

## ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА Zr-1%Nb

*С.Д. Лавриненко, О.М. Ивасишин\*, И.Н. Бутенко, Н.Н. Пилипенко,  
П.Е. Марковский\*, Ю.В. Матвийчук\**

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
Харьков, Украина*

*E-mail: slavrinenko@kipt.kharkov.ua*

*\*Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины,  
Киев, Украина*

*E-mail: ivas@imp.kiev.ua*

Проведено систематическое исследование влияния различных режимов термомеханической обработки (ТМО), выполняемой ковкой и прокаткой сплава Zr-1%Nb, полученного методом двойного вакуумно-дугового переплава, на эволюции его фазового состава, микроструктуры, кристаллографической текстуры и комплекса механических свойств. Результаты сравнивали с данными, полученными ранее для условий прямой (без предварительнойковки) прокатки. Сравнительный анализ проводили также с использованием статистических данных об однородности материала, полученных методами измерения микротвердости просвечивающей электронной микроскопии. В результате было установлено, что наилучшее сочетание механических свойств, кристаллографической текстуры и однородности материала обеспечивается в тех случаях, когда ТМО проводится последовательно при температурах однофазной  $\beta$ , а затем, двухфазной  $\alpha+\beta$ -областями, причем, между первой и второй стадиями должна производиться обработка на твердый  $\beta$ -раствор с закалкой в воду. Также установлено, что использование в качестве первой стадии деформации  $\beta$ -ковки обеспечивает лучшие конечные результаты по сравнению с прокаткой при тех же температурах.

### ВВЕДЕНИЕ

Термомеханическая обработка (ТМО) является одной из важнейших операций в технологии производства изделий из сплава Zr-1%Nb, входящих в состав тепловыделяющих сборок и активных зон атомных реакторов типа ВВЭР [1], поскольку именно эта обработка определяет структуру, фазовый состав и, как результат – весь комплекс физико-механических свойств материала. В ранее выполненной нами работе [2] было показано, что ТМО данного сплава, полученного методом двойного вакуумно-дугового переплава, выполняемая прямой прокаткой, позволяет оказывать целенаправленное влияние на структурно-фазовое состояние, кристаллографическую текстуру и баланс механических свойств за счет оптимизации температурно-силовых условий обработки. Однако, учитывая, что исходный слиток перед ТМО имеет значительные геометрические размеры, неизбежной технологической операцией является применение перед прокаткой предварительнойковки [3]. Поскольку температурно-силовые условия такой ТМО значительным образом отличаются от аналогичных характеристик прокатки, то целью настоящей работы являлось исследование влияния предварительнойковки исходного литого образца на эволюцию микроструктуры, кристаллографической текстуры и механических свойств сплава Zr-1%Nb при последующей прокатке по различным (ранее опробованным) режимам.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА

Исследования были проведены на образце сплава Zr-1%Nb, представлявшем собой  $\frac{1}{4}$  часть горизонтального темплета толщиной 50 мм, вырезанного из слитка диаметром 200 мм (рис. 1,а\*). Образец нагревали до температуры 1000 °С с изотермической выдержкой 1 ч, после чего подвергали всесторонней ковке до получения промежуточной цилиндрической заготовки диаметром 32 мм (см. рис. 1,б). Из полученной заготовки были вырезаны образцы в трех местах: по обоим краям и в центре, которые подвергались исследованиям микроструктуры и кристаллографической текстуры. Полученные при вырезке этих образцов два полуфабриката прокатывали в ручьевых валках до получения прутков диаметром 12 мм (см. рис. 1,в) по режимам аналогичным тем, что были использованы в предыдущей работе [2], а именно:

1) прямая прокатка прокованного образца при 800 °С (обозначенная в дальнейшем как ТМО4);

2) промежуточная обработка (нагрев в печи при 1050 °С 1 ч, закалка в воду) с последующей прокаткой при 800 °С (ТМО5).

Микроструктуру исследовали стандартным металлографическим методом на оптическом микроскопе Olympus LX70 (световая микроскопия – СМ) и просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEOL CX-20000 (просвечивающая электронная микроскопия – ПЭМ). Фазовый состав анализировали на рентгеновском дифрактометре STA-

\* Все рисунки даны в Приложении к статье.

DI, а кристаллографическую текстуру – на дифрактометре ДРОН-3.0 с текстурной приставкой, разработанной и изготовленной в ИМФ НАН Украины [4]. Механические свойства измеряли при растяжении на цилиндрических образцах с диаметром рабочей части 4 мм согласно стандарту ASTM E8-7a на разрывной машине INSTRON 3367.

Результаты исследований сравнивали с данными, полученными ранее для этого же исходного материала, но при прямой прокатке литых образцов [2] по следующему режимам:

- ТМО1 – высокотемпературный отжиг при температуре однофазной  $\beta$ -области (1050 °С, 1 ч) с последующей закалкой в воду, последующей деформацией сначала при температуре 900 °С, а затем при – 800 °С;

- ТМО2 – прямая прокатка при температуре 800 °С;

- ТМО3 – прямая прокатка при температуре 1050 °С.

