На правах рукописи

**Сое Сан Тху**

# ЗАКОНОМЕРНОСТИ И МЕХАНИЗМЫ ИЗМЕНЕНИЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ ОБОЛОЧЕЧНЫХ ТРУБ ИЗ СПЛАВА Zr-1%Nb ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ПОЛЗУЧЕСТИ

Специальность 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Автор:

Москва – 2015

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «Московский инженерно-физический институт»

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

Официальные оппоненты: Доктор технических наук, профессор
Бецофен Сергей Яковлевич, МАТИ

Кандидат физико-математических наук
Серебряный Владимир Нинелович,
ИМЕТ им. А.А.Байкова

Ведущая организация: ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина», ИМФМ

Защита состоится «__22__ » ___апреля___ 2015 г. в 15 час. 00 мин.
на заседании диссертационного совета Д 212.130.04 НИЯУ МИФИ
по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ
Автореферат разослан: «____»____марта_____2015 г.

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

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

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность.** Постоянное ужесточение параметров эксплуатации энергетических установок с одновременным повышением требований к их надёжности требует целенаправленного изменения свойств изделий из циркониевых сплавов, применяемых в качестве конструктивных элементов активной зоны реактора на тепловых нейтронах. Низкая симметрия гексагональной кристаллической решётки α-Zr, основной фазы всех промышленных циркониевых сплавов, в сочетании с кристаллографической текстурой, формирующейся в этих сплавах при технологической обработке, обуславливает повышенную анизотропию их свойств. Известно, что особенности кристаллографической текстуры изделий из α-Zr контролируют совокупность физико-механических характеристик, коррозию, радиационный рост и ползучесть. В этой связи, **актуальность работы** заключается в исследовании стабильности текстуры оболочечных труб при термической ползучести. В литературе этот вопрос до настоящего времени не освещен, хотя ползучесть оболочечных труб и других изделий из циркониевых сплавов является характеристикой, чрезвычайно важной при эксплуатации атомных реакторов. Именно поэтому изучение механизмов термической ползучести оболочечных труб было выбрано в качестве актуальной диссертационной темы.

Еще один аспект данной диссертации, определяющий ее **актуальность** – впервые использованная прокатка монокристаллов α-Zr и их последующая рекристаллизационная термообработка, позволившие применительно к цирконию впервые расщепить процессы пластической деформации и рекристаллизации на подпроцессы, локализованные в зернах с разными кристаллографическими ориентациями и, тем самым, существенно уточнить механизмы, ответственные за протекание этих процессов. Те же процессы протекают в поликристаллическом цирконии и его сплавах при основных технологических операциях, сопряженных с текстурообразованием.

При последующем изучении термической ползучести оболочечных труб было обнаружено, что в подвергнутых заключительной термообработке трубах из сплава Zr-1%Nb при их испытании на термическую ползучесть происходит заметное, ранее не наблюдавшееся варьирование кристаллографической текстуры α-Zr, выражающееся в изменении интегральных текстурных параметров Кернса. Показано, что активность действующих механизмов ползучести существенно зависит от условий испытания на термическую ползучесть, т.е. от температуры и напряжений. Изучение терми-

ческой ползучести оболочечных труб, как одного из компонентов радиационной ползучести, характеризуется значительной практической **актуальностью** с точки зрения проблем эксплуатации атомных реакторов.

**Цель и задачи диссертации**

Цель данной диссертационной работы состояла в установлении закономерностей и выявлении механизмов изменения кристаллографической текстуры оболочечных труб из циркониевых сплавов в условиях термической ползучести.

Для достижения поставленной цели решены следующие задачи**:**

1) выявление закономерностей формирования текстуры α-Zr при холодной прокатке и последующей рекристаллизации деформированных монокристаллов и уточнение действующих при этом механизмов;

2) изучение изменения текстуры оболочечных труб в результате их испытаний на термическую ползучесть в температурном интервале 300–450 °C;

3) установление режимов технологической обработки труб, способствующих устойчивости их текстуры в условиях термической ползучести.

**Научная новизна диссертации** заключается в следующем:

Представленные в работе экспериментальные результаты по большей части получены впервые или же существенно уточняют установленные ранее закономерности формирования и изменения текстуры в оболочечных трубах при деформации, рекристаллизации и ползучести, а также в условиях реальных технологических процедур.

1. Впервые экспериментально продемонстрирована ориентационная зависимость развития двойникования на различных этапах холодной прокатки α-Zr.

2. В результате впервые проведенных экспериментов по прокатке монокристаллов циркония выявлена структурная неоднородность изделий с развитой текстурой, содержащих области, сформированные с участием двойникования.

3. Впервые выявлены закономерности рекристаллизации прокатанных монокристаллов α-Zr.

4. Уточнена зависимость деформационного наклепа зерен α-Zr от их ориентации по отношению к текстурным максимумам и минимумам.

5. Впервые изучены изменения текстуры и структуры образцов из сплавов Zr в процессе термической ползучести и механизмы, ответственные за эти изменения.

6. Поставлены эксперименты и выявлены технологические приемы, способствующие формированию текстуры, устойчивой в условиях термической ползучести.

**Научная и практическая значимость диссертации**

В научном плане данная работа восполняет ряд существенных пробелов, существующих до настоящего времени в физическом металловедении циркония. Во-первых, диссертант впервые осуществил эксперименты по прокатке монокристаллов α-Zr, поскольку ранее таких монокристаллов не существовало. Анализ результатов этих экспериментов на основе рентгеновских данных позволил однозначно установить действовавшие в α-Zr механизмы пластической деформации и последующей рекристаллизации, а также выявить закономерности деформационного упрочнения. Эти результаты существенно помогают в интерпретации данных, получаемых при изучении прокатанных изделий из поликристаллических циркониевых сплавов. Изученные впервые текстурные изменения в оболочечных трубах в условиях термической ползучести описывают важную составляющую их радиационной ползучести, без учета которой невозможна безаварийная эксплуатация атомных реакторов.

Объединение в рамках одной работы исследования прокатанных монокристаллов α-Zr и поведения оболочечных труб из циркониевых сплавов при термической ползучести мотивировано тем, что и при прокатке монокристалла, и при текстурных изменениях в образце при термической ползучести мы имеем дело с деформацией отдельных кристаллитов. Однако, при прокатке монокристалла эта деформация осуществляется принудительно, а при ползучести в отдельных зернах образца деформационные механизмы под действием малых напряжений и термических флуктуаций инициируются самопроизвольно. Хотя скорости деформации в обоих случаях различаются на ~5 порядков величины, возникает вполне закономерный вопрос о том, сколь сильно механизмы пластической деформации α-Zr при ползучести отличаются от механизмов, ответственных за деформацию монокристалла. Ответить на этот вопрос может помочь только рентгеновский текстурный анализ.

Результаты рентгеновского изучения прокатанных и отожженных монокристаллических образцов α-Zr, а также реальных полуфабрикатов и оболочечных труб из циркониевых сплавов являются надежной научной основой для целого ряда актуальных технологических разработок. В их числе разработки, направленные на получение оболочечных труб с заданными величинами интегральных текстурных параметров, повышение структурной и текстурной однородности изделий из циркониевых сплавов, выбор наиболее эффективных путей повышения устойчивости текстуры трубы в

условиях ее эксплуатации и, в частности, при термической ползучести. Совокупность полученных в работе результатов представляет интерес для исследователей, работающих в области физики твердого тела, физического металловедения циркония, технологии обработки циркониевых сплавов и проблем, связанных с практическим использованием изделий из циркониевых сплавов в атомных реакторах.

**Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Установленные закономерности формирования текстуры холодной прокатки в монокристаллах циркония и ответственные за это механизмы пластической деформации.
2. Выявленные особенности распределения деформационного наклепа в зернах $\alpha$-Zr с разными ориентациями в прокатанных образцах.
3. Установленные закономерности протекания рекристаллизации в прокатанных монокристаллах $\alpha$-Zr.
4. Установленные закономерности изменения текстуры и субструктуры оболочечных труб при термической ползучести и механизмы, ответственные за эти изменения.
5. Предложенные приемы технологической обработки оболочечных труб, способствующие формированию в них текстуры, устойчивой в условиях термической ползучести.

**Достоверность результатов диссертации** обусловлена применением обоснованных методик рентгеновского исследования, базирующихся на известных положениях теории рентгеновской дифракции и надежно проверенных моделях теории текстурообразования, связывающих процессы переориентации зерен материала с действующими в них механизмами пластической деформации, рекристаллизации и деформационного упрочнения. О достоверности полученных результатов свидетельствует также взаимная согласованность данных, полученных при использовании разных методик и представленных в разных разделах диссертации. Взаимное соответствие данных, представленных в литературном обзоре и в главах, посвященных текстурным изменениям при прокатке монокристаллов, термической ползучести и технологической обработке оболочечных труб, также указывает на достоверность развиваемых в диссертации научных и прикладных положений.

**Апробация работы.** Основные положения работы докладывались и обсуждались на следующих научных семинарах и конференциях: Научная сессия НИЯУ МИФИ-2013 и НИЯУ МИФИ-2014 (г. Москва, 2013 и 2014 гг.); 9-я Европейская кон-

ференция по остаточным напряжениям (ECRS-9), г. Труа, Франция, июль 2014 г.; 17-я Международная конференция по текстурам металлических материалов (ICOTOM-17), г. Дрезден, Германия, август 2014 г.

**Личный вклад автора.** Автор принимал непосредственное участие в получении экспериментальных данных, включая подготовку образцов для исследования, проведение рентгеновских измерений по разным методикам, обработку полученных результатов с использованием имеющегося комплекса компьютерных программ, систематизацию и сопоставление результатов на основе определенных критериев, активно участвовал в обсуждении результатов и написании статей.

**Публикации.** Основное содержание диссертации представлено в 9 научных работах, включая 7 статей в реферируемых отечественных и иностранных научных журналах, входящих в перечень ВАК РФ, а также входящие в базу данных Scopus.

**Структура и объем работы.** Диссертация изложена на 164 страницах, состоит из введения, пяти глав и выводов, содержит 111 рисунков, 14 таблиц, библиографический список из 77 источников.

## Основное содержание работы

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

**Первая глава** посвящена обзору литературных данных по механизмам пластической деформации и рекристаллизации, термической и радиационной ползучести, по закономерностям изменения кристаллографической текстуры при прокатке, пластической деформации труб под внутренним давлением и при испытаниях на термическую ползучесть, а также в условиях эксплуатации труб из сплавов на основе циркония.

**Вторая глава** содержит описание методов рентгеновского анализа структуры и кристаллографической текстуры изделий из сплавов на основе циркония. Изучение кристаллографической текстуры исследованных образцов проводилось по прямым полюсным фигурам (ППФ) (0001), $\{11\bar{2}0\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{10\bar{1}3\}$, структурное состояние оценивали по профилю рентгеновских отражений разных порядков, а также по обобщенным прямым полюсным фигурам (ОППФ), представляющим собой распределение

на стереографической проекции образца параметров рентгеновских линий (например, физической угловой полуширины или углового положения линии). При изучении рекристаллизации прокатанных монокристаллов и поликристаллов рассчитывали диаграммы вычитания [ППФ$(0001)_{рек}$ – ППФ$(0001)_{деф}$], для построения которых в каждой точке стереографической проекции ($\psi$, $\varphi$) рассчитывалась разница текстурной полюсной плотности в распределении базисных нормалей рекристаллизованного и деформированного образцов.

При выполнении работы использованы рентгеновские дифрактометры: ДРОН-3, ДРОН-3М и D8 Discover, оснащенные автоматизированными текстурными приставками. При анализе фазового состава и структурного состояния использовалось монохроматизированное излучение меди, а при исследовании кристаллографической текстуры – фильтрованное излучение хрома. По результатам анализа положения и профилей рентгеновских линий рассчитывали параметры кристаллической решетки, микро- и макронапряжения, размер блоков когерентного рассеяния. По данным неполных ППФ (0001), записанных до 80° наклона образца, методом экстраполяции восстанавливали полные ППФ (0001), которые затем использовали для расчета интегральных текстурных параметров Кернса, характеризующих проекцию базисных нормалей на выбранное направление. На основании полученных данных текстурного анализа рассчитывали контуры текучести для интересующих условий напряженного состояния изделия.

**Третья глава** посвящена изучению закономерностей формирования кристаллографической текстуры при прокатке монокристаллов циркония. Из цилиндрического монокристалла чистого Zr, полученного путем твердофазной перекристаллизации, электроискровым методом вырезали пластины для исследования размером $7\times10\times3$ мм$^3$. Ориентированные по-разному относительно направления прокатки (НП) монокристаллические пластины прокатывали на лабораторном стане до различных степеней деформации от 5 до 98% с малыми обжатиями за проход. После каждого этапа пластической деформации монокристаллов проводили их рентгеновскую съемку. Для анализа процессов рекристаллизации прокатанные образцы отжигали при температуре 580 °С в течение 3 ч в вакуумной печи, после чего изучали их текстуру.

Расположение исходной ориентации базисных нормалей монокристалла в разных областях стереографической проекции позволяет уточнить механизмы, опреде-

ляющие формирование текстуры прокатки на разных стадиях ее развития. Данное исследование проведено на монокристаллических пластинах трех ориентаций, которые можно охарактеризовать путем задания угловых координат ориентации базисной нормали: № 1 – (70°, 33°); № 2 – (70°, 152°); № 3 – (70°, 87°). Ориентации перечисленных образцов отличаются лишь НП. На рис. 1,*а* для полученного монокристалла показана ППФ {11$\bar{2}$0} с угловым радиусом 80°, в центре которой расположена ось исходного цилиндрического монокристалла, совпадающая с нормальным направлением (НН) вырезанной из него пластины. На той же ППФ вблизи окружности стереографической проекции с угловым радиусом 80° показан выход базисной нормали [0001], изображенный концентрическими кольцевыми контурами и отстоящий на 90° от выходов призматических осей <11$\bar{2}$0>.

При деформации всего лишь на 5–7 % текстурный максимум на ППФ (0001), характеризующий исходную ориентацию монокристалла, разбивается на пять-девять новых максимумов, соответствующих переориентации частей монокристалла путем двойникования по плоскостям {10$\bar{1}$2} (красные стрелки на рис. 1), {10$\bar{1}$1} (зеленые стрелки) и {11$\bar{2}$1} (синие стрелки) (рис. 1,*б ,д, к*). Исходная ориентация призматических нормалей монокристалла (рис. 1,*а*) и характерные углы переориентации 85, 57, 123 или 35°, показанные на рис. 1,*б, д, к*, позволяют однозначно идентифицировать действующие системы двойникования. Основными плоскостями двойникования являются {10$\bar{1}$2} и {11$\bar{2}$1}, и в результате их действия образуются текстурные максимумы, показанные на рис. 1,*б* и 1, *к* стрелками разного цвета. Причем наибольшей интенсивностью отличаются максимумы, располагающиеся вблизи НН.

