

На правах рукописи

МЕДВЕДЕВ Павел Николаевич

ВЛИЯНИЕ ТЕКСТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ОБОЛОЧЕЧНЫХ ТРУБ ИЗ  
ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ НА ИХ ОКИСЛЕНИЕ

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Москва-2014

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном  
учреждении высшего профессионального образования  
«Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор  
Перлович Юрий Анатольевич, НИЯУ МИФИ

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор  
Никулин Сергей Анатольевич, НИТУ МИСиС

доктор физико-математических наук, профессор  
Шамрай Владимир Федорович, ИМЕТ РАН

Ведущая организация: ОАО «Электрогорский научно-исследовательский  
центр по безопасности АЭС», г. Электрогорск

Защита состоится «17» декабря 2014 г. в 16 часов 30 мин на заседании  
диссертационного совета Д.212.130.04 при Национальном исследовательском  
ядерном университете МИФИ по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе,  
д. 31.

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

Автореферат разослан « » 2014 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
д. ф.-м. н., профессор



Чернов И.И.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** Окислению сплавов на основе циркония посвящена чрезвычайно обширная литература, а постоянные экспериментальные исследования по этому вопросу проводятся на протяжении 60 лет во всех научных организациях мира, причастных к развитию атомной энергетики. Это обусловлено непрерывной модификацией конструктивных особенностей атомных реакторов, разработкой все новых циркониевых сплавов и технологических процессов их получения, постановкой новых задач по уточнению коррозионного поведения изделий из циркониевых сплавов в частично изменившихся условиях эксплуатации.

Легирование циркониевых сплавов и их примесный состав оказывают доминирующее влияние на их окисление, постановка исследований по окислению в большинстве научных работ в их наиболее обычном варианте включает более или менее систематическое варьирование состава сплавов и сопоставление получаемых в конечном итоге интегральных данных по кинетике окисления, по привесам, по механическим свойствам изделий и т.д. С другой стороны, важными являются фундаментальные данные, характеризующие общие закономерности образования оксидов в зависимости от структурных особенностей циркониевой матрицы. К таким закономерностям относится, в частности, относительно слабо освещенное в литературе влияние кристаллографической ориентации зерен подложки. В данной работе анализируется влияние технологических параметров изготовления изделий (варьирование напряженного состояния при прокатке, условий заключительного отжига, финишной обработки поверхности и т.п.) на закономерности роста оксидной пленки, роль кристаллографической текстуры, как фактора, определяющего или контролирующего поведение циркониевых изделий в условиях окисления безотносительно к его легированию и примесному составу. Последнее обстоятельство отличает предложенный подход к исследуемой проблематике от подхода, принятого при изучении окисления циркониевых изделий в большинстве научных центров. До настоящего времени остаются мало изученными вопросы, касающиеся текстурных аспектов окисления циркониевых сплавов, используемых в атомной энергетике, что и составляет новизну данной работы. Выявление закономерностей формирования структуры и текстуры оксидных слоев на циркониевых изделиях, изучение влияния разориентации зерен на протекание коррозионных процессов, анализ развитие макронапряжений в оболочечных трубах и деформации поверхностных слоев в ходе их окисления обуславливают актуальность данной работы в условиях ужесточения режимов эксплуатации реакторов на тепловых нейтронах.

**Целью диссертационной работы** состояла в выявлении закономерностей формирования структуры и текстуры оксидных слоев на изделиях из циркониевых сплавов в зависимости от технологических параметров их изготовления, включая напряженное состояние на заключительном этапе деформации, режимы термообработки и финишную обработку поверхности.

Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

- (1) проведен анализ коррозионного поведения оболочечных труб с различными кристаллографическими текстурами;
- (2) изучено влияние напряжений на окисление оболочечных труб;
- (3) проведен анализ влияния поверхностной обработки оболочечных труб на особенности их окисления;
- (4) выявлены послойные структурные и текстурные изменения в оболочечных трубах при высокотемпературном окислении ( $t \approx 1100$  °C).

**Научная новизна работы.** Использование рентгеновского метода текстурного анализа позволило установить целый ряд новых, ранее неизвестных фактов и закономерностей, заключающихся в следующем:

(1) Обнаружено, что при окислении оболочечных труб при 350 °C усиление в их текстуре тангенциальной составляющей распределения базисных осей способствует увеличению толщины оксидного слоя, а усиление радиальной составляющей – его уменьшению.

(2) Впервые показано, что различие термического расширения внешнего и внутреннего слоев вдоль тангенциального направления трубы при температуре ее эксплуатации является причиной возникновения в трубе тангенциальных макронапряжений, способствующих интенсификации коррозии.

(3) Показано, что текстура моноклинной фазы оксидного слоя  $\{001\}\langle 110 \rangle$  вследствие особенностей ориентационного соотношения между кристаллитами  $\alpha$ -Zr и оксида обнаруживает устойчивость при изменениях, вносимых в текстуру оболочечной трубы при шлифовании ее поверхности.

(4) Впервые выявлен факт деформации путем двойникования матрицы  $\alpha$ -Zr вблизи фронта окисления в результате действия растягивающих напряжений, обусловленных образованием оксида.

(5) Установлено, что совершенство и прочность формирующейся оксидной пленки определяются совершенством текстуры «альфированного» слоя, которое, в свою очередь, зависит от совершенства текстуры рекристаллизации трубы.

**Научная и практическая значимость работы.** Полученные в работе научные результаты расширяют знания об особенностях окисления изделий из циркониевых сплавов и позволяют связать воедино различные аспекты их поведения в условиях технологической обработки и эксплуатации. Из полученных данных следует, что кристаллографическая ориентация зерен

является важным фактором, контролирующим коррозионное поведение изделий из циркониевых сплавов. Каждый из разделов диссертации связан с различными практически важными кристаллографическими закономерностями окисления, зависящими от параметров технологического процесса, а непосредственный учет этих закономерностей заведомо обеспечит дальнейший прогресс в развитии циркониевой технологии. От результативности такого учета зависят перспективы получения изделий из циркониевых сплавов с заданными свойствами, а также решение задач по повышению безопасности при возможных авариях в реакторе с потерей теплоносителя.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

(1) Зависимость толщины оксидного слоя, образующегося на поверхности оболочечных труб в процессе их окисления при температуре эксплуатации в реакторе (350 °С), от соотношения в них тангенциальной и радиальной составляющих в распределении базисных осей.

(2) Тангенциальные растягивающие макронапряжения в оболочечной трубе, способствующие интенсификации диффузии кислорода в стенку трубы при температуре ее эксплуатации, могут быть обусловлены различием термического расширения вдоль тангенциального направления во внешнем и внутреннем слоях трубы, возникающим вследствие их текстурных различий в случае неоптимального выбора параметров прокатки.

(3) Поверхностная обработка оболочечных труб, несмотря на вносимые ею значительные текстурные изменения, практически не сказывается на текстуре оксидного слоя вследствие особенностей ориентационного соотношения между кристаллитами  $\alpha$ -Zr и моноклинной фазы оксида.

(4) В результате действия растягивающих напряжений, связанных с образованием оксида, вблизи фронта окисления происходит деформация матрицы  $\alpha$ -Zr путем двойникования.

(5) Малые различия в температуре рекристаллизации оболочечных труб, изготовленных из губчатого и электролитического циркония, оказываются причиной резких различий в коррозионном поведении этих труб при высокотемпературном окислении в случае аварии типа LOCA.

