

## ВЛИЯНИЕ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ИНТЕРВАЛЕ ДОРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫХ ТЕМПЕРАТУР НА СТРУКТУРУ И ТВЕРДОСТЬ ГАФНИЯ ГФЭ-1

*Р.В. Ажажа, С.А. Беспалов\*, П.Ю. Волосевич\*, К.В. Ковтун, С.П. Ошкадеров\**

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
г. Харьков, Украина; E-mail: rva@kipt.kharkov.ua;*

*\*Институт металлофизики им. Г.В.Курдюмова НАН Украины,  
03680, г. Киев-142, ГСП, Украина; бульвар Вернадского, 36; E-mail: oshkad@imp.kiev.ua*

Исследованы микроструктура, твердость и микротвердость экструдированного гафния марки ГФЭ-1 после отжига при 850 °С и последующей деформации волочением при температуре 750 °С с различными степенями обжатия. Показано, что горячая пластическая деформация способствует повышению механических свойств (твердости и микротвердости) гафния, причины которого связаны с измельчением параметров структурных элементов относительно исходного состояния. Отмечено подобие механизмов деформации гафния и цинка в условиях их небольших степеней, проявляющееся в реализации пирамидального скольжения с образованием дислокационных петель.

### ВВЕДЕНИЕ

Гафний благодаря уникальному комплексу физико-механических свойств – высокой прочности, коррозионной стойкости, высоким поперечным сечениям захвата нейтронов, хорошей пластичности – является перспективным конструкционным материалом горячей зоны ядерных реакторов [1,3]. При этом он преимущественно используется в отожженном состоянии, со структурой, близкой к равновесной, которую получают путем рекристаллизационных отжигов после холодной пластической деформации [5-9], особенности которой при обработке давлением рассматривались в [11-17].

Повышенная активность гафния к газонасыщению способствует в процессе отжига повышению твердости, предела прочности и текучести, при этом снижая пластичность [19].

Деформирование материала с одномоментным протеканием процессов рекристаллизации возможно путем применения пластической деформации при высоких температурах. Это может исключать необходимость проведения отжига, сокращая количество технологических операций при уменьшении содержания вредных примесей в конечных изделиях.

Анализ литературных данных показал, что влияние горячей пластической деформации на механические свойства и дислокационную структуру гафния изучено недостаточно, что и явилось причиной проведения данной работы.

### 1. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для исследований использовали гафний марки ГФЭ-1 с содержанием  $Zr \approx 0,2$ ;  $Fe \approx 0,04$  и  $O_2 < 0,005$  мас. %. В качестве объекта исследования исходного состояния использовали экструдирован-

ный до 8,3 мм материал после отжига при 850 °С на протяжении 1 ч.

Горячая пластическая деформация волочением (ГПДВ) осуществлялась при температуре 750 °С. Для уменьшения трещинообразования и газонасыщения начальное волочение от диаметра 8,3 мм проводили в чехле армко-железа с последующей его заменой на сталь 3. Влияние ГПДВ на структуру изучали на образцах после обжатия до диаметров 5,0; 3,8 и 1,75 мм, что отвечает деформациям ( $\epsilon$ ) 64, 79 и 96 %.

Металлографические исследования структуры проводили на микроскопе Neofot-32. Для электрохимического травления и полировки образцов использовали раствор  $HClO_4$  в метаноле [2122].

Электронно-микроскопическое изучение особенностей формирования тонкой структуры образцов после ГПДВ проводилось как в продольном, так и поперечных сечениях относительно направления деформации.

Твердость по методу Виккерса и микротвердость определяли в центральной части продольного и поперечного сечений при помощи приборов ХПО-250 и ПМТ-3 соответственно.

### 2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Данные измерений твердости поперечных и продольных сечений образцов приведены на рис. 1. Их анализ свидетельствует о том, что темп роста средних значений твердости в поперечных сечениях в зависимости от степени ГПДВ меньше, чем в продольных.

Средние значения микротвердости этих же сечений при нагрузках (Р) 20 и 100 г в зависимости от степени ГПДВ приведены на рис. 2.