Известно, что в изначально бестекстурном материале формированию многократно описанной в литературе конечной устойчивой текстуры прокатки (0001)±(30–40°)НН–ПН <10$\bar{1}$0> (текстура типа Т2, НН и ПН – нормальное и поперечное направления в прокатанной пластине, соответственно) предшествует образование текстуры, устойчивой при промежуточных степенях деформации (50–70 %) и характеризующейся отклонением базисных нормалей на 15–20° от НН к НП (текстура типа Т1, (0001)±15–20°НН-НП<11$\bar{2}$L>). Обнаружено, что основные компоненты текстур Т1 и Т2 могут формироваться путем преимущественного двойникования по разным из перечисленных выше систем, а не только путем действия систем скольжения, совместно обеспечивающих устойчивость компонент обеих текстур. Процесс двойникования

продолжается до тех пор, пока остаются области монокристалла исходной ориентации. Этот процесс хорошо описывается снижением интенсивности исходных текстурных максимумов.

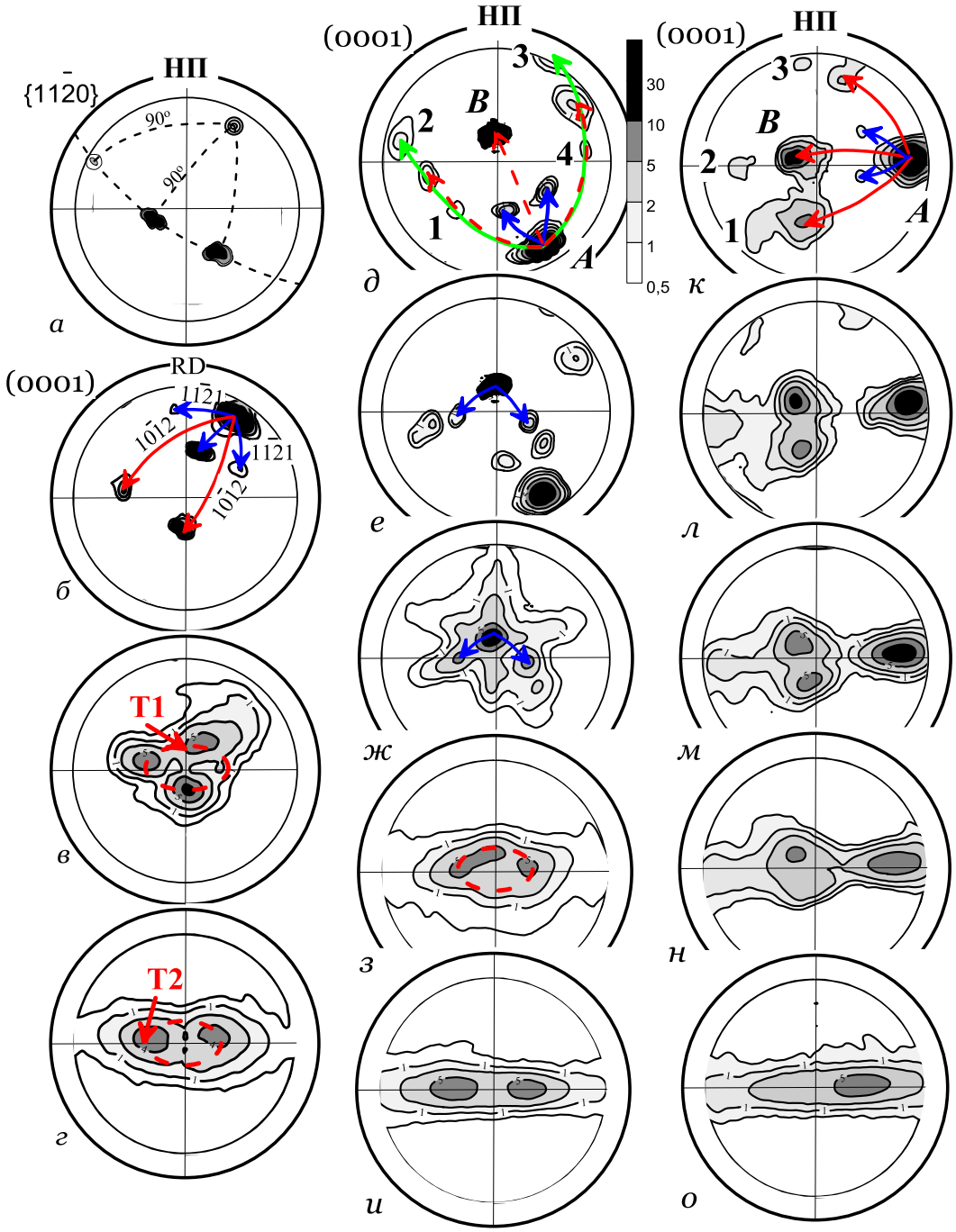


Рис. 1. ППФ {11$\bar{2}$0} исходного монокристалла (*а*) и изменение ППФ (0001) при прокатке монокристаллов циркония разных ориентаций. Монокристалл 1: *б* – ε ≈ 5 %; *в* – ε ≈ 53 %; *г* – ε ≈ 80 %; монокристалл 2: *д* – ε ≈ 5 %; *е* – ε ≈ 13 %; *ж* – ε ≈ 51 %; *з* – ε ≈ 71 %; *и* – ε ≈ 97 %; монокристалл 3: *к* – ε ≈ 7 %; *л* – ε ≈ 30 %; *м* – ε ≈ 50 %; *н* – ε ≈ 70 %; *о* – ε ≈ 98 %

По текстуре прокатанных монокристаллов α-Zr выявлен целый ряд эффектов, связанных с двойникованием. Прежде всего, это сам факт двойникования по плоскостям {10$\bar{1}$2}, {11$\bar{2}$1} и {10$\bar{1}$1}. Двойникование по плоскостям {11$\bar{2}$1} обнаруживается при степенях деформации, составляющих десятки процентов, по появлению новых кристаллитов, обусловленных вторичным двойникованием (рис. 1,*е, ж*). Такое двойникование объясняет переход текстуры типа Т1 в текстуру типа Т2 и также продолжается до исчерпания кристаллитов с ориентацией Т1. Таким образом, наряду с пирамидальным, базисным и призматическим скольжением при степенях деформации больше 50 % в α-Zr активным оказывается также двойникование по плоскостям {11$\bar{2}$1}, что не согласуется с выводами ранее проведенных работ о подавлении двойникования при повышении степени деформации из-за искаженности деформированной кристаллической структуры. Сдвойникованные участки монокристалла плавно смещаются к центру ППФ (0001), свидетельствуя о развитии в материале базисного скольжения (рис. 1,*б, в)*. Слабые текстурные максимумы (рис. 1,*д, к*), образующиеся благодаря двойникованию исходного монокристалла по плоскостям {10$\bar{1}$1}, оказываются неустойчивыми в силу своей ориентации и исчезают на последующих этапах прокатки, обеспечивая рассеяние текстуры (рис. 1,*л*). Двойникование по плоскостям {10$\bar{1}$1} при анализе формирования текстуры деформации циркония ранее не рассматривали.