(6) Рассмотрены различные варианты образования насыщенного кислородом «альфированного» слоя – перед горячей ковкой слитка в высокотемпературной  $\beta$ -фазе, после зонного оплавления, после резания и шлифования, при высокотемпературном окислении оболочечной трубы. Совершенство текстуры «альфированного» слоя определяет прочность формирующейся на нем оксидной пленки.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на следующих конференциях: Научная сессия МИФИ (Москва,

2010–2012, 2014 г.г.); VIII-X Курчатовские молодежные научные школы (Москва, 2010–2012 г.г.); 7 Международная школа - конференция молодых ученых и специалистов имени А.А. Курдюмова (IHISM'11) (Звенигород, 2011 г.); VI-ой Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2012) (Москва, 2012 г.); конференция «Материалы перспективных реакторных установок» (Звенигород, 2012 г.), 9-ая европейская конференция по остаточным напряжениям ECRS-9 (Франция, Труа, 2014 г.), 17-ая Международная конференция по текстурам материалов ICOTOM-17 (Германия, Дрезден, 2014 г.).

**Публикации.** Основные результаты по теме диссертации опубликованы в 14 работах, включая 2 статьи в журналах, рекомендованных ВАК.

**Личный вклад автора.** Автор принимал непосредственное участие в постановке задач, получении экспериментальных данных, их обработке и анализе, а также в подготовке публикаций и докладов на конференциях.

#### **Объем и структура диссертации**

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Работа изложена на 147 страницах, включая 13 таблиц, 84 иллюстраций и 104 наименований в списке литературы.

### **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность работы, сформулирована ее цель и перечислены задачи исследования. Отмечена научная и практическая ценность полученных результатов. Приведены положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** приведен литературный обзор по задачам, решаемым в диссертации. Главное внимание уделено работам, посвященным кристаллографическим и текстурным особенностям окисления, а также вопросам, связанным с анизотропией окисления и ее влиянием на возникающие при этом напряжения, оказывающиеся в конечном итоге причиной разрушения оксидных слоев. Показано, что представленный в литературе материал не отличается систематичностью исследования текстурных аспектов окисления и их взаимосвязи с процессами развития морфологии и структуры изделий с оксидными слоями в условиях технологической обработки и эксплуатации. Сделан вывод о том, что представляют интерес возможности изучения коррозионного поведения изделий из циркониевых сплавов при преобладающем использовании методов рентгеновского анализа текстуры, позволяющих взглянуть на происходящие процессы с точки зрения эволюции именно этого структурного параметра, роль которого зачастую недооценивается.

**Во второй** главе описаны экспериментальные методы, использованные при выполнении работы. В их числе – рентгеновские дифрактометрические и металлографические методы. Рентгеновские методы включают фазовый анализ, структурный анализ, текстурный анализ и определение толщины оксидной пленки по уменьшению интегральной интенсивности рентгеновских отражений от подложки.

Рентгеновский фазовый анализ применялся для идентификации фаз в оксидных слоях. Анализ профиля рентгеновской линии позволяет судить о структурном состоянии исследуемого материала. Относительное смещение линии свидетельствует об изменении состава анализируемой фазы или наличии остаточных макронапряжений, а ее уширение позволяет оценивать дефектность кристаллической решетки зерен, формирующих рассматриваемое отражение, их дисперсность и наличие в них микроискажений.

Кристаллографическую текстуру изделий и формирующихся на них оксидных пленках анализировали по прямым текстурным полюсным фигурам (ПФ)  $(0001)$  и  $\{11\bar{2}0\}$  для  $\alpha$ -Zr и ПФ  $\{\bar{1}11\}$  для моноклинной фазы  $ZrO_2$ . Съемку ПФ проводили на дифрактометре ДРОН-3 с автоматической текстурной приставкой при использовании излучения  $K_{\alpha}Cr$ . По полным прямым ПФ  $(0001)$ , восстановленным по методу экстраполяции данных на неисследованную часть стереографической проекции, проводили расчет интегральных текстурных параметров Кернса, или  $f$ -параметров, для трех взаимно перпендикулярных направлений (для листа: НН, ПН и НП – нормальное, поперечное направления и направление прокатки; для трубы R, T, L – радиальное, тангенциальное и продольное направления соответственно), характеризующих проекцию базисных нормалей на выбранное направление [1].

Использованы металлографические методы анализа структуры, включая метод определения коэффициента ориентации гидридных частиц [2]. Для количественной оценки преимущественной ориентации гидридов, образующихся в оболочечных трубах при автоклавных испытаниях, использовался коэффициент ориентации гидридов  $F_n$ . Величина  $F_n$  определяется по металлографическим снимкам протравленных шлифов сечения исследованных труб, перпендикулярного направлению их оси. Численное значение  $F_n$  определяется как отношение общей длины радиальных выделений гидридов к общей длине гидридов, наблюдаемых в поперечном сечении трубы. Для определения коэффициента ориентации гидридов автором разработана программа автоматического компьютерного анализа цифрового изображения.

В качестве объектов исследования использованы оболочечные трубы и полуфабрикаты из циркониевых сплавов Zr-1%Nb и Zr-2,5%Nb, а также из

сплавов системы Zr-Nb-Fe-O. Размер зерна в штатных изделиях из циркониевых сплавов колеблется от 2 до 5 мкм.

**В третьей главе** рассмотрен ряд типичных ситуаций, возникающих на заключительных этапах обработки оболочечных труб, когда толщина и текстура оксидного слоя, образующегося на поверхности оболочечной трубы, на первый взгляд неконтролируемо варьируются, но в действительности зависят от технологических особенностей деформационной, термической или механической обработок труб. Обнаружен эффект двойникования в поверхностном слое трубы, инициируемый связанными с окислением напряжениями, способствующий усилению субструктурной неоднородности и приближающий стадию разрушающего окисления. В числе факторов, оказывающих определяющее, но отнюдь не всегда контролируемое влияние на окисление труб:

- режимы их холодной прокатки и результирующая текстура поверхностного слоя;
- неоптимальный выбор деформационной схемы при трубной прокатке, когда вследствие незначительного различия текстур, формирующихся в слоях, прилегающих к внешней и внутренней поверхностям трубы, между ними при нагреве возникают растягивающие напряжения, способствующие интенсификации диффузии кислорода;
- неоптимальная степень рекристаллизации труб при заключительной термообработке, когда окисление трубы сопряжено с варьированием соотношения диффузии кислорода по границам зерен и по телу зерна;
- механическая обработка поверхности труб, обуславливающая изменение текстуры оксида на поверхности трубы и возникновение ее нежелательной послойной неоднородности в приповерхностных слоях.

Оболочечные трубы были разделены на две группы: для одной из них  $f_R/f_T < 0,8$ , для другой –  $f_R/f_T > 1,5$ . То есть, в первой группе преобладают трубы с тангенциальной ориентацией базисных осей, а во второй группе – с их радиальной ориентацией. На рисунке 1 для обеих групп труб представлены кривые зависимости толщины оксидного слоя от длительности окисления. Обе кривые обнаруживают замедление роста оксида с увеличением длительности окисления, усиливающееся с ростом соотношения  $f_R/f_T$  при несущественных различиях в толщине оксидного слоя, сформированного в паровой и пароводяной средах. Усиление тангенциальной составляющей в распределении базисных осей способствует увеличению толщины оксидного слоя, а усиление радиальной составляющей – уменьшению его толщины при разнице в толщинах, достигающей до 25–30%.



