных напряжений σ_1 (*б*) в очаге деформации при теплой прокатке бериллия с относительным обжатием 15 %



Рис. 3.31. Зависимость максимальных значений $C_{K\to J}^{\rm npeg}$ от номера прохода при теплой прокатке на холодных валках. Пунктир — значения $C_{K\to J}^{\rm npeg}$ при 100 °C для исследуемых сортов бериллия: I — дистиллированный; 2 — технический; 3 — нанокристаллический

Из приведенных полей распределения значений $C_{\rm K_Л}$ и зависимости рассчитанных значений $C_{\rm K_Л}$ от числа проходов следует, что при теплой прокатке на холодных валках бериллий разрушается в первых трех проходах из-за превышения $C_{\rm K_Л}^{\rm пред}$ на боковой кромке образца. При этом нанокристаллический бериллий разрушается уже в первом проходе, а дистиллированный — только в третьем. Кромочные трещины, образовавшиеся во втором проходе при прокатке технического бериллия, показаны на рис. 3.32.



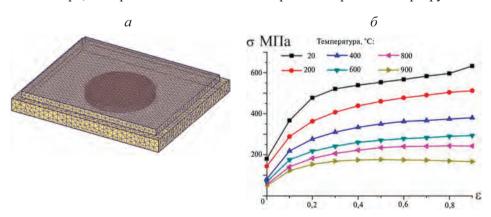
Рис. 3.32. Разрушение технического бериллия во 2-м проходе при теплой прокатке (400 °C) с обжатием 15 %

Таким образом, выполненные расчеты и эксперименты по теплой прокатке бериллия при температуре 400–500 °C показали, что в полной мере реализовать ресурс повышенной пластичности данного хрупкого металла при получении тонких фольг можно лишь при прокатке с использованием защитного контейнера, обеспечивающего температурную защиту образцов.

3.6.2. Теплая прокатка бериллия в контейнере

Технология прокатки бериллия в контейнерах при температуре 400 °C существует и используется на практике для пластической деформации бериллия, в том числе при получении фольг [60, 70, 72]. Однако в указанных работах уделено недостаточное внимание вопросам обеспечения благоприятной схемы напряженно-деформированного состояния в бериллии, не приводящей к разрушению при многопроходной прокатке. Несмотря на повышенную пластичность бериллия при 400–600 °C, в ходе теплой прокатки в данном температурном диапазоне из-за накопившегося упрочнения могут разрушиться и сам образец бериллия, и металл контейнера. Поэтому необходимо проводить высокотемпературные отжиги при 700–900 °C, снимающие накопленное упрочнение. Определить минимально необходимое число этих отжигов можно на основании анализа напряженно-деформированного состояния в прокатываемом металле и предельных значений принятого критерия разрушения.

Задачу решали путем математического моделирования в Deform-3D теплой прокатки бериллия в защитном контейнере. В качестве исходной заготовки были выбраны диски толщиной 5 мм и диаметром 50 мм из дистиллированного бериллия. Число конечных элементов для контейнера при моделировании составляло 50 000–100 000 в зависимости от толщины контейнера, для бериллия — 25 000–35 000. При уменьшении толщины контейнера и бериллия число элементов увеличивали. Контакт между крышкой и контейнером считали неразрывным (т.н. условия полного прилипания), что имитировало сварку. Определенная в работе [84] оптимальная форма контейнера, которая позволяет минимизировать вероятность разрушения



Puc.~3.33.~ Конечно-элементная модель контейнера и бериллия для прокатки с толщиной стенки 5 мм (a) и зависимости истинных напряжений от истинных деформаций при различной температуре для никеля, полученные на комплексе Gleeble-3800 (δ)

бериллия, приведена на рис. 3.33, a. В качестве материалов контейнера рассмотрены сталь 20 и никель. Кривые пластического течения никеля для различных температур были получены при испытаниях цилиндрических образцов на сжатие на комплексе Gleeble-3800 и интегрированы в Deform-3D (рис. 3.33, δ).

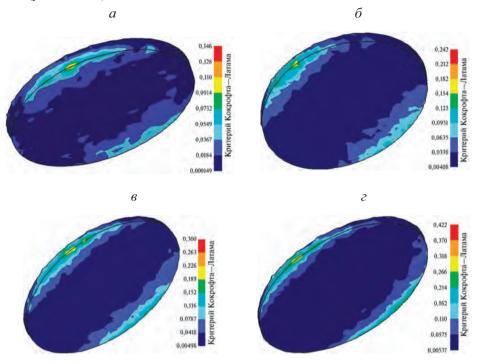


Рис. 3.34. Рассчитанные поля значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама при теплой прокатке бериллия (400 °C) в контейнере из никеля с относительным обжатием в проходе 15 %: a—z — соответственно 1-й—4-й проходы

Обжатие за проход составляло 10– $15\,\%$ в зависимости от толщины бериллия. Температуру прокатки считали равной $400\,^{\circ}$ С. При моделировании и опытных прокатках последние осуществляли без поперечных кантовок.

По результатам моделирования установлено, что при прокатке бериллия в контейнере при 400 °C на кромках бериллиевой заготовки присутствуют зоны, в которых возможно разрушение металла. Об этом свидетельствуют рассчитанные значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама (рис. 3.34). Однако эти его значения в указанных зонах ниже, чем при прокатке без контейнера (см. рис. 3.29). Таким образом, разрушение бериллия возможно только по боковым кромкам образцов, поскольку значения $C_{\rm K_Л}$ на переднем и заднем торцах образца, ориентированных относительно направления прокатки, близки к нулю.



Рис. 3.35. Рассчитанные значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама при многопроходной прокатке бериллия в контейнерах из никеля при 400 °C с относительным обжатием за проход 15 % ($C_{\rm K-Л}^{\rm пред}$ = 0,4, 1,4 и 1,9 соответственно для нанокристаллического, дистиллированного и технического бериллия)

На рис. 3.35 приведены рассчитанные значения критерия Кокрофта—Латама для областей возможного разрушения при теплой прокатке бериллия в условиях отсутствия процессов разупрочнения в металле, что соответствует именно такой прокатке. При использовании контейнера из стали 20 наблюдается незначительное (в пределах 10–15%) увеличение рассчитанных значений $C_{\rm K}$ – $_{\rm J}$ в заключительных проходах.

По рис. 3.35 видно, что при теплой прокатке дистиллированного и технического бериллия значения $C_{\rm K-Л}^{\rm пред}$ не достигаются на протяжении всего цикла прокатки, поэтому нет необходимости проводить высокотемпературные отжиги для снятия накопленных напряжений и восстановления пластичности металла. Однако многопроходная теплая прокатка без промежуточных отжигов приводит к упрочнению металлического контейнера, что может привести к его разрушению и разгерметизации (рис. 3.36), а это в свою очередь делает невозможным проведение высокотемпературных отжигов из-за интенсивного окисления бериллия.



Puc. 3.36. Характер разрушения стального контейнера при теплой прокатке за несколько проходов при накоплении упрочнения

При прокатке нанокристаллического бериллия значения $C_{\mathrm{K-J}}^{\mathrm{пред}}$ достигаются уже в 4-м проходе (см. рис. 3.35). В этом случае, чтобы предотвратить разрушение бериллия, необходимо проводить высокотемпературный отжиг. Результаты моделирования деформации бериллия после проведения отжига приведены на рис. 3.37, a, δ . При моделировании операцию отжига учитывали путем полного обнуления значений накопленной деформации и критерия разрушения.

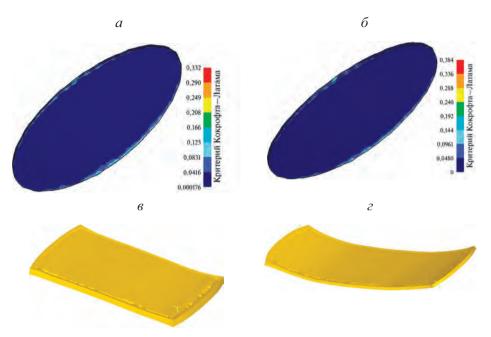


Рис. 3.37. Рассчитанные поля значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама при теплой прокатке бериллия (400 °C) в контейнере из никеля с относительным обжатием в проходе 15 %: a, b — 5-й и 7-й проходы после отжига соответственно; b, b — формообразование контейнера в 5-м и 7-м проходах соответственно

По результатам расчетов было определено минимально необходимое число длительных высокотемпературных отжигов и выполнены опытные прокатки различных сортов бериллия. Результаты показали отсутствие признаков разрушения бериллия при теплой прокатке (рис. 3.38).



Рис. 3.38. Образец бериллия без признаков разрушения, полученный по оптимизированной технологии прокатки

Таким образом, выполненный анализ напряженно-деформированного состояния и результаты опытных прокаток показали, что теплая прокатка бериллия на холодных валках неизбежно приводит к его разрушению, о чем свидетельствуют рассчитанные значения модифицированного критерия разрушения Кокрофта—Латама. Неразрушающая теплая прокатка бериллия возможна либо при использовании металлического контейнера, либо при

использовании средств подогрева валков. При помощи созданной модели теплой прокатки разработаны не приводящие к разрушению образцов режимы деформации различных сортов бериллия в металлическом контейнере с оптимальным (минимально необходимым) числом высокотемпературных отжигов.

3.6.3. Учет релаксации напряжений при прогнозировании разрушения бериллия

Горячая прокатка бериллия является важным этапом получения заготовок для дальнейшей холодной прокатки, а также для горячего и теплого прессования при изготовлении фокусирующих линз для рентгеновской техники, прецизионных деталей гироскопов в виде тонкостенных полусфер и др. Физико-механические свойства полученных путем горячей прокатки бериллиевых образцов будут зависеть от температурно-деформационных режимов (см. главы 1 и 2). При реализации режимов горячей прокатки, необходимых для формирования заданных структурных и текстурных состояний, как и в случае с теплой прокаткой, необходимо также учитывать вероятность разрушения бериллия.

Немаловажно обеспечить релаксацию напряжений в контейнере, чтобы предотвратить его разрушение и разгерметизацию. В работе [84] показано, что одна из причин возможного разрушения бериллия при горячей прокатке — накопление упрочнения при отсутствии процессов релаксации напряжений в паузах между деформациями.

Для определения объемной доли релаксированного металла обычно выполняют эксперименты по двойному нагружению сжатием при различных температурах. После этого строят зависимости доли релаксированного (разупрочненного) металла от времени междеформационной паузы и температуры с использованием следующего соотношения [144]:

$$F_x = \frac{\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{YS2}}}{\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{YS1}}},$$
3.18

где σ_{max} — максимальное напряжение, достигнутое в финальной стадии первого нагружения металла; σ_{YS1} и σ_{YS2} — условные пределы текучести $(\sigma_{0,\,2})$ при первом и втором нагружении соответственно.

На рис. 3.39 приведены зависимости, иллюстрирующие протекание релаксационных процессов при деформации дистиллированного бериллия в диапазоне температур 700–900 °C [84]. При 700 °C релаксационные процессы протекают медленно, о чем свидетельствует доля рекристаллизованного металла F_x , составляющая всего 37 % после междеформационной паузы 1800 с. При 800 °C релаксация напряжений происходит значительно интенсивнее — F_x = 25 % при паузе 10 с и 75 % — при паузе 1800 с. При 900 °C процессы релаксации напряжений так же протекают значительно интенсивнее, чем при 800 и 700 °C. При междеформационной паузе 10 с снимается 37 % упрочнения, а при паузе 120 с и более оно снимается практически полностью (рис. 3.39).

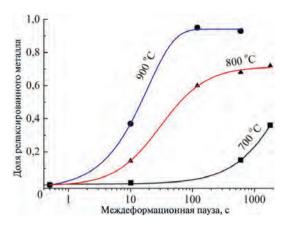


Рис. 3.39. Зависимости объемной доли релаксированного металла от времени междеформационной паузы и температуры для дистиллированного бериллия, полученные по результатам испытаний на комплексе Gleeble-3800

Таким образом, полученные зависимости объемной доли релаксированного металла от времени междеформационной паузы и температуры можно применять для разработки неразрушающих технологий многопроходной горячей деформации бериллия.

Для численного моделирования горячей прокатки бериллия значения объемной доли релаксированного металла требуются, чтобы учесть релаксационные процессы при расчете полей модифицированного критерия разрушения Кокрофта—Латама. Для учета этой доли при многопроходной деформации предложена следующая зависимость:

$$C_N = C_{N-1} (1 - F_{N-1}) + C_c, (3.19)$$

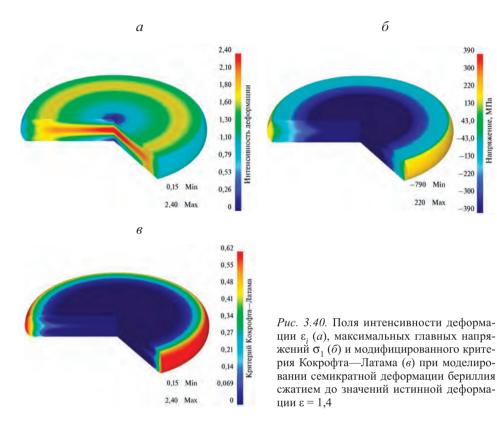
где C_N и C_{N-1} —значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама соответственно в рассматриваемом и предыдущем проходах, F_{N-1} — объемная доля релаксированного металла, C_C — приращение значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама в рассматриваемом проходе.

Предложенную зависимость (3.19) тестировали, сравнивая параметры разрушения бериллия при испытаниях на комплексе Gleeble-3800 и при экспериментальных прокатках с результатами численного моделирования.

На рис. 3.40 приведены результаты анализа напряженно-деформированного состояния при семикратном сжатии образцов бериллия. В исходном состоянии образцы имели диаметр 10 мм и высоту 15 мм.

Степень истинной деформации при однократном нагружении составляла 0,2. Конечная толщина образцов после испытаний составляла 11,5 мм. По результатам численного моделирования видно, что наибольшие значения $C_{\rm K_Л}$ наблюдаются в боковой области образца (рис. 3.40), в местах действия максимальных главных растягивающих напряжений (рис. 3.40, δ). Значения интенсивности деформаций ϵ , в данной области составляют 0,7–0,8.

Анализ рассчитанных по формуле (3.19) данных моделирования позволил получить зависимости значений $C_{\rm K_Л}$ для области возможного разрушения бериллия с учетом объемной доли релаксированного металла F_x (рис. 3.41) для каждой стадии семикратного нагружения.



Критерий Кокрофта-Латама 0,8 $C_{K-J}^{\text{пред}} = 0.33$ для 800 °C = 0,21 для 870 °C 0,6 0,2 Номер нагружения

Рис. 3.41. Результаты расчетов значений модифицированного критерия Кокрофта-Латама с учетом объемной доли разупрочненного металла Fx при помощи формулы (3.18) для различных температур и паузы между деформациями 600 с

390

300

220

130

43,0

43,0

-130

-220

По зависимостям на рис. 3.41 видно, что деформация при 800 °C и междеформационной паузе 600 с приводит к накоплению упрочнения и увеличению критерия Кокрофта—Латама, согласно формуле (3.19), до предельного значения $C_{K=\Pi}^{\text{пред}}=0,33$, из-за чего металл разрушается в заключительном седьмом нагружении (рис. 3.41). При повышении температуры до 870 °C релаксационные процессы протекают более интенсивно и, согласно формуле (3.19), $C_{\rm K-J}$ не превышает предельного для данной температуры значения $C_{\rm K-J}^{\rm пред}=0.21$ (см. рис. 3.27). Бериллий при указанных условиях деформации не разрушается. Для сравнения на рис. 3.41 также приведен результат расчета критерия Кокрофта—Латама при полностью отсутствующих релаксационных процессах ($F_{\rm v}=0$ %).

Результаты физического моделирования семикратного сжатия образцов дистиллированного бериллия при различных температурах приведены на рис. 3.42 и 3.43.

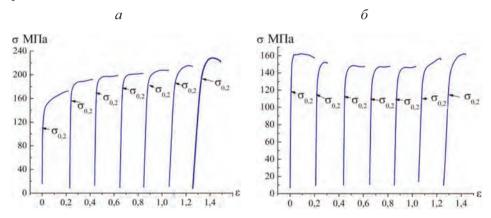
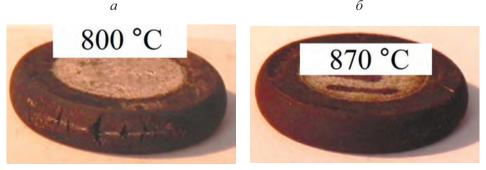


Рис. 3.42. Кривые пластической деформации дистиллированного бериллия при семикратном нагружении, полученные на комплексе Gleeble-3800 [84], пауза между стадиями деформирования 600 с при 800 (a) и 870 °C (δ)

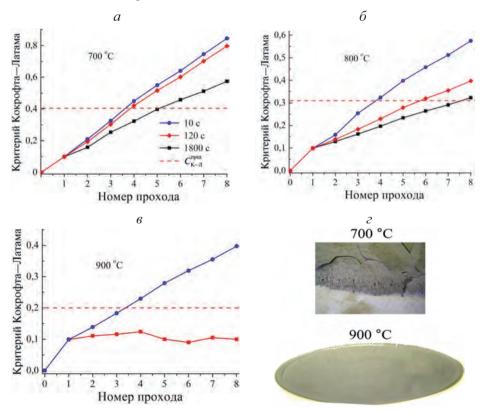
По рис. 3.42, a видно, что деформация бериллия при 800 °C по факту приводит к накоплению упрочнения в материале, о чем свидетельствует увеличение предела текучести $\sigma_{0,2}$ в каждом последующем нагружении. Это соответствует данным численного моделирования, приведенным на рис. 3.41. В случае деформации при температуре 800 °C при экспериментальном нагружении бериллий разрушается (см. рис. 3.43, a) в полном соответствии с картиной разрушения, рассчитанной путем численного моделирования (см. рис. 3.40).



Puc. 3.43. Результаты физического моделирования семикратной деформации сжатием бериллия при различных температурах на комплексе Gleeble-3800

По рис. 3.42, δ видно, что деформация бериллия при 870 °C не приводит к накоплению упрочнения при нагружениях, предел текучести металла при каждой деформации имеет приблизительно одинаковые значения, подтверждая характер рассчитанных значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама с учетом объемной доли релаксированного металла (рис. 3.41) и факт отсутствия разрушения бериллия (рис. 3.43, δ).

На рис. 3.44 приведены результаты расчетов трещинообразования бериллия при горячей прокатке по предложенной формуле (3.19). При горячей прокатке в контейнере местом возможного разрушения бериллия, как и в случае с теплой прокаткой в контейнере, является кромочная область заготовки. Выполненное в Deform-3D численное моделирование горячей прокатки бериллия в контейнере с применением формулы (3.19) позволило рассчитать значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама с учетом объемной доли релаксированного металла (рис. 3.44). Рассматривали случай прокатки дисков из бериллия с начальной толщиной 5 мм и диаметром 50 мм. Толщина стенок контейнера составляла 5 мм. Относительное обжатие в каждом проходе составляло 15 %.



Puc. 3.44. Рассчитанные значения модифицированного критерия Кокрофта—Латама для области возможного разрушения бериллия в ходе ГП в металлическом контейнере при разных температурах и паузах между проходами (a—a) и результаты опытных прокаток дистиллированного бериллия в металлическом контейнере так же при разных температурах и паузе между проходами 600 c (a)

По результатам расчетов, приведенных на рис. 3.44, a, δ видно, что прокатка бериллия при 700–800 °C приводит к монотонному увеличению $C_{\rm K_Л}$ даже несмотря на длительную междеформационную паузу, достигающую 1800 с. Данный факт говорит о высокой вероятности разрушения металла через несколько проходов, что подтверждается опытными прокатками (рис. 3.44, ε).

