Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи

Крымская Ольга Александровна

ВЛИЯНИЕ СУБСТРУКТУРНОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ТЕКСТУРОВАННЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ НА АНИЗОТРОПИЮ ИХ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Специальность 01.04.07 - «Физика конденсированного состояния»

ΑΒΤΟΡΕΦΕΡΑΤ

диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Автор Настр

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ» (НИЯУ МИФИ)

Научные руководители: доктор физико-математических наук, профессор Перлович Юрий Анатольевич, НИЯУ МИФИ доктор физико-математических наук, доцент Исаенкова Маргарита Геннадьевна, НИЯУ МИФИ
 Официальные оппоненты: Алымов Михаил Иванович доктор технических наук, член-корреспондент РАН, профессор, директор Института структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН

Александров Игорь Васильевич

доктор физико-математических наук, профессор заведующий кафедрой физики Уфимского государственного авиационного технического университета

Николаев Дмитрий Игоревич

кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Объединенного института ядерных исследований

Защита состоится «<u>3</u>» <u>июня</u> 2020 г. в 15 час. 00 мин.

на заседании диссертационного совета МИФИ.01.02 НИЯУ МИФИ

по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте <u>https://ds.mephi.ru</u>

Автореферат разослан: «____»____2020 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в двух экземплярах, заверенных печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь диссертационного совета МИФИ.01.02 доктор физ.-мат. наук, доцент

Руднев Игорь Анатольевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

<u>Актуальность</u>

Постоянное ужесточение параметров эксплуатации атомных электростанций с одновременным повышением требований к их надёжности определяет необходимость повышения прочности и долговечности различных узлов ядерных энергетических установок. Одними из основных конструкционных материалов таких элементов активной зоны реакторов на тепловых нейтронах, как оболочки твэлов и канальные трубы, являются сплавы на основе циркония: Zr-1%Nb и Zr-2,5%Nb. Гексагональная плотно упакованная (ГПУ) структура твердого раствора на основе α-Zr, являющегося основной фазой данных сплавов, обусловливает повышенную анизотропию их физико-механических свойств, в т.ч. модулей упругости, коэффициентов линейного термического расширения (КЛТР), пределов текучести, ползучести, радиационного роста и др. При этом степень макроскопической анизотропии материала определяется его кристаллографической текстурой – преимущественной ориентацией зерен в поликристалле, формирующейся при термомеханической обработке.

Задача учета анизотропии при проектировании элементов конструкций вызывает необходимость пересмотра основных подходов в науке о прочности металлических анизотропных материалов, разработки методов расчета анизотропии и прогнозирования ее изменения в процессе эксплуатации изделий. Среди таких методов на передний план выдвигаются исследования кристаллографической текстуры, являющейся основным источником анизотропии свойств в металлах с ГПУ структурой. Выявление закономерностей развития кристаллографической текстуры в процессе технологической обработки и эксплуатации позволит сократить число необходимых испытаний для оценки анизотропии, построить модели описания упругопластического деформирования анизотропных материалов, а также эффективно использовать текстурное упрочнение при разработке изделий из текстурованных сплавов с заданной анизотропией свойств, диктуемой условиями их работы.

Несмотря на существование обширной литературы, посвященной структуре и свойствам циркониевых сплавов, в рассмотрении текстурных аспектов их поведения, являющихся важнейшими в физическом металловедении циркония, сохраняется большое количество пробелов. Это касается и формирования текстуры материала в процессе технологической обработки, и развития в нем текстурной и субструктурной неоднородности, оказывающих влияние на технологические и эксплуатационные свойства изделий из текстурованных сплавов, и вопросов адекватного описания текстуры на основе функции распределения ориентаций (ФРО), и измерения размера зерен в зависимости от их кристаллографической ориентации, и оценки

анизотропии физико-механических свойств материала по текстурным характеристикам, претерпевающим закономерные изменения в результате испытаний на растяжение и сжатие. Рассмотрение всех этих аспектов сопряжено с необходимостью применения рентгеновских методов экспериментального изучения и анализа текстуры. В этой связи данная работа направлена на устранение пробелов в комплексном математическом описании методов расчета физико-механических свойств с учетом кристаллографической текстуры и неоднородности структурного состояния зерен различных ориентаций применительно к сплавам на основе циркония.

Цель и задачи диссертации

Целью работы явилась разработка методов расчета и прогнозирования анизотропии свойств циркониевых сплавов с учетом их кристаллографической текстуры и неоднородности структурного состояния зерен различных ориентаций. Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

1. Оптимизирована методика количественного описания текстуры циркониевых сплавов на основе функции распределения зерен по ориентациям.

2. Предложена физическая модель влияния субструктурной неоднородности зерен различных ориентацией на анизотропию физико-механических свойств текстурованного материала.

3. Разработаны алгоритмы и программы расчета анизотропии физико-механических свойств циркониевых сплавов с развитой кристаллографической текстурой на основе функции распределения ориентаций с учетом структурного состояния зерен разных ориентаций.

4. Продемонстрирована эффективность разработанных алгоритмов аналитической оценки анизотропии физико-механических свойств текстурованных сплавов на основе циркония путем сравнения расчетных и экспериментальных данных на примере упругих констант, КЛТР и пределов текучести.

5. Выявлены закономерности изменения текстуры и субструктурных характеристик при испытании образцов циркониевых сплавов на растяжение и сжатие, а также предложен алгоритм учета закономерностей изменения текстуры и субструктуры циркониевых сплавов в расчетах свойств материала при растяжении и сжатии.

Научная новизна диссертации заключается в следующем:

Впервые установлена связь между анизотропией физико-механических свойств и субструктурной неоднородностью текстурованных поликристаллов из сплавов на основе циркония, показана необходимость ее учета при расчете анизотропии свойств и предложена модель усреднения анизотропных свойств поликристалла с учетом его субструктурной неоднородности.

Впервые проведено количественное описание изменений кристаллографической текстуры и субструктурной неоднородности, сопровождающих механические испытания циркониевых сплавов с развитой текстурой, и показано, что анизотропия свойств является функцией не только исходной текстуры материала, но и ее эволюции в процессе испытания.

Впервые в текстурованных сплавах на основе циркония выявлена ориентационная зависимость от субструктурной неоднородности размера рекристаллизованных зерен, оцениваемого по результатам измерения флуктуаций интенсивности рентгеновского отражения.

Разработан комплекс программного обеспечения, впервые позволяющий рассчитывать анизотропию физико-механических свойств на основе текстурных данных с учетом субструктурных характеристик зерен различных ориентаций и их переориентации в процессе испытаний.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Оптимизированная методика получения экспериментальных данных для количественного описания текстуры изделий из циркониевых сплавов с помощью функции распределения зерен по ориентациям и определения интегральных параметров текстуры.

2. Предложенная впервые физическая модель влияния субструктурной неоднородности текстурованных циркониевых сплавов на анизотропию их физико-механических свойств, а также разработанные и апробированные алгоритмы расчета анизотропии упругих констант, коэффициентов линейного термического расширения и пределов текучести.

3. Разработанный рентгеновский метод определения размера зерен с различными кристаллографическими ориентациями в текстурованных циркониевых сплавах по флуктуациям интенсивности рентгеновского отражения и установленный с его помощью факт структурной неоднородности циркониевых сплавов.

4. Установленные закономерности эволюции субструктурных характеристик при пластической деформации в процессе механических испытаний и связанные с ними изменения анизотропии механических свойств, а также предложенный алгоритм учета этих изменений при расчете анизотропии свойств текстурованных материалов.

