

ОСОБЕННОСТИ ПОЛЗУЧЕСТИ И МЕХАНИЗМЫ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГАФНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 77...650 К

Е.В. Карасёва, В.И. Соколенко, К.В. Ковтун, Р.В. Ажжажа
 НИЦ «Харьковский физико-технический институт»,
 г. Харьков, Украина

Изучены особенности ползучести поликристаллического гафния в интервале температур 77...650 К, и с помощью термоактивационного анализа определен тип препятствий, контролирующих пластическое течение материала. На основании этого проанализированы механизмы, ответственные за пластическую деформацию гафния в данной области температур. Показано, что наблюдаемая ползучесть является термически активированным процессом и при всех температурах, кроме азотной, описывается степенным законом, что свидетельствует о динамическом равновесии между процессами упрочнения и возврата во время деформации. Протекание этих процессов обусловлено совместным действием трех механизмов – поперечного скольжения, диффузионной ползучести и зернограничного проскальзывания. Вклад каждого из этих механизмов в общую деформацию материала зависит от температуры испытания, уровня приложенных напряжений и размера зерна. Так, уменьшение размера зерна до 10 мкм приводит к преобладанию скольжения по границам зерен, что позволяет говорить о проявлении сверхпластической деформации.

ВВЕДЕНИЕ

Гафний считается одним из наиболее перспективных материалов для ПС СУЗ [1], что объясняет интерес к изучению различных свойств этого материала. Тем не менее, имеющиеся в литературе сведения не дают полного представления об особенностях механических свойств гафния. В частности, отсутствуют данные о такой важной характеристике, как ползучесть, в широком интервале температур, включая рабочую температуру активной зоны. Исследование ползучести имеет большое практическое значение, так как в процессе эксплуатации материал находится под длительным воздействием статических нагрузок и температур, т.е. фактически в режиме ползучести. Кроме того, ползучесть является эффективным методом испытаний, позволяющим получить сведения об элементарных актах пластической деформации, а значит, о механизмах пластического течения материала, и их связи со структурными характеристиками такими, как размер зерен и состояние их границ, плотность дислокаций, наличие примесей и т.д.

В настоящее время не вызывает сомнения, что границы зерен являются активным элементом в структуре поликристаллов. Достижения последних лет в исследовании поведения границ зерен в процессе пластического течения материала позволили установить их важную роль при низкотемпературной и высокотемпературной деформации, и особенно при сверхпластичности, проявление которой зависит, прежде всего, от размера зерна. Известно [2], что эффект сверхпластичности наблюдается в материалах с размером зерна $d < 10$ мкм в определенном температурно-скоростном диапазоне деформирования (обычно $T_{деф} > 0,4T_{пл}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \dots 10^{-2} \text{ с}^{-1}$). Уменьшение размера зерна приводит к усилению эффекта, и здесь важно не только увеличение протяженности

границ, но и их состояние, т.е. тип границы, степень неравновесности структуры, наличие выделений на границах и т.д., что, в свою очередь, зависит от способа получения и обработки материала.

Объяснение роли и влияния границ зерен связано с особенностями действующих механизмов пластической деформации. Определенное влияние на проявление сверхпластичности оказывают изменения в температурно-скоростных условиях деформирования. В данной работе изучены особенности ползучести и активационные параметры, характеризующие пластическую деформацию поликристаллического гафния с разным размером зерна в температурном интервале 77...650 К с целью определения механизмов, ответственных за пластическое течение материала в условиях ползучести.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА

Исследовали поликристаллический гафний марки ГФЭ-1 чистотой 99,7 мас.% с содержанием $O < 0,05$ мас.%, $Fe = 0,03 \dots 0,04$ мас.%, $Zr = 0,2$ мас.% и средним размером зерна 30 и 10 мкм, отожженный в течение 1 ч при 1173 К. Исследования ползучести проводили в режиме ступенчатого нагружения с приростом напряжения на каждой ступени 4...5 МПа. Точность измерения удлинения составляла $5 \cdot 10^{-5}$ см.