При прокатке при температуре 870 °C и паузе между деформациями 120 с, напротив, интенсивно протекающие процессы разупрочнения практически не приводят к росту $C_{\rm K--\!\Pi}$. Несмотря на то, что при 870 °C предельные значения $C_{\rm K--\!\Pi}^{\rm пред}$ несколько ниже, чем при 700–800 °C, бериллий при опытных прокатках не разрушается (рис. 3.44, ε).

3.7. Оценка вероятности разрушения бериллия при прессовании рентгеновских линз

Предложенный подход успешно применялся для анализа разрушения бериллия при изготовлении прецизионных линз, фокусирующих рентгеновское излучение. Такие преломляющие линзы широко используются в устройствах, предназначенных для рентгеновского анализа, микротомографии, рентгеновской микроскопии и др. Долгое время фокусировка рентгеновских лучей была невозможна из-за сложностей в их преломлении. Только в 1996 г. А. А. Снигиреву с коллегами удалось экспериментально показать, что фокусировка рентгеновского излучения при помощи линз возможна, если радиус кривизны линз — менее 500 мкм и линзы собираются в последовательную сборку [145–147]. Рентгеновские линзы изготавливаются из легких материалов с малым атомным номером, таких как литий, бор, углерод, магний, алюминий, поликарбонат и др. Наиболее просты в изготовлении линзы из алюминия [148], которые, тем не менее, значительно поглощают рентгеновское излучение. Поэтому за счет низкого коэффициента поглощения рентгеновского излучения предпочтительным материалом для изготовления линз является бериллий [149]. В основном для фокусировки используют линзы простой формы — цилиндрические или параболические [148]. На рис. 3.45 схематически изображена линза и приведена фотография единого узла рентгеновского прибора.

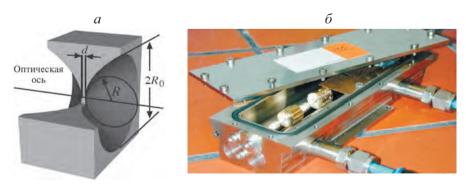


Рис. 3.45. Схема рентгеновской линзы (a) и единый узел прибора (δ) [149]

Одним из способов изготовления линз является механическая обработка заготовок бериллия (путем точения, шлифования, доводки и др.). Однако данные методы такой обработки приводят к большому расходу дорогостоящего бериллия, достигающего 60–70 %. Таким образом, эффективной технологией получения данных линз является прессование. В работе [148] для получения параболических линз из поликарбоната путем прессования при 130 °C предложен инструмент, фотография которого приведена на рис. 3.46. Данная форма инструмента была взята за основу при моделировании деформации бериллия при получении линз.

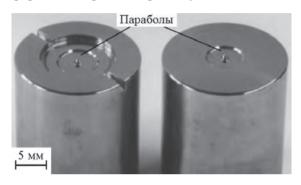
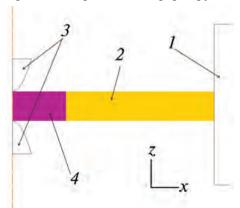


Рис. 3.46. Инструмент для прессования параболических линз из поликарбоната [148]

Важной составной частью сборки является держатель линзы (обойма). Наиболее эффективно получение линзы и держателя за одну технологическую операцию. Кроме того, схема прессования линзы в обойме из пластичного металла обеспечивает наиболее благоприятные условия деформации, поскольку действие растягивающих напряжений сведено к минимуму. Очевидно, что при прессовании линз вероятность разрушения бериллия и заданная точность размеров будут зависеть от упругих свойств материала инструмента, температурно-деформационных режимов обработки, а также геометрических параметров обоймы.

Чтобы исследовать влияние параметров технологического процесса прессования на вероятность разрушения бериллия, была разработана компьютерная модель прессования бериллиевых линз в Deform-2D (рис. 3.47). При моделировании деформируемый бериллий считали упругопластиче-



Puc. 3.47 Схема прессования параболической бериллиевой линзы в обойме из никеля с использованием закрытой матрицы.

I — матрица, 2 — держатель линзы (обойма), 3 — пуансоны, 4 — бериллиевый диск (заготовка)

ской средой с упрочнением. Модель среды матрицы считали жесткой, а модель среды пуансонов — упругой. Упругие свойства пуансонов и бериллия задавали модулем упругости и коэффициентом Пуассона. Значение последнего для бериллия принимали равным 0,02 [81].

Кривые пластического течения бериллия были заданы согласно рис. 3.5, а температурная зависимость модуля упругости для этого металла — согласно данным работы [67]. Моделирование выполняли применительно к параболическим линзам, наиболее часто используемым в синхротронной технике [145]. Были приняты следующие параметры исходных заготовок:

- для прессования параболических линз диски диаметром 4,0 мм и толщиной 1,1 мм;
- для прессования линейной линзы диски диаметром 8,0 мм и толщиной 1,0 мм.

Выполненный анализ НДС для различных температур деформации позволил установить, что максимальные значения критерия модифицированного Кокрофта—Латама наблюдаются в области наплывов (в области соприкосновения заготовки с инструментом) (см. рис. 3.48, a). Именно в этих местах сосредоточены максимальные деформации (рис. 3.48, δ –a), а также действуют тангенциальные растягивающие напряжения σ_{Θ} (рис. 3.49, a)

Анализ распределения напряжений на заключительных стадиях прессования показывает (рис. 3.49), что благодаря использованию никелевой обоймы в очаге деформации достигается благоприятная схема деформации с преобладающим действием сжимающих напряжений σ_R (рис. 3.49, δ) и σ_Z (рис. 3.49, δ).

Для обеспечения заданной точности перемычки линзы выполнен анализ упругой деформации инструмента в зависимости от модуля Юнга материала, из которого он изготовлен (рис. 3.50). Полученная зависимость приведена на рис. 3.51. На нем также приведена зависимость влияния модуля Юнга материала инструмента на значения критерия Кокрофта—Латама в области наиболее вероятного разрушения.

По рис. 3.51 видно, что уменьшение модуля упругости инструмента приводит к снижению критерия разрушения и увеличению абсолютной деформации центральной части пуансона. При этом упругое восстановление формы после снятия нагрузки в центральной части линзы составляет от 2 до 25 мкм при толщине перемычки линзы 3 мм.

Результаты выполненного компьютерного моделирования легли в основу разработки экспериментальной оснастки и режимов прессования бериллиевых линз, обеспечивающих отсутствие разрушения бериллия и необходимую точность геометрии линзы. В АО «ВНИИНМ» по разработанным режимам получены бериллиевые линзы высокого качества (рис. 3.52).

¹ Акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А. А. Бочвара» (Москва).

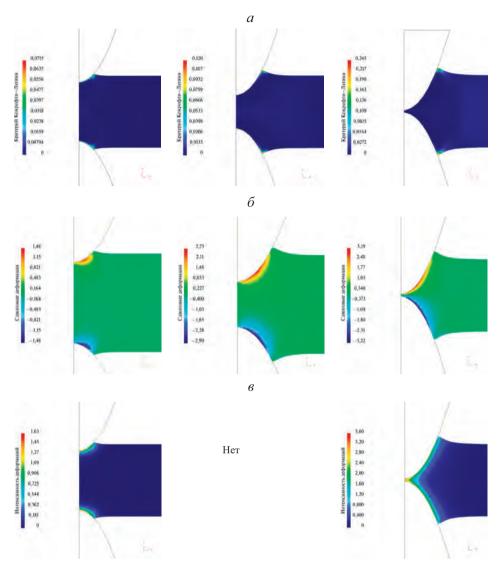


Рис. 3.48. Поля значений модифицированного критерия Кокрофта—Латама (a), сдвиговых деформаций (δ) и интенсивности деформаций (ϵ) для различных стадий прессования бериллия при 400 °C

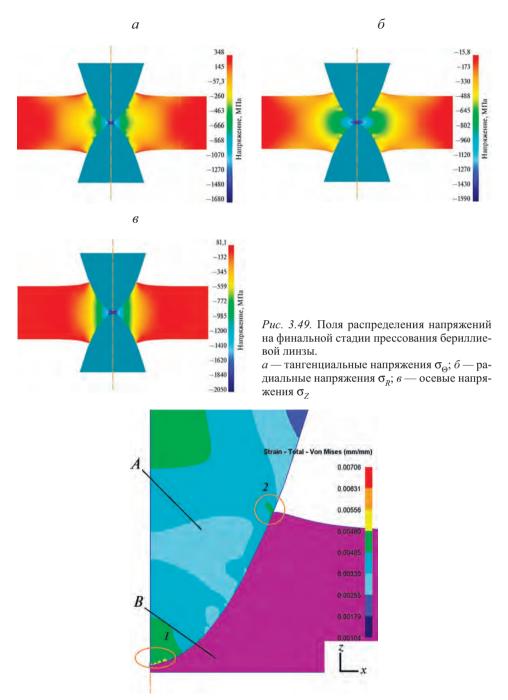


Рис. 3.50. Поля распределения накопленной интенсивности деформации в бериллии на финальной стадии прессования параболической линзы, а также поля распределения упругих деформаций в инструменте.

A — пуансоны, B — бериллиевая заготовка, I — центральная часть пуансона, 2 — область наплывов

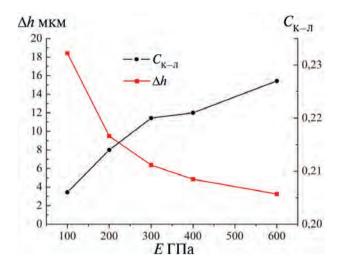


Рис. 3.51. Зависимости влияния модуля Юнга материала пуансонов на значения критерия Кокрофта—Латама в области наплывов и упругую деформацию центральной части пуансона (см. область 1, рис. 3.50) при прессовании бериллия

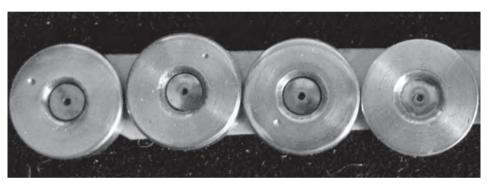


Рис. 3.52. Бериллиевые линзы, полученные в АО «ВНИИНМ»

3.8. Оценка вероятности разрушения бериллия при холодной прокатке

Помимо горячей и теплой прокатки, бериллий может разрушаться также и в ходе холодной деформации. Таким образом, необходима оценка вероятности разрушения бериллия при холодной прокатке. Такая прокатка тонких фольг имеет ряд особенностей, связанных, в первую очередь с упругим сплющиванием прокатных валков.

3.8.1. Математическая модель холодной прокатки бериллиевых фольг

Задачи о расчете напряжений и деформаций в бериллиевых фольгах различной толщины были выполнены в квазистатической постановке с использованием динамического решателя Explicit в ABAQUS. Для уменьшения объема вычислений использовали двумерную постановку (плоско-де-

формированное состояние) с условием симметрии. На нижней поверхности прокатываемой фольги задавали граничные условия в виде нулевых перемещений в вертикальном направлении. Для прокатного валка задавали граничные условия в виде нулевого перемещения оси валка в горизонтальном и вертикальном направлениях и постоянной угловой скорости вращения 0,3 рад/с. Расстояние между центрами валков при моделировании считали неизменным, т. е. упругое растяжение клети не учитывали.

Расчетная сетка для прокатываемой фольги состояла из четырех узловых элементов типа CPE4R с восемью элементами по толщине фольги. Для адекватного описания контактного взаимодействия прокатываемой фольги с валком на прокатном валке в контактной области было создано локальное сгущение сетки конечных элементов (рис. 3.53).

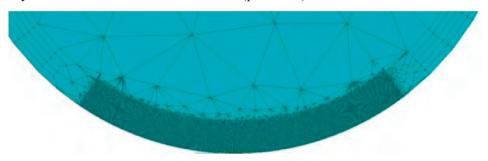


Рис. 3.53. Дискретизация расчетной сетки валка в области контакта с прокатываемой фольгой

Это позволило обеспечить относительно малый размер элемента в контактной области, сопоставимый с размером элемента прокатываемой полосы. Основная расчетная сетка валка состояла из трехузловых элементов типа CPE3, на контактной области использовали четырехузловые элементы типа CPE4R.

Для описания контакта между валком и фольгой использовали дискретизацию контакта «поверхность—поверхность», конечное скольжение, метод штрафных функций и «жесткий» контакт (бесконечный рост давления при взаимопроникновении поверхностей). Управляющей поверхностью являлась поверхность валка, управляемой — поверхность прокатываемой фольги.

Трение между поверхностью фольги и рабочего валка задавали по модели Кулона, согласно которой контактирующие поверхности проскальзывают относительно друг друга при выполнении условия

$$\tau_{\rm eq} \ge \tau_{\rm crit} \,, \tag{3.20}$$

где $\tau_{\rm eq}$ и $\tau_{\rm crit}$ — соответственно эквивалентное касательное и критическое напряжения в контактной паре.

Значение критического напряжения τ_{crit} определено из соотношения:

$$\tau_{\rm crit} = \mu p, \tag{3.21}$$

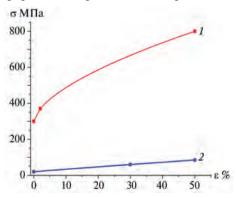
где μ — коэффициент трения, p — контактное напряжение.

Для валка использовали упругую модель среды, свойства которой задавали модулем упругости $E=210~\Gamma\Pi a$ и коэффициентом Пуассона v=0,3. Для бериллия использовали упруго-пластическую модель среды с упрочнением. Упругие свойства металла задавали модулем упругости $E=290~\Gamma\Pi a$ и коэффициентом Пуассона v=0,02~[150].

Таким образом, созданная расчетная модель позволила учесть все существенные параметры холодной прокатки — упрочнение материала фольги при прокатке, упругую деформацию валка, трение на поверхности контакта. Расчет состоял из двух этапов. На первом этапе (для неустановившегося процесса) для обеспечения захвата фольги валками задавали граничные условия в виде скорости перемещения 0,1 м/с, приложенной к заднему концу прокатываемой фольги. На втором этапе расчета, соответствующем установившемуся процессу прокатки после формирования продолжительного очага деформации, данное граничное условие не использовали, таким образом, прокатка осуществлялась только за счет сил трения.

3.8.2. Анализ напряженно-деформированного состояния в бериллии при холодной прокатке фольг

При разработке неразрушающих технологий холодной прокатки бериллия важно оценить характер напряженно-деформированного состояния металла. Основными особенностями бериллия являются относительно высокие значения модуля Юнга, а также характер упрочнения, связанный с текстурой материала. Исходя из этого, анализ НДС при холодной прокатке бериллия целесообразно проводить при сопоставлении данных прокатки других материалов с меньшими значениями параметров сопротивления деформации и модуля Юнга. В настоящей работе в качестве материала для сравнения мы использовали алюминий. Для бериллия и алюминия применяли упруго-пластическую модель среды с упрочнением. Упругие свойства алюминия задавали модулем упругости E=69,0 ГПа и коэффициентом Пуассона v = 0.33 [151]. Для моделирования пластического течения бериллия и алюминия задавали зависимости предела текучести $\sigma_{0,2}$ от степени деформации (рис. 3.54), полученные экспериментально при помощи испытаний на растяжение фольг толщиной 50-100 мкм с различной накопленной деформацией при холодной прокатке.



 $Puc.\ 3.54.\$ Зависимости предела текучести $\sigma_{0,2}$ от степени деформации для бериллия (I) и алюминия (2), принятые при моделировании

В результате решения задачи были определены изменения толщины прокатываемых фольг с учетом упругого сплющивания валка и полосы (см. табл. 3.1), а также получены поля распределения напряжений и деформаций в прокатываемой фольге.

Расчеты показывают, что при прокатке бериллиевых фольг, в отличие от прокатки алюминиевых фольг, фактическая степень деформации значительно отличается от заданной, причем это различие увеличивается с уменьшением толщины фольг. Для тонких бериллиевых фольг толщиной 12,5 мкм степень деформации, достигаемая за проход, составляет всего 0,24 % при заданной 20 %. Это объясняется значительной упругой деформацией валка, возникающей вследствие высокого предела текучести и модуля упругости бериллия.

Таблица 3.1. Исходные и рассчитанные параметры прокатки бериллиевых и алюминиевых фольг

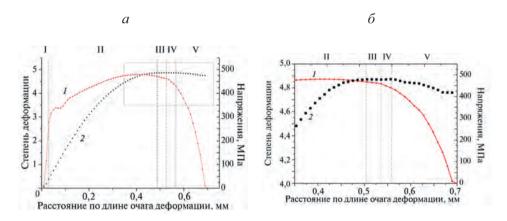
Номер режима прокатки	μ	h_0 ,	h_g ,	h_1 ,	h _{min} ,	δ, мкм	$\varepsilon_g,\%$	$\epsilon_{ m факт}$, %	$p_{ m max}$, МПа	$p_{ m cp}$, МПа	$p_{\rm max}/p_{\rm cp}$
Бериллиевые фольги											
1	0,03	100	80	91,64	91,53	0,11	20	8,36	527,1	433,4	1,216
2	0,3	100	80	92,57	92,44	0,13	20	7,43	573,5	464,5	1,235
3	0,1	100	80	92,34	92,22	0,12	20	7,66	565,7	458,5	1,234
4	0,1	100	70	87,26	87,18	0,08	30	12,74	678,8	541,5	1,253
5	0,1	100	60	82,27	82,24	0,03	40	17,73	791,7	621,4	1,274
6	0,03	50	40	47,62	47,56	0,06	20	4,76	479,8	385,4	1,245
7	0,03	25	20	24,55	24,52	0,03	20	1,8	416,9	317,7	1,312
8	0,03	12,5	10	12,47	12,45	0,02	20	0,24	339,2	245,5	1,382
Алюминиевые фольги											
1	0,03	100	80	80,71	80,64	0,07	20	19,29	56,7	42,2	1,343
2	0,3	100	80	80,94	80,87	0,07	20	19,06	69,7	50,7	1,374
3	0,1	100	80	80,87	80,80	0,06	20	19,13	65,5	48,6	1,349
4	0,1	100	70	71,71	71,63	0,08	30	28,29	97,3	67,0	1,453
5	0,1	100	60	62,84	62,75	0,08	40	37,16	139,1	90,3	1,541
6	0,03	50	40	40,47	40,43	0,04	20	19,07	60,2	44,1	1,367
7	0,03	25	20	20,28	20,25	0,02	20	18,90	63,4	44,5	1,424
8	0,03	12,5	10	10,13	10,12	0,01	20	18,92	67,1	46,9	1,431

Примечания: μ — коэффициент трения, h_0 и h_1 — соответственно толщина фольги до и после прокатки, h_g — межвалковый зазор перед прокаткой, h_{\min} — минимальная толщина фольги в очаге деформации, δ — упругое восстановление фольги после прокатки, ε_g и $\varepsilon_{\text{факт}}$ — соответственно степень деформации по начальному межвалковому зазору и фактически достигнутая при прокатке, p_{\max} и $p_{\text{ср}}$ — соответственно максимальное и среднее контактные напряжения.