Суммарная деформация во всех случаях составляла 88 %.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

### Микроструктура и кристаллографическая текстура

Типичная микроструктура образцов послековки для трех указанных выше мест вырезки, приведена на рис. 2. Из сравнения приведенных микроструктур видно, что фактически независимо от анализируемого места, микроструктура представляет собой значительно измельченные по сравнению с исходным литым состоянием (см. рис. 1 в работе [2]) первичные  $\beta$ -зерна, вытянутые вдоль продольной оси ковальной заготовки, т. е. вдоль направления течения металла. Соответственно заметно меньшими были и геометрические размеры пластин внутризеренной  $\alpha$ -фазы, что, очевидно, является результатом более быстрого, по сравнению со слитком, охлаждения поковки от температур однофазной  $\beta$ -области. Иначе говоря, применениековки позволило существенно измельчить как зеренную, так внутризеренную

структуру по сравнению с исходным литым состоянием.

Текстура для двух крайних мест ковальной заготовки, т. е. краев, где деформация была минимальной и максимальной, приведена на рис. 3. Для нее в обоих случаях характерным является следующее: значительная неоднородность в распределении полюсной плотности и возрастание остроты текстуры с увеличением степени пластической деформации.

Последующая прокатка ковальной заготовки по режимам ТМО4 и ТМО5 привела к формированию достаточно проработанной и трансформированной в высокодисперсную, близкую к равноосной (глобулярной), микроструктуру (рис. 4). На уровне разрешения, обеспечиваемого СМ, принципиального различия между этими двумя микроструктурными состояниями выявлено не было. В то же время текстурные характеристики этих состояний (см. рис. 5) значительно отличались как от состояния послековки (см. рис. 3), так и структур, полученных прямой прокаткой (см. данные, приведенные в работе [2]). При этом следует отдельно подчеркнуть, что наиболее однородная кристаллографическая текстура призматического типа из всех ранее полученных как в данной работе, так и предыдущей [2], реализуется послековки, обработки на твердый раствор, закалки и прокатки при температуре двухфазной  $\alpha+\beta$ -области (см. рис. 5,б). Именно текстура подобного типа, как было отмечено в [5], является наиболее предпочтительной для материала, работающего в конструкциях тепловыделяющих сборок.

### Механические свойства

Механические свойства исследованных в настоящей работе образцов приведены в таблице, как ТМО4 (прямая прокатка послековки) и ТМО5 (прокатка после промежуточной обработки на твердый раствор и закалки). Для сравнения приведены результаты, полученные ранее [2] для образцов, изготовленных прокаткой литого состояния: ТМО1, ТМО2 и ТМО3.

Механические свойства на растяжение сплава Zr-1%Nb после исследуемых обработок

Состояние	Механические характеристики							
	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$S_k$ , МПа	$\delta_{равн}$ , %	$\delta_{общ}$ , %	$\psi$ , %	H, МПа	$\eta$ , %
ТМО1	344	456	909	12,6	31,5	64,5	1750	4,1
ТМО2	316	486	795	13,8	29,5	55,1	1700	6,6
ТМО3	365	477	615	6,8	19,6	47,4	2120	10,9
ТМО4	330	491	921	13,4	31,2	60,1	1830	4,7
ТМО5	351	517	922	11,9	27,6	61	1870	4,3

При сравнительном анализе этих данных, прежде всего, обращают на себя внимание более высокие значения всех характеристик прочности образцов, прошедших ТМО4 и ТМО5. Влияние именноковки можно проследить, сравнивая попарно следующие состояния: ТМО2 с ТМО4, и ТМО1 с ТМО5. Из сравнения первой пары видно, что предварительнаяковка перед прокаткой при 800 °С приводит к по-

вышению пределов текучести и прочности всего на 3...4 %, тогда как напряжение разрыва  $S_k$  увеличивается на 16 %; пластические характеристики при этом изменяются разнонаправленно и незначительно. Похожий эффект наблюдается и в случае использования перед прокаткой промежуточной обработки на твердый  $\beta$ -раствор и закалки (ТМО1 и ТМО5), которая согласно [6] способствует раство-

рению внутризеренной  $\alpha$ -фазы, тем самым нивелируя наследственную связь с исходным литым состоянием. Таким образом, можно заключить, что предварительная ковка заметно повышает прочностные характеристики сплава Zr-1%Nb, что, вероятно, обусловлено повышением относительного количества дефектов кристаллического строения, вносимых при более интенсивном и «жестком» виде деформации, каким является ковка.

