

*На правах рукописи*



**МИШИН Василий Викторович**

**РАЗРАБОТКА ТЕОРЕТИЧЕСКИХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРИНЦИПОВ  
ИЗГОТОВЛЕНИЯ БЕРИЛЛИЕВЫХ ФОЛЬГ ДЛЯ РЕНТГЕНОВСКОЙ  
ТЕХНИКИ С ПОВЫШЕННЫМИ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫМИ  
СВОЙСТВАМИ**

Специальность: 05.16.05 – Обработка металлов давлением

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
доктора технических наук

Санкт-Петербург – 2020

Работа выполнена в ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

**Научный консультант:**

академик РАН, доктор технических наук, профессор

**Рудской Андрей Иванович**, ректор ФГАОУ ВО «СПбПУ», профессор  
Высшей школы физики и технологии материалов ФГАОУ ВО «СПбПУ»

**Официальные оппоненты:**

доктор технических наук, профессор **Лобанов Михаил Львович**,

профессор кафедры «Термообработка и физика металлов» ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»  
(г. Екатеринбург)

доктор технических наук, доцент **Кожевникова Ирина Александровна**,

заведующая кафедрой, профессор кафедры «Металлургия, машиностроение и технологическое оборудование» ФГБОУ ВО «Череповецкий государственный университет» (г. Череповец)

доктор физико-математических наук, ст. науч. сотр. **Кадомцев Андрей Георгиевич**,

заведующий лабораторией «Физика прочности» ФГБУН «Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе Российской академии наук» (г. Санкт-Петербург)

**Ведущая организация:**

**ГНЦ РФ АО «Концерн «ЦНИИ «Электронприбор»** (г. Санкт-Петербург)

Защита состоится «18» июня 2020г. в 14<sup>00</sup> часов на заседании диссертационного совета Д 212.229.03 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» по адресу: 195251, г. Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29, главный корпус, ауд. 118.

С диссертацией можно ознакомиться в фундаментальной библиотеке ФГАОУ ВО «СПбПУ» и на сайте [www.spbstu.ru](http://www.spbstu.ru).

Автореферат разослан " " марта 2020г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 212.229.03  
кандидат технических наук



Швецов О.В.

## Актуальность темы исследования

Бериллий, благодаря высокой прозрачности для рентгеновского излучения, механической прочности, а также коррозионной стойкости, является одним из самых востребованных материалов для рентгеновского приборостроения [1]. Тонкие бериллиевые фольги (так называемые «бериллиевые окна») широко используются при производстве наиболее распространенных современных детекторов рентгеновского излучения (Si-Pin, SDD и FAST SDD детекторы и др.). Аналитические характеристики и надежность работы детекторов напрямую зависят от физико-механических свойств, толщины и активной площади (апертуры) бериллиевого окна.

Главной проблемой применения бериллия в качестве материала для окон рентгеновской техники является его хрупкость и низкая технологичность. Хрупкость бериллия значительно усложняет процесс получения тонких бериллиевых фольг и вынуждает производителей детекторов использовать относительно толстые фольги с меньшей активной площадью. Это существенно ухудшает чувствительность детекторов, особенно в области мягкого рентгеновского излучения. Кроме этого, хрупкость бериллия значительно затрудняет эксплуатацию рентгеновских окон, т.к. хрупкий металл плохо выдерживает циклические нагрузки и разрушается при малейшем внешнем воздействии. Разрушение бериллиевого окна приводит к выходу детектора из строя, что влечет остановку всего рентгеновского прибора.

Современные тенденции развития производства рентгеновской техники направлены на снижение толщины рентгеновского окна и одновременное повышение активной площади поверхности детекторов [1–3]. При этом получение тонких бериллиевых фольг является настолько сложной задачей, что существует только один мировой производитель – Materion (США), способный обеспечить потребителей качественной продукцией. На сегодняшний день в России нет промышленного производства бериллиевых фольг толщиной 5–30 мкм, обладающих требуемым уровнем свойств и пригодных для использования в рентгеновской технике.

Для производства тонких бериллиевых фольг традиционно применяются способы вакуумного испарения с последующим осаждением, вакуумного или ионно-плазменного напыления металла на специальные подложки (иногда в сочетании с прокаткой). Однако

фольги, полученные этими способами, имеют существенные недостатки: низкая прочность и пластичность, отсутствие требуемого уровня вакуумной плотности, ограниченные размеры получаемых фольг, наличие внутренних дефектов в виде полостей.

Относительно небольшого повышения прочностных и пластических свойств бериллиевых фольг можно достичь при использовании контролируемых режимов теплой и горячей пластической деформации металла в контейнере. Однако горячая и теплая деформация бериллия имеют ряд ограничений, в первую очередь невозможность получения вакуумноплотных фольг толщиной менее 50 мкм [4]. Исключением может быть теплая прокатка на подогреваемых валках, однако данный способ является небезопасным вследствие токсичности бериллия при повышенных температурах, а также характеризуется сложностью дополнительного технологического оборудования для подогрева валков. Тем не менее, способы горячей и теплой деформации в контейнере можно использовать при производстве относительно толстых бериллиевых фольг (толщиной более 100 мкм), а также для получения промежуточных подкатов для дальнейшей пластической деформации.

Перспективным способом обеспечения требуемых характеристик тонких бериллиевых фольг (высоких физико-механических свойств и показателей вакуумной плотности, отсутствие поверхностных и внутренних дефектов, заданная шероховатость поверхности) является холодная прокатка (ХП) в сочетании с высоковакуумными отжигами (ВО). В то же время, ХП является наиболее сложным и трудоемким процессом в связи с тем, что поликристаллический бериллий обладает крайне низкой пластичностью при комнатной температуре.

Однако исследования деформации монокристаллов бериллия показали, что высокие значения физико-механических свойств при комнатной температуре могут быть достигнуты при формировании определенных кристаллографических ориентаций относительно направления нагружения, при которых деформация осуществляется по вторичным, небазисным системам скольжения (СС), основная из которых – призматическая [4–6]. Это подтверждает важность развития теоретических и прикладных исследований в данном направлении.

Таким образом, использование холодной пластической деформации в сочетании с ВО дает возможность управления структурным и текстурным состояниями поликристаллического бериллия, поскольку за счет активации вторичных систем скольжения

возможно повысить физико-механические свойства материала, что открывает принципиально новые перспективы получения тонких (толщиной 8–30 мкм) и сверхтонких (толщиной <5 мкм) вакуумноплотных фольг, обладающих высокими физико-механическими свойствами.

Следует отметить, что при разработке и реализации температурно-деформационных условий формирования заданного структурного состояния бериллия необходимо учитывать возможность его разрушения как при получении, так и при последующей эксплуатации фольг для рентгеновской техники. Следовательно, важно также разработать комплексный подход к оценке вероятности разрушения бериллия, который в отечественной и зарубежной литературе в настоящее время отсутствует.

### **Цель и задачи диссертационного исследования**

*Цель работы:* разработка технологий производства тонких и сверхтонких бериллиевых фольг для рентгеновской техники на основе развития научных основ управления структурным состоянием, обеспечивающим повышенный уровень физико-механических свойств.

### **Задачи работы:**

1. Выявление основных структурных и технологических факторов, определяющих физико-механические, технологические и эксплуатационные свойства бериллиевых фольг. Установление взаимосвязи микроструктуры и кристаллографической текстуры бериллиевых фольг с их физико-механическими свойствами.

2. Определение закономерностей формирования структуры и физико-механических свойств бериллия на стадиях горячей и холодной пластической деформации, а также высоковакуумной термической обработки в технологиях получения фольг для рентгеновской техники.

3. Разработка комплексного подхода к оценке вероятности разрушения бериллия при пластической деформации на основе методов физического и математического (компьютерного) моделирования для повышения эксплуатационных характеристик рентгеновской техники. Разработка методики определения предельных значений критериев разрушения для случаев

пластической деформации бериллия при получении и эксплуатации фольг.

4. Разработка и верификация математической модели процесса холодной прокатки тонких бериллиевых фольг с учетом упрочнения металла, упругой деформации прокатываемой фольги и валков, а также трения на поверхности контакта. Оценка влияния технологических параметров холодной прокатки на формирование структуры и кристаллографической текстуры в готовых бериллиевых фольгах.

5. Исследование процессов деформации и разрушения бериллиевых фольг при статическом и циклическом нагружениях внешним давлением в условиях эксплуатации окон в детекторах рентгеновского излучения.

6. Разработка и верификация модели прогнозирования разрушения бериллиевых фольг при эксплуатации в детекторах рентгеновского излучения с учетом их физико-механических свойств и наличия дефектов.

7. Опытное тестирование пропускной способности для рентгеновского излучения, а также оценка работоспособности тонких и сверхтонких бериллиевых фольг (толщиной 5–30 мкм), полученных по разработанным технологиям при работе в детекторах рентгеновского излучения.

### **Научная новизна работы**

1. Установлено, что при горячей прокатке в контейнере в бериллиевых фольгах формируется расщепленная базисная текстура  $\{0001\} \langle 10-10 \rangle$ , приводящая к существенной анизотропии и снижению прочностных и пластических свойств.

2. Показано, что повышенный уровень физико-механических свойств бериллиевых фольг и их плоскостную изотропию можно обеспечить за счет формирования острой текстуры волокна  $\langle 0001 \rangle$  (fiber texture), которая обеспечивает активацию призматической системы скольжения  $\{10-10\} \langle 11-20 \rangle$  при нагружении.

3. Показано, что основным механизмом деформации бериллия при холодной прокатке является скольжение по базисной  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$  системе скольжения вне зависимости от выбранного маршрута холодной прокатки относительно исходной кристаллографической текстуры заготовок. За счет базисного скольжения и неравномерности распределения сдвиговых напряжений  $\tau_{xy}$  и сдвиговых деформаций  $\gamma_{xy}$

в очаге деформации, в поверхностных слоях бериллиевых фольг после холодной прокатки и высоковакуумных отжигов формируется острая текстура волокна  $\langle 0001 \rangle$  (fiber texture), в центральных слоях – расщепленная базисная текстура  $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$  (split basal texture).

4. Показано, что предел пластической деформации бериллия при холодной прокатке (т.н. «предел выкатываемости тонких фольг») в значительной степени определяется текстурным состоянием образцов. Чем выше доля кристаллитов, плоскость базиса которых ориентирована параллельно плоскости прокатки фольг, тем меньше способность бериллия к пластической деформации.

5. Разработан комплексный подход, позволяющий описать разрушение бериллия в процессе горячей, теплой и холодной пластической деформации при получении и эксплуатации фольг различной толщины. Разработана методика определения предельных значений критериев разрушения для случаев пластической деформации бериллия.

6. Установлено, что основной причиной разрушения тонких рентгеновских окон при их работе в детекторах рентгеновского излучения в условиях циклического и статического нагружения является накопление пластической деформации в бериллии. Причиной накопления деформации при циклическом нагружении фольг является природное свойство бериллия, а именно относительно низкий коэффициент Пуассона.

7. Разработаны научные принципы прогнозирования долговечности работы бериллиевых окон при эксплуатации с учетом геометрических параметров окна, физико-механических свойств материала, а также условий эксплуатации.

8. Обнаружено наличие площадки текучести на диаграмме растяжения бериллиевых фольг, полученных при помощи холодной прокатки и высоковакуумных отжигов. Показано, что наличие площадки текучести обусловлено экспериментально наблюдаемой локализацией пластической деформации, сопровождаемой образованием и развитием полос Чернова-Людерса в бериллии. Данный эффект, впервые экспериментально обнаруженный в бериллиевых фольгах, является перспективным для дальнейшего изучения его природы с целью дополнительного повышения физико-механических свойств бериллия при статических и циклических нагружениях.

## **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Разработанные технологии неразрушающей горячей прокатки бериллия в металлическом контейнере. Закономерности формирования структуры и физико-механических свойств бериллиевых фольг при горячей прокатке.