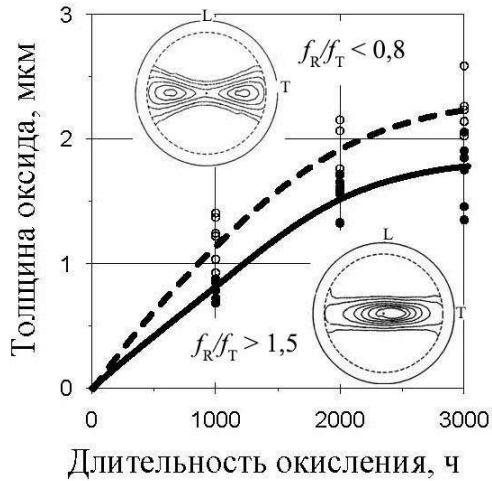


Рисунок 1 – Зависимость толщины оксидного слоя от длительности выдержки оболочечных труб с разными текстурами в автоклаве. Для разных соотношений  $f_R/f_T$  показаны ПФ (0001).

Наиболее естественное объяснение зависимости толщины оксидного слоя от текстуры поверхности оболочечной трубы состоит в различии показателей объемной диффузии кислорода в зернах с разной кристаллографической ориентацией поверхности, включая эффекты, связанные с разной ориентацией в этих зернах дислокационных трубок, обеспечивающих проникновение кислорода вглубь циркониевой матрицы.

Применение точных современных рентгеновских методов при изучении труб из сплавов на основе Zr позволило выявить их структурную особенность, способную ускорять диффузию кислорода в матрицу. Это относится к неоднородности кристаллографической текстуры по стенке трубы, которая возникает вследствие различия величин Q-фактора, вычисленных для слоев, прилегающих к внешней и внутренней поверхностям трубы. Q-фактор является важнейшим технологическим параметром процесса прокатки трубы, определяющим напряженное состояние в стенке трубы в процессе ее деформации, и равен отношению обжатия по стенке трубы  $\Delta t/t$  к обжатию по ее диаметру  $\Delta D/D$ , где  $t$  – толщина стенки,  $D$  – диаметр трубы. Обычно Q-фактор вычисляют, исходя из размеров всей трубы в целом, но, если выделить в трубе хотя бы два слоя и определить для них величины Q-фактора в предположении однородной по толщине стенки деформации, то эти величины будут различаться между собой. Хотя в первом приближении текстуры этих слоев сходны между собой и соответствующие величины их интегральных параметров Кернса различаются незначительно (рисунок 2, б), послойный текстурный градиент достаточен для заметного варьирования коэффициентов термических расширений последовательных слоев.

Коэффициент термического расширения для любого направления в трубе, в частности – для тангенциального направления T, связан с текстурным параметром Кернса  $f_T$  и рассчитывается следующим образом:

$$\alpha_T = \alpha_c f_T + \alpha_a (1 - f_T),$$

где  $\alpha_c$  и  $\alpha_a$  – коэффициенты термического расширения для монокристалла  $\alpha$ -Zr вдоль осей  $c$  и  $a$ . При этом параметр Кернса рассчитывается именно для направления  $T$ . Средние значения коэффициентов  $\alpha_c$  и  $\alpha_a$  при 350 °С, определенные по совокупности литературных данных, равны 5,5 град.<sup>-1</sup> и 8,8 град.<sup>-1</sup>, соответственно.

Различие термического расширения внешнего и внутреннего слоев вдоль тангенциального направления трубы при температуре ее эксплуатации является причиной возникновения в трубе тангенциальных макронапряжений. В том случае, когда коэффициент термического расширения  $\alpha_T$  внутреннего слоя превышает аналогичный коэффициент внешнего слоя, на внешней поверхности трубы действуют тангенциальные растягивающие напряжения.

Надежным индикатором существования таких напряжений оказывается образование радиально-ориентированных гидридов в поперечном сечении трубы, подвергнутой автоклавированию (рисунок 2,б). При нагреве трубы до 350 °С растворимость водорода в  $\alpha$ -Zr возрастает более чем в 10 раз, и при последующем охлаждении этот водород входит в состав гидридной фазы, выделяющейся в трубе в соответствии с направлением действующих макронапряжений, поскольку выделение гидридов является одним из механизмов релаксации этих напряжений. Представленные на рисунке 2 поперечные сечения двух оболочечных труб различаются расположением выделений гидридной фазы; причем, в первой трубе гидриды располагаются тангенциально в соответствии с характером их габитусных плоскостей, а во второй – радиально. Именно последнее обстоятельство подтверждает существование во второй трубе перед образованием гидридной фазы тангенциальных макронапряжений, которые ускоряют диффузию кислорода внутрь стенки трубы и обеспечивают образование более толстого оксидного слоя на её поверхности.

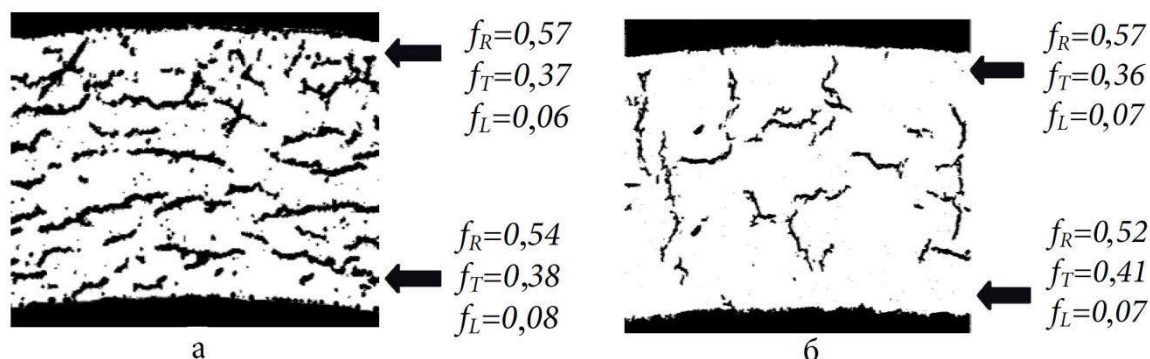


Рисунок 2 – Изменение ориентации гидридов в поперечном сечении оболочечных труб в зависимости от послылой неоднородности их кристаллографической текстуры

На рисунке 2,б видно, что под действием тангенциальных макронапряжений гидридные частицы располагаются перпендикулярно внешней поверхности трубы, совпадая с аналогично ориентированными межзеренными границами, по которым в условиях действия тангенциальных макронапряжений активно протекает диффузия кислорода.

Сравнение степеней деформации внутреннего и внешнего слоев труб свидетельствует, что во второй трубе при  $\Delta f_T = 0,05$  относительная тангенциальная деформация внутреннего слоя уже превышает деформацию, отвечающую пределу текучести (таблица 1). Рассчитанные величины деформации оболочечных труб в тангенциальном направлении в результате их нагрева до 350 °С показывают, что даже незначительная послойная неоднородность текстуры в стенке трубы может обеспечивать деформацию, превышающую предел текучести материала (таблицу 1). Такие напряжения приводят к образованию радиально-ориентированных гидридов и могут сказываться на ускорении диффузии кислорода в стенку трубы.