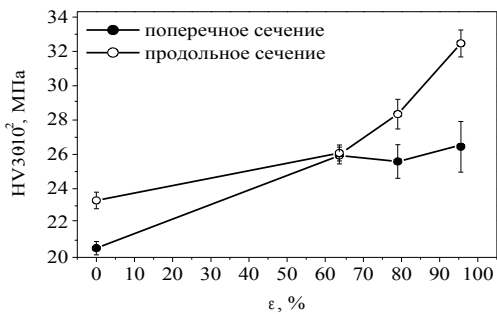
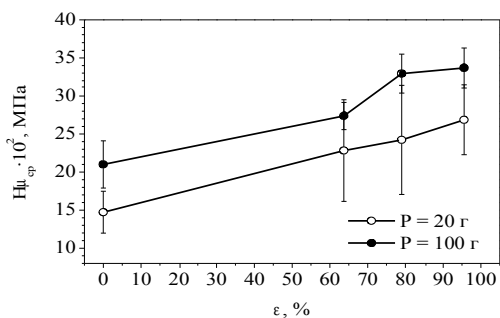
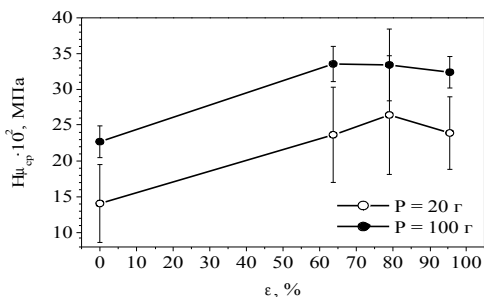


Рис. 1. Зависимости твердости (HV30) от степени ГПДВ ( $\epsilon$ ) гафния при 750 °C в поперечных и продольных сечениях



а



б

Рис. 2. Зависимости средних значений микротвердости гафния ( $H_{ц\text{ср}}$ ) при нагрузках 20 и 100 г в продольных (а) и поперечных (б) сечениях от степени ГПДВ ( $\epsilon$ ) при 750 °C



С увеличением степени ГПДВ темп роста ее значений в продольных сечениях возрастает (см. рис. 2,а), в то время как на поперечных она увеличивается до деформации 64%, после чего ее рост прекращается (рис. 2, б). Среднеквадратичное отклонение значений при нагрузках 20 и 100 г на поперечных сечениях уменьшается с увеличением степени ГПДВ от 39 до 21 % и с 10 до 7 % соответственно, в то время как на продольных в тех же условиях испытаний оно изменяется от 17 до 30% и лежит при увеличении нагрузки в интервале 6...8%. Поведение микротвердости подобно изменению твердости.

Результаты металлографических исследований микроструктуры гафния после ГПДВ свидетельствуют о том, что, по сравнению с исходным состоянием, структура обоих сечений которого представлена равноосными зёрнами со средним диаметром 24...26 мкм (рис. 3,а,б), последующая деформация с

а б  
в г  
д е  
ж з

Рис.3. Микроструктуры продольных (а, в, д, ж) и поперечных (б, г, е, з) сечений образцов гафния после отжига при 850 °C на протяжении 1 ч (а, б), ГПДВ волочением с суммарными степенями обжатия 64 (в, г), 79 (д, е) и 96 % (ж, з).

Стрелками 50 мкм направление воло 50 мкм  
наступим обж 50 мкм водит к их выт 50 мкм  
...блюдающ 50 мкм ольных сечениях 50 мкм  
д аль направле 50 мкм э и е т (см. рис. 3,е 50 мкм  
эффицент выт 50 мкм зеличением степ 50 мкм  
тия изменяется 50 мкм 0,12 и 0,08 посл 50 мкм  
обжатиями 64, 79 и 96% соответственно.

В поперечных сечениях структура фрагментируется с постепенным вырождением границ элементов, средний размер которых при суммарном обжатии 96% достигает 2...6 мкм (см. рис. 3,б,г,е,з). На поверхностях шлифов в обоих сечениях наблюдаются области глобулярной формы с повышенной травимостью и размерами, лежащими в интервале значений 0,6...12 мкм при плотности их распределения  $2 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ .

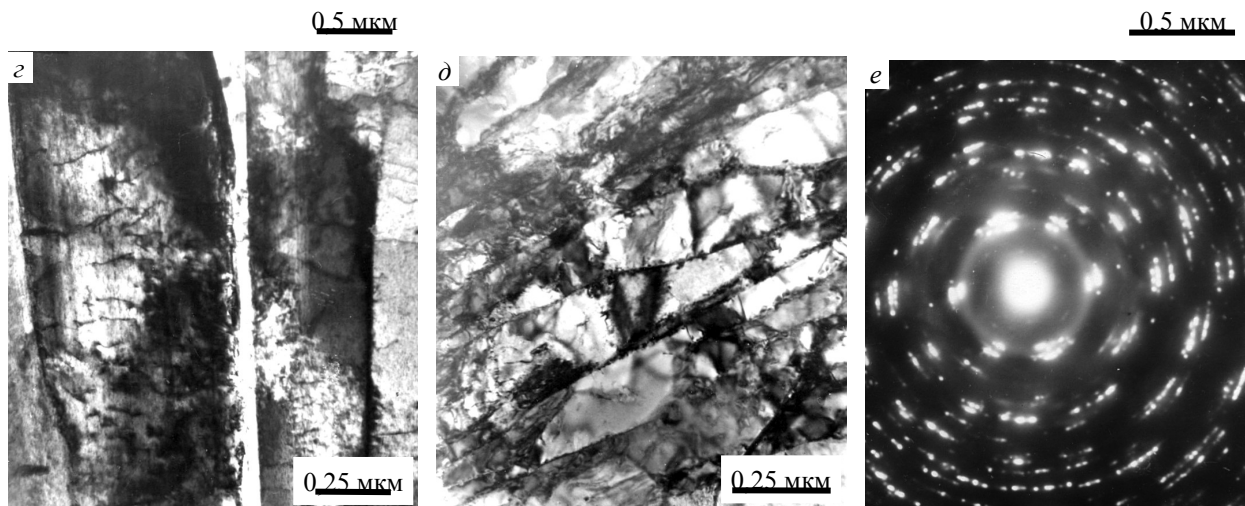


Рис. 4. Микроструктуры образцов гафния после отжига (а) и ГПДВ в поперечном (в, г) и продольном (д) сечениях после обжатий 64 и 96% соответственно; элетронограммы (б, е) с участков, приведенных на (а, д)

Электронно-микроскопическое исследование тонкой структуры образцов указывает на следующие закономерности ее формирования. Исходное состояние после отжига при 850 °С (рис. 4,а,б) характеризуется наличием в зернах двух типов дефектов в виде одиночных дислокаций и дислокационных петель. Их общая плотность лежит в интервале  $(3...5) \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ . Присутствие большого количества дислокационных петель в данном случае может свидетельствовать о том, что релаксационные процессы при данной температуре отжига сопровождаются активным участием пирамидального скольжения, а повышенная остаточная плотность дефектов указывает на незавершенность создания равновесного состояния. Механизм реализации скольжения в условиях небольших деформаций на примере кристаллов цинка, также имеющего ГПУ-решетку, рассмотрен в [23 24], где показано, что в условиях отсутствия двойникования, реализующегося в плоскостях  $\{10\bar{1}2\}$  в направлении  $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ , наблюдается пирамидальное скольжение в плоскости  $(11\bar{2}2)$  в направлении  $\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ . При этом были идентифицированы дислокации с тремя векторами Бюргерса; (а) –  $\langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle$  малоподвижные призматически скользящие дислокации, (б) –  $\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$  преимущественно винтовые, обеспечивающие пирамидальное скольжение и иногда являющиеся причиной образования вытянутых узких петель, в последующем расщепляющихся на круглые с теми же векторами Бюргерса и (в) –  $\langle 0001 \rangle$  петли, формирующиеся из петель  $\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$  по реакции  $1/3 \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle \rightarrow 1/3 \langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle + \langle 0001 \rangle$ .