Уменьшение коэффициента трения приводит к увеличению достигаемой за проход степени деформации. На рис. 3.55 приведен график изменения фактической степени деформации и нормальных контактных напряжений при прокатке бериллиевой фольги толщиной 50 мкм при коэффициенте трения $\mu = 0.03$ со степенью деформации $\epsilon_g = 20$ %. (здесь и далее степень деформации указана исходя из исходного межвалкового зазора для недеформированных валков, а не конечной толщины фольги). Расчетная модель показывает наличие пяти зон очага деформации:

- зону упругой деформации на входе в очаг (I),
- зону пластической деформации на входе в очаг (II),
- центральную зону сплющивания (III) (которую некоторые авторы называют также средней зоной упругой деформации или зоной прилипания),
 - зону пластической деформации на выходе из очага (IV),
- зону упругого (или упруго-пластического) восстановления полосы на выходе из очага (V).

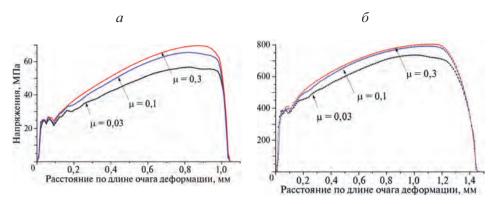
Зона III определена по постоянству толщины полосы на этом участке (см. рис. 3.55, δ). Такая форма очага деформации хорошо согласуется с литературными данными [152–154].



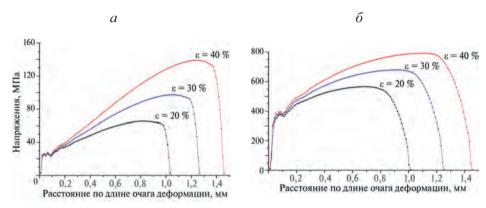
Puc.~3.55. Изменение фактической степени деформации полосы ε_g и контактных напряжений по длине очага деформации (a) и в окрестностях зоны сплющивания (b) при прокатке отожженной бериллиевой фольги толщиной 50 мкм при степени деформации $\varepsilon_g = 20$ % и коэффициенте трения $\mu = 0.03$.

 \tilde{I} — напряжения, $\tilde{2}$ — степень деформации, прмоугольником выделен увеличенный фрагмент графика

На рис. 3.56—3.58 приведены эпюры контактных напряжений, возникающих в очаге деформации при прокатке алюминиевых и бериллиевых фольг толщиной 12,5—100 мкм с различными степенями деформации и коэффициентами трения. Расчеты показывают, что максимум контактных напряжений смещен в сторону выхода из очага деформации. Данный факт также хорошо согласуется с литературными данными и может быть объяснен упрочнением металла в ходе холодной прокатки.



Puc.~3.56.~Эпюры контактных напряжений в очаге деформации при прокатке алюминиевой (a) и бериллиевой фольги (б) с исходной толщиной 100 мкм, степенью деформации $\varepsilon_g=20~\%$ и различными значениями коэффициента трения μ



Puc.~3.57.~Эпюры контактных напряжений в очаге деформации при прокатке алюминиевой (a) и бериллиевой фольги (б) с исходной толщиной 100 мкм с различными степенями деформации ε_o и коэффициенте трения $\mu=0,1$

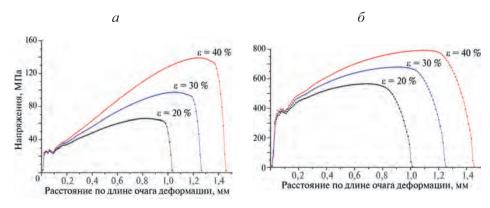


Рис. 3.58. Эпюры контактных напряжений в очаге деформации при прокатке алюминиевой (a) и бериллиевой фольги (б) разной толщины мкм при степени деформации $\varepsilon_{\rm g} = 20~\%$ и коэффициенте трения $\mu = 0.03$

По рис. 3.56 видно, что с повышением коэффициента трения µ контактные нормальные напряжения увеличиваются, при этом характер эпюры практически не изменяется.

На рис. 3.57 приведены зависимости, иллюстрирующие влияние заданной степени деформации $\varepsilon_{\rm g}$ на контактное давление при прокатке алюминия и бериллия. Видно, что с ростом ε_{σ} увеличиваются контактные напряжения и длина очага деформации. При прокатке алюминия контактные напряжения с уменьшением толщины фольг возрастают, а при прокатке бериллия — падают (см. рис. 3.58). Это объясняется тем, что фактическая степень деформации при прокатке бериллия значительно уменьшается с уменьшением исходной толщины фольг (см. табл. 3.1).

Для анализа влияния параметров холодной прокатки на вероятность разрушения бериллия были оценены гидростатические напряжения (hydrostatic stress) и параметр жесткости напряженного состояния (stress triaxiality).

Гидростатические напряжения для плоского деформированного состояния вычисляются по формуле:

$$\sigma_0 = (\sigma_1 + \sigma_3)/2, \tag{3.22}$$

где σ_1 и σ_3 — главные напряжения.

Параметр жесткости напряженного состояния η можно определить как:

$$\eta = \sigma_0 / \sigma_i, \tag{3.23}$$

где σ_i — интенсивность нормальных напряжений (по Мизесу). Параметры σ_0 и η (см. уравнения (3.22) и (3.23)) широко используются в современной вычислительной механике для прогноза разрушения [155-157]. Жесткость напряженного состояния η также используется в известной модели разрушения Джонсона—Кука [120].

На рис. 3.59 и 3.60 приведены эпюры гидростатических напряжений в очаге деформации при прокатке алюминиевых и бериллиевых фольг толщиной 12,5-100 мкм с различными степенями деформации и коэффициентами трения.

По рис. 3.59 и 3.60 видно, что рассмотренные режимы прокатки характеризуются благоприятной с точки зрения отсутствия разрушения схемой НДС с преобладающим действием сжимающих напряжений. Исключение составляют узкие области на входе и выходе металла из очага деформации. При этом следует отметить, что области с преобладающим действием растягивающих напряжений соответствуют зонам упругих деформаций, разрушение бериллия в которых маловероятно.

Отметим, что увеличение степени деформации приводит к увеличению сжимающих напряжений, тем самым делая схему НДС более благоприятной (рис. 3.59). С уменьшением толщины полосы схема НДС становится более благоприятной для алюминия и менее благоприятной для бериллия (см. рис. 3.60), что можно объяснить одновременным уменьшением фактической степени деформации для бериллия. Одним из способов повышения гидростатических сжимающих напряжений при холодной прокатке бериллия и алюминия является увеличение коэффициента трения µ.

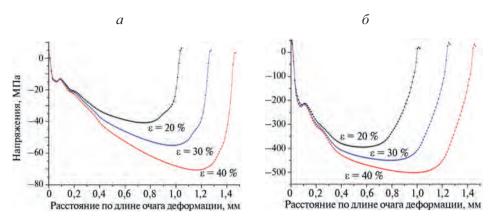


Рис. 3.59. Эпюры гидростатических напряжений в очаге деформации алюминиевой (*a*) и бериллиевой фольг (δ) толщиной 100 мкм при разных степенях деформации и коэффициенте трения $\mu = 0,1$

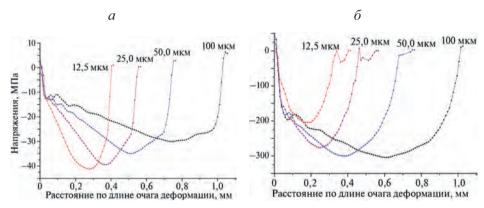


Рис. 3.60. Эпюры гидростатических напряжений в очаге деформации при прокатке алюминиевых (*a*) и бериллиевых (*б*) фольг разной толщины мкмпри степени деформации $\epsilon_{\rm g} = 20~\%$ и коэффициенте трения $\mu = 0.03$

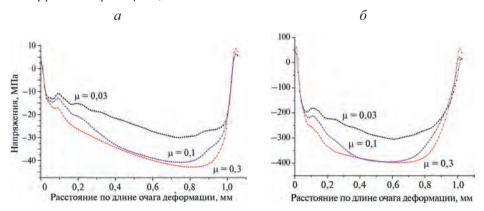
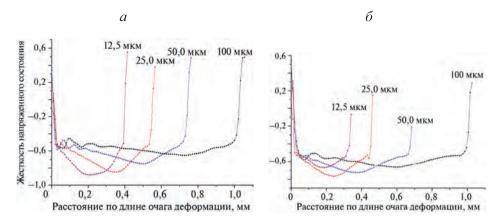


Рис. 3.61. Эпюры гидростатических напряжений в очаге деформации при прокатке фольг толщиной 100 мкм из алюминия (a) и бериллия (δ) со степенью деформации $\epsilon_g = 20~\%$ и различном коэффициентом трения μ



Puc.~3.62.~ Изменение жесткости напряженного состояния по длине очага деформации при прокатке алюминиевых (a) и бериллиевых (δ) фольги толщиной 12,5–100 мкм со степенью деформации $\epsilon_o=20~\%$ и коэффициентом трения $\mu=0,03$

На рис. 3.61 и 3.62 приведены графики изменения параметра жесткости напряженного состояния η в очаге деформации при прокатке фольг толщиной 12,5–100 мкм из алюминия и бериллия. Положительные значения η и разрушение возможны лишь в областях входа металла в очаг деформации и выхода из него (рис. 3.61 и 3.62). Как и в случае гидростатических напряжений, наиболее неблагоприятные с точки зрения разрушения области (с наибольшим значением η) соответствуют зонам упругой деформации. При этом максимальные по модулю значения параметра жесткости η по мере уменьшения толщины полос увеличиваются и для алюминия, и для бериллия. Для толщины 12,5 мкм у бериллия η уменьшается из-за снижения фактической степени деформации (см. табл. 3.1). Следовательно, наиболее благоприятная схема НДС наблюдается при холодной прокатке тонкого бериллия с высоким коэффициентом трения (без смазки).

Глава 4. Деформация и разрушение бериллиевых фольг при эксплуатации в рентгеновской технике

В главе 1 было отмечено, что детектор работает, когда в его камере создан высокий вакуум, вследствие чего бериллиевое окно неизбежно подвергается нагружению внешним атмосферным давлением. Нагружение в зависимости от типа детектора и характера его эксплуатации может иметь и статический, и циклический характер. При своей относительно малой толщине и большой активной площади бериллиевое окно может значительно деформироваться при нагружении внешним давлением, что способно вызвать его разрушение и привести к выходу детектора из строя.

Очевидно, что напряженно-деформированное состояние фольг и, как следствие, вероятность их разрушения определяются физико-механическими свойствами бериллия, геометрическими параметрами рентгеновских окон, а также наличием или отсутствием в них каких-либо дефектов.

Таким образом, разработка и верификация моделей прогнозирования разрушения бериллиевых фольг при их эксплуатации в детекторах рентгеновского излучения является важной задачей.

4.1. Деформация и разрушение фольг в условиях статического нагружения

4.1.1. Экспериментальные исследования деформации и разрушения бериллиевых фольг при статическом нагружении внешним давлением

Хорошо известно, что методы, обычно используемые для измерения механических свойств на полноразмерных образцах, непосредственно не применяются к тонким фольгам [158]. К примеру, механические свойства тонких фольг (толщина которых в 100 раз и более меньше ширины образца) при испытаниях на растяжение могут значительно отличаться от механических свойств, полученных при испытаниях полноразмерных образцов из того же материала. Это хорошо известное явление, называемое в литературе «масштабным фактором» [159, 160].

При испытаниях фольг на статическое растяжение можно оценить механические свойства материала, однако при растяжении достигаются лишь относительно небольшие степени деформации [161]. Этот факт препятствует определению показателя упрочнения и предельной деформации до разрушения материала. Бериллий — хрупкий металл, поэтому сведения о его пластичности и предельных деформациях крайне важны для оценки надежности и долговечности работы бериллиевых окон в детекторах рентеновского излучения. Для устранения указанного недостатка при тестировании тонких фольг часто применяется нагружение внешним давлением

(bulge test). Такой вид испытаний считается одним из самых достоверных методов определения механических свойств тонких фольг, поэтому широко используется при тестировании алюминия [162], меди [161], стали [163], германия [164] и других материалов. Применительно к бериллию данный метод также весьма эффективен, поскольку максимально соответствует условиям эксплуатации окна в детекторе рентгеновского излучения. Общая схема проведения испытаний приведена на рис. 4.1 [164].

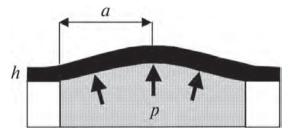


Рис. 4.1. Общая схема испытаний фольги радиусом a и толщиной h на нагружение внешним давлением p [164]

В ходе испытания образец фольги фиксируют на оснастке и подвергают воздействию давления газа или жидкости. Показатели механических свойств фольги оцениваются по максимальному прогибу фольги (т. е. отклонению от исходного положения). Прогиб измеряют при помощи специальных приборов — ССD-камер [162], лазерных интерферометров [158, 165] и др.

Схема напряженно-деформированного состояния при данном типе нагружения позволяет достичь существенно больших деформаций фольг по сравнению с испытаниями на растяжение. К примеру, в работе [162] сделан сравнительный анализ методов нагружения внешним давлением и растяжением алюминиевых фольг толщиной 25–500 мкм. Напряжения течения для нагружения внешним давлением определены по соотношению теории мембран [162]:

$$\sigma = \frac{pR}{2t},\tag{4.1}$$

где p — приложенное внешнее давление, R — максимальный прогиб в центре фольги, t — толщина образца.

Деформации фольги были измерены при помощи оптической аналитической системы, оснащенной ССD-камерами. На рис. 4.2 сравниваются кривые пластического течения, полученные путем растяжения и нагружения внешним давлением.

Хорошо видно, что предельные деформации в момент разрушения существенно различаются. Особенно важно, что при помощи нагружения внешним давлением можно получить кривые пластического течения в диапазоне деформаций, приблизительно в 2,5 раза превышающем диапазон деформаций при испытаниях на растяжение (рис. 4.3).

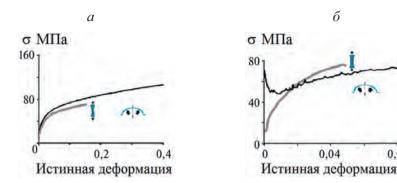


Рис. 4.2. Кривые пластического течения [162], полученные в испытаниях алюминиевых фольг (Al 99,5) толщиной 200 (a) и 25 мкм (δ) при нагружении внешним давлением и растяжении

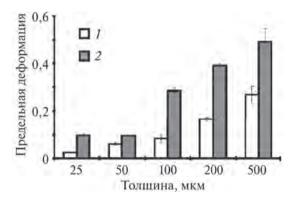


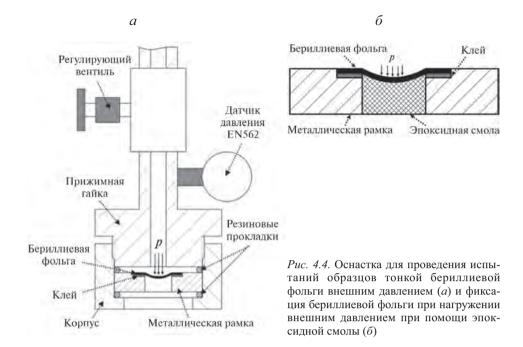
Рис. 4.3. Деформации в момент разрушения для испытаний на статическое растяжение (1) и нагружение внешним давлением (2) [162]

0.08

Исследования, выполненные в работе [162], представляют большой практический интерес и могут быть использованы для оценки физико-механических свойств тонких бериллиевых фольг. На основании экспериментально измеренных прогибов можно рассчитать значения накопленной в фольге деформации, например, при помощи метода конечных элементов.

Экспериментальные исследования деформации тонких бериллиевых фольг при статическом нагружении внешним давлением выполняли при помощи специально разработанной оснастки (рис. 4.4, a).

Бериллиевые фольги вклеивали (или впаивали) в металлические рамки в виде дисков с отверстием. Рамки с вклеенными фольгами фиксировали в корпусе оснастки при помощи зажимной части. Нагружение осуществляли сжатым гелием при скорости нарастания давления 0,2 атм/с, давление измеряли по манометру (конструкция типа EN 562). Чтобы в ходе эксперимента измерить деформации (прогибы) фольг, необходимые для верификации конечно-элементной модели, после достижения заданного давления испытываемые образцы заливали эпоксидной смолой (рис. $4.4, \delta$). После окончательного отверждения смолы давление в системе сбрасывали до ат-

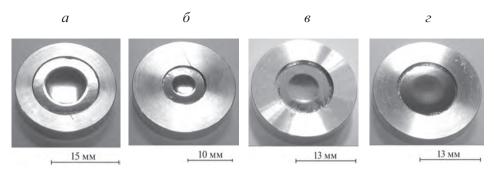


мосферного, а затем измеряли максимальный прогиб фольги при помощи часового микрометра, установленного на специальном штативе (погрешность измерения ± 1 мкм). При определении давлений в момент разрушения тонких бериллиевых фольг использовали специальную камеру для предотвращения разлета частиц бериллия в атмосферу.

Бериллиевые фольги в зависимости от технологии производства могут иметь различные физико-механические свойства (см. главы 1 и 2). Для исследования деформации и разрушения при нагружении внешним давлением использовали тонкие фольги, изготовленные по разработанной технологии холодной прокатки в сочетании с высоковакуумным отжигом. Такая технология обеспечила относительно высокие показатели свойств: $\sigma_{0,2} = 360 \text{ М}\Pi$ а; $\sigma_{\rm B} = 410 \text{ M}\Pi$ а; $\delta = 6 \%$ (режим 3, технический бериллий, см. рис. 2.51).

Дополнительно были исследованы фольги, имеющие меньшие показатели механических свойств: $\sigma_{0,2}=200$ МПа; $\sigma_{\rm B}=320$ МПа; $\delta=3,5$ % (режим 1, дистиллированный бериллий, см. рис. 2.51). Кроме того, также испытывали фольги, не подвергнутые операции отжига после холодной прокатки. Такие фольги обладали следующим комплексом свойств: $\sigma_{0,2}=550$ МПа; $\sigma_{\rm B}=550$ МПа; $\delta=0,08$ % (см. рис. 2.51).

Рис. 4.5 иллюстрирует характер деформации бериллиевых фольг различной толщины после нагружения внешним давлением и фиксации деформированной фольги (нагруженной внешним давлением) при помощи эпоксидной смолы. Результаты испытаний образцов бериллиевых фольг в различном состоянии и замеров прогибов приведены в табл. 4.1.



 $Puc.\ 4.5.$ Образцы бериллиевых фольг после испытаний на статическое нагружение внешним давлением, зафиксированные эпоксидной смолой для замера прогибов: a — толщина фольги 23 мкм, давление 6 атм; δ — толщина фольги 16 мкм, давление 6 атм; δ — толщина фольги 5 мкм, давление 3 атм; ϵ — толщина фольги 100 мкм, давление 6 атм

Таблица 4.1. Параметры и результаты испытаний бериллиевых фольг на статическое нагружение внешним давлением

Толщина фольг, мкм	Апертура, мм	Давление, атм	Предел текучести $(\sigma_{0,2})$, МПа	Измеренный максимальный прогиб фольг, мкм
15,0	6,3	4	360	190–200
15,0	6,3	6	360	250–270
16,0	5,0	6	360	165–170
22,5	5,0	6	360	90–100
23,0	7,0	6	360	220–250
23,0	10,0	6	360	335–340
100	7,0	6	200	70–90

Выполненные эксперименты позволили установить максимальные прогибы образцов фольг под воздействием внешнего давления. Полученные данные, а также результаты испытаний фольг на растяжение (см. главу 2) были использованы для разработки и верификации численных моделей деформации и разрушения бериллиевых фольг при различных условиях нагружения (статического и циклического). Для анализа разрушения были изготовлены тонкие фольги толщиной 5–9 мкм, поскольку при большей толщине (при апертуре 5–10 мм) их не удалось довести до разрушения при давлении вплоть до 6 атм. Эксперименты по нагружению тонких фольг до разрушения также были выполнены с использованием разработанной оснастки (см. рис. 4.4). Рис. 4.6 иллюстрирует характер разрушения окон при нагружении внешним давлением.