## ОБСУЖДЕНИЕ

Как видно из приведенных выше результатов, наилучшим сочетанием микроструктуры, кристаллографической текстуры и механических свойств сплав Zr-1%Nb характеризуется в состояниях, полученных деформацией после промежуточной обработки на твердый раствор и закалки. Как уже упоминалось выше, такая обработка устраняет наследственное влияние внутризеренного строения  $\alpha$ -фазы в исходной литой структуре на конечную микроструктуру сплава. Для объяснения этого факта было проведено дополнительное измерение микротвердости образцов с целью набора данных, достаточных для статистического анализа. Для каждого состояния выполнялось не менее 180 измерений по всему полю образца. Из приведенных в таблице результатов видно, что усредненное значение микротвердости (H) хорошо коррелирует с величиной предела текучести образцов, имеющих различное структурное состояние. Однако наиболее интересным является тот факт, что величина разброса данной характеристики ( $\eta$ ) является наименьшей для структурных состояний, полученных именно теми обработками, которые включали промежуточную обработку на твердый раствор и закалку в воду – ТМО1, ТМО4 и ТМО5. Это значит, что эти структурные состояния, имеющие помимо наилучшего баланса характеристик прочности и пластичности, являются и наиболее однородными.

Подобный вывод подтверждается и данными электронно-микроскопических исследований. После прямой прокатки по режиму ТМО2 в образцах даже в пределах участков, расположенных друг от друга на расстоянии нескольких миллиметров, наблюдали участки, сильно отличающиеся как формой, так и дисперсностью частиц  $\alpha$ -фазы (рис. 6,б и в). Микроструктура образцов, прошедших ТМО3, вследствие того, что деформация проходила при температуре однофазной  $\beta$ -области и  $\alpha$ -фаза формировалась уже в процессе охлаждения после прокатки, характеризовалась пакетным пластинчатым строением (см. рис. 6,г). В то же время образцы сплава Zr-1%Nb после ТМО1 (см. рис. 6,а), ТМО4 (см. рис. 6,д) и ТМО5 (см. рис. 6,е) характеризовались достаточно однородной и дисперсной  $\alpha$ -фазой, близкой к равноосной морфологии.

Выявить вкладковки на изменения кристаллографической текстуры материала довольно сложно, поскольку, во-первых, в различных участках поковки степень деформации была различной и, во-вторых, в зависимости от формы и размеров исходного темплета к различным его частям применялись также различные направления приложения дефор-

мирующих усилий. Совокупность этих факторов и обуславливает практическую сложность описания процесса деформации исследуемого сплава и формирования его кристаллографической текстуры при ковке. Тем не менее, можно утверждать, что предварительное измельчение ковкой как  $\beta$ -зеренной, так и внутризеренной структуры является фактором, способствующим при последующей прокатке более интенсивному измельчению и лучшей глобуляризации  $\alpha$ -фазы.

Учитывая всю совокупность структурных, текстурных и механических характеристик образцов, прошедших термомеханическую обработку, можно заключить, что наилучшим сочетанием структуры (морфологии, дисперсности и однородности) кристаллографической текстуры и свойств сплав Zr-1%Nb обладает в состоянии, подвергнутом ковке, обработке на твердый раствор с закалкой и прокатке при температурах верхней части двухфазной  $\alpha+\beta$ -области.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Применениековки в качестве первой стадии горячей деформации при температурах однофазной  $\beta$ -областиковки обеспечивает при последующей прокатке более интенсивное и полное измельчение  $\alpha$ -фазы в сплаве Zr-1%Nb.

Для получения в сплаве Zr-1%Nb наиболее однородной и дисперсной равноосной структуры  $\alpha$ -фазы, которая будет характеризоваться однородной кристаллографической текстурой призматического типа и наилучшим сочетанием механических характеристик, литой материал следует подвергать следующим обработкам:

- ковке с нагрева до температур однофазной  $\beta$ -области для измельчения крупнозернистого строения литого материала;

- обработке на твердый  $\beta$ -раствор путем кратковременного (для предотвращения значительного роста зеренной структуры) нагрева до температур однофазной  $\beta$ -области с последующей закалкой для получения наиболее дисперсного внутризеренного строения;

- прокатке при температурах верхней части двухфазной  $\alpha+\beta$ -области для формирования в процессе динамической рекристаллизации максимально трансформированной в однородную дисперсную и равноосную микроструктуры с кристаллографической текстурой заданного типа.

## ЛИТЕРАТУРА

1. В.М. Ажажа, Б.В. Борц, І.М. Бутенко та інш. Виробництво партії трубних заготовок трекс-труб та виготовлення дослідно-промислової партії твельних труб зі сплаву Zr-1Nb із вітчизняної сировини // *Наука та інновації*. 2006, т. 2, №6, с. 18-30.
2. В.М. Ажажа, О.М. Івасишин, І.Н. Бутенко, П.Е. Марковский, Ю.В. Матвейчук, А.В. Теруков. Влияние режимов термомеханической обработки на структуру, кристаллографическую текстуру и механические свойства сплава Zr-1Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Ва-*

- куум, чистые материалы, сверхпроводники». 2009, №6, с. 194-201.
3. А.К. Шиков, В.М. Аржакова, В.В. Рождественский. Современное состояние производства циркониевых сплавов // *Титан*. 2005, №1, с. 34-39.
  4. В.Н. Днепренко, А.М. Кац, Л.Н. Ларинов, А.М. Обермоков, В.В. Петьков. Автоматический комплекс для исследования текстур с расширенными методическими возможностями // *Заводская лаборатория*. 1988, №12, с. 55-59.
  5. Д. Дуглас. *Металловедение циркония* // Пер. с англ. М.: «Атомиздат», 1975, 360 с.
  6. G. Lutjering and J.C. Williams // *Titanium*. Springer, 2003, 289 p.