<u>Достоверность результатов диссертации</u> обусловлена применением обоснованных методик рентгеновского исследования, базирующихся на известных положениях теории рентгеновской дифракции, большим объемом обрабатываемых результатов, проверенных моделях теории текстурообразования, связывающих процессы переориентации зерен материала с действующими в них механизмами пластической деформации и их влиянием на анизотропию физико-механических свойств. О достоверности полученных результатов свидетельствует также их вос-

5

производимость, согласованность анализируемых данных и их корреляция с имеющимися экспериментальными данными и результатами других исследований.

Научная и практическая значимость диссертации

В научном плане данная работа восполняет ряд существенных пробелов, существующих до настоящего времени в физическом металловедении циркония. Во-первых, впервые проведена оптимизация методики количественного текстурного анализа на основе функции распределения зерен по ориентациям. Во-вторых, установлена и описана связь текстуры и субструктурной неоднородности с анизотропией различных физико-механических свойств. Анализ результатов изменения текстуры и субструктурных характеристик при пластической деформации позволил установить влияние действовавших в α-Zr механизмов скольжения и двойникования на изменение анизотропии свойств, а также выявить закономерности деформационного упрочнения различных механизмов деформации. Эти результаты необходимы для описания исходной анизотропии текстурованных сплавов и прогнозировании ее изменения в процессе эксплуатации.

Результаты рентгеновского изучения анизотропии свойств циркониевых сплавов являются надежной научной основой для целого ряда актуальных технологических разработок. В их числе разработки, направленные на получение оболочечных труб с заданными свойствами, выбор путей повышения устойчивости текстуры труб в условиях эксплуатации. Совокупность полученных в работе результатов представляет интерес как для исследователей, работающих в области физики твердого тела, так и для технологов в областях физического металловедения циркония, технологии обработки циркониевых сплавов и проблем, связанных с практическим использованием изделий из циркониевых сплавов в атомных реакторах, и может быть использован на предприятиях атомной отрасли (АО ВНИИНМ, АО ЧМЗ, ПАО МСЗ), а также в учебном процессе.

Апробация работы. Основные положения работы докладывались И обсуждались следующих научных семинарах конференциях: 3-я на И Международная конференция по текстурам и анизотропии поликристаллов (ITAP-3, г. Гёттинген, Германия, сентябрь 2009 г.); Материалы ядерной техники (МАЯТ-2012, г. Москва, 15-16 ноября 2012 г.); 16-я Международная конференция по текстурам металлических материалов (ІСОТОМ-16, г. Мумбай, Индия, декабрь 2011 г.); Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013 и НИЯУ МИФИ-2014 (г. Москва, 2013 и 2014 гг.); VII Евразийская научно-практическая конференция Прочность неоднородных структур (ПРОСТ, г. Москва, МИСиС, 2014 г.); 9-я Европейская конференция по остаточным напряжениям (ECRS-9, г. Труа, Франция, июль 17-я Международная конференция по текстурам металлических 2014 г.); материалов (ICOTOM-17, г. Дрезден, Германия, август 2014 г.); 19th International

6

Conference on Material Forming (ESAFORM 2016, г. Нант, Франция, апрель 2016 г.); 9th Международная конференция производству и обработке материалов (THERMEC 2016), г. Грац, Австрия, май 2016 г.; 20th International Conference on Material Forming (ESAFORM 2017, г. Дублин, Ирландия, апрель 2017 г.).

Личный вклад автора. Автор принимал непосредственное участие в получении экспериментальных данных, включая подготовку образцов для исследования, проведение рентгеновских измерений по разным методикам, обработку полученных результатов с использованием имеющегося комплекса компьютерных программ, систематизацию и сопоставление результатов на основе определенных критериев, активно участвовал в обсуждении результатов и написании статей. Также автором разработаны алгоритмы расчета анизотропии физико-механических свойств циркониевых сплавов с развитой кристаллографической текстурой обеспечения, И комплекс программного позволяющий рассчитывать анизотропию физико-механических свойств на основе текстурной функции распределения зерен по ориентациям с учетом действующих механизмов деформации и эволюции текстуры.

<u>Публикации</u>. Основное содержание диссертации представлено в 14 научных работах, входящих в перечень ВАК РФ, либо в базы данных Scopus и Web of Science.

<u>Структура и объем работы</u>. Диссертация изложена на 137 страницах, состоит из введения, четырех глав и выводов, а также четырех приложений; содержит 77 рисунков, 20 таблиц, библиографический список из 106 источников.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы ее цель и решаемые задачи, охарактеризованы научная новизна и практическая значимость диссертационной работы, приведены основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава содержит обзор литературных данных по расчету анизотропии физико-механических свойств сплавов на основе Zr, количественным методам описания кристаллографической текстуры и субструктурной неоднородности, а также методам моделирования пластической деформации поликристаллических материалов с учетом эволюции их кристаллографической текстуры.

Вторая глава посвящена оптимизации количественных методов анализа кристаллографической текстуры циркониевых сплавов при использовании прямых полюсных фигур (ППФ) и функции распределения зерен по ориентациям (ФРО), а также установлению количественных параметров их субструктурной неоднородности.

7

Одним из наиболее распространенных методов получения ФРО, представляющей собой полное количественное описание кристаллографической текстуры, является ее восстановление по нескольким неполным ППФ, что имеет ряд ограничений и недостатков, особенно в части доступности для съемки необходимого количества ППФ при рентгеновском анализе. Кроме того, задача восстановления ФРО относится к классу некорректно поставленных задач, единственность решения которых с помощью любого из предложенных методов остается под вопросом. Несмотря на то, что точности восстановления ФРО посвящено огромное количество работ, одним из основных их недостатков является то, что ошибки определяются лишь в пределах экспериментально измеренной области ППФ, которая ограничена в силу геометрических особенностей рентгеновской съемки при наиболее распространенной записи ППФ методом «на отражение». При этом для материалов с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) структурой распространенной количественной характеристикой текстуры также являются интегральные текстурные параметры Кернса, или *f*-параметры, представляющие собой сумму эффективных долей базисных нормалей [0001], ориентированных вдоль выбранного направления в изделии, и рассчитываемые по полным ППФ (0001). Поэтому в данной работе оптимизирована методика количественного текстурного анализа и определения интегральных параметров текстуры циркониевых сплавов, на основе сравнения экспериментальных f-параметров с результатами их расчета по полным ППФ, восстановленным через ФРО.

В качестве экспериментальных данных использовались значения *f*-параметров, полученные методом «сшивки» неполных ППФ, записанных с трех взаимно перпендикулярных поверхностей (longitudinal (*L*), transverse (*T*), radial (*R*)) образца трубы *CANDU*. На дифрактометре ДРОН-3 с автоматической текстурной приставкой при использовании излучения CrK_{α} были записаны по 6 неполных ППФ: (0001), {1120}, {1122}, {1012}, {1013}, {1010} – которые доступны по спектру для α -Zr (рис. 1). Выбор образца обусловлен существенным различием текстуры, полученной с его различных поверхностей, что дает возможность на его примере проанализировать влияние на качество восстановления ФРО количества использованных неполных ППФ, а также их комбинаций. Особенно актуален такой анализ для случаев восстановления ППФ (0001) при существенном (70-90°) отклонении базисных нормалей от исследуемого направления (рис. 1-*в*), а также в случае присутствия в материале дополнительной фазы, препятствующей корректной записи ППФ (0001). Восстановление ФРО осуществлялось с помощью программы *LaboTex*, базирующейся на дискретном методе расчета *ADC* (*Arbitrarily Defined Cells*).