Эффективные энергию активации $U_{эф}$ и активационный объем $V_{эф}$ определяли с помощью дифференциальных методик путем изменения температуры на 10% или напряжения в процессе ползучести по достижении скорости $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$ [3].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Обработка экспериментальных данных показала, что только при $T = 77$ К во всем интервале приложен-

ных напряжений развитие деформации ползучести ε со временем испытаний t описывается логарифмическим законом $\varepsilon \sim \ln t$ (рис. 1, а, б). В интервале температур $T=300\dots 650$ К деформация ползучести подчиняется степенному закону $\varepsilon \sim t^{1/2}$ (см. рис. 1, в, г). Это дает возможность предположить, что в районе температуры $T=300$ К происходит изменение механизма ползучести.

Характерными особенностями ползучести во всем исследованном интервале напряжений и температур, кроме азотной, являются небольшая по величине мгновенная деформация ε_m и большие значения коэффициента α , т.е. большая скорость ползучести, что может свидетельствовать о наличии одновременно процесса деформационного упрочнения и процесса разупрочнения. Известно [4], что процесс деформации ползучести, протекающий при определенном равновесии между процессами упрочнения и возврата, описываемый степенной функци-

ей, называется ползучестью с возвратом и наблюдается обычно при высоких температурах деформирования ($T > 0,4T_{пл}$). Проявление степенного закона ползучести при низких температурах ($T < 0,2T_{пл}$) представляется необычным, так как предполагает наличие релаксационных процессов, не связанных с термической активацией. Кроме того, в процессе ползучести наблюдались скачки деформации.

Для образцов со средним размером зерна 30 мкм величина скачков составляла 50...100 мкм, и регистрировались они начиная с $T=500$ К при напряжениях $\sigma=0,9\sigma_B$. В материале со средним размером зерна 10 мкм при всех температурах, кроме азотной, обычная деформация ползучести наблюдалась только до предела текучести. Выше предела текучести деформация имела преимущественно скачкообразный характер. Величина скачка составляла ~ 1 мм и более.