*Статья поступила в редакцию 27.07.2011 г.*

## **ВПЛИВ РЕЖИМІВ ТЕРМОМЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ НА ФОРМУВАННЯ МІКРОСТРУКТУРИ, КРИСТАЛОГРАФІЧНОЇ ТЕКСТУРИ І МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СПЛАВУ Zr-1%Nb**

*С.Д. Лавриненко, О.М. Івасишин, І.М. Бутенко, М.М. Пилипенко, П.Є. Марковський, Ю.В. Матвійчук*

Проведено систематичне дослідження впливу різних режимів термомеханічної обробки (ТМО), яка виконувалася куванням і прокатуванням сплаву Zr-1%Nb, отриманого методом подвійного вакуумно-дугового переплавлення, на еволюції його фазового складу, мікроструктури, кристалографічної текстури і комплексу механічних властивостей. Результати порівнювали з даними, що були отримані раніше для умов прямого (без попереднього кування) прокатування. Порівняльний аналіз проводили також із використанням статистичних даних щодо однорідності матеріалу, отриманих методом вимірювання мікротвердості і за рахунок дослідження тонкої мікроструктури з використанням просвічуючої електронної мікроскопії. В результаті було встановлено, що найкраще поєднання механічних характеристик, кристалографічної текстури і однорідності матеріалу забезпечується у тих випадках, коли ТМО проводиться послідовно при температурах однофазної  $\beta$ , а потім, двофазної  $\alpha+\beta$ -областей, причому між першою і другою стадіями деформації виконують обробку на твердий  $\beta$ -розчин із гартуванням у воду. Також встановлено, що при використанні на першій стадії деформаційної обробки  $\beta$ -кування забезпечує кращі кінцеві результати порівняно із прокатуванням при тій же температурі.

## **INFLUENCE OF THERMOMECHANICAL TREATMENT REGIMES ON FORMATION OF MICROSTRUCTURE, CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Zr-1%Nb ALLOY**

*S.D. Lavrinenko, O.M. Ivasishin, I.N. Butenko, M.M. Pylypenko, P.E. Markovsky, Yu.V. Matviychuk*

Systematic study of different regimes of thermomechanical processing performed employing forging and rolling of Zr-1%Nb alloy melted with double Vacuum Arc Remelting approach on evolution of its' microstructure, crystallographic texture and mechanical properties was performed. Results were compared with earlier obtained for conditions of direct (without primary forging) rolling data. Comparative analysis was done also employing statistic data on material uniformity obtained with microhardness measurements as well as Transmission Electron Microscopy data. It was established that the best mechanical properties balance, crystallographic texture and uniform condition could be formed in alloy with thermomechanical processing including consecutive deformation at temperatures of single  $\beta$ , and then two-phase  $\alpha+\beta$ -fields. Also solid-solutioning treatment followed by water quenching should be included between first and second stages of deformation. It is found that  $\beta$ -forging used as deformation method of the first stage ensures better final result of thermomechanical processing comparing with rolling at the same temperatures.

