

На правах рукописи

Тан Зо Тхайк

**СТРУКТУРА, ТЕКСТУРА И ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ
СПЛАВА Zr-2.5%Nb ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМ ОДНООСНОМ
СЖАТИИ ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОВСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ**

Специальность: 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Автор _____

Москва – 2007

Работа выполнена в Московском инженерно-физическом институте
(государственном университете)

Научный руководитель: доктор физико-математических наук
Перлович Юрий Анатольевич

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
профессор
Бецофен Сергей Яковлевич

доктор физико-математических наук,
профессор
Филиппов Валентин Петрович

Ведущая организация: Институт металловедения и физики металлов
им.Г.В.Курдюмова
Центральный Научно-Исследовательский
Институт чёрной металлургии им. И.П.Бардина
(ЦНИИчермет им.И.П.Бардина)

Защита состоится «_____» _____ 2007 г. на заседании диссертационного
совета в Московском инженерно-физическом институте
(государственном университете) по адресу:
115409, г. Москва, Каширское шоссе, д.31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Московского инженерно-
физического института (государственного университета)

Автореферат разослан: «_____» _____ 2007 г.

Учёный секретарь диссертационного совета Д 212.130.04,
д.ф.-м.н., профессор _____

Кудрявцев Е.М.

Общая характеристика работы

Актуальность работы.

Диссертационная работа посвящена изучению высокотемпературных деформационных процессов в сплаве Zr-2.5%Nb, являющемся одним из основных конструкционных материалов атомного реакторостроения. Деформация при температурах ($\alpha+\beta$)- и β -областей диаграммы состояний Zr-Nb является неотъемлемой частью любого технологического процесса, направленного на получение изделий из циркониевых сплавов, но ее физические механизмы изучены в значительно меньшей степени, чем механизмы холодной деформации.

Их систематическому изучению препятствуют невозможность проведения структурных исследований при высоких температурах и практическая неосуществимость технологических экспериментов по горячей деформации. Последнее обусловлено трудностями обработки заготовок малого размера при использовании промышленного ковочного или прокатного оборудования, а также экономической неприемлемостью обработки полномерных заготовок по неоптимальным режимам, сопряженным с риском их последующей отбраковки. Вследствие этого все используемые модели высокотемпературной деформации основываются на результатах структурных исследований, проводимых при комнатной температуре, то есть после охлаждения материала, подвергнутого высокотемпературной деформации по штатным режимам или близким к ним. Для достоверного восстановления картины высокотемпературной деформации по данным исследования закаленных образцов необходима надежная информация о структурных изменениях в материале, сопряженных с закалкой. Доступная информация такого рода недостаточно систематична и требует уточнения.

Кривые «напряжение – деформация», полученные в процессе высокотемпературного сжатия модельных образцов, характеризующая механическое поведение материала, требуют адекватной интерпретации на уровне представлений об изменении структуры и текстуры деформируемого материала. Принципы такой интерпретации до настоящего времени остаются слабо разработанными.

Цель работы

Целью данной диссертационной работы являлось установление закономерностей и механизмов формирования текстуры и структуры в сплаве Zr-2.5%Nb в условиях его деформации при температурах ($\alpha+\beta$)- и β -областей диаграмм состояний, выявление структурных и текстурных параметров материала, ответственных за наблюдаемые особенности кривых «напряжение – деформация», а также уточнение структурных изменений, обусловленных закалкой сплава с температуры деформации, для последующего использования полученных результатов при разработке и модификации технологических процессов производства изделий из этого сплава.

Научная новизна

Новизна работы обусловлена, во-первых, применением новейшего ковочного оборудования для деформации маломерных модельных образцов в широком интервале контролируемых температурно-скоростных режимов и, во-вторых, использованием рентгеновского текстурного анализа, основывающегося на концепции, согласно которой кристаллографическая текстура материала, в отличие от его других характеристик, в наиболее явном виде хранит память о большинстве протекавших в материале процессов. Таким образом, для проведения данной работы потребовались наличие систематической подборки модельных образцов из сплава Zr-2.5%Nb, деформированных по разным температурно-скоростным режимам, и возможность проведения текстурных исследований при использовании элементарных представлений теории текстурообразования, связывающих действующие деформационные механизмы с особенностями формирующихся текстур.

Представленные в работе результаты получены впервые и в совокупности образуют систематическое описание процессов, ответственных за формирование текстуры и структуры сплава Zr-2.5%Nb, а также за его механическое поведение при модельной пластической деформации в температурных диапазонах, отвечающих ($\alpha+\beta$)- и β -областям диаграммы состояния Zr-Nb.

Практическая значимость работы

Результаты диссертации могут быть использованы в качестве научной основы при разработке и модификации технологических схем получения изделий из сплава Zr-2.5%Nb.

Хотя в рамках данной работы кристаллографическая текстура фигурирует, главным образом, в качестве характеристики, позволяющей реконструировать развитие в материале предшествующих деформационных процессов при повышенных температурах, следует иметь в виду, что текстура и сама по себе является важнейшей характеристикой материала, определяющей анизотропию его свойств и зачастую ответственной за структурную неоднородность изделий. Поэтому выявляемые в диссертации принципы управления текстурой циркониевых сплавов при горячей деформации имеют самое непосредственное отношение к решению проблемы получения изделий с заданными свойствами.

На защиту выносятся:

- результаты изучения текстурообразования в модельных образцах из сплава Zr-2.5%Nb при деформации одноосным сжатием в интервале температур ($\alpha+\beta$)- и β -областей диаграммы состояния со скоростями $0.1 - 1.0 \text{ c}^{-1}$;
- принцип изучения механизмов высокотемпературной деформации по текстуре α -фазы, сохраняющей «память» о предыстории материала;
- результаты определения механизмов деформации, действующих в сплавах при различных температурно-скоростных режимах сжатия;
- концепция взаимодействия пластической деформации и фазовых превращений при температурах ($\alpha+\beta$)-области диаграммы состояния;
- данные об изменении субструктурных характеристик и микротвердости сплавов в зависимости от температуры деформации;
- режимы деформации сплава Zr-2.5%Nb, сопряженные с наибольшей активностью межзеренного проскальзывания и с наибольшим размыванием формирующейся текстуры;

- данные о развитии динамической рекристаллизации в β -фазе сплава Zr-2.5%Nb;
- результаты анализа кривых «напряжение-деформация» на основании структурных и текстурных изменений в сплаве при высокой температуре.

Апробация работы. Результаты исследований докладывались и обсуждались на ежегодных Научных сессиях МИФИ (Москва, 2005-2007 гг.), а также на международной конференции «Fundamentals of Deformation and Annealing» (Manchester, 2006 г.).