Качество восстановления ФРО определяется по т.н. *RP*-фактору, который представляет собой среднее отклонение полюсных плотностей *P* в каждой точке *i* измеренной области стереографической проекции:

$$RP_{\{hkl\}} = \frac{1}{I} \sum_{i=1}^{I} \left| \frac{\{P_{exp}\}_i - \{P_{calc}\}_i}{\{P_{exp}\}_i} \right| \cdot 100\% \quad ; \ RP = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^{N} RP_{\{hkl\}},$$

где $RP_{\{hkl\}}$ – относительная ошибка для каждой использованной ППФ $\{hkl\}$; $\{P_{exp}\}_i$ – экспериментальная полюсная плотность в *i*-й точке стереографической проекции; $\{P_{calc}\}_i$ – рассчитанная полюсная плотность в *i*-й точке стереографической проекции; I – количество экспериментально измеренных точек стереографической проекции; N – количество неполных ППФ, использованных при расчете ФРО.



Рисунок 1 – Полные ППФ образцов трубы *CANDU*, построенные методом «сшивки» с трёх взаимно перпендикулярных поверхностей: *R* (*a*), *T* (б) и *L*(*в*)

Низкое значение *RP*-фактора не всегда свидетельствует о точности восстановленной ФРО вследствие того, что основные отклонения закладываются в неизмеренной области ППФ, поэтому анализ качества восстановления осуществлялся также по среднему отклонению рассчитанных *f*-параметров от экспериментальных:

$$RP_{f} = \frac{\left|f_{R}^{exp} - f_{R}^{calc}\right| + \left|f_{T}^{exp} - f_{T}^{calc}\right| + \left|f_{L}^{exp} - f_{L}^{calc}\right|}{3}.$$

Т.к. большое количество экспериментальных ППФ не всегда доступно для рентгеновской съемки, как, например, в случае присутствия в образце β -фазы, некоторые линии которой частично перекрывают отражения α -Zr, или при перекрытии отражения (0002) линией (1011) в случае использования рентгеновских излучений с меньшей чем у CrK_{α} длиной волны, минимизация количества необходимых для расчета неполных ППФ актуальна особенно для поточной съемки большого количества образцов. Для оптимизации количества и комбинации ППФ исследовалось влияние суммарного весового фактора *w* использованных в конкретном расчете экспериментальных ППФ, который пропорционален точности экспериментальных ППФ:

$$w = \sum_{n=1}^{N} \sum_{i=1}^{I} \{P_{exp}\}_i^2 \cdot \mathrm{d}\omega_i$$
 ,

где $d\omega_i$ – площадь *i*-го элемента единичной сферы, ограниченного углами наклона $(\psi_i - \frac{\Delta \psi}{2}); (\psi_i + \frac{\Delta \psi}{2}), a$ также углами поворота $(\phi_i - \frac{\Delta \phi}{2}); (\phi_i + \frac{\Delta \phi}{2}), (\Delta \psi, \Delta \phi - \omega$ аги изменения соответствующих углов при регистрации ППФ).

Danuaut naguata	R	<i>R</i> -образец			Т-образец		L-образец		
Бариант расчета	$f_{\rm R}$	f_{T}	$f_{\rm L}$	$f_{\rm R}$	f_{T}	$f_{ m L}$	$f_{\rm R}$	f_{T}	$f_{\rm L}$
«сшивка»	0,390	0,531	0,079	0,369	0,544	0,087	0,381	0,546	0,074
	W	RP	RP_{f}	W	RP	RP_{f}	W	RP	RP_{f}
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}0\} \{10\overline{1}3\} \{11\overline{2}2\}$	67,1	45,1	0,013	64,9	44,9	0,022	78,7	53,2	0,024
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}0\} \{10\overline{1}2\} \{11\overline{2}2\}$	67,5	55,9	0,014	64,5	43,0	0,021	77,5	59,1	0,021
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}2\} \{10\overline{1}3\}$	44,1	51,7	0,018	44,2	34,5	0,022	46,1	57,7	0,026
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}3\} \{11\overline{2}2\}$	46,8	48,5	0,015	46,6	38,1	0,022	47,1	45,3	0,009
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}3\} \{10\overline{1}0\}$	57,8	38,0	0,015	56,2	42,3	0,024	68,5	48,1	0,011
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}0\} \{11\overline{2}2\}$	60,9	46,5	0,013	58,2	45,2	0,025	68,3	51,4	0,027
$\{10\overline{1}0\}\ \{11\overline{2}0\}\ \{10\overline{1}3\}\ \{11\overline{2}2\}$	54,3	45,1	0,023	48,8	45,5	0,085	69,5	63,0	0,028
$\{10\overline{1}0\}\ \{11\overline{2}0\}\ \{10\overline{1}3\}\ \{10\overline{1}2\}$	51,6	48,1	0,014	46,4	41,7	0,090	68,5	64,6	0,026
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}3\}$	37,5	39,2	0,019	37,9	33,5	0,027	36,9	55,9	0,013
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}2\}$	37,9	63,4	0,021	37,5	28,6	0,032	35,7	45,9	0,028
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{11\overline{2}2\}$	40,6	58,4	0,017	39,9	30,7	0,029	36,7	41,7	0,020
$(0001) \{11\overline{2}0\} \{10\overline{1}0\}$	51,6	37,7	<u>0,015</u>	49,5	39,8	0,028	58,1	44,3	0,031
$\{10\overline{1}0\}\ \{11\overline{2}0\}\ \{11\overline{2}2\}$	48,1	50,6	0,024	42,1	51,6	0,075	59,1	64,8	0,032
$\{10\overline{1}0\}\ \{11\overline{2}0\}\ \{10\overline{1}2\}$	45,4	59,0	0,025	39,7	47,2	0,071	58,1	71,9	0,031
$\{11\overline{2}0\}\ \{11\overline{2}2\}\ \{10\overline{1}2\}$	34,4	56,4	0,017	30,1	33,4	0,033	36,7	72,9	0,023
$(0001) \{10\overline{1}0\} \{11\overline{2}2\}$	42,4	43,4	0,023	43,1	35,1	0,030	51,0	46,4	0,028
$(0001) \{11\overline{2}0\}$	31,3	47,6	0,023	31,2	20,0	0,041	26,5	24,5	0,034
$\{10\overline{1}0\}\ \{11\overline{2}2\}$	29,6	50,2	0,037	27,0	46,3	0,079	41,8	66,5	0,051
$\{11\overline{2}0\}\ \{10\overline{1}2\}$	25,1	61,1	0,030	21,4	35,0	0,068	26,5	76,4	0,038
(0001) {1010}	33,1	28,6	0,036	34,4	26,1	0,032	40,8	34,8	0,044

Таблица 1. Результаты определения *f*-параметров

Рассмотренные комбинации неполных ППФ, использованных для расчета ФРО, приведены в табл. 1 вместе с суммарными весовыми факторами, RP-факторами и отклонением *f*-параметров, минимальные и максимальные значения которых отмечены жирным шрифтом. Анализ данных таблицы в совокупности с визуальной оценкой восстановленных ППФ, приведенных в работе [11], позволил сделать вывод о том, что максимальное их сходство с полученными «сшивкой» наблюдается для вариантов расчета с наименьшим RP_f , которые не соответствуют, однако, минимальным RP (табл. 1), поэтому оптимальный вариант расчета ФРО следует выбирать именно по минимальному отклонению *f*-параметров. Кроме того, с ростом суммарного веса ППФ, использованных при восстановлении ФРО, RP-фактор не уменьшается, а в некоторых случаях (*T*-образец) немного увеличивается. Т.е. увеличение количества использованных при расчете ППФ не влияет на данную характеристику,

что еще раз подтверждает ее недостаточность для оценки качества восстановления. Наименьшая ошибка определения *f*-параметров для всех возможных комбинаций наблюдается для *R*-образца, несмотря на то, что базисные нормали для данного типа текстуры значительно отклонены от нормали к исследуемой поверхности.