## ПРИЛОЖЕНИЕ



*a*

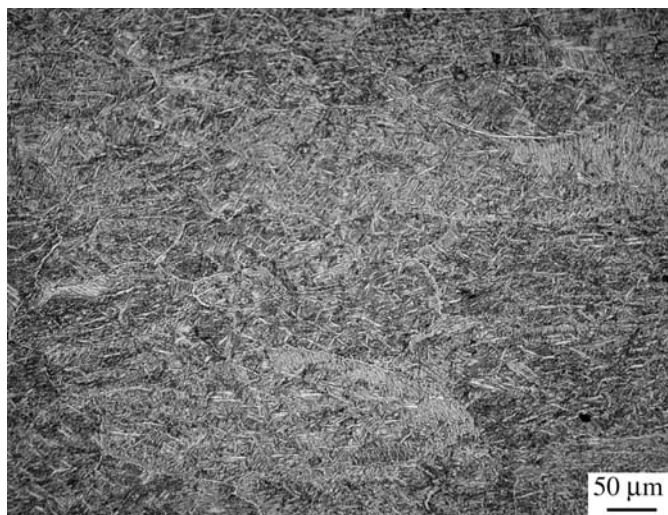


*б*

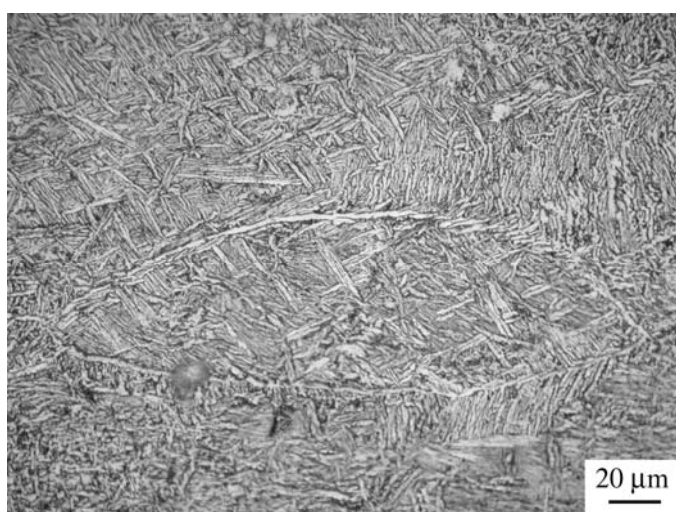


*в*

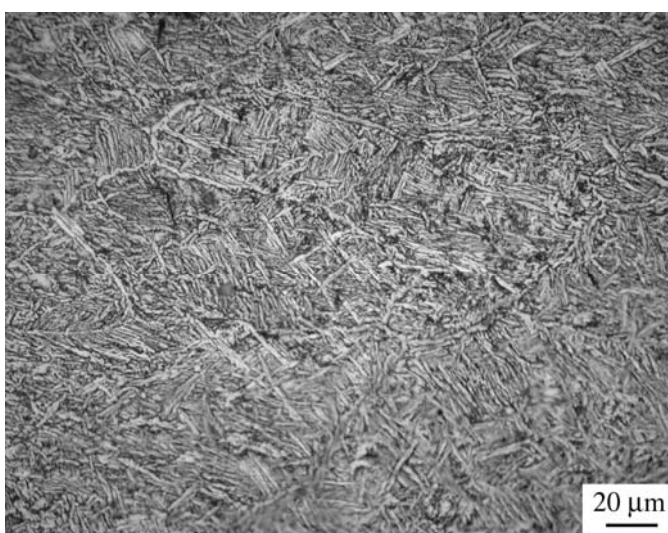
*Рис. 1. Сплав Zr-1%Nb: фрагмент слитка доковки (а); прокованный до диаметра 32 мм от начальной температуры 1000 °С полуфабрикат (б); прутки послековки и прокатки при 800 °С на конечный диаметр 12 мм (88 %) (в)*