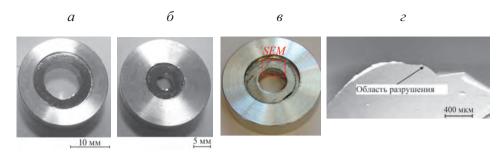


Рис. 4.6. Результаты испытаний по нагружению бериллиевых окон внешним давлением до разрушения

a — толщина фольги 9 мкм, апертура 10 мм, разрушение при 5 атм; δ — толщина 8,5 мкм, апертура 5 мм, разрушение при 6 атм; ϵ — толщина 5 мкм, апертура 7 мм, разрушение при 4 атм (прямоугольником выделен фрагмент, показанный на части ϵ , SEM — Scanning Electron Microscope, PЭM); ϵ — РЭМ-изображение поверхности разрушения фольги толщиной 5 мкм

Результаты показали, что при статическом нагружении полученных по разработанным технологиям окон с апертурой 5-10 мм (стандартные размеры большинства современных детекторов) [9, 44] внешнее давление в момент разрушения составило 4-6 атм. Это в несколько раз больше требуемых значений, которые составляют 1,0-1,2 атм, (табл. 4.2).

Таблица 4.2. Параметры и результаты испытаний тонких бериллиевых фольг на статическое нагружение внешним давлением до разрушения

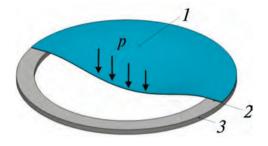
Толщина фольг, мкм	Апертура окна, мм	Предел текучести $(\sigma_{0,2}), \text{МПа}$	Среднее давление при разрушении окон, атм	Требуемое давление при разрушении, атм	
9,0	10,0	550	4,0	1,0-1,2	
8,5	5,0	200	6,2	1,0-1,2	
5,0	7,0	360	4,1	1,0-1,2	

Таким образом, разработанные технологии позволяют существенно снизить толщину и увеличить апертуру окон в современных детекторах рентгеновского излучения.

4.1.2. Численное моделирование деформации бериллиевых фольг при статическом нагружении

Задачу о расчете деформации и прогнозировании разрушения тонких бериллиевых фольг при нагружении внешним давлением решали методом конечных элементов в ABAQUS. Для сравнения результатов расчетов дополнительно использовали аналитическое решение задачи о больших прогибах мембран. В качестве граничных условий моделирования задавали жесткую заделку точек расчетной сетки, принадлежащих области фиксирования

окна (пайка или вклейка, рис. 4.7). Внешнее давление при моделировании прикладывали только к узлам, соответствующим области апертуры (области внешнего воздействия).



Puc. 4.7. Крепление бериллиевых фольг к корпусу детектора рентгеновского излучения.

1 — бериллиевая фольга, 2 — область пайки, 3 — корпус детектора

Поскольку при нагружении внешним давлением для определенных геометрических конфигураций бериллиевых окон возможен переход упругой деформации в пластическую, для сравнительного анализа использовали две модели материала — упругую и упруго-пластическую. Для упругой модели свойства материала задавали модулем упругости $E=290\ \Gamma\Pi a$ и коэффициентом Пуассона $v=0.02\ [81]$. Для упруго-пластической модели, помимо упругих свойств, дополнительно задавали предел текучести и кривые пластического течения бериллия (рис. 4.8).

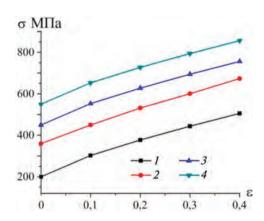


Рис. 4.8. Кривые пластического течения, принятые при моделировании нагружения тонких фольг в ABAQUS.

1—4 — соответственно $\sigma_{xx} = 200, 350, 450$

1—4 — соответственно $\sigma_{0,2}$ = 200, 350, 450 и 550 МПа

Отметим, что при нагружении внешним давлением и при испытаниях на растяжение наблюдается сходство в кривых пластического течения (см. рис. 4.2, *a*) [162]. Поэтому для описания реологических свойств материала были использованы зависимости напряжений от деформации, полученные при помощи испытаний на статическое растяжение бериллиевых фольг в различном состоянии (см. главу 2). Кривые течения были экстраполированы в область больших деформаций по степенному закону упрочнения.

Для анализа деформации фольг толщиной более 50 мкм использовали трехмерную постановку с условиями симметрии. Для решения задачи в трехмерной постановке применяли два типа элементов — гекса- (C3D8R) и тетрагональные (C3D10M) (рис. 4.9).

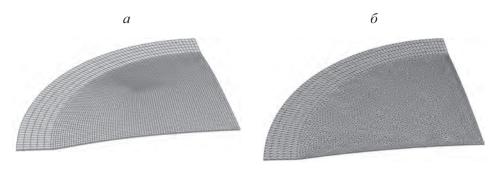


Рис. 4.9. Форма бериллиевого окна толщиной 200 мкм с апертурой 5 мм после нагружения давлением в 2 атм, рассчитанная в ABAQUS с использованием элементов C3D8R (a) и C3D10M (δ)

Решение задачи о деформации бериллиевых фольг толщиной менее 50 мкм в трехмерной постановке сопряжено со значительными вычислительными трудностями, связанными с созданием и последующим искажением сетки конечных элементов. Деформацию таких фольг определяли, используя двумерную осесимметричную постановку и оболочечные элементе SAX1 с 15 точками интеграции по толщине элемента. В такой постановке с использованием конечноэлементной сетки из 500 элементов SAX1 рассчитывали деформацию бериллиевых окон толщиной 5–25 мкм с апертурами 5–10 мм, нагружаемых давлением 1–7 атм.

Аналитическое решение для расчета отклонения при больших прогибах фольг и мембран круглой формы представлено в работе [166]. Оно основано на известном уравнении для определения малого прогиба круглой пластины при нагружении равномерно приложенным давлением [167]:

$$w(r) = \frac{Pa^4}{64D} \left[1 - \left(\frac{r}{a}\right)^2 \right]^2, \tag{4.2}$$

где w — прогиб, м; r — радиальная координата, м; a — радиус пластины, м; P — приложенное давление, Па; D — жесткость пластины на изгиб, Па·м³. Жесткость пластины на изгиб D равна

$$D = \frac{Eh^3}{12(1-v^2)} \tag{4.3}$$

где E — модуль Юнга материала пластины, Па; v — коэффициент Пуассона материала; a и h — соответственно радиус и толщина пластины, м.

Для определения величины w при больших прогибах заделанной по периметру круглой пластины уравнение (4.2) используется в виде:

$$w(r) = f \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right]^2, \tag{4.4}$$

где

$$f = \sqrt[3]{-\frac{\beta}{2} + \gamma} + \sqrt[3]{-\frac{\beta}{2} - \gamma},\tag{4.5}$$

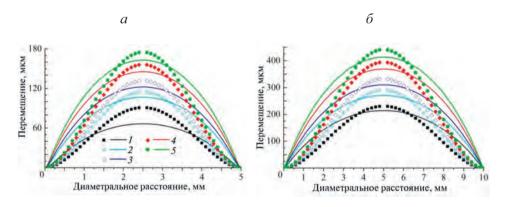
$$\gamma = \sqrt{\frac{\alpha^3 + \beta^2}{27 + 4}},\tag{4.6}$$

$$\alpha = 14 \frac{4h^2 + 3a^2 \varepsilon_i (1 + v)}{(1 + v)(23 - 9v)},$$
(4.7)

$$\beta = \frac{-7Pa^4h^2}{8D(1+v)(23-9v)},\tag{4.8}$$

Уравнения (4.6)–(4.8) позволяют учесть влияние напряженного состояния пластины и ее начальной деформации (параметр ε_i в уравнении (4.6)) на значения w при больших прогибах.

На рис. 4.10 приведены расчетные профили фольг, полученные по аналитическим зависимостям в сравнении с профилями, рассчитанными в ABAQUS с использованием упругой модели среды материала. Максимальные прогибы достаточно близки для всех толщин и апертур бериллиевых окон, причем аналитические зависимости показывают несколько завышенные прогибы, что выражается в более резком нарастании вертикального перемещения. Отметим, что рассчитанные в ABAQUS профили бериллиевых фольг после нагружения внешним давлением ближе к реальным, чем профили, рассчитанные аналитическими методами.



Puc.~4.10. Профили бериллиевых фольг толщиной 8 мкм при нагружении внешним давлением 1 (I), 2 (2), 3 (3), 5 (4) и 7 атм (5), рассчитанные по аналитическим зависимостям (4.4) – (4.8) (точки) и в ABAQUS (сплошная линия) с использованием упругой модели среды для апертур окон 5 (a) и 10 мм (δ)

На рис. 4.11 сравниваются профили фольг, рассчитанные в ABAQUS с использованием упругой и упруго-пластической моделей среды материала. Видно, что при низком давлении нагружения (1–3 атм) профили практически совпадают, но с его ростом максимальные перемещения различаются уже значительно. Их различия связаны с моментом перехода упругой деформации в пластическую.

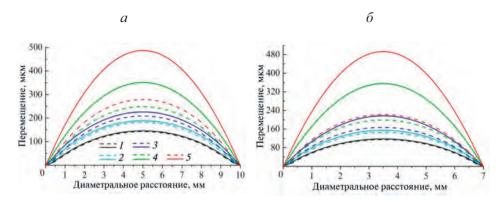
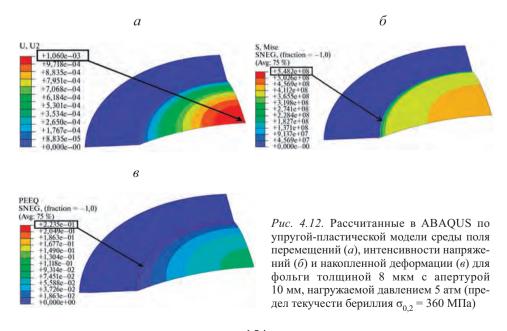


Рис. 4.11. Профили бериллиевых фольг разной толщины и апертуры при нагружении внешним давлением 1 (*I*), 2 (*2*), 3 (*3*), 5 (*4*) и 7 атм (*5*), рассчитанные в ABAQUS по упругой (сплошная линия) и упруго-пластической (пунктир) моделям среды (предел текучести бериллия $\sigma_{0.2} = 360 \text{ МПа}$).

a — толщина 25 мкм, апертура 10 мм; δ — толщина 12 мкм, апертура 7 мм

На рис. 4.12 приведены рассчитанные поля значений перемещений, напряжений и деформаций фольги при нагружении внешним давлением. Видно, что максимальные значения интенсивности напряжений и деформаций сосредоточены в узкой области окна, непосредственно граничащей с местом крепления (рис. 4.12, δ — ϵ). Приведенный на рис. 4.12 характер распределения напряжений и деформаций также отмечен в работе [168] при конечно-элементном моделировании нагружения тонких графеновых пленок (рис. 4.13).



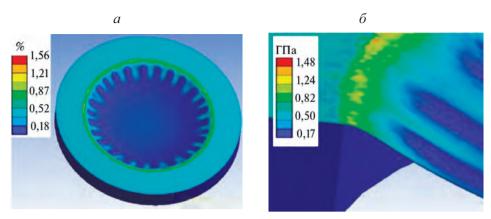
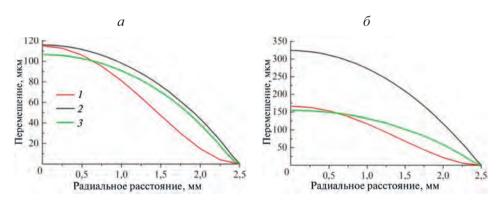


Рис. 4.13. Результаты конечно-элементного моделирования нагружения тонких пленок из графена диаметром 1 мм и толщиной 1 мкм давлением 1 атм [168]. a — интенсивность деформаций ε ; δ — интенсивность напряжений по Мизесу

С возрастанием давления различие между упругим решением и решением в упруго-пластической постановке значительно возрастает. Чем больше апертура нагружаемой фольги, тем более развита пластическая деформация и тем сильнее различия в результатах аналитического и конечноэлементного расчета (рис. 4.14).



Puc.~4.14. Сравнение рассчитанных различными методами профилей фольг толщиной 8 мкм и апертурой 5 мм при нагружении внешним давлением 2 (a) и 6 атм (δ). I — аналитическое решение; 2 и 3 — расчет в ABAQUS соответственно по упруго-пластической и упругой моделям

Сравнение экспериментальных и рассчитанных значений максимального прогиба бериллиевых фольг при статическом нагружении внешним давлением приведено в табл. 4.3: расчеты в ABAQUS с использованием упруго-пластической модели среды материала показывают близкие к экспериментально измеренным данным значением прогибов, что позволяет судить

о достоверности разработанной конечно-элементной модели в этом пакете. Аналитическое решение и решение с использованием упругой модели среды материала дают несколько заниженные результаты максимального прогиба фольг.

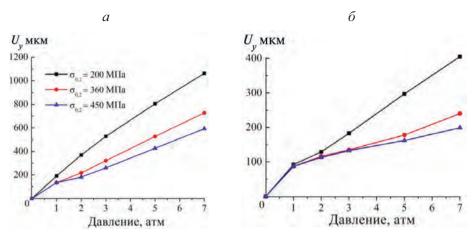
Значения накопленной интенсивности деформации ε_i , рассчитанные в ABAQUS с использованием упруго-пластической модели среды, для экспериментальных данных нагружения приведены в табл. 4.4. Расчеты показывают, что при нагружении внешним давлением в бериллиевых фольгах могут накапливаться очень значительные для бериллия пластические деформации до 10-15% (табл. 4.4), при этом признаков разрушения не наблюдается (см. рис. 4.5).

Таблица 4.3. Сравнение рассчитанных и экспериментальных значений максимальных прогибов в бериллиевых фольгах, нагружаемых внешним давлением

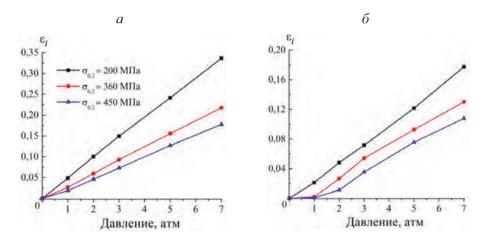
				Макс	Измеренные		
Толщина фольги, мкм	Апертура, мм	Давление, атм	Предел текучести $(\sigma_{0,2})$, МПа	Аналити- ческое решение	ABAQUS с упругой моделью среды, мкм	ABAQUS с упруго- пластической моделью среды, мкм	значения максимального прогиба фольги, мкм
15	6.3	4	360	164	150	190	190–200
15	6,3	6	360	182	169	276	250–270
16	5	6	360	131	121	164	165–170
22,5	5	6	360	114	106	122	90–100
23	7	6	360	182	167	225	220–250
23	10	6	360	254	236	369	335–340
100	7	6	200	52	40	55	70–90

На рис. 4.15 сравниваются показатели максимального прогиба фольги и интенсивности накопленной пластической деформации для различных пределов текучести бериллия при нагружении фольг толщиной 8 и 25 мкм. Видно, что при больших толщинах фольг и малом приложенном давлении нагружения (менее 1 атм) разница между прогибами фольг практически отсутствует. При большом давлении нагружения повышение предела текучести существенно снижает значения прогиба (различие в прогибах может достигать 500 мкм для фольг толщиной 8 мкм).

При нагружении фольг из бериллия толщиной 25 мкм с пределом текучести $\sigma_{0,2}=450$ МПа и более фольги практически не испытывают пластической деформации при давлениях нагружения до 2 атм и апертуре 7 мм. В то время в фольгах толщиной 8 мкм, изготовленных из бериллия с пределом текучести $\sigma_{0,2}=200$ МПа, уже при давлении 2 атм пластическая деформация в месте локализации достигает $\varepsilon_i=0,1$ (рис. 4.16).



Puc.~4.15.~ Зависимости максимальных значений перемещения фольги U_y от приложенного давления для различного предела текучести бериллия. a — апертура 7 мм, толщина 8 мкм; δ — апертура 7 мм, толщина 25 мкм



Puc.~4.16. Зависимости максимальных значений интенсивности деформаций ε_i от величины приложенного давления для различного предела текучести бериллия. a — апертура 7 мм, толщина 8 мкм; δ — апертура 7 мм, толщина 25 мкм

Таким образом, управление структурным состоянием и физико-механическими свойствами бериллия позволяет регулировать значения прогиба и накопленной пластической деформации рентгеновского окна при его заданной толщине и активной площади.

Таблица 4.4. Рассчитанные в ABAQUS с упруго-пластической моделью среды значения интенсивности деформации в бериллиевых фольгах, нагружаемых внешним давлением

Толщина фольг, мкм	Апертура, мм	Давление, атм	Предел текучести $(\sigma_{0,2})$, МПа	Интенсивность деформации
15	6,3	4	360	0,088
15	6,3	6	360	0,154
16	5	6	360	0,101
22,5	5	6	360	0,083
23	7	6	360	0,117
23	10	6	360	0,155
100	7	6	200	0,016

4.1.3. Прогнозирование разрушения бериллиевых фольг при статическом нагружении внешним давлением

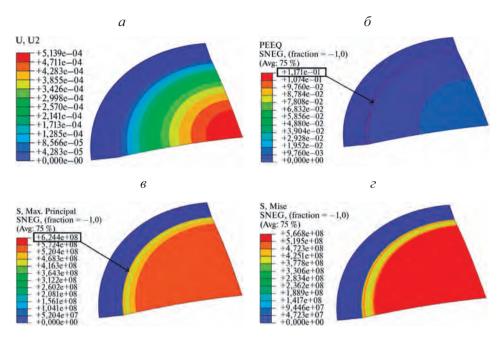
Отметим, что нагружение тонких бериллиевых фольг сопровождается ярко выраженной локализацией пластической деформации и растягивающих напряжений в области возможного разрушения (области крепления окна, см. рис. 4.7). В этом случае для прогноза разрушения можно использовать энергетические критерии, например встроенный в ABAQUS феноменологический критерий Ductile Damage Model [169, 170]. Он по физическому смыслу близок к критериям разрушения, рассмотренным в главе 3. Согласно этому критерию металл разрушается при выполнении условия

$$\omega = \int \frac{d\varepsilon_i}{\varepsilon_{\text{ult}}} = 1, \tag{4.9}$$

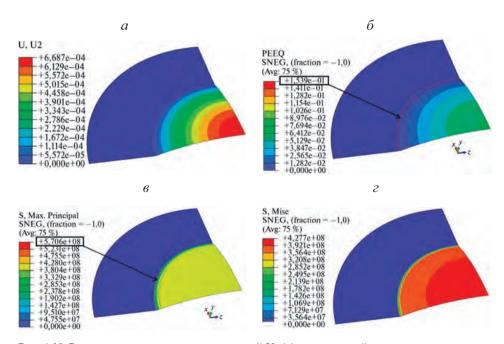
где ω — параметр поврежденности бериллия, ϵ_i — интенсивность пластической деформации, $\epsilon_{\rm ult}$ — интенсивность пластической деформации в момент разрушения (предельное значение критерия).

По данным экспериментального разрушения при статическом нагружении внешним давлением бериллиевых фольг с различными показателями физико-механических свойств можно рассчитать предельную деформацию ($\epsilon_{\rm ult}$) в момент разрушения бериллиевых окон. На рис. 4.17–4.19 приведены некоторые результаты конечно-элементного моделирования статического нагружения фольг внешним давлением.