2. Результаты анализа эволюции структуры и физико-механических свойств бериллия при холодной прокатке и высоковакуумных отжигах. Закономерности влияния исходной кристаллографической текстуры и структуры бериллия на характер формообразования бериллиевых фольг при холодной прокатке. Разработанная технология многостадийной холодной прокатки в сочетании с высоковакуумными отжигами.

3. Механизм деформации бериллия и характер напряженно-деформированного состояния при холодной прокатке бериллиевых фольг. Оценка влияния технологических параметров прокатки на конечную структуру и кристаллографическую текстуру бериллиевых фольг.

4. Условия активации призматического скольжения, обеспечивающего повышенный уровень физико-механических свойств бериллиевых фольг.

5. Результаты численного и экспериментального исследования процессов разрушения бериллия при пластической деформации. Комплексный подход к описанию разрушения бериллия в процессе горячей, теплой и холодной пластической деформации. Разработанная методика определения предельных значений критериев разрушения.

6. Результаты анализа причин разрушения тонких бериллиевых фольг при эксплуатации в детекторах рентгеновского излучения. Методика оценки долговечности работы тонких бериллиевых фольг в детекторах рентгеновского излучения.

## **Теоретическая значимость работы**

Теоретическая значимость работы заключается в установлении механизмов повышения уровня физико-механических свойств тонких бериллиевых фольг.

Установлены механизмы холодной пластической деформации бериллия при изготовлении и эксплуатации бериллиевых фольг. Выявлено определяющее влияние текстурного состояния бериллиевых фольг на физико-механические свойства. Показано, что главным

механизмом повышения физико-механических и эксплуатационных свойств бериллиевых фольг является активация призматической системы скольжения {10-10} <11-20> за счет создания заданного текстурного и структурного состояний.

### **Практическая значимость работы**

Разработаны технологии производства тонких (толщиной 8-30 мкм) и сверхтонких бериллиевых фольг (толщиной <5мкм), обеспечивающие достижение повышенного уровня их физико-механических и эксплуатационных свойств, соответствующего требованиям, предъявляемым к материалам, применяемым для изготовления современной и перспективной рентгеновской техники.

Изготовленные фольги обладают уровнем натекания по гелию не более  $10^{-10}$  мбар·л/с, высоким качеством поверхности, отсутствием поверхностных и внутренних дефектов. Использование тонких бериллиевых фольг толщиной 5–30 мкм, полученных по разработанным технологиям, позволило существенно улучшить аналитические характеристики рентгенофлуоресцентных спектрометров в области обнаружения легких элементов (Акт внедрения результатов).

Кроме этого, применение бериллиевых фольг толщиной 5 мкм позволило значительно расширить возможности установки для отработки методов нагрева и оптимизации сценариев удержания высокотемпературной плазмы (ТОКОМАК ГЛОБУС-М2 и ТУМАН-3М) (Акт внедрения результатов).

### **Финансовая поддержка работы**

Работа выполнена при финансовой поддержке Грантов Президента РФ (соглашения МК-4354.2015.8 и МК-1402.2017.8); Гранта Санкт-Петербурга в сфере научной и научно-технической деятельности (2016), а также Федеральной Целевой Программы № 14.В37.21.1101.

### **Степень достоверности полученных результатов**

Достоверность полученных в работе результатов обеспечивается за счет комплексного использования современных методов научных исследований. Для исследования структуры

бериллия использованы методы дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), растровой и электронной просвечивающей микроскопии (РЭМ, ПЭМ), а также рентгеноструктурного анализа (XRD). Для исследования механических свойств бериллия и физического моделирования процессов его пластической обработки использовано сертифицированное и аттестованное оборудование (Instron, Gleeble-3800). Для математического моделирования процессов пластической обработки использованы лицензированные программные комплексы Deform и ABAQUS, реализующие метод конечных элементов.

### **Публикации и апробация работы**

По результатам диссертационной работы опубликованы 30 статей, в том числе: 16 статей в рецензируемых научно-технических журналах, рекомендованных ВАК РФ для публикаций основных научных результатов диссертаций, представленных на соискание ученой степени доктора наук и 14 статей – в трудах научно-технических конференций, а также получено 3 патента РФ на изобретение.

Результаты работы доложены и обсуждены на российских и международных конференциях: New Materials and Technologies In Mechanical Engineering (СПб, 2019 г.); Нанотехнологии в современном производстве функциональных материалов и перспективы их развития (СПб, 2018 г.); Уральская школа молодых металлургов (Екатеринбург, 2018 г). XX, XI, XII Международные научно-технические конференции «Современные металлические материалы и технологии» (СПб, 2011, 2013, 2015 г.); «Нанотехнологии функциональных материалов (СПб, 2016 г.); 23-я международная конференция METAL 2014 (Брно, 2014 г.); международный форум «Инженерные системы» (Москва, 2013, 2015, 2016, 2017 г.); научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (Звенигород, 2014).

### **Содержание и объем диссертации**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, содержащих оригинальные результаты исследований, основных выводов по работе, списка цитируемой литературы, содержащего 175 источников, приложений с актами внедрения результатов. Общий объем

диссертации составляет 272 страницы, включая 207 рисунков и 19 таблиц.

**В первой главе** рассмотрены современные материалы для изготовления окон детекторов рентгеновского излучения, отмечены их ключевые особенности и недостатки. Рассмотрены проблемы применения бериллия в качестве материала для рентгеновской техники и пути их решения. Представлены основные способы получения тонких бериллиевых фольг. Выполнен обзор литературы, посвященный проблемам пластической деформации бериллия, влияния текстуры и структуры бериллия на его механические свойства при получении бериллиевых фольг методами пластической деформации.

**Во второй главе** рассмотрены материалы и методики исследований. Материалами для исследований являлись заготовки из дистиллированных и технических сортов порошкового бериллия, полученных по широко используемой технологии горячего выдавливания (экструзией в металлической оболочке). Кроме этого, исследования были выполнены на заготовках бериллия, полученного по перспективной гидридной технологии в АО «ВНИИНМ». Однако основной акцент в работе сделан на использование в качестве исходных заготовок образцов из традиционных сортов дистиллированного и технического бериллия, являющихся наиболее доступными.

Исследования структуры проводили методами просвечивающей электронной микроскопии ПЭМ (ИК РАН). Для EBSD анализа использован РЭМ Tescan Mira-3 (СПбПУ), оснащенный приставкой для автоматического индексирования карт дифракции обратно отраженных электронов. Для проведения XRD анализа текстуры использован исследовательский комплекс Bruker «D8 DISCOVER» (СПбГУ).

Для обработки и анализа EBSD карт, а также текстурного анализа использовали программное обеспечение MTEX и HKL.

Горячую и теплую прокатку образцов бериллия проводили в металлических контейнерах на двухвалковом стане ДУО-210. Холодную прокатку образцов проводили на двухвалковом стане с диаметром валков 90 мм.

Вакуумные отжиги, включающие стадию нагрева, выдержки определенное время ( $\tau$ ) при заданной температуре и охлаждения проводили при высоком вакууме ( $5 \times 10^{-7}$  мбар). Скорость нагрева и охлаждения составляла 0,3 °С и 4,5–5 °С соответственно.

Физическое моделирование процессов пластической деформации выполнено при помощи термомеханического симулятора Gleeble-3800.

Для моделирования процессов пластической деформации и разрушения бериллия использованы пакеты конечно-элементного анализа Deform и ABAQUS.

Для оценки уровня механических характеристик бериллиевых фольг использовали комплекс механических испытаний на статическое растяжение. Оптимальные геометрические параметры образцов фольг для испытаний на растяжение были определены при помощи конечно-элементного моделирования. Подбранная форма образцов позволила обеспечить максимальный ресурс пластичности при испытаниях, т.е. отсутствие преждевременного разрушения, вызванного локализацией деформации, а также снизить расход дорогостоящего бериллия.

Для тестирования механических свойств тонких (толщиной 8-30 мкм) и сверхтонких бериллиевых фольг (толщиной <5 мкм) использованы испытания на изгиб, статическое и циклическое нагружение внешним давлением в сочетании с конечно-элементным моделированием.

Испытания на вакуумную герметичность бериллиевых фольг выполнены при помощи гелиевого масс-спектрометра и специально спроектированных и изготовленных оснасток.

В **третьей главе** представлены результаты исследований эволюции микроструктуры, текстуры и механических свойств бериллиевых фольг после многопроходной горячей прокатки (ГП) в металлическом контейнере, а также после ХП в сочетании с ВО.

На рис. 1 представлены разработанные технологические схемы получения бериллиевых фольг при помощи ГП в металлическом контейнере, отличающиеся маршрутами деформирования. Общий уровень деформаций, достигнутый во время ГП с перекрестными кантовками, а также без кантовок, выражен через логарифмические деформации относительно направления прокатки последнего прохода:  $\epsilon_{НП}$ -истинная деформация вдоль НП;  $\epsilon_{ПН}$ -истинная деформация вдоль ПН;  $\epsilon$ -истинная деформация по толщине в НН. Такие обозначения были приняты для удобства последующего анализа эволюции механических свойств, структуры и текстуры бериллия. Прокатку осуществляли при температуре 870 °С за 15 проходов ( $N_{пр}$ ) с относительным обжатием 10-25 % за проход в зависимости от толщины образцов. Время междеформационной паузы при

температуре прокатки составляло 7-10 мин. Таким образом, обеспечивали полное протекание процессов разупрочнения в паузах между проходами. Конечная толщина получаемых бериллиевых фольг по данным технологиям составила 130-160 мкм.

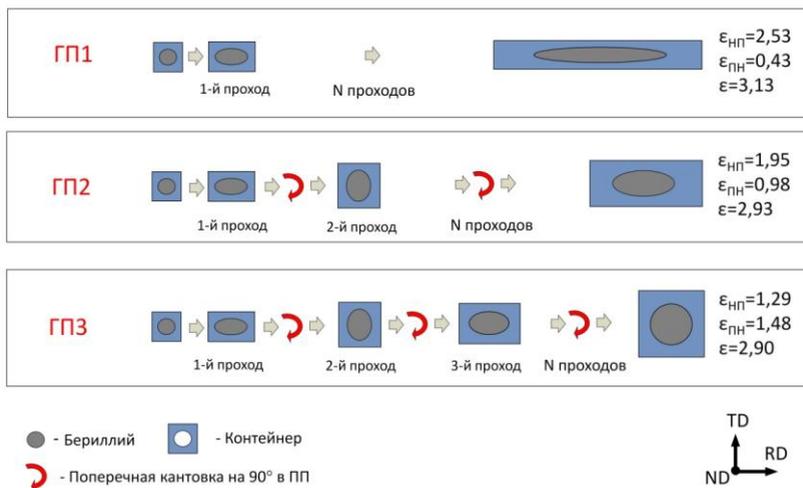


Рис. 1. Схемы разработанных технологий получения бериллиевых фольг при помощи ГП в контейнере при  $T=870\text{ }^{\circ}\text{C}$  и достигнутые истинные деформации бериллия в различных направлениях: ГП1 – прокатка без перекрестных кантовок с преимущественной вытяжкой в направлении прокатки; ГП2 – прокатка с перекрестными кантовками для набора ширины; ГП3 – прокатка с перекрестными кантовками с равномерными вытяжками в направлении прокатки и в поперечном направлении

На рис. 2 представлены результаты испытаний на статическое растяжение бериллиевых фольг, полученных по разработанным технологиям (рис. 1). При наиболее рациональных схемах прокатки, с преимущественными вытяжками в направлении прокатки, позволяющих получать относительно большую длину бериллиевого раската (технологии ГП1 и ГП2 на рис. 1), наблюдается существенная анизотропия механических свойств (рис. 2). Максимальные значения прочностных и пластических свойств сформированы вдоль НП, минимальные вдоль ПН. Средние значения механических свойств наблюдаются под углом  $45^{\circ}$  к НП. Следует отметить, что при прокатке по данным режимам пластические свойства вдоль ПН практически равны нулю.