*a*

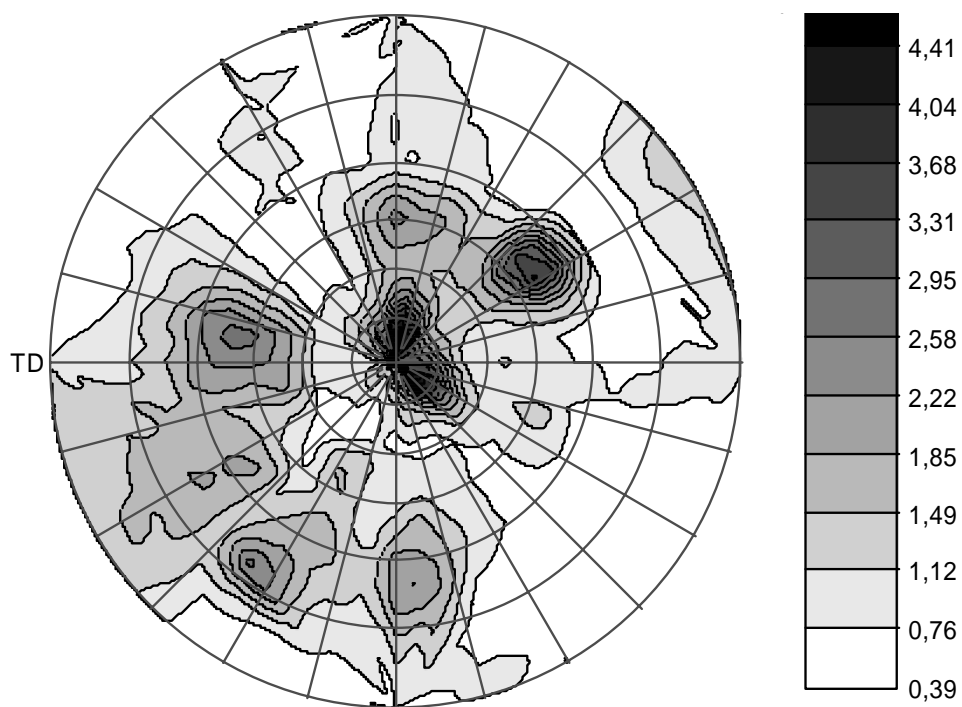


*б*

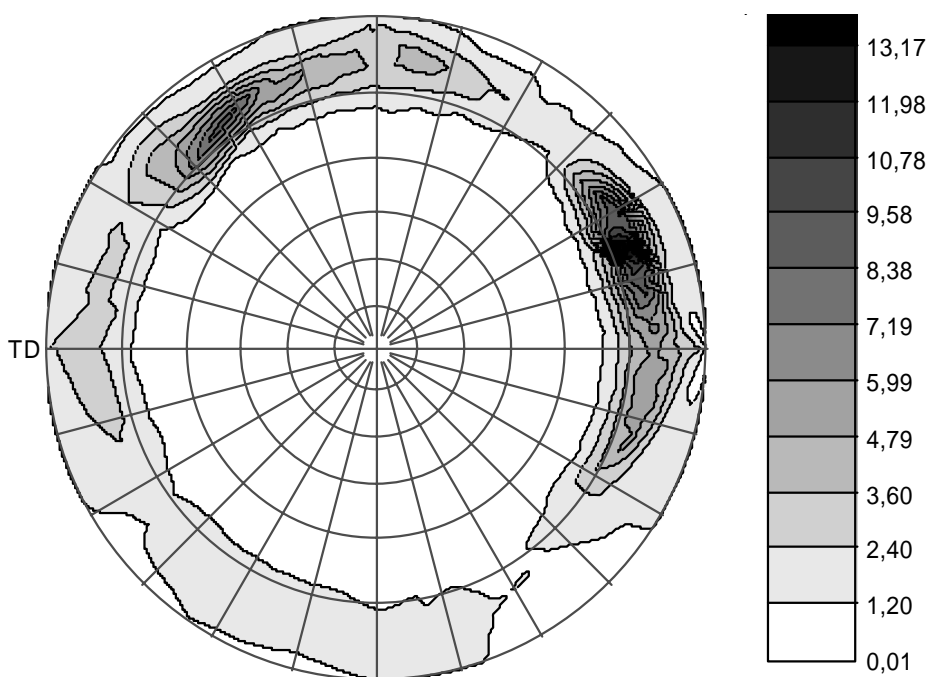


*в*

*Рис. 2. Микроструктура сплава Zr-1%Nb в состоянии после ковки: а и б – края поковки; в – середина. СМ*