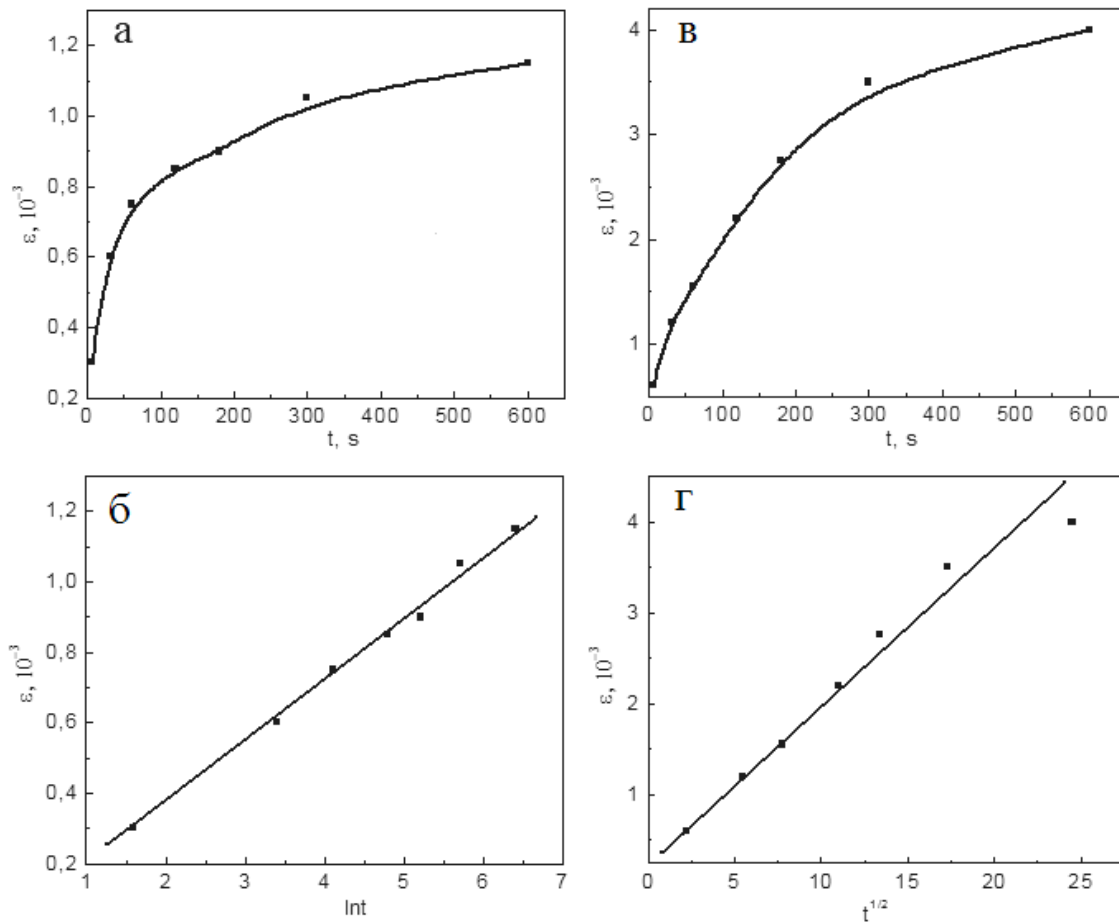


Рис. 1. Зависимости деформации ползучести ε от времени испытания t :

а, б – при $T=77$ К; в, г – при 400 К

Проведенное металлографическое исследование поверхности образцов показало, что пластическая деформация гафния при всех температурах испытания и приложенных напряжениях осуществлялась с помощью скольжения, следов двойникования не наблюдалось. После деформации границы зерен утолщаются и становятся более гладкими, видны также деформационные складки и дислокационные

линии, идущие от границ. При этом равноосность зерен сохраняется.

Для выяснения механизмов, контролирующих пластическое течение при ползучести гафния с размером зерна 30 мкм, был проведен термоактивационный анализ. В рамках термофлуктуационной теории пластической деформации определены активационные параметры: активационный объем $V_{эф}$ и

эффективная энергия активации $U_{эф}$, а также полная энергия активации U_0 , которые согласно [5] связаны соотношением $U_0 = U_{эф} + V_{эф}\tau^*$, где τ^* – величина эффективного напряжения, соответствующая моменту измерения.

На рис. 2 приведена температурная зависимость U_0 при $\sigma = 0,7\sigma_B$. Как видно из рисунка, во всем температурном интервале полная величина барьера не остается постоянной. Это позволяет заключить, что процесс пластической деформации в исследованной области температур контролируется не одним, а несколькими типами препятствий. Большое значение для определения типа препятствий, контролирующих пластическое течение, имеют также зависимости активационных характеристик от напряжения.

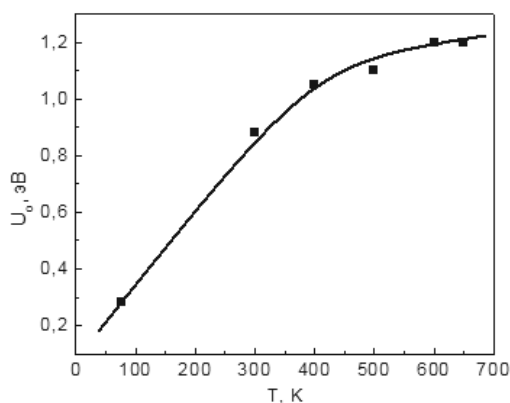


Рис. 2. Зависимость полной энергии активации U_0 от температуры испытания T при $\sigma = 0,7\sigma_B$

Проведенные измерения показали, что активационный объем и полная энергия активации уменьшаются с увеличением приложенного напряжения при всех температурах испытания, причем при $T > 500$ К эта зависимость выражена слабее. Следовательно, величина барьера U_0 зависит от степени дефектности кристаллической решетки, т.е. деформационные дефекты также являются стопорами на пути движения скользящей дислокации.

Проанализируем особенности пластического течения и причины деформационного упрочнения гафния в процессе ползучести и механизмы, контролирующие процесс пластической деформации.

Зависимость U_0 от T (см. рис. 2) можно разделить на две области. Первая – это область температур 77...300 К, где наблюдается рост U_0 в три раза (от 0,3 до 0,9 эВ). Существует несколько типов барьеров, которые имеют активационные параметры, близкие к полученным, – это примеси, точечные дефекты и дислокации леса. Характерная энергия взаимодействия дислокаций с примесями составляет согласно [6]– 0,1...0,5 эВ. Однако концентрация примесей в процессе деформации не изменяется и, значит, активационный объем и полная энергия активации не должны зависеть от степени деформации, что противоречит экспериментальным данным.

