

Клюкова Кристина Евгеньевна

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕКСТУРЫ ОТЖИГА В
ПРОКАТАННЫХ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВАХ И ЕЁ ВЛИЯНИЕ НА
ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

1.3.8 – «Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Автор



Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ»

Научный руководитель: **Исаенкова Маргарита Геннадьевна**
профессор, доктор физико-математических наук, профессор
отделения ядерной физики и технологий офиса образова-
тельных программ НИЯУ МИФИ, г. Москва

Официальные оппоненты: **Кобылянский Геннадий Петрович**
доктор технических наук, главный научный сотрудник, АО
«Государственный научный центр - Научно-
исследовательский институт атомных реакторов»,
г. Димитровград

Бецофен Сергей Яковлевич
профессор, доктор технических наук, профессор кафедры
1101 «Технологии и системы автоматизированного проек-
тирования металлургических процессов» МАИ, г. Москва

Медведев Павел Николаевич
кандидат физико-математических наук, начальник сектора
Всероссийского научно-исследовательского институт авиа-
ционных материалов Национального исследовательского
центра «Курчатовский институт», г. Москва

Защита диссертации состоится «11» июня 2024 г. в 14 час. 00 мин. на за-
седании диссертационного совета МИФИ.1.07 федерального государственного
автономного образовательного учреждения высшего образования «Националь-
ный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва,
Каширское шоссе, 31).

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

Автореферат разослан «___» _____ 2024 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета МИФИ.1.07,
кандидат физико-математических наук

А.А. Савченко

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

В настоящее время основными энергетическими реакторами в России и за рубежом остаются водо-водяные реакторы (ВВЭР), работающие на тепловых нейтронах. Главными конструкционными материалами для реакторов на тепловых нейтронах являются малолегированные сплавы на основе циркония, обладающие низким сечением захвата тепловых нейтронов, высокими механическими и коррозионными свойствами в паро-водяной среде при температурах ниже 380 °С. Постоянное развитие атомной энергетики и ужесточение параметров эксплуатации энергетических установок с одновременным повышением требований к их надёжности требует целенаправленного изменения свойств изделий из циркониевых сплавов, применяемых в качестве элементов конструкции активных зон ВВЭР, или создания композитных изделий. Стабильность структуры материала определяет продолжительность эксплуатации изделий в активной зоне.

Основными российскими сплавами являются Э110 (Zr-1%Nb)*, Э125 (Zr-2,5%Nb), Э635 (Zr-1%Sn-1%Nb-0,4%Fe) и их модификации, позволяющие оптимизировать эксплуатационные свойства сплавов. Основной фазой этих циркониевых сплавов является α -фаза, характеризующаяся гексагональной плотноупакованной (ГПУ) структурой. Это обуславливает анизотропию физико-механических свойств гексагональной фазы, таких как модуль Юнга, коэффициент линейного расширения и т.д., которая определяет анизотропию поведения текстурованных поликристаллических изделий из циркониевых сплавов в условиях эксплуатации (радиационный рост, термическая и радиационная ползучесть и т.д.)

Анизотропия физико-механических свойств поликристаллических материалов полностью определяется преимущественной кристаллографической ориентацией зерен, которая формируется в процессе технологической обработки. Основными этапами изготовления труб и листов, используемых в активной зоне, являются горячая и холодная деформация, чередующаяся промежуточными отжигами заготовок. Закономерности развития текстуры деформации многократно описаны в отечественной и зарубежной литературе. Однако на данный момент отсутствует систематический анализ механизмов, реализующихся при термической обработке изделий из модифицированных отечественных сплавов, не описаны закономерности изменения структуры, текстуры и анизотропии физико-механических свойств отечественных циркониевых сплавов в результате

*В автореферате используются массовые проценты, если это не оговорено дополнительно.

их отжига, а также до сих пор отсутствует надежный метод оценки степени рекристаллизации циркониевых сплавов.

Целью работы являлось установление закономерностей развития структуры и кристаллографической текстуры в циркониевых сплавах модифицированного состава при термообработке для оптимизации технологических параметров производства изделий с заданными свойствами.

Для достижения поставленной цели поставлены и решены следующие задачи:

1) оптимизация и внедрение методики расчета и построения полных прямых полюсных фигур (ППФ), функции распределения зерен по ориентациям (ФРО), а также расчета интегральных текстурных параметров Кёрнса по рентгеновским данным, полученным на современных дифрактометрах D8 Discover и D8 Advance производства Bruker;

2) исследование эволюции текстурных и структурных характеристик прокатанных отечественных циркониевых сплавов (Э110опт, Э110М, Э635, Э125) в результате отжигов при разных температурах в диапазоне 480 – 640 °С в течение 1–6 часов;

3) выявление влияния степени деформации, направления прокатки, скорости нагрева, типа кристаллографической текстуры на закономерности изменения кристаллографической текстуры прокатанных циркониевых пластин при термообработке вблизи температуры монотектоидного превращения;

4) разработка метода оценки степени рекристаллизации по данным рентгеновского анализа кристаллографической текстуры и внедрение экспрессного рентгеновского метода оценки степени рекристаллизации циркониевых труб и листов из сплавов Э110 и Э635;

5) установление влияния типа кристаллографической текстуры циркониевых оболочечных труб на анизотропию их термического расширения в температурном интервале 20-1200 °С и на защитные свойства магнетронного хромового покрытия;

6) выявление изменений текстуры разных фаз деформированных циркониевых сплавов в результате повышения температуры отжига по данным синхротронного метода исследования

Научная новизна работы

1. На основе систематического изучения изменения структуры и кристаллографической текстуры промышленных прокатанных труб и листов из

отечественных сплавов в результате термообработки в температурном интервале 480–640 °С с использованием методов традиционного рентгеновского и синхротронного анализа, электронной микроскопии и измерения механических свойств впервые показано, что рекристаллизация прокатанных циркониевых сплавов происходит путем роста зерен, разориентированных вокруг базисных нормалей на угол до 30° относительно деформированной матрицы.

2. Установлено, что ориентация рекристаллизованных зерен соответствует «склонам» текстурных максимумов, что способствует размытию аксиальной текстуры прокатки в меридиональном направлении. В случае большой скорости нагрева ориентация рекристаллизованных зерен локализуется на склоне текстурного максимума, обращенного в сторону ПН и связанного с особенностями фазовых превращений в зернах именно этой ориентации, т.е. с ориентацией плоскости прокатки $(0001) \pm 30\text{-}40^\circ$ НН-ПН, где НН (R) и ПН (T) – это нормальное (радиальное для трубы) и поперечное (тангенциальное) направления в прокатанных изделиях.

3. Разработаны рентгеновские методики оценки поворота зерен на угол до 30° вокруг базисных нормалей по ПДФ $\{11.0\}$ и $\{10.0\}$ и экспрессной оценки степени рекристаллизации циркониевых изделий, прокатанных до и более 50% деформации по толщине, с использованием соотношения интегральных интенсивностей отражений (11.0) и (10.0), регистрируемых для сечения изделия, перпендикулярного направлению прокатки (НП для листов и осевое направление L для труб).

4. Впервые показано, что изменение размеров в трех взаимно перпендикулярных направлениях труб, характеризующихся текстурой рекристаллизации и отличающихся анизотропией коэффициентов термического расширения α -фазы, в случае нагрева и охлаждения в температурном интервале 20-1200 °С, рассматриваемом при прогнозировании аварийных ситуаций, оказывается минимальным только в случае преимущественной ориентации нормалей $\langle 11.0 \rangle$ в L-направлении.

5. Впервые показано, что хромовые покрытия толщиной 9-10 мкм, обладающие острой текстурой роста $\{111\}\langle 112 \rangle$, характеризуются высокими коррозионными свойствами при высокотемпературном отжиге на воздухе, в то время как их рекристаллизация в процессе нанесения приводит к образованию высокоугловых границ и потере защитных свойств в данных условиях. Минимальные отклонения размеров полностью рекристаллизованной

циркониевой трубы от линейной зависимости при расширении и сжатии в результате нагрева и последующего охлаждения в температурном интервале 20-1200 °С обеспечивают сохранение целостности оболочки с хромовым покрытием.

6. Выявлены закономерности образования β -Zr и β -Nb фаз в трубах из сплава на основе Zr-1%Nb на заключительных этапах технологической обработки: прокатки и вакуумного отжига в температурном интервале 480-640 °С в течение 3 часов. Показано, что интерметаллидная фаза Лавеса $Zr(Nb,Fe)_2$ является устойчивой во всем температурном интервале заключительного отжига вплоть до 640 °С как в сплаве Э635, так и в сплавах Э110 модифицированного состава.

Научная и практическая значимость работы

Для современных дифрактометров D8 Discover и D8 Advance производства Bruker оптимизирована и внедрена на АО «ВНИИНМ» методика анализа кристаллографической текстуры и определения интегральных параметров текстуры в автоматическом режиме.

Наиболее распространёнными технологическими операциями производства труб и прокатанных листов из сплава на основе циркония являются последовательные горячая и холодная прокатки, а также термическая обработка на промежуточных и заключительных этапах их изготовления. Все технологические операции сопровождаются изменением структуры и кристаллографической текстуры. Проведенное исследование дает важную информацию о закономерностях эволюции кристаллографической текстуры и структурно-фазового состояния циркониевых сплавов при различных режимах отжига.