Отметим, что образование петель в отожженных состояниях чистого циркония и его сплава с 1%Nb, имеющих также ГПУ-решетку, не наблюдалось [25 26,2728].

Увеличение степени обжатия при ГПДВ сопровождается исчезновением дислокационных петель с формированием ячеистых структур, размеры и форма которых изменяются как в продольном, так и в поперечном сечениях по закономерностям, совпада-

ющим с характером изменения микроструктур при металлографических исследованиях. В поперечном сечении образцов после обжатия 64% в большинстве случаев формируется равноосная ячеистая структура (см. рис. 4, в) с размерами 0,17...0,5 мкм при неравномерном распределении дислокаций по плотности внутри, изменяющейся от  $3 \cdot 10^9$  до  $(3...5) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ . Изредка в этом же сечении встречаются полосчатые структуры (см. рис. 4, г), ячейки которых имеют неравноосный, вытянутый в одном направлении характер с поперечными размерами от 0,05 до 0,7 мкм и плотностью дислокаций, не превышающей  $10^9 \text{ см}^{-2}$ . Контраст на дислокациях во всех случаях имеет особенности, свидетельствующие о блокировке их атомами примесей. В продольном сечении образцов ГПДВ с обжатием 96% ведет к формированию ячеистых структур, вытянутых в направлении волочения. Поперечный размер ячеек лежит в интервале значений 0,06...0,2 мкм, а их азимутальная разориентировка превышает  $15^\circ$  (см. рис. 4, е) при проявлении признаков формирования текстуры.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что ГПДВ при 750 °С способствует формированию ячеистых структур с текстурной направленностью и неравномерным распределением в них заблокированных примесными дефектами, указывающих на неоднородность процессов возврата (полигонизации) в изученных температурных и деформационных интервалах. Общий характер формирования структур в гафнии в условиях ГПДВ подобен закономерностям их образования в сплавах с ОЦК-решеткой, в частности наблюдающихся в железе при деформациях в области температур до 600...650 °С.

## ВЫВОДЫ

1. Горячая пластическая деформация волочением при 750 °С способствует повышению механических характеристик (твердости и микротвердости) гафния.
2. Установленные отличия в поведении твердости и микротвердости в поперечных и про-

дольных сечениях образцов связаны с различными особенностями формирования микроструктур на всех уровнях структурной иерархии, в том числе и блокировкой имеющихся дислокаций примесями.

3. Отмечено подобие механизмов деформации гафния и цинка в условиях их небольших степеней, проявляющееся в реализации пирамидального скольжения с образованием дислокационных петель.
4. Исходя из полученных результатов отжиг при 850 °С и ГПДВ при температуре 750 °С не ведут к формированию достаточно равновесных структурных состояний.

### ЛИТЕРАТУРА

1. В.Д.Рисованный, В.П.Клочков, В.Б.Понмаренко. *Гафний в ядерной технике*. Димитровград: НИИАР, 1993, 143 с.
2. В.Д.Рисованный, Э.П.Клочков, З.И.Чечеткина. *Использование гафния в стрелках регулирования атомных реакторов*: Обзор. М.: ЦНИИАтоминформ, 1985, 245 с.
3. А.П.Мухачев. *Металлический гафний ядерной чистоты*: Автореф. дис...канд. физ.-мат. наук. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2001, 21 с.
4. 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 материалы, сверхпроводники» (14)*. 2004, №6, с.34-38.
5. В.М.Ажажа, Д.Г.Малыхин, К.В.Ковтун, А.П.Мухачев. Изучение текстур выдавливания и рекристаллизации гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение» (69), (70)*. 1998, № 3, 4, с.80-81.
6. П.В.Шебалдов, А.Н.Иванов, Д.Л.Крысанов, О.В.Бочаров, А.В.Кукушкин, А.П.Мухачев, Н.А.Левченко. Структура и свойства кальцийтермического гафния в зависимости от режимов холодной деформации и термообработки // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Ма-*

*териаловедение и новые материалы» (42)*. 1991, №2, с.22-27.