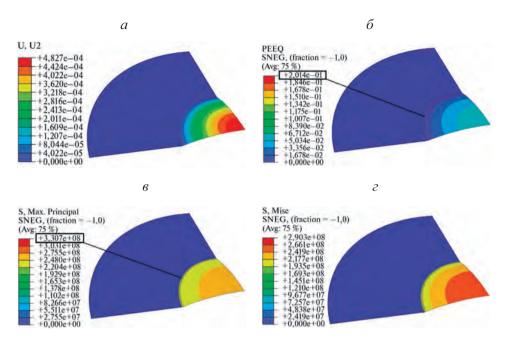
На рис. 4.20 приведены значения предельной деформации (4.9) для фольг с различными показателями физико-механических свойств, рассчитанные при помощи метода конечных элементов по данным опытного тестирования. Полученные данные о предельных значениях критерия (4.9) можно использовать для прогнозирования вероятности разрушения бериллиевых окон различных геометрических конфигураций.



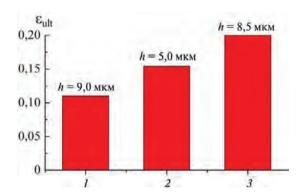
 $Puc.\ 4.17.\$ Рассчитанные значения перемещений U_x (a), накопленной интенсивности пластической деформации ε_i (δ), главного напряжения u (a) и интенсивности напряжений (a) при нагружении окна толщиной 9 мкм и апертурой 10 мм давлением 4 атм



 $Puc.\ 4.18.$ Рассчитанные значения перемещений \mathbf{U}_x (a), накопленной интенсивности пластической деформации $\mathbf{\epsilon}_i$ (δ), главного напряжения $\mathbf{0}_i$ (b) и интенсивности напряжений (b) при нагружении окна толщиной 5 мкм и апертурой 7 мм давлением 4 атм



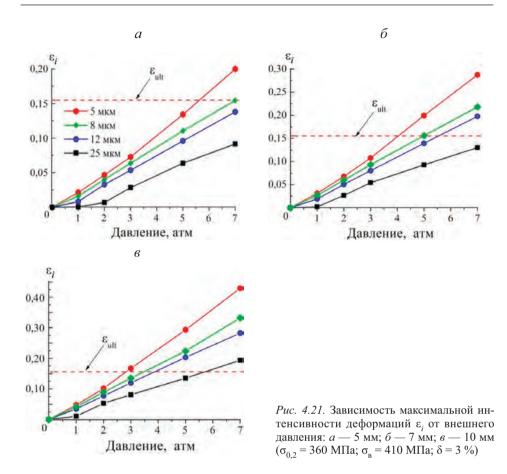
Puc.~4.19.~ Рассчитанные значения перемещений U_x (a), накопленной интенсивности пластической деформации ε_i (δ), главного напряжения u_i (a) и интенсивности напряжений (a) при нагружении окна толщиной 8,5 мкм и апертурой 5 мм давлением 6 атм



Puc. 4.20. Предельные значения критерия (4.9) для фольг с различными показателями физико-механических свойств, рассчитанные в ABAQUS по данным опытного тестирования на нагружение внешним давлением до разрушения.

1−3 — режим обработки: *1* — $\sigma_{0,2} = 550$ МПа, $\sigma_{\rm B} = 550$ МПа, $\delta = 0,08$ %; *2* — $\sigma_{0,2} = 300$ МПа, $\sigma_{\rm B} = 410$ МПа, $\delta = 3,0$ %; *3* — $\sigma_{0,2} = 200$ МПа, $\sigma_{\rm B} = 320$ МПа, $\delta = 3,5$ %

Видно, что бериллиевые фольги толщиной 5 мкм, имеющие повышенные показатели физико-механических свойств, способны без разрушения выдержать давление в 5, 4 и 3 атм при апертуре 5, 7 и 10 мм соответственно.



Таким образом, комплекс экспериментальных исследований, выполненный в сочетании с численным моделированием, позволил установить, что бериллиевые окна при нагружении внешним давлением разрушаются в месте крепления (пайки) из-за локализации пластической деформации и значительных растягивающих напряжений в данной области. Выполненные испытания на статическое нагружение внешним давлением тонких бериллиевых фольг (толщиной 5—10 мкм) до разрушения в сочетании с конечно-элементным моделированием позволили определить предельные значения выбранного критерия разрушения (4.9) для различных структурных состояния бериллия.

4.2. Деформация и разрушение фольг в условиях циклического нагружения

Эксплуатация некоторых типов детекторов рентгеновского излучения предусматривает множество циклов набора вакуума и последующего напуска атмосферы в корпус детектора. Таким образом, нагружение может носить не только статический, но и циклический характер. На протяжении срока службы бериллиевое окно может испытывать до нескольких тысяч

нагружений. Исходя из этого актуальны исследования процессов циклического нагружения тонких бериллиевых фольг в условиях работы в детекторах рентгеновского излучения, направленные на прогнозирование стойкости окон. Как правило, для оценки работоспособности бериллиевых окон проводят натурные циклические испытания [171], при которых окно должно выдержать большое число циклов нагружения (до 10 тыс.).

Для проведения испытаний на циклическое нагружение внешним давлением в систему оснастки (рис. 4.4, а) был встроен управляемый при помощи контроллера электромагнитный клапан А331-1С2. Использование контроллера позволило осуществлять циклическое нагружение в автоматическом режиме. Цикл одного нагружения состоял из напуска газа при заданном давлении, выдержку 1 с и последующую разгрузку до атмосферного давления. Число циклов при испытаниях достигало нескольких тысяч. Подчеркнем, что при экспериментальных циклических нагружениях давление в системе возрастало практически мгновенно. Такие условия тестирования являются максимально «жесткими», в отличие от методики тестирования фольг и пленок, изготовленных из альтернативных материалов, где циклы нагружения и разгрузки длятся несколько секунд [30, 168].

Для получения сведений о напряжениях и деформациях, возникающих в фольге, задача о деформации образцов фольги при циклическом нагружении внешним давлением также была решена в ABAQUS в двумерной осесимметричной постановке с использованием конечноэлементной сетки из 500 элементов SAX1 с 15 точками интеграции по толщине элемента. Нагружение задавали давлением 1,0 и 1,2 атм, приложенным к области апертуры и изменяющимся по закону, приведенному на рис. 4.22.

Исследовали циклическое нагружение круглых бериллиевых окон толщиной 5, 8, 12, 15, 25 и 30 мкм с апертурой 2, 5, 7, 10 и 15 мм. Реологические свойства материала соответствовали кривой для бериллия с пределом текучести $\sigma_{0.2} = 360$ МПа (рис. 4.8).

В результате выполненных расчетов были получены поля распределения напряжений, перемещений и деформаций в бериллиевых окнах различных

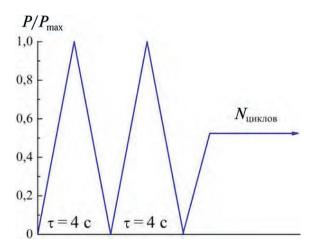
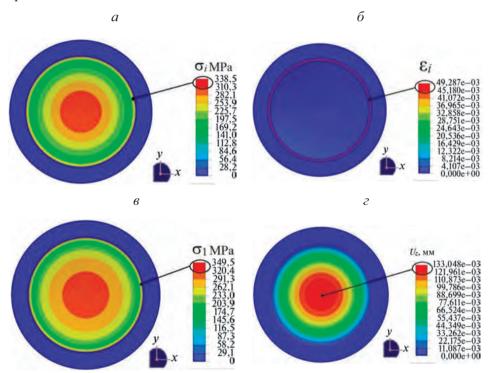


Рис. 4.22. Циклическое нагружение бериллиевых фольг при моделировании

геометрических конфигураций (рис. 4.23), а также установлен характер изменения указанных параметров с течением времени при нарастании числа циклов нагружения.

Как видно из рис. 4.23, по аналогии результатами анализа статического нагружения максимальные значения интенсивности напряжений и деформаций наблюдаются в узкой области окна, непосредственно граничащей с заделкой (рис. 4.23, a, δ). В этой же области действуют максимальные растягивающие напряжения (рис. 4.23, ϵ). Наибольшее вертикальное перемещение наблюдается в центре бериллиевого диска (рис. 4.23, ϵ). Таким образом, как и при статическом нагружении, критической областью, где наиболее вероятно разрушение бериллия, является область окна непосредственно на границе с заделкой.



 $Puc.\ 4.23.$ Поля распределения интенсивности напряжений σ_i (a), интенсивности накопленной пластической деформации ε_i (b), максимального главного напряжения σ_1 (b) и вертикального перемещения Uz (z) для бериллиевого окна диаметром 9,2 мм с апертурой 7 мм и толщиной 8,0 мкм после 1500 циклов нагружения внешним давлением 1 атм

На рис. 4.24 приведен график изменения вертикального перемещения для центра фольги.

Видно, что перемещение U_z в центре диска изменяется циклично, в соответствии с законом приложенного внешнего давления, принимая максимальное значение $U_{\rm max}$ в момент набора вакуума и минимальное значение $U_{\rm min}$ в момент напуска атмосферы. Отметим, что в момент времени, когда

разница между внешним и внутренним давлением равна нулю, центральная область диска не возвращается в исходное нулевое положение, что говорит о пластической деформации бериллия в области, граничащей с заделкой (рис. 4.23, δ).

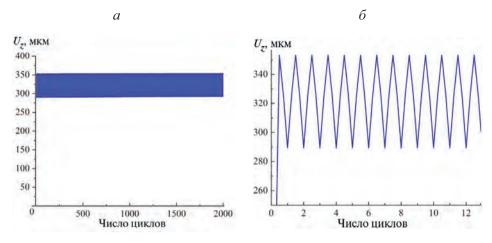


Рис. 4.24. Зависимость вертикального перемещения центральной точки бериллиевого окна с апертурой 10 мм и толщиной 5 мкм от числа циклов нагружения внешним давлением 1 атм. a — общая зависимость для 2000 циклов; δ — увеличенный начальный участок

По мере увеличения числа циклов нагружения интенсивность накопленной деформации ε_i в критической области окна сначала резко возрастает, а затем стабилизируется и остается уже практически неизменной (рис. 4.25).

Выполненные расчеты показывают, что такая картина наблюдается для всех исследованных типоразмеров окон — значения деформации ε_i в критической области перестают расти после нескольких десятков и сотен циклов нагружения в зависимости от толщин фольг.

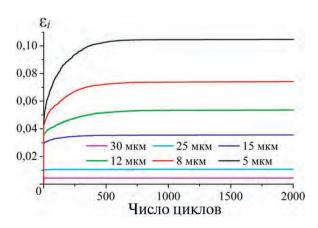
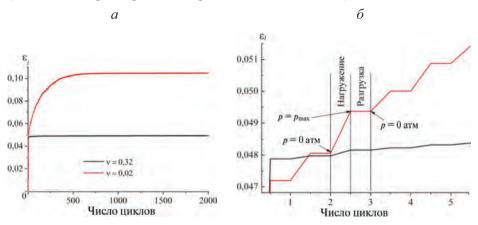


Рис. 4.25. Зависимость интенсивности накопленной пластической деформации ε_i в области возможного разрушения от числа циклов нагружения бериллиевых окон различной толщины и апертурой 10 мм давлением 1 атм

Применительно к тонким фольгам (толщиной 5–12 мкм) использование более 1500 циклов нагружения при тестировании можно признать чрезмерным. Например, при циклическом нагружении фольг толщиной 5 мкм значения ε_i стабилизируются при достижении 1000 циклов нагружения, а при толщине фольг 30 мкм — при 4 циклах нагружения (см. рис. 4.25).

Детальные исследования показали, что причиной накопления деформации при циклическом нагружении фольг являются упругие свойства бериллия, а именно: относительно низкий коэффициент Пуассона, равный 0,02. Для наглядности на рис. 4.26 приведены зависимости, полученные по результатам моделирования циклического нагружения бериллиевых фольг толщиной 5 мкм с различными значениями коэффициента Пуассона (остальные параметры моделирования не изменились).



Puc.~4.26. Влияние значения коэффициента Пуассона n на характер нарастания интенсивности накопленной пластической деформации ε_i в области возможного разрушения при циклическом нагружении (толщина окна 5 мкм, апертура 10 мм, давление 1 атм)

По рис. 4.26, δ видно, что значения ϵ_i в области возможного разрушения растут на стадии нагружения окна. На стадии разгрузки, при падении давления в системе, значения ϵ_i остаются постоянными. Чем меньше значения коэффициента Пуассона ν , тем более высокие значения ϵ_i достигаются в каждом цикле нагружения. При решении задачи с $\nu=0,32$ для случая циклического нагружения деформация ϵ_i практически не накапливается.

Эффект влияния коэффициента Пуассона на характер формообразования и деформации тонких мембран при статическом нагружении рассмотрен в работе [172], в которой исследовано влияние отрицательных и положительных значений коэффициента Пуассона на зависимости перемещений и напряжений во время нагружения мембран. Однако в этой работе не учитывается вклад пластической деформации, так как задача решена только в упругой постановке, поэтому характер локализации є, не учитывается. Следовательно, такая постановка не отражает всех особенностей нагружения тонких бериллиевых фольг.

На рис. 4.27 приведены результаты анализа влияния коэффициента Пуассона на профили бериллиевых окон. Расчеты были выполнены при помощи аналитических зависимостей и конечно-элементного моделирования в ABAOUS.

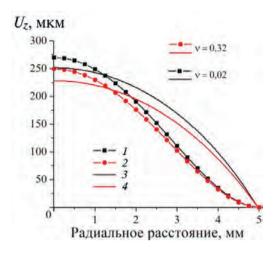
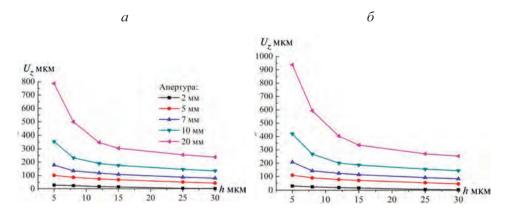


Рис. 4.27. Аналитическое и численное решение задачи об упругом прогибе окна толщиной 5 мкм и апертурой 10 мм при нагружении давлением 1 атм с модулем Юнга E = 290 ГПа и различными значениями коэффициента Пуассона

Видно, что относительно малое значение коэффициента Пуассона ($\nu=0,02$) приводит к дополнительному упругому увеличению активной площади окна и, как следствие, к росту интенсивности напряжений в фольге. Это в свою очередь вызывает дополнительный прирост пластической деформации за цикл нагружения, что отчетливо наблюдается на рис. 4.25 и 4.26.

На рис. 4.28 и 4.29 приведены результаты расчетов зависимостей максимального прогиба \mathbf{U}_z в центре окна и максимальных интенсивностей накопленной деформации $\mathbf{\varepsilon}_i$ в критической области от толщины фольг, их апертуры и приложенного давления.



Puc.~4.28. Зависимости влияния толщины фольг и апертуры на значения максимального прогиба U_z бериллиевых окон после 1500 циклов нагружения внешним давлением 1,0 (a) и 1,2 атм (δ)

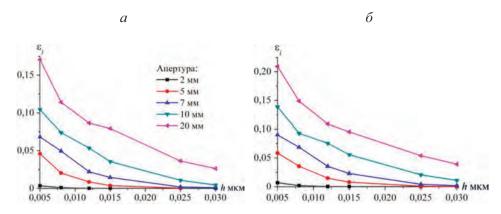


Рис. 4.29. Зависимости влияния толщины фольг и апертуры на значения интенсивности накопленной пластической деформации ε_i в критической области бериллиевых окон после 1500 циклов нагружения внешним давлением: a-1 атм; b-1,2 атм

Расчеты показывают (рис. 4.28, 4.29), что в зависимости от апертуры и толщины фольг значения U_z и ε_i могут и значительно увеличиваться при нарастании числа циклов нагружения, и практически не отличаться от нуля на всем протяжении циклического нагружения.

Отметим, что прогиб фольг после статического и циклического нагружения (после разгрузки) приблизительно одинаковый, однако значения накопленной интенсивности деформации в области разрушения могут сильно различаться. Так, при нагружении окна толщиной 8 мкм с апертурой 7 мм прогиб в центре диска составляет 135 мкм (рис. 4.28) для циклического нагружения и 130 мкм — для статического (см рис. 4.15). При этом интенсивность накопленной деформации для циклического нагружения составляет $\varepsilon_i = 0.05$ (рис. 4.29), для статического — $\varepsilon_i = 0.025$ (рис. 4.21).

Таким образом, накопление пластической деформации в сочетании с низкой пластичностью бериллия способствует разрушению окон в условиях циклического нагружения. Вероятность разрушения бериллиевого окна можно уменьшить либо за счет увеличения толщины фольг (при постоянных значениях апертуры), либо за счет повышения прочности и пластичности бериллия.

4.3. Процессы деформации и разрушения фольг в условиях статического изгиба

Данный тип испытаний является наиболее простым в плане подготовки образцов и выполнения испытаний. Несмотря на простоту, сочетание экспериментальных исследований и численного моделирования дает возможность оценить предельные деформации в момент разрушения для тонких и сверхтонких бериллиевых фольг (толщиной 5–25 мкм), значения которых можно использовать для оценки работоспособности окна в детекторе.

Испытания на изгиб тонких пленок (фольг толщиной 5–250 мкм) с последующим определением прочностных характеристик при помощи чи-

сленного моделирования описаны в работе [173]. При этих испытаниях для надежного фиксирования образцов фольг и воспроизводимости экспериментов применялись зажимные рамки. После сборки оснастки образцы изгибали до момента разрушения (момента образования первых трещин) и фиксировали угол изгиба в этот момент при помощи угломера. Максимально возможный угол изгиба для данной схемы испытаний не превышал 180°. Схема испытаний бериллиевых фольг на статический изгиб приведена на рис. 4.30.

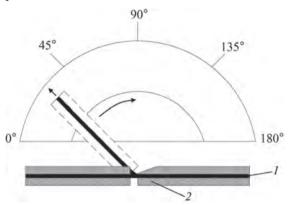


Рис. 4.30. Испытания тонких бериллиевых фольг на изгиб: 1 — бериллиевая фольга; 2 — зажимные рамки

Значения накопленной деформации в области разрушения определяли при помощи конечно-элементного моделирования изгиба фольг в Deform-2D. Выполненный конечно-элементный анализ показал, что при изгибе фольг максимальные значения интенсивности пластической деформации ε_i локализуются в области загиба (рис. 4.31, a). Главные растягивающие напряжения σ_1 действуют с внешней стороны изгибаемого образца (рис. 4.31, δ), в этой же области образцы разрушаются при испытаниях. Таким образом, схема напряженно-деформированного состояния при изгибе близка к схеме, наблюдаемой при испытаниях образцов фольг внешним давлением.

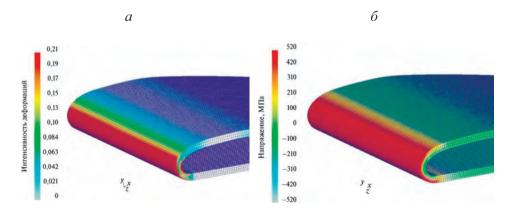
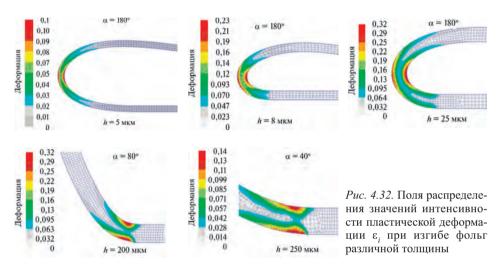


Рис. 4.31. Рассчитанные поля интенсивности накопленной деформации \mathbf{E}_{i} (*a*) и максимального главного напряжения $\mathbf{\sigma}_{i}$ (*б*) при изгибе бериллиевой фольги толщиной 8 мкм

На рис. 4.32 приведены рассчитанные поля распределения интенсивности деформации в зоне возможного разрушения при изгибе образцов в зависимости от толщины фольг и угла загиба: при одинаковом угле изгиба образцов значения накопленной деформации в месте возможного разрушения различаются — чем больше толщина фольг, тем выше накопленная деформация. Данный эффект обусловлен соотношением размера радиуса изгиба к толщине фольг.