Полученные в ходе диссертационного исследования результаты использованы при выполнении НИР по договорам:

– договор с АО «ВНИИНМ» на выполнение НИР от 12.08.2020 № 26/9217-Д «Разработка рентгеновского метода оценки степени рекристаллизации изделий из циркониевых сплавов Э110, Э635 и их модификаций»

– договор с АО «ВНИИНМ» на выполнение НИР от 07.09.2020 № 26/9344-Д «Определение растворимости водорода в циркониевых сплавах Э110 опт, Э635 и исследование влияния ориентации гидридов на прочность и пластичность необлученных НК из сплава Э635»

По результатам выполненных работ получен акт о внедрении рентгеновских методик по оценке кристаллографической текстуры, текстурных параметров и степени рекристаллизации циркониевых изделий.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Установленные закономерности формирования структуры α -фазы и дополнительных фаз (β -Zr, β -Nb и интерметаллидной фазы Лавеса) в процессе термической обработки холоднокатаных листов и труб из малолегированных циркониевых сплавов и связанные с ними механизмы ориентированного роста зародышей рекристаллизованных зёрен.

2. Выявленные механизмы формирования рекристаллизованных зёрен в малолегированных сплавах на основе циркония в зависимости от типа исходной кристаллографической текстуры, степени предварительной деформации, режимов термообработки и распределения β -фазы.

3. Установленные структура и текстура оболочечных труб и хромового покрытия для обеспечения защитных коррозионных свойств последнего в условиях высокотемпературного отжига (1100 °C) на воздухе.

4. Выявленные дифракционные параметры, наиболее чувствительные к совершенствованию структуры α -фазы в сплавах на основе циркония при рекристаллизации. Разработанная экспрессная методика определения степени рекристаллизации по результатам рентгеновского анализа для листов и труб из отечественных циркониевых сплавов.

5. Оптимизированная и внедренная методика расчета полных ППФ и интегральных текстурных параметров Кёрнса для изделий из малолегированных циркониевых сплавов с использованием современных дифрактометров D8 Discover и D8 Advance производства Bruker.

Достоверность научных положений, результатов и выводов обусловлена использованием общепризнанных методов исследования, современного сертифицированного оборудования, воспроизводимостью результатов и оценкой погрешности измерений. Анализ результатов проведен в соответствии с современными представлениями о структуре и свойствах материалов. Экспериментальные результаты, полученные методами рентгеновского, синхротронного анализа и электронной микроскопии, согласуются между собой. Теоретические положения не противоречат литературным и экспериментальным результатам.

Личный вклад автора.

Автор участвовала во всех этапах исследования, начиная от приготовления сложных образцов, разработки экспериментальных методик, сбора данных и их обработки с помощью специализированных компьютерных программ, заканчивая обобщением и систематизацией результатов. Соискатель также активно

участвовала в обсуждении результатов, в подготовке научных публикаций и докладов, а также представлении докладов на научных конференциях.

Апробация работы

Основные результаты диссертации представлены и обсуждены на 13 международных и российских конференциях и совещаниях: 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21-ая Международные школы-конференции для молодых ученых и специалистов «Новые материалы» (Москва, 2017, 2018, 2019, 2020, 2021, 2022, 2023), IX-ая Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур - ПРОСТ 2018» (Москва 2018), Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники МАЯТ-2019» (Москва 2019), the 19th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 19) (онлайн-формат, Осака, Япония, 2021), Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники МАЯТ-2021» (Москва 2021), Научно-технический семинар «Новые направления развития в области толерантного топлива» (Москва 2023), XI-ая Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур – ПРОСТ-2023» (Москва 2023).

Публикации по теме диссертации опубликованы 24 работы, из них 8 научных статей, входящих в перечень ВАК, либо в базы данных Scopus и Web of Science.

Объем и структура диссертации

Диссертационная работа изложена на 138 страницах, содержит 118 рисунков, 11 таблиц, состоит из введения, 5 глав, выводов, списка использованных литературных источников из 122 наименований и 1 приложения

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описывается текущее состояние проблемы, обосновывается актуальность темы диссертации, формулируются цели и задачи исследования, указывается научная новизна и практическая значимость работы, а также приводятся положения, которые вынесены на защиту.

В первой главе проанализированы литературные источники, включая стандарты ASTM и ГОСТы, по существующим методам определения степени рекристаллизации материалов. Особое внимание уделено методам, применяемым для определения степени рекристаллизации циркония и его сплавов. На основании литературных данных выявлены основные закономерности развития структуры и текстуры после различных термических испытаний чистого циркония, отечественных и зарубежных циркониевых сплавов. Рассмотрено влия-

ние исходного структурно-фазового состояния на формирование текстуры рекристаллизации в сплавах на основе циркония. Отмечено отсутствие систематических данных о влиянии на рекристаллизацию промышленных сплавов степени деформации, особенностей текстуры прокатки, скорости нагрева до температуры рекристаллизации и температуры отжига. Также установлено, что методика оценки степени рекристаллизации циркониевых сплавов в литературе отсутствует. Прямыми методами установления рекристаллизованной структуры являются электронно-микроскопические методы. К сожалению, эти методы являются локальными, поскольку обычно рассматриваются области материала малых размеров до 100x100 мкм, а также для исследования готовят тонкие фольги, что может приводить к перераспределению дислокаций и движению границ в процессе приготовления фольг. Низкая статистическая значимость электронно-микроскопических методов препятствует использованию данных методов для оценки степени рекристаллизации материала и обуславливает необходимость развития рентгеновских методов.

В литературе отсутствуют данные по закономерностям рекристаллизационных процессов в отечественных прокатанных циркониевых сплавах и изменению физико-механических свойств в результате отжига изделий. Данная работа направлена на восполнение недостающих экспериментальных результатов по закономерностям текстурообразования, изменению структурно-фазового состояния и физико-механических свойств (КЛТР, контур текучести, модуль упругости и т.д.) современных отечественных циркониевых сплавов.

Во второй главе детально описываются основные методы изучения физико-механических свойств, исследования микроструктуры и субструктуры, кристаллографической текстуры в изделиях из циркониевых сплавов, а также исследованные образцы и методы их подготовки.

Рентгенофазовый анализ проводили как на рентгеновских дифрактометрах, так и на синхротроне. Для проведения фазового анализа использовали дифрактометр D8 Discover с медным излучением, поликапиллярной оптикой, фокусировкой Брэгга–Брентано и позиционно-чувствительным детектором LYNXEYE производства Bruker (Карлсруэ, Германия). Для расшифровки дифракционной картины использовали базу данных ICDD PDF2 v2022 и метод Ритвельда. В качестве эталона использовался порошковый образец LaB₆. Для традиционного рентгеновского текстурного анализа на дифрактометре ДРОН-3 с хромовым излучением готовили составной образец из узких сегментов трубы, средняя часть которых была перпендикулярна радиальному (R) направлению труб. Далее ис-

следуемые участки трубок будут обозначаться в соответствии с ориентацией с исследуемой поверхности, например, R -сечение – это сечение, перпендикулярное R -направлению трубы. Основными направлениями в трубе являются радиальное R , тангенциальное T и продольное L . Из листов вырезали плоский образец необходимых размеров. Для листа основными направлениями являются направление прокатки (НП), нормальное (НН) и поперечное (ПН) направления. Расчет ФРО и полных ППФ по неполным ППФ (0001), $\{10.0\}$, $\{10.2\}$, $\{11.0\}$, записанным методом наклона образца, осуществлялся с использованием программного обеспечения LAVOTEX. Полную ППФ (0001) использовали для расчета интегральных текстурных параметров Кёрнса. Для оценки поворота кристаллических нормалей по полным ППФ $\{11\bar{2}0\}$ и $\{10\bar{1}0\}$ рассчитывали полюсную плотность P в конусе с углом 5° , ось которого параллельна НП изделия, и соотношение между ними $r = \frac{P\{11\bar{2}0\}}{P\{10\bar{1}0\}}$. Для оценки искаженности кристаллической решетки зерен разных ориентаций использовали распределение уширения рентгеновской линии (hkl) на стереографической проекции образцов – обобщенные ППФ (ОППФ) β_{hkl} .

Для проведения структурного анализа с использованием синхротронного излучения из циркониевой трубы вырезали кольца высотой около 250 мкм, обе поверхности, перпендикулярные осевому направлению труб, шлифовали с целью устранения слоев, упрочненных при электроэрозионной резке, а затем травлили в разбавленной смеси азотной и плавиковой кислот для удаления результатов механической полировки. Образцы для съемки на просвет после шлифовки и травления представляли собой кольца высотой 120 мкм. Подготовленные таким образом поверхности соответствуют L -сечению трубы. Дифракционные кольца Дебая измерялись на синхротроне НИЦ «Курчатовский институт» с использованием экспериментальной станции XSA (рентгеноструктурного анализа) (К2.6), оснащенной 2D-детектором (Rayonix, США). Длина волны излучения составляла 0,74 Å. В качестве эталона использовался образец LaB_6 . Накопление дифракционных 2D-картин (колец Дебая) осуществлялось в течение 120–240 секунд. Для удобства сравнения спектров, полученных на разных приборах, дифрактограмма, полученная при синхротронном излучении, пересчитана на длину волны медного рентгеновского излучения. Расчет и построение ФРО для колец Дебая проводились с использованием свободно распространяемой программы MAUD, которая позволяет строить полные ППФ.