Публикации. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 8 печатных работах в отечественных и зарубежных журналах и в сборниках трудов Научных сессий МИФИ и международной конференции «Fundamentals of Deformation and Annealing».

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, основных выводов и списка литературы. Диссертация изложена на 167 страницах, включая 71 рисунок, 7 таблиц и 149 наименований в списке литературы.

Основное содержание работы

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, определена цель исследований, охарактеризованы научная новизна полученных результатов и их практическая значимость.

В литературном обзоре приводятся основные сведения об исследуемых циркониевых сплавах, о кристаллографических механизмах деформации ГПУ и ОЦК металлов и о механизме зернограничной деформации. Рассмотрены модели текстурообразования в ОЦК и ГПУ металлах при пластической деформации. Отмечается, что имеющиеся в литературе данные по механизмам деформации и текстурообразованию в циркониевых сплавах при температурах β -области очень немногочисленны, а при температурах $(\alpha+\beta)$ -области – практически отсутствуют. Вопросы взаимодействия пластической деформации и фазовых превращений применительно к этим сплавам проработаны

недостаточно. Это связано с трудностями систематического исследования высокотемпературной деформации. Отсутствует база экспериментальных результатов, необходимых для прогнозирования структуры и текстуры, формирующихся в реальных полуфабрикатах циркониевых сплавов в результате деформационной обработки при температурах β - и $(\alpha+\beta)$ -областей диаграммы состояний.

На основе изучения литературы сформулированы задачи, решение которых представляется актуальным для физического металловедения Zr:

- (1) анализ механизмов высокотемпературной пластической деформации;
- (2) выявление закономерностей развития деформации и формирования текстуры при температурах β - и $(\alpha+\beta)$ -областей диаграммы состояния;
- (3) выявление особенностей развития структуры и текстуры в сплаве Zr-2.5%Nb при высокотемпературной деформации;
- (4) накопление экспериментальных данных, необходимых для прогнозирования структуры и текстуры реальных полуфабрикатов, получаемых высокотемпературной деформацией.

Далее описаны основные методы исследования, использованные при решении сформулированных выше задач. Они включают:

- (1) рентгеновский фазовый анализ;
- (2) рентгеновский текстурный анализ;
- (3) изучение субструктуры материала по профилю рентгеновской линии;
- (4) измерение микротвердости;
- (5) оптическую металлографию.

При изложении использованных методик основное внимание уделено рентгеновскому текстурному анализу, включавшему построение прямых полюсных фигур и вычисление по ним интегральных параметров текстуры.

Работа выполнена на модельных образцах, деформированных одноосным сжатием в Высшей Технической Школе г. Аахен (Германия) на автоматизированном ковочном стане, позволяющем контролировать температуру и скорость деформации. Цилиндрические заготовки размером

Ø16 мм x 24 мм были вырезаны из слитка сплава Zr-2,5%Nb. Температуры нагрева под деформацию составляли 670°, 730°, 820°C в пределах ($\alpha+\beta$)-области фазовой диаграммы Zr-Nb, и 910°, 980°C в пределах β -области. Скорости деформации равнялись 0.1, 0.4, 0.7, 1.0 с⁻¹ при общей величине деформации 43÷47%. После деформации полученные образцы охлаждали в солевом растворе. Для рентгеновского изучения готовили три параллельных сечения каждого деформированного образца, расположенные вблизи поверхности, на четверти и на половине его высоты. Резку образцов осуществляли электроискровым методом.

Основными фазами в изделиях из изучаемого сплава Zr-2,5%Nb, являются α -Zr с кристаллической решеткой ГПУ и β -Zr (β -Nb) с кристаллической решеткой ОЦК. Относительное содержание фаз в сплаве в условиях деформации при повышенных температурах в значительной мере определяет особенности протекания этой деформации и свойства получаемых полуфабрикатов. Поскольку для исследуемых сплавов ширина температурного интервала ($\alpha+\beta$)-области, в котором фазовый состав сплавов меняется почти на 100%, составляет около 200°C, а изменение заданной температуры в пределах деформируемого объема как вследствие теплоотвода, так и вследствие дополнительного разогрева измеряется, по крайней мере, десятками градусов, любые суждения о реальном фазовом составе сплава в условиях деформации при температурах 600-850°C и о действующих при этом механизмах деформации представляются недостаточно обоснованными. В наибольшей мере это справедливо в случае рассмотрения деформации полномерных слитков, где значимые локальные отклонения от заданной температуры практически неизбежны.

Изучение механизмов пластической деформации циркониевых сплавов по текстуре деформации основывается на следующем принципе: действие кристаллографических механизмов деформации приводит к развитию в материале кристаллографической текстуры, тогда как активизация некристаллографических механизмов обуславливает ее рассеяние. При этом под кристаллографи-

ческими механизмами деформации подразумеваются скольжение или двойникование, проходящие по определенным кристаллографическим плоскостям и направлениям. Их действие сопряжено с закономерной переориентацией кристаллической решетки деформируемых зерен, конечным результатом которой оказывается формирование в материале кристаллографической текстуры, устойчивой по отношению к используемому виду деформации.

При измельчении зерна до субмикронных размеров, как это происходит при деформации в условиях фазового превращения или первичной рекристаллизации, затрудняется кристаллографическое скольжение в материале и может активизироваться механизм зернограничного проскальзывания, вызывающий размытие текстурных максимумов и ослабление кристаллографической текстуры материала. Зернограничное проскальзывание, развивающееся при участии диффузионных процессов в случае достаточно малых скоростей деформации, сопряжено со случайной переориентацией зерен, которая не регламентирована кристаллографически и поэтому не ведет к образованию определенной текстуры деформации, а напротив – вызывает рассеяние текстуры, сформировавшейся в материале ранее. В общем случае, когда в деформируемом материале действуют и кристаллографическое скольжение, и некристаллографическое зернограничное проскальзывание, его текстура испытывает взаимно противоположные воздействия.

Рентгеновское исследование образцов проводили на рентгеновских дифрактометрах ДРОН-3М и ДРОН-3, последний из которых снабжен автоматической текстурной приставкой. Использован комплекс компьютерных программ для накопления и обработки получаемых данных, включая обработку рентгеновского спектра, построение текстурных полюсных фигур и определение их параметров.