В табл. 4.5 приведены значения ε_i в области возможного разрушения при испытаниях тонких фольг на изгиб, полученные с помощью конечно-элементного моделирования. Оценку разрушения проводили при помощи визуального наблюдения, а также с использованием РЭМ.

При испытаниях фольг толщиной $5{\text -}8$ мкм не удалось достичь разрушающих деформаций ϵ_{nlt} при изгибе вплоть до 180° .

Таблица 4.5. Результаты испытаний бериллиевых фольг на изгиб и результаты расчета значений интенсивности накопленной деформации ε , в месте разрушения

Толщина фольг, мкм	5	8	25	25
Механические свойства / наличие дефектов	$\sigma_{0,2} = 360 \text{ M}\Pi a;$ $\sigma_{B} = 410 \text{ M}\Pi a;$ $\delta = 3 \%$	$σ_{0,2} = 360 \text{ M}\Pi a;$ $σ_{B} = 410 \text{ M}\Pi a;$ $δ = 3 \%$	$\sigma_{0,2} = 360 \text{ M}\Pi a;$ $\sigma_{B} = 410 \text{ M}\Pi a;$ $\delta = 3 \%$	С поверхностными дефектами / Нет данных по механическим свойствам
Угол изгиба	180°	180°	180°	40°
Показатель разрушения	Разрушения нет	Разрушения нет	Разрушение есть (микротрещины)	Разрушение есть (макротрещины)
Оценка стадии образования трещин	Визуально/РЭМ	Визуально/РЭМ	Визуально/РЭМ	Визуально
Рассчитанные значения ε_i	0,1	0,21	0,29	0,13

Рис. 4.33 иллюстрирует ярко выраженную локализацию деформации бериллиевого диска диаметром 12 мм и толщиной 8 мкм при изгибе до угла 180° в двух перпендикулярных направлениях. Бериллий, использованный для изготовления диска, имел относительно высокие значения показателей прочностных и пластических свойств ($\sigma_{0,2}=360$ МПа; $\sigma_{\rm B}=410$ МПа; $\delta=6$ %). Последующее измерение вакуумной плотности показало отсутствие разрушения. Натекание по гелию для фольги не превышало требуемого значения, равного 10^{-11} Па·м³/с.

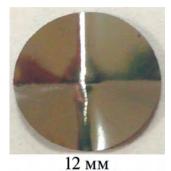
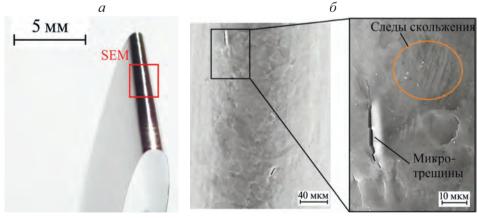


Рис. 4.33. Результаты изгиба бериллиевого диска толщиной 8 мкм с ярко выраженной локализацией деформации

Таким образом, для определения предельных значений деформаций в момент разрушения фольг толщиной менее 8 мкм с высокими значениями показателей физико-механических свойств предпочтительно использовать тесты на статическое нагружение окон.

На рис. 4.34 приведены фотографии поверхности фольги толщиной 25 мкм после испытаний изгибом в области локализации пластической деформации ε_i , по которым видно, что в данной области наблюдаются характерные следы скольжения (см. главу 2), свидетельствующие о развитых процессах пластической деформации бериллия (рассчитанная $\varepsilon_i = 0,29$), однако также присутствуют микротрещины, являющиеся результатом действия растягивающих напряжений (рис. 4.34, δ).



Puc.~4.34.~ Фотография образца бериллиевой фольги толщиной 25 мкм после изгиба (a) и анализ поверхности в области изгиба при помощи POM (δ)

На рис. 4.35 приведено РЭМ-изображение поверхности образца бериллиевой фольги, на котором хорошо видны типичные поверхностные дефекты фольг. Эти дефекты представляют собой раскатанные поверхностные слои бериллия, отделившиеся от основной части металла. Внешне фольга покрыта мелкими чешуйками, что и обусловливает название данного типа повреждений — дефект типа «чешуя». Причиной образования данных дефектов, которые по своей сути представляют собой раскатанные трещины, является хрупкое разрушение бериллия на стадии прокатки. Наличие подобных дефектов в бериллиевой фольге резко повышает ее хрупкость и снижает вакуумную плотность.

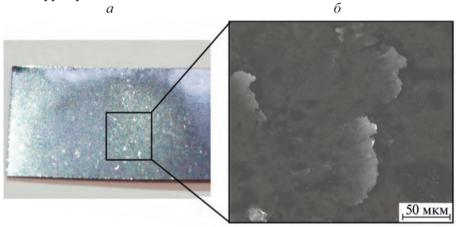


Рис. 4.35. Фотографии поверхностных дефектов типа «чешуя»: a — внешний вид дефекта на поверхности фольги; δ — изображение дефекта, полученное при увеличении ×900 раз

К примеру, на рис. 4.36 приведены результаты изгиба бериллиевой фольги толщиной 25 мкм при наличии дефекта типа «чешуя». Видно, что наличие данного дефекта в области действия растягивающих напряжений при изгибе фольги приводит к образованию макротрещин, размер которых может достигать 300 мкм (рис. 4.36, δ).

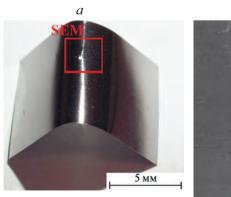




Рис. 4.36. Фотография разрушения бериллиевой фольги, имеющей дефект типа «чешуя», изгибом на 60° (а) и РЭМ-изображение места дефекта (б)

На рис. 4.37 приведены зависимости влияния угла изгиба тонких фольг различной толщины на значения накопленной интенсивности деформации ε_i в месте возможного разрушения, которые необходимы для определения предельных значений критерия разрушения (4.9). На рис. 4.37 также приведены предельные значения критерия $\varepsilon_{\rm ult}$ для различного состояния бериллиевых фольг, определенные при помощи испытаний на изгиб по схеме, приведенной нарис. 4.30.

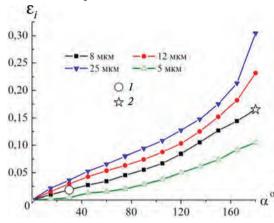


Рис. 4.37. Рассчитанные зависимости значений интенсивности накопленной пластической деформации ε_i в месте возможного разрушения от угла изгиба α для разных толщин фольг

Таким образом, выполненный комплекс испытаний фольг на изгиб в сочетании с конечно-элементным моделированием позволил установить предельные деформации в момент разрушения тонких фольг. Установленные значения близки со значениями, полученными при испытаниях на статическое нагружение окон, что говорит о взаимозаменяемости выбранных методик.

4.4. Основные области применения бериллиевых фольг, полученных по разработанным технологиям

Опытно-промышленное тестирование полученных бериллиевых фольг различных геометрических конфигураций осуществляли на площадке НПО «Спектрон» — производителя детекторов, волнодисперсионных рентгенофлуоресцентных спектрометров и анализаторов. Основной продукцией предприятия являются спектрометры, основанные на методе рентгенофлуоресцентного спектрального анализа (X-Ray Fluorescence, XRF). Метод широко используется для определения химического состава жидкостей, металлов, минералов, горных пород, органических веществ [174–178]. Его существенными преимуществами являются простота и низкая стоимость пробоподготовки, а также высокая точность и стабильность измерений содержания химических элементов в веществе [179]. Принцип действия рентгенофлуоресцентного спектрометра основан на облучении исследуемого образца рентгеновским излучением, измерении интенсивностей вторичного флуоресцентного излучения от образца и расчете на их основании массовых долей содержащихся в образце химических элементов.

Современные рентгенофлуоресцентные спектрометры (рис. 4.38) являются автоматизированными универсальными рентгеновскими приборами, позволяющими определять содержание химических элементов в исследуемом образце в диапазоне от натрия до урана.

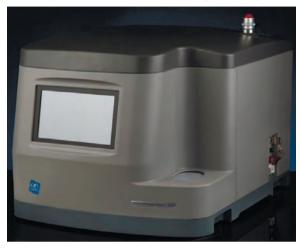
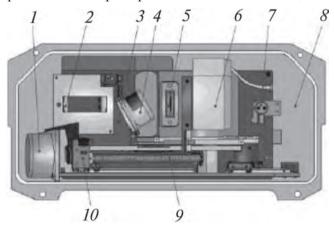


Рис. 4.38. Внешний вид вакуумного волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра «СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM» производства ООО «НПО СПЕКТРОН»

Важнейшей частью спектрометра является детектор вторичного излучения (рис. 4.39), преобразующий кванты рентгеновского излучения в импульсы напряжения. Как правило, в рентгенофлуоресцентных спектрометрах используют пропорциональные детекторы. К примеру, в спектрометре «СПЕКТРОСКАН МАКС-GVМ» используется двухкамерный пропорциональный детектор. Его составной частью является рентгеновское окно, которое пропускает рентгеновское излучение в детектор, одновременно выполняя функции газонепроницаемого барьера между откачиваемым объемом измерительной камеры и рабочей газовой смесью детектора.



 $Puc.\ 4.39.$ Конструкция спектрометра «СПЕКТРОСКАН МАКС-GV»: 1 — привод механизма сканирования, 2 — кристалл—анализатор, 3 — механизм смены кристаллов, 4 — привод механизма смены кристаллов, 5 — входное окно из бериллия, 6 — блок детектирования, 7 — вакуумный кожух, 8 — датчик вакуума, 9 — ходовой винт гониометра, 10 — датчик исходного положения механизма сканирования

В приборе «СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM» в стандартном исполнении в качестве окна детектора устанавливается бериллиевая фольга толщиной 15 мкм, входное (приемное) окно измерительной вакуумной камеры изготовлено из фольги толщиной 12 мкм.

Формула (1.1) позволяет рассчитать оценку возможности улучшения аналитических характеристик спектрометра. В табл. 4.6 приведены значения пропускания бериллиевых фольг с различной толщиной и слоя воздуха, рассчитанные по формуле (1.1) для стандартной рентгеновской схемы прибора (рис. 4.39). Рентгеновское излучение в нем проходит через входное окно под углом 67° к поверхности, через окно детектора — по нормали, толщина слоя воздуха составляет 3 мм.

Таблица 4.6. Расчетные значения пропускания рентгеновского излучения для бериллиевых
окон различной толщины и слоя воздуха

	Толщина слоя вещества и угол падения излучения						
Излучающее	Бериллий						Воздух
вещество	15 мкм, по нормали	12 мкм, 67°	8 мкм, по нормали	8 мкм, 67°	5 мкм, по нормали	5 мкм, 67°	3 мм
Al	0,60	0,63	0,76	0,74	0,85	0,83	0,62
Mg	0,43	0,47	0,64	0,50	0,75	0,73	0,47
Na	0,23	0,27	0,45	0,42	0,61	0,58	0,28

Таким образом, пропускание рентгеновских лучей через систему «входное окно—воздух—окно детектора» для стандартной компоновки составляет:

$$T = 0.63 \cdot 0.60 \cdot 0.62 \approx 0.23;$$

$$T = 0,47 \cdot 0,43 \cdot 0,47 \approx 0,095;$$

$$T = 0.27 \cdot 0.23 \cdot 0.28 \approx 0.017.$$

Расчеты показывают, что в стандартном исполнении спектрометр обладает низкой чувствительностью к мягкому вторичному излучению, испускаемому магнием и натрием, поскольку в детектор проникает не более 9.5% вторичного излучения от магния и 1.7% — от натрия.

При замене входного окна и окна детектора на бериллиевую фольгу толщиной 8 мкм пропускание через систему «входное окно—воздух—окно детектора» составит:

$$T = 0.74 \cdot 0.76 \cdot 0.62 \approx 035$$

$$T = 0.5 \cdot 0.64 \cdot 0.47 \approx 0.15$$

— для Na:

$$T = 0.42 \cdot 0.45 \cdot 0.28 \approx 0.053$$
.

Видно, что при использовании бериллиевой фольги толщиной 8 мкм в качестве входного окна и окна детектора регистрируемая интенсивность вторичного излучения должна увеличиться в 3 раза для натрия, в 1,7 раза — для магния, в 1,5 раза — для алюминия по сравнению со стандартным исполнением блока детектирования.

Если использовать в качестве входного окна бериллиевую фольгу толщиной 5 мкм, а в качестве окна детектора — бериллиевую толщиной 8 мкм, то пропускание через систему «входное окно—воздух—окно детектора» составит:

— для Al: $T=0.83\cdot0.76\cdot0.62\approx0.39,$ — для Mg: $T=0.73\cdot0.64\cdot0.47\approx0.22,$ — для Na:

 $T = 0,58 \cdot 0,45 \cdot 0,28 \approx 0,073.$

Таким образом, при использовании бериллиевой фольги толщиной 5 мкм в качестве входного окна и бериллиевой фольги толщиной 8 мкм в качестве окна детектора регистрируемая интенсивность вторичного излучения должна увеличиться в 4,2 раза для натрия, в 2,3 раза — для магния, в 1,7 раза — для алюминия по сравнению со стандартным исполнением блока детектирования.

Расчеты показывают, что снижение толщины фольги способно значительно улучшить аналитические характеристики прибора при определении легких элементов (натрия и магния). Однако при этом существенно увеличивается риск разрушения тончайшего окна, что требует использования фольг с повышенными показателями физико-механических свойств.

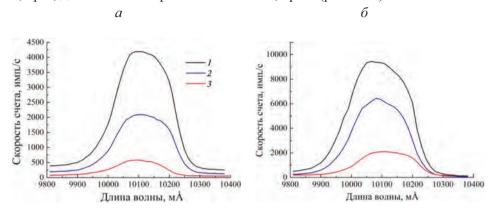
Чтобы подтверждить возможность улучшения аналитических характеристик спектрометра, в его блок детектирования были внесены изменения — толщина бериллиевой фольги входного окна была уменьшена с 12 мкм до 8 и 5 мкм, а в детекторе излучения — с 15 до 8 мкм (табл. 4.7).

Таблица 4.7. Параметры бериллиевых окон, использованных для оценки изменения аналитических характеристик спектрометра «СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM»

Компоновка спектрометрического устройства	Параметры бериллиевой фольги на входном окне	Толщина бериллиевой фольги в детекторе
Стандартная	5,5 × 15 мм — 12 мкм	10 × 33 мм — 15 мкм
Измененная № 1	5,5 × 15 мм — 8 мкм	10 × 33 мм — 8 мкм
Измененная № 2	5,5 × 15 мм — 5 мкм	10 × 33 мм — 8 мкм

Измерения показали, что при использовании бериллиевых фольг толщиной 8 мкм в качестве входного окна и в качестве окна детектора скорость регистрации импульсов излучения для натрия возрастает приблизительно в 4 раза, для магния — приблизительно в 3 раза (рис. 4.40). При использовании бериллиевых фольг толщиной 5 мкм в качестве входного окна и

бериллиевой фольги толщиной 8 мкм в качестве окна детектора скорость регистрации импульсов излучения для натрия возрастает приблизительно в 8,5 раз, для магния — приблизительно в 4,6 раза (рис. 4.40).



 $Puc.\ 4.40.\$ Экспериментальные зависимости скорости регистрации импульсов от длины волны излучения при определении натрия (a) и магния (δ) : I — измененная конструкция детектора с толщиной фольги 5 мкм во входном окне и 8 мкм в детекторе; 2 — измененная конструкция детектора с толщиной фольги 8 мкм во входном окне и 8 мкм в детекторе; 3 — стандартная конструкция детектора с толщиной фольги 12 мкм во входном окне и 15 мкм в детекторе

Повышенная скорость счета импульсов позволяет собрать более точную статистику и повысить точность определения массовой концентрации легких элементов в исследуемых веществах. Таким образом, за счет использования бериллиевых фольг с повышенными показателями прочностных и пластических свойств удалось значительно снизить толщину рентгеновских окон и улучшить аналитические характеристики серийно выпускаемого спектрометра «СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM». При этом опытно-промышленное тестирование не выявило повышения доли детекторов, вышедших из строя, по сравнению со стандартной компоновкой прибора.

Заключение

В результате выполненных работ разработаны научно обоснованные технические и технологические решения, совокупность которых является инновационным подходом для получения тонких и сверхтонких бериллиевых фольг с повышенными показателями эксплуатационных свойств для рентгеновской техники. Практическое использование предложенного подхода вносит значительный вклад в развитие металлургии, материаловедения, рентгеновского приборостроения.

В основе новых решений, представленных в монографии, лежат установленные принципы формирования заданной структуры и кристаллографической текстуры материала при горячей и холодной пластических деформациях в сочетании с высоковакуумной термической обработкой, а также разработанные критерии оценки вероятности его разрушения на различных технологических этапах изготовления и эксплуатации готовых изделий.

Разработан и научно обоснован технологический подход для получения тонких и сверхтонких бериллиевых фольг, обеспечивающий формирование заданной структуры, кристаллографической текстуры и физико-механических свойств изделий для рентгеновской техники:

- 1) установлено, что основным механизмом повышения показателей физико-механических и эксплуатационных свойств бериллиевых фольг является активация призматической системы скольжения $\{10-10\}\langle 11-20\rangle$ за счет создания заданных текстурного и структурного состояний. Показана возможность значительного повышения показателей механических свойств бериллиевых фольг за счет формирования острой текстуры волокна $\langle 0001\rangle$; 2) выполнены комплексные исследования эволюции структуры и кри-
- 2) выполнены комплексные исследования эволюции структуры и кристаллографической текстуры бериллия при различных технологических режимах горячей прокатки, а также холодной прокатки в сочетании с высоковакуумной термической обработкой;
- 3) установлены механизмы холодной деформации бериллия и закономерности влияния режимов деформации и высоковакуумного отжига на структуру и механические свойства бериллиевых фольг. Выявлены особенности формирования текстуры бериллиевых фольг по их толщине при холодной прокатке, связанные с параметрами очага деформации и характером напряженно-деформированного состояния металла. Показано, что на способность бериллия к пластической деформации при холодной прокатке кроме деформационного упрочнения основное влияние оказывает текстурное состояние материала;
- 4) установлен характер формообразования и разрушения бериллиевой заготовки при холодной прокатке в зависимости от ее пространственной ориентации относительно кристаллографической текстуры. Определены эффективные механизмы управления текстурным состоянием для снижения анизотропии физико-механических свойств бериллиевых фольг, а также формообразованием материала при получении необходимой геометрии раската заданной конечной толщины;

- 5) предложен и экспериментально подтвержден новый текстурный параметр, не требующий трудоемкого построения полноразмерных полюсных фигур. Параметр позволяет эффективно оценивать взаимосвязь текстуры с плоскостной анизотропией механических свойств фольг;
- 6) разработан комплексный подход, позволяющий описать разрушение бериллия на этапах горячей, теплой и холодной пластической деформации. Разработана методика определения предельных значений критериев разрушения при пластической деформации бериллия. Предложена методика учета доли релаксированного металла при многопроходной деформации;
- 7) сформулированы научные принципы прогнозирования долговечности работы бериллиевых окон с различными геометрическими конфигурациями и физико-механическими свойствами.