Для сканирующей электронной микроскопии из труб вырезали пластины

параллельно оси трубок. Исследуемая поверхность соответствовала R-сечению труб. Структуру материала изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа Zeiss EVO 50 XVP (Carl Zeiss, Оберкохен, Германия). Полученные данные дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD) обрабатывали с использованием системы анализа образов EBSD в составе детектора образов EBSD Oxford Instruments Nordlys S и программного пакета HKL CHANNEL5 (Oxford Instruments, Великобритания). EBSD-сканирование осуществляли с шагом 0,1–0,2 мкм (размер зонда 0,2 нм) со средней площадью сканирования 100×80 мкм².

Перечисленные методы характеризуют структуру слоев исследованного материала, расположенных на разных расстояниях от внешней поверхности. Так, электронно-микроскопический метод позволяет получать информацию о структуре поверхностных слоев толщиной 0,1 мкм, рентгеновский анализ дает информацию о структуре и текстуре материала в слое толщиной 10–20 мкм, а синхротронное излучение – в слое 120 мкм, но при этом размер пучка составляет лишь 200 мкм.

Измерение микротвердости проводилось с использованием наноиндетометра DNT-1/5, а обработка кривых непрерывного индентирования осуществлялась с использованием программ, разработанных в Лаборатории рентгеновского текстурного анализа НИЯУ МИФИ. Механические свойства такие, как предел текучести, предел прочности и максимальное удлинение образца, проводилось по кривым напряжение–деформация, записанным для растяжения образцов ГОСТированных размеров на установке INSTRON.

В третьей главе рассмотрены пределы варьирования структурных и текстурных параметров при пластической деформации и отжиге листов из сплавов на основе циркония.

Для изучения изменений, протекающих в процессе рекристаллизации, в зависимости от исходного состояния, использовались листы из сплавов Э110опт и Э635 прокатанные до разных степеней деформации 30, 50 и 70 % и отожжённые при температуре 480 °С–620 °С.

Результаты оценки степени рекристаллизации r для сплава Э110опт приведены на рисунке 1. Согласно рентгеновским данным, показатель степени рекристаллизации r , для сплавов Э110опт и Э635 до прокатки соответствует 1,05 и 0,55. В образцах Э110опт после отжига при температуре 580 °С обнаружена β -Nb фаза, которая свидетельствует о проведении отжига при температуре ниже монотектоидного превращения. Однако, отсутствие поворота призматических

нормалей у образца с $\varepsilon=30\%$ (рис. 1) указывает на недостаточную степень деформации, предшествующую отжигу, но при этом в средних слоях у данного образца деформация больше ($r=0,58$), чем во внешнем слое ($r=0,84$), поэтому там происходит интенсивнее рост новых зерен разориентированных относительно деформированной матрицы на угол 30° (r разных слоев указана в скобках).

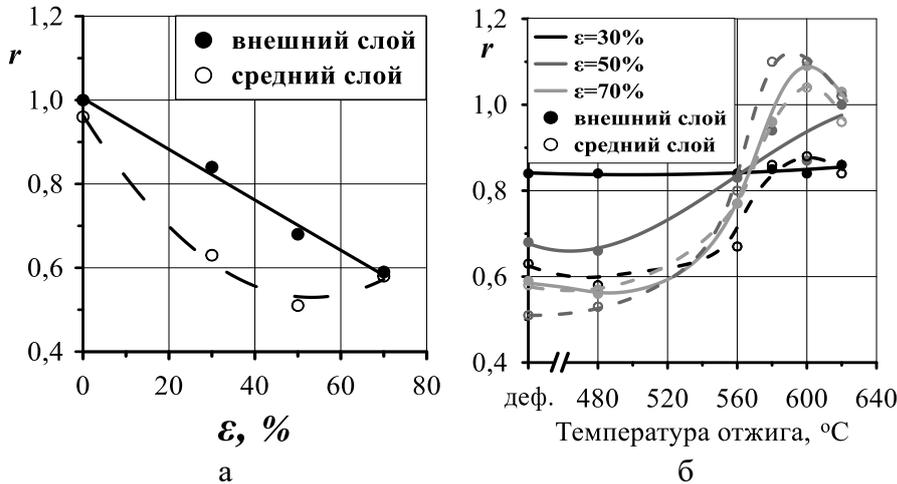


Рисунок 1 – Зависимость соотношения призматических нормалей вдоль НП от степени деформации (а) и температуры отжига после деформации (б) листов из сплава Э110 опт

Закономерности развития кристаллографической текстуры и структуры при холодной прокатке и последующем отжиге при температуре 610°C в течение 1–5 часов в зависимости от их степени деформации, направления прокатки, скорости нагрева, типа исходной кристаллографической текстуры рассмотрены на пластинах из сплава Zr-2,5%Nb. Исходную пластину толщиной около 2 мм прокатывали до степеней деформации 50, 70 и 90% вдоль исходного НП_0 или вдоль ПН_0 на лабораторном прокатном стане с диаметром валков 50 мм. При этом образцы, прокатанные в НП_0 , характеризуются устойчивой текстурой T2: $(0001) \pm \psi$ НН-ПН $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, а при прокатке вдоль ПН_0 текстура изменяется и определяется компонентой T1: $(0001) \pm \psi$ НН-НП $\langle 11\bar{2}L \rangle$. При прокатке вдоль ПН_0 сначала происходит резкая переориентация базисных нормалей к НН, а затем наблюдается непрерывный сдвиг текстурных максимумов в сторону НН, в результате чего образуется текстура T1. Скачкообразное изменение текстурных характеристик материала при прокатке образцов вдоль ПН обусловлено развитием двойникования по плоскостям $\{10\bar{1}2\}$ и $\{11\bar{2}1\}$, которое приводит к переориентации базисных нормалей на соответствующие углы 85° и 35° с периферии стереографической проекции к НН. Последующая деформация преимущественно связана с процессами скольжения, и поэтому все характеристики развиваются весьма монотонно.

На рисунке 2 ППФ (0001) совмещены с ОППФ β_{0002} и распределение по-

ложительной составляющей разностных диаграмм ΔP , где $\Delta P = P_{\text{рекр}} - P_{\text{деф}}$, $P_{\text{деф}}$ и $P_{\text{рекр}}$ – полюсные плотности на ППФ (0001) деформированного и отожженного материала соответственно.

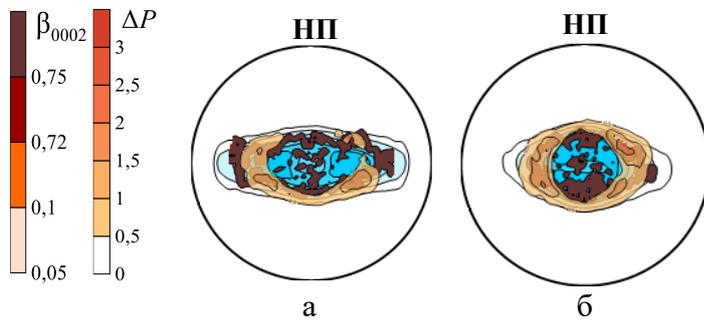


Рисунок 2 – Области максимальных значений β_{0002} (коричневый цвет) и положительных ΔP (оранжевый цвет), совмещенные с их ППФ(0001) (голубой цвет) листов, прокатанных вдоль НП₀ (а) и ПН₀ (б) до 90%

Из рисунка 2 видно, что базисные нормали зерен с максимальным искажением структуры соответствуют склонам текстурных максимумов, при этом базисные нормали растущих зерен расположены также на склонах текстурных максимумов. Следовательно, зародыши рекристаллизации образуются и быстрее всего растут именно в зернах деформированной матрицы,

характеризующейся максимальной величиной β_{0002} , т.е. максимальной искаженностью кристаллической структуры.

С увеличением скорости нагрева до 100 °С/мин (рис. 3) усиливается рост зерен, соответствующих устойчивой текстурной компоненте T2, находящейся на склоне исходного текстурного максимума, обращенного в сторону ПН. Аналогичный максимум образуется в случае протекания в материале фазовых превращений (ФП) (рис. 3,г). В случае ФП происходит резкая локализация ориентации зерен новой фазы (см. рис. 3,г и 4,б). ФП происходит в наиболее совершенных зернах с меньшим наклепом, где легче реализуется движение частичных дислокаций. Возможность ФП обусловлена нарушением равновесной диаграммы состояний (ДС) при быстром нагреве.

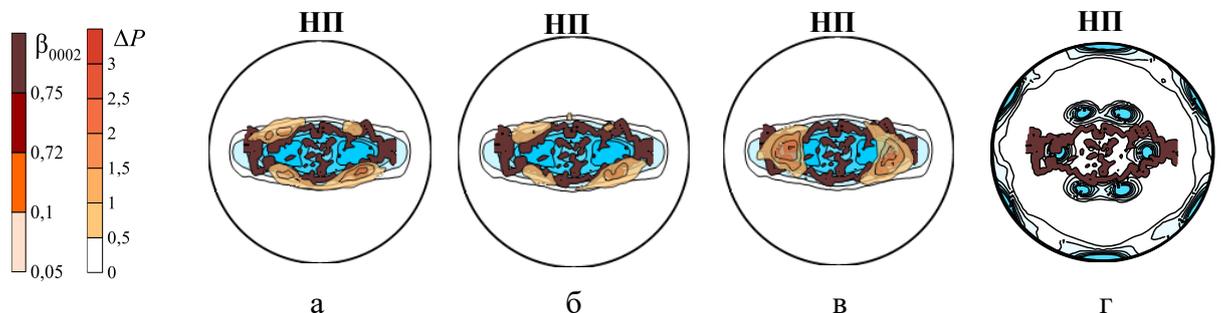


Рисунок 3 – Совмещение ОППФ β_{0002} и ΔP с ППФ(0001) для образцов, отожжённых при 610 °С в течение 3 ч с разной скоростью нагрева: 10 °С/мин (а), 20 °С/мин (б), 100 °С/мин (в) и после ФП (г)

На рисунке 4 представлены сечения НН-ПН ППФ(0001), на которых видно, что при повышении скорости отжига наблюдаются следующие закономер-

ности: 1) падение полюсной плотности базисных нормалей в центре ППФ(0001), т.е. вблизи НН; 2) максимальное повышение полюсной плотности базисных нормалей на склонах текстурных максимумов деформированной пластины, обращенных в сторону ПН. Отмеченные закономерности свидетельствуют о низкой вероятности образования новых, рекристаллизованных зерен, базисные нормали которых находятся вблизи НН. Зерна такой ориентации относятся к сдвойникованным зернам. Поэтому можно предположить, что вероятность образования нового зерна при рекристаллизации из двойников низка.