Минимальные значения RP_f для всех образцов выделены в таблице красным цветом с подчеркиванием, при этом для *T*- и *L*-образцов комбинация ППФ совпадает: (0001), {1120}, {1013}. Т.к. в *R*-образце для этой комбинации RP_f несущественно выше, то ее можно считать оптимальной для восстановления ФРО. В случае недоступности одной из указанных ППФ можно выбрать любую из комбинаций со значением RP_f ниже 0,03. Оптимизированная методика текстурного анализа и восстановления ФРО для текстурованных сплавов на основе Zr внедрена на АО «ВНИ-ИНМ» (копия акта внедрения методики прилагается).

Помимо формирования кристаллографической текстуры в прокатанных материалах развивается субструктурная неоднородность, проявляющаяся в неоднородности распределения наклепа и остаточных напряжений в зернах, относящихся к различным текстурным компонентам. Ее исследование осуществляется с помощью разработанного в рентгеновской Лаборатории текстурного анализа и адаптированного при участии автора диссертации к современным дифрактометрам метода построения обобщенных прямых полюсных фигур (ОППФ), представляющих собой распределение на стереографической проекции образца параметров рентгеновских линий (например, физической угловой полуширины (β_{hkl}) или упругих микродеформаций $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$, рассчитываемых по угловым положениям линии). На рис. 2 представлены ПП $\Phi(0001)$, ОПП Φ β_{0002} и ОПП $\Phi\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$ для прокатанных пластин из поликристаллического Zr. Прокатка осуществлялась вдоль (||НП) и поперек (⊥НП) исходного направления горячей прокатки до различных степеней деформации. Аналогичные исследования проведены для пластин из сплавов Zr-1%Nb и Zr-2,5%Nb. Как видно по рисунку, зерна, относящиеся к текстурным минимумам, имеют повышенный наклеп по сравнению с зернами текстурных максимумов, при этом группы зерен, относящиеся к различным компонентам текстуры прокатки, находятся либо в состоянии упругого сжатия, либо упругого растяжения. В работе использованы следующие количественные параметры субструктурной неоднородности, выявленные по гистограммам распределений объемных долей зерен (VF) по величинам β_{0002} и $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$ (рис. 3):

• средневзвешенная по всей ОППФ полуширина (β₀₀₀₂), отмеченная на рисунках *a-г* красным штрихом, которая пропорциональна средней величине накопленной пластической деформации;

• полуширина распределения VF по величинам микродеформаций – $FWHM\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$ (рис. 3: *e-u*), пропорциональная запасенной упругой энергии в материале.



Рисунок 2 – ПП $\Phi(0001)$, ОПП $\Phi(\beta_{0002})$ и ОПП $\Phi(\Delta d/d)$ прокатанных в различных направлениях пластин из поликристаллического Zr

На рис. 3- ∂ , κ приведены зависимости этих параметров от степени пластической деформации при прокатке. Видно, что легирование циркония ниобием в пределах 2,5%, т.е. увеличение доли β -фазы, не приводит к кардинальным изменениям механизмов развития субструктурной неоднородности в α -фазе сплавов. Полуширины распределений объемных долей зерен по β_{0002} уменьшаются с ростом степени деформации, а величина *FWHM* $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$ при прокатке \perp НП выше, чем при прокатке \parallel НП, что свидетельствует о большей величине запасенной упругой энергии. Несмотря на то, что остаточные упругие микронапряжения уравновешиваются в пределах всего образца, они могут влиять на величину свойств, в том числе упругих и пластических, поэтому при расчете анизотропии физико-механических свойств помимо собственно значений ФРО, зернам отдельных ориентаций необходимо присваивать величины β_{0002} и $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$, полученные по ОППФ.



Рисунок 3 – Распределение объемных долей зерен (*VF*) по величинам полуширины рентгеновской линии (β₀₀₀₂) (*a*-*г*) и микродеформаций (Δ*d*/*d*) (*e*-*u*) для прокатанного поликристаллического циркония, а также графики изменений средневзвешенной величины

 $\langle \beta_{0002} \rangle$ (*d*) и полуширины распределений *VF*($\Delta d/d$) (κ) от суммарной степени пластической деформации ε_{pl} для поликристаллического Zr и исследованных сплавов

Таким образом важной характеристикой материалов с развитой текстурой является субструктурная неоднородность, выражающаяся в различии энергии остаточных искажений кристаллической решетки, накопленной в процессе пластической деформации.

Глава 3. Одной из основных мотиваций для изучения кристаллографической текстуры материалов служит её влияние на анизотропию их физико-механических свойств. До настоящего времени расчет анизотропии как упругих свойств, так и коэффициентов линейного термического расширения основывался на моделях усреднения свойств монокристаллов с ФРО в качестве весовой функции в предположении однородности деформаций, либо напряжений в поликристалле. Однако текстурованный поликристаллический материал, прошедший определенную термомеханическую обработку, характеризуется некоторым спектром структурных состояний и наличием остаточных упругих микродеформаций, поэтому помимо ориентации кристаллитов на свойства будет оказывать влияние субструктурная неоднородность зерен различных ориентаций. В связи с этим в данной диссертации разработана физическая модель влияния субструктурных характеристик на анизотропию физикомеханических свойств текстурованных циркониевых сплавов, основанная на том, что поликристаллический материал с развитой кристаллографической текстурой можно представить в виде композита из растянутых и сжатых «пружин», которыми являются отдельные зерна. Несмотря на то, что «жесткость» отдельного зерна при этом остается неизменной, за счет различия их ориентировки и взаимодействия с соседними зернами жесткость системы может меняться. Таким образом при расчете упругих свойств необходимо учитывать запасенную упругую энергию отдельных зерен (W_c), которая равна:

$$W_c = \frac{1}{2} \{\sigma_c\} \{\varepsilon_c\} = \frac{1}{2} C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \varepsilon_{ij},$$

где C_{ijkl} – тензор упругих свойства монокристалла 4-го ранга, которые широко исследованы и представлены в литературе, ε_c – тензор остаточных микродеформаций зерна определенной ориентации, определяемый для ГПУ структуры Zr по ОППФ $\left(\frac{\Delta d}{d}_{0002}\right), \left(\frac{\Delta d}{d}_{11\overline{2}0}\right)$ и $\left(\frac{\Delta d}{d}_{10\overline{1}0}\right)$ в предположении отсутствия сдвиговых компонент. Тогда расчет упругих свойств поликристалла можно проводить на основе принципа минимизации его упругой энергии:

$$W_{poly} = \frac{1}{2} \{ C_{poly} \cdot \varepsilon_{poly} \} \cdot \varepsilon_{poly} \to min,$$

где $\{\varepsilon_{poly}\} = \oint \{\varepsilon_c\} \cdot f(g) dg$. Относительно коэффициентов C_{poly} данная функция является линейной, поэтому для их нахождения использован алгоритм стандартной симплексной минимизации в предположении ортотропии упругих свойств.