Снижение уровня анизотропии механических свойств возможно при использовании режимов ГП с равномерными вытяжками вдоль

НП и ПН (технология ГПЗ на рис. 1-2). Однако данная технология производства бериллиевых фольг заданной толщины ограничена параметрами стана (длиной бочки валков), в отличие от других рассмотренных режимов.

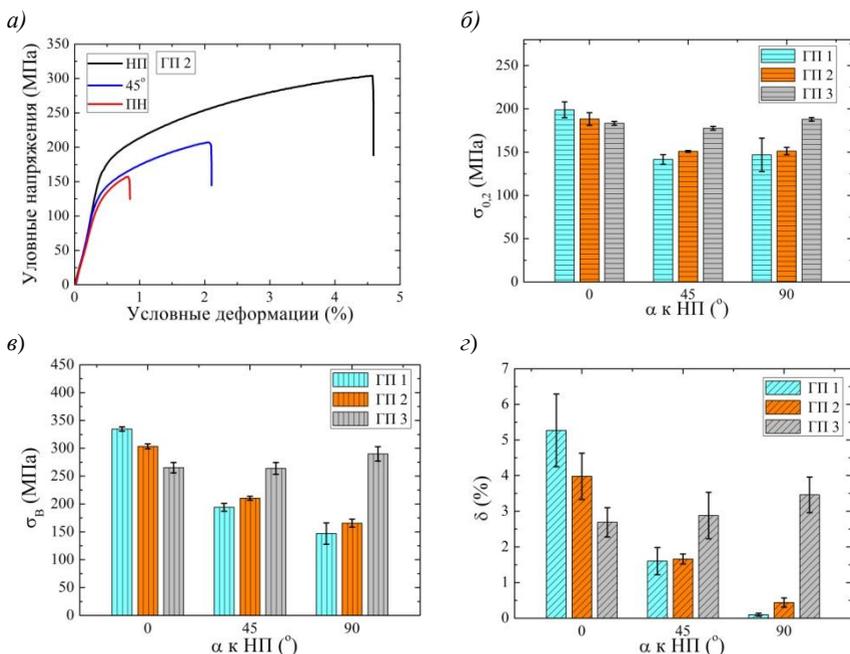


Рис. 2. Типичные кривые зависимости условных напряжений от условных деформаций (а) и механические свойства в различных направлениях для бериллиевых фольг после ГП по разработанным технологиям (б-г)

На основании анализа структуры и текстуры образцов бериллиевых фольг, а также данных механических испытаний, установлено, что наряду с известными факторами (деформационное упрочнение, химический состав материала, размер и характер распределения примесей и др.) значительное влияние на физико-механические свойства бериллия оказывает кристаллографическая текстура. В процессе горячей прокатки происходит существенная трансформация исходной текстуры заготовок. В бериллиевых фольгах после ГП с преимущественной вытяжкой вдоль НП преобладает текстурная компонента  $\{0001\} \langle 10\text{-}10 \rangle$ , которая отклонена на угол  $\pm 30\text{-}70^\circ$  (рис. 3) в обоих направлениях относительно ПН (т.н. «расщепленная базисная текстура» (split basal texture) [7,8]). При этом, чем выше значения деформации вдоль НП, тем выше интенсивность

компоненты  $\{0001\} \langle 10\text{-}10 \rangle$ , и тем больше угол ее отклонения относительно ПН.

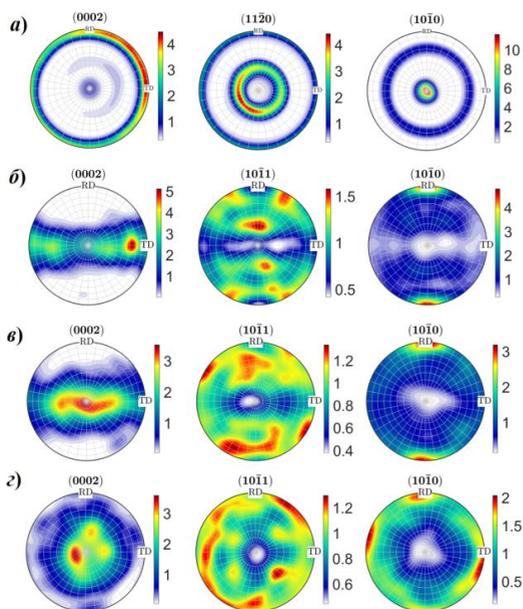


Рис. 3. ППФ для исходной заготовки под горячую прокатку из дистиллированного бериллия, полученные методом XRD анализа (а) и ППФ для образцов после горячей прокатки по различным технологиям, полученные по EBSD картам (см. схему рис. 1): б - ГП1; в - ГП2; г - ГП3

Следует подчеркнуть, что при прокатке с равномерными вытяжками вдоль НП и ПН (технология ГП3) в бериллиевых фольгах формируется расщепленная в двух направлениях базисная текстура  $\{0001\} \langle 10\text{-}10 \rangle$  (см. рис. 3, г). Отклонение текстурной компоненты на небольшие углы ( $< 30^\circ$ ) относительно НП и ПН позволяет характеризовать данную текстуру, как текстуру базисного волокна  $\langle 0001 \rangle$  (fiber texture), обеспечивающую необходимую плоскостную изотропию механических свойств (см. рис. 2, ГП3).

Анализ карт кристаллографических ориентировок (рис. 4, а) и распределений размеров зерен вдоль направлений НП и вдоль ПН (рис. 4, б) для образцов, полученных по разработанным технологиям (см. схему рис. 1), показал отсутствие удлинения (волокнистости) зерен и их границ вдоль преимущественных направлений деформации при ГП (отсутствие механической текстуры), тем самым подтверждая вывод о значительном влиянии кристаллографической текстуры на физико-механические свойства бериллия. Главным образом, отсутствие вытянутости границ зерен вдоль преимущественных направлений деформации обуславливается интенсивно протекающими процессами динамической и статической (в междеформационных

паузах) рекристаллизации в бериллии при  $T=870$  °С, что подтверждается исследованиями на комплексе Gleeble-3800 [9].

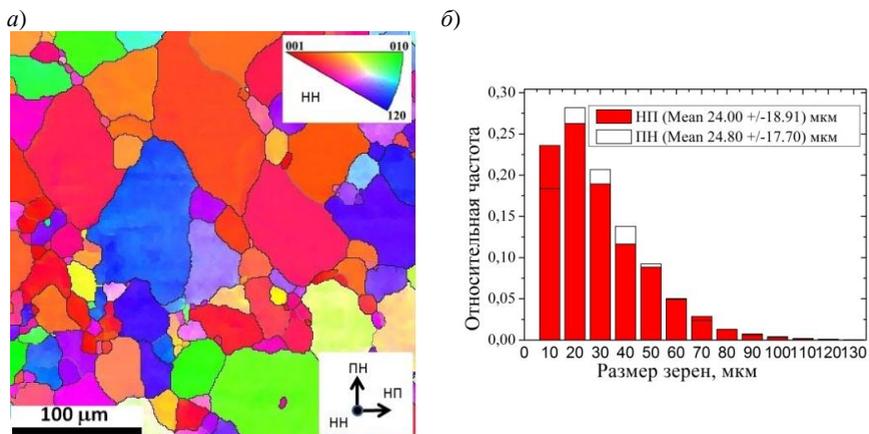


Рис. 4. Карта кристаллографических ориентировок (а) и гистограммы размера зерен вдоль направлений НП и ПН (б) для образцов бериллиевых фольг после горячей прокатки по технологии ГП 2 (см. рис. 1) при  $T=870$  °С

Выполненный анализ фактора Шмида для образцов, полученных по разработанным технологиям позволил установить, что одной из причин хрупкого разрушения и пониженного уровня механических свойств бериллиевых фольг в ПН (см. рис. 2, ГП1) является возможность деформации только лишь по базисной СС  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$  (рис. 5, а). При этом активация призматического скольжения по СС  $\{10-10\} \langle 11-20 \rangle$  (рис. 5, б) приводит к значительному повышению пластичности бериллия до  $\delta=6,5-7$  % (см. рис. 2, ГП1).

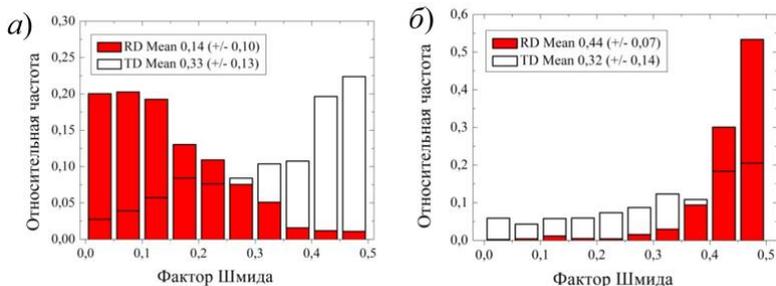


Рис. 5. Гистограммы рассчитанных значений фактора Шмида в направлениях нагружения, параллельных НП и ПН для образцов бериллиевых фольг после горячей прокатки по технологи ГП1 для различных СС: а – базисная СС  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$ ; б – призматическая СС  $\{10-10\} \langle 11-20 \rangle$

Таким образом, для получения высокого комплекса физико-механических свойств бериллиевых фольг и их плоскостной изотропии необходимо решить проблему активации скольжения по призматическим системам. Обеспечение плоскостной изотропии физико-механических свойств возможно только в одном случае – когда в фольгах сформирована острая текстура волокна  $\langle 0001 \rangle$  [10].

Исходя из этого, определение механизмов деформации бериллия и эволюции исходной кристаллографической текстуры, а также микроструктуры при холодной прокатке и высоковакуумной термической обработке является крайне важным для разработки промышленных технологий получения тонких (толщиной 8-30 мкм) и сверхтонких (толщиной  $< 5$  мкм) фольг с повышенным уровнем физико-механических свойств.

Выполненный текстурный анализ образцов бериллиевых фольг, различным образом ориентированных при ХП относительно исходной расщепленной базисной кристаллографической текстуры  $\{0001\} \langle 10-10 \rangle$  горячекатаных заготовок (рис. 6) позволил установить, что основным механизмом деформации бериллия при ХП является скольжение по базисной СС  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$ , приводящее к вращению кристаллитов вокруг оси  $c$  решетки с одновременным выстраиванием базисных плоскостей (0001) параллельно плоскости прокатки (рис. 7-8).

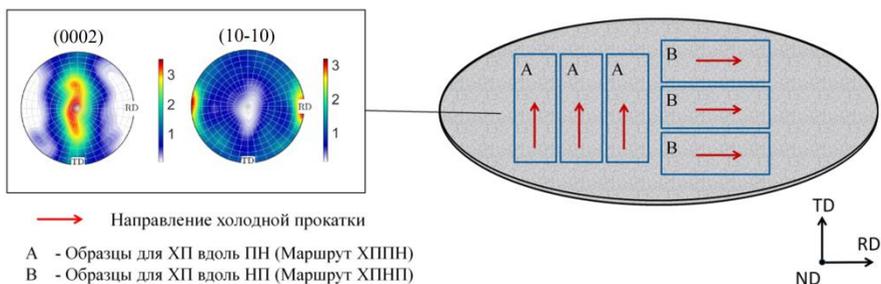


Рис. 6. Схема расположения образцов для холодной прокатки относительно исходной текстуры образца, полученного по технологии ГП2

Показано, что на сопротивление деформации при ХП в НН, помимо степени деформационного упрочнения, будет значительно влиять кристаллографическая текстура бериллия, а именно угол отклонения оси  $c$  решетки кристаллитов от НН. Чем выше степень деформации при ХП, тем больше доля кристаллитов, плоскость базиса (0001) которых ориентирована параллельно плоскости прокатки

фольги (рис. 7-8). В тот момент, когда во всем объеме металла значительная часть кристаллитов будет иметь строгую базисную ориентацию, пластическая деформация бериллия при холодной прокатке останавливается (или значительно затрудняется) за счет исчерпания возможности скольжения по первичной СС.