Проводилась дифрактометрическая съемка прямых полюсных фигур $\text{ПФ}(0001)_\alpha$, $\text{ПФ}\{11.0\}_\alpha$ и $\text{ПФ}\{001\}_\beta$ с угловым радиусом до 80° , 70° и 70° , соответственно. По $\text{ПФ}(0001)_\alpha$ определяли величины текстурных параметров, характеризующих развитие в образцах кристаллографически регламентирован-

ной деформации, а также зернограничного проскальзывания, вызывающего ослабление их текстуры. В числе этих параметров следующие:

(1) Интегральные текстурные параметры Кернса f_C , f_{R1} , f_{R2} , вычисляемые как проекции распределения полюсной плотности на ПФ(0001) $_{\alpha}$ на три взаимно перпендикулярные оси C, R1 и R2, параллельные, соответственно, направлению сжатия и осям эллипса, в который в результате деформации трансформировалось первоначально круговое сечение образца.

(2) Угловая ширина текстурных максимумов на ПФ(0001) $_{\alpha}$, измеренная вдоль радиуса ПФ на уровне, соответствующем 0.75 высоты ($W_{0.75}$).

(3) Объемная доля кристаллитов α -Zr, базисные оси которых ориентированы за пределами текстурных максимумов, то есть в пределах текстурных минимумов (v_{\min}). При этом предполагается, что граница между максимумами и минимумами на текстурной полюсной фигуре проходит по контуру, которому отвечает полюсная плотность p , равная 1. Если материал близок к бестекстурному состоянию, то по всей ПФ $p \approx 1$ и $v_{\min} \approx v_{\max} \approx 0.5$, тогда как при наличии текстуры $v_{\min} < 0.5$ и $v_{\max} > 0.5$.

Анализ текстуры образцов проводили при комнатной температуре, когда основной составляющей материала являлась α -фаза. В случае преимущественного протекания деформации в α -фазе наблюдаемая в образцах текстура α -Zr является непосредственным результатом деформации, тогда как в случае преимущественного протекания деформации в β -фазе наблюдаемая текстура α -Zr образуется при фазовом превращении $\beta \rightarrow \alpha$ в соответствии с ориентационным соотношением $\{011\}_{\beta} \parallel (0001)_{\alpha}$, $\langle 111 \rangle_{\beta} \parallel \langle 11.0 \rangle_{\alpha}$. Это соотношение определяет способ наследования α -фазой совершенных текстур деформации, развившихся в высокотемпературной β -фазе.

В настоящей работе процессы высокотемпературной деформации сплавов на основе Zr (Zr-2.5%Nb и Zr-1%Nb) реконструируются путем совместного анализа данных рентгеновских текстурных измерений (рис. 1), проводившихся после деформации при комнатной температуре, и кривых нагружения (рис. 2), измеренных в ходе одноосного сжатия. На рис. 1 показано характерное измене-

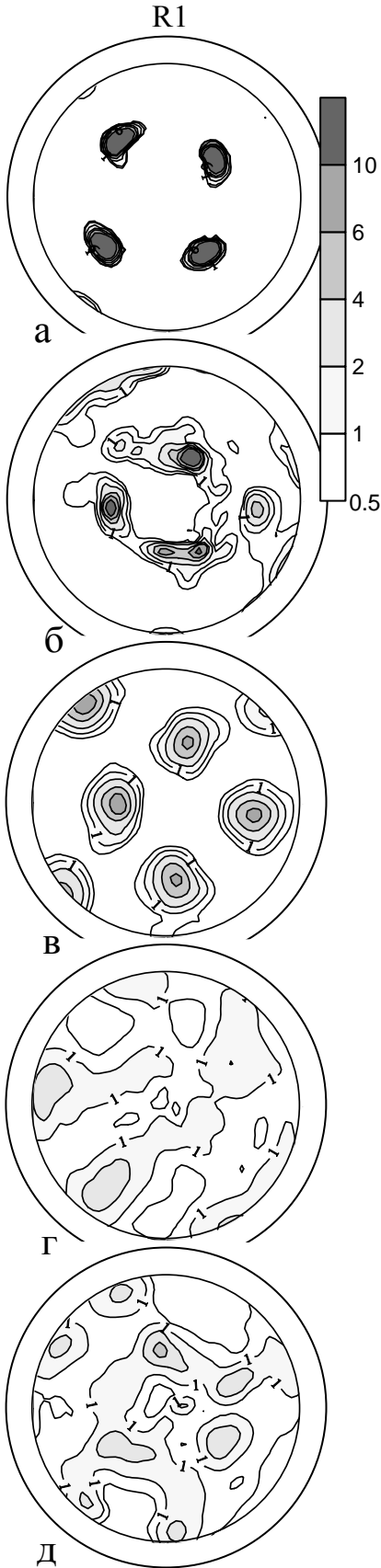


Рис. 1. Типичные ПФ (0001)_α для образцов, прессованных при температурах 980⁰ (а), 910⁰ (б), 820⁰ (в), 730⁰ (г) и 670⁰ (д).