Помимо упругих свойств существенное влияние на поведение материала в процессе эксплуатации оказывает анизотропия КЛТР, которые связаны с упругими характеристиками через параметры Грюнайзена (ү), поэтому на них также будет оказывать влияние субструктуные характеристики. Вместо усреднения КЛТР монокристаллов при расчете макроскопической анизотропии в работе проведено усреднение решеточных параметров Грюнайзена, которые, как и КЛТР, описываются тензором 2-го ранга, при этом для кристаллов гексагональной сингонии, изотропны в базисной плоскости и связаны следующими соотношениями с константами упругости монокристалла:

$$\gamma_1 = \gamma_2 = \frac{\mathrm{d}V}{\mathbf{c}_{\varepsilon}} [(C_{11} + C_{12})\alpha_a + C_{13}\alpha_c],$$
$$\gamma_3 = \frac{\mathrm{d}V}{\mathbf{c}_{\varepsilon}} [2C_{13}\alpha_a + C_{33}\alpha_c].$$

где \mathbf{c}_{ε} – теплоемкость при постоянной деформации, dV – объем отдельного кристаллита, α_c и α_a – КЛТР вдоль базисной и призматической осей, равные 7,4×10⁻⁶ и 4,9×10⁻⁶ К⁻¹ или град.⁻¹, соответственно. Тогда можно провести усреднение компонент тензора параметров Грюнайзена монокристалла:

$$\left\{\gamma_{poly_{ij}}\right\} = \oint \{\gamma_{ij}\} \cdot f(g) dg,$$

а затем определить КЛТР поликристалла по формуле, связывающей КЛТР с упругими константами *C*_{poly}:

$$\alpha_i = \frac{\mathbf{c}_V}{V} \sum_{j=1}^6 C_{ij} \gamma_j.$$

Апробация предложенного алгоритма проводилась на образце трубы давления *CANDU* Ø113,2×103,6 мм из сплава Zr-2,5%Nb после холодной прокатки, для которой были записаны три, перечисленные выше ОППФ $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)$. В табл. 2 приведены результаты расчета модуля упругости (*E*) по тензору *C*_{poly} как без учета субструктурной неоднородности по методике Хилла, так и по предложенному алгоритму для трех направлений трубы (*R*, *T* и *L*), при этом использовались ФРО, записанные с различных поверхностей образца. В качестве экспериментальных данных использованы значения *E*, измеренные методом кинетического индентирования. Для каждой поверхности проводилось по 10 измерений при нагрузке 1000 мН пирамидкой Берковича, по полученным данным оценивалось среднее значение и разброс определяемых величин. Статистическая погрешность определения твердости не превышает 5,5%, а модуля упругости – 7,8%.

	модуль упругости, ГПа								
Параметр	аметр	расчет мик	без учета родеформ	упругих аций	предложенный алгоритм				
		$\Phi PO R$	ΦΡΟ <i>Τ</i>	ΦPOL	$\Phi PO R$	ΦΡΟ <i>Τ</i>	ΦPOL		
<i>Е</i> , ГПа	101,2±6,6	97	98	98	99	105	100		
Ет, ГПа	113,0±7,8	102	103	103	110	115	114		
<i>Е</i> _{<i>L</i>} , ГПа	93,3±5,4	98	98	98	96	97	96		
$\frac{E_{\max}-E_{\min}}{E_{\max}}, \%$	17,4%	4,9%	4,85%	4,85%	12,7%	15,7%	15,8%		

Таблица 2. Сравнение модулей упругости для различных направлений в канальной трубе из сплава Zr-2,5%Nb

По данным таблицы видно, что расчет модулей упругости без учета субструктурной неоднородности приводит к более высоким отклонениям от величин, полученных по данным кинетического индентирования, а величина анизотропии существенно ниже экспериментальной. Во втором же случае коэффициент анизотропии значительно ближе к экспериментальному, что подтверждает справедливость предложенного алгоритма.

Экспериментальные величины КЛТР оценивались по наклону зависимостей $\Delta l/l_0$ для трех направлений, полученных с помощью дилатометра на кубических образцах трубы размерами 4×4×4 мм (табл. 3). Расчет проводился пошагово в предположении их линейного изменения в интервале температур 100-400°С ($\alpha_i = \frac{l_i - l_{i-1}}{(T_i - T_{i-1})l_{i-1}}$).

	КЛТР ×10 ⁻⁶ , <mark>1 ₀_С</mark>									
Параметр	дилатометрия		расчет б упругих 1	ез учета констант	предложенный алгоритм					
	20°C	300°C	20°C	300°C	20°C	300°C				
α_R	6,48	7,48	5,84	7,26	6,16	7,86				
α_T	7,26	8,22	6,31	8,00	6,60	8,31				
α_L	5,70	5,30	5,05	6,03	4,80	5,24				
$\frac{\alpha_{\max}-\alpha_{\min}}{\alpha_{\max}}, \%$	25,2	35,6	19,9	24,6	19,2	36,9				

Таблица 3. Сравнение КЛТР для различных направлений в канальной трубе из сплава Zr-2,5%Nb

По полученным данным видно, что расчеты с учетом упругих характеристик обнаруживают большую величину анизотропии, что ближе к экспериментальным данным. Расхождение значений может быть обусловлено наличием β-фазы в сплаве, что дополнительно влияет на величины КЛТР и их анизотропию. Таким образом, в работе предложен подход, позволяющий оценивать анизотропию упругих свойств и КЛТР с учетом субструктурой неоднородности материала, при этом получаемые с его помощью результаты обнаруживают большую степень анизотропии по сравнению с используемыми в настоящее время методами расчета, что согласуется с экспериментальными данными.

Помимо физических свойств текстурные данные в совокупности с информацией о возможных системах пластической деформации и величинами их критических сдвиговых напряжений (τ_c) для них позволяют рассчитывать пределы текучести материала. Разнообразие возможных систем скольжения и двойникования в материалах с ГПУ структурой (табл. 4) приводит к тому, что в процессе деформации может быть задействовано от одного до трех типов механизмов.

N⁰	Система де	τc, N	ЛПа	Условия	
Π/Π	название	{плоскость}<направление>	20°C	380°C	активизации
1	призматическое скольжение	$\{10\overline{1}0\} < 11\overline{2}0 >$	50-100	10-30	∀Τ ∀σ
2	базисное скольжение	(0001)<1120>	155-200	50-100	↑T
3		$\{10\overline{1}1\} < 11\overline{2}3 >$	320-500	100-200	
	пирамидальное скольжение	$\{10\overline{1}1\} < 11\overline{2}0 >$			Средн. Т ↑о
		{11 <u>2</u> 1}<11 <u>2</u> 3>			
4		$\{10\overline{1}2\} < 10\overline{1}1 >$	165-220	50-125	Средн. Т
	двоиники растяжения	{11 <u>2</u> 1}<11 <u>2</u> 6>			Растяжение
5	TROUTINE ONOTH	$\{11\overline{2}2\}$ < 11 $\overline{2}3$ >	300-350	280-300	Средн. и ↓Т
	двоиники сжатия	$\{10\overline{1}1\} < 10\overline{1}2 >$			Сжатие

Таблица 4. Основные механизмы деформации α-Zr

При этом следует отметить, что литературные данные по τ_c различаются очень существенно, например, отношение их для пирамидального и призматического скольжения варьируются в разных источниках от 1,8 до 10. Поэтому большое количество переменных параметров, которыми обросли современные расчетные модели, не всегда приводят к удовлетворительным результатам, особенно в части расчета пределов текучести, которые тем не менее особенно важны для изделий из циркониевых сплавов.

