## © 2001р. О.Є. Авасілой, А.В. Олійнич-Лисюк, М.Д. Раранський

Чернівецький національний університет ім. Ю. Федьковича, Чернівці

## ОСОБЛИВОСТІ ПОГЛИНАННЯ ПРУЖНОЇ ЕНЕРГІЇ В ОПРОМІНЕНОМУ ЕЛЕКТРОНАМИ ТЕХНІЧНО ЧИСТОМУ Ве

Досліджені температурні та амплітудні спектри поглинання пружної енергії та ефективного модуля зсуву в ТШП Ве, опроміненому високоенергетичними (~18 МэВ) електронами і зістареному при різних температурах. Показано, що опромінення приводить до додаткового зворотного закріплення дислокацій радіаційними дефектами, а старіння при температурах вище 100°С – до зміни характеру закріплення із зворотного на жорсткий.

In work the temperature and amplitude spectra of an absorption of elastic energy and effective shear module in technical purity beryllium, irradiated high-energy (~18 MeV) electrons and ageing at various temperatures are investigated. Is shown, that the exposure results in additional converted fixing of dislocations by radiated defects at room temperatures, and the ageing at temperatures T, which are higher 100°C, – to a modification of a character of fixing with converted on hard.

Широке використання берилію як конструкційного матеріалу в умовах інтенсивного опромінення спричинило до чималої кількості досліджень зміни механічних властивостей берилію під дією високоенергетичних часток. Однак лише в деяких з них досліджувався вплив електронного опромінення, хоча інтерес до його дії у науковців особливий через специфіку цього металу [1,2]. Зокрема, в [1] показано, що опромінення Ве марки МТБК (99,95% Ве) різними дозами високо енергетичних (~18 MeB) електронів приводить до переходу дислокацій у квазівільний стан за рахунок відкріплення від дислокаційних атмосфер, що можна трактувати як деяку пластифікацію цього крихкого металу. При цьому ступінь звільнення дислокацій з ростом дози опромінення від  $10^{13}$  до  $10^{17}$  ел/см<sup>2</sup> збільшується і не зникає навіть після кількох-годинного старіння при 400°С [2], що дозволяє сподіватись на можливе практичне застосування цього явища. Однак при цьому залишилось невідомим, яку роль відігравали власні домішкові атоми, а яку – радіаційні дефекти.

Тому метою даного дослідження стало вивчення впливу опромінення високо енергетичними електронами на поглинання пружної енергії та поведінку ефективного модуля зсуву ( $G_{e\phi}$ ) в Ве технічної чистоти. Такий вибір методики та об'єкта дослідження зумовлені, з одного боку, тим, що вказані властивості особливо чутливі до найменшої зміни в дислокаційно-домішковій структурі, а з іншого, тим, що збільшення кількості власних точкових дефектів повинно стимулювати зростання кількості різних радіаційних пошкоджень, що, у свою чергу, дозволить більш повно виявити їх роль у дислокаційно-домішковій взаємодії.

Об'єктом досліджень вибрали Ве марки ТШП, що мав 98,64 мас. % Ве і був вирізаний з прутків, отриманих після штампування берилієвих часток розміром 50-60 мкм. За даними хімічного аналізу склад домішок був таким, в мас. %: Fe-0,086; Al-0,0073; Mn-0,0043; Si-0,011; Cu-0,0032; Ni-0,01; Mg-0,003; C-0,0075; O-1,23. Зразки у вигляді паралелепіпедів  $1 \times 1 \times 80$ -100 мм<sup>3</sup> вирізали на електроерозійному станку моделі 4532ФЗ дротяним латунним електродом діаметром 0,25мм. Після електроерозійної різки зразки електрошліфували, видаляючи пошкоджений поверхневий шар глибиною ~50 мкм.

Дослідження проводили на напівавтоматичному релаксометрі по типу обернений крутильний маятник у вакуумі 10<sup>-2</sup>Па. Нагрівання та охолодження проводили у динамічному режимі з середніми швидкостями 2-3 °С/хв.

Вимірювання внутрішнього тертя (ВТ) та  $G_{e\varphi}$  проводили за відомою методикою [3] з відносною похибкою при вимірюванні ВТ та  $G_{e\varphi}$  1 та 0,1% відповідно.

Результати температурних досліджень вказаних характеристик зображені на рис.1. Видно, що в температурному спектрі поглинання пружної енергії зразків до опромінення (при нагріванні)



Рис. 1. Температурні залежності внутрішнього тертя (1-4) та ефективного модуля зсуву (5-8) в ТШП Ве до (1,2,5,6) і після (3,4,7,8) опромінення електронами ( $E_e$ =18 MeB,  $\Phi_e$ = 3,6·10<sup>13</sup>ел/см<sup>2</sup>).