Далее проведено изучение рекристаллизации прокатанных монокристаллов. Анализ изменения текстуры прокатанных монокристаллов в процессе рекристаллизации проводили для всех монокристаллов, деформированных на 30, 50 и 70 %. Основные закономерности изменения текстуры прокатки при рекристаллизации рассмотрены на примере монокристалла № 1. ППФ (0001) этого монокристалла после его рекристаллизации представлена на рис. 2,*а*.

ОППФ $\beta_{0002}$, характеризующая искаженность кристаллической решетки вдоль базисных осей <0001> во всех зернах изучаемого прокатанного монокристалла, приведена на рис. 2,*б*. При этом, отдельным фрагментам прокатанного монокристалла отвечает широкий спектр субструктурных состояний, то есть величин $\beta_{0002}$, распределение которых на стереографической проекции образца изображают ОППФ $\beta_{0002}$.

На рис. 2,*в* для рекристаллизованного монокристалла 1 изображена диаграмма вычитания [ППФ$(0001)_{рек}$ – ППФ$(0001)_{деф}$], которая приведена в пределах области,

ограниченной пунктирной линией и соответствующей значениям полюсной плотности более 0,5 на ППФ (0001) прокатанного образца. Диаграмма вычитания наглядно демонстрирует расположение областей максимального изменения ППФ (0001) в результате рекристаллизации. Области, выделенные красным цветом на такой диаграмме, указывают участки положительных значений разности и отвечают увеличению полюсной плотности в результате рекристаллизации, тогда как отсутствие окраски соответствует уменьшению полюсной плотности при рекристаллизации.

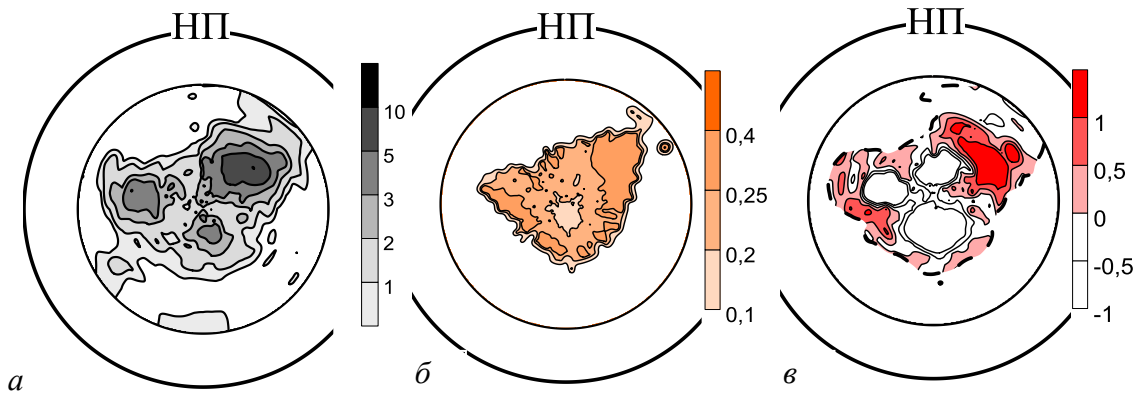


Рис. 2. Рекристаллизация прокатанного монокристалла циркония № 1, деформированного на 53 %: *а* – ППФ (0001) рекристаллизованного образца;
*б* – распределение полуширины рентгеновской линии (0002) на стереографической проекции холоднокатаного монокристалла ОППФ $\beta_{0002}$;
*в* – [ППФ$(0001)_{рек}$ – ППФ$(0001)_{деф}$]

Благодаря использованию прокатанных монокристаллов α-Zr, удалось получить текстуры прокатки, сформированные преимущественно двойникованием. Именно за счет двойникования образовалась текстура прокатки, максимумы которой, несмотря на относительно большую степень деформации, занимают переходные позиции, отличающие их от максимумов в устойчивых текстурах типов Т1 и Т2. Разностная диаграмма показывает, что при рекристаллизации в областях ППФ деформированного монокристалла, образовавшихся за счет двойникования, прирост полюсной плотности отсутствует (рис. 2,*в*). В зернах, соответствующих ориентации их базисных осей вблизи нормального направления НН, при прокатке может активизироваться только пирамидальное скольжение, характеризующееся высокими значениями критических сдвиговых напряжений. Действие других систем скольжения в таких зернах подавлено из-за низкой величины фактора Шмида. Поэтому в зернах α-Zr, испытавших переориентацию при преимущественном участии двойникования, деформационный наклеп, то есть искаженность кристаллической структуры и фрагментация субструк-

турных элементов, относительно невелик, так что в ходе последующего отжига зародыши рекристаллизации на этих участках не образуются, и эти зерна поглощаются более активно растущими зернами, соответствующими по ориентации областям ППФ с повышенным наклепом.

В то же время разностные диаграммы, построенные для прокатанного монокристалла, показывают, что его текстурные максимумы окаймлены зонами интенсивной рекристаллизации (ср. рис. 2,*а* и 2,*б*). Именно в этих областях стереографической проекции наблюдается также повышенная искаженность зерен (см. рис. 2,*б*), обусловленная, как было показано выше, одновременным действием пирамидального и базисного скольжения. Согласно ОППФ $\beta_{0002}$, именно склонам текстурных максимумов (см. рис. 2,*в*) отвечают области наибольших фрагментации и искаженности кристаллической структуры. Поэтому в рассмотренном случае основным механизмом рекристаллизации α-Zr является интенсивный рост областей деформированной кристаллической структуры с повышенной энергией остаточных искажений.

**В главе 4** представлены результаты анализа устойчивости кристаллографической текстуры оболочечных труб в процессе их испытания на термическую ползучесть, т.е. под воздействием длительных нагрузок, не превышающих предел текучести**.** Ползучесть изделий из сплавов на основе циркония определяет продолжительность их использования.

Работа по изучению термической ползучести проводилась на оболочечных трубах из сплава Э110 с внешними диаметрами 5,8 и 9,13 мм, испытанных на ползучесть в температурном интервале 300–450 °С. Окружные напряжения, создаваемые в стенке трубы при испытании на ползучесть, варьировались от 50 до 140 МПа. Исследованные трубы отжигали при температуре 580–600 °С в течение 3 ч. Испытывали трубы длиной 100 мм с приваренными с обоих концов концевыми деталями, одна из которых имела капилляр для заполнения образцов аргоном до расчетного давления. После заполнения капилляр пережимался контактно-стыковой сваркой. Создаваемые окружные напряжения в стенке трубы рассчитывались по эмпирической формуле:

$$\sigma = \frac{P_{20} \cdot D_{\text{вн.}}}{2 \cdot t \cdot 100} \times \frac{T_{\text{раб.}}}{T_{20}},$$

где $P_{20}$ – давление аргона внутри трубки при 20 °С; $D_{\text{вн.}}$ – внутренний диаметр образца, мм; $t$ – толщина стенки, мм; $T_{20}$, $T_{\text{раб.}}$ – комнатная и рабочая температура, К.

После заполнения диаметр образцов измерялся в средней части в двух взаимно перпендикулярных направлениях микрометром индикаторного типа с точностью 0,002 мм. Затем образцы выдерживались в муфельной печи на воздухе при заданной температуре испытаний в течение 2000–4000 ч (при 300 °С образцы испытывались до 5500 ч). В процессе испытаний через каждые 250–500 ч образцы после остывания измерялись в одних и тех же сечениях и направлениях. Остаточную деформацию оценивали по формуле:

$$\varepsilon = \frac{D_\tau - D_0}{D_0} \times 100\%,$$

где $D_\tau$ – диаметр образцов после испытаний в течение времени τ; $D_0$ – исходный диаметр.