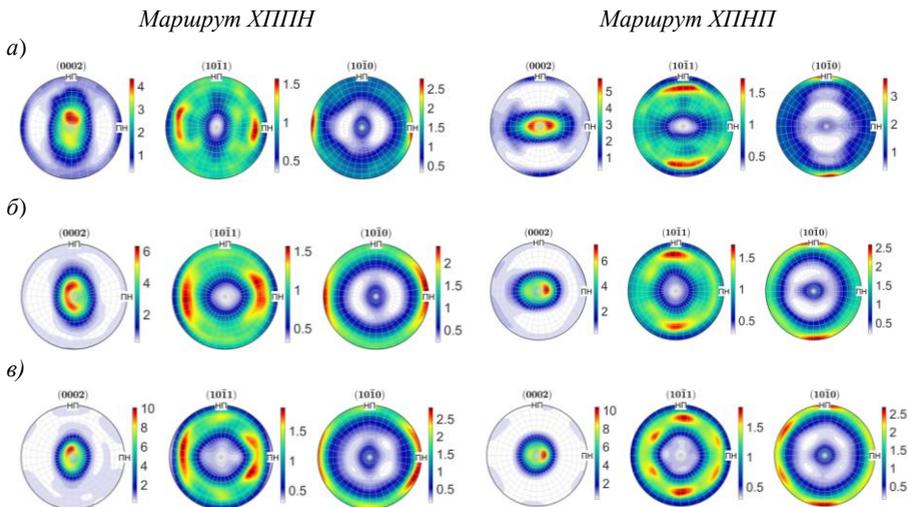


Рис. 7. ППФ (0001), (10-11) и (10-10) для образцов бериллиевых фольг после ХП по различным маршрутам (см. рис.6) с различными степенями деформации (исходная толщина образцов 125 мкм), построенные на основании XRD анализа: а –  $\varepsilon = 0,17$  (толщина 105 мкм); б –  $\varepsilon = 0,82$  (толщина 55 мкм); в –  $\varepsilon = 1,40$  (толщина 26 мкм)

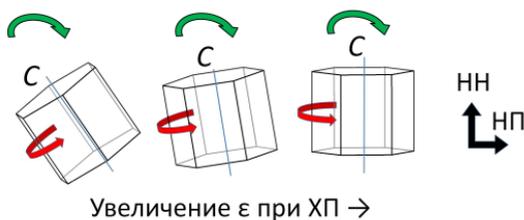


Рис. 8. Схема, иллюстрирующая механизм деформации бериллия при ХП скольжением по базисной СС{0001} <11-20>

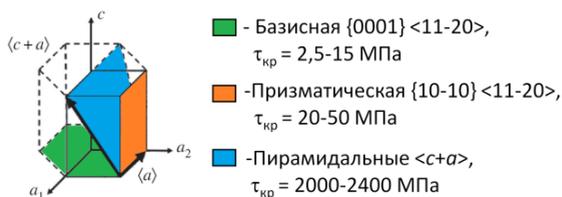


Рис. 9. Значения критических сдвиговых напряжений ( $\tau_{кр}$ ) для начала скольжения в бериллии по различным СС при комнатной температуре [4]

Тем не менее, такая строгая ориентация значительной доли кристаллитов с углом  $\chi=0^\circ$  при холодной прокатке открывает возможность перехода во вторичные пирамидальные СС  $\langle c+a \rangle$  (см. рис. 9), что должно приводить к обратному эффекту в виде расщепления двойных полюсов и увеличению угла  $\chi$  между НН и осью  $c$  решетки. Однако для этого требуется уровень напряжений, значительно превышающий значения для первичной базисной СС, что при ХП бериллиевых фольг с толщиной менее 30 мкм сложно реализуемо из-за упругого сплющивания валков стана. При этом деформация двойникованием по системе  $\{10\text{-}12\} \langle 10\text{-}11 \rangle$  в данном случае невозможна, т.к. для этого необходимо, чтобы базисная плоскость была расположена параллельно оси нагружения [11].

Этот факт дополняет ранее принятое положение о теоретическом пределе «выкатываемости» бериллия при холодной прокатке в работе [12], определяемым возможностями оборудования и значением предела пропорциональности металла.

Восстановить способность бериллия пластически деформироваться при ХП тонких фольг толщиной <30 мкм позволяет использование промежуточных ВО, при которых интенсивно протекают процессы рекристаллизации, в результате которых происходит снижение уровня интенсивности текстурной компоненты  $\{0001\} \langle 10\text{-}10 \rangle$ , а также разницы в интенсивностях двойных максимумов профилей ППФ (0001), тем самым вновь возобновляется возможность скольжения по первичной базисной СС (рис. 10).

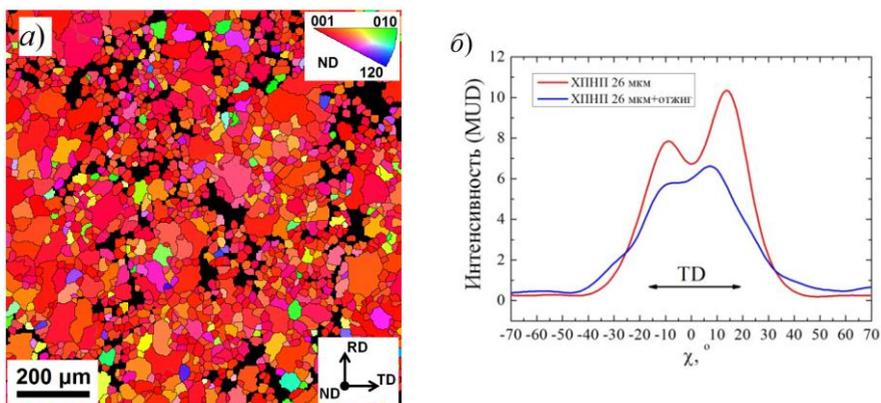


Рис. 10. Карта кристаллографических ориентировок (а) и меридиональные профили ППФ (0002) (б) для образцов бериллиевых фольг толщиной 26 мкм, после ХП по маршруту ХПНП ( $\epsilon=1,57$ ) с последующим отжигом при  $T=850^\circ\text{C}$  ( $\tau=20$  мин)

Детальные исследования структуры образцов бериллиевых фольг по толщине при помощи методов EBSD анализа слоев металла после химического утонения (т.е. послойного химического удаления слоев и последующей съемки EBSD карт) показали неоднородность формирования текстуры по толщине фольг. В тонких поверхностных слоях формируется требуемая острая текстура волокна  $\langle 0001 \rangle$ , в центральных слоях металла в некоторой степени сохраняется расщепленная базисная текстура  $\{0001\} \langle 10\text{-}10 \rangle$  (рис. 11-12). Именно данная текстурная неоднородность, при высокой рентгеновской «прозрачности» бериллия, приводит к наблюдению меридиональных профилей ППФ (0001) с двойными расщепленными максимумами при XRD анализе (рис. 11, а).

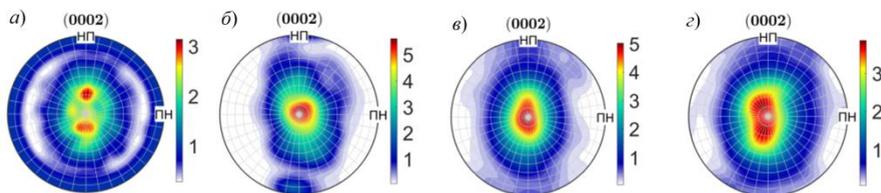


Рис. 11. ППФ (0001) по данным XRD анализа (а) и EBSD анализа различных слоев по толщине фольги после ХП (маршрут деформирования ХППН) с  $\varepsilon = 0,82$  (толщина 55 мкм) и ВО при  $T=950\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $\tau=0$  мин): поверхностный слой фольги (б); 12,5 мкм от поверхности фольги (в); центральный слой фольги (г)

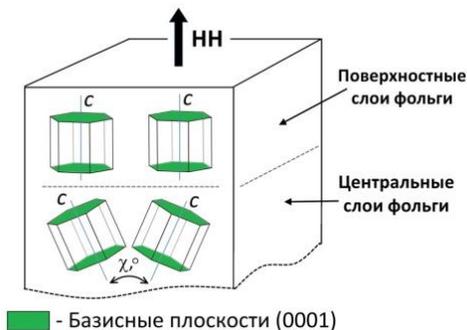


Рис. 12. Схема, иллюстрирующая характер неоднородности текстурообразования при ХП бериллиевых фольг

Исходя из схемы, представленной на рис. 12, прослеживается важная особенность пластической деформации бериллия при холодной прокатке фольг. Острая текстура волокна  $\langle 0001 \rangle$  в поверхностных слоях бериллия указывает на исчерпывание возможности скольжения по базисной  $CS\{0001\} \langle 11\text{-}20 \rangle$ , в то время как в центральных слоях такая возможность сохраняется. Другими словами, если учесть, что основным механизмом деформации при

холодной прокатке является скольжение по  $CS\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ , то пластическая деформация поверхностного слоя значительно затруднена по сравнению с центральным.

Для объяснения подобного характера текстурообразования в ABAQUS разработана конечно-элементная модель холодной прокатки, учитывающая упругую деформацию валков. Анализ напряженно-деформированного состояния (НДС) при ХП, выполненный с помощью разработанной модели, показал, что острая текстура волокна  $\langle 0001 \rangle$  в поверхностных слоях бериллиевых фольг формируется за счет повышенных значений сдвиговых напряжений  $\tau_{xy}$  и деформаций  $\gamma_{xy}$  в данных областях (влияние контактного трения) по сравнению с центральными слоями, где сохраняется расщепленная базисная текстура.

Для эффективного управления текстурным состоянием и снижения уровня анизотропии физико-механических свойств бериллиевых фольг при ХП необходимо учитывать не только особенности исходной текстуры заготовок, но и закономерности уширения образцов в зависимости от их толщины. Полученные экспериментальные зависимости формообразования образцов бериллия при ХП, различным образом ориентированных относительно исходной текстуры, позволили установить закономерности и разработать технологии, обеспечивающие формирование требуемой текстуры волокна  $\langle 0001 \rangle$ . Одной из технологий получения данной текстуры в готовых бериллиевых фольгах является многостадийная ХП бериллия с промежуточными ВО после каждой стадии деформации, необходимыми для восстановления ресурса деформируемости металла (рис. 13).