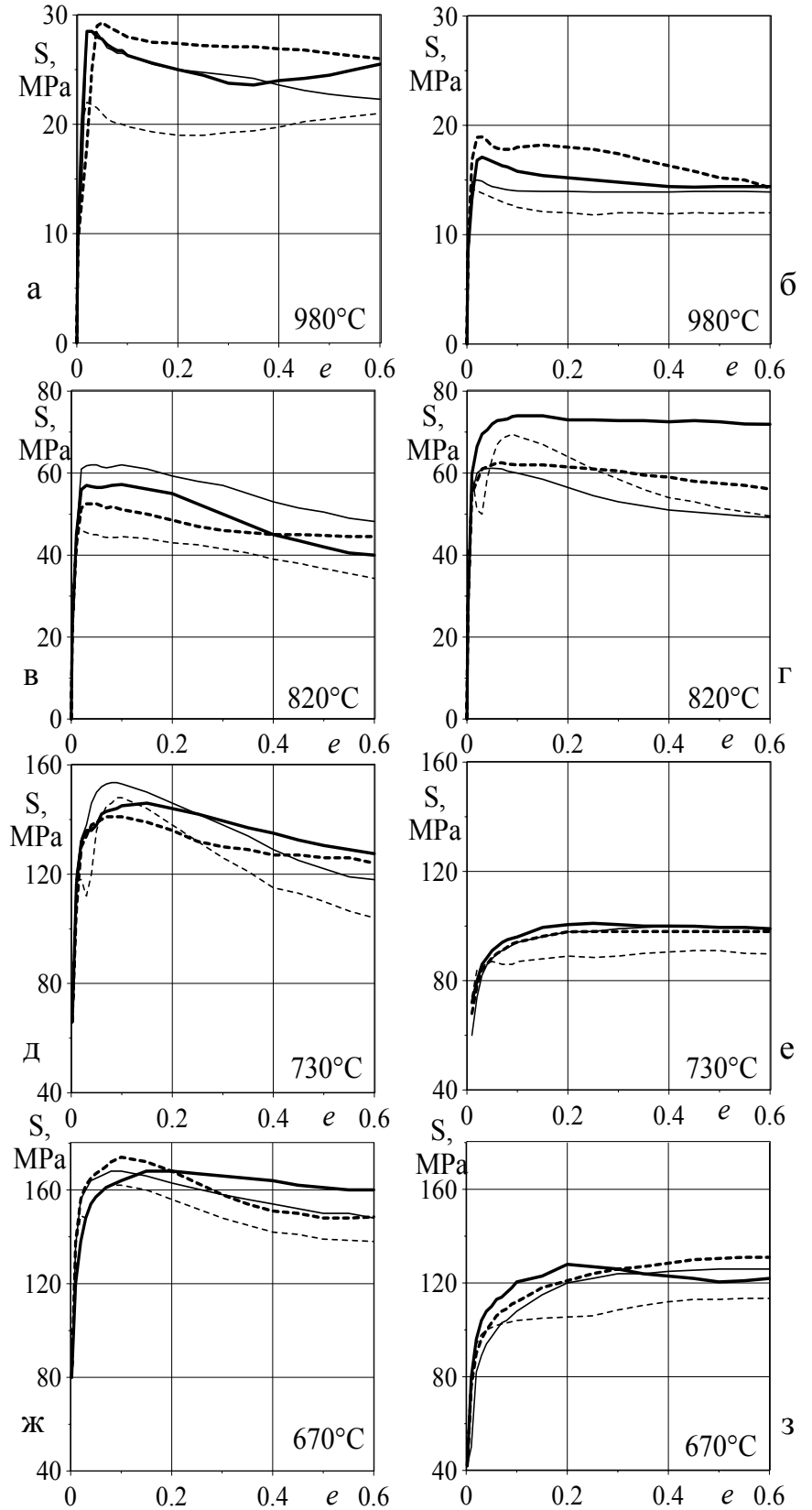


Рис. 2. Кривые напряжение-деформация для сплавов Zr-2.5%Nb (а, в, д, ж) и Zr-1%Nb (б, г, е, з), деформированных одноосным сжатием при температурах 980⁰С (а,б), 820⁰С (в,г), 730⁰С (д,е) и 670⁰С (ж,з).

----- $v=0.1\text{ c}^{-1}$; — $v=0.4\text{ c}^{-1}$;
 - - - $v=0.7\text{ c}^{-1}$; — $v=1.0\text{ c}^{-1}$.

ние текстуры сплава Zr-2.5%Nb при понижении температуры деформации. Все кривые деформации для образцов из сплава Zr-2.5%Nb приведены на рис. 2; там же для сравнения представлены аналогичные кривые для образцов из сплава Zr-1%Nb. На каждой из диаграмм показаны кривые деформации при какой-то одной температуре, при этом разные кривые соответствуют разным скоростям деформации. Диаграммы приведены в истинных величинах напряжений S и деформаций e .

Текстура исходных цилиндрических заготовок характеризуется отсутствием закономерностей, т.е. в пределах каждого образца ориентация матрицы α -Zr носит случайный характер и определяется локальной ориентацией крупных β -зерен в исходном слитке, из которого эти образцы были вырезаны.

При температурах β -области диаграммы состояний зерна β -Zr деформируются с минимальным упрочнением, вследствие чего текстура деформации β -фазы оказывается предельно совершенной, характеризующейся очень интенсивными текстурными максимумами (рис. 1-а). С направлением сжатия в зернах β -Zr, как это характерно для ОЦК-металлов, совпадают кристаллографические оси $\langle 001 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ и в отдельных случаях $\langle 011 \rangle$. Соответственным образом располагаются текстурные максимумы на ПФ(0001) $_{\alpha}$ для α -Zr, воспроизводя правильное расположение текстурных максимумов на исходной ПФ{011} для β -Zr, претерпевшего деформацию при температуре β -области (рис. 1а). При 910°C в сплаве Zr-2.5%Nb наблюдается дробление текстурных максимумов, которое указывает на протекание динамической рекристаллизации (рис. 1б). При этом, в результате образования в β -фазе новых мелких зерен оказывается возможным развитие межзеренного проскальзывания. Снижение температуры деформации β -фазы и фрагментация β -зерен сопряжены с относительным повышением их деформационного упрочнения, в результате чего сохранение ими симметричных устойчивых ориентаций затрудняется и текстура β -фазы становится более размытой (рис. 1в).

Если после $\beta \rightarrow \alpha$ превращения деформация продолжается в α -фазе, то симметричное расположение текстурных максимумов на ПФ(0001) $_{\alpha}$,

унаследованное от ПФ{011}_β, искажается вследствие последующей переориентации α-Zr. Однако, если максимумы на ПФ{011}_β отвечают связанным между собой одноименным нормалям <011>, принадлежащим одной и той же текстурной компоненте, то максимумы на производной ПФ(0001)_α взаимно независимы и принадлежат разным компонентам текстуры α-Zr, сформировавшейся в результате β→α превращения. Причем, кристаллиты α-Zr, принадлежащие различным текстурным компонентам, при деформации в α-области взаимно независимо поворачиваются в сторону устойчивых ориентаций, сохраняющихся неизменными благодаря сбалансированному действию различных систем скольжения.

В тех случаях, когда содержания α- и β-фаз в деформируемом образце оказываются сопоставимыми, а их зерна достаточно мелкодисперсны, оказывается заметным действие механизма взаимного перемещения кристаллитов по межфазным границам, задерживающего развитие четкой текстуры деформации или вызывающего резкое ослабление текстуры, сформировавшейся ранее (рис. 1 г). В контексте данной работы такой вариант протекания деформации представляет наибольший интерес.

При изучении текстуры образцов сплава Zr-2.5%Nb, деформированных при температурах нижней части (α+β)-области, обнаруживается, что, хотя при этих температурах фазовые превращения α→β→α охватывают лишь меньшую часть деформируемого объема, текстура α-Zr в объеме всего образца подобна текстуре деформации β-фазы при некотором взаимном смещении текстурных максимумов. Хотя при этих температурах деформация протекает преимущественно в α-фазе, в ряде случаев текстура α-Zr обнаруживает столь сильное размытие, как если бы деформация осуществлялась при активном участии зернограницного скольжения (рис. 1д).

Объяснить эти факты можно только на основе предположения, согласно которому в условиях пластической деформации температура фазового превращения снижается. Если в результате предварительной выдержки образца при температуре деформации в нем установилось некое фазовое равновесие, то

вследствие тепловыделения на участках первоначального скольжения в α -фазе локальная температура повышается по сравнению с номинальной, фазовое равновесие нарушается и образуется дополнительное количество β -фазы. По мере распространения деформации на весь объем α -фазы превращение $\alpha \rightarrow \beta$ интенсифицируется, так что в результате деформационного разогрева образца номинальная температура фазового превращения снижается.