Испытания образцов под внутренним давлением проводили при температурах 300, 330, 380, 420 и 450 °С и напряжениях 50–140 МПа. Отклонение от заданных параметров испытаний по длине и периметру не превышало: по температуре ± 3°С, по напряжению ± 5%. Точность определения скорости ползучести на базе 2000–2500 ч составляла $\sim 1{,}5 \cdot 10^{-5}$ %/ч. На каждую точку испытано по 3 образца.

По данным измерения диаметра оболочечных труб при ползучести построены графики зависимости деформации труб от времени их испытаний на ползучесть для разных температур и тангенциальных напряжений (внутреннего давления в трубе). В ряде случаев наблюдали неоднородность окружной деформации труб по длине, выражающуюся в появлении «пузырей», т.е. участков с ускоренным увеличением диаметра.

Для рентгеновского анализа структурного состояния и текстуры испытанных труб готовили образцы разных типов: для записи дифракционного спектра от цилиндрической поверхности с целью построения обратных полюсных фигур (ОПФ); образцы с подготовленной плоской поверхностью, перпендикулярной оси трубы, для определения соотношения интенсивностей рентгеновских линий $I_{11\bar{2}0}/I_{10\bar{1}0}$, характеризующего поворот решетки α-Zr вокруг базисных нормалей; составные образцы для анализа текстуры по прямым полюсным фигурам. Образцы для исследования вырезали на электроискровом станке при строгом соблюдении ориентации относительно характерных внешних осей.

Для построения обратных полюсных фигур в соответствии со стандартной методикой записывали 17 линий дифракционного спектра цилиндрической поверхности труб. Поворот призматических нормалей в результате термической ползучести первоначально рекристаллизованных труб, регистрируемый по соотношению $I_{11\bar{2}0}/I_{10\bar{1}0}$ для *L*-сечения, отнормированному на величину аналогичного соотношения для бестекстурного образца, обусловлен продольной деформацией отожженной трубы.

На рис. 3,*а–д* показаны ППФ (0001) внешних слоев труб диаметром 5,8 мм, исходных (*а*) и испытанных на термическую ползучесть (б–д). Изменение ППФ(0001) в зависимости от температуры испытания свидетельствует о сдвиге текстурных максимумов в сторону R-направления в результате активизации базисного скольжения. На рис. 3,*е* приведена ППФ (0001) для внутреннего слоя трубы диаметром 9,13 мм (образец № 12.2), на которой, помимо сдвига текстурных максимумов к *R*-направлению, наблюдаются дополнительные текстурные максимумы в направлении оси трубы *L*.

Изменение соотношения интегральных текстурных параметров $f_R/f_T$ при повышении температуры испытаний в интервале 300–450 °С, при варьировании окружных напряжений в случае испытания оболочечных труб при температуре 380 °С и по мере увеличения окружной деформации трубы показано на рис. 4. Графики измене-

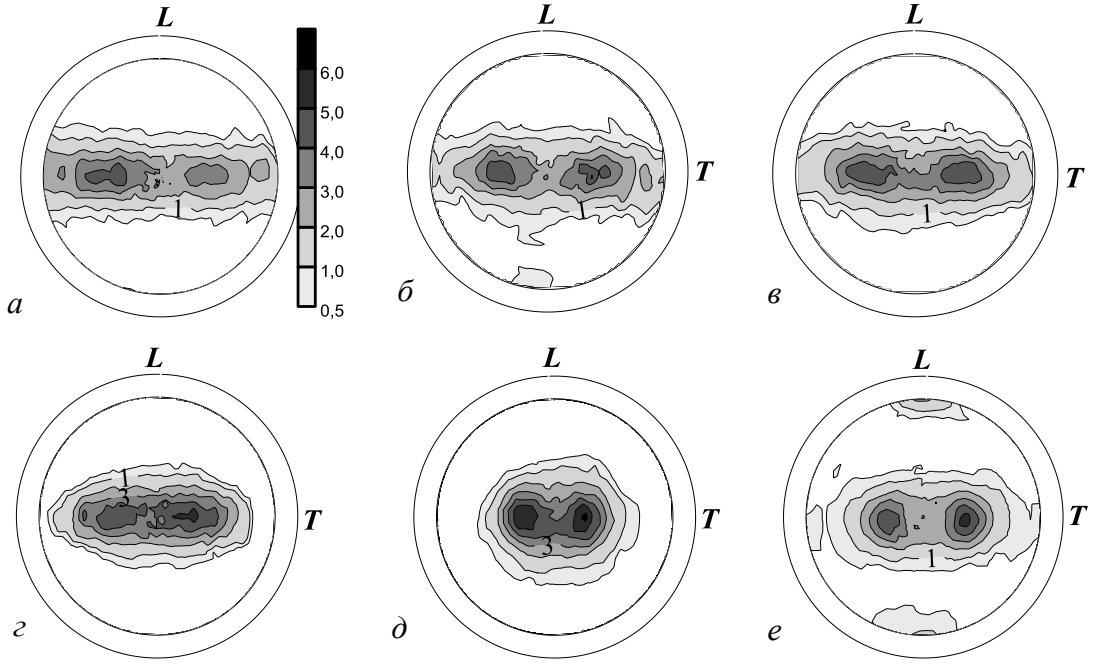


Рис. 3. ППФ (0001) исходной оболочечной трубы (*а*) и труб, испытанных при температурах: *б* – 300 °С; *в*, *г* – 380 °С; *д* – 450 °С; *е* – 400 °С

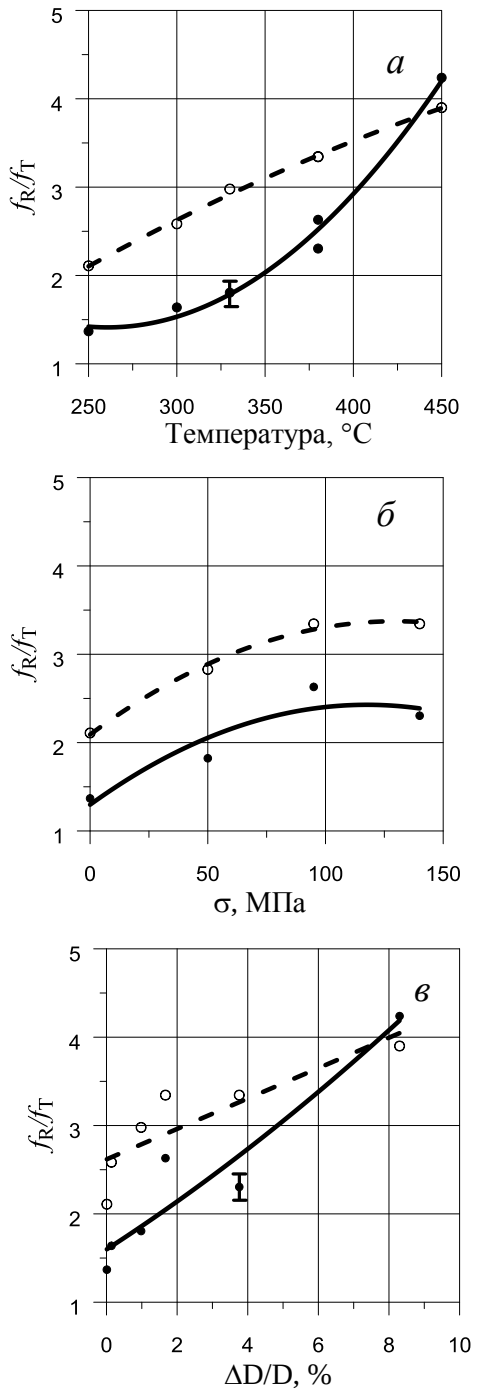


Рис. 4. Изменение параметров текстуры труб $f_R/f_T$ в зависимости от режимов их испытаний на термическую ползучесть: температуры для σ = 95-140 МПа (*а*) и окружных напряжений для T=380 °C (*б*), а также от величины окружной деформации (*в*). Пунктирная линия соответствует внутренним слоям трубы, а сплошная – внешним.