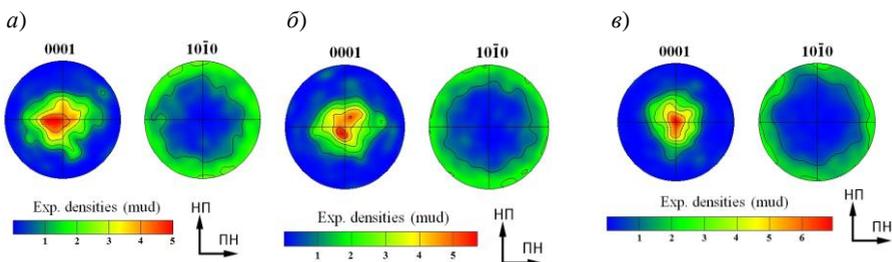


Рис. 13. ПФ (0001) и (10-10), полученные по данным EBSD анализа для образцов бериллиевых фольг, полученных по технологии многостадийной ХП с различной степенью логарифмической деформации и ВО при  $T=850\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $\tau=20\text{ мин}$ ): *a* –  $\epsilon=0,08$  (толщина 92 мкм); *б* –  $\epsilon=0,69$  (толщина 50 мкм); *в* –  $\epsilon=1,08$  (толщина 35 мкм)

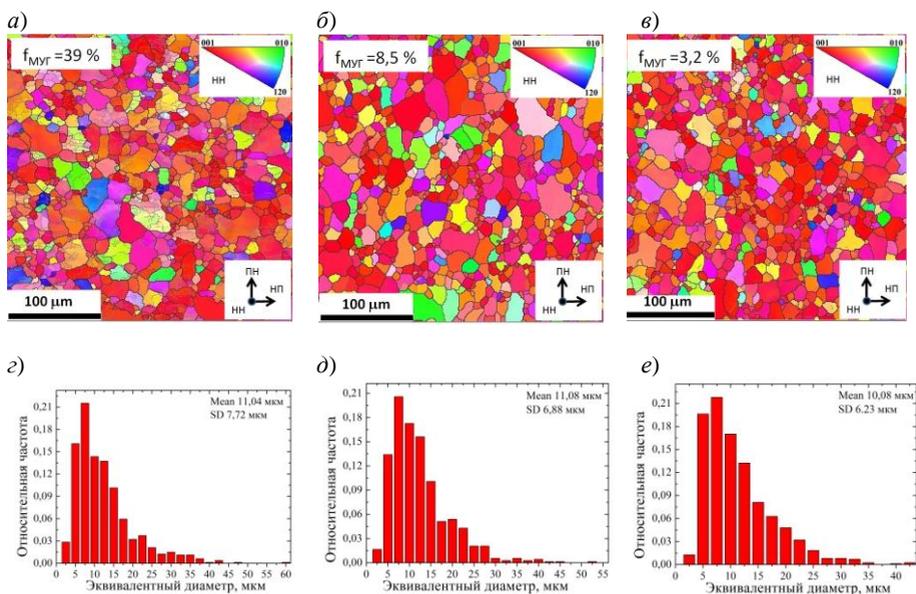


Рис. 14. Карты кристаллографических ориентировок (а–в) и гистограммы эквивалентного диаметра (з–е) для образцов бериллиевых фольг после многостадийной ХП с различной степенью логарифмической деформации и ВО при  $T=850\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $\tau=20\text{ мин}$ ): а –  $\varepsilon=0,08$ ; б –  $\varepsilon=0,69$ ; в –  $\varepsilon=1,08$

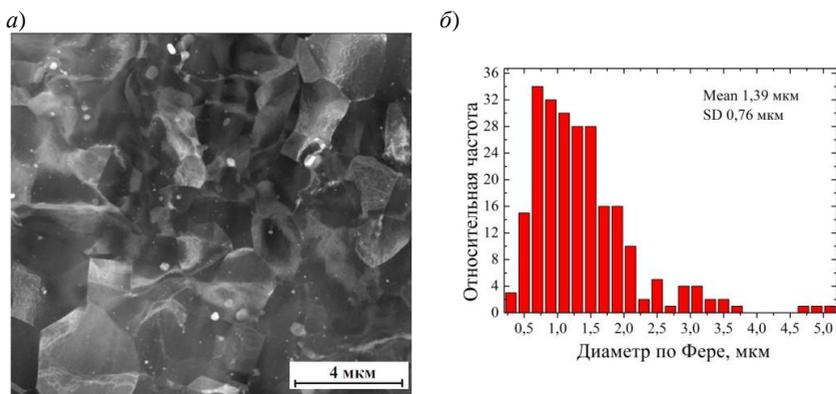


Рис. 15. ПРЭМ - изображение с z-контрастом структуры (а) и гистограммы диаметра зерен по Ферре (б) для образцов бериллиевых фольг толщиной 5 мкм, полученных по технологии многостадийной ХП и ВО с суммарной  $\varepsilon=4,09$

Показано, что увеличение степени деформации при ХП перед ВО, помимо повышения остроты текстурной компоненты  $\langle 0001 \rangle$  (рис. 13), приводит также к заметному снижению уровня

разнозернистости структуры (рис. 14) за счет возникновения большого количества потенциальных мест для образования зародышей новых зерен при первичной рекристаллизации бериллия [13]. Исследования тонкой структуры бериллиевых фольг при помощи ПЭМ также показали формирование равновесных рекристаллизованных полигональных зерен бериллия при ВО (рис. 15).

Важно отметить, что использование разработанных технологий многостадийной ХП в сочетании с ВО в конечном итоге позволяет значительно повысить физико-механические свойства бериллиевых фольг (рис. 16), а также снизить уровень их плоскостной анизотропии.

Таким образом, обобщив результаты исследований, можно сделать вывод, что повышение уровня физико-механических свойств *главным* образом обеспечивается за счет сформированной кристаллографической текстуры с компонентой волокна  $\langle 0001 \rangle$ . Следует подчеркнуть, что такая текстура необходима для активации призматического скольжения во всех направлениях нагружения в плоскости фольги.

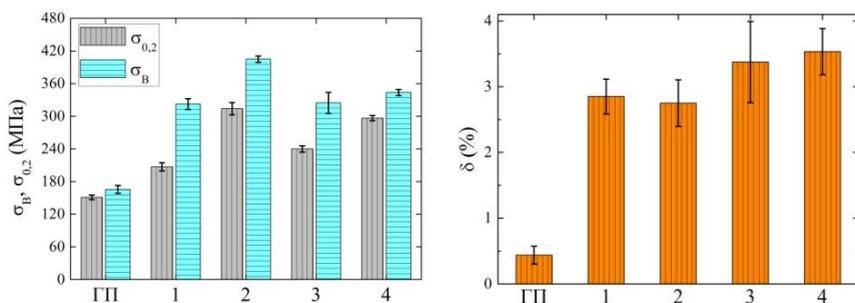


Рис. 16. Механические свойства бериллиевых фольг, полученных при помощи разработанной технологии многостадийной ХП и ВО при  $T=850\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $\tau=20$  мин), (НР соответствует направлению ХП): ГП – после горячей прокатки при  $T=870\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 2 – после нескольких стадий ХП и ВО; 2 – после ХП с  $\varepsilon=0,08$  (толщина фольги 92 мкм) и ВО; 3 – после ХП с  $\varepsilon=0,69$  (толщина фольги 50 мкм) и ВО, 4 – после ХП с  $\varepsilon=1,08$  (толщина фольги 35 мкм) и ВО

*Дополнительным* вкладом в увеличение уровня физико-механических свойств является повышение доли МУГ в структуре (см. рис. 14, а, рис. 16, режим 2), а также снижение размера зерен (увеличение протяженности большеугловых границ (БУГ)) и снижение величины разнозернистости структуры (см. рис. 14, б-в, рис. 16, режимы 3-4).

На активацию механизма скольжения по призматическим СС  $\{10\text{-}10\} \langle 11\text{-}20 \rangle$ , помимо выполненных расчетов фактора Шмида (см. рис. 5), однозначно указывают пересекающиеся линии скольжения в пределах кристаллитов (рис. 17), иллюстрирующие одновременный сдвиг по обеим плоскостям призмы  $\{10\text{-}10\}$ , расположенных под углом  $\sim 30^\circ$  (т.н. «стабильное двойное скольжение», рис. 17, *а*) и  $\sim 60^\circ$  (т.н. «нестабильное двойное скольжение», рис. 17, *б*) к направлению растяжения. Эффект перекрестного (двойного) призматического скольжения, известный в монокристаллах бериллия [4,11], а также в других металлах с ГПУ решеткой [14,15], в поликристаллических бериллиевых фольгах в мировой практике обнаружен впервые.

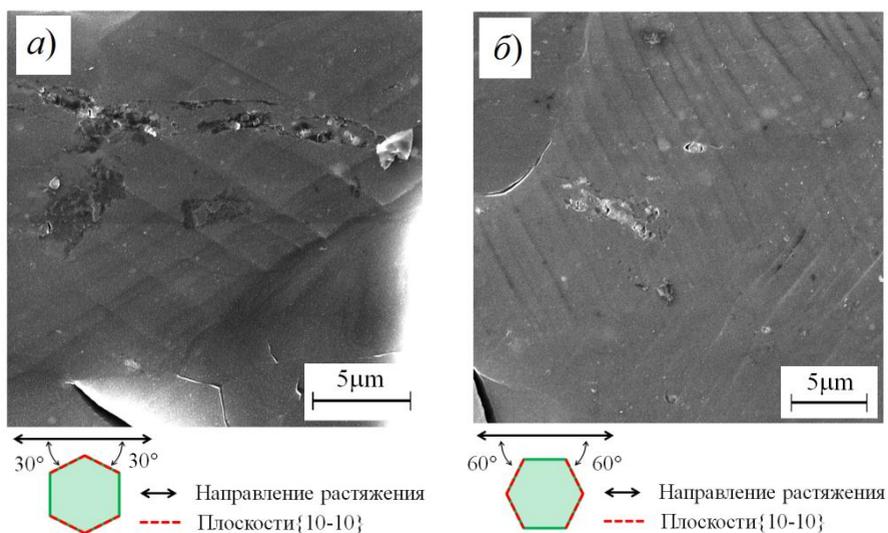


Рис. 17. РЭМ – изображения образцов бериллиевых фольг толщиной 26 мкм после испытаний на растяжение до разрушения; фольги получены холодной прокаткой по маршруту ХПНП с  $\epsilon = 1,57$  и последующим отжигом при  $T = 850^\circ\text{C}$  ( $\tau = 20$  мин): *а* – механизм стабильного двойного призматического скольжения; *б* – механизм нестабильного двойного призматического скольжения

Механические испытания образцов бериллиевых фольг, полученных при помощи ХП в сочетании с ВО, также показали, что их характерной особенностью является наличие продолжительной площадки текучести на диаграмме растяжения (рис. 18). Детальные исследования позволили установить, что площадка текучести при растяжении образцов связана с локализацией пластической деформации, сопровождаемой образованием полос Чернова-Людерса

(ПЧЛ) [16]. Пошаговые фотографии стадий образования ПЧЛ в бериллии представлены на рис. 18, б. Следует отметить, что данный эффект впервые экспериментально обнаружен в бериллиевых фольгах.

Одной из возможных причин образования ПЧЛ в бериллии является закрепление дислокаций атмосферами примесных атомов, предположительно углерода, образующих твердые растворы внедрения при высокотемпературных отжигах деформированного металла. Относительная диффузионная способность углерода значительно увеличивается с ростом плотности дислокаций [17], что соответствует условиям холодной прокатки. Возможность диффузии углерода в виде смешанных пар атомов, один из которых занимает позицию внедрения, а другой – замещения, также продемонстрирована в работе [17].

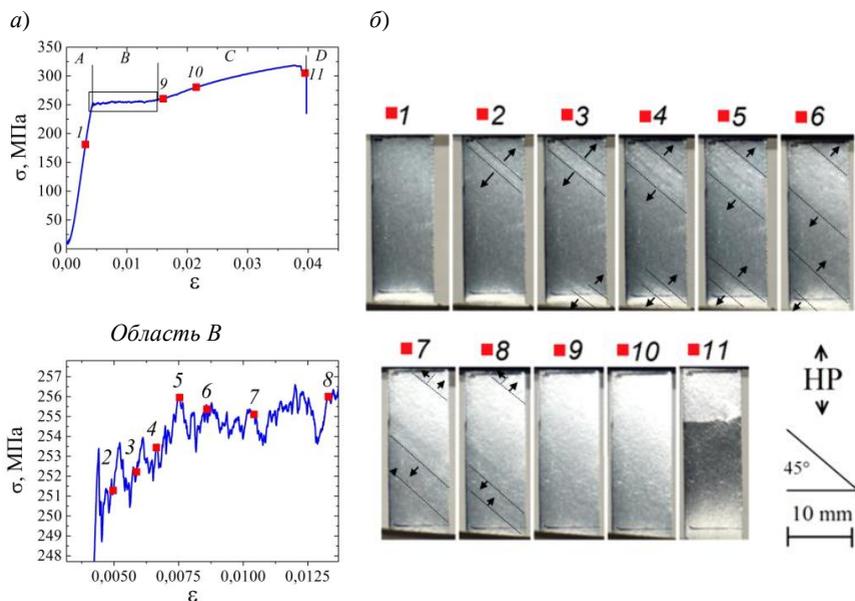


Рис. 18. Типичная диаграмма условных напряжений от условных деформаций при растяжении образцов бериллиевых фольг, полученных при помощи ХП в сочетании с ВО (а); экспериментальное наблюдение стадий образования ПЧЛ в соответствии с представленной диаграммой растяжения (б)

Считается, что закрепление дислокаций в бериллии является одной из причин его хрупкого разрушения при малых пластических деформациях [4]. Кроме этого, любая локализация деформации в

хрупком бериллии негативно сказывается на общем уровне предельных деформаций до разрушения.