В случае деформации при температурах $(\alpha+\beta)$ -области, и α -Zr, и β -Zr проявляют фазовую неустойчивость, вследствие чего оказываются возможными неоднократные фазовые переходы, сопряженные с дроблением кристаллитов и активизацией зернограничного проскальзывания.

Судя по величинам интегрального текстурного параметра f_C (рис. 3а), деформированные образцы из сплава Zr-2.5%Nb наиболее близки к бестекстурному состоянию после сжатия при 730°C со скоростями 0.1 и 0.4 с⁻¹, где наиболее развито зернограничное проскальзывание в сплаве Zr-2.5%Nb. Однако, величина параметра f_C определяется не только выраженностью текстуры, но и положением текстурных максимумов относительно оси сжатия С, поскольку при некотором положении максимумов на ПФ(0001)_α параметр f_C может иметь ту же величину, что и при отсутствии текстуры, то есть при равномерном распределении полюсной плотности. Поэтому для оценки выраженности текстуры, наряду с интегральными текстурными f -параметрами, удобно использовать параметр v_{\min} , характеризующий объемную долю зерен, которые принадлежат текстурным минимумам. По мере роста v_{\min} текстура ослабляется, то есть уменьшается высота текстурных максимумов и увеличивается их угловое размытие $W_{0.75}$.

Межзеренное проскальзывание тормозит развитие текстуры деформации, вызывает ее рассеяние, характеризуемое параметрами $W_{0.75}$ (рис. 3 в) и v_{\min} (рис. 3б), а в пределе приводит к появлению бестекстурной фракции. В первом приближении оба параметра обнаруживают взаимную корреляцию. С повышением температуры деформации в пределах $(\alpha+\beta)$ -области и выше имеет

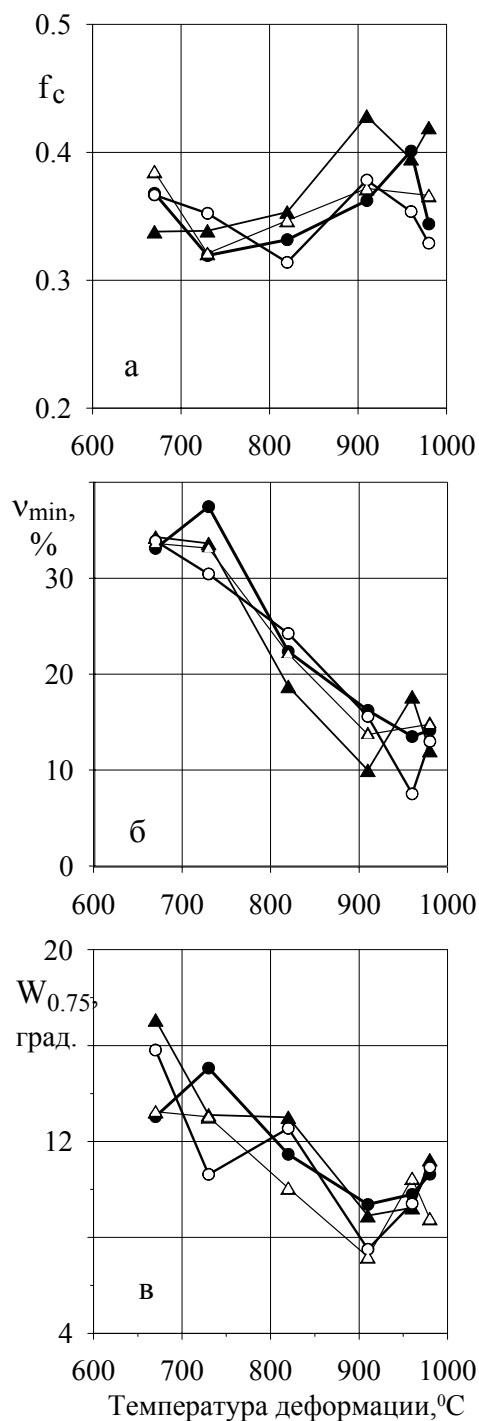


Рис. 3. Изменение параметров текстуры α -Zr при повышении температуры деформации. Графики соответствуют разным скоростям деформации:
 ● - $v = 0.1 \text{ c}^{-1}$; ○ - $v = 0.4 \text{ c}^{-1}$;
 ▲ - $v = 0.7 \text{ c}^{-1}$; △ - $v = 1.0 \text{ c}^{-1}$.

«напряжение – деформация» (рис. 2), поддаются четкой систематизации при учете текстур деформации (рис. 1), формирующихся в соответствующих образцах, и механизмов деформации, ответственных за их возникновение:

место значительное усиление текстуры образцов, когда возрастает вклад в деформацию кристаллографических механизмов, ответственных за формирование четкой текстуры, и уменьшается вклад механизмов некристаллографических, не ведущих к развитию текстуры или его тормозящих. Так, в сплаве Zr-2.5%Nb величина v_{\min} максимальна и равна 35% при 670°-730°C, а затем при переходе к 910°C резко падает ниже 20%.

Однородность деформации модельных образцов оценивали путем сравнения текстуры и структуры трех разных слоев. Установлено, что при активизации зернограничного скольжения деформация становится более однородной.

При 910°C наблюдается дробление текстурных максимумов, которое указывает на протекание динамической рекристаллизации. При этом, в результате образования новых мелких зёрен оказывается возможным развитие межзёренного проскальзывания, как и при фазовом превращении.

Особенности деформационного поведения сплавов Zr-2.5%Nb и Zr-1%Nb в условиях сжатия при температурах $(\alpha+\beta)$ - и β -областей, прослеживаемые по кривым

- сопоставление кривых «напряжение – деформация» для сплавов Zr-2.5%Nb и Zr-1%Nb свидетельствует, что при температурах β -области их относительное положение определяется разницей в содержании Nb, а при температурах ($\alpha+\beta$)-области – разницей в содержании β -фазы и соответствующей разницей в плотности границ и размере кристаллитов;
- характер перехода от упругой к пластической деформации определяется степенью совершенства кристаллографической текстуры материала, от которой зависит одновременность достижения критического сдвигового напряжения в различных зернах образца;
- протяженные горизонтальные участки на кривых «напряжение – деформация» обусловлены действием механизма взаимного перемещения зерен по границам в условиях $\alpha \rightarrow \beta$ фазового превращения или динамической рекристаллизации, сопряженным с ослаблением текстуры деформируемых образцов.
- увеличение скорости сжатия сопряжено с повышением деформирующего напряжения, которое может компенсироваться усилением деформационного разогрева, приводя к взаимному пересечению кривых «напряжение – деформация», построенных для разных скоростей сжатия.