ния параметров текстуры для внешней и внутренней поверхностей исследованных труб изображены разными линиями: сплошная линия характеризует внешнюю поверхность, а пунктирная – внутреннюю. Сравнение текстуры внешних и внутренних слоев исходной трубы свидетельствует об их существенной послойной неоднородности. Текстурные изменения выражаются в смещении текстурных максимумов на ППФ (0001) в сторону радиального направления по мере движения от внешней поверхности к внутренней, которое сопровождается повышением $f_R$-параметра с одновременным снижением $f_T$.

Из приведенных графиков следует, что повышение температуры испытаний (*а*) или действующих напряжений (*б*) способствует усилению размытия текстурного максимума на ППФ (0001) в сторону радиального направления, которое приводит к приближению самих максимумов к радиальному направлению, регистрируемому по угловому положению текстурных максимумов и обусловливает повышение соотношения параметров Кернса $f_R/f_T$. Во внешних слоях отмеченные изменения намного больше, нежели во внутренних слоях исследованных труб. Различия в значениях текстурных параметров между внутренними и внешними слоями снижаются по мере повышения температуры испытаний и/или окружных

напряжений, что обусловлено приближением текстуры внешних слоев к текстуре внутренних слоев. К тому же, переориентация базисных нормалей происходит быстрее в случае большего угла их отклонения от радиального направления из-за угловой зависимости сдвиговых напряжений, определяемых фактором Шмида.

При повышении температуры испытания труб на термическую ползучесть наблюдается и увеличение их окружной деформации для рассматриваемой подборки образцов. Зависимости интегральных характеристик текстуры коррелируют с окружной деформацией труб (рис. 4,*а*–*в*). В процессе испытания на термическую ползучесть в стенке трубы действуют растягивающие напряжения в тангенциальном и осевом направлениях, однако напряжения вдоль оси трубы в два раза меньше, нежели в *Т*-направлении. Поскольку направление растяжения вдоль оси трубы совпадает с первоначальным направлением прокатки труб, то кристаллографическая текстура оказывается устойчивой по отношению к таким напряжениям. Растяжение слоев материала в тангенциальном направлении приводит к изменению напряженного состояния, реализующегося при прокатке, что обеспечивает интенсивную переориентацию базисных нормалей к радиальному направлению. Такая переориентация чаще всего сопровождается двойникованием по плоскостям $\{10\bar{1}2\}$ и $\{11\bar{2}1\}$.

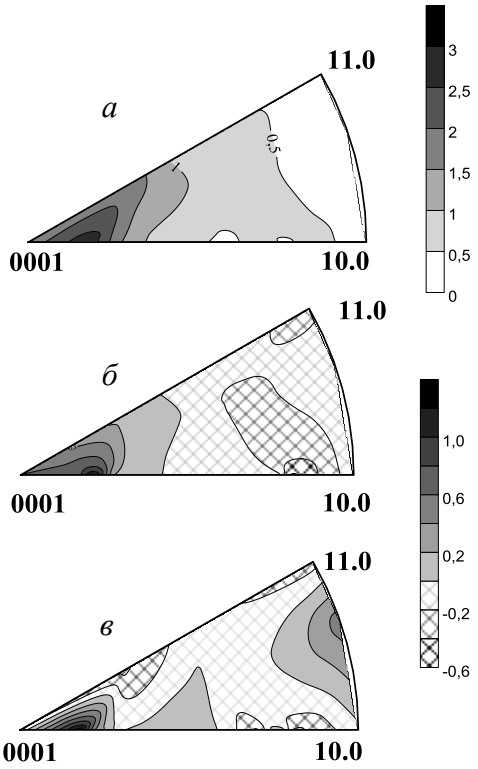


Рис. 5. Изменение текстуры оболочечных труб диаметром 5,8 мм при испытании на ползучесть:
*а* – обратная полюсная фигура;
*б* и *в* – результат вычитания исходной ОПФ из ОПФ образцов, испытанных на на ползучесть при температурах 300 (*б*) и 380 °С (*в*)

Активизацию двойникования при ползучести подтверждают изменения ОПФ для цилиндрической поверхности исследованных труб, представленные на рис. 5. Для выявления максимальных изменений ОПФ в испытанных трубах (например, трубы, испытанные при 300 и 380 °С) из их ОПФ вычитали ОПФ, характеризующую кристаллографическую текстуру исходной отожженной трубы. Результат такого вычитания ОПФ представлен на рис. 5,*б* и *в*, соответственно. Области снижения полюсной

плотности в результате испытаний на ползучесть заштрихованы, а области её повышения закрашены в градациях черного цвета. В то время как на рис. 5,*б* отмечается общее падение полюсной плотности на периферии ОПФ и усиление базисной текстурной компоненты, связанное с описанным выше сдвигом базисных нормалей к радиальному направлению, на рис. 5,*в* обнаруживаются области повышения полюсной плотности, отстоящие от исходного текстурного максимума на значительные углы. Появление таких областей повышенного роста полюсной плотности вблизи полюсов [[21$\bar{3}$0]] и [[10$\bar{1}$3]] может быть связано с активизацией в материале трубы двойникового процесса. Заметим, что такие области наблюдаются на разностных ОПФ для образцов, испытываемых при различных окружных напряжениях (50, 95 и 140 МПа).

Активизация двойникования по плоскостям {10$\bar{1}$2} обнаружена также по ППФ (0001) внутренних слоев испытанных труб с внешним диаметром 9,13 мм (см. рис. 3,*е*). На ППФ (0001) рис. 3,*е* наряду со смещением текстурных максимумов к радиальному направлению отмечается появление текстурных максимумов, расположенных вблизи *L*-направления.

Текстура прокатанных труб из сплавов на основе циркония представляет собой аксиальную текстуру с осью <10$\bar{1}$0>, при этом в R-T-сечении располагаются базисные нормали. В случае рекристаллизации труб вдоль ее оси преимущественно ориентируются нормали <11$\bar{2}$0>, однако базисные нормали при этом остаются перпендикулярны оси трубы и лишь несколько перераспределяются в *R*-*T*-сечении. В случае испытания труб на ползучесть их растяжение в осевом направлении может приводить к повороту призматических нормалей вокруг базисных, что и объясняет снижение соотношения $I_{11\bar{2}0}/I_{10\bar{1}0}$ для испытанных труб по сравнению с соотношением для исходных рекристаллизованных труб. Такой поворот призматических нормалей относительно их исходного положения может быть связан с движением (скольжение или переползание) дислокаций под действием внешних напряжений по призматическим плоскостям.