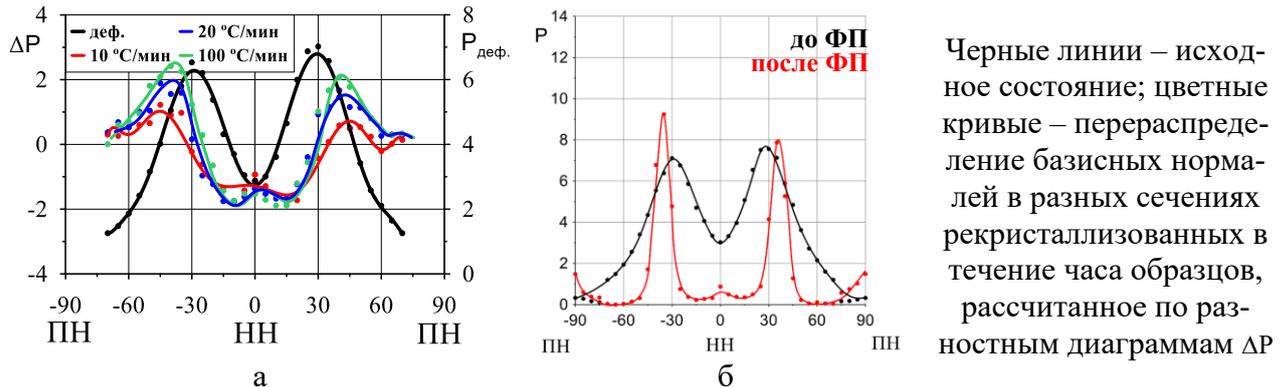


Рисунок 4 – Изменение распределения базисных нормалей в сечении НН-ПН ППФ (0001) листов из сплава Zr-2,5%Nb, прокатанных на 90% вдоль НП₀, в результате отжига при 610 °С в течение 3 ч (а) и в результате ФП (б)

Также следует учитывать тот факт, что чем выше скорость нагрева, тем при более низких температурах начинается ФП. В исследованных образцах, подвергавшихся рекристаллизационному отжигу в течение 1 часа, обнаружено наличие β -Zr фазы, линии которой наблюдаются в зарегистрированных при комнатной температуре дифракционных спектрах. Причем, в случае минимальной скорости 10 °С/мин интенсивность линии дополнительной фазы меньше, нежели в случае больших скоростей 20-100 °С/мин. Присутствие β -Zr после отжига в течение 5 часов подтверждает, что отжиг проводился выше монотектоидной линии диаграммы состояний Zr-Nb. Наличие дополнительной фазы способствует устойчивости распределения как базисных, так и призматических нормалей. ФП является конкурирующим с рекристаллизацией процессом, поэтому чем больше β -фазы, тем меньше вероятность роста разориентированных относительно деформированной матрицы зерен. Поэтому поворот призматических нормалей с увеличением скорости нагрева тормозится и параметр рекристаллизации r уменьшается.

В четвертой главе рассмотрены закономерности протекания рекристаллизации оболочечных труб и направляющих каналов (НК) из сплавов Э110опт, Э110М и Э635 соответственно при изменении температуры отжига от 480 до

640 °С и варьировании его длительности от 2 до 6 часов. Проведен рентгеновский и электронно-микроскопический анализ циркониевых сплавов, по результатам которых определен ряд параметров, наиболее чувствительных к совершенствованию структуры при рекристаллизации: контрастность Кикучи линий, которая обратно пропорциональна полуширине рентгеновских отражений; полуширина рентгеновской линии $V_{1/2}$ (21.3); отношение полюсных плотностей $r = \frac{P\{11\bar{2}0\}}{P\{10\bar{1}0\}}$; параметр решетки a и микротвердость H_μ в R-направлении.

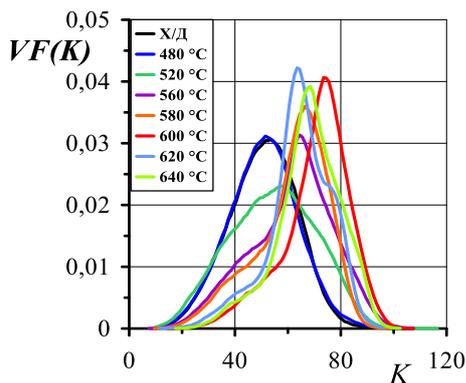


Рисунок 5 – Изменение K по поверхности исследованных образцов в результате повышения температуры отжига

При этом для всех температур отжига регистрируется достаточно высокая доля мелкодисперсных искаженных зерен («плечо» или дополнительный максимум слева). Это обусловлено наличием при всех температурах отжига бимодальной структуры, т.е. одновременном существовании зерен мелкой и крупной фракций, как показано на рисунке 6.

На рисунке 6,а приведено распределение зерен по их размеру D , который варьируется в широких пределах 0,1-7,5 мкм, что не позволяет использовать его для оценки степени рекристаллизации. По распределению $VF(D)$ рассчитано среднее значение размера зерна (D_{cp}). Для зерен, характеризующихся большим размером зерна (более D_{cp}) и малым размером (менее D_{cp}), построены ФРО, которые представлены на рисунках 6,д-е сечениями ФРО для $\phi_1 = 0^\circ$. Текстура зерен мелкой фракции соответствует текстуре прокатки, что указывает на их совершенствование полигональным способом, а текстура зерен крупной фракции – текстуре рекристаллизации.

На рисунке 7 приведены графики зависимости степени рекристаллизации r^E , рассчитанные по EBSD картам, и поворота призматических нормалей r от температуры отжига. Полученные графики свидетельствуют о том, что степень

На рисунке 5 для сплава Э635 представлены распределения объемной доли зерен VF от контрастности Кикучи линий K , образующихся при отражении электронов. Меньшим значениям K соответствуют деформированные зерна, а высоким значениям – рекристаллизованные. При повышении температуры отжига наблюдается изменение распределения $VF(K)$. Максимальная контрастность Кикучи линий K для сплава Э635 достигается при температуре 600 °С, что свидетельствует об идеальности структуры.

рекристаллизации зависит от исходного состояния материала, степени деформации и его состава. Например, в сплаве Э110опт $r^E = 96\%$ уже при температуре $520\text{ }^\circ\text{C}$, в то время как сплав Э635 достигает этого уровня рекристаллизации только при температуре $620\text{ }^\circ\text{C}$.