Результаты изучения субструктуры образцов по форме рентгеновских линий и по величине микротвердости также позволяют уточнить детали высоко-температурных деформационных процессов, восстанавливаемых на основе текстурных данных. В частности, полуширина рентгеновских линий $B_{0.5}$ характеризует искаженность кристаллической решетки α -Zr, микротвердость H_{μ} определяется количеством межзеренных границ, параметры a , c и объем элементарной ячейки V_{α} зависят от содержания в решетке дефектов и Nb. Температурные зависимости $B_{1/2}(t)$ отражают величину закалочных эффектов (рис. 4). И полуширины рентгеновских линий, и микротвердость в случае сплава Zr-2.5%Nb всегда выше, чем для сплава Zr-1%Nb. Последнее обусловлено более высоким содержанием Nb в сплаве Zr-2.5%Nb и более высоким содержанием β -фазы. В закаленных образцах тенденция к выделению β -фазы из пересыщенного α' -раствора приводит к появлению когерентных

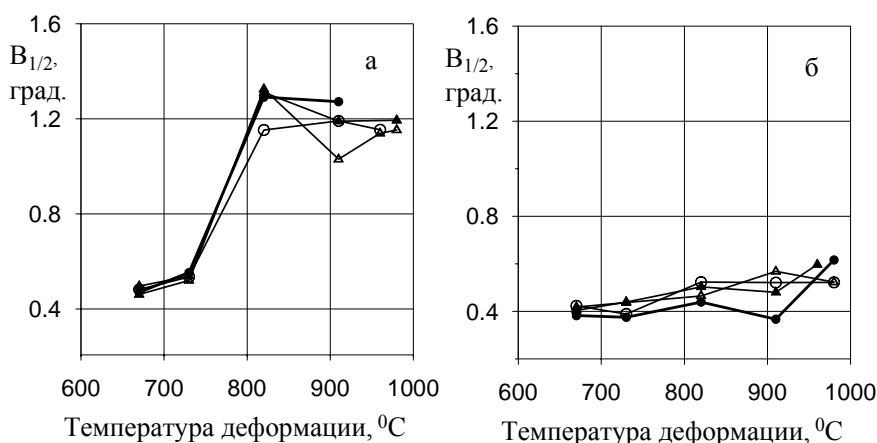


Рис. 4. Зависимость ширины рентгеновской линии (21.3) $B_{1/2}$ образцов из сплавов Zr-2.5%Nb (а) и Zr-1%Nb (б) от температуры деформации при её разных скоростях:
 • - $v = 0.1 \text{ c}^{-1}$; ○ - $v = 0.4 \text{ c}^{-1}$; ▲ - $v = 0.7 \text{ c}^{-1}$; △ - $v = 1.0 \text{ c}^{-1}$.

предвыделений и связанных с ними полей упругих напряжений. С увеличением содержания Nb в сплаве эти процессы усиливаются.

Все кривые $B_{1/2}(t)$ характеризуются наличием максимума

при 820°C , который у сплава Zr-2.5%Nb выражен значительно более резко, чем у сплава Zr-1%Nb. Резкий рост ширины рентгеновских линий при увеличении температуры деформации и закалки до 820°C показывает, что фактором, определяющим ширину линий закаленного сплава, является пересыщение α' -матрицы атомами Nb и связанные с этим обстоятельством процессы, отмеченные выше. В случае сплава Zr-1%Nb это пересыщение относительно мало. Падение полуширины рентгеновской линии, наблюдаемое во многих случаях при переходе к температуре деформации 910°C , однозначно указывает на ослабление закалочных эффектов, то есть на уменьшение содержания Nb в α' -фазе. Это может быть связано только с развитием динамической рекристаллизации при температурах β -области, выявленной при изучении текстуры. Протекание динамической рекристаллизации сопряжено с измельчением зерен и увеличением плотности межзеренных границ, что при закалке сказывается на субструктуре α' -матрицы. Наличие близких границ способствует релаксации упругих напряжений, обусловленных предвыделениями β -фазы, и предоставляет дополнительные места для атомов Nb, где их нахождение является менее конфликтным.

При температурах β -области после более или менее четкого минимума у сплава Zr-1%Nb чаще наблюдается увеличение $B_{1/2}$, чем у сплава Zr-2.5%Nb. Эта особенность обусловлена усилением закалочных эффектов в случае

интенсивного роста β -зерен при высокой температуре деформации, когда такой рост сильнее сказывается на микроструктуре матрицы, чем динамическая рекристаллизация. Причем, в сплаве $Zr-1\%Nb$ рост зерен в β -фазе облегчен по сравнению со сплавом $Zr-2.5\%Nb$, где повышенное содержание Nb вносит в решетку определенные искажения и такому росту препятствует.

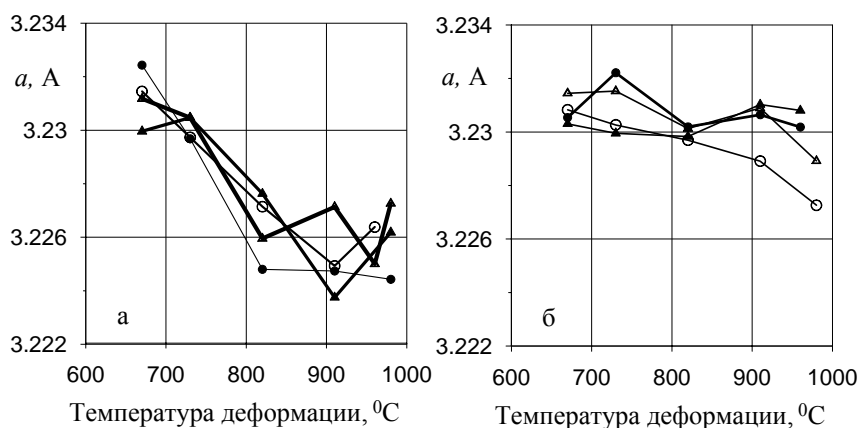


Рис. 5. Изменение параметра a кристаллической решётки образцов из сплавов $Zr-2.5\%Nb$ (а) и $Zr-1\%Nb$ (б) в зависимости от температуры деформации при её разных скоростях:
 ● - $v = 0.1 \text{ c}^{-1}$; ○ - $v = 0.4 \text{ c}^{-1}$; ▲ - $v = 0.7 \text{ c}^{-1}$; △ - $v = 1.0 \text{ c}^{-1}$.