В исследованных трубах с внешним диаметром 9,13 мм, как и в случае труб меньшего диаметра, отмечается поворот призматических нормалей и переориентация базисных нормалей в сторону радиального направления (рис. 3,*е*). Основное отличие последних труб заключается в величине наблюдаемых эффектов. В трубах большего диаметра все отмеченные выше закономерности более очевидны. Наблюдаемый по

ППФ $\{11\bar{2}0\}$ поворот призматических нормалей может быть связан с активизацией призматического скольжения, тогда как смещение текстурного максимума обусловлено развитием базисного скольжения.

Таким образом, при ползучести активизируются те же деформационные механизмы, которые действуют при пластической деформации: призматическое скольжение, базисное скольжение и двойникование, активность которых существенно зависит от условий испытаний (температуры и напряжений).

**Глава 5** посвящена выявлению возможностей целенаправленного изменения кристаллографической текстуры при варьировании технологических параметров изготовления труб.

Основными стадиями технологической обработки слитка из сплава на основе циркония являются ковка, горячее прессование, горячая и холодная прокатки, а также промежуточные термообработки. В данной части работы проведен анализ кристаллографической текстуры трубных полуфабрикатов на следующих стадиях технологического процесса:

- холодная прокатка труб с использованием разных значений *Q*-фактора, изменяющегося от 2,2 до 8,0;

- термообработка холоднокатаных труб.

Для указанных этапов работы готовились следующие подборки образцов:

1) трубы, полученные из прессованных гильз холодной прокаткой с разными значениями *Q*-фактора;

2) трубы, отожженные при разных температурах 550–580 °С в течение 2 и 3 ч.

Для проведения рентгеновского анализа из перечисленных трубных изделий вырезали сегменты, из которых затем готовили составные образцы. Построение полных ППФ проводили методом «сшивки» (согласования) неполных ППФ (0001) и $\{11\bar{2}0\}$, которые регистрировали для трех взаимно перпендикулярных поверхностей с нормалями *R*, *T* и *L* (радиальное, тангенциальное и продольное направления в трубе, соответственно).

Заметим, что β-фаза в сплаве Zr-1%Nb наблюдается в ощутимом количестве только после горячей деформации и легко обнаруживается при исследовании поверхности, перпендикулярной *L*-направлению трубы, в случае же холодной деформации β-фаза является дополнительной и составляет менее ~ 1 %. Поэтому при рассмотре-

нии формирования текстуры холодной прокатки и термообработки при температурах ниже фазового превращения можно считать материал однофазным. Влияние дополнительной фазы становится определяющим при текстурообразовании в случае обработки сплава в высокотемпературных областях его фазовой диаграммы.

Текстура прессованных гильз характеризуется ярко выраженной аксиальностью, что определяется симметрией используемой деформационной схемы: растяжение вдоль направления прессования и сжатие в радиальном и тангенциальном направлениях заготовки. Общим для всех текстур прессования является расположение базисных нормалей в пределах зоны, вытянутой вдоль диаметра *T*-*R*-*T* стереографической проекции образца. Особенности распределения базисных нормалей в пределах указанной зоны, в *T*-*R*-*T* сечении гильзы, зависят от номинальных технологических параметров процесса и структурных характеристик материала. Варьирование температуры прессования, напряженного состояния при прессовании (вытяжка и *Q*-фактор), а также режимов предшествующей и последующей термообработок обеспечивает широкий спектр формирующихся типов кристаллографической текстуры. Установлено, что структурное состояние трубной заготовки, подвергающейся прессованию, существенно сказывается на образующейся в гильзе текстуре.

Влияние *Q*-фактора на текстуру прессованных гильз иллюстрирует график на рис. 6. Разброс значений характеризует послойную текстурную неоднородность по стенке гильз.

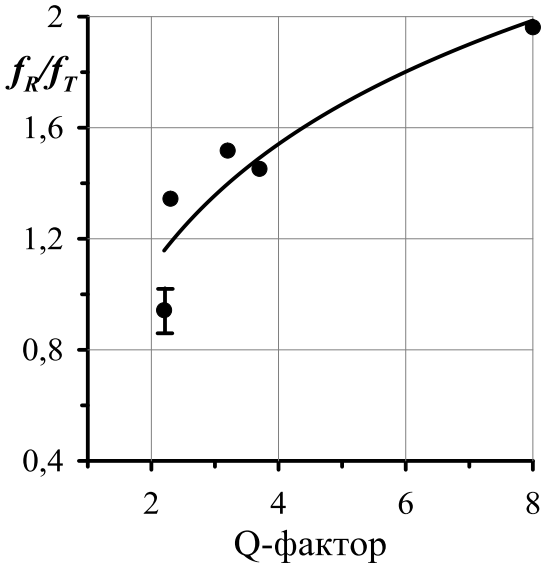

Рис. 6. Влияние величины Q-фактора на кристаллографическую текстуру холоднокатаных оболочечных труб

Напряженное состояние при прессовании характеризуется наличием растягивающих напряжений вдоль оси заготовки и сжимающих напряжений в *R*- и *T*-направлениях. Соотношение сжимающих напряжений, действующих вдоль *T*- и *R*-направлений, определяется величиной $Q_i$-фактора. Большему значению $Q_i$ соответствуют большие величины радиальных напряжений. На стадии прессования величина $Q_i$-фактора изменяется от 1,5 до 2,1, что свидетельствует о развитии значительных тангенциальных напряжений и

соответствующему отклонению направления результирующего сжатия в сторону *T*-направления. Наличие тангенциальных напряжений способствует расширению областей стереографической проекции, соответствующих преимущественной активизации основных механизмов пластической деформации.

Достижение значительных степеней деформации заготовки (85 % и более) в случае преобладания призматического скольжения в зернах α-фазы предопределяет формирование текстуры деформации $\{11\bar{2}0\}<1\bar{1}00>$, при которой максимумы на ППФ (0001) отклонены от направления максимальных сжимающих усилий (*R*) на 90°. Острота текстуры прессования $\{11\bar{2}0\}<1\bar{1}00>$ повышается с ростом степени деформации, вытяжки μ и величины *Q*-фактора, определяющих соотношение напряжений, действующих вдоль направлений *R, T* и *L*.

В случае холодной прокатки труб происходит перераспределение базисных нормалей в сечении *T*-*R*-*T*, вид которого полностью определяется используемым *Q*-фактором, т.е. напряженным состоянием, реализующимся в процессе прокатки (см. рис. 6). При холодной прокатке труб в зернах, базисные нормали которых ориентированы в *T*-направлении, могут активизироваться только призматическое скольжение и двойникование по плоскостям $\{10\bar{1}2\}$. Призматическое скольжение не обеспечивает переориентацию базисных нормалей от *T*-направления. Таким образом, единственным механизмом, способным сдвинуть базисные нормали из *T*-направления, оказывается двойникование, для активизации которого необходимы высокие сжимающие напряжения в радиальном направлении и совершенная структура зерен. Т.е. при повышении величины *Q*-фактора должна усиливаться базисная составляющая текстуры прокатки труб. Отношение $f_R/f_T$ растет при увеличении *Q*-фактора. Суммарная степень деформации, достигаемая на каждом переделе, определяет полноту переориентации нормалей на стадии пластического деформирования и их последующую устойчивость в процессе рекристаллизационного отжига.