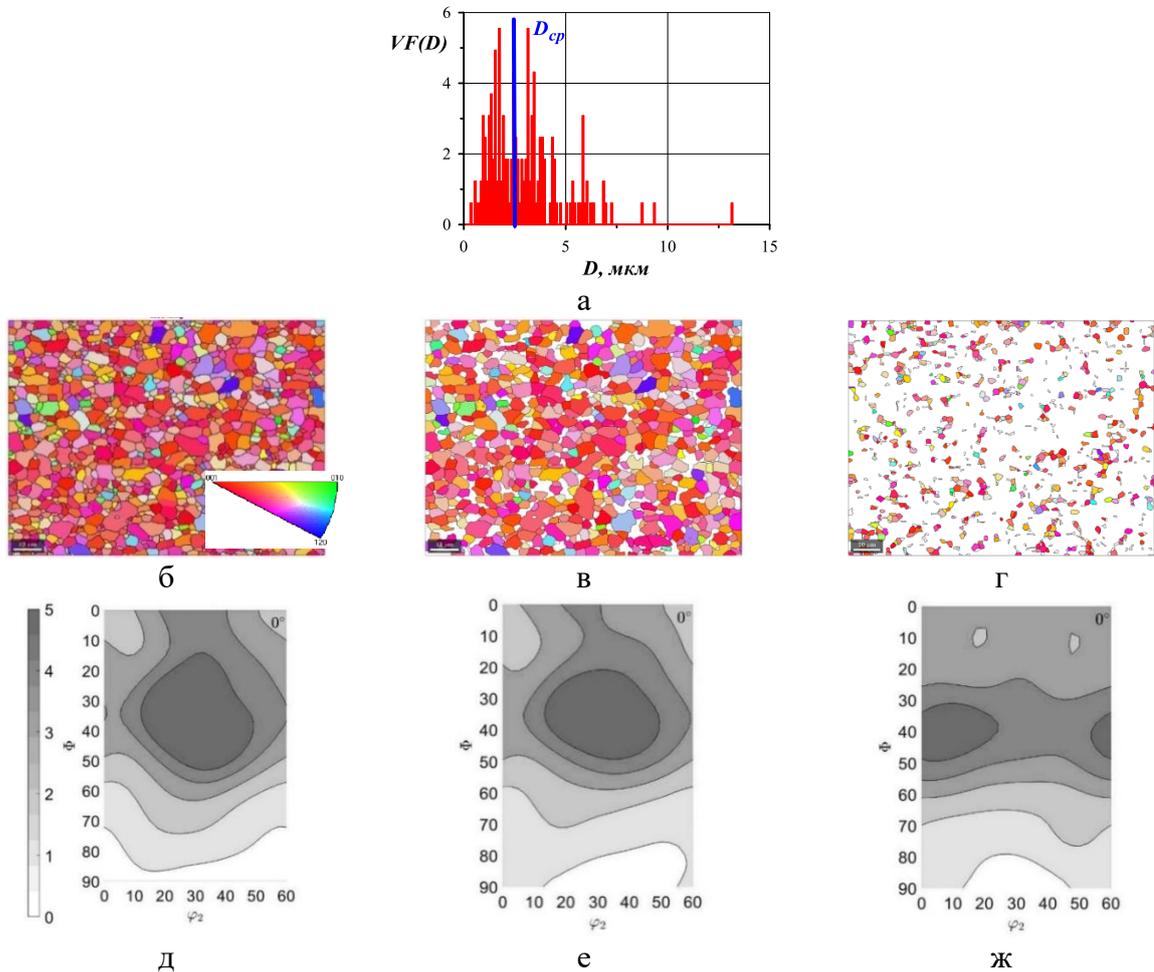


Рисунок 6 – Зависимость ориентации зерен от их размера в сплаве Э110опт, отожженном при температуре $580\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 3 часов: а – распределение зерен по размеру D ; б, в, г – EBSD-карты для зерен: всех размеров (б); размер которых больше D_{cp} (в); размер которых меньше D_{cp} (г); (д), (е), (ж) – сечения ФРО, соответствующие случаям (б), (в), (г).

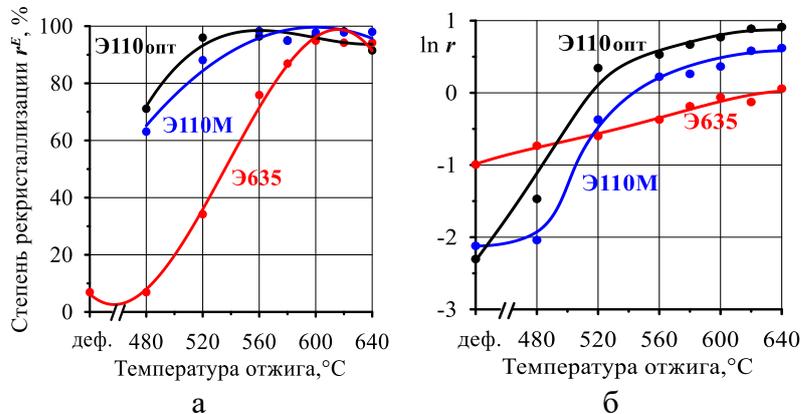


Рисунок 7 – Изменение степени рекристаллизации r^E (а) и натурального логарифма поворота призматических нормалей r (б) исследованных образцов, отожжённых при разных температурах в течение 3 часов

Полученные результаты свидетельствуют о том, что рекристаллизация в сплаве Э635 происходит при более высоких температурах ($600\text{--}620\text{ }^\circ\text{C}$), нежели

рекристаллизация в модифицированных сплавах Э110. Рекристаллизация в трубах из сплава Э110 достигает высоких степеней уже при отжиге при 580 °С в течение 2 часов.

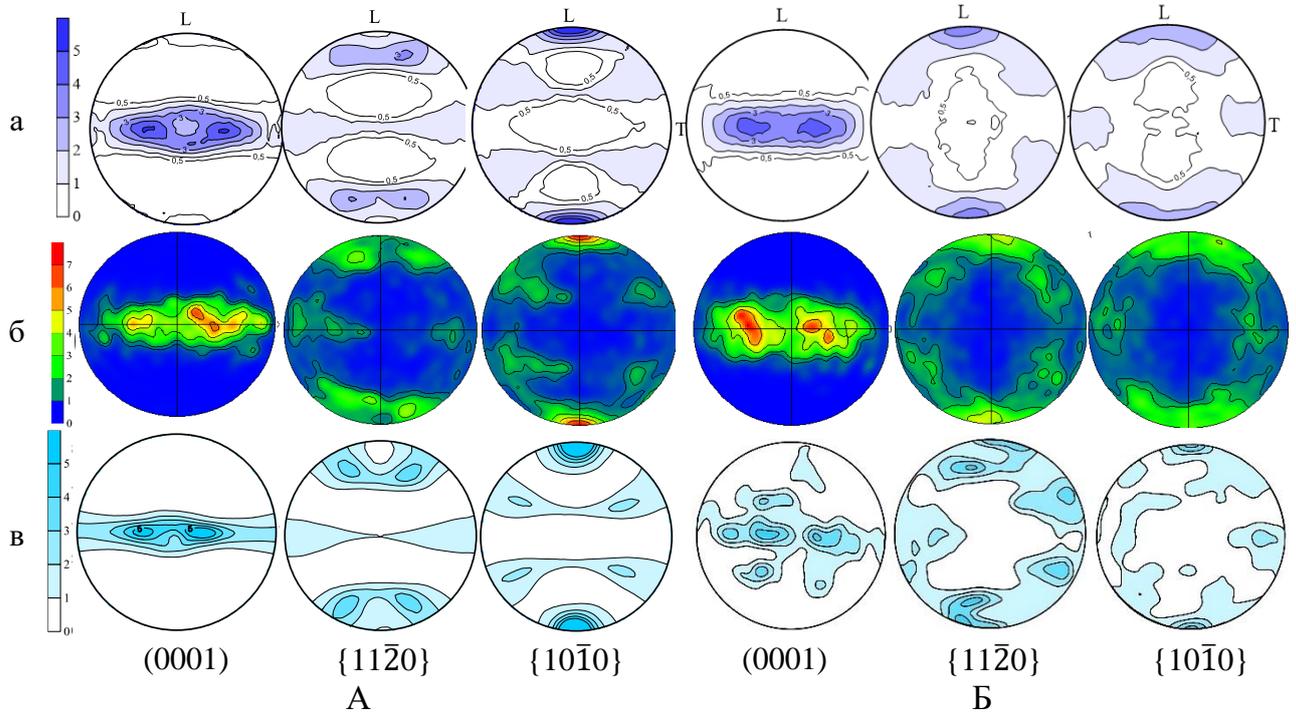
Такие различия обусловлены разницей в степенях деформации исследованных сплавов. Из графиков зависимости r параметра видно, что заключительная степень деформации сплавов Э110опт и Э110М больше, чем деформация сплава Э635. Поэтому если использовать параметр поворота кристаллической решетки при оценке степени рекристаллизации, то исходный уровень r для сплава Э635 выше, нежели для сплавов Э110. Это свидетельствует о недостаточной степени деформации α -Zr в исходном состоянии сплава Э635.

На рисунке 8 представлены полные ППФ (0001), $\{11\bar{2}0\}$ и $\{10\bar{1}0\}$ α -Zr сплава Э110М, отожженного при температуре 480 °С в течение 3 часов и 580 °С, построенные по результатам традиционного рентгеновского метода (рис. 8,а), электронно-микроскопического EBSD-метода (рис. 8,б), а также с использованием синхротронного излучения (рис. 8,в). На рис. 8,б отчетливо видно нарушение статистики: ППФ состоят из отдельных текстурных максимумов, т.к. при использовании EBSD методики в отражающем положении оказывается 100-400 зерен, что явно недостаточно для построения ППФ и последующего расчета свойств. При повышении температуры отжига размер зерен увеличивается и нарушения статистики отмечаются не только на данных EBSD, но и на синхротронных результатах. В результате чего, на ППФ (0001) (рис. 8,в) отмечается рост зерен, существенно отклоненных от R - T -сечения в НП. По видимому, недостаточная статистика (диаметр пучка 200 мкм) синхротронных данных позволяет зарегистрировать отдельные зерна, растущие на склонах текстурных максимумов деформированного материала.

Анализ текстуры α -фазы с помощью синхротронного излучения показал, что в объеме прокатанного материала наблюдается характерная для α -Zr текстура деформации $(0001)_{\pm 30-45^\circ \text{НН-НП}} \langle 10\bar{1}0 \rangle$. В результате рекристаллизации α -Zr, происходит замена текстуры деформации текстурой рекристаллизации $(0001)_{\pm 30-45^\circ \text{НН-НП}} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, которая обусловлена поглощением деформированной матрицы рекристаллизованными зернами, разориентированными относительно исходных зерен поворотом на 30° вокруг базисных нормалей, как было показано с использованием традиционного метода исследования текстуры.