Известно, что одним из способов устранения площадки текучести является дополнительная холодная деформация с малыми степенями (т.н. дрессировка). В работе установлено, что оптимальной степенью деформации при холодной прокатке, необходимой для устранения площадки текучести в бериллии, является величина  $\varepsilon=0,3-0,5$  %. Показано, что даже незначительное превышение оптимальных значений деформаций приводит к резкому падению пластических свойств бериллия.

Дальнейшее изучение дислокационной природы площадки текучести в различных сортах бериллия является перспективным для дополнительного повышения физико-механических свойств при статических и циклических нагружениях.

Таким образом, можно считать, что проблема получения острой текстуры волокна  $\langle 0001 \rangle$  и активации призматического скольжения для получения повышенного уровня физико-механических свойств в тонких бериллиевых фольгах успешно решена.

**В четвертой главе** изложен комплексный подход к разработке неразрушающих технологий многопроходной пластической деформации бериллия при получении фольг для рентгеновской техники.

Выполнен обзор различных подходов к прогнозированию разрушения материалов. Среди них особого внимания заслуживает феноменологическая теория разрушения В.Л. Колмогорова и А.А. Богатова [18,19] успешно реализуемая при описании процессов деформации и разрушения различных сталей и сплавов при прокатке, ковке, волочении и др. Однако использование данного подхода для описания процесса разрушения бериллия сопряжено с объективными трудностями, поскольку выполнить многочисленные испытания, особенно на кручение, для бериллия затруднительно вследствие его хрупкости, дороговизны и токсичности.

Рассмотрена также часто используемая модель разрушения, Джонсона-Кука (Johnson-Cook model) [20]. Модель хорошо себя зарекомендовала при численном анализе процессов разрушения, особенно при динамическом, высокоскоростном нагружении [21,22]. Однако экспериментальное определение параметров модели также представляет собой сложную задачу, требующую большого количества испытаний множества образцов различной конфигурации

[23]. При этом единой методики определения этих параметров не существует.

Выполненный в данной главе анализ различных критериев разрушения в сопоставлении с экспериментальными данными показал, что наиболее простым, но в то же время эффективным и достоверно отражающим картину разрушения, является модифицированный критерий Кокрофта-Латама (КЛ) [24].

Значение критерия КЛ вычисляется по формуле:

$$C_{\text{К-Л}} = \int_0^{\varepsilon_i} \frac{\sigma_1}{\sigma_i} d\varepsilon, \quad (1)$$

где  $\varepsilon_i$  – накопленная интенсивность деформации в момент разрушения;  $\sigma_1$  – максимальное главное напряжение;  $\sigma_i$  – интенсивность напряжений по Мизесу.

Разрушение металла наступает в тот момент, когда  $C_{\text{К-Л}}$  достигает предельного значения  $C_{\text{К-Л}}^{\text{пред}}$ , которое является структурно чувствительной величиной и, зависит от температуры, степени, скорости деформации, а также накопленной деформации.

В работе при помощи анализа влияния схемы НДС на уровень предельных значений критерия КЛ установлено, что предельное значение модифицированного критерия разрушения КЛ не зависит от схемы НДС и определяются только свойствами материала. При этом показано, что рассчитанное значение критерия КЛ безусловно зависит от схемы НДС и пути деформирования.

Таким образом, на основании данных компьютерного моделирования в сопоставлении с экспериментальными данными показано, что предельные значения критерия КЛ могут быть использованы для прогнозирования разрушения бериллия при различных схемах НДС при условии монотонного нагружения.

При определении предельного значения критерия крайне важно учитывать реологические свойства материала, параметры схемы напряженно-деформированного состояния, а также характер образования и развития трещин при моделировании разрушения. Для выполнения указанных требований, в данной работе была предложена методика определения предельных значений критерия, основанная на сочетании методов физического и математического моделирования. Методика включает в себя следующие основные этапы:

1. Получение информации о реологических и релаксационных свойствах бериллия с учетом технологических параметров процесса его обработки.

2. Конечно-элементное моделирование технологического процесса пластической обработки бериллия с использованием полученных реологических свойств. Получение сведений о напряженно-деформированном состоянии и температурных полях в исследуемых образцах.

3. Физическое моделирование процесса 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 определения предельного значения критерия.

Исходя из результатов экспериментальных данных растяжения образцов различных сортов бериллия [25], а также экспериментальных данных сжатия цилиндрических образцов на комплексе Gleeble-3800 получены зависимости предельных значений модифицированного критерия КЛ от температуры (рис. 19).

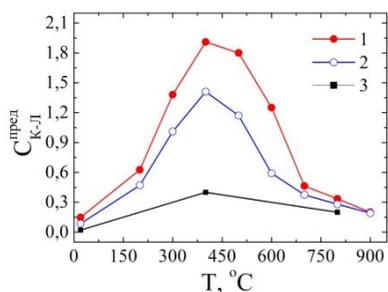


Рис. 19. Температурные зависимости предельных значений модифицированного критерия КЛ для различных сортов бериллия: 1 – дистиллированный горячепрессованный в вакууме (из порошка 50 мкм) [25]; 2 – технический горячепрессованный в вакууме (из порошка 50 мкм) [25]; 3 – нанокристаллический (по гидридной технологии), расчет по данным экспериментов на сжатие на комплексе Gleeble-3800

Одной из причин разрушения бериллия при горячей прокатке является накопление упрочнения при отсутствии процессов релаксации напряжений в паузах между проходами. Исходя из этого, технологический процесс неразрушающей многопроходной горячей прокатки необходимо разрабатывать на основании данных о релаксационных свойствах бериллия.

Для оценки полноты протекания релаксационных процессов при горячей деформации бериллия получены экспериментальные зависимости объемной доли релаксированного металла от времени междеформационной паузы и температуры [9].

Для учета доли релаксированного металла при многопроходной деформации, в том числе при прокатке в металлическом контейнере,

предназначенном для защиты от окисления и захлаживания бериллия, предложена следующая зависимость:

$$C_N = C_{N-1} \cdot (1 - F_{x_{N-1}}) + C_c, \quad (2)$$

где  $C_N$  – значения модифицированного критерия КЛ в рассматриваемом проходе;  $C_{N-1}$  – значения модифицированного критерия КЛ в предыдущем проходе;  $F_{x_{N-1}}$  – значения объемной доли релаксированного металла в предыдущем проходе;  $C_c$  – приращение значения модифицированного критерия КЛ в рассматриваемом проходе.

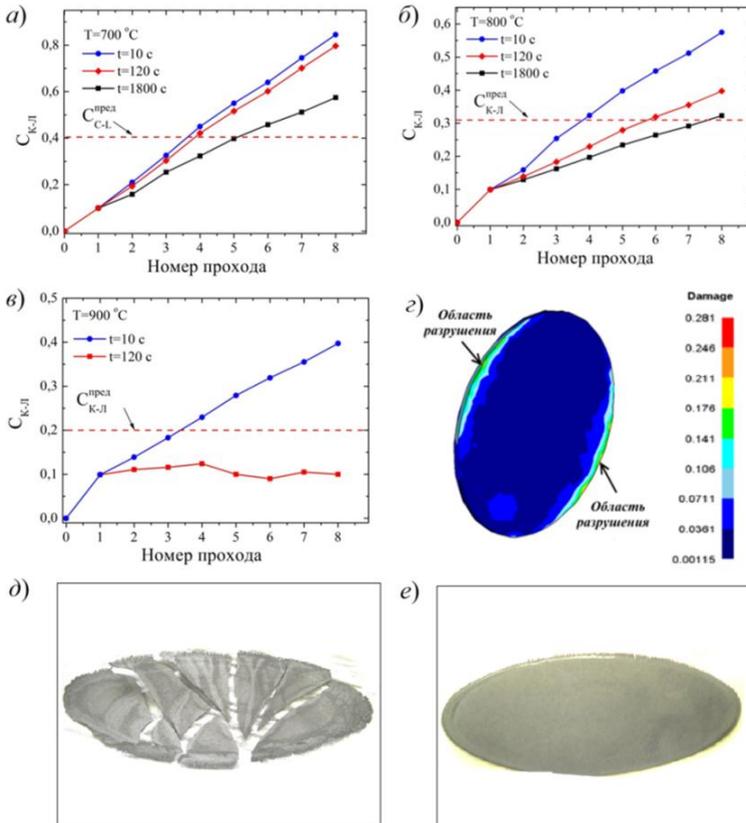


Рис. 20. Рассчитанные значения критерия КЛ для области возможного разрушения бериллия при ГП в металлическом контейнере при различных температурах и времени паузы между проходами  $t$  с обжатиями 10–15 % (а–в); поля распределения значений критерия разрушения, иллюстрирующее область наиболее вероятного образования трещин в бериллии (з); результаты экспериментальных ГП дистиллированного бериллия в металлическом контейнере при различных температурах ( $t = 600$  с) при  $T=700\text{ °C}$  (д) и  $T=900\text{ °C}$  (е)

Эффективность использования зависимости (2) подтверждена при оценке вероятности разрушения бериллия при физическом моделировании многопроходной деформации на комплексе Gleeble-3800, а также при опытных многопроходных горячих и теплых прокатках. По рис. 20 видно, что прокатка бериллия при температурах 700-800 °С приводит к накоплению значений критерия КЛ (рис. 20, *a-b*), что говорит о начале образования трещин через несколько проходов в кромочной области заготовки (рис. 20, *з*) и полному разрушению бериллия по завершении прокатки (рис. 20, *д*). В случае прокатки при температуре 900 °С с паузами между деформациями 120 с (рис. 20, *в*) интенсивно протекающие процессы разупрочнения практически не приводят к росту значений критерия КЛ. Опытные прокатки также показывают отсутствие разрушения бериллия в этом случае (рис. 20, *е*).

В **пятой главе** рассмотрены результаты исследований процессов деформации и разрушения бериллиевых фольг в условиях их работы в детекторах рентгеновского излучения.

При помощи созданных в ABAQUS математических моделей, аналитических расчетов и экспериментальных исследований установлен характер наряду-деформированного состояния в бериллиевых фольгах при статическом и циклическом нагружении внешним давлением (рис. 21). Расчеты выполнены для изотропной модели материала, однако при необходимости ABAQUS позволяет учесть анизотропию механических свойств бериллия.

В результате моделирования установлено, что разрушение бериллия происходит в узкой области окна, непосредственно граничащей с местом крепления (область пайки). Именно в данной области локализованы максимальные значения интенсивности пластической деформации  $\varepsilon_i$  и максимальные значения главных растягивающих напряжений  $\sigma_1$  как при циклическом, так и при статическом нагружениях (рис. 21, *б-в*). Показано, что на значения величины  $\varepsilon_i$  в области разрушения, помимо реологических характеристик бериллия, большое влияние оказывает апертура и толщина нагружаемых фольг.

Показано, что при одностороннем циклическом нагружении тонких бериллиевых фольг при определенных параметрах апертуры и толщины окон, а также реологических свойств происходит рост и накопление значений  $\varepsilon_i$  в процессе нагружения. Детальные исследования показали, что причиной интенсивного накопления деформации при циклическом нагружении фольг является низкий

коэффициент Пуассона, приводящий к увеличению активной площади нагружения, и как следствие, увеличению значений пластической деформации в месте ее локализации.

