

УДК 669.725

## НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКИХ БЕРИЛЛИЕВЫХ ФОЛЬГ С ПОВЫШЕННЫМИ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫМИ СВОЙСТВАМИ

© 2021 г. Академик РАН А. И. Рудской<sup>1,\*</sup>, В. В. Мишин<sup>1</sup>, И. А. Шишов<sup>1</sup>

Поступило 07.12.2020 г.

После доработки 19.01.2021 г.

Принято к публикации 22.01.2021 г.

В работе изложены основные научные и технологические принципы получения вакуумноплотных тонких бериллиевых фольг с повышенными механическими свойствами для рентгеновской техники. Показана важная роль активации механизма скольжения по призматическим системам для обеспечения высоких значений прочностных и пластических свойств бериллиевых фольг. Представлены разработанные технологи получения и конечные значения механических свойств фольг.

*Ключевые слова:* тонкие бериллиевые фольги, прокатка, EBSD анализ, механические свойства

**DOI:** 10.31857/S2686953521020096

### ВВЕДЕНИЕ

Тонкие бериллиевые фольги толщиной 8–25 мкм (так называемые “бериллиевые окна”) находят широкое применение в детекторах рентгеновского излучения. Эти детекторы являются неотъемлемой частью современного оборудования для химического анализа веществ. Несмотря на значительные усилия, направленные на получение новых альтернативных материалов для изготовления окон, таких как полимерные, алмазные и графеновые пленки, бериллиевая фольга благодаря своим уникальным характеристикам является на сегодняшний день незаменимой в рентгеновской технике.

Аналитические характеристики, ресурс детекторов определяются физико-механическими свойствами, толщиной, а также активной площадью (активным диаметром, или апертурой) входных бериллиевых окон. Чем тоньше окно и чем больше его активная площадь, тем более высоких аналитических характеристик можно достичь. По этой причине производители рентгеновской техники стремятся повысить чувствительность детекторов за счет увеличения активной площади

рентгеновских окон и одновременного снижения их толщины [1].

Для работы детектора внутри его корпуса необходимо обеспечить наличие высокого вакуума. Таким образом, одним из главных критериев качества рентгеновских окон является их вакуумная плотность. Наличие вакуума в корпусе детектора неизбежно вызывает деформацию окна вследствие воздействия внешнего давления. В зависимости от геометрических параметров и физико-механических свойств материала окна деформация может быть как упругой, так и пластической.

Бериллий с момента начала его использования в рентгеновской технике всегда считался хрупким материалом, что значительно ограничивало его использование. Исходя из этого, задача получения нового продукта — тонких бериллиевых фольг с повышенным уровнем прочностных и пластических свойств — на сегодняшний день является весьма актуальной. Наиболее перспективными способами достижения указанных свойств являются разработанные ранее технологии холодной прокатки с промежуточными отжигами [2–4]. Однако холодная пластическая деформация такого хрупкого материала, как бериллий, сопряжена со значительными технологическими трудностями.

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251 Санкт-Петербург, Россия

\*E-mail: rector@spbstu.ru

Данная работа посвящена новейшим достижениям в области пластической деформации бериллия и разработке технологий получения сверхтонкой бериллиевой фольги с повышенными эксплуатационными свойствами для рентгеновской техники.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе основное внимание было уделено разработке универсальных технологий, позволяющих использовать в качестве исходных заготовок бериллий различной химической чистоты. Исследования выполнены как на дистиллированных (содержание Be  $\geq 99.82$  мас. %), так и технических сортах (содержание Be  $\geq 99.11$  мас. %) порошкового бериллия, полученных горячим выделением в металлической оболочке [5].

Горячую и теплую прокатку образцов бериллия проводили в металлических контейнерах на двухвалковом стане с диаметром валков 200 мм. Холодную прокатку проводили на двухвалковых лабораторных станах. Вакуумные отжиги, включающие нагрев, последующую выдержку в течение определенного времени  $\tau$  при заданной температуре и охлаждение, проводили при высоком техническом вакууме ( $5 \times 10^{-7}$  мбар). Скорость нагрева и охлаждения составляла 0.3 и 4.5–5°C соответственно.