На рисунках 9 приведены температурные зависимости структурных характеристик, оцениваемых по полуширине рентгеновской линии, контрастности

Кикучи линий, периоду кристаллической структуры, пределу текучести или микротвердости. Заметим, что все графики выходят на плато при достижении температуры рекристаллизации, за исключением микротвердости. Микротвердость



а – рентгеновский метод; б – EBSD метод; в – синхротронный метод
Рисунок 8 – ППФ (0001), $\{11\bar{2}0\}$, $\{10\bar{1}0\}$ α -Zr сплава Э110М, отожженного при температурах 480 °С (А) и 580 °С (Б)

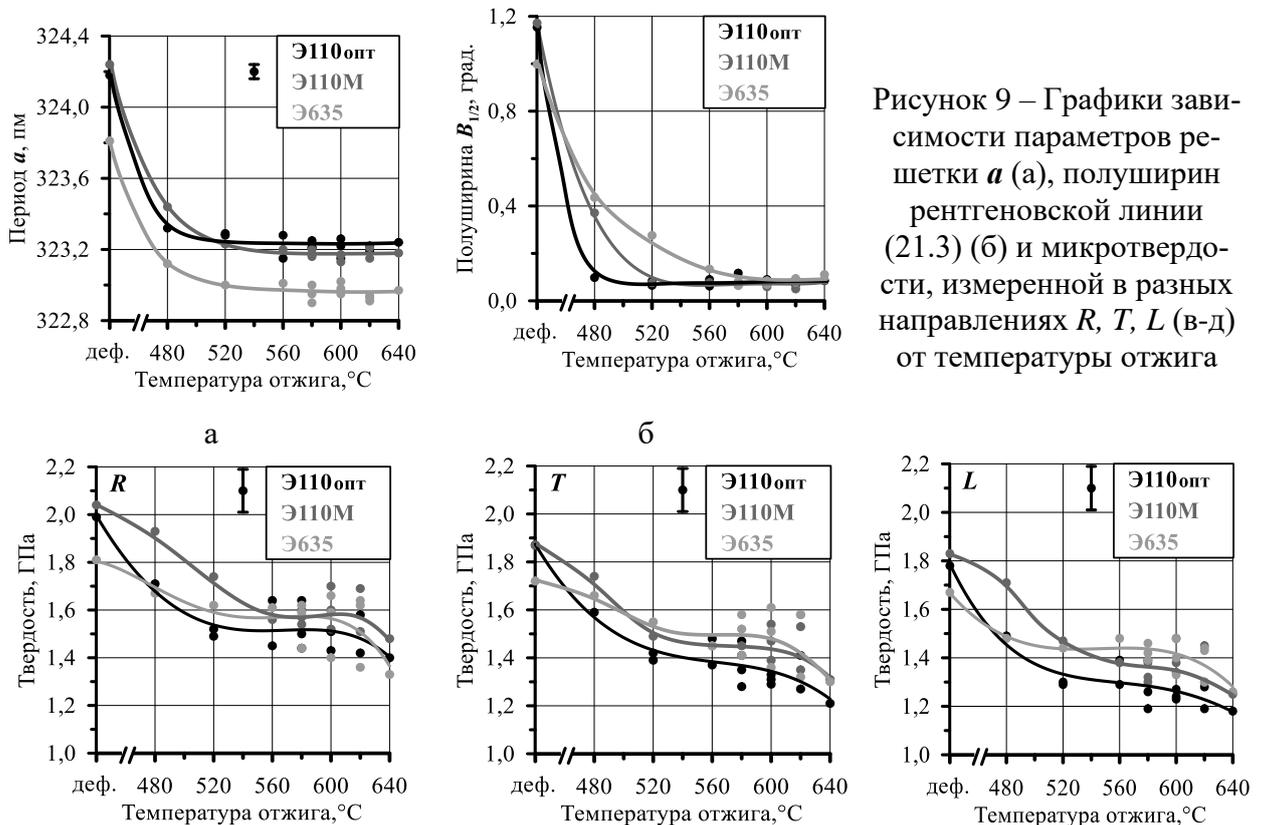


Рисунок 9 – Графики зависимости параметров решетки a (а), полуширин рентгеновской линии (21.3) (б) и микротвердости, измеренной в разных направлениях R , T , L (в-д) от температуры отжига

в

г

д

и механические свойства чаще всего продолжают уменьшаться при повышении температуры выше монотектоидной линии ДС, т.е. и при фазовых превращениях. К тому же, микротвердость и механические свойства зависят не только от состава сплава, но и от направления испытаний, поэтому такие значения нельзя использовать в качестве абсолютного параметра при оценке степени рекристаллизации изделий.

Для каждого параметра были рассчитаны корреляционные коэффициенты между степенями рекристаллизации, определенными из структурных параметров и электронно-микроскопическим методом в температурных интервалах для сплавов Э110: 480–600 °С; для Э635: 480–620 °С, и приведены в таблице 1.

На основе этих данных показано, что период кристаллической структуры a , полуширина рентгеновских линий, а также поворот призматических нормалей r получаемых в одних и тех же условиях (т.е. на контролируемом с помощью эталона дифрактометре), могут быть использованы для экспрессной рентгеновской методики оценки степени рекристаллизации циркониевых изделий.

Таблица 1 – Коэффициенты корреляции

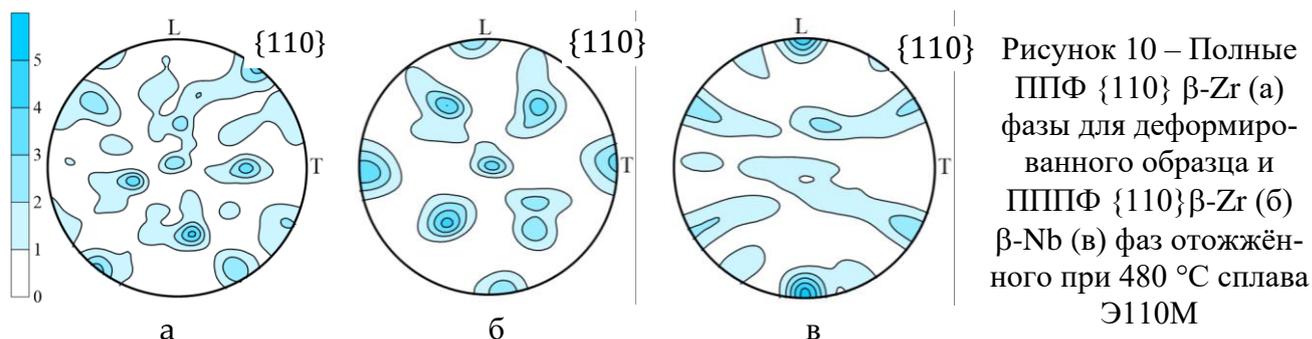
| Сплавы | Коэффициент корреляции, % | | | |
|---------------------|---------------------------|-------------|-------|------|
| | a | $V_R(21.3)$ | H_c | r |
| Э110 _{опт} | 23,6 | 11,4 | 35,3 | 71,9 |
| Э110М | 76,8 | 91,0 | 79,7 | 85,8 |
| Э635 | 60,2 | 95,9 | 12,1 | 89,0 |
| Среднее значение | 54±27 | 66±47 | 42±34 | 82±9 |

На основании полученных результатов разработана методика по оценки степени рекристаллизации, которая внедрена в АО «ВНИИНМ». Сравнительные измерения степени рекристаллизации в лабораториях НИЯУ МИФИ и АО ВНИИНМ показали хорошую воспроизводимость результатов.

С помощью синхротронного метода исследования проанализирована текстура дополнительных фазы в сплавах Э110М и Э635. На рисунке 10 показаны полные ПДФ $\{110\}$ β -Zr и β -Nb. Если рассмотреть ориентационное соотношение между α - и β -фазами, для которых $(0001)_\alpha \parallel \{110\}_\beta$, то окажется, что плоскости $\{110\}_\beta$ соответствуют склонам текстурных максимумов $(0001)_\alpha$.

Если бы β -фаза деформировалась независимо от окружающей её α -фазы, то в текстуре прокатки должна была бы преобладать текстурная компонента $\{001\}\langle 110 \rangle$, однако она отсутствует в текстуре деформированного образца (рис. 10,а), что указывает на другой механизм образования текстуры β -Zr. Найденные ориентировки являются стандартными ориентировками в ОЦК фа-

зах, повернутыми на небольшой угол. Наиболее вероятным представляется механизм динамического ФП $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$, в результате которого наклепанные фазы оказываются нестабильными и претерпевают превращение, а после релаксации и изменения концентрации элементов в твердом растворе претерпевают обратное ФП. Такой процесс обеспечивает ускоренное изменение концентрации Nb в β -фазе от 90 до 20%. Тогда β -Zr фаза должна характеризоваться кристаллографической текстурой ФП, реализующихся при соблюдении ориентационного соотношения Бюргерса: $(0001) \parallel \{110\}$ и $\langle 11.0 \rangle \parallel \langle 111 \rangle$, что и показано на рисунке.



На рисунке 10,б видно, что β -Zr фаза при температуре 480 °C приобретает отчетливую текстуру, состоящую из двух компонент: сильной $\{110\}\langle 001 \rangle$ и слабой $\{001\}\langle 110 \rangle$. В общем случае зёрна ОЦК-фазы с ориентировкой $\{110\}\langle 001 \rangle$ возникают на стадии первичной рекристаллизации и могут стать центрами вторичной рекристаллизации в случае присутствия соседних зерен. Это обусловлено тем, что зёрна с ориентацией $\{110\}\langle 001 \rangle$ формируются раньше других при первичной рекристаллизации в максимально искажённых областях и становятся самыми крупными к моменту завершения первичной рекристаллизации. Резкое изменение вида ППФ $\{110\}$ и $\{001\}$ деформированного образца и отожжённого при температуре 480 °C свидетельствует о протекании в мелких зернах β -Zr фазы рекристаллизации. Последнее возможно в условиях напряжений, развивающихся в деформированных β -зернах в результате нагрева образца до 480 °C из-за различий в коэффициентах термического расширения α - и β -фаз.