Энергия взаимодействия дислокации с межузельными атомами и вакансиями составляет соответственно 0,2...0,5 и 0,04 эВ [6], а с дислокациями леса 0,5...1 эВ [7]. Концентрация точечных дефектов и плотность дислокаций в процессе ползучести может увеличиваться, что приведет к уменьшению активационного объема с ростом напряжения и согласуется с экспериментом.

С помощью соотношения $V = bdl - b^2d$ (V – активационный объем; b – вектор Бюргерса; d – ширина барьера) можно определить длину дислокационного сегмента l , принимающего участие в элементарном акте скольжения. Расчет показывает, что $l = 1,5 \cdot 10^{-6}$ см. Расстояние между барьерами, которые могут контролировать термоактивированное движение дислокаций в гафнии, определяли по схеме, описанной в работе [8]. Получили среднее расстояние между точками закрепления дислокационной линии на примесях $l_n = 3 \cdot 10^{-7}$ см, расстояние между дислокациями в зерне $l_r = 1,4 \cdot 10^{-5}$ см. Сравнение этих значений показывает, что в условиях эксперимента ни один из рассмотренных типов препятствий в отдельности не контролирует пластическую деформацию в этой области температур. Отсюда следует, что пластическое течение гафния в интервале $T = 77...300$ К обусловлено движением дислокаций в плоскости скольжения и контролируется их взаимодействием с примесями, межузельными атомами и дислокациями леса, что определяет величину эффективных напряжений.

Рассмотрим теперь причины увеличения дальнедействующих напряжений и деформационного упрочнения гафния в процессе ползучести. Определим среднюю длину пробега дислокаций до длительных остановок перед препятствиями L , обусловливающими деформационное упрочнение при ползучести, по формуле $L = a^2 G^2 b / h^2$ [9], где a – постоянная, зависящая от типа дислокации; $G = 6,8 \cdot 10^3$ МПа – модуль сдвига [10]; b – вектор Бюргерса; h – структурный параметр материала, определяемый экспериментально. Расчет дает величину $L \sim 1,5$ мкм при $T = 77...300$ К. Возможными стопорами, возле которых накапливаются дислокации, могут быть границы зерен и дислокации других плоскостей скольжения. Размер зерна, по крайней мере, на порядок больше, чем длина пробега дислокаций, а расстояние между дислокациями наиболее близко к величине L . Таким образом, можно предположить, что наиболее существенное влияние на деформационное упрочнение оказывают дислокационные скопления, образующиеся в результате взаимной блокировки дислокаций первичной и вторичной систем скольжения.

В области температур 300...650 К величина U_0 изменяется от 0,9 до 1,2 эВ (см. рис. 2). Постоянный рост полной величины барьера с увеличением температуры свидетельствует о возрастании роли высокоэнергетичных препятствий, в частности дислокаций леса, как барьеров для скользящих дислокаций. В этих условиях наблюдаемая деформация может быть связана с механизмом пересечения дислокаций или механизмом поперечного скольже-

ния, так как полная энергия активации близка по величине к энергии активации, которая требуется для переползания дислокации. Средняя длина пробега дислокаций до длительных остановок L увеличивается и составляет 10 мкм при $T=500\text{ K}$, что сопоставимо с размером зерна и, следовательно, границы зерен являются основными источниками далекодействующих напряжений. Кроме того, судя по величине полной энергии активации, границы зерен не могут быть преодолены отдельно движущейся дислокацией. В то же время они являются препятствиями, у которых образуются дислокационные скопления, рассасывающиеся путем переползания дислокаций в объеме зерен или вдоль границ [11]. Границы зерен также служат источниками и стоками дислокаций и вакансий. Переползание вдоль границ способствует возникновению скольжения по границам или зернограничного проскальзывания.