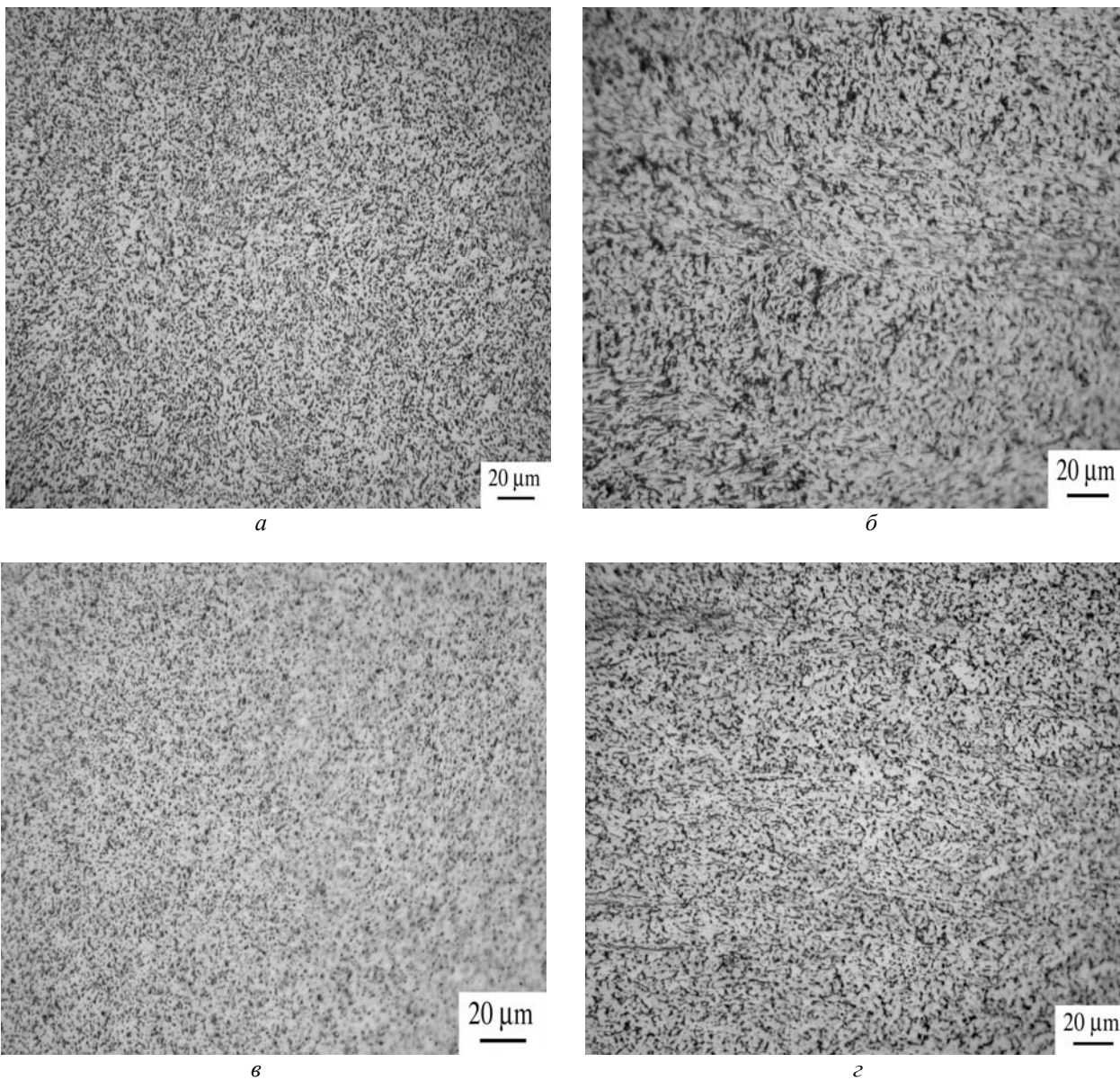
*a*



*б*

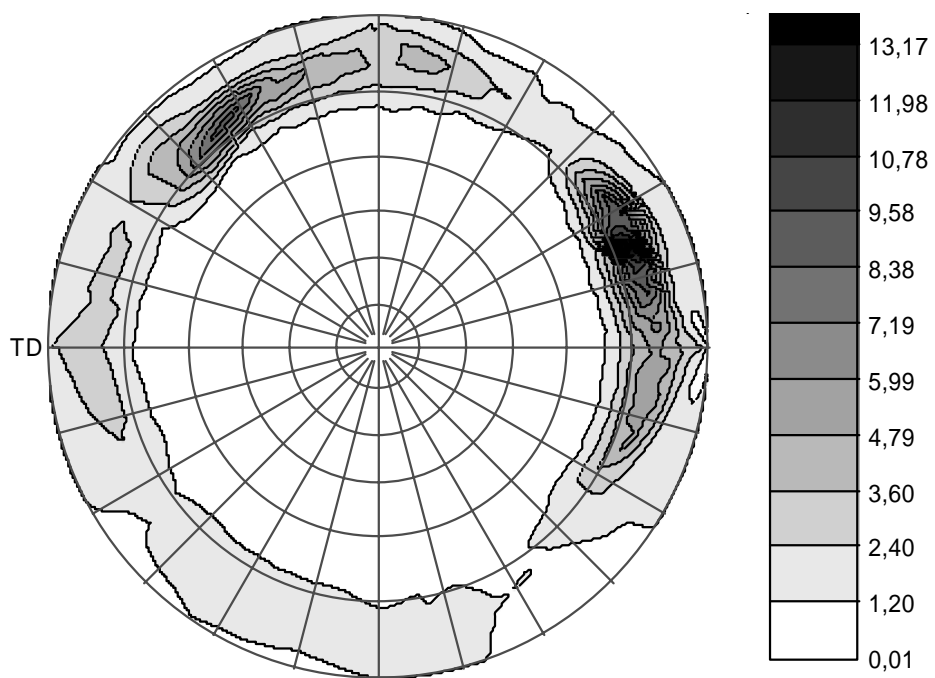
*Рис. 3. Полные нормированные полюсные фигуры (0002)α ковального полуфабриката сплава Zr-1%Nb со стороны, где заготовка подвергалась: а – меньшей деформации; б – большей деформации*



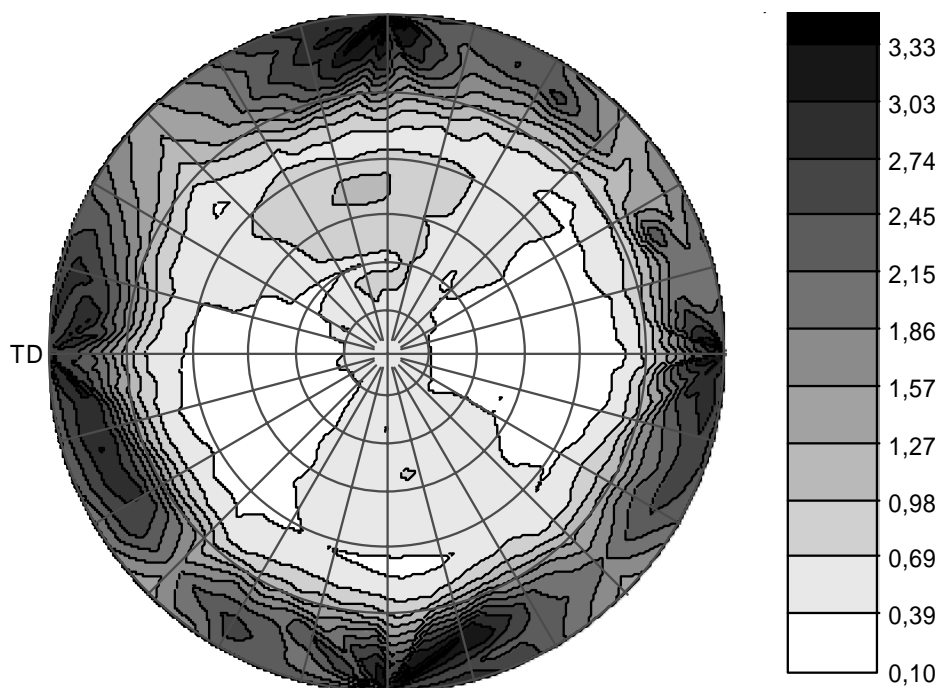


*Рис. 4. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после ковки и прокатки на 88 % при 800 °C:  
а, б – после TMO4;  
в, г – после TMO5 (1050 °C, 30 мин, закалка в воду).  
а, в – продольное сечение, б, г – поперечное сечение. СМ*