спостерігається ряд незначних максимумів (крива 1), які при охолодженні дещо зменшуються і навіть зникають (крива 2). При цьому, на температурних залежностях модуля зсуву при нагріванні (крива 5) та при охолодженні (крива 6) спостерігається суттєвий температурний гістерезис практично у всьому досліджуваному інтервалі температур, що свідчить про деякі зміни в структурі, що мають місце у зразку. Відмітимо, що крива  $G_{eb}(T)$  при нагріванні проходить вище кривої при охолодженні. Дослідження аналогічних залежностей в опромінених зразках виявило значне пониження загального рівня поглинання (майже на порядок) і згладження максимумів як при нагріванні (крива 3), так і при охолодженні (крива 4). При цьому незначний температурний гістерезис модуля зсуву мав місце лише в області температур 270-370°С у зворотній формі (крива охолодження 7 проходила вище від кривої нагрівання 8).

На рисунку 2 зображені амплітудні залежності модуля зсуву при різних температурах відпалу. Як бачимо, амплітудні залежності  $G_{e\phi}$  (АЗ $G_{e\phi}$ ) опроміненого ТШП Ве при кімнатній температурі нагадують аналогічні криві, отримані на неопромінених зразках у даному інтервалі деформацій [2]: із зростанням ступеня деформації модуль падає. Однак аналіз швидкості падіння свідчить про деяке закріплення дислокацій радіаційними дефектами, оскільки величина  $\Delta f^2/\Delta \gamma$ , яка може служити мірою рухливості дислокацій, зростає від -5,91·10<sup>-4</sup> для неопроміненого зразка, до -2,44·10<sup>-4</sup> для опроміненого в цій же області значень відносної деформації, що підтверджує



Рис. 2. Вплив відпалу при різних температурах на амплітудні залежності  $G_{e\phi}$  в опроміненому Ве.

зменшення, принаймні вдвічі, дислокаційної рухливості в опроміненому берилієвому зразку. Однак закріпляючі дислокаційні атмосфери і в цьому випадку не є жорсткими стопорами для дислокацій, оскільки на графіку відсутня амплітудно-незалежна область. При температурах відпалу 100 і 150°С характер амплітудних залежностей модуля зсуву змінюється на протилежний: спостерігається слабке зростання  $G_{eb}(\gamma)$  ( $\Delta f^2 / \Delta \gamma$  $(100^{\circ}\text{C}) = 4.2 \cdot 10^{-5} \text{ i } \Delta f^2 / \Delta \gamma (150^{\circ}\text{C}) = 3.85 \cdot 10^{-5}$ ). Let свідчить про зміну механізмів закріплення дислокаційної структури у випадку підвищених температур. Відпал при 200°С приводить до більш значного зростання  $G_{eb}(\gamma)$ . Зауважимо, що на відміну від попередніх обробок, воно проходить у 3 етапи, що може свідчити як мінімум про три різних механізми закріплення дислокацій в Ве при даній температурі відпалу ( $\Delta f^2/\Delta \gamma_1 = 7.10^{-5}$ ;  $\Delta f^2 / \Delta \gamma_2 = 3,06 \cdot 10^{-4}; \Delta f^2 / \Delta \gamma_3 = 2,08 \cdot 10^{-3}).$ 

При підвищенні температури відпалу до 280°С багатостадійність кривих  $G_{e\phi}(\gamma)$  зберігається, принаймні на невеликих (до 1 години) часових базах відпалу (рис.3, крива 1). При цьому зміцнення при  $\gamma \ge 6 \cdot 10^{-5}$  супроводжувалось дельтоподібним піком на  $G_{e\phi}(\gamma)$ , що змусило нас провести більш детальні дослідження при даній температурі протягом різного часу. Після 75 хвилин відпалу процес зміцнення протікав лише у два етапи: слабке зростання кривої  $G_{e\phi}(\gamma)$  до 12·10<sup>-5</sup> $\gamma$  і її спад при більших ступенях деформації (крива 2). Додаткові 45 хвилин відпалу одразу після даного вимірювання привели до значних змін в АЗ $G_{e\phi}$ , які відображає крива 3. Така поведінка амплітудних залежностей модуля зсуву, далека

від класичних [4], з нашої точки зору, може бути зумовлена нестабільним закріпленням дислокацій в Ве на початкових стадіях старіння і пояснена так. "Зірвані" при попередньому вимірюванні амплітудних залежностей ВТ і АЗG<sub>еф</sub>. дислокації в значній мірі звільнюються від дефектів, тому прикладення зовнішньої знакозмінної напруги змушує їх рухатись разом із частками, що залишились на дислокації, і відриватись від них (при цьому  $G_{e\phi}$  падає з ростом  $\gamma$ ). Повністю звільнившись від атмосфери закріплюючих центрів, дислокація буде вільно вигинатись під дією прикладених напруг (Ged не залежатиме від  $\gamma$ ) до того часу, поки на своєму шляху не зустріне нові закріпляючі центри (дефектну атмосферу, дефекти, радіаційні інші дефекти), які обмежуватимуть її рухливість (Ged збільшуватиметься з ростом у). Однак таке закріплення, як свідчить експеримент, залишається зворотним зменшення амплітуди деформації веде до відриву дислокацій від закріплюючих атмосфер. І лише після старіння протягом 5 годин при 280°С амплітудні залежності починають нагадувати класичні з амплітуднонезалежною та залежною областями (рис. 3, крива 4) як при наростанні, так і при зменшенні у.