Согласно равновесной ДС Zr-Nb при температуре 480 °C β -Zr фаза оказывается метастабильной, в результате чего в случае отжига в течение 3 часов в сплаве наблюдается образование новой стабильной ОЦК-фазы β -Nb. Текстура β -Nb фазы (рис. 10,в), преимущественно образовавшейся в деформированных зернах α -матрицы в результате отжига при температуре 480 °C, образуется в строгом соответствии с ориентационным соотношением Бюргерса между двумя

фазами ГПУ-ОЦК. Тогда можно заключить, что β -Nb зерна преимущественно образуются не из рекристаллизовавшейся β -Zr-фазы, а в различных областях деформированной α -матрицы, где наблюдаются флуктуации элементного состава сплава или неоднородности дефектной структуры в соответствии с законами диффузии.

Следовательно, при превышении температуры отжига температуры монотектоидного превращения в деформированной трубе, прежде всего, β -Zr фаза выпадает в мелких зернах α -фазы, характеризующихся текстурой прокатки, а β -Nb фаза, отличающаяся повышенным содержанием Nb, образуется в уже рекристаллизованных зернах.

В пятой главе рассмотрено изменение анизотропии физико-механических свойств в результате термической обработки прокатанных труб и листов. Анизотропия механических свойств циркониевых сплавов полностью определяется кристаллографической текстурой. Для всех образцов по f -параметрам рассчитаны контуры текучести, коэффициенты анизотропии пределов текучести и построены их зависимости от температуры отжига. Соотношение σ_T/σ_L ($\sigma_{ПН}/\sigma_{НП}$) удерживается для труб и листов, и составляет 1,2 и 1,1 соответственно. А соотношение σ_R/σ_L варьируется в пределах от 1,4 до 1,6 и слабо изменяется в результате рекристаллизации. Но для пластин обоих сплавов наблюдается снижение коэффициента анизотропии $\sigma_{НН}/\sigma_{НП}$ в зависимости от температуры отжига, для сплава Э110опт $\sigma_{НН}/\sigma_{НП}$ изменяется от 1,9 до 1,6, а для Э635 от 1,8 до 1,5.

Оценку анизотропии модуля Юнга и предела текучести осуществляли по построенной ФРО для α -Zr. Пределы изменения анизотропии модуля упругости находятся на уровне 1,06 для труб, а для листов—1,1. По причине незначительного изменения ППФ (0001) при рекристаллизации анизотропия упругого модуля изменяется слабо, но в некоторых случаях она даже несколько усиливается относительно деформированного состояния в результате обострения кристаллографической текстуры.

Для листов из сплава Zr-1%Nb, прокатанных до 70% деформации и затем отожженных в интервале температур 480–620 °С, проведены испытания на растяжение вдоль и поперек НП (рисунок 11). Деформированные листы характеризуются высокими значениями пределов текучести и прочности и низкой пластичностью в результате упрочнения прокатанных сплавов. При этом предел текучести $\sigma_T^{НП}$ оказался большим, по сравнению с $\sigma_T^{ПН}$, что обусловлено активацией уже упрочненных механизмов пластической деформации, которые дей-

ствовали при прокатке. В ПН направлении σ_T меньше, что указывает на разупрочнение материала в результате изменения ориентации растягивающих напряжений относительно первоначального НП.

В отожжённых образцах анизотропия предела текучести становится обратной. При растяжении вдоль НП наиболее вероятным механизмом деформации является призматическое скольжение, характеризующееся минимальными критическими сдвиговыми напряжениями. В случае растяжения образцов в ПН в отожженном образце максимальный фактор Шмида реализуется для двойниковых систем, отличающихся более высоким значением критических сдвиговых напряжений. Поэтому предел $\sigma_T^{\text{ПН}}$ повышается относительно $\sigma_T^{\text{НП}}$.

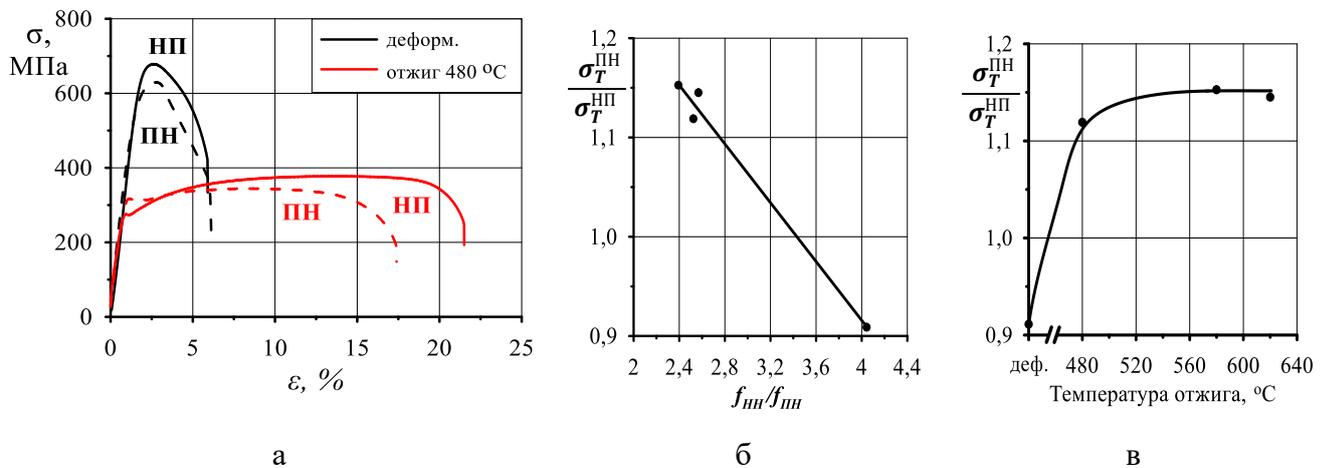


Рисунок 11 – Диаграмма растяжения $\sigma(\varepsilon)$ листов из Э110опт сплава (а); зависимость коэффициента анизотропии пределов текучести листов $\sigma_T^{\text{ПН}}/\sigma_T^{\text{НП}}$ от f -параметров (б) и температуры отжига (в)

Для выявления роли призматических нормалей при температурном расширении в температурном интервале 20-1200 °C проводились дилатометрические испытания оболочечных труб, которые характеризовались в исходном состоянии как текстурой деформации (Zircatec, Циркалой и Циркалой (ТО-2)), так и текстурой рекристаллизации (Э110 и Циркалой (ТО-1)) (рис. 12).

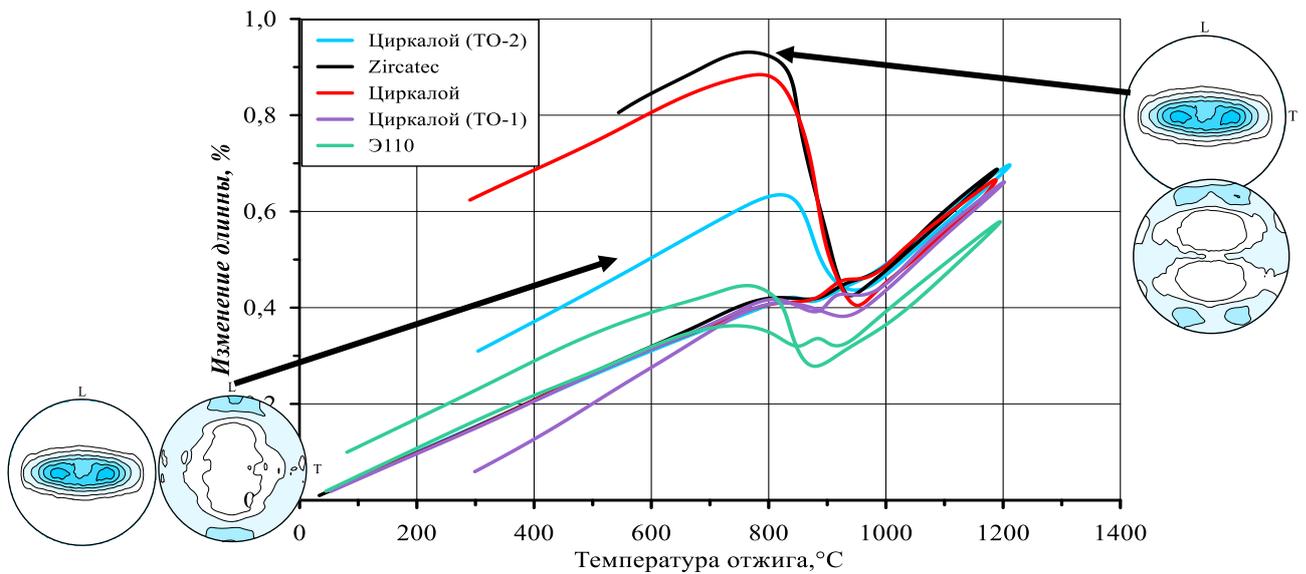


Рисунок 12–Дилатометрические испытания труб из малолегированных циркониевых сплавов

В результате цикла нагрев-охлаждение в некоторых трубах в осевом направлении наблюдается увеличение размеров. Максимальное увеличение размеров трубы вдоль L -направления происходит в образцах с текстурой деформации, т.е. при ориентации направления $\langle 10.0 \rangle$ вдоль НП (L). Трубы, обладающие текстурой рекристаллизации, мало отклоняются от линейной температурной зависимости в температурном интервале 20-1200 °C. Этот вопрос оказывается особенно важен в случае нанесения защитного покрытия из хрома.