Исходное различие искаженности решетки зерен, относящихся к различным компонентам текстуры, приводит к тому, что τ_c даже для одной системы деформации не одинаковы уже на начальных этапах деформирования, что несомненно будет оказывать влияние на величину анизотропии пределов текучести. Однако на настоящей момент этот факт не учитывается в расчетах. В данной работе предложено проводить расчет анизотропии пределов текучести по соотношению ориентационных факторов Тейлора для соответствующих тензоров деформаций в предположениии зависимости τ_c от субструктурных параметров, которые определяются для каждой ориентации зерна *g* по ОППФ(β). Остальные положения расчета базируются на модели Тейлора с математическими поправками Бишопа-Хилла. Определение набора активизирующихся систем деформации среди всех возможных комбинаций осуществляется на основе принципа минимизации энергии, необходимой для активизации систем скольжения в одном зерне (dW), которая равна:

$$\mathrm{d}W = \sigma_{ij}\mathrm{d}\varepsilon_{ij} = \sum_k \tau_\mathrm{c}^k\mathrm{d}\gamma^k \to min$$

где $d\gamma^k$ – величина сдвига в *k*-ой системе скольжения, а суммирование проводится по всем активизировавшимся системам деформации. Величина τ_c за счет уже накопленной искаженности решетки выражается уравнением:

$$\tau_{\rm c} = \tau_0 + A \cdot \varepsilon_{\rm pl}^n$$

где τ_0 – исходное критическое сдвиговое напряжение, $\varepsilon_{\rm pl}$ – величина пропорциональная накопленной пластической деформации, пропорциональная полуширине рентгеновского отражения β . В этом случае отсутствует неоднозначность математического решения, присущая исходной модели Тейлора. После определения активных систем скольжения/двойникования в каждом зерне, можно определить напряжения и фактор Тейлора (*M*) в образце при заданном тензоре деформаций с помощью усреднения при использовании ФРО в качестве весовой функции:

$$M_{c}(g) = \sum_{k} \tau_{c}^{k} \cdot |\gamma^{k}|,$$
$$M = \oint M_{c}(g) \cdot f(g) dg.$$

Таким образом, задача определения действующих систем скольжения/двойникования в отдельном зерне поликристалла сводится к минимизации линейной функции dW при граничных условиях, налагаемых тензором деформаций для этого зерна d ε_{ij} , который в свою очередь определяется макроскопическим тензором деформаций всего образца ε_s . Сумма диагональных элементов ε_s равна нулю в силу постоянства объема, а задаваясь различным его видом, перестановкой диагональных элементов получаются тензоры для различных типов нагружений: одноосного в различных направлениях, двухосного и т.д., что позволяет, рассчитав факторы Тейлора для каждого случая, построить нормированный контур текучести. Наибольший практический интерес для труб из циркониевых сплавов представляет собой анизотропия механических свойств труб в плоскости *L-T* в силу того, что при нагружении внутренним давлением напряжения в *R*-направлении практически отсутствуют.

Описанный алгоритм реализован в среде *FORTRAN* при использовании математических библиотек *IMSL*, в которых содержатся готовые решения для задач стандартной симплексной

Таблица 5. Аниз	отропия механичес	жих свойств	канальной
			трубы

4	направление	индентир	ование	расчет факторов Тейлора М			
	приложения нагрузки	НМ, ГПа	σ _{ΗΜ} , ΜΠα	стандартная модель	предложенный алгоритм		
B	R	2,41±0,05	415	5,5	10,2		
Я	Т	2,72±0,15	490	5,8	10,4		
Я	L	2,14±0,07	364	4,4	7,6		
ă	$\frac{\rho_{max}-\rho_{min}}{\rho_{max}}$	21,3%	25,7%	24,1%	26,9%		

минимизации (функция DLPRS) при учете призматического, базисного и пирами-

дального скольжений, а также двойникований, КСН которых варьировались в диапазонах, представленных в табл. 4. В табл. 5 приведены рассчитанные факторы Тейлора в предположении одноосного сжатия вдоль трех направлений канальной трубы, а также величины микротвердости и пределы текучести материала (σ_{HM}), полученные по данным кинетического индентирования путем решения обратной задачи численными методами и подбором соответствующих коэффициентов для пластичных материалов с определенным соотношением $E/\sigma_{0.2}$. Также в таблице приведена анизотропия соответствующего параметра ρ , а на рис. 4 – нормированные контуры текучести.



Рисунок 4 – Нормированные контуры текучести канальной трубы из сплава Zr-2,5%Nb

Анализ данных свидетельствует о том, что коэффициенты анизотропии, рассчитанные с учетом субструктурной неоднородности, имеют более высокие значения по сравнению с расчетами по стандартной схеме Тейлора и ближе к анизотропии, полученной по результатам кинетического индентирования. При этом выше величина анизотропии при сжатии по сравнению с растяжением, что можно наблюдать на нормированных контурах текучести. Кроме того, величина самих факторов Тейлора позволяет оценить величину накопленной деформации в материале.

Помимо анизотропии свойств субструктурная неоднородность текстурованных материалов оказывает влияние на процессы рекристаллизации, т.к. в областях материала, принадлежащих разным компонентам его текстуры, инициируется рост зерен, соответствующий энергии, накопленной при деформации. Наличие неоднородности накопленной деформации зёрен приводит к тому, что рост зерен, принадлежащих к различным текстурным компонентам, начинается в разное время и в итоге они могут иметь различный размер. Поэтому вопрос о размерах зерен в зависимости от их ориентации и его варьировании в текстурованном материале обретает смысл, а ответ на этот вопрос очень важен для прогнозирования поведения материала при дальнейшей технологической обработке и эксплуатации. Определение размера зёрен методами оптической и электронной микроскопии может приводить к существенному разбросу значений, что обусловлено, во-первых, его измерением по поверхности шлифов, которые пересекают зерна под произвольными углами в то время как рентгеновское излучение проникает вглубь материала на десятки микрометров, во-вторых, отсутствием учета ориентации зерен в поликристалле. Поэтому в диссертации разработана методика определения размера зерен с разными ориентациями по статистическим флуктуациям интенсивности рентгеновских отражений, регистрируемым при съемке ППФ.

В отличие от металлографического рентгеновский дифрактометрический метод в силу своей избирательности позволяет разделять характеристики как различных текстурных компонент одной фазы, так и отдельных составляющих композитных материалов. Метод основан на предположении, что изменение положения или ориентации образца относительно падающего рентгеновского пучка площадью A_0 приводит к появлению флуктуаций интенсивности определенной дифракционной линии в силу того, что в отражающем положении оказывается различное количество зёрен.

В силу статистической природы рентгеновского излучения различными авторами было показано, что эти флуктуации можно использовать для определения среднего размера зёрен (\bar{d}) в образце:

$$\bar{d} = \sqrt[3]{\frac{J\Omega \cdot A_0 \cdot T}{2\pi^2 \cdot \mu} \cdot \frac{\langle (I_i - \bar{I})^2 \rangle}{(\bar{I})^2}},$$

где J – фактор повторяемости регистрируемого отражения; $\Omega = \varepsilon \phi$ – телесный угол, содержащий нормали к плоскостям, вносящим вклад в интенсивность дифракционной линии; I_i – интенсивность рентгеновского отражения для *i*-го положения образца; \overline{I} – среднее значение интенсивности для всех положений, скобки <...> также обозначают среднее значение величины отклонения; T – текстурный коэффициент, определяемый как отношение интенсивности отражения в текстурном максимуме к интенсивности в бестекстурном образце.

В настоящей работе методика модифицирована таким образом, что регистрация флуктуаций интенсивности совмещена со съемкой ППФ (0001). Исследованы прокатанные до различных степеней деформации циркониевые трубы, отожженные в интервале температур 480-600°С

Таблица 6. Параметры
исследованных образцов

ой ППФ	№№ п/п	Esum, %	$Q = \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_{\emptyset}}$	температуры отжига <i>T</i> , °C
азличных	1	59,8	1,3	490 500 520
трубы,	2	75,4	1,4	480, 500, 520,
480-600°C	3	76,4	2,5	540, 500, 580, 600
(ாசுதா 6)	4	80,7	1,6	000
(10000, 0),				



Рисунок 5 – ППФ (0001) (*a*) и размеры зерен (б) в циркониевых трубах с различными степенями предварительной деформации и температурами отжига

примеры ППФ которых приведены на рис. 5-а. В качестве \overline{I} используются значения, аппроксимированные полиномом четвертой степени, что позволяет одновременно учитывать текстурный коэффициент. Расчет проводился для трех сечений ППФ (0001), относящихся к текстурному максимуму (sec 0), а также его склонам, или минимума (sec-15, sec+15). Эти сечения определяются поворотом образца вокруг *R*направления на $\pm 15^{\circ}$. На рис. 5-*в* показано изменение рассчитанных размеров зерен в трубах из циркониевого сплава в зависимости от степени их предварительной деформации и температуры отжига.