Использование бериллиевых фольг с повышенными показателями физико-механических свойств позволило впервые в мировой практике уменьшить толщину входного бериллиевого окна до 5 мкм при сохранении заданной апертуры (активной площади) без увеличения вероятности его разрушения. Это значительно повысило аналитические характеристики серийно выпускаемого волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра в области анализа легких элементов.

Список литературы

- **1. Абрамов А. И., Казанский Ю. А., Матусевич Е. С.** Основы экспериментальных методов ядерной физики. Атомиздат, 1977. 528 с.
- **2. Fiorini C.** Silicon drift detectors with on-chip electronics for X-ray spectroscopy // J. Xray. Sci. Technol. 1997. Vol. 7, N 2. P. 117–129.
- **3. Shanmugam M., Santosh V. V.** Design and performance evaluation of SDD based X-ray spectrometer for future planetary exploration // Radiat. Meas. 2012. Vol. 47, N 5. P. 375–382.
- 4. Принцип работы детектора с PIN диодом [Электронный ресурс]. URL: http://www.eurotek-general.ru/support/technical-information-about-the-products/ Pin%20detector%20working%20principle/index%20(2).php (дата обращения 11.11.2020).
- **5. Фелдман Л., Майер Д.** Основы анализа поверхности и тонких пленок. М: Мир, 1989. 344 с.
- **6. Henke B. L., Gullikson E. M., Davis J. C.** X-ray interactions: photoabsorption, scattering, transmission, and reflection at E = 50-30,000 eV, Z = 1-92 // At. Data Nucl. Data Tables. 1993. Vol. 54, N 2. P. 181–342.
- 7. Niculae A., Bornschlegl M., Eckhardt R., Herrmann J., et al. Improved SDD detectors for ultra-fast, high-resolution EDS in microanalysis // Microsc. Microanal. 2013. Vol. 19, iss. S2. P. 1270–1271.
- **8.** Schlosser D. M., Lechner P., Lutz G., Niculae A., et al. Expanding the detection efficiency of silicon drift detectors // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A: Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 2010. Vol. 624, N 2. P. 270–276.
- 9. X-Ray Detectors [Электронный ресурс]. URL: https://www.amptek.com/products/x-ray-detectors (дата обращения 11.11.2020).
- 10. Физическая энциклопедия. Т. 4. М.: Большая Российская энциклопедия, 1994. Р. 375–377.
- 11. Fischer D. A., Phillips W. Soft x-ray transmission of thin film diamond: Applications to detectors and high pressure gas cells // J. Vac. Sci. Technol. A. 1992. Vol. 10, iss. 4. P. 2119–2121.
- **12. Ying X., Xu X.** CVD diamond thin film for IR optics and X-ray optics // Thin Solid Films. 2000. Vol. 368, N 2. P. 297–299.
- **13. Ying X., Luo J., Wang P., Cui M., et al.** Ultra-thin freestanding diamond window for soft X-ray optics // Diam. Relat. Mater. 2003. Vol. 12, N 3–7. P. 719–722.
- **14. Khounsary A. M., Kuzay T. M.** On diamond windows for high power synchrotron X-ray beams // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A: Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1992. Vol. 319, N 1–3. P. 233–239.

- 15. Synchrotron Products [Электронный ресурс]. URL: https://torrscientific.co.uk/synchrotron-products/ (дата обращения 11.11.2020).
- **16.** Yang X.-Q., Ruckman M. W., Skotheim T. A., den Boer M., et al. X-ray absorption study of diamond films grown by chemical vapor deposition // J. Vac. Sci. Technol. A. 1991. Vol. 9, N 3. P. 1140–1144.
- 17. Viitanen V. P., Mutikainen R., Nenonen S., Partanen P. Comparison of ultrathin X-ray window designs // J. Xray. Sci. Technol., 1994. Vol. 4, N 3. P. 182–190.
- **18.** Powell F. R., Keski-Kuha R. A. M., Zombeck M. V., Goddard R. E., et al. Metalized polyimide filters for X-ray astronomy and other applications // Proc. Conf. Optical science, engineering and instrumentation'97, 27 July–1 August 1997, San Diego. 1997. Vol. 3113. P. 432–440.
- 19. Roberts M. C., Anderson E. C. Light rejection evaluation of ultrathin polymer EDS windows // Microsc, Microanal. 2004. Vol. 10. P. 924–925.
- 20. AP X-Ray Windows [Электронный ресурс]. URL: https://moxtek.com/xray-product/ap-windows/ (дата обращения 11.11.2020).
- 21. da Silva Sobrinho A. S., Latrèche M., Czeremuszkin G., Klemberg-Sapieha J. E., et al. Transparent barrier coatings on polyethylene terephthalate by single- and dual-frequency plasma-enhanced chemical vapor deposition // J. Vac. Sci. Technol. A. 1998. Vol. 16, N 6, P. 3190–3198.
- **22. Pan P., Berry W.** The composition and physical properties of LPCVD silicon nitride deposited with different NH3/SiH2Cl2 gas ratio // J. Electrochem. Soc. 1985. Vol. 132, N 12. P. 3001–3005.
- 23. Törmä P. T., Kostamo J., Sipilä H., Mattila M., et al. Performance and properties of ultra-thin silicon nitride X-ray windows // IEEE Transactions on Nuclear Sci. 2014. Vol. 61, iss. 1. P. 695–699.
- 24. Patented C-Series Low Energy X-Ray Windows [Электронный ресурс]. URL: https://www.amptek.com/products/x-ray-detectors/fastsdd-x-ray-detectors-for-xrf-eds/c-series-low-energy-x-ray-windows (дата обращения 11.11.2020).
- 25. 70 mm² FAST SDD® [Электронный ресурс]. URL: https://www.amptek.com/-/media/ametekamptek/documents/resources/amptek-fastsdd-70-mm-detector.pdf (дата обращения 11.11.2020).
- **26.** Lee C., Wei X., Kysar J. W., Hone J. Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene // Science. 2008. Vol. 321, N 5887. P. 385–388.
- **27.** Pang S., Hernandez Y., Feng X., Müllen K. Graphene as transparent electrode material for organic electronics // Adv. Mater. 2011. Vol. 23, N 25. P. 2779–2795.
- **28.** Wang X., Zhi L., Müllen K. Transparent, conductive graphene electrodes for dye-sensitized solar cells // Nano Lett. 2008. Vol. 8, N 1. P. 323–327.

- **29.** Bunch J. S., Verbridge S. S., Alden J. S., van der Zande A. M., et al. Impermeable atomic membranes from graphene sheets // Nano Lett. 2008. Vol. 8, N 8. P. 2458–2462.
- **30. Huebner S., Miyakawa N., Kapser S., Pahlke A., et al.** High performance x-ray transmission windows based on graphenic carbon // IEEE Trans. Nucl. Sci. 2015.
 - **31.** Глинка **Н.** Л. Общая химия. Л.: Химия, 1985. 731 с.
- **32. Вебстер Д., Лондон Г. Дж., Флойд Д. Р., Лоува Д. Н. и др.** Бериллий. Наука и технология. М.: Металлургия, 1984. 624 р.
- **33. Beach J.** Electrodeposited, electroless, and anodized coatings on beryllium. Columbus: Defense Metals Information Center, 1964. 5 p.
- **34. Rogers T. H.** High-intensity radiation from beryllium-window X-ray tubes // Radiology. 1947. Vol. 48, N 6. P. 594–603.
- **35.** Cosslett V. E. Beryllium films as object supports in the electron microscopy of biological specimens // Biochim. Biophys. Acta. 1948. Vol. 2. P. 239–245.
- **36. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н.** Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: Металлургия, 1970. 366 с.
- 37. Patented C-Series Low Energy X-Ray Windows [Электронный ресурс]. URL: https://www.amptek.com/products/x-ray-detectors/accessories-for-xrf-eds/c-series-low-energy-x-ray-windows (дата обращения 11.11.2020).
- **38. Soufli R., Bajt S., Gullikson E. M.** Optical constants of beryllium from photoabsorption measurements for x-ray optics applications // EUV, X-Ray, and Neutron Optics and Sources. 1999. Vol. 3767. P. 251–258.
- **39. Hardy H. L.** Beryllium disease: A clinical perspective // Environ. Res. 1980. Vol. 21, N 1. P. 1–9.
- **40. Groth D. H.** Carcinogenicity of beryllium: Review of the literature // Environ. Res. 1980. Vol. 21, N 1. P. 56–62.
- **41. Eisenbud M.** Origins of the standards for control of beryllium disease (1947–1949) // Environ. Res. Academic Press, 1982. Vol. 27, N 1. P. 79–88.
- **42.** Yurkevich O., Maksimova K., Goikhman A., Grunin A., et al. Protective radiolucent aluminium oxide coatings for beryllium X-ray optics // J. of Synchrotron Radiation. 2017. Vol. 24, N 4. P. 775–780.
- **43.** Yu Q., Deffeyes J., Yasuda H. Engineering the surface and interface of Parylene C coatings by low-temperature plasmas // Prog. Org. Coatings. Elsevier, 2001. Vol. 41, N 4. P. 247–253.
- 44. DuraBeryllium® X-ray Windows Datasheet [Электронный ресурс]. URL: https://moxtek.com/wp-content/uploads/WIN-DATA-1003-DuraBeryllium-X-ray-Windows.pdf (дата обращения 11.11.2020).
- **45. Mulder B. J.** Fabrication of unbacked ultra-thin films of beryllium and other metals // Thin Solid Films. Elsevier, 1978. Vol. 55, N 1. P. 35–40.

- **46. Taylor R. D.** Preparation of high purity beryllium foils // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. 1982. Vol. 200, N 1. P. 135–140.
- **47. Stoner J. O.** Large-area beryllium metal foils // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A: Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip. 1997. Vol. 397, N 1. P. 68–74.
- **48. Suzuki K.** Method of manufacturing a thin sheet of beryllium or an alloy thereof // // US patent document US3895671A. 1975.
- **49.** Maeda Y., Takei K., Okamoto M., Nakamura K., et al. Superconducting beryllium films deposited by ion-beam-sputtering // IEEE Trans. Magn. 1987. Vol. 23, N 2. P. 1022–1025.
- **50.** Тулеушев А. Ж., Лисицын В. Н., Тулеушев Ю. Ж., Ким С. Н. и др. Способ получения бериллиевой и бериллийсодержащей фольги // Патент РФ 2188876. 2002.
- **51.** Li K., Luo B., He Y., Li W., et al. Influence of the source to substrate distance on the growth, tribological properties and optical properties of be films // J. Wuhan Univ. Technol. Sci. Ed. 2018. Vol. 33, N 2. P. 320–325.
- **52.** Тулеушев А. Ж., Лисицын В. Н., Володин В. Н., Тулеушев Ю. Ж. и др. Способ получения бериллиевой фольги // Патент РФ 2199606. 2003.
- **53. Suzuki K., Takeuchi K.** Process of fabricating beryllium plate member with large mechanical strength // US patent document US5017245A. 1991.
- **54. Suzuki Y., Momose A., Sugiyama H.** Characterization of windows and filters for coherent X-ray beamlines // J. Synchrotron Radiat. 1998. Vol. 5, N 3. P. 596–599.
- **55. Middlemiss A., Hague D., Gleave M. C.** Strip production by peeling // Met. Technol. Taylor & Francis, 1982. Vol. 9, N 1. P. 413–418.
- **56.** Valencia J. J., Mccullough C., Levi C., Mehrabian R. Microstructure evolution during conventional and rapid solidification of a Ti-50at%Al alloy // Scripta Metallurgica. 1987. Vol. 21, iss. 10. P. 1341–1347.
- **57. Ro D. H., Toaz M. W., Moxson V. S.** The direct powder-rolling process for producing thin metal strip // JOM. 1983. Vol. 35, N 1. P. 34–39.
- **58. Blickensderfer R.** Roll cladding in a vacuum // Adv. Mater. Process. 1988. Vol. 133. P. 47–50.
- **59. Яковлев В. П.** Исследование деформации и разрушения бериллия при горячей прокатке в вакууме. Дис. ... канд. техн. наук. Л., 1973. 232 с.
- **60.** Фоканов А. Н., Подуражная В. Ф., Тебякин А. В., Каськов В. С. Изготовление фольги из технического спеченного бериллия повышенной чистоты // Труды ВИАМ. 2015. № 6. С. 19–28.
- **61.** Wittenauer J., Nieh T. G., Waychunas G. Characterization of beryllium foil produced by hot rolling // J. Mater. Sci. 1992. Vol. 27, N 10. P. 2653–2659.

- **62.** Папиров И. И., Николаенко А. А. Бериллиевые фольги для окон счетчиков ядерного излучения // Вопросы атомной науки и техники. 2013. № 6 (88). С. 235–239.
- **63. Колбасников Н. Г., Артемьев Н. Б., Андрющенко А. С.** Особенности пластической деформации при прокатке бериллиевой фольги // Изв. АН СССР. Металлы. 1986. № 3. С. 107–110.
- **64.** Григорьев А. К., Колбасников Н. Г., Артемьев Н. Б., Андрющенко А. С. Механизм деформации и упрочнения бериллия при холодной прокатке // Изв. вузов. Сер. Цветная металлургия. 1985. № 5. С. 68–71.
- **65.** Григорьев А. К., Колбасников Н. Г., Фомин С. Г., Хенох Р. Исследование влияния структурного состояния на релаксационные свойства титана и бериллия // Изв. АН СССР. Сер. Металлы. 1989. № 2. С. 146—149.
- **66. Казакевич Г. С., Иванов В. А, Александров А. А.** Анизотропия предела текучести холоднокатаного бериллия // Изв. АН СССР. Сер. Металлы. 1987. № 3. С. 156—158.
- **67. Walsh K. A.** Beryllium chemistry and processing. ASM International, 2009. 552 p.
- **68. Petch N. J., Wright E.** The plasticity and cleavage of polycrystalline beryllium I. Yield and flow stresses // Proc. R. Soc. London. A. Math. Phys. Sci. 1980. Vol. 370, N 1740. P. 17–27.
- **69.** Папиров И. И., Шокуров В. С., Пикалов А. И., Николаенко А. А. Структура и свойства деформированного бериллия высокой чистоты // Вопросы атомной науки и техники. 2014. № 1 (89) С. 3–9.
- **70.** Папиров И. И., Николаенко А. А., Шокуров В. С., Пикалов А. И. Формирование ячеистой структуры в бериллии при обработке давлением // Вопросы атомной науки и техники. 2012. № 5 (81). С. 88–92.
- 71. Бабун А. В., Васильев А. А., Ковтун К. В., Старолат М. П. и др. Интенсивная пластическая деформация бериллия: структура и механические свойства // Физика и техника высоких давлений. 2010. Т. 20, № 2. С. 133—142.
- 72. Папиров И. И., Николаенко А. А., Шкуропатенко В. А., Кошкарев Г. С. Структурный и текстурный анализ прокатанных листов бериллия // Вестник Харьковского национального ун-та им. В. Н. Каразина. Сер. физическая «Ядра, частицы, поля». 2008. Вып. 4 (40), № 832. С. 54–66.
- **73. Fan H., El-Awady J. A.** Molecular dynamics simulations of orientation effects during tension, compression, and bending deformations of magnesium nanocrystals // J. Appl. Mech. 2015. Vol. 82, N 10. P. 101006.
- **74.** Wang Y. N., Huang J. Texture Analysis in Hexagonal Materials // Mater. Chem. Phys. 2003. Vol. 81. P. 11–26.

- **75. Beuers J., Jönsson S., Petzow G.** TEM-in situ deformation of beryllium single crystals a new explanation for the anomalous temperature dependence of the critical resolved shear stress for prismatic slip // Acta Metall. 1987. Vol. 35, N 9. P. 2277–2287.
- **76.** Tuer G. L, Kaufmann A. R. Ductility of beryllium as related to single crystal deformation and fracture // The metal beryllium. Cleveland, 1955. P. 372–424.
- **77. Greenspan J.** Ductility in beryllium related to grain orientation and grain size. Oak Ridge, Tennessee, 1957.
- **78. Jönsson S., Beuers J.** The dislocation structure in beryllium single crystals deformed by prismatic slip // Mater. Sci. Eng. 1987. Vol. 91. P. 111–123.
- **79. Garber R. I., Gindin I. A., Shubin Yu. V.** Compression of Beryllium Single Crystals along the Hexagonal Axis in the Temperature Range 4.2–900°K // Sov. Phys.-Solid State (English Trans.). 1963. Vol. 5, N 2. P. 315–320.
- **80. Xu D., Qin G., Li F., Wang Z., et al.** Tensile deformation and fracture behavior of polycrystalline beryllium at room temperature // Acta Metall. Sin. 2014. Vol. 50. P. 1078–1086.
- 81. The metal beryllium / Eds White D., Burke J. Cleveland: American Society for Metals, 1955. 703 p.
- **82.** Karimi M., Toroghinejad M. R., Asgari H., Szpunar J. A., et al. Texture evolution and plastic anisotropy of commercial purity titanium/SiC composite processed by accumulative roll bonding and subsequent annealing // Mater. Chem. Phys. 2018. Vol. 219. P. 182–188.
- **83. Shi B. Q., Xiao Y. H., Shang X. L., Cheng Y. Q., et al.** Achieving ultra-low planar anisotropy and high stretch formability in a Mg-1.1Zn-0.76Y-0.56Zr sheet by texture tailoring via final-pass heavy reduction rolling // Mater. Sci. Eng. A. 2019. Vol. 746. P. 115–126.
- **84. Мишин В. В.** Разработка технологии горячей и теплой пластической деформации нанокристаллического бериллия, полученного гидридным методом. Дисс. ... канд. техн. наук: 05.16.05 / Санкт-Петербургский политехн. ун-тет Петра Великого. СПб., 2012. 170 с.
- **85.** Brown D. W., Abeln S. P., Blumenthal W. R., Bourke M. A. M., et al. Development of crystallographic texture during high rate deformation of rolled and hot-pressed beryllium // Metall. Mater. Trans. A. 2005. Vol. 36, N 4. P. 929–939.
- **86.** Фомин С. Г. Физико-механический анализ течения труднодеформируемых металлов и разработка на его основе режимов холодной прокатки фольг. Дисс. ... канд. техн. наук: 05.16.05 / Ленинград, 1984.
- **87.** Schlosser F., Schwindt C., Fuster V., Tommasi A., et al. Crystallographic texture evolution of a zinc sheet subjected to different strain paths // Metall. Mater. Trans. A. 2017. Vol. 48, N 6. P. 2858–2867.