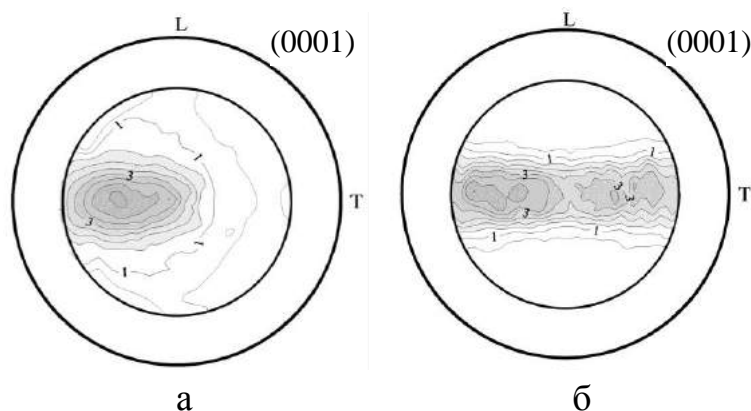
Таблица 1 – Термическое расширение разных слоев оболочечной трубы в результате нагрева до 350 °С.

| Номер образца | Глубина слоя t, мкм | $f_T$ | $\alpha_T 10^{-6}$ град. | $\varepsilon_T, 10^{-3}$ | $\varepsilon_T^{\text{внутр}}/\varepsilon_T^{\text{внешн}}$ |
|---------------|---------------------|-------|--------------------------|--------------------------|---|
| 1             | 250                 | 0,37  | 6,721                    | 2,2179                   | 1,005   |
|               | 600                 | 0,38  | 6,724                    | 2,2288                   |   |
| 2             | 240                 | 0,36  | 6,688                    | 2,2070                   | 1,025   |
|               | 620                 | 0,41  | 6,853                    | 2,2615                   |   |

В силу существования ориентационного соотношения между кристаллографическими ориентациями зерен  $\alpha\text{-Zr}$  и образующегося на них оксида, текстура поверхностного слоя оболочечной трубы предопределяет текстуру оксидного слоя. При этом вследствие характера этого ориентационного соотношения текстура моноклинной фазы оксидного слоя обнаруживает устойчивость при изменениях, вносимых в текстуру оболочечной трубы поверхностной обработкой.

Известно, что шлифование оболочечных труб из циркониевых сплавов улучшает их коррозионные свойства, вследствие сокращения площади поверхности образца в связи со значительным «выглаживанием» ее рельефа. В то же время после шлифования наблюдаемое изменение текстуры поверхностного слоя трубы толщиной до 10 мкм существенно ее упрощает, что явствует из ПФ(0001), представленных на рисунке 3. На рисунке 3,б показана текстура

поверхности оболочечной трубы, подвергнутой травлению после шлифования для удаления наклепанного слоя. Эта текстура практически тождественна исходной текстуре трубы – содержит две эквивалентные компоненты с взаимно симметричными ориентациями базисных осей. Если до шлифования текстура трубы содержала две эквивалентные компоненты с взаимно симметричными ориентациями базисных осей, то текстура шлифования содержит только одну компоненту, асимметрично сдвинутую в сторону тангенциального направления (рисунок 3,а).



а – прокатка; б – прокатка + шлифование.

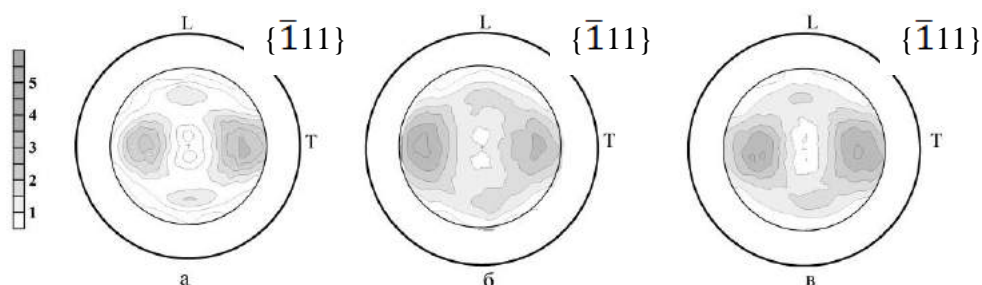
Рисунок 3 – ПФ (0001) для отожженных оболочечных труб, подвергнутых разным обработкам поверхности.

На рисунке 4 представлены ПФ  $\{\bar{1}11\}$  моноклинной фазы оксида циркония, образовавшегося на поверхности оболочечных труб в случаях разных ее состояний после разных обработок в результате их окисления при температурах 360 и 400 °С. Согласно полученным данным, в оксидных пленках формируется кристаллографическая текстура, главные компоненты которой имеют индексы  $\{001\}\langle 110\rangle$ . Неожиданным оказался эффект, состоящий в том, что текстура оксидной пленки, образовавшейся на шлифованной поверхности, характеризующейся единственным текстурным максимумом, почти полностью совпадает с текстурой оксидного слоя, образовавшегося на исходной поверхности, а также после травления шлифованной поверхности. Объяснение этого эффекта связано с тем, что оба основных текстурных максимума на ПФ  $\{\bar{1}11\}_{\text{ZrO}_2}$  отвечают единственной текстурной компоненте  $\{001\}\langle 110\rangle$ , образующейся на шлифованной подложке в соответствии с ориентационным соотношением:

$$\{\bar{1}11\}_{\text{ZrO}_2} \parallel (0001)_{\alpha\text{-Zr}} ; \langle 110\rangle_{\text{ZrO}_2} \parallel \langle 11\bar{2}0\rangle_{\alpha\text{-Zr}} .$$

Толщины оксидных слоев, образовавшихся на исходной, шлифованной и травленной поверхностях также почти одинаковы и близки к 7 мкм, свидетельствуя

о том, что при использованных условиях окисления различные факторы, контролирующие его процесс, взаимно компенсируются. В их числе изменение рельефа поверхности, появление наклепанного слоя после шлифования трубы.



*a* – 360 °C/150 сут; *б* – 400 °C/120 сут, шлифованная поверхность;  
*в* – 400 °C/120 сут, шлифование + травление поверхности

Рисунок 4 – ПФ  $\{\bar{1}11\}$  моноклинной фазы оксида циркония, образовавшегося при разных температурах окисления на поверхности отожженных оболочечных труб из сплава Zr-1%Nb

Анализ текстуры оболочечных труб, окисленных при 360 °C, привел к обнаружению неопisanного ранее эффекта, имеющего место в подложках из циркониевых сплавов при их окислении и сопровождающегося явным ухудшением коррозионных свойств. Этот эффект состоит в двойниковании под воздействием напряжений, связанных с образованием плотного оксидного слоя, характеризующегося определенным ориентационным соотношением с исходной матрицей  $\alpha$ -Zr. Оксидный слой вызывает растяжение материала подложки в тангенциальном направлении, вследствие чего базисные нормали зерен  $\alpha$ -Zr переориентируются в сторону продольной оси трубы. Действие двойникования сопряжено с резкой переориентацией кристаллической решетки соответствующих зерен на дискретный угол, зависящий от активизированной системы двойникования.

Факт двойникования был установлен по значительному повышению плотности базисных нормалей вдоль осевого направления трубы на рентгеновских дифракционных спектрах, полученных при съемке окисленных оболочечных труб из различных циркониевых сплавов со стороны *L*-оси. Высота дифракционного пика (0002) соответствует доле зерен, в которых базисная нормаль параллельна оси *L*. Только двойникование может являться причиной такого изменения текстуры, как это следует из общепринятых моделей текстурообразования в  $\alpha$ -Zr.