По графикам видно, что протекание рекристаллизации контролируется параметрами предшествующей деформации, при этом размер зерен, отвечающих склонам текстурных максимумов, выше. Разброс значений определяется степенью деформации, при этом в образцах с большей разницей между деформацией по диаметру (€∅) и по толщине стенки (ε_t) он выше, несмотря на то, что в этом образце наибольшая суммарная степень деформации и Q-фактор, представляющий собой отношение деформации по толщине стенки трубы к деформации по диаметру. Таким образом, показано влияние субструктурной неоднородности на процессы рекристаллизации в трубах из сплава Zr-1%Nb, деформированных по разным режимам и отожженных при разных температурах.

Глава 4. Рассматривая механизмы влияния кристаллографической текстуры материалов на их физико-механические свойства, следует отметить, что измеряемое свойство является функцией не только исходной текстуры, но и ее эволюции в процессе испытания. Для специалистов в области текстурообразования это обстоятельство является достаточно очевидным, поскольку модели формирования текстуры учитывают не только исходную ориентацию зерен, но и напряжения, требующиеся для ее перехода в направлении более устойчивой ориентации, неизбежно происходящего в процессе любого механического испытания. Данная глава диссертации посвящена выявлению закономерностей изменения кристаллографической текстуры в процессе пластической деформации при одноосном растяжении/сжатии, установлению ответственных за это механизмов пластической деформации, а также разработке методик количественной оценки анизотропии пределов текучести. Испытания на растяжение проводились на плоских образцах толщиной 2 мм с длиной рабочей части 20 мм и площадью поперечного сечения F=20 мм² (ГОСТ 1497-84 тип I), вырезанных из листа в направлении прокатки (НП) и поперечном направлении (ПН) (рис. 6). Испытания на сжатие проводились на образцах цилиндрической формы различного диаметра. Образцы, вырезанные вдоль НП и ПН горячекатаной плиты имели $\emptyset 10$ мм и высоту 15 мм, а вырезанные в нормальном направлении (HH) плиты Ø8 мм и высоту 18 мм.

По рис. 6 видно, что при растяжении в ПН предел текучести оказывается выше, но при этом пластичность материала ниже. В случае одноосного растяжения в НП листа положение базисных нормалей устойчиво, что видно по ПФ (0001), а также по величине *f*-параметров (табл. 7). Поворот призматических нормалей, наблюдаемый на ПФ { $11\overline{2}0$ } для этого случая (рис. 6-*г*), свидетельствует о том, что деформация проходит за счет действия призматического скольжения. При растяжении в ПН текстура образца изменяется (рис. 6-*д*), происходит падение *f*-параметра в направлении растяжения (HP||ПН) и увеличение *f*_{HП}, что объясняется активизацией двойникования по плоскостям { $10\overline{1}2$ } в зернах с исходной ориентацией базисных нормалей в ПН. Этим объясняется более высокий предел текучести при растяжении в ПН, т.к. критическое сдвиговое напряжение для двойникования выше, чем для призматического скольжения.



Рисунок 6 – Схема вырезки образцов для испытания на растяжение (*a*), полученные диаграммы растяжения (б) и ППФ (0001) и {1120} исходного образца (в), растянутого вдоль НП (г) и вдоль ПН (д)

Поворота призматических нормалей при этом не происходит, а базисные смещаются ближе к НН, что вызвано активизацией базисного скольжения. Учитывая, что в условиях эксплуатации напряженное состояние в оболочечных трубах сопоставимо с растяжением ||ПН, необходимо учитывать возможные изменения текстуры и анизотропии свойств при прогнозировании поведения изделий в условиях эксплуатации. Аналогичные закономерности установлены при сжатии образцов: текстура при сжатии в исходном НН плиты более устойчива, а при сжатии в исходном НП происходит резкая переориентация базисных нормалей.

В соответствии с разработанным алгоритмом проведены расчеты контуров текучести в плоскости листа для исходного материала, а также его изменения при растяжении в различных направлениях. При этом в дополнение к величине напряжений σ_s , определяемой фактором Тейлора, которая представляет собой долю в пределе текучести за счет инициирования в зернах скольжения, либо двойникования, оценивался вклад межзеренных границ, определяемых законом Холла-Петча. Одной из основных проблем при расчете вклада межзеренных границ является различие коэффициентов Холла-Петча (k_{HP}) для обычных границ и двойников. По различным литературным данным для циркония считается, что k_{HP} для двойниковых границ примерно в 10 раз превышает коэффициент для случайных границ. В данной работе при расчетах для исходного состояния предполагалось отсутствие двойников и использовалось значение $k_{HP} = 3,5 \text{ МПа}\sqrt{\text{мм}}$, а при расчете напряжений течения в образцах после растяжения для учета вклада двойниковых границ размер зерен выражался как d_{eff} :

$$d_{eff} = \frac{\langle d \rangle}{1 + p \cdot t w n},$$

где p – корректировочный фактор, учитывающий различие вклада от обычных границ и двойников (т.е. $p = \frac{k_{twn}}{k_{HP}} = 10$), twn – доля двойников, определенная для растяжения в НП и ПН для исходного материала. Тогда:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_s + \frac{k_{HP}}{\sqrt{d_{eff}}} = \sigma_s + \frac{k_{HP}}{\sqrt{\langle d \rangle}} \cdot \sqrt{1 + p \cdot twn}.$$

При использовании экспериментальных текстурных данных, а также ОППФ для листа в исходном состоянии и после растяжения в различных направлениях, рассчитывались пределы текучести для различных видов нагружения. На рис. 7 приведены соответствующие контуры текучести, а в табл. 7 полученные результаты.

Видно, что изменения текстуры, происходящие при растяжении в НП приводят к росту коэффициента анизотропии пределов текучести $P=\sigma_{0.2\Pi H}/\sigma_{0.2H\Pi}$ в плоскости листа, а при растяжении в ПН анизотропия наоборот снижается. Аналогичные результаты были получены для сжатия образцов. В данном случае используется коэффициент анизотропии $P=\sigma_{0.2}^{\rm HH}/\sigma_{0.2}^{\rm H\Pi}$. Исходный коэффициент анизотропии плиты, полученный по диаграммам, равен 1,31. Расчетные коэффициенты анизотропии, полученные по измеренным в НН и НП полюсным фигурам, и их изменения при одноосном нагружении приведены в табл. 8.



Рисунок 7 – Изменение контура текучести листа при его растяжении в различных направлениях.

No No					Размер зерна,	Эксперим.		Расчет.	
л/п	образец	$f_{\rm H\Pi}$	$f_{\Pi\Pi}$	T_f	МКМ	$\sigma_{0.2\Pi H}/$	$P_{ m эксп}$	$\sigma_{0.2\Pi H}/$	Pрасч.
11/11					средний/макс.	$\sigma_{0.2 \text{HI}}$		$\sigma_{0.2 \text{HI}}$	
1	исходный	0,08	0,29	4.32	6.0/9.4	320/260	1,23	329/275	1,20
2	растяжение НП	0,07	0,28	5.48	4.5/5.9	-/550	_	583/482	1,21
3	растяжение ПН	0,11	0,22	3.78	5.0/10.5	430/-	_	464/417	1,11

Таблица 7. Изменение параметров анизотропии листа из сплава на основе Zr при одноосном растяжении

	НС НП						
Истинная <i>f</i> -параметры		P_{pacy}	Истинная	<i>f</i> -параметры		Ppacy	
деформация	ΗП	HH	- puer	деформация	ΗП	HH	- pue i
0%	0,16	0,48	1,27	0%	0,14	0,38	1,29
11%	0,15	0,54	1,36	11%	0,28	0,27	1,14
18%	0,18	0,57	1,39	18%	0,31	0,29	1,07
38%	0,14	0,65	1,58	50%	0,49	0,21	0,86

Таблица 8. Изменение анизотропии плиты при сжатии в различных направлениях

Таким образом, получается, что изменение текстуры образца, а, следовательно, и анизотропии свойств, при его нагружении минимально в тех случаях, когда знак деформации по направлению испытания совпадает со знаком деформации по тому же направлению при предшествующей прокатке, и напротив – изменение текстуры образца наиболее значительно в тех случаях, когда знак деформации вдоль направления испытания является обратным по отношению к знаку деформации вдоль этого направления при предшествующей прокатке, что необходимо учитывать при расчетах на прочность в процессе эксплуатации.