7. В.М.Ажажа, К.В.Ковтун, П.Н.Вьюгов, З.Г.Карлина, А.П.Мухачев. Свойства и структура выдавленного гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение» (69), (70)*. 1998, № 3, 4, с.82.
8. В.М.Ажажа, В.Н.Воеводин, К.В.Ковтун, О.В.Бородин, В.В.Брык, П.Н.Вьюгов. Изучение микроструктуры деформированного гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение» (69), (70)*. 1998. №3, 4, с. 34-35.
9. О.В.Бородин, Э.В.Рудычев. Исследования микроструктуры экструдированного гафния марки ГФЭ-1 // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение» (80)*. 2001, №4, с.62-64.
10. Г.И.Волокита, Э.А.Резниченко, В.П.Чернуха, В.И.Савченко. Свойства гафниевых прутков, полученных методом ковки // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» (12)*. 2002, №1, с.127-132.
11. А.Я.Попилов, Л.П.Зайцева. *Электрополирование и электро травление металлургических илиффов*. М.: «Металлургия», 1963, 405 с.
12. P.V.Price. Pyramidal Glide and the Formation and Climb of Dislocation Loops in Nearly Perfect Zinc Crystals // *Phil. Mag.*, 1960, v5, N57, p. 873-886.
13. В.М.Ажажа, С.А.Беспалов, П.Ю.Волосевич, И.М.Неклюдов, С.П.Ошкадеров. Особенности деформационного упрочнения сплавов циркония с метастабильной наноразмерной ячеистой структурой // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2004, т. 26, №11, с. 1467-1474.
14. L.M.Howe, J.L.Whitton, J.F.McGurn. Observation of dislocation movement and interaction in zirconium by transmission electron microscopy // *Acta Metallurgica*. 1962, v.10, p. 773-787.

## ВПЛИВ ГАРЯЧОЇ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ В ІНТЕРВАЛІ

## **ДОРЕКРИСТАЛІЗАЦІЙНИХ ТЕМПЕРАТУР НА СТРУКТУРУ І ТВЕРДІСТЬ ГАФНІЮ ГФЕ-1**

*Р.В. Ажжажа, С.А. Беспалов, П.Ю. Волосевич, К.В. Ковтун, С.П. Ошкадеров*

Досліджено мікроструктуру, твердість і мікротвердість екструдірованого гафнію марки ГФЕ-1 після відпалу при 850 °С і подальшої деформації волочінням при температурі 750 °С з різними ступенями обтискання. Показано, що гаряча пластична деформація сприяє підвищенню механічних властивостей (твердості і мікротвердості) гафнію, причини якого пов'язані з подрібненням параметрів структурних елементів щодо початкового стану. Відзначена подібність механізмів деформації гафнію і цинку в умовах невеликих ступенів обтискання, що виявляється в реалізації пірамідального плину з утворенням дислокаційних петель.

## **INFLUENCING OF HOT PLASTIC DEFORMATION IN THE INTERVAL OF PRERECRYSTALYZATE TEMPERATURES ON A STRUCTURE AND HARDNESS OF HAFNIUM OF GFE-1**

*R. V. Azhazha, S. A. Bepalov, P. Yu. Volosevich, K. V. Kovtun, S. P. Oshkaderov*

Microstructure, hardness and microhardness of ekstrudate hafnium GFE-1 is explored after annealing at 850 °С and subsequent deformation by dragging at a temperature 750 °С with the different degrees of compression out. It is shown, that hot plastic deformation is instrumental in the increase of mechanical properties (hardness and microhardness) of hafnium, the reasons of which are related to shallowing of parameters of structural elements in relation to the initial state. Similarity of mechanisms of deformation of hafnium and zinc in the conditions of small degrees of compression out, showing up in realization of the pyramidal sliding with formation of dislocation loops, is marked.