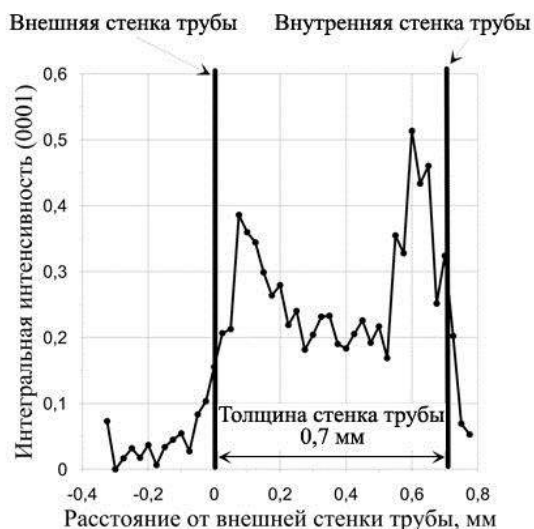


Рисунок 5 – Распределение интегральной интенсивности дифракционной линии (0002) по толщине стенки трубы для одного из образцов

коэффициенты теплового расширения  $\alpha$ -матрицы сильно анизотропны:  $\alpha_a = 5,2 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$  и  $\alpha_c = 7 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ , а для моноклинной фазы оксида  $\alpha(\text{ZrO}_2) = 7,2 \cdot 10^{-6} \text{ град}^{-1}$ . Поскольку вдоль осевого направления рекристаллизованной оболочечной трубки преимущественно ориентированы нормали  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , то в результате совместного охлаждения оксидного слоя и подложки  $\alpha$ -фаза сокращается в размерах меньше, нежели оксидный слой. Поскольку сплошность соединения оксида и подложки сохраняется, то  $\alpha$ -фаза должна испытывать сжатие за счет большего сокращения в размерах оксидной фазы. Релаксация описанных сжимающих напряжений осуществляется путем двойникования.

Возникновение в  $\alpha$ -Zr матрице вблизи фронта окисления областей с двойниковыми ориентациями порождает новые высокоугловые границы и дополнительную ориентационную неоднородность. Поэтому при последующем продвижении фронта окисления вглубь матрицы структурные условия формирования оксида изменяются по сравнению с существовавшими на начальной стадии, так что результирующая структурная неоднородность оксидного слоя оказывается более значительной, чем можно было ожидать, исходя из первоначально совершенной и однородной текстуры трубы. Этот эффект чреват более ранним развитием разрушающего окисления.

Для определения областей трубы, в которых прошло двойникование, произвели рентгеновскую съемку по толщине стенки оболочечной трубы с помощью пучка узкого сечения. На рисунке 5 представлено распределение интенсивности дифракционной линии (0002) по толщине стенки трубы. Исходя из этого, можно утверждать, что двойниковые области сосредоточены в приповерхностных зонах трубы, примыкающих непосредственно к оксиду.

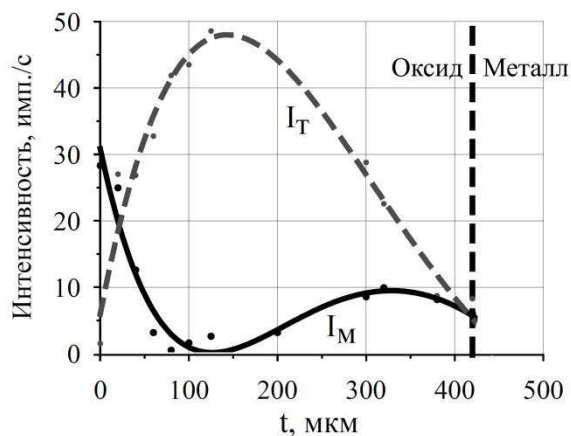
Помимо поперечного растяжения поверхностного слоя оболочечной трубы, вызывающего его двойникование, в том же направлении действует также и аксиальное сжатие трубы, обусловленное различием коэффициентов теплового расширения  $\alpha$ -матрицы и оксидного слоя. Известно, что

**В четвертой главе** рассмотрено поведение оболочечных труб в условиях высокотемпературного окисления при аварии типа LOCA с потерей теплоносителя. Для выполнения исследования были выбраны две трубы из сплава Zr-1%Nb, изготовленные из металла на разных основах: труба 1 была изготовлена на основе «губки», полученной с помощью магнито-термического восстановления циркония, а труба 2 – путем электролиза фторидно-хлоридного расплава. Трубы, окисленные при температуре 1100 °С в течение ~550 с при 10% локальной глубины окисления (ЛГО), обнаружили различное коррозионное поведение. При этом на поверхности трубы 1 образовался черный плотный оксид, а на поверхности трубы 2 – оксид, по большей части, белый и обсыпаящийся.

В соответствии с принятой технологией производства все оболочечные трубы находятся, якобы, в полностью рекристаллизованном состоянии, которое определяется режимом заключительной термообработки 580 °С, 3 ч. Однако, следует отметить, что констатация факта полной рекристаллизации труб при указанном режиме их термообработки не является вполне удовлетворительной, поскольку не принимаются во внимание вторичные особенности этой полной рекристаллизации в трубах, изготовленных из «губчатого» и электролитического циркония. Между тем, температуры рекристаллизации этих труб могут незначительно различаться, что при высокой температуре незапланированного отжига в условиях аварии типа LOCA может повлечь за собой резкие различия в росте зерен, чреватые разрушением трубы. Как показывает дальнейший анализ, именно с этой ситуацией мы и сталкиваемся в рассматриваемом случае.

При высокотемпературном окислении трубы на ее поверхности начинает расти оксид, а верхний слой  $\alpha$ -Zr насыщается кислородом, в результате чего, несмотря на высокую температуру,  $\alpha$ -Zr стабилизируется и фазовое превращение  $\alpha \rightarrow \beta$  в этом слое уже не идет, но происходит ниже, где содержание кислорода оказывается меньше. Слой стабилизированной  $\alpha$ -фазы называют «альфированным» слоем. Все эти процессы идут одновременно, и текстурный анализ может помочь в понимании их последовательности.

Плотный черный оксид на поверхности трубы 1 является практически однофазным и характеризуется моноклинной кристаллической структурой, тогда как белый обсыпаящийся оксид на поверхности трубы 2 по своей структуре оказался неоднородным, и в его средних, «рыхлых» слоях преобладает тетрагональная фаза. Это по распределению относительной интенсивности рентгеновских отражений от моноклинной и тетрагональной фаз оксида ZrO<sub>2</sub> на рисунке 6.



Пунктиром – интенсивность рентгеновских отражений (111) тетрагональной фазы; сплошным – интенсивность рентгеновских отражений ( $\bar{1}11$ ) моноклинной фазы.

Рисунок 6 – Распределение тетрагональной фазы по глубине оксидной пленки образца 2 (участок с белой пленкой)

Согласно фазовой диаграмме, моноклинная фаза оксида при  $\sim 1100^\circ\text{C}$  переходит в тетрагональную фазу, причем, имеются сведения, что этому переходу способствует сжатие, расширяющее область существования тетрагональной фазы. Для проверки этих утверждений в вакуумной термокамере на рентгеновском дифрактометре BRUKER D8 Discover был проведен высокотемпературный фазовый анализ оксидных слоев на обеих трубах, который показал, что при  $1100^\circ\text{C}$  стабильной остается только моноклинная фаза  $\text{ZrO}_2$ . Это означает, что образование тетрагональной фазы в центральном слое оксида на трубе 2 было обусловлено сжимающими напряжениями, которые в эксперименте с термокамерой заведомо отсутствовали.

Измерение микротвердости в поперечном сечении труб позволяет выделить области материала с различными особенностями структуры. В таблице 2 приведены характерные размеры областей с различным типом изменения микротвердости:  $t_0$  – толщина стенки окисленной трубы;  $t_{\text{вн}}$  – толщина оксида, прилегающего к внешней поверхности трубы;  $t_{\alpha\text{Zr}1}$  – толщина альфированного слоя, прилегающего к внешней поверхности трубы;  $t_{\alpha\beta\alpha}$  – толщина слоя, претерпевшего фазовые превращения  $\alpha$ - $\beta$ - $\alpha$ ;  $t_{\alpha\text{Zr}2}$  – толщина альфированного слоя, прилегающего к внутренней поверхности трубы;  $t_{\text{вн}}$  – толщина оксида, прилегающего к внутренней поверхности трубы.