В заключительном разделе показано, как изменение исходной текстуры деформированного изделия сказывается на поведении оболочечных труб в температурном интервале 20-1200 °C. На основании рентгеновских данных структурно-фазового и текстурного анализа защитного хромового покрытия, полученного методом термического испарения в магнетронном разряде, и циркониевой подложки (оболочечной трубы из сплава Э110опт) установлено, что для получения хромового покрытия, обладающего защитными коррозионными свойствами, наряду с тщательной подготовкой поверхности трубы и ориентированным ростом зерен хрома, необходимо проведение предварительного рекристаллизационного отжига оболочечной трубы, обеспечивающего формирование в ней текстуры рекристаллизации $(0001) \pm 30-50^\circ R-T \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Напротив, рекристаллизация хромового покрытия не допустима, поскольку это способствует образованию высокоугловых границ, которые обеспечивают легкую диффузию кислорода к циркониевой подложке, что приводит к разрушению покрытия и его отслоению от подложки.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. По результатам, полученным с использованием рентгеновского излучения разной мощности и электронного пучка, впервые установлено, что текстура прокатки α -Zr в поверхностных слоях и в объеме прокатанного материала одинакова и описывается двумя симметричными текстурными компонентами $(0001)\pm 30\text{-}45^\circ \text{НН-НП} \langle 10.0 \rangle$. В результате рекристаллизации α -Zr, происходит замена текстуры деформации текстурой рекристаллизации $(0001)\pm 30\text{-}45^\circ \text{НН-НП} \langle 11.0 \rangle$, которая обусловлена поглощением деформированной матрицы рекристаллизованными зернами, разориентированными относительно исходных зерен поворотом на 30° вокруг базисных нормалей. При этом часть зерен меньшего размера (меньше $D_{\text{cp}} = 2,5$ мкм) совершенствуется путем полигонизации и сохраняет ориентацию прокатанных зерен.

2. Вероятность роста зерен, разориентированных относительно деформированной матрицы на 30° вокруг базисных нормалей, максимальная в зернах текстурных компонент $(0001) \pm 40\text{-}50^\circ \text{НН-ПН} \langle 10.0 \rangle$ и снижается с повышением скорости нагрева образца, содержания β -фазы или в присутствии зерен других ориентаций, например, соответствующих дополнительным компонентам $(0001) \pm \psi \text{НН-НП} \langle 11.L \rangle$, где НП и НН – направление прокатки и нормальное направление в листе.

3. Впервые показано, что наибольшей скоростью роста при рекристаллизации характеризуются наиболее искаженные зерна, ориентация базисных нормалей которых соответствует склонам текстурных максимумов на ППФ (0001) , что способствует размытию аксиальной текстурной составляющей в меридиональном направлении. В случае бóльшей скорости нагрева ($100^\circ\text{C}/\text{мин}$) ориентация растущих зерен соответствует склону текстурного максимума, обращенного в сторону поперечного направления (ПН) и связанного с локализацией фазовых превращений в более совершенных зернах с ориентацией плоскости прокатки $(0001) \pm 40\text{-}50^\circ \text{НН-ПН}$.

4. Установлено, что при пластической деформации сплава Э110, содержащего около 1% β -фазы, наблюдается динамическое фазовое превращение $\beta\text{-Nb} \rightarrow \alpha\text{-Zr} \rightarrow \beta\text{-Zr}$, в результате которого в ОЦК-фазе изменяется содержание ниобия от 90 до 20 мас.% и в β -Zr наблюдается формирование текстуры фазовых превращений.

5. Показано, что использование синхротронного излучения для исследований структуры сплавов, отожженных в интервале температур 480-

640 °С, позволяет проследить особенности зарождения дополнительных фаз при разных температурах. Так, в случае отжига при температуре 480 °С в β -Zr формируется текстура рекристаллизации $\{110\}\langle 001\rangle$; β -Nb фаза наследует текстуру прокатки α -зерен. При повышении температуры отжига выше монотектоиной температуры β -Zr фаза наследует текстуру деформированных α -зерен, а β -Nb фаза – рекристаллизованных зерен.

6. На основании установленных закономерностей развития структуры и текстуры в результате термообработки изделий из циркониевых сплавов выявлены дифракционные характеристики, наиболее чувствительные к рекристаллизации: контрастность Кикучи линий (EBSD-метод), полуширина рентгеновских отражений, период а ГПУ-структуры α -Zr, соотношение полюсных плотностей призматических нормалей $\langle 11.0\rangle$ и $\langle 10.0\rangle$ в НП $r = \frac{P\{11\bar{2}0\}}{P\{10\bar{1}0\}}$. Показано, что наиболее статистически значимым и чувствительным к совершенствованию структуры α -фазы в сплавах на основе циркония при рекристаллизации является поворот призматических нормалей r изделия, прокатанного до степеней деформации, превышающих 30%.

7. На основании установленных пределов варьирования текстуры прокатки и закономерностей текстурообразования при рекристаллизации отечественных сплавов разработана и внедрена на АО «ВНИИНМ» методика определения степени рекристаллизации по результатам рентгеновского анализа.

8. Установлено, что анизотропия механических свойств: микротвердости, модуля упругости и пределов текучести, измеренных экспериментально, коррелирует с интегральными текстурными f -параметрами и практически сохраняется в результате повышения температуры отжига, в то время как абсолютные величины механических свойств существенно изменяются.

9. Показано, что в случае неполной рекристаллизации материала, при которой вдоль оси трубы сохраняется преимущественная ориентация нормалей $\langle 10.0\rangle$, после цикла нагрев-охлаждение с участием фазового превращения наблюдается существенное остаточное растяжение вдоль оси трубы. Для нанесения защитного (сохраняющего свою целостность при аварийной ситуации) хромового покрытия на оболочечную трубу из сплава Zr-1%Nb, характеризующегося низкотемпературным фазовым превращением, необходимо проведение заключительного рекристаллизационного отжига труб,

при котором нормали зерен $\langle 110 \rangle$ преимущественно ориентируются вдоль оси трубы. Нанесенное покрытие должно обладать столбчатой структурой с четкой ориентацией, поэтому необходимо избегать рекристаллизации покрытия в процессе нанесения.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Isaenkova M.G. Regularities of changes in the structure of different phases of deformed zirconium alloys as a result of raising the annealing temperature according to texture analysis data / M.G. Isaenkova, O.A. Krymskaya, **К.Е. Ключова**, et al. // *Metals*. – October, 2023. – Vol. 13, is. 10. – 1784. DOI: 10.3390/met13101784. (Scopus, WoS).
2. Isaenkova M.G. Comparison of the texture analysis results of zirconium alloys according to the data of backscattered electron diffraction and X-ray radiation of different power / M.G. Isaenkova, O.A. Krymskaya, **К.Е. Ключова**, et al. // *Letters on Materials*. – December, 2023. – Vol.13, is. 4. – P. 341–346. DOI: 10.22226/2410-3535-2023-4-341-346. (Scopus, WoS).
3. Исаенкова М.Г. Закономерности изменения структуры и текстуры листов и труб из сплавов Э635 и Э110 модифицированного состава по результатам рентгеновского и электронно-микроскопического анализа / М.Г. Исаенкова, **К.Е. Ключова**, О.А. Крымская, и др. // ВАНТ серия: Материаловедение и новые материалы. – 2023 г. – Вып. 1, из. 117. – С.15–33. (ВАК)
4. **Ключова К.Е.** Закономерности формирования кристаллографической текстуры и структуры при отжиге прокатанных сплавов на основе циркония / К.Е. Ключова, М.Г. Исаенкова, О.А. Крымская, и др. // *Цветные металлы*. – 2022. – Вып. 10. – С. 19-26. – DOI: 10.17580/tsm.2022.10.03. (Scopus, WoS)
5. Isaenkova M.G. Influence of the structural state and crystallographic texture of Zr-2.5% Nb alloy samples on the anisotropy of their thermal expansion / M.G. Isaenkova, A.V. Tenishev, **К.Е. Ключова**, et al. // *Nuclear Materials and Energy*. – December 2021. – Vol. 29. – P. 1 - 10. DOI: 10.1016/j.nme.2021.101071. (Scopus)
6. Исаенкова М.Г. Влияние технологии получения хромового покрытия на оболочечных трубах из сплава Zr-1%Nb-(O, Fe) на изменение его структуры при окислении на воздухе при температурах 400-1150 °С / М.Г. Исаенкова, Ю.А. Перлович, **К.Е. Ключова**, и др. // *Цветные металлы*. – 2020. – №2. – С. 68-77. – DOI: 10.17580/tsm.2020.02.09. (Scopus)
7. Берлин Е.В. Структура защитного хромового покрытия, полученного методом термического испарения в магнетронном разряде, на оболочечных трубах из сплава Э110 / Е.В. Берлин, М.Г. Исаенкова, **К.Е. Ключова**, и др. // *Цветные металлы*. – 2019. – №4. – С. 33-40. – DOI: 10.17580/tsm.2019.04.04 (Scopus)
8. Исаенкова М.Г. Результаты моделирования процесса штамповки ячеек

дистанционирующей решетки из тонкостенных циркониевых труб / М.Г. Исаенкова, Ю.А. Перлович, **К.Е. Клюкова**, и др. // Деформация и разрушение материалов. – 2018. – № 8. – С. 30-35. (Scopus, WoS)

9. Isaenkova M. G. Features of formation of crystallographic texture in cells of spacing grid at their stamping / M. G. Isaenkova, Yu. A. Perlovich, **К.Е. Klyukova**, et al.// KnE Materials Science|15th International School-Conference "New Materials – Materials of Innovative Energy" (MIE). – 2018. – P. 9-19.