Общая тенденция изменения параметров решетки в закаленных образцах сплава $Zr-2.5\%Nb$ в зависимости от температуры их предшествующей деформации состоит в том, что и параметр a , и параметр c , и объем элементарной ячейки

V практически монотонно падают с повышением температуры деформации, по крайней мере, в пределах $(\alpha+\beta)$ -области (рис. 5). Это связано с тем, что Nb характеризуется меньшим ионным радиусом, чем Zr – 1.426 Å и 1.616 Å, соответственно. Наблюдаемое уменьшение параметра a (рис. 6) от 3.232 Å при закалке с 670°C до 3.224 Å при закалке с 820°C в случае скорости деформации 0.1 c^{-1} обусловлено пересыщением решетки α -Zr ионами Nb; причем, минимальное значение параметра a отвечает содержанию Nb в количестве 2.5%. Неизменность величины a при всех температурах деформации сплава $Zr-2.5\%Nb$ в пределах β -области в случае скорости деформации 0.1 c^{-1} свидетельствует о том, что при указанных температурах закалки весь содержащийся в сплаве Nb переходит в α (α')-фазу.

С увеличением скорости деформации процесс насыщения решетки атомами Nb как бы смещается к более высоким температурам (рис. 5а). Так может быть в том случае, если часть атомов Nb находится не в решетке β - или α -фазы, а на

дефектах, в непосредственной близости от которых решетка сильно искажена и не участвует в формировании центральной части рентгеновской линии. Такими дефектами являются и отдельные дислокации, и, особенно, границы. Повышение скорости деформации сопряжено с необходимостью повышения плотности свободных дислокаций, а также способствует образованию дополнительных кристаллитов β -фазы и, тем самым, дополнительных межфазных границ, способных удерживать атомы Nb. Если в β -фазе эти атомы «сидят» на дислокациях или границах, то и при переходе к α' -фазе они окажутся в аналогичных позициях. Дальнейшее увеличение температуры деформации способно компенсировать влияние повышенной скорости деформации на дефектность кристаллической решетки β -фазы и, тем самым, уменьшить число альтернативных мест нахождения атомов Nb, и при закалке образца эта особенность решетки β -фазы наследуется α' -фазой.

Рассмотрение влияния межзеренного проскальзывания при температурах $(\alpha+\beta)$ - и β -областей диаграммы состояний Zr-Nb на параметры рентгеновских линий, регистрируемых после охлаждения деформированных образцов, сводится к рассмотрению закалочных эффектов в мелкодисперсной структуре.

При охлаждении с температур нижней части $(\alpha+\beta)$ -области закалочные эффекты заметны лишь по их влиянию на межплоскостные расстояния и почти не сказываются на ширине рентгеновских линий. Выявлена четкая тенденция (рис. 6), согласно которой между параметрами элементарной ячейки a и V закалочной α' -фазы и полуширинами ее рентгеновских линий $B_{1/2}$ существует корреляция, состоящая в том, что с уменьшением параметров a и V полуширины $B_{1/2}$

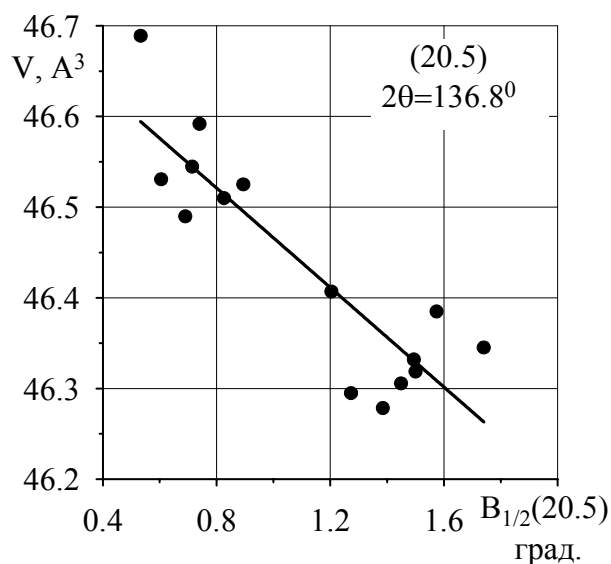


Рис. 6. Корреляция полуширины рентгеновской линии (20.5) с объёмом кристаллической решётки V α' -фазы деформированных образцов из сплава Zr-2.5%Nb.

растут, поскольку повышение содержания Nb в α' -фазе усиливает ее неравновесность, ускоряя образование когерентных частиц β -фазы, вызывающих возникновение полей микронапряжений.

В данной работе впервые применительно к сплаву Zr-2.5%Nb проведено систематическое изучение текстурообразования в β -фазе в условиях одноосного сжатия при температурах $(\alpha+\beta)$ - и β -областей диаграммы состояний Zr-Nb. На рис. 8 показано изменение текстуры β -фазы при повышении температуры деформации. В случае действия кристаллографического скольжения текстурообразование в β -фазе следует закономерностям (рис. 8 в), характерным для ОЦК-металлов, тогда как при температурах деформационно-индуцированного $\alpha \rightarrow \beta$ превращения и динамической рекристаллизации текстура β -фазы ослабляется (рис. 8а) и утрачивает регулярность (рис. 8 д).

Текстура деформации β -фазы не вполне совпадает с производной текстурой α' -фазы и содержит дополнительные второстепенные компоненты, в текстуре α' -фазы отсутствующие. Это свидетельствует, что при $\beta \rightarrow \alpha'$ превращении происходит определенное «подстраивание» по ориентации второстепенных фракций к более крупным структурным составляющим.

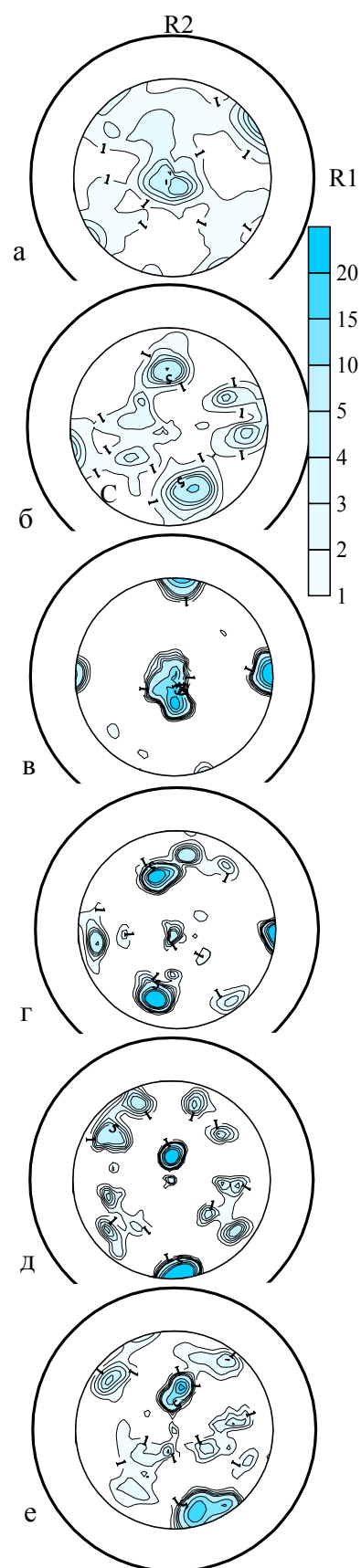


Рис. 8. Изменение ПФ $\{001\}$ β -фазы при повышении температуры деформации: а) 670; б) 730; в) 820; г) 910; д) 960; е) 980 °С.