- **88.** Anderson A. J., Thompson R. B., Cook C. S. Ultrasonic measurement of the kearns texture factors in zircaloy, zirconium, and titanium // Metall. Mater. Trans. A. 1999. Vol. 30, N 8. P. 1981–1988.
- **89. Kearns J.** On the relationship among 'f' texture factors for the principal planes of zirconium, hafnium and titanium alloys // J. Nucl. Mater. 2001. Vol. 299, N 2. P. 171–174.
- **90.** Deng S., Song H., Zheng C., Zhao T., et al. Selection of deformation modes and related texture evolution in Zircaloy-4 during one pass cold pilgering // Mater. Sci. Eng. A. 2019. Vol. 764. P. 138280.
- **91. Reed-Hill R. E., Robertson W. D.** Deformation of magnesium single crystals by nonbasal slip // JOM. 1957. Vol. 9, N 4. P. 496–502.
- **92. Monnet G., Devincre B., Kubin L. P.** Dislocation study of prismatic slip systems and their interactions in hexagonal close packed metals: application to zirconium // Acta Mater. 2004. Vol. 52, N 14. P. 4317–4328.
- **93. Рудской А. И., Лунев В. А.** Теория и технологии прокатного производства. СПб: Наука, 2008. 527 с.
- **94.** Kornienko P. A., Nikolaenko A. A., Taranenko I. A. Recrystallization of beryllium subjected to hydrostatic extrusion // Met. Sci. Heat Treat. 1975. Vol. 17, N 1. P. 56–60.
- **95. Горбатенко В. В., Данилов В. И., Зуев Л. Б.** Неустойчивость пластического течения: полосы Чернова—Людерса и эффект Портевена—Ле Шателье // ЖТФ. 2017. Т. 87, № 3. Р. 372—377.
- **96. Жаринов В. П., Зотов В. С.** Компенсационный эффект и механизм диффузии углерода в бериллии // Изв. АН СССР. Металлы. 1990. Т. 6. Р. 176—180.
- **97. Румянцев И. М.** Диффузионная подвижность железа в бериллии. Дисс. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / МИФИ. М., 2005.
- **98.** Lebensohn R. A., Tomé C. N. A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: Application to zirconium alloys // Acta Metall. Mater. 1993. Vol. 41, N 9. P. 2611–2624.
- **99.** Sun J., Jin L., Dong S., Dong J., et al. A combined electron backscattered diffraction and visco-plastic self-consistent analysis on the anisotropic deformation behavior in a Mg—Gd—Y alloy // Mater. Des. 2017. Vol. 122. P. 164–171.
- **100. Kim H., Barlat F., Lee Y., Bin Zaman S., et al.** A crystal plasticity model for describing the anisotropic hardening behavior of steel sheets during strain-path changes // Int. J. Plast. 2018. Vol. 111. P. 85–106.
- **101. Arul Kumar M., Beyerlein I. J., Tomé C. N.** A measure of plastic anisotropy for hexagonal close packed metals: Application to alloying effects on the formability of Mg // J. Alloys Compd. 2017. Vol. 695. P. 1488–1497.

- **102. Hu L., Jiang S., Zhou T., Chen Q.** A coupled finite element and crystal plasticity study of friction effect on texture evolution in uniaxial compression of NiTi shape memory alloy // Materials (Basel). 2018. Vol. 11, N 11. P. 2162.
- **103. Iadicola M. A., Hub L., Rollett A. D., Foecke T., et al.** Crystal plasticity analysis of constitutive behavior of 5754 aluminum sheet deformed along bi-linear strain paths // Int. J. Solids Struct. 2012. Vol. 49, N 25. P. 3507–3516.
- **104.** Brown D. W., Beyerlein I. J., Sisneros T. A., Clausen B., et al. Role of twinning and slip during compressive deformation of beryllium as a function of strain rate // Int. J. Plast. 2012. Vol. 29. P. 120–135.
- **105. Brown D. W., Clausen B., Sisneros T. A., Balogh L., et al.** In situ neutron diffraction measurements during annealing of deformed beryllium with differing initial textures // Metall. Mater. Trans. A. 2013. Vol. 44, N 13. P. 5665–5675.
- **106. Brown D. W., Almer J. D., Clausen B., Mosbrucker P. L., et al.** Twinning and de-twinning in beryllium during strain path changes // Mater. Sci. Eng. A. 2013. Vol. 559. P. 29–39.
- **107. Brown D. W., Agnew S. R., Abeln S. P., Blumenthal W. R., et al.** The role of texture, temperature, and strain rate in the activity of deformation twinning // Mater. Sci. Forum. 2005. Vol. 495–497. P. 1037–1042.
- 108. Steiner M. A., Klein R. W., Calhoun C. A., Knezevic M., et al. Efficient rolling texture predictions and texture-sensitive thermomechanical properties of α -uranium foils // J. Nucl. Mater. 2017. Vol. 495. P. 234–243.
- **109.** Tomé C. Mechanical response of zirconium—I. Derivation of a polycrystal constitutive law and finite element analysis // Acta Mater. 2001. Vol. 49, N 15. P. 3085–3096.
- **110.** Tomé C. N., Lebensohn R. A., Kocks U. F. A model for texture development dominated by deformation twinning: Application to zirconium alloys // Acta Metall. Mater. 1991. Vol. 39, N 11. P. 2667–2680.
- 111. Chapuis A., Wang Z., Liu Q. Influence of material parameters on modeling plastic deformation of Mg alloys // Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 655. P. 244–250.
- 112. Galán-López J., Verleysen P. Simulation of the plastic response of Ti–6Al–4V thin sheet under different loading conditions using the viscoplastic self-consistent model // Mater. Sci. Eng. A. 2018. Vol. 712. P. 1–11.
- 113. Pan H., Wang F., Feng M., Jin L., et al. Mechanical behavior and microstructural evolution in rolled Mg-3Al-1Zn-0.5Mn alloy under large strain simple shear // Mater. Sci. Eng. A. 2018. Vol. 712. P. 585–591.
- **114. Wang Z., Bovik A., Sheikh H. R., Simoncelli E. P.** Image quality assessment: from error visibility to structural similarity // IEEE Trans. Image Process. 2004. Vol. 13, N 4. P. 600–612.

- 115. Chen S. F., Song H. W., Zhang S. H., Cheng M., et al. Effect of shear deformation on plasticity, recrystallization mechanism and texture evolution of Mg—3Al—1Zn alloy sheet: experiment and coupled finite element-VPSC simulation // J. Alloys Compd. 2019. Vol. 805. P. 138–152.
- 116. Koike J., Kobayashi T., Mukai T., Watanabe H., et al. The activity of non-basal slip systems and dynamic recovery at room temperature in fine-grained AZ31B magnesium alloys // Acta Mater. 2003. Vol. 51, N 7. P. 2055–2065.
- **117. Колмогоров В. Л., Богатов А. А., Мигачев Б. А.** Напряжения. Деформации. Разрушение. М.: Металлургия, 1970. 229 р.
- **118. Колмогоров В. Л., Богатов А. А., Мигачев Б. А.** Пластичность и разрушение. М.: Металлургия, 1977. 336 р.
- **119. Кононов П. В.** Разработка технологии холодной угловой раскатки деталей с фланцами из медных сплавов. Дисс.... канд. техн. наук: 05.16.05 / Санкт-Петербургский политехн. ун-тет Петра Великого. СПб., 2016. 179 с.
- **120.** Johnson G. R., Cook W. H. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures // Eng. Fract. Mech. 1985. Vol. 21, N 1. P. 31–48.
- **121.** Wierzbicki T., Bao Y., Lee Y.-W., Bai Y., et al. Calibration and evaluation of seven fracture models // Int. J. Mech. Sci. 2005. Vol. 47, N 4–5. P. 719–743.
- **122.** Teng X., Wierzbicki T. Evaluation of six fracture models in high velocity perforation // Eng. Fract. Mech. 2006. Vol. 73. P. 1653–1678.
- **123. Majzoobi G. H., Dehgolan F. R.** Determination of the constants of damage models // Procedia Eng. 2011. Vol. 10. P. 764–773.
- **124.** Freudenthal A. M. The Inelastic Behavior of Engineering Materials and Structures. N. Y.: John Wiley & Sons Inc., 1950. 587 p.
- **125. Brozzo P., Deluca B., Rendina R.** A new method for the prediction of formability limits in metal sheets // Proc. of the 7th biennial Conf. of the IDDRG. Amsterdam, October 9–13, 1972. P. 9–13.
- **126. Ayada M., Higashino T., Mori K.** Central bursting in extrusion of inhomogeneous materials // Advanced Technology of Plasticity. Vol. I. Springer-Verlag, 1987. P. 553–558.
- **127.** Cockcroft M. G., Latham D. J. Ductility and the Workability of Metals // J. Inst. Met. 1968. Vol. 96. P. 33–39.
- **128.** Christiansen P., Nielsen C. V., Bay N., Martins P. A. F., et al. Internal shear cracking in bulk metal forming // Proc. Inst. Mech. Eng. Part L J. Mater. Des. Appl. 2019. Vol. 233, N 4. P. 603–614.
- **129. Oh H. K.** Determination of ductile fracture (ductility) at any stress state by means of the uniaxial tensile test // J. Mater. Process. Tech. Elsevier, 1995. Vol. 53, N 3–4. P. 582–587.

- 130. Oh S. I., Chen C. C., Kobayashi S. Ductile Fracture in Axisymmetric Extrusion and Drawing—Part 2: Workability in Extrusion and Drawing // J. Eng. Ind. 1979. Vol. 101, N 1. P. 36.
- 131. Clift S. E., Hartley P., Sturgess C. E. N., Rowe W., et al. Fracture prediction in plastic deformation processes // Int. J. Mech. Sci. 1990. Vol. 32, N 1. P. 1–17.
- **132. Johnsen J., Holmen J. K., Myhr O. R., Hopperstad O. S., et al.** Prediction of ductile failure using a phenomenological model calibrated from micromechanical simulations // Procedia Structural Integrity. 2016. Vol. 2. P. 2543–2549.
- **133. Ko Y. K., Lee J. S., Huh H., Kim H. K., et al.** Prediction of fracture in hub-hole expanding process using a new ductile fracture criterion // J. Mater. Process. Technol. 2007. Vol. 187–188. P. 358–362.
- **134. Quan G., Luo G., Mao A., Liang J., et al.** Evaluation of varying ductile fracture criteria for 42CrMo steel by compressions at different temperatures and strain rates // Sci. World J. 2014. Vol. 2014. P. 1–10.
- 135. Kvačkaj T., Tiža J., Bacsó J., Kováčová A., et al. Cockcroft—Latham ductile fracture criteria for non ferrous materials // Mater. Sci. Forum. 2014. Vol. 782. P. 373–378.
- **136. Terhorst M., Feuerhack A., Trauth D., Klocke F.** Extension of the normalized Cockcroft and Latham criterion with temperature-dependent critical damage values for predicting chevron cracks in solid forward extrusion // Int. J. Mater. Form. 2016. Vol. 9, N 4. P. 449–456.
- 137. Wai Myint P., Hagihara S., Tanaka T., Taketomi S., et al. Determination of the values of critical ductile fracture criteria to predict fracture initiation in punching processes // J. Manuf. Mater. Process. 2017. Vol. 1, N 2. P. 12.
- **138. Wójcik Ł., Pater Z.** Comparison Analysis of Cockroft Latham Criterion Values of Commercial Plasticine and C45 Steel // Acta Mech. Autom. 2018. Vol. 12, N 4. P. 286–293.
- **139. Eivani A. R., Jafarian H. R., Mirghasemi S. M., Seyedein S. H.** A comparison between routine vs. normalized Cockroft—Latham fracture criteria for prediction of fracture during equal channel angular pressing // Eng. Fract. Mech. 2018. Vol. 199. P. 721–729.
- **140.** Матвеев М. А., Колбасников Н. Г., Мишин В. В., Лукьянов А. А. Причины образования поверхностных трещин при горячей прокатке трубных сталей // Заготовительные производства в машиностроении. 2016. Т. 5. С. 31–38.
- **141.** Aladag E., Pugh H. L., Radcliffe S. The mechanical behavior of beryllium at high pressure // Acta Metall. 1969. Vol. 17, N 12. P. 1467–1481.
- **142. Власов А. В.** О применении критерия Кокрофта—Лэтэма для прогнозирования разрушения при холодной объемной штамповке // Изв. Тульского гос. ун-та. Технические науки. Вып. 11, ч. 1. Р. 46–58.

- **143.** Давиденков Н. Н., Сидоров Б. А., Шестопалов Л. М., Миронов Н. Ф. и др. Исследование механических свойств бериллия // Атомная энергия. 1965. Т. 18, вып. 6. С. 608–615.
- **144.** Uranga P., Gutiérrez I., López B. Determination of recrystallization kinetics from plane strain compression tests // Mater. Sci. Eng. A. 2013. Vol. 578. P. 174–180.
- **145. Snigirev A., Kohn V., Snigireva I., Souvorov A., et al.** A compound refractive lens for focusing high-energy X-rays // Nature. 1996. Vol. 384, N 6604. P. 49–51.
- **146. Kohn V. G.** Effective aperture of X-ray compound refractive lenses // J. Synchrotron Radiat. 2017. Vol. 24, N 3. P. 609–614.
- **147.** Lengeler B., Schroer C., Tümmler J., B Benner., et al. Imaging by parabolic refractive lenses in the hard X-ray range // J. Synchrotron Radiat. 1999. Vol. 6, N 6. P. 1153–1167.
- **148. Tummler J.** Development of compound refractive lenses for hard X-rays. A novel instrument in hard X-ray analysis [Электронный ресурс]. URL: http://xrm. phys.northwestern.edu/research/pdf_papers/dissertations/tuemmler_aachen_thesis. pdf (дата обращения 11.11.2020).
- **149.** Lengeler B., Schroer C. G., Kuhlmann M., Benner B., et al. Beryllium parabolic refractive x-ray lenses // AIP Conference Proceedings. 2004. Vol. 705. P. 748–751.
- **150.** Goldberg A. Atomic, crystal, elastic, thermal, nuclear, and other properties of beryllium [Электронный ресурс]. URL: https://doi.org/10.2172/899094 (дата обращения 11.11.2020).
- **151. Третьяков А. В., Зюзин В. И.** Механические свойства металлов и сплавов при обработке давлением. М.: Металлургия, 1973. 224 с.
- **152.** Fleck N. A., Johnson K. L. Towards a new theory of cold rolling thin foil // Int. J. Mech. Sci. 1987. Vol. 29, N 7. P. 507–524.
- 153. Fleck N. A., Johnson K. L., Mear M. E., Zhang L. C., et al. Cold rolling of foil // Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf. 1992. Vol. 206, N 2. P. 119–131.
- **154.** Hao L., Jiang Z., Wei D., Cheng X., et al. Finite element analysis of roll bit behaviors in cold foil rolling process // AIP Conference Proceedings. 2013. Vol. 1532. P. 478–483.
- **155. Matsoukas G., Cotterell B., Mai Y.-W.** Hydrostatic stress and crack opening displacement in three-point bend specimens with shallow cracks // J. Mech. Phys. Solids. 1986. Vol. 34, N 5. P. 499–510.
- **156. Pei L., Lu C., Tieu A. K., Zhao X., et al.** Ductile-to-brittle fracture transition in polycrystalline nickel under tensile hydrostatic stress // Comput. Mater. Sci. 2015. Vol. 109. P. 147–156.

- **157. Mirone G.** Role of stress triaxiality in elastoplastic characterization and ductile failure prediction // Eng. Fract. Mech. 2007. Vol. 74, N 8. P. 1203–1221.
- **158.** Vlassak J. J., Nix W. D. A new bulge test technique for the determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7, N 12. P. 3242–3249.
- **159. Kamat S.** Experimental techniques for the measurement of mechanical properties of materials used in microelectromechanical systems // Def. Sci. J. 2009. Vol. 59, N 6. P. 605–615.
- **160.** Vollertsen F., Biermann D., Hansen H. N., Jawahir I. S., et al. Size effects in manufacturing of metallic components // CIRP Ann. 2009. Vol. 58, N 2. P. 566–587.
- **161. Hoffmann H., Hong S.** Tensile test of very thin sheet metal and determination of flow stress considering the scaling effect // CIRP Ann. 2006. Vol. 55, N 1. P. 263–266.
- **162. Diehl A., Staud D., Engel U.** Investigation of the mechanical behaviour of thin metal sheets using the hydraulic bulge test // 4th Int. Conf. Multi-Material Micro Manuf. Cardiff, Wales, UK. 2008.
- **163. Mahabunphachai S., Koç M.** Investigation of size effects on material behavior of thin sheet metals using hydraulic bulge testing at micro/meso-scales // Int. J. Mach. Tools Manuf. 2008. Vol. 48, P. 1014–1029.
- **164.** El Kurdi M., Bertin H., Martincic E., de Kersauson M., et al. Control of direct band gap emission of bulk germanium by mechanical tensile strain // Appl. Phys. Lett. 2010. Vol. 96, N 4. P. 041909.
- **165. Káña J., Mašek B., Jeníček Š., Ronešová A., et al.** Apparatus for bulge testing metal foils using a laser scanner // Procedia Engineering. 2014. Vol. 69. P. 1029–1032.
- **166.** Eaton W. P., Bitsie F., Smith J. H., Plummer D. W., et al. A New analytical solution for diaphragm deflection and its application to a surface-micromachined pressure sensor // Tech. Proc. 1999 Int. Conf. Model. Simulations Microsystems. 1999. N 4. P. 640–643.
- **167. Timoshenko S., Woinosky-Krieger S.** Theory of Plates and Shells Classic. 1959. 580 p.
- **168. Huebner S., Miyakawa N., Pahlke A., Kreupl F., et al.** Design and properties of low-energy X-ray transmission windows based on graphenic carbon // Phys. Status Solidi Basic Res. 2015. Vol. 252, N 11. P. 2564–2573.
- **169. Sadowski T., Nowicki M.** Mechanical response of combined thin-walled boxes under influence of complex mechanical loading conditions FEM analysis // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 2018. Vol. 416. P. 012081.
- **170. Ribeiro J., Santiago A., Rigueiro C.** Damage model calibration and application for S355 steel // Procedia Struct. Integr. 2016. Vol. 2. P. 656–663.

- 171. X-ray Products [Электронный ресурс]. URL: https://moxtek.com/x-ray-products/quality-testing-xray/ (дата обращения 11.11.2020).
- 172. Aw J., Zhao H., Norbury A., Li L., et al. Effects of Poisson's ratio on the deformation of thin membrane structures under indentation // Phys. status solidi. 2015. Vol. 252, N 7. P. 1526–1532.
- 173. Schoenfelder S., Ebert M., Landesberg C., Bock K., et al. Investigations of the influence of dicing techniques on the strength properties of thin silicon // Microelectron. Reliab. 2007. Vol. 47, N 2–3. P. 168–178.
- **174. Scott R. B., Eekelers K., Degryse P.** Quantitative Chemical Analysis of Archaeological Slag Material Using Handheld X-ray Fluorescence Spectrometry // Appl. Spectrosc. 2016. Vol. 70, N 1. P. 94–109.
- 175. Uo M., Wada T., Sugiyama T. Applications of X-ray fluorescence analysis (XRF) to dental and medical specimens // Jpn. Dent. Sci. Rev. 2015. Vol. 51, N 1. P. 2–9.
- **176. Terada K., Ninomiya K., Osawa T., Tachibana S., et al.** A new X-ray fluorescence spectroscopy for extraterrestrial materials using a muon beam // Sci. Rep. 2014. Vol. 4. P. 5072.
- **177. Jung S.-M.** Quantitative analysis of FeMo alloys by X-ray fluorescence spectrometry // Am. J. Anal. Chem. 2014. Vol. 05, N 12. P. 766–774.
- **178. Takei T.** Analysis of chlorine content in RPF by the X-ray fluorescence spectrometry // Japan Tappi J. 2014. Vol. 68, N 12. P. 1424–1429.
- **179. Beckhoff B., Kanngier B., Langhoff N., Wedell R., et al.** Handbook of practical X-ray fluorescence analysis. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2006. 863 p.

Монография

А. И. Рудской, В. В. Мишин, И. А. Шишов

БЕРИЛЛИЕВЫЕ ФОЛЬГИ. НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

Подписано в печать 11.10.21. Формат 70 × 100/16. Уч.-изд. л. 14,0. Усл. печ. л. 15,48. Тираж 300 экз.

Издатель – Российская академия наук

Публикуется в авторской редакции

Корректура и верстка - ООО «ВИН»

Отпечатано в экспериментальной цифровой типографии РАН

Издается по решению Научно-издательского совета Российской академии наук (НИСО РАН) от 12.02.2021 г. и распространяется бесплатно.