Таким образом, можно предположить, что в области температур 300...650 K пластическое течение обусловлено совместным действием механизмов, обеспечивающих упрочнение и возврат, а именно: механизмом внутризеренного скольжения, контролируемого преимущественно дислокациями леса и дислокационными скоплениями; механизмом диффузионной ползучести и зернограничным проскальзыванием. Вклад каждого из этих механизмов в общую деформацию материала может изменяться в зависимости от температуры и напряжения. Так, с ростом температуры и напряжения упрочнение, обусловленное образованием скоплений, становится незначительным вследствие их легкой релаксации при зарождении дислокаций на границах зерен, а возврат, определяемый поглощением дислокаций и развитием зернограничного проскальзывания, имеет высокую скорость, что объясняет появление больших мгновенных деформаций-скачков, наблюдаемых в процессе ползучести гафния со средним размером зерна 30 мкм при температурах, начиная с 500 K, и напряжениях, близких к пределу прочности.

Как отмечалось выше, исследование гафния со средним размером зерна 10 мкм показало, что при 77 K наблюдается обычная логарифмическая ползучесть; при $T=300\text{ K}$ закон ползучести изменяется на степенной и наблюдается ползучесть с возвратом, но только при напряжениях вблизи предела текучести. При напряжениях выше предела текучести ползучесть имеет преимущественно скачкообразный характер, что характерно для всего интервала температур 300...650 K. Согласно проведенным выше оценкам, длина свободного пробега дислокаций до длительных остановок изменяется от 1,5 до 10 мкм в этом температурном интервале, что для данного материала в любом случае сопоставимо с размером зерна. Отсюда следует, что роль эффективных напряжений в развитии пластической деформации уменьшается и ползучесть контролируется полями далекодействующих напряжений, источниками которых являются границы зерен. Внутризеренное скольжение развивается только

при напряжениях ниже предела текучести, способствуя образованию дислокационных скоплений на границах зерен и росту далекодействующих напряжений. По достижении определенного уровня напряжений происходит скачок деформации, т.е. релаксация напряжений в результате образования новых дислокаций, источником которых служат границы зерен, и (или) зернограничного проскальзывания. Тот факт, что особенности деформации, характерные для высоких температур ($T > 0,4T_{пл}$), наблюдаются в нашем случае при низких температурах ($T < 0,2T_{пл}$), означает, что низкая скорость деформирования в условиях ползучести ($10^6 \dots 10^7 \text{ c}^{-1}$) и структура зерен, сформированная в процессе предварительной обработки материала (плотность внутризеренных дислокаций и состояние границ), создают условия, при которых зернограничное проскальзывание становится механизмом, дающим основной вклад в общую деформацию материала. В этих условиях внутризеренная деформация и диффузионная ползучесть играют аккомодационную роль, способствуя развитию проскальзывания. Таким образом, можно заключить, что, уже начиная с комнатной температуры, мы наблюдаем проявление сверхпластической деформации. Это соответствует известным в литературе представлениям [11].

ВЫВОДЫ

Изучена ползучесть поликристаллического гафния со средним размером зерна 10 и 30 мкм в широкой области температур и напряжений.

Показано, что пластическая деформация материала с размером зерна 30 мкм в условиях ползучести при $T < 300\text{ K}$ обусловлена движением дислокаций в плоскости скольжения и контролируется их взаимодействием с примесями, точечными дефектами и дислокациями леса. При $T=300 \dots 650\text{ K}$ зависимость деформации ползучести от времени испытания подчиняется степенному закону, что свидетельствует о наличии динамического равновесия между процессами упрочнения и возврата. Представляется, что пластическое течение при этом обусловлено совместным действием трех механизмов: поперечного скольжения, диффузионной ползучести и зернограничного проскальзывания, вклад каждого из которых в деформацию материала зависит от температуры испытания и приложенного напряжения.