выводы

1. Оптимизирована методика текстурного анализа и определения интегральных параметров текстуры циркониевых сплавов на основе функции распределения зерен по ориентациям с использованием трех экспериментальных прямых полюсных фигур. Продемонстрировано влияние на качество восстановления функции распределения зерен по ориентациям количества и вариантов комбинаций из неполных полюсных фигур для различного типа текстуры труб из сплава на основе Zr. Проведен анализ ошибок расчета интегральных параметров текстуры по полной полюсной фигуре (0001), восстановленной через функцию распределения зерен по ориентациям, с экспериментальными данными, полученными методом «сшивки».

2. Применительно к современным рентгеновским дифрактометрам адаптированы методики и программное обеспечение для исследования субстурктурной неодноордности зерен различных ориентаций в текстурованных сплавах методом обобщенных прямых полюсных фигур. Определены количественные характеристики субструктурной неоднородности текстурованных циркониевых сплавов, определяющие степень искаженности кристаллической решетки зерен различных ориентаций и разброс упругих микродеформаций, а также закономерности их изменения в процессе пластической деформации. Показано, что легирование циркония ниобием в пределах от 1% до 2,5% не оказывает существенного влияния на характер и количественные параметры субструктурной неоднородности α -фазы, в то время как величина и направление деформации существенно изменяет их распределение.

3. Предложена физическая модель влияния субструктурной неоднородности зерен различных ориентацией на анизотропию физико-механических свойств текстурованных циркониевых сплавов, позволяющая учесть при расчете пределов текучести неоднородность искаженности решетки зерен различных компонент текстуры, определяемого по соответствующим значениям физического уширения, и наличия упруго сжатых и растянутых групп зерен при расчете упругих свойств поликристалла и коэффициентов линейного термического расширения.

4. Разработаны алгоритмы и комплекс программного обеспечения по учету субструктурной неоднородности зерен различных ориентаций при расчете анизотропии физико-механических свойств текстурованных сплавов на основе циркония, позволяющие оценить степень их анизотропии и спрогнозировать ее изменение под действием внешних сил. Эффективность предложенных алгоритмов продемонстрирована на примере анизотропии модулей упругости, коэффициентов линейного термического расширения и пределов текучести для различных сплавов и различных видов нагружений.

5. Показана возможность оценки размеров зерен различных текстурных компонент в прокатанных сплавах на основе циркония в интервале от 2 до 10 мкм рентгеновским методом с точностью $\pm 0,5$ мкм по флуктуациям интенсивности. Определён средний размер зерна в трубах из сплава Zr-1%Nb, деформированных по разным режимам и отожженных при разных температурах, и установлено влияние субструктурных деформационных характеристик на процессы роста зерен при рекристаллизации: рост зерен в более деформированной матрице, отвечающей текстурным минимумам, при отжиге начинается раньше и в итоге они оказываются больше.

6. Установлено, что анизотропия свойств является функцией не только исходной текстуры изделия, но и субструктурных параметров, а также их эволюции в процессе нагружения. В работе разработаны способы учета различий переориентации зерен в процессе деформирования при анализе и расчете физико-механических свойств.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Isaenkova M.G., Perlovich Y.A., **Krymskaya O.A.**, Zhuk D.I., Stolbov S.D., Klyukova K.E., Ivanov A.V. Simulation of the Stamping of Spacing Grid Cells Made of Thin-Walled Zirconium Tubes // Russian Metallurgy (Metally), 2019. – vol. 2019, N 4. – pp. 415-420. (**SCOPUS, WoS**).

2. Zhuk D.I., Isaenkova M.G., Perlovich Y.A., Krymskaya O.A. Finite element simulation of microindentation // Russian Metallurgy (Metally), 2017. – vol. 2017, N 5. – pp. 390-396. (SCOPUS, WoS).

3. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., **Krymskaya O.**, Krapivka N., Soe San Thu. Regularities of recrystallization in rolled Zr single crystals and polycrystals // The

Physics of Metals and Metallography, 2014. – vol. 115, N 8. – pp. 756–764. (SCOPUS, WoS).

4. Isaenkova M., **Krymskaya O.**, Perlovich Yu., Pakhomov S. Evolution of crystallographic texture under loading and its influence on anisotropy of mechanical properties of zirconium alloy products // Tsvetnye Metally, 2014. – N 12. – pp. 68-72. (**SCOPUS**).

5. Isaenkova M., Perlovich Yu., Soe San Thu, **Krymskaya O.**, Fesenko V. Development of crystallographic texture in the time of rolling of Zr monocrystals and their recrystallization // Tsvetnye Metally, 2014. - N 12. - pp. 73-78 (SCOPUS).

6. Golovin Y.I., Isaenkova M.G., **Krymskaya O.A.**, Vasyukov V.M., Stolyarov R.A., Shuklinov A.V., Polyakov L.E. The size effects in hardness of polycrystalline niobium // Technical Physics Letters, 2010. – vol. 36, N 4. – pp. 369-370 (**SCOPUS, WoS**).

7. Perlovich Yu., Isaenkova M., Dobrokhotov P., **Krymskaya O.** Conditions for development of regular structure by deformation of metal materials // AIP Conference Proceedings, 2019. – vol. 2113. – 040007 (**SCOPUS**).

8. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., FesenkoV.A., **Krymskaya O.A.** Recrystallization of cladding tubes from Zr-based alloys for nuclear reactors // Journal of Physics: Conference Series, 2019. – vol. 1270, N 1. – 012041 (**SCOPUS**).

9. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., **Krymskaya O.** The effect of high-doze neutron irradiation on texture and substructure condition of cladding tubes from Zr-based alloys // Materials Science Forum, 2017. – vol. 879. – pp. 1483-1488 (**SCOPUS**).

10. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., **Krymskaya O.A.**, Zhuk D.I., Determination of mechanical properties from depth-sensing indentation data and results of finite element modeling // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 2016. – vol. 130. – 012053 (**SCOPUS**).

11. Perlovich Yu.A., Isaenkova M.G., Fesenko V.A., **Krymskaya O.A.**, Babich Y.A. Optimization of the procedure for determining integral texture parameters of products from zirconium-based alloys using the orientation distribution function // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 2016. – vol. 130. – 012056 (**SCOPUS**).

12. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., **Krymskaya O.** Changes of Basal Normal Orientation During Recrystallization of Sheets and Tubes from Zr-Based Alloys // Proceedings of the 6th International Conference on Recrystallization and Grain Growth, 2016. – pp. 293-298 (**SCOPUS**).

13. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., **Krymskaya O.**, Dobrokhotov P. Practical applications of the method of generalized pole figures // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 2015. – vol. 82. – 012075 (**SCOPUS, WoS**).

14. Krymskaya O., Isaenkova M., Perlovich Yu. Determination of grain size for different texture components by statistical fluctuations of intensity registered in the course of texture measurement // Solid State Phenomena, 2010. – vol. 160. – pp. 135-140 (SCO-PUS, WoS).