Таблица 2– Размеры характерных структурных зон окисленных труб по данным измерения микротвердости

| Труба | $t_0$ ,<br>мкм | $t_{\text{вн}}$ ,<br>мкм | $t_{\alpha\text{Zr}1}$ ,<br>мкм | $t_{\alpha\beta\alpha}$ ,<br>мкм | $t_{\alpha\text{Zr}2}$ ,<br>мкм | $t_{\text{вн}}$ ,<br>мкм | Цвет<br>оксида |
|-------|----------------|--------------------------|---------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------|----------------|
| 1     | 720            | 40                       | 90                              | 480                              | 70                              | 40                       | черный         |
| 2     | 780            | 400                      | 80                              | 130                              | 140                             | 30                       | белый          |



Наиболее примечательная особенность трубы 2 – многократное превышение толщины оксида, прилегающего к внешней поверхности оболочечной трубы, за счет уменьшенной толщины «альфированного» слоя и слоя, претерпевшего фазовое превращение. Очевидно, диффузия кислорода в стенку трубы с белым оксидом была облегчена, на что указывает также обильное образование тетрагональной фазы в центральном слое оксида на той же трубе, тогда как черный оксид выполняет защитные функции по отношению к лежащему под ним материалу.

В ходе исследования обеих оболочечных труб как до, так и после их высокотемпературного окисления был получен целый ряд свидетельств того, что в результате штатной термообработки, предшествующей высокотемпературному окислению, их рекристаллизация протекала по-разному. Возможно, что эти различия рассматривались, как несущественные в случае эксплуатации труб при 350°C, но при резком скачке температуры и интенсификации диффузионных процессов различия в рекристаллизованной структуре оказываются критическими для целостности труб. Говоря о полной рекристаллизации трубы, подразумевают, что вся деформированная матрица замещается рекристаллизованными зернами, но их размер варьируется в зависимости от плотности распределения зародышей рекристаллизации и скорости их роста. Следующие экспериментальные факты указывают на существование подобных различий в трубах из «губчатого» и электролитического циркония.

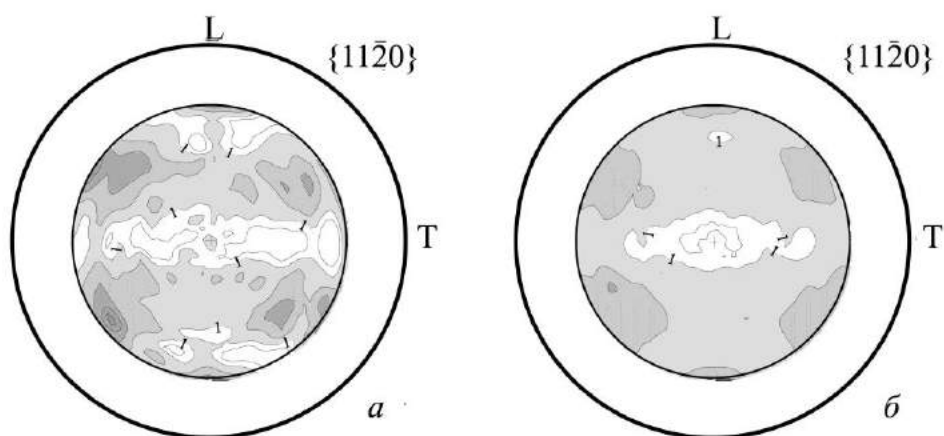
1) Из расположения текстурных максимумов на ПФ  $\{11\bar{2}0\}$  явствует, что обе трубы находятся в рекристаллизованном состоянии (рисунок 9). Однако большее рассеяние ПФ  $\{11\bar{2}0\}$  для трубы 2, указывает на меньшую степень развития рекристаллизации в этой трубе, чем в трубе 1. К тому же, неправильная форма текстурных максимумов на ПФ  $\{11\bar{2}0\}$  трубы 1 свидетельствует о недостаточной статистической значимости результатов рентгеновской съемки текстуры этой трубы вследствие большего размера зерен, чем в случае трубы 2.

Следует отметить, что в арсенале рентгеновских дифрактометрических методов имеется метод определения размера зерен текстурованного образца по флуктуациям интенсивности дифрагированного пучка [4], однако применительно к исследуемым трубам этот метод не позволил получить надежно различающиеся результаты при среднем размере зерен около 5 мкм. Поэтому в данной работе оценивается только относительный размер зерен  $\alpha$ -Zr при использовании в качестве критерия степени регулярности контуров равной полюсной плотности при учете того, что уменьшение размера отражающих зерен сопряжено с увеличением их количества и с повышением статической значимости получаемых экспериментальных данных. В результате характер контуров равной полюсной

плотности на текстурных полюсных фигурах изменяется в зависимости от размера зерен и количество наблюдаемых на них нерегулярных флуктуаций с ростом зерна увеличивается. В частности, больший размер рекристаллизованных зерен в трубе 1 является следствием пониженной плотности зародышей рекристаллизации в условиях менее дефектной матрицы  $\alpha$ -Zr, чем в трубе 2.

2) Различным характером рекристаллизации обеих труб обусловлено также и то обстоятельство, что величина микротвердости, измеряемая с осевого направления трубы по толщине ее стенки, варьируется в более широких пределах в трубе 2 по сравнению с трубой 1.

3) Ширина рентгеновских линий, измеренная для исследуемых труб, также указывает на большее совершенство структуры трубы 1, по сравнению с трубой 2. В то время как размер блоков когерентного рассеяния для обеих труб практически одинаков, плотность дислокаций в зернах трубы 2, подсчитанная по методике [3] на основе рентгеновских данных о субструктуре материала, превышает плотность дислокаций в зернах трубы 1 почти в 4 раза.



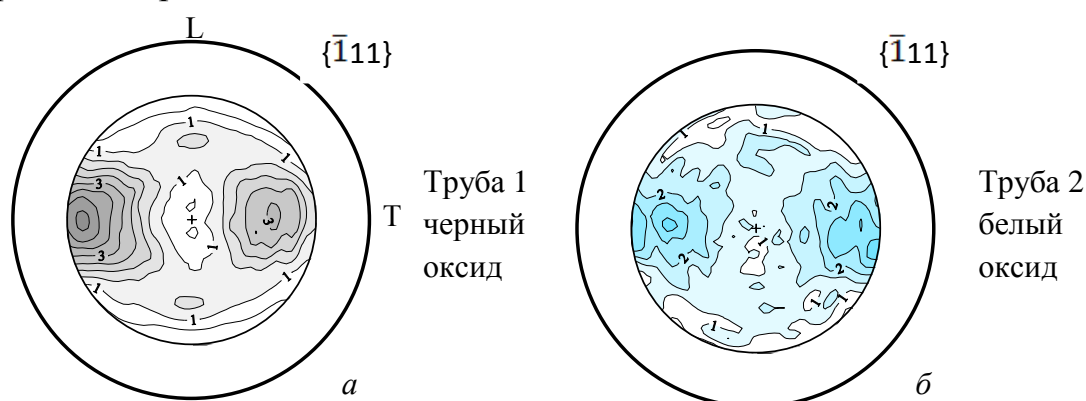
*a* – труба 1; *б* – труба 2

Рисунок 7 – ПФ  $\{11\bar{2}0\}$  внешней поверхности оболочечных труб.