Для исследования структуры бериллия были использованы сканирующий электронный микроскоп Tescan MIRA3 (Чехия), оснащенный приставкой EBSD анализа (анализ картин дифракции обратно рассеянных электронов, *electron backscattered diffraction*), а также исследовательский комплекс Bruker “D8 DISCOVER” (США) для рентгеноструктурного анализа (XRD). Испытания образцов на статическое растяжение были выполнены при комнатной температуре на сертифицированной испытательной машине Instron 5965 (США) с датчиком измерения усилия 5 кН.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Важным технологическим этапом получения тонких бериллиевых фольг является получение бериллиевых подкатов (т.е. фольг толщиной 200–500 мкм) горячей или теплой прокаткой. Данные подкаты должны быть пригодны для дальнейшей холодной прокатки, т.е. обладать оптимальной для холодной деформации структурой и не иметь трещин и других дефектов. Для получения заготовок высокого качества были предложены комплексные методики, позволяющие прогнозировать разрушение бериллия при многопроходной пластической деформации [6]. Подход основан на сочетании исследований реологических и ре-

лаксационных свойств различных сортов бериллия и математического моделирования процессов его пластической деформации. На этой базе были разработаны технологические схемы неразрушающей горячей прокатки бериллия с прогнозируемым структурным состоянием.

На основании результатов системного анализа структуры и текстуры бериллиевых фольг, а также данных механических испытаний, установлено: наряду с широко известными факторами, такими как уровень деформационного упрочнения, химическая чистота материала, размер и морфология распределения включений и др., определяющее влияние на физико-механические свойства бериллиевых фольг оказывает кристаллографическая текстура.

По результатам кристаллографического анализа была разработана концепция формирования повышенного уровня механических свойств бериллиевых фольг, основанная на создании благоприятного текстурного состояния материала, которое обеспечивает определенную активность действующих систем скольжения (СС) при деформации.

На рис. 1а представлены результаты механических испытаний на растяжение и гистограммы значений фактора Шмида при нагружении для базисной и призматической систем скольжения, полученные по данным EBSD анализа образцов бериллиевых фольг после горячей прокатки при 870°C.

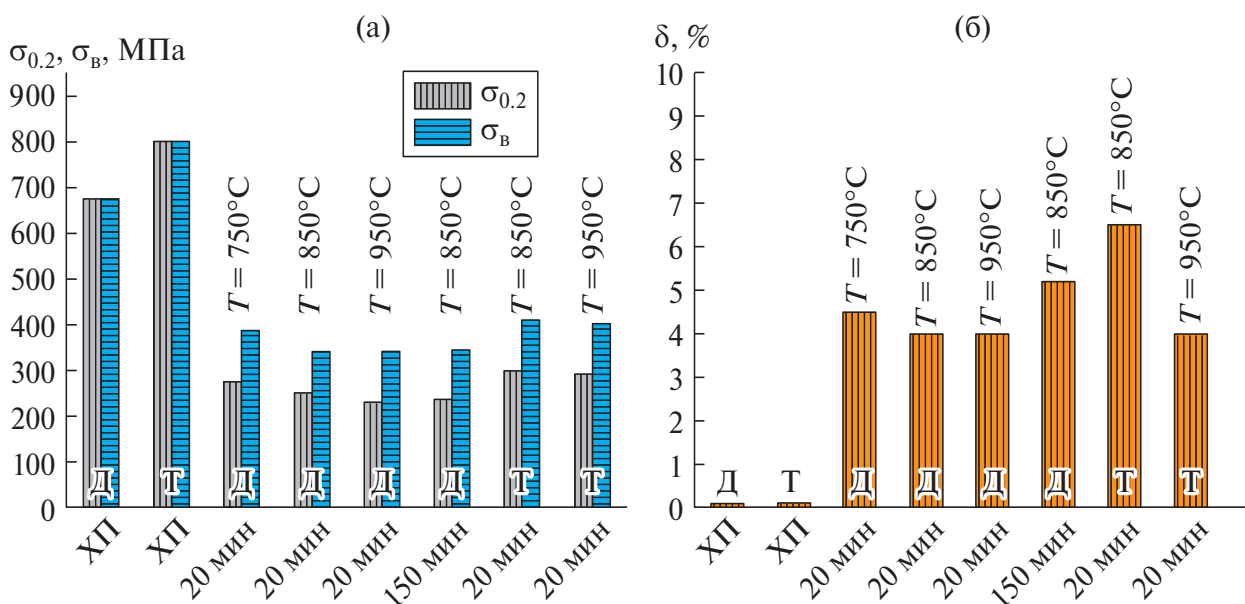
Видно (рис. 1б), что основной причиной хрупкого разрушения бериллия является активность только лишь базисной СС  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$ . Активация призматического скольжения по СС  $\{10-10\} \langle 11-20 \rangle$  приводит к значительному повышению пластичности до  $\delta = 6.5-7\%$  (рис. 1а). Об активности указанных систем свидетельствуют максимальные значения фактора Шмида, находящиеся в диапазоне 0.4–0.5 (рис. 1в).