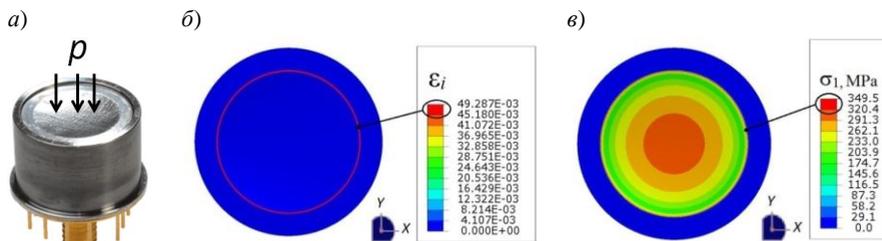


Рис. 21. Схема нагружения бериллиевого окна при работе детекторе рентгеновского излучения (а); поля значений накопленной интенсивности деформации  $\epsilon_i$  (б) и главных напряжений  $\sigma_1$  (в) для бериллиевого окна (апертура 7 мм, толщина 8 мкм) после 1500 циклов нагружения давлением 1 атм

Установлено, что для прогнозирования разрушения тонких бериллиевых фольг при нагружении внешним давлением, помимо критерия КЛ (1), может быть использован и более простой критерий разрушения по предельным деформациям (Ductile Damage Model).

$$\omega = \int \frac{d\epsilon_i}{\epsilon_{ult}} = 1, \quad (3)$$

где  $\omega$  – параметр поврежденности бериллия;  $\epsilon_i$  – интенсивность пластической деформации;  $\epsilon_{ult}$  – интенсивность пластической деформации в момент разрушения (предельные значения критерия).

Для определения значений критерия  $\epsilon_{ult}$  применены специальные методики испытаний на нагружение тонких фольг внешним давлением газа («bulge test») и нагружения изгибом до разрушения в сочетании с математическим моделированием процесса испытаний (рис. 22, а).

На рис. 22, б представлены полученные зависимости влияния угла изгиба на значения  $\epsilon_i$  в области разрушения, а также некоторые предельные значения критерия  $\epsilon_{ult}$  для различного состояния образцов, в том числе при наличии дефектов. Наличие дефектов в большинстве случаев приводит не к полному разрушению окон при нагружении, а к образованию локальных трещин (протяженностью от 10 до 300 мкм), вызывающих потерю вакуумной плотности фольги и разгерметизацию детектора.

Экспериментальные исследования разрушения при нагружении внешним давлением, выполненные при помощи специально

разработанной оснастки, а также расчеты в ABAQUS показали, что уровень значений  $\epsilon_i$  в момент разрушения тонких бериллиевых фольг при данной схеме нагружения сопоставим со значениями  $\epsilon_{ult}$ , полученными при испытаниях образцов на изгиб (см. рис. 22) и значительно выше, чем при испытаниях образцов на растяжение.

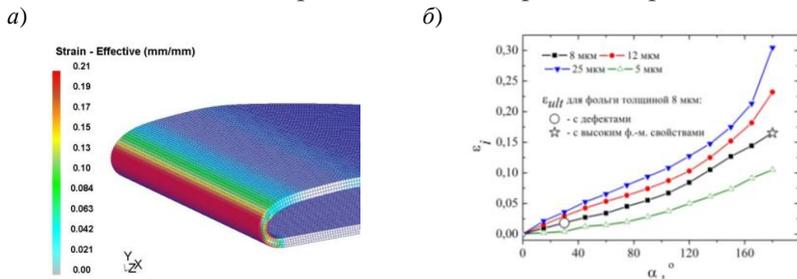


Рис. 22. Поля значений интенсивности накопленной деформации  $\epsilon_i$  при изгибе фольги толщиной 8 мкм (а) и рассчитанные зависимости значений  $\epsilon_i$  в месте возможного разрушения от угла изгиба  $\alpha$  для разных толщин фольг, а также некоторые предельные значения критерия (3) для различного конечного состояния образцов фольг толщиной 8 мкм (б)

Достоверность результатов расчетов по разработанным моделям нагружения тонких бериллиевых фольг подтверждена экспериментально путем сопоставления рассчитанных и фактических (измеренных) прогибов образцов различных конфигураций, а также характера разрушения. На рис. 23 представлены результаты испытаний тонких бериллиевых фольг при нагружении внешним давлением. Следует отметить, что области и характер разрушения, установленный при помощи разработанных моделей (рис. 21, б, в), полностью соответствует результатам экспериментального тестирования (рис. 23, в, г), что говорит о достоверности расчетов  $\epsilon_{ult}$ .

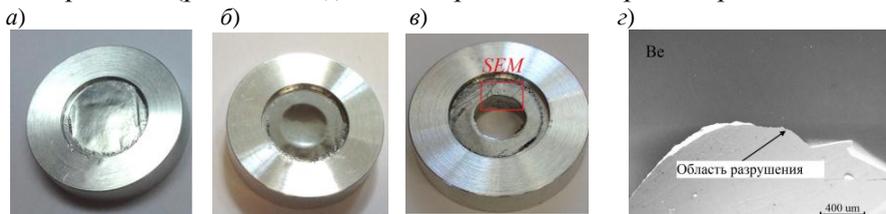


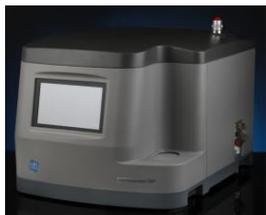
Рис. 23. Фотографии испытаний образцов фольг толщиной 5 мкм (апертура 7 мм), полученных при помощи многостадийной ХП и ВО: а – вклеенная в рамку фольга перед испытаниями; б – характер пластической деформации бериллиевой фольги после нагружения давлением 3 атм и последующей разгрузки до нормальных условий; в – внешний вид разрушения бериллиевой фольги при давлении 4,1 атм; г – РЭМ-изображение поверхности разрушения

Исходя из результатов выполненных расчетов и экспериментальных данных, предложена методика прогнозирования долговечности работы тонких бериллиевых окон при эксплуатации в детекторах рентгеновского излучения, основанная на сопоставлении накопленных значений  $\epsilon_i$  в области разрушения окна со значениями  $\epsilon_{ult}$ , определенными экспериментально.

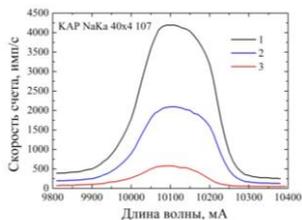
Опытно-промышленное тестирование полученных бериллиевых фольг (рис. 24) различных геометрических конфигураций на площадке производителя детекторов НПО «Спектрон» также показало достоверность предлагаемых методик оценки разрушения рентгеновских окон, что позволили внести изменения в конструкции детекторов.

За счет использования бериллиевых фольг с повышенными физико-механическими свойствами удалось значительно снизить толщину рентгеновских окон (вплоть до 5 мкм). Это позволило существенно улучшить аналитические характеристики серийно выпускаемого спектрометра СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM (рис. 24, а): скорость регистрации импульсов излучения для натрия и магния возросла в 8,5 и 4,6 раза соответственно (рис. 24, б, в). При этом вероятность разрушения бериллиевых окон (т.е. процент вышедших из строя окон) снизилась.

а)



б)



в)

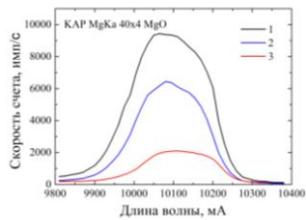


Рис. 24. Внешний вид вакуумного волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM (а); экспериментальные зависимости скорости регистрации импульсов от длины волны излучения при определении натрия (а) и магния (б): 1 – измененная конструкция детектора с толщиной фольги 5 мкм 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

## Основные выводы и результаты работы

1. Разработаны технологии производства тонких (толщиной 8-30 мкм) и сверхтонких бериллиевых фольг (толщиной <5 мкм), обеспечивающие повышенный уровень их физико-механических свойств, способные удовлетворить современные и перспективные потребности развития рентгеновской техники.

2. Показано, что при горячей прокатке в контейнере в бериллиевых фольгах формируется расщепленная базисная текстура  $\{0001\} \langle 10-10 \rangle$ , приводящая к существенной анизотропии и снижению физико-механических свойств фольг. Значительное увеличение уровня физико-механических свойств бериллиевых фольг и обеспечение их плоскостной изотропии достигается за счет формирования острой текстуры волокна  $\langle 0001 \rangle$ , а также снижения разноразмерности структуры и контролирования соотношения протяженности малоугловых и большеугловых границ.

3. Главным механизмом повышения физико-механических свойств бериллиевых фольг при их нагружении в условиях эксплуатации рентгеновских окон является активация призматической системы скольжения  $\{10-10\} \langle 11-20 \rangle$  за счет создания в бериллии заданного текстурного и структурного состояний.

4. Эффективным методом управления текстурным и структурным состояниями в бериллиевых фольгах является холодная прокатка в сочетании с высоковакуумными отжигами, при которых происходит трансформация исходной текстуры в текстуру волокна  $\langle 0001 \rangle$ . Вне зависимости от выбранного маршрута холодной прокатки относительно исходной кристаллографической текстуры заготовок, основным (преимущественным) механизмом деформации бериллия при холодной прокатке является скольжение по базисной системе  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$ .

5. Предел пластической деформации бериллия при холодной прокатке (т.н. предел «выкатываемости» тонких фольг) помимо деформационного упрочнения главным образом зависит от текущего текстурного состояния образцов, а именно от объемной доли кристаллитов, плоскость базиса которых ориентирована параллельно плоскости прокатки фольг. Чем выше доля кристаллитов, плоскость базиса которых ориентирована параллельно плоскости прокатки фольг, тем меньше способность бериллия к пластической деформации.

6. Разработан комплексный подход, позволяющий описать разрушение бериллия в процессе горячей, теплой и холодной пластической деформации при получении фольг для рентгеновской техники, заключающийся в учете доли релаксированного металла при многопроходной деформации. Показано, что разрушение бериллия в процессе пластической деформации может быть достоверно описано при помощи нормализованного (модифицированного) критерия Кокрофта-Латама. Разработана методика определения предельных значений нормализованного критерия Кокрофта-Латама, определены значения критерия для различных сортов бериллия в температурном диапазоне  $T=20-900$  °С.

7. На основании экспериментальных исследований процессов деформации и разрушения разработаны методики для прогнозирования длительности работы бериллиевых окон при эксплуатации в детекторах рентгеновского излучения с учетом геометрических параметров окна, физико-механических свойств материала, а также условий эксплуатации.

8. Использование бериллиевых фольг с повышенными физико-механическими свойствами позволило впервые в мировой практике уменьшить толщину входного бериллиевого окна до 5 мкм при сохранении заданной апертуры (активной площади) без увеличения вероятности его разрушения, что значительно повысило аналитические характеристики серийно выпускаемого волнодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра СПЕКТРОСКАН МАКС-GVM в области анализа легких элементов.

### Список цитируемых источников

1. Beckhoff, B. Handbook of practical x-ray fluorescence analysis / B. Kanngier, N. Langhoff, R. Wedell, H. Wolff – Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006. – 863 p.
2. Schlosser, D.M. Expanding the detection efficiency of silicon drift detectors / D.M. Schlosser, P. Lechner, G. Lutz, A. Niculae, H. Soltau, L. Strüder, R. Eckhardt, K. Hermenau, G. Schaller, F. Schopper, O. Jaritschin, A. Liebel, A. Simsek, C. Fiorini, A. Longoni // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. – 2010. – Vol. 624. – P. 270-276.
3. Products. [Электронный ресурс]. – 2019. – Режим доступа: <http://amptek.com/products>.
4. Вебстер, Д. Бериллий. Наука и технология / Д.Н. Вебстер, Д. Лондон, Г. Дж. Флойд, Д.Р. Лоува. – М.: –Металлургия, 1984. – 624 с.
5. Beuers, J. 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 / J. Beuers, S. Jönsson, G. Petzow // Acta Metall. – 1987. – Vol. 35. – № 9. – P. 2277–2287.
6. Regnier, P. Prismatic slip in beryllium and the relative ease of glide in h.c.p.

metals / P. Regnier, J. M. Dupouy // *Phys. status solidi*. – 2006. – Vol. 39. – P. 79–93.