Основные выводы

- (1) Впервые проведено систематическое рентгеновское изучение формирования текстуры и структуры в сплаве Zr-2.5%Nb при деформации модельных образцов одноосным сжатием при температурах ($\alpha+\beta$)- и β -областей диаграммы состояний Zr-Nb с разными скоростями. Выявлены деформационные механизмы, действующие в сплаве при разных температурно-скоростных режимах сжатия.
- (2) При использовании текстуры сжатия в качестве индикатора действовавших деформационных механизмов установлено, что при температурах ($\alpha+\beta$)- и β -областей пластическая деформация сплава Zr-2.5%Nb осуществляется кристаллографическим скольжением в зернах α -Zr и β -Zr, а также зернограничным проскальзыванием в условиях $\alpha\leftrightarrow\beta$ фазовых превращений и динамической рекристаллизации β -фазы.
- (3) В случае деформации при температурах ($\alpha+\beta$)-области α -Zr и β -Zr проявляют фазовую неустойчивость, вследствие чего оказываются возможными неоднократные фазовые переходы, сопряженные с дроблением кристаллитов и активизацией зернограничного проскальзывания.
- (4) Зернограничное проскальзывание приводит к рассеянию текстуры и в сплаве Zr-2.5%Nb развито сильнее всего при температурах деформации 670° и 730°С.
- (5) При температурах деформации 910°-980°С в сплаве Zr-2.5%Nb развивается динамическая рекристаллизация β -фазы, приводящая к дроблению β -зерен, что способствует формированию аксиальной текстуры и активизации межзеренного проскальзывания, как и при фазовом превращении.
- (6) При учете текстуры образцов и механизмов деформации, ответственных за ее возникновение, систематизировано деформационное поведение сплава в условиях сжатия при температурах ($\alpha+\beta$)- и β -областей, прослеживаемое по особенностям кривых «напряжение – деформация», в числе которых уровень напряжений, характер перехода от упругой деформации к пластической, вы-

раженность зуба текучести, наличие участков упрочнения и разупрочнения, протяженность горизонтального участка, влияние скорости деформации.

- (7) Закалка образцов сплава Zr-2.5%Nb с температуры их деформации приводит к тем большему пересыщению образующейся α' -фазы атомами Nb, чем выше содержание β -фазы в сплаве при температуре деформации. Оценка максимального превышения содержания Nb в закалочной α' -фазе над равновесным содержанием для сплавов Zr с 2.5% и 1%Nb по уменьшению объема элементарной ячейки α -Zr дает величины ~ 2.0 и ~ 0.6 ат.%, соответственно, что удовлетворительно согласуется с диаграммой состояний.
- (8) Между параметрами элементарной ячейки a и V закалочной α' -фазы и полуширинами ее рентгеновских линий $V_{1/2}$ существует корреляция, состоящая в том, что с уменьшением параметров a и V полуширины $V_{1/2}$ растут, поскольку повышение содержания Nb в α' -фазе усиливает ее неравновесность, ускоряя образование когерентных частиц β -фазы, вызывающих возникновение полей микронапряжений.
- (9) Впервые изучена текстура деформации β -фазы в сплаве Zr-2.5%Nb. В случае действия кристаллографического скольжения образование текстуры в β -фазе подчиняется закономерностям, характерным для ОЦК-металлов, тогда как при температурах деформационно-индуцированного $\alpha \rightarrow \beta$ превращения и динамической рекристаллизации текстура β -фазы ослабляется и утрачивает регулярность.

Основные публикации по теме диссертации.

1. Механизмы пластической деформации промышленных сплавов на основе Zr в условиях одноосного сжатия / Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Тан Зо Тхайк и др. // В сборнике научных трудов: Научная сессия МИФИ-2005. М.: МИФИ, том 9, 88-89.
2. Взаимосвязь пластической деформации и фазовых превращений в сплавах на основе циркония в процессековки по различным температурным режимам. / Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Тан Зо Тхайк и др. // В сборнике статей по материалам Первой международной конференции «Деформация и разрушение материалов», ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, Москва, 2006, с. 255-259.

3. Механизмы пластической деформации сплавов на основе циркония в условиях одноосного сжатия при различных температурно-скоростных режимах. / Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Тан Зо Тхайк и др. // ФММ, 2006, том 102, № 6, с. 683-692.
4. Текстуροобразование в сплаве Zr-1%Nb при деформации сжатием по различным температурно-скоростным режимам. / Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Тан Зо Тхайк и др. // В сборнике научных трудов: Научная сессия МИФИ-2005. М.: МИФИ, том 9, 114-115.
5. Взаимодействие пластической деформации и фазовых превращений в сплавах на основе циркония / Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Тан Зо Тхайк и др. // В сборнике научных трудов: Научная сессия МИФИ-2006. М.: МИФИ, том 9, 89-90.
6. Plastic Deformation of Zr-based Alloys at Temperatures of Phase Transformations. / M. Isaenkova, Yu. Perlovich, Thant Zaw Htike et al. // Fundamentals of Deformation and Annealing, 5th-7th Sept. 2006, Abstracts, The University of Manchester, p. 46.
7. Реконструкция процесса деформации циркониевых сплавов по особенностям кривых нагружения для случая одноосного сжатия при высоких температурах: эксперимент и моделирование. / Перлович Ю.А., Исаенкова М.Г., Тан Зо Тхайк и др. // В сборнике научных трудов: Научная сессия МИФИ-2007, М: МИФИ, том 9, 57-58.
8. Plastic Deformation of Zr-based Alloys at Temperatures of Phase Transformations. / M. Isaenkova, Yu. Perlovich, Thant Zaw Htike et al. // Material Science Forum, v. 550, 2007, pp. 637-642.
9. Mechanisms of Plastic Deformation of Zirconium-Based Alloys upon Uniaxial Compression under Different Temperature-Rate Conditions. / M. Isaenkova, Yu. Perlovich, Thant Zaw Htike et al. // The Physics of Metals and Metallography, 2006, vol. 102, N 6, pp. 637-645.