Активация механизма призматического скольжения в бериллии для всех направлений нагружения в плоскости фольги происходит в случае создания в ней острой текстуры волокна  $\langle 0001 \rangle$  [7]. Можно заключить, что понимание механизмов деформации бериллия и эволюции его кристаллографической текстуры и микроструктуры при холодной прокатке и высоковакуумной термической обработке является ключевой задачей при разработке промышленных технологий получения тонких и сверхтонких фольг.

Выполненный комплекс исследований эволюции текстуры (при помощи методов XRD и EBSD анализа) в сочетании с математическим моделированием с использованием вязкопластической самосогласованной модели (*visco-plastic self-consistent*, VPSC) показал [8], что основным механизмом деформации бериллия при холодной прокат-



**Рис. 1.** Зависимости напряжений от деформаций для горячекатаных бериллиевых фольг в зависимости от преимущественной активности действующих систем скольжения (а) и соответствующие им гистограммы рассчитанных значений фактора Шмида в направлениях нагружения для базисной (б) и призматической (в) систем скольжения.



**Рис. 2.** Значения предела текучести и предела прочности (а), а также относительного сужения (б) для бериллиевых фольг после многостадийной холодной прокатки и финальной деформации  $\epsilon = 0.69$  с последующим высоковакуумным отжигом по различным режимам: Т – технический бериллий; Д – дистиллированный бериллий.

ке является скольжение по базисной СС  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$ . Такое скольжение приводит к переориентации кристаллитов за счет вращения вокруг оси  $c$  кристаллической решетки с одновременным разворотом базисных плоскостей  $\{0001\}$  в плоскость фольги. Накопление деформации при холодной прокатке приводит к увеличению объемной доли кристаллитов, ось  $c$  которых перпендикулярна плоскости прокатки фольги, что способствует формированию необходимой текстуры  $\langle 0001 \rangle$ .

Следует подчеркнуть, что деформация бериллия по базисной СС  $\{0001\} \langle 11-20 \rangle$  без разрушения при холодной прокатке возможна только в случае создания условий в очаге деформации с преобладающими сжимающими гидростатическими напряжениями и отрицательными значениями параметра жесткости напряженного состояния [9].

Важную роль в деформируемости бериллия при холодной прокатке, а также в формировании комплекса механических свойств в конечном продукте играют регламентированные высокова-

кумные отжиги. Их использование позволяет восстановить способность бериллия к пластической деформации по первичным базисным системам легкого скольжения. Кроме этого, управление режимами холодной прокатки, а также параметрами отжига позволяет контролировать протяженность малоугловых и большеугловых границ в конечной структуре тонкой бериллиевой фольги.

На основании исследований влияния текстурного и структурного состояний на процесс деформации бериллия при холодной прокатке были разработаны технологии многостадийной холодной прокатки с промежуточными вакуумными отжигами после каждой стадии деформации. Эти технологии должны обеспечить достижение основной цели – получение тонких и сверхтонких вакуумноплотных бериллиевых фольг с заданной структурой.

На рис. 2 представлены значения механических свойств бериллиевых фольг, полученных при помощи разработанных технологий. Видно, что управление текстурным и структурным состоянием бериллия позволяет обеспечить как повышенный уровень прочностных свойств (рис. 2а), так и оптимальное соотношение прочностных и пластических свойств при использовании бериллия различной химической чистоты (рис. 2а, 2б).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработаны научные основы получения вакуумноплотных бериллиевых фольг толщиной 5–30 мкм, имеющих повышенный уровень физико-механических свойств. Показано, что ключевым механизмом увеличения прочностных и пластических свойств бериллиевых фольг является подключение призматической системы скольжения за счет формирования в бериллии благоприятного структурного состояния.