7. Karimi, M. Texture evolution and plastic anisotropy of commercial purity titanium/SiC composite processed by accumulative roll bonding and subsequent annealing / M. Karimi, M.R. Toroghinejad, H. Asgari, J.A. Szpunar // *Mater. Chem. Phys.* – 2018. – Vol. 219. – P. 182–188.

8. Shi, B.Q. 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 / B.Q. Shi, Y.H. Xiao, X.L. Shang, Y.Q. Cheng, H. Yan, Y. Dong, A.F. Chen, X.L. Fu, R.S. Chen, W. Ke // *Mater. Sci. Eng. A*. – 2019. – Vol. 746. – P. 115–126.

9. Мишин, В.В. Разработка технологии горячей и теплой пластической деформации нанокристаллического бериллия, полученного гидридным методом: дисс. ... канд.тех.наук: 05.16.05 / Мишин Василий Викторович. – Санкт-Петербург, 2012. – 170 с.

10. Brown, D.W. Development of crystallographic texture during high rate deformation of rolled and hot-pressed beryllium / D.W. Brown, S.P. Abeln, W.R. Blumenthal, M.A.M. Bourke, M.C. Mataya, C.N. Tomé // *Metall. Mater. Trans. A*. – 2005. – Vol. 36. – № 4. – P. 929–939.

11. Jönsson, S. The dislocation structure in beryllium single crystals deformed by prismatic slip / S. Jönsson, J. Beuers // *Mater. Sci. Eng.* – 1987. – Vol. 91. – P. 111–123.

12. Фомин, С.Г. Физико-механический анализ течения труднодеформируемых металлов и разработка на его основе режимов холодной прокатки фольг. дисс. ... канд.тех.наук: 05.16.05 / Фомин Сергей Германович. – Ленинград. – 1984. – 237 с.

13. Kornienko, P.A. Recrystallization of beryllium subjected to hydrostatic extrusion / P.A. Kornienko, A.A. Nikolaenko, I.A. Taranenko // *Met. Sci. Heat Treat.* – 1975. – Vol. 17. – № 1. – P. 56–60.

14. Reed-Hill, R. E. Deformation of magnesium single crystals by nonbasal slip / R. E. Reed-Hill, W. D. Robertson // *Trans. AIME*. – 1957. – Vol. 209. – P. 496–502.

15. Monnet, G. Dislocation study of prismatic slip systems and their interactions in hexagonal close packed metals: application to zirconium / G. Monnet, B. Devincere, L.P. Kubin // *Acta Mater.* – 2004. – Vol. 52. – № 14. – P. 4317–4328.

16. Горбатенко, В.В. Неустойчивость пластического течения: полосы Чернова–Людерса и эффект Портевена–Ле Шателье / Л.Б. Горбатенко, В.В., Данилов, В.И., Зуев // *Журнал технической физики*. – 2017. – Vol. 87. – № 3. – С. 372–377.

17. Жаринов, В.П. Компенсационный эффект и механизм диффузии углерода в бериллии / В.С. Жаринов, В.П. Зотов // *Известия АН СССР. Металлы*. – 1990. – Vol. 6. – С. 176–180.

18. Колмогоров, В.Л. Пластичность и разрушение / В.Л. Колмогоров, А.А. Богатов, Б.А. Мигачев и др. М.: Металлургия, 1977. – 336 с.

19. Колмогоров, В.Л. Напряжения. Деформации. Разрушение / В.Л. Колмогоров, А.А. Богатов, Б.А. Мигачев и др. М.: Металлургия, 1970. – 229 с.

20. Johnson, G.R. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures / G.R. Johnson, W.H. Cook // *Eng. Fract. Mech.* – 1985. – Vol. 21. – № 1. – С. 31–48.

21. Wierzbicki, T. Calibration and evaluation of seven fracture models / T. Wierzbicki, Y. Bao, Y.-W. Lee, Y. Bai // *Int. J. Mech. Sci.* – 2005. – Vol. 47. – P. 719–743.

22. Teng, X. Evaluation of six fracture models in high velocity perforation / X. Teng, T. Wierzbicki // *Eng. Fract. Mech.* – 2006. – Vol. 73. – P. 1653–1678.

23. Majzoobi, G.H. Determination of the constants of damage models / G.H. Majzoobi, F.R. Dehghan // *Procedia Eng.* – 2011. – Vol. 10. – P. 764–773.

24. Cockcroft, M. G. Ductility and the workability of metals / M. G. Cockcroft, D. J. Latham // *J. Inst. Met.* – 1968. – Vol. 96. – P. 33–39.

25. Давиденков, Н.Н. Исследование механических свойств бериллия / Н.Н. Давиденков, Б.А. Сидоров, Л.М. Шестопало, Н.Ф. Миронов, Н.М. Богорад, Л.А. Ижванов, С.Б. Костогаров // *Атомная энергия.* – 1965. – Vol. 18. – № 6. – С. 608–616.

**Основное содержание диссертации представлено в следующих работах, опубликованных в научных журналах, входящих в перечень ВАК РФ:**

1. Mishin, V. V. Structure evolution and mechanical properties of beryllium foils subjected to cold rolling and high-vacuum annealing / V. V Mishin, P.A. Glukhov, I.A. Shishov, O.N. Stolyarov, I.A. Kasatkin // *Materials Science and Engineering A.* – 2019. – Vol. 750. – P. 60-69.

2. Mishin, V. V. Investigation of deformation and fracture for thin beryllium foils under static loading by external pressure / V. V Mishin, I.A. Shishov // *Materials Physics and Mechanics.* – 2018. – Vol. 36. –Iss. 1. P. – 100-113.

3. Mishin, V. V. Investigation of the possibility of improving the x-ray fluorescence spectrometer analytical characteristics due to using the superfine beryllium foils / V. V Mishin, I.A. Shishov, P.P. Kiselev, E. V Matsinkevich, A. V Rudnev, K. V Bukin // *Materials Physics and Mechanics.* – 2018. – Vol. 38. –Iss. 1. P. – 40-47.

4. Mishin, V. V. Technique of durability estimation for thin beryllium foils during their work in x-ray detectors / V. V Mishin, I.A. Shishov, A. Minchena // *Materials Physics and Mechanics.* – 2018. – Vol. 36. –Iss. 1. P. – 92-99.

5. Zhigalina, O.M. Structure and mechanical properties of foils made of nanocrystalline beryllium / O.M. Zhigalina, A.A. Semenov, A. V Zabrodin, D.N. Khmelenin, D.A. Brylev, A.V. Lizunov, A.L. Nebera, I.A. Morozov, A.S. Anikin, A.S. Orehkov, A.N. Kuskova, V.V. Mishin, A.V. Seryogin // *Crystallography Reports.* – 2016. – Vol. 61. – Iss. 4. – P. 549–557.

6. Mishin, V. V. Mathematical Simulation of Pressing X-ray Lenses from Nanocrystalline Beryllium / V.V. Mishin, I.A. Shishov, P.A. Glukhov, A.V. Zabrodin, A.A. Semenov, D.A. Brylev, A.S. Anikin // *Russian Metallurgy (Metally).* – 2016. – Vol. 2016. – Iss. 10. – P. 966–971.

7. Востров, В.Н. Деформируемость и условия разрушения заготовки при раскатке фланца / В.Н. Востров, П.В. Кононов, В.В. Мишин, М.А. Матвеев // *Деформация и Разрушение Материалов.* – 2016. – №3. – С. 20–25.

8. Востров, В.Н. Выбор рациональных режимов угловой раскатки деталей с фланцами, на основе компьютерное моделирования в программном комплексе Deform–3D / П.В. Кононов, В.В. Мишин, П.А. Глухов // *Заготовительные Производства в Машиностроении.* – 2016. – № 8. С. 26–32.

9. Kolbasnikov, N.G. Surface-crack formation in the manufacture of microalloyed steel pipe / N.G. Kolbasnikov, V. V Mishin, I.A. Shishov, M.A. Matveev, A.M. Korchagin // *Steel in Translation.* – 2016. – Vol. 46. – Iss. 9. – P. 665–670.

10. Матвеев, А.А. Причины образования поверхностных трещин при горячей прокатке трубных сталей /М.А. Матвеев, Н.Г. Колбасников, В.В. Мишин, А.А. Лукьянов // *Заготовительные Производства в Машиностроении.* – 2016. – №5. – С. 31–38.

11. Kolbasnikov, N.G. Development of nondestructive warm rolling schedules for nanocrystalline beryllium using mathematical simulation / N.G. Kolbasnikov, V.V. Mishin, I.A. Shishov, I.S. Kistankin, A.V. Zabrodin // Russian Metallurgy (Metally). – 2014. – Vol. 2014. – Iss. 10 – P. 785–792.

12. Колбасников, Н.Г. Разработка неразрушающих режимов прокатки стали 08пс с низким соотношением Mn/S / Н.Г. Колбасников, В.В. Мишин, И.А. Шишов, М.А. Матвеев, П.А. Глухов, А.В. Митрофанов // Сталь. – 2015. – №3. – С. 52–59.

13. Kolbasnikov, N.G. Research into structure and rheological and relaxation properties of nanocrystalline beryllium at temperatures of hot rolling and research into stress relaxation kinetics in different sorts of beryllium / N.G. Kolbasnikov, V.V. Mishin, A.A. Naumov, A.V. Zabrodin // Nanotechnologies in Russia. – 2014. – Vol. 9. – Iss. 7-8. – P. 430–440.

14. Kolbasnikov, N.G. Investigation of structure, rheological and relaxation properties, and stress relaxation kinetics in nanocrystalline beryllium at hot rolling temperatures / N.G. Kolbasnikov, V.V. Mishin, A.I. Shamshurin, A.V. Zabrodin // Nanotechnologies in Russia. – 2014. – Vol. 9. – Iss. 1-2. – P. 65-72.

15. Колбасников, Н.Г. Исследование компактирования высокопористой наноструктурной бериллиевой губки / Н.Г. Колбасников, В.В. Мишин, И.А. Шишов, А.В. Забродин, Ю.Е. Маркушкин // Научно-Технические Ведомости СПбГПУ. – 2011. – № 123. – С. 211–218.

16. Колбасников, Н.Г. Обоснование выбора критерия, описывающего разрушение малопластичных металлов при холодной прокатке / Н.Г. Колбасников, В.В. Мишин, И.А. Шишов, А.В. Забродин, Ю.Е. Маркушкин // Научно-Технические Ведомости СПбГПУ. – 2011. – № 123. – С. 242–251.

#### **Патенты:**

1. Пат. 2497611. Российская Федерация, В21В 1/40,В82У 40/00. Способ получения высокочистой вакуумноплотной фольги из бериллия / Н.Г. Колбасников, В.В. Мишин, В.В. Часов, Ю.Е. Маркушкин, А.В. Забродин; заявл. 04.06.2012; опубл. 10.11.2013. Бюл. №31.

2. Пат. 2595821. Российская Федерация, G01N 3/08. Способ определения предельных значений модифицированного критерия разрушения Cockcroft-Latham / В.В. Мишин, М.А. Матвеев, Н.Г. Колбасников, И.А. Шишов, П.А. Глухов; заявл. 15.06.2015; опубл. 27.08.2016. Бюл. №24.

3. Пат. 2683146. Российская Федерация, В23К 26/00. Способ резки бериллиевой фольги / В.В. Мишин, И.А. Шишов; заяв. 15.05.2018; опубл. 26.03.2019. Бюл. №9.