Зауважимо, що  $A3G_{e\varphi}$  на неопромінених зразках цієї ж марки Ве, аналогічні до кривої 4 рис. 3, спостерігаються лише при температурах порядку 410°C [5], що вказує на помітну відмінність характеристик дислокаційно-домішкової структури в технічно чистому берилії до і після опромінення. Аналіз характеру закріплення дислокаційної структури в опроміненому Ве при кімнатних і підвищених температурах свідчить про те,



Рис. 3 Зміна амплітудних залежностей  $G_{e\phi}$  з часом відпалу при 280°С: після 60 (1), 75 (2), 120 (3), 300 (4) хвилин відпалу.

що закріплення в різних температурних областях відбувається на якісно різних дефектах: при Т<sub>кім</sub> в дислокаційних атмоферах переважають доволі рухливі дефекти, які можуть легко мігрувати за дислокаціями, що коливаються в полі прикладених зовнішніх напруг ( $\Delta f^2/\Delta \gamma$  - від'ємне), а при підвищених температурах переважають дефекти, які більш жорстко закріплюють дислокації  $(\Delta f^2/\Delta \gamma$  стає додатним). Очевидно, — це абсолютно новий тип дефектів у ТШП Ве, скоріш за все, вторинні радіаційні дефекти [6]. Порівняння амплітудних залежностей ВТ і Ged. при кімнатній температурі для опромінених і зістарених при 280°С зразків і неопромінених показує суттєву різницю вказаних залежностей. Все це свідчить на користь того, що основну роль у зміцненні опроміненого електронами ТШП Ве відіграють, на відміну від МТБК Ве [2], вторинні радіаційні дефекти.

Нагадаємо, що загальна кількість домішок в МТБК Ве на два порядки менша, ніж у ТШП, і що на всіх опромінених високоенергетичними електронами зразках цієї марки старіння протягом кількох годин в інтервалі від Т<sub>кім</sub> до 400°С (включно) приводило лише до зменшення загального рівня поглинання пружної енергії і деякого зростання модулів пружності, в той час як величина  $\Delta f^2/\Delta \gamma$  (так само, як і  $\Delta Q^{-1}/\Delta \gamma$ ) залишалась незмінною. Все це доводить, що при невеликих ступенях деформації у дислокації в більш чистому опроміненому берилії були квазівільними, а закріплення дислокацій на атмосферах стопорів було повністю зворотним [1, 2]. Наявність "прямого" температурного гістерезису на ТЗGed свідчила про складні структурні перетворення, що протікають у МТБК берилії в досліджуваному інтервалі температур. На відміну від високочистого Ве, у металі технічної чистоти відпали при високих температурах сприяють незворотному закріпленню дислокацій і температурний гістерезис ТЗG<sub>еф</sub> зменшується до мінімуму – криві нагрівання і охолодження практично збігаються у всьому температурному інтервалі. Якщо припустити, що структурні перетворення в берилії краще протікають на фоні рухливої дислокаційної структури, то її закріплення вторинними радіаційними дефектами повинно сприяти заглушенню перетворень в інтервалі 20-400°С, але це вже предмет подальших досліджень.

Отже, опромінення берилія технічної чистоти електронами високих енергій приводить, на відміну від більш чистого МТБК Ве, до зворотного закріплення дислокацій первинними радіаційними дефектами при температурах, близьких до кімнатних, і незворотного закріплення вторинними радіаційними дефектами після старіння в інтервалі 100-280 °С, що проявляється в зміні знака величини  $\Delta f^2/\Delta \gamma$  на протилежний, тобто свідчить про зміну характеру дислокаційнодомішкової взаємодії.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

- Олейнич А.В., Стронгин Б.Г., Раранский Н.Д., Лисюк В.В., Маслюк В.Т. Эффективный модуль сдвига и внутреннее трение в Ве, облученом электронами высоких энергий // МФиНТ. - 1997. -19, №1. - С.61-66.
- Olijnich A., Strongin B., Raranskij M., Maslyuk V. Anomalous plasticity and inner friction oscillations in irradiated Be // In proc.of 4<sup>th</sup> European Conf. on accelerators in applied research and technology, Aug.29 - Sept.2 1995. - Zurich, 1995. - P.28.

- 3. Стронгин Б.Г., Варвус И.А., Яковишин П.А. Модернизированная установка для измерения характеристик затухания упругой энергии / Черновицкий госуниверситет. - Черновцы, 1983. - Деп. в УкрНИИНТИ 08.07.83, № 708-83Ук.
- 4. *Криштал М.А., Головин С.А.* Внутренне трение и сруктура металлов. М.: Металлургия, 1976.
- 5. Олейнич А.В., Раранский Н.Д., Стронгин Б.Г. Исследование аномалий дислокационно-примесного взаимодействия в бериллии. // МФиНТ. - 1994. -16, №4. - С.47-51.
- 6. Гальцев В.П., Серняев Г.А., Чечеткина З.И. Радиационное материаловедение бериллия. - Минск: Наука и техника, 1977.