Предложены эффективные режимы управления текстурным и структурным состояниями бериллия при использовании способов холодной прокатки в сочетании с высоковакуумной термической обработкой.

В настоящее время активно ведутся работы по совершенствованию технологий получения сверхтонких бериллиевых фольг на базе результатов исследований, изложенных в работе.

## ИСТОЧНИКИ ФИНАНСИРОВАНИЯ

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-79-00014) и при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках реализации программы Научного центра мирового уровня по направлению “Передовые цифровые технологии” СПбПУ (соглашение от 17.11.2020 № 075-15-2020-934).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Mishin V.V., Shishov I.A., Kiselev P.P., Matsinkevich E.V., Rudnev A.V., Bukin K.V.* Investigation of the possibility of improving the X-ray fluorescence spectrometer analytical characteristics due to using the superfine beryllium foils // *Mater. Phys. Mech.* 2018. V. 36. № 1. P. 92–99.  
[https://doi.org/10.18720/MPM.3612018\\_10](https://doi.org/10.18720/MPM.3612018_10)
2. *Grigor'ev A.K., Kolbasnikov N.G., Artem'ev N.B., Andrushchenko A.S.* Mechanical of beryllium deformation and hardening at cold rolling // *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved., Tsvetn. Metall.* 1985. № 5. P. 68–71. (in Russ.)
3. *Kolbasnikov N.G., Artem'ev N.B., Andrushchenko A.S.* Features of plastic strain under rolling of beryllium foil // *Izv. Akad. Nauk SSSR. Met.* 1986. V. 3. P. 107–110 (In Russ.)
4. *Рудской А.И.* Нанотехнологии в металлургии / СПб.: Наука. 2007. 186 с.
5. *Вебстер Д., Лондон Г.Дж., Флойд Д.Р., Лоув Дж.Н.*, ред. Бериллий. Наука и технология / М.: Металлургия, 1984. 624 с. [Пер. изд.: *Beryllium science and technology / Webster D., London G.J., Floyd D.R., Lowe J.N.* (Eds.), Plenum Press, New York, 1979]
6. *Kolbasnikov N.G., Mishin V.V., Naumov A.A., Zabrodin A.V.* 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 // *Nanotechnologies Russ.* 2014. V. 9. № 7–8. P. 430–440.  
<https://doi.org/10.1134/S19950780140400907>
7. *Brown D.W., Abeln S.P., Blumenthal W.R., Bourke M.A.M., Mataya M.C., Tomé C.N.* Development of crystallographic texture during high rate deformation of rolled and hot-pressed beryllium // *Metall. Mater. Trans. A.* 2005. V. 36. № 4. P. 929–939.  
<https://doi.org/10.1007/s11661-005-0287-9>
8. *Mishin V.V., Shishov I.A., Stolyarov O.N., Kasatkin I.A., Glukhov P.A.* Effect of cold rolling route on deformation mechanism and texture evolution of thin beryllium foils: Experiment and VPSC simulation // *Mater. Charact.* 2020. V. 164. P. 110350.  
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110350>
9. *Mishin V.V., Shishov I.A., Paromov V.V.* Strain and friction effect on the stress-strain state in the deformation zone during cold rolling of thin beryllium and aluminum foils // *Key Eng. Mater.* 2019. V. 822. P. 716–724.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.822.716>

## SCIENTIFIC AND TECHNOLOGICAL BASIS OF PRODUCTION THIN BERYLLIUM FOILS WITH IMPROVED EXPLOITABLE PROPERTIES

Academician of the RAS A. I. Rudskoi<sup>a,#</sup>, V. V. Mishin<sup>a</sup>, and I. A. Shishov<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, 195251, St. Petersburg, Russian Federation

<sup>#</sup> E-mail: rector@spbstu.ru

The main scientific and technological principles of obtaining vacuum-tight thin beryllium foils for X-ray equipment were proposed. The importance of prismatic slip activation to enhancement of their mechanical properties (strength and ductility) was emphasized. The developed technologies are briefly described and mechanical properties of obtained thin beryllium foils are presented.

*Keywords:* thin beryllium foils, rolling, EBSD analysis, mechanical properties