При исследовании гафния со средним размером зерна 10 мкм обнаружено, что во всем исследованном интервале температур, кроме азотных, обычная деформация ползучести наблюдается только при напряжениях, ниже предела текучести материала. Выше предела текучести механизм пластического течения изменяется, деформация развивается скачками, и основным механизмом, ответственным за пластическое течение материала, становится зернограничное проскальзывание, что свидетельствует о проявлении сверхпластической деформации.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю.Ф. Конотоп, Н.П. Одейчук, В.С. Красноруцкий. *Современное состояние проблемы поглощающих нейтроны материалов и изделий на их основе для реакторов типа ВВЭР-1000*: Аналитический обзор. Харьков: ННЦ ХФТИ, 1998, с. 68–78.
2. О.А. Кайбышев, Р.З. Валиев. *Границы зерен и свойства металлов*. М.: «Металлургия», 1987, 212 с.
3. В.К. Аксенов, И.А. Гиндин, В.П. Лебедев, Я.Д. Стародубов. Структурные и активационные характеристики ползучести никеля в интервале температур 4,2–140 К // *ФНТ*. 1980, т. 6, №1, с. 118–129.
4. В.М. Розенберг. *Ползучесть металлов*. М.: «Металлургия», 1967, 275 с.
5. А. Ивенс, Р. Роулингс. *Термически активированные процессы в кристаллах*. М.: «Мир», 1973, с. 208.
6. Ван Бурен. *Дефекты в кристаллах*. М.: «Иностранная литература», 1962, с. 166.
7. Ж. Фридель. *Дислокации*. М.: «Мир», 1967, с. 643.
8. Е.В. Карасева, В.И. Соколенко, Я.Д. Стародубов, Т.А. Дергач. Механические свойства и ползучесть образцов из труб-оболочек ТВЭЛ из сплава Zr1Nb в температурном интервале 77...650К // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»* (86). 2004, №3, с. 94–98.
9. И.Н. Христенко, И.И. Папилов, Г.Ф. Тихинский, В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов. *Природа пластической деформации циркония*. Харьков: Препринт ХФТИ АН УССР, 1976, 29 с.
10. В.С. Оковит, Л.А. Чиркина, Я.Д. Стародубов, В.И. Соколенко, В.В. Калиновский, К.В. Ковтун, Р.В. Ажажа. Диссипативные и механические свойства гафния в интервале температур 70–950 К // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые металлы, сверхпроводники»* (14). 2004, №6, с. 34–38.
11. М.В. Грабский. *Структурная сверхпластичность металлов*. М.: «Металлургия», 1975, 280 с.

ОСОБЛИВОСТІ ПОВЗУЧОСТІ І МЕХАНІЗМИ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ ПОЛІКРИСТАЛІЧНОГО ГАФНІЮ В ІНТЕРВАЛІ ТЕМПЕРАТУР 77...650 К

Є.В. Карасьова, В.І. Соколенко, К.В. Ковтун, Р.В. Ажажа

Вивчені особливості повзучості полікристалічного гафнію в інтервалі температур 77...650К і за допомогою термоактиваційного аналізу визначено тип перешкод, контролюючих пластичну течію матеріалу. На підставі цього проаналізовані механізми відповідальні за пластичну деформацію гафнію в цій області температур. Показано, що спостережувана повзучість є термічно активованим процесом і при всіх температурах, окрім азотної, описується степінним законом, що свідчить про динамічну рівновагу між процесами зміцнення і повернення під час деформації. Протікання цих процесів обумовлено сумісно дією трьох механізмів - поперечного ковзання, дифузійної повзучості та прослизання по межах зерен. Внесок кожного з цих механізмів в загальну деформацію матеріалу залежить від температури випробування, рівня прикладених напруг і розміру зерна. Так зменшення розміру зерна до 10 мкм приводить до переважання ковзання по межах зерен, що дозволяє говорити про прояв надпластичної деформації.

FEATURES OF CREEP AND MECHANISMS OF A PLASTIC STRAIN OF POLYCRYSTALLIC HAFNIUM IN THE INTERVAL TEMPERATURES 77...650 K

E.V. Karaseva, V.I. Sokolenko, K.V. Kovtun, R.V. Azhazha

Characteristics of creep of polycrystalline hafnium in the temperature range 77...650K are studied and with the help of thermoactive analysis the type of the barriers controlling plastic flow of a material is defined. Ground it mechanisms responsible for plastic strains of hafnium in this range of temperatures are analyzed. It is shown, that observable creep is thermally activated process and at all temperatures, except for nitrogenous, is featured by the power law that testifies to dynamic equilibrium between processes of a strengthening and recovery during a strain. Action of these processes is stipulated by combined action of three mechanisms - transversal slipping, diffusive creep and slipping at the grain boundaries. The contribution of each of these mechanisms to a total strain of a material depends on test temperature, level of applied stress and grain size. So decrease of a grain size up to 10 μm results in predominance of slipping at the grain boundaries, that allows to speak about exhibiting a superplastic strain.