Рис. 7 демонстрирует различия текстур прокатки труб, полученных при использовании разных величин *Q*-факторов, а также изменение этих текстур в зависимости от температуры отжига. Из графика видно, что рекристаллизация α-циркония в трубах из сплава Zr-1%Nb сопряжена не только с поворотом призматических нормалей вокруг базисных, но и с переориентацией самих базисных нормалей, в результате чего текстура прокатки с преобладанием компоненты $\{11\bar{2}0\}<1\bar{1}00>$ переходит в тек-

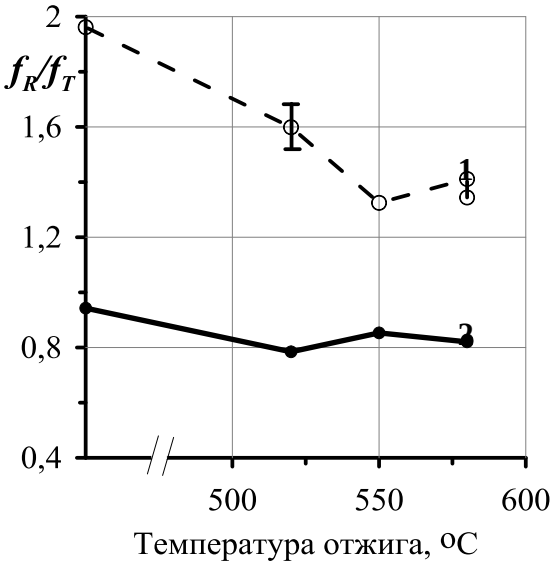


Рис. 7. Изменение текстуры труб, прокатанных с использованием разных величин *Q*-фактора, в зависимости от температуры последующего отжига: 1 – *Q* = 8; 2 – *Q* = 2,2

стуру с преобладанием компоненты (0001)±30–50°*R*-*T* <21$\bar{3}$0-11$\bar{2}$0>. На завершающем этапе изготовления труб отжиг позволяет повысить $f_R$-параметр на 0,05–0,10 за счет увеличения полюсной плотности базисных нормалей вблизи *R*-направления и смещения текстурных максимумов в его сторону. Направление переориентации нормалей зависит от расположения текстурного максимума на этапе предшествующей деформации, т.е. откуда максимум двигался и какие механизмы пластической деформации действовали в процессе прокатки труб. Двойники не могут являться зародышами рекристаллизации, а угол смещения базисных нормалей относительно их ориентации в деформированной матрице зависит от неоднородности распределения искаженности кристаллической структуры наклепанных зерен. Склонность зерен α-циркония к рекристаллизации, сопряженной с поворотом кристаллической решетки вокруг базисной нормали, зависит от ориентации этой нормали, скорости нагрева трубы для выдержки при температуре отжига, а также от присутствия прослоек дополнительной фазы или собственных зерен, соответствующих дополнительной текстурной компоненте.

## ВЫВОДЫ

1. Экспериментально установлены ориентационные закономерности активизации разных систем двойникования в α-Zr. Диаграмма активизации преобладающих механизмов пластической деформации, рассчитанная для прокатки α-Zr по величине фактора Шмида, справедлива не для всех ориентаций кристалла. Приведена иллюстрация двойникования по плоскости {10$\bar{1}$1}, а также по плоскостям {10$\bar{1}$2} в обла-

стях преимущественного действия призматического скольжения и по $\{11\bar{2}1\}$ в области активизации базисного скольжения.

2. Показано, что при прокатке переориентация базисных нормалей, ориентированных в поперечном направлении прокатываемой пластины α-Zr, возможна только за счет двойникования по плоскости $\{10\bar{1}2\}$, и впервые установлено, что области матрицы α-Zr, деформируемые с преобладающим участием двойникования, характеризуются пониженной склонностью к рекристаллизации.

3. Впервые обнаружено, что при испытании на термическую ползучесть термообработанных оболочечных труб из сплава Zr-1%Nb происходит заметное варьирование кристаллографической текстуры α-Zr, которое выражается в изменении интегральных текстурных параметров Кернса, определяющих анизотропию их свойств, причем наибольшие изменения кристаллографической текстуры наблюдаются во внешних слоях испытанных труб.

4. Впервые установлено, что изменение текстуры труб при испытании на ползучесть является, прежде всего, результатом двойникования по плоскостям $\{10\bar{1}2\}$, вызывающего скачкообразную переориентацию зерен α-Zr с поворотом их базисных осей от тангенциального направления на угол $85^{o}$ и наиболее интенсивного при температурах 380–400 $^{o}$C.

5. Наряду с двойникованием, ослабляющим тангенциальную компоненту в текстуре трубы, при ползучести наблюдается усиление базисной текстурной компоненты за счет плавного смещения базисных нормалей к радиальному направлению в результате преобладающего базисного скольжения, которому благоприятствуют условия ползучести.

6. Выявлено, что при холодной прокатке труб существенное влияние на переориентацию базисных нормалей оказывает напряженное состояние, реализующееся в материале и определяемое соотношением деформации по толщине стенки и диаметру труб. Повышение *Q*-фактора способствует усилению базисной компоненты текстуры прокатки, что обеспечивает рост интегрального параметра $f_R$ и соответствующее снижение $f_T$. Скорость формирования текстуры зависит от совершенства структуры материала перед прокаткой.

7. Рекристаллизация является дополнительным фактором управления текстурой конечного изделия. Суммарная степень деформации, достигаемая на каждом пе-

ределе, и исходное положение текстурного максимума на ППФ (0001) определяют последующую устойчивость базисных нормалей в процессе рекристаллизационного отжига. Варьирование текстуры деформации обеспечивает наблюдающиеся особенности текстуры рекристаллизации.

**Основные публикации по теме диссертации**


1. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А., Крымская О.А., Крапивка Н.А., Сое Сан Тху. Закономерности рекристаллизации прокатанных моно- и поликристаллов циркония и сплава Zr–1% Nb. – ФММ, 2014, т. 115, № 8, с. 807–815.
2. 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.
3. Isaenkova M., Perlovich Yu., Fesenko V., Krymskaya O., Krapivka N., Soe San Thu. Regularities of recrystallization in rolled Zr single crystals and polycrystals. – The Physics of Metals and Metallography, 2014, v. 115, issue 8, p. 756–764.
4. Isaenkova M., Perlovich Yu., Medvedev P., Krymskaya O., Soe San Thu. Influence of interlayer macrostress on oxidation of shell tubes from Zr-based alloys. – Advanced Materials Research, 2014, v. 996, p. 902–905.
5. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Сое Сан Тху, Крымская О.А., Фесенко В.А. Развитие кристаллографической текстуры при прокатке монокристаллов циркония и их рекристаллизации. – Цветные металлы, 2014, № 12, с. 73–78.
6. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А., Сое Сан Тху, Перегуд М.М. Изменение ориентации зерен α-циркония при испытаниях на термическую ползучесть. – Цветные металлы, 2014, № 12, с. 56–61.
7. Исаенкова М.Г., Перлович Ю.А., Фесенко В.А., Соловьев В.Н., Сергачева М.И., Сое Сан Тху, Новиков В.В., Кабанов А.А. Влияние технологических параметров изготовления оболочечных труб на их кристаллографическую текстуру и анизотропию свойств. – Цветные металлы, 2014, № 12, с. 62–67.
8. Perlovich Yu., Isaenkova M., Medvedev P., Krymskaya O., Soe San Thu. Influence of interlayer macrostress on oxidation of shell tubes from Zr-based alloys. – Europe Conference on Residual Stress ECRS-9, Troyes, 2014, p. 46.
9. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., Fesenko V.A., Krymskaya O.A., Soe San Thu Regularities of recrystallization of rolled Zr single crystals. – International Conference on Texture of Materials, Dresden, Germany, 2014, p. 83.