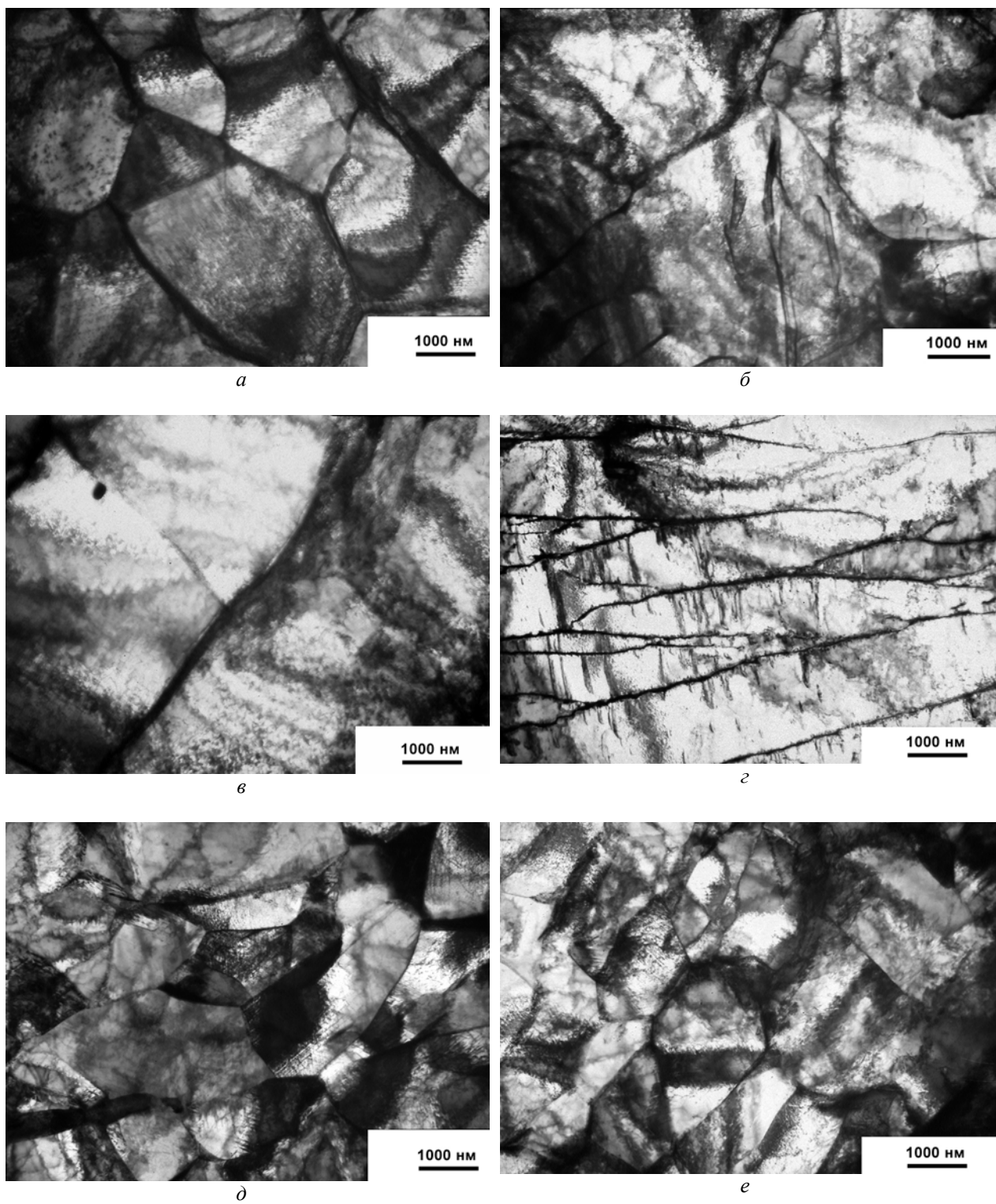


а



б

Рис. 5. Текстура (0002) а сплава Zr-1%Nb в состоянии послековки и прокатки при 800 °С, 88 % деформации : а – ТМ04; б – ТМ05 (1050°С, 30 мин, закалка в воду)



*Рис. 6. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после различных режимов ТМО:  
а – ТМО1; б, в – ТМО2; г – ТМО3; д – ТМО4; е – ТМО5. ПЭМ*