4) Для сравнения степени рекристаллизации исследуемых труб проводили съемку рентгеновских линий  $(10\bar{1}0)$  и  $(11\bar{2}0)$  с поверхности, перпендикулярной оси трубы. Известно, что текстура деформации  $\alpha$ -Zr характеризуется параллельностью нормалей  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  оси трубы, а в результате рекристаллизации в деформированной матрице вырастают зерна, повернутые относительно первоначальной ориентации на  $30^\circ$  вокруг базисных нормалей. Тогда в результате рекристаллизации вдоль направления прокатки  $L$  трубы нормали  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  частично заменяются нормалью  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Поэтому отношение интенсивностей рентгеновских отражений  $(11\bar{2}0)_L$  и  $(10\bar{1}0)_L$  позволяет оценить степень полноты происходящего обновления  $\alpha$ -Zr матрицы. Для бестекстурного

порошкового эталона такое отношение составляет 0,53, для трубы 2 – 1,69, а для трубы 1 – 2,34.

На рисунке 8 представлены текстурные полюсные фигуры для моноклинной фазы оксида, образовавшегося в результате высокотемпературного окисления на поверхности обеих оболочечных труб. Видно, что более крупнозернистая структура рекристаллизации исходной трубы 1 способствует образованию оксида с более совершенной текстурой. В то же время, взаимосвязь этих характеристик весьма сложна. В полученных текстурных данных наблюдается определенное противоречие, состоящее в том, что исходный размер рекристаллизованных зерен  $\alpha$ -Zr в трубе 1 значительно крупнее, чем в трубе 2, составляя десятки микрометров, тогда как текстура моноклинной фазы оксидного слоя на той же трубе 1 более регулярна, чем на трубе 2 и, тем самым, обнаруживает более высокую степень однородности в пределах областей того же размера. Так как по данным атомно-силовой микроскопии размер зерен оксида в его верхнем слое не превышает 100 нм, он несопоставим с размером рекристаллизованных зерен или с протяженностью областей однородной текстуры оксида, а поэтому отмеченное противоречие не может основываться на механизмах образования оксида. Его причина состоит в образовании в близком подслое тетрагональной фазы, которая, по-видимому, вызывает коробление вышележащего слоя моноклинной фазы. Более того, при повышенной температуре и наличии сжимающих напряжений, связанных с дополнительным проникновением кислорода в толщу моноклинной фазы оксида, эта фаза, по крайней мере, частично переходит в тетрагональную фазу. Но начало этого процесса обусловлено тем обстоятельством, что рекристаллизованное зерно в трубе 2 мельче, чем в трубе 1, и межзеренная коррозия там развивается более интенсивно.

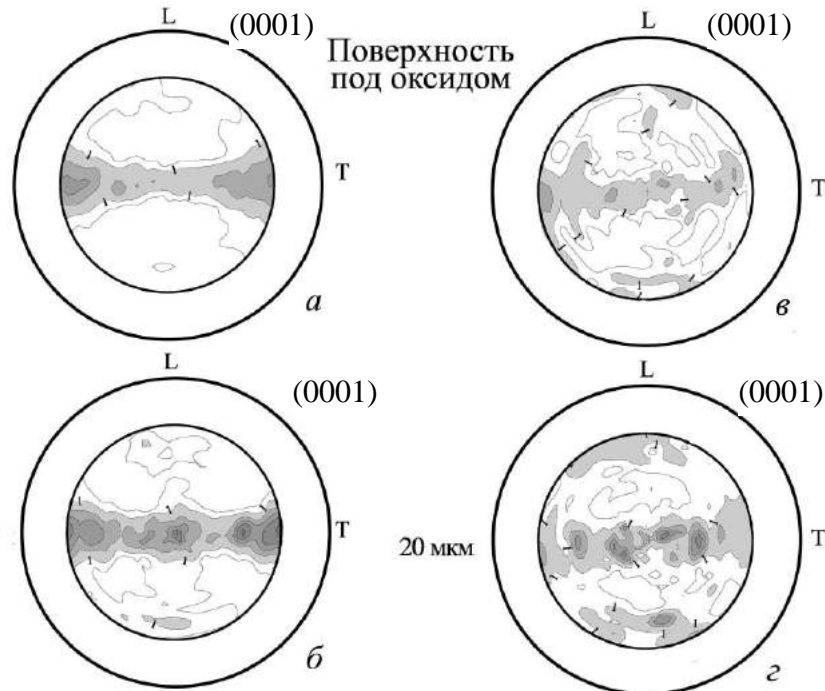


*a* – труба 1; *б* – труба 2

Рисунок 8 – ПФ  $\{\bar{1}11\}$  оксидов циркония в моноклинной фазы, образовавшихся на оболочечных трубках

При последовательном утонении насыщенных кислородом слоев на поверхности обеих оболочечных труб были получены данные о послойном

изменении текстуры  $\alpha$ -Zr по мере удаления от внешней поверхности (рисунок 9). На начальном этапе окисления под оксидной пленкой образуется так называемый «альфированный» слой, насыщенный кислородом и не подверженный протеканию фазовых превращений. Слои, находящиеся на большем расстоянии от оксидной пленки, претерпевают фазовые превращения, в результате чего в них отмечается рост  $\beta$ -зерен и последующее образование мартенситной структуры, состоящей из колоний  $\alpha(\alpha')$ -пластин. Единственное различие в текстуре труб заключается в том, что непосредственно под поверхностью трубы 1 располагается «альфированный» слой толщиной около 10 мкм с текстурой, соответствующей  $\alpha$ -фазе, тогда как в трубе 2 такой слой отсутствует и текстура всех слоев свидетельствует о протекании в них  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  превращения, идентифицируемого по наличию довольно многочисленных текстурных максимумов, нерегулярных по форме и расположению. В результате дальнейшего растрескивания пленки и дополнительного проникновения под нее кислорода в «альфированном» слое, не претерпевшем фазовых превращений, образуется оксид, что и объясняет исчезновение этого слоя. Одновременное увеличение содержания кислорода в слое, лежащем ниже, может привести к его переходу в «альфированное» состояние, которое теперь оказывается менее явным.



*a, в* – труба 1; *б, г* – труба 2;

Рисунок 9 – Послойное изменение текстуры  $\alpha$ -фазы исходной и окисленной оболочечных труб. ППФ (0001) в слоях непосредственно под оксидной пленкой (*a, в*), после удаления  $\approx 20$  мкм (*б, г*)

Таким образом, измельчение рекристаллизованного зерна в оболочечной трубе при повышенных температурах сопряжено с интенсификацией диффузии кислорода в циркониевую матрицу и с усилением сжимающих напряжений, способствующих образованию тетрагональной фазы, «разрыхлению» оксидного слоя и дальнейшему проникновению кислорода в стенку трубы.

В пятой главе диссертации рассмотрены закономерности формирования структуры и текстуры в цилиндрических заготовках в условияхковки при  $960^{\circ}\text{C}$ . Окисление слитка при этой температуре на стадии его подготовки к горячей ковке сопряжено с протеканием в его поверхностном слое фазового превращения  $\beta \rightarrow \alpha$  вследствие насыщения этого слоя кислородом, являющимся  $\alpha$ -стабилизатором и делающим невозможным дальнейшее существование  $\beta$ -фазы, а также с последующим ростом крупных  $\alpha$ -зерен в  $\beta$ -матрице. Содержание кислорода в приповерхностном слое слитка согласованно характеризуется распределением величины параметров кристаллической решетки  $\alpha$ -Zr, распределением микротвердости, послойным изменением площади слоя, приходящейся на новые  $\alpha$ -зерна, и послойной неоднородностью параметров кристаллографической текстуры.

Проведен анализ текстурных изменений в заготовке в результате  $\beta \rightarrow \alpha$  превращения, связанного с насыщением  $\beta$ -фазы кислородом, что отличает этот случай от обычной ситуации, когда фазовое превращение происходит вследствие снижения температуры.

Сопоставлены структурные особенности слоев, прилегающих к окисленным поверхностям, предварительно подвергнутым зонному оплавлению или резанию с последующим шлифованием. Толщина оксидного слоя в первом случае существенно меньше, а структура «альфированного» слоя сложнее, чем во втором случае, когда окисляемая поверхность вследствие пластической деформации, сопряженной с ее подготовкой, оказывается более «рыхлой» и дефектной. Горячая ковка формирует более «пологое» распределению кислорода в приповерхностном слое и способствует увеличению толщины насыщенного кислородом слоя.

Для определения параметров диффузии кислорода в циркониевую матрицу применен способ, использующий результаты изменения микротвердости и градуировочные таблицы, связывающие величину микротвердости с параметром кристаллической решетки.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

(1) Впервые установлено, что в случае окисления оболочечных труб при 350°C усиление в их текстуре тангенциальной составляющей распределения базисных осей способствует увеличению толщины оксидного слоя, а усиление радиальной составляющей – его уменьшению.

(2) Показано, что неоптимальный выбор величины Q-фактора при прокатке трубы приводит к различию термического расширения ее внешнего и внутреннего слоев вдоль тангенциального направления трубы при температуре ее эксплуатации и является причиной возникновения в трубе тангенциальных растягивающих макронапряжений, способствующих интенсификации коррозионных процессов.

(3) Выявлено, что текстура моноклинной фазы оксидного слоя  $\{001\}\langle 110\rangle$  вследствие особенностей ориентационного соотношения между кристаллитами  $\alpha$ -Zr и оксида обнаруживает устойчивость при изменениях, вносимых в текстуру оболочечной трубы поверхностной обработкой.

(4) Впервые установлено, что в матрице  $\alpha$ -Zr вблизи фронта окисления в результате действия растягивающих напряжений, обусловленных образованием оксида, инициируется процесс двойникования.

(5) С уменьшением размера рекристаллизованных зерен в оболочечной трубе, подвергшейся высокотемпературному окислению, интенсифицируется межзеренная диффузия кислорода, приводящая к усилению сжимающих напряжений и к образованию тетрагональной фазы оксида, - в результате оксидный слой «разрыхляется» и дальнейшее проникновение кислорода в стенку трубы приводит к ее разрушению.

(6) В трубах, претерпевших высокотемпературное окисление, обнаружена резкая послонная текстурная неоднородность, связанная с образованием примыкающего к оксиду «альфированного» слоя, в пределах которого, в отличие от нижележащих слоев, вследствие его насыщения кислородом фазовое превращение  $\alpha \rightarrow \beta$  при нагреве образца не происходит.

(7) Установлено, что совершенство и прочность формирующейся оксидной пленки определяются совершенством текстуры «альфированного» слоя, которое, в свою очередь, зависит от совершенства текстуры рекристаллизации трубы. Чем меньше взаимная разориентация исходных зерен  $\alpha$ -фазы, тем более совершенна текстура оксида, что способствует равномерному росту оксидного слоя и понижению уровня остаточных напряжений.

**ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**

1. Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Медведев П.Н., Фесенко В.А., Сое Сан Тху Механизмы влияния текстуры оболочечных труб из циркониевых сплавов на их коррозионное поведение/ Физика и химия обработки материалов 2014, №1, с.67-76.
2. Margarita Isaenkova, Yuriy Perlovich, Pavel Medvedev, Olga Krymskaya, Soe San Thu – Influence of interlayer macrostress on oxidation of shell tubes from Zr-based alloys// Advanced Materials Research, 2014, vol. 996, pp 902-905.
3. Медведев П.Н., Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А. Влияние кристаллографической текстуры на толщину оксидного слоя и ориентацию гидридов в оболочечных трубах из сплава Zr – 1% Nb, подвергнутых коррозионным испытаниям/ 7-я Международная школа - конференция молодых ученых и специалистов имени А.А. Курдюмова (IHISM'11), 2011, с. 407-419.
4. Медведев П.Н., Крымская О.А., Исаенкова М.Г., Фесенко В.А., Перлович Ю.А. Изучение анизотропии механических свойств циркониевых сплавов методом непрерывного индентирования/ VIII Курчатовская молодежная научная школа, 2010, с. 60-64.
5. Медведев П.Н., Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Сан Тху, Вилисова Е.В. Структурно-фазовое состояние оболочечных труб из сплавов на основе циркония после коррозионных испытаний/ Научная Сессия НИЯУ МИФИ-2011, 2011, т. 1, с. 152.
6. Медведев П.Н., Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А. Влияние кристаллографической текстуры на толщину оксидного слоя и ориентацию гидридов в оболочечных трубах из сплава Zr – 1% Nb, подвергнутых коррозионным испытаниям/ 7-я Международная школа - конференция молодых ученых и специалистов имени А.А. Курдюмова (IHISM'11), 2011, с. 270.
7. Медведев П.Н. , Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Гольцев В.Ю. Особенности формирования структуры оксидных слоев и гидридов в оболочечных трубах из сплавов на основе циркония// IX Курчатовская молодежная научная школа, 2011, с. 45.
8. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Медведев П.Н., Маркелов В.А. Рентгеновское исследование оксидного слоя, формирующегося на оболочечных трубах из циркониевых сплавов при высокотемпературной коррозии/ Научная Сессия НИЯУ МИФИ-2012, 2012, т. 1, с. 153.
9. Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Крымская О.А., Фесенко В.А., Медведев П.Н., Пахомов С.С. Расчет механических свойств изделий из сплавов на

- основе циркония по их текстуре/ VI-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», ПРОСТ-2012, 2012, с. 196.
10. Медведев П.Н., Исаенкова М.Г., Фесенко В.А., Перлович Ю.А. Рентгеновские исследования оболочечных труб из циркониевых сплавов, подвергнутых высокотемпературной коррозии/ X Курчатовская молодежная научная школа, 2012, с. 35.
  11. Медведев П.Н., Исаенкова М.Г., Фесенко В.А., Перлович Ю.А. Влияние кристаллографической текстуры на коррозионное поведение оболочечных труб из сплавов на основе циркония/ Материалы перспективных реакторных установок: разработка и применение, 2012, с. 125-126.
  12. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А., Медведев П.Н., Маркелов В.А. Рентгеновское исследование оболочечных труб из циркониевых сплавов после высокотемпературного окисления/ Научная Сессия НИЯУ МИФИ-2014, 2014, т. 1, с. 195.
  13. Медведев П.Н., Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А. Применение метода непрерывного индентирования для оценки механических свойств слоистых, пористых и хрупких материалов/ Научная Сессия НИЯУ МИФИ-2014, 2014, т. 1, с. 196.
  14. Исаенкова М.Г., Крымская О.А., Медведев П.Н., Перлович Ю.А., Сое Сан Тху, Фесенко В.А., Чеканов С.В. Анизотропия механических характеристик труб из сплава в зависимости от их структурного состояния и кристаллографической текстуры/ Научная Сессия НИЯУ МИФИ-2014, 2014, т. 1, с. 196.

### **СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А. Современные методы экспериментального построения текстурных прямых полных полюсных фигур по рентгеновским данным/ Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2013, том. 79, № 7, часть 1., с. 25-32.
2. Займовский А.С., Никулина А.В., Решетников Н.Г. Циркониевые сплавы в ядерной энергетике. 2-е изд., перераб. И доп. – М.: Энергоатомиздат, 1994.- 256 с.
3. Y. Perlovich, M. Isaenkova. Distribution of c- and a-Dislocation in tube of Zr alloys – Metallurgical and materials transactions, 2002, vol. 33A, pp. 867-874.
4. O. Krymskaya, M. Isaenkova, Yu. Perlovich 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.