

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕКСТУРЫ ЦИРКОНИЯ В УСЛОВИЯХ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ И ЕЕ ВЛИЯНИЕ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛЗУЧЕСТИ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 300...700 К

*И.Ф. Борисова, И.Н. Бутенко, Е.В. Карасева, Д.Г. Малыхин,
А.В. Мац, В.И. Соколенко, В.А. Фролов*

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,
Харьков, Украина
E-mail: vsokol@kipt.kharkov.ua*

Методами измерения электросопротивления, термоэ.д.с., рентгеноструктурного анализа и оптической микроскопии изучены структурные особенности циркония после деформации прокаткой на 92% при 100 и 300 К и последующего отжига. Показано, что в условиях больших пластических деформаций температура прокатки не влияет на тип сформировавшейся текстуры и параметры микроструктуры материала. Наблюдаемое увеличение сопротивления ползучести и более высокая термомеханическая устойчивость циркония, полученного с использованием предварительной деформации прокаткой при 100 К, обусловлены особенностями структуры границ зерен.

ВВЕДЕНИЕ

Такие характеристики материала, как прочность, пластичность, сопротивление ползучести, определяются его структурным состоянием. Следовательно, управляя структурой, можно улучшать эксплуатационные свойства металлов. Особый интерес в связи с этим вызывает изучение способов формирования структуры и влияния отдельных ее элементов на характеристики материала в целом. В частности, представляется перспективным изучение особенностей формирования структуры в условиях больших пластических деформаций и низких температур, применяемых с целью получения структуры с высокими прочностными и пластическими свойствами.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Цирконий, полученный методом электронно-лучевой плавки, подвергался обработке по трем следующим схемам:

- 1) прокатка при 300 К на 92 % (МО-1) и последующий отжиг при 800 К 1 ч (МТО-1);
- 2) прокатка при 100 К на 92 % (МО-2) и последующий отжиг при 750 К 1 ч (МТО-2);
- 3) прокатка при 300 К на 92 % и термообработка, включающая прямой и обратный $\alpha \leftrightarrow \beta$ -фазовый переход (МТО-3). Температура (Т) отжига соответствовала стадии первичной рекристаллизации материала.

Рентгеновские исследования текстуры и микроструктуры циркония после всех обработок проведены на дифрактометре ДРОН 4-07 с пропорциональным счётчиком, в излучении $\text{CuK}\alpha$, по схеме Брэгга-Брентано. Анализ сделан по всем существующим линиям полнопрофильных диаграмм. Текстура исследована методом обратных полюсных фигур (ОПФ) [1]. Рентгеновские исследования микроструктурных характеристик

(уровня микроискажений кристаллической решётки и размеры областей когерентного рассеяния (ОКР)) проведены на основе метода аппроксимаций [2].

Электросопротивление (R) измеряли при комнатной и азотной температуре по 4-точечной схеме компенсационным способом с использованием потенциометра Р-363. Дифференциальная термоэ.д.с. (S) определялась при комнатной температуре относительно меди, градиент температуры вдоль образца составлял ~ 20 К. Погрешность измерения R и S не превосходила $\pm 0,5$ % измеряемой величины.

Испытания на ползучесть проводили в режиме ступенчатого нагружения при температурах 300...700 К, точность измерения составляла $\sim 5 \cdot 10^{-5}$ см. Активационные параметры и уровень внутренних напряжений определяли с помощью дифференциальных методик, описанных в работе [3].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис.1 приведены обратные полюсные фигуры образцов, обработанных по схемам МО-1,2 и МТО-1,2. Обращает на себя внимание подобие текстур между МО-1 и МО-2, однако текстура после МО-2 выражена сильнее, чем после МО-1. При этом значения микродеформаций в обоих образцах, рассчитанные стандартным способом, составляют $\sim 0,27$ %, что характеризует достаточно высокий уровень искажений. Поверхностные напряжения, измеренные по рентгеноструктурным данным, составляют 60 МПа после МО-1 и 120 МПа после МО-2. Полученная кристаллографическая текстура одинакова для значительно различающихся температур деформирования 100 и 300 К (МО-1 и МО-2). Это может быть связано с тем, что при высокой степени деформации пластическое течение реализуется за счет узкого набора систем кристаллографических смещений, обусловленного

уже сформированной текстурой, исчерпанным «текстурным ресурсом» лёгких систем скольжения, ориентационной однородностью значительной, текстурно-обусловленной доли поликристаллического ансамбля. В частности, сужение профиля текстурной моды (00.2) в процессе деформирования свидетельствует о резком ограничении процессов, изменяющих кристаллографическую ориентацию фрагментов решётки, таких как двойникование или ротация. Понижение температуры прокатки до 100 К приводит к дополнительному сокращению действующего набора систем скольжения, в результате чего материал имеет сильнее выраженную текстуру.

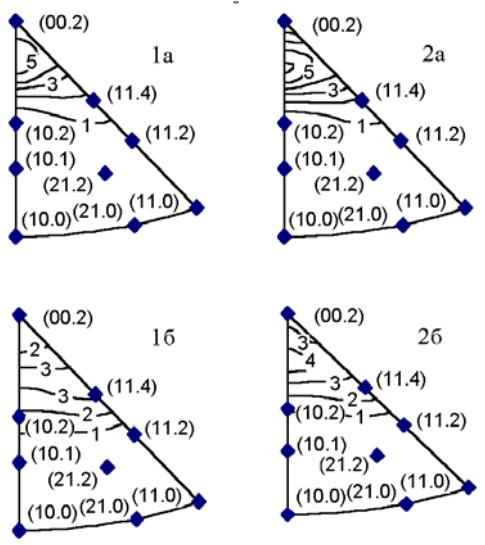


Рис. 1. Обратные полюсные фигуры циркония, деформированного на 92% при 300 К (1) и 100 К (2), измеренные после МО-1,2 (а) и МТО-1,2 (б)

Размер ОКР после отжига (МТО-1 и МТО-2) составляет 110 нм, а уровень микроискажений снизился до 0,02 %. Отжиг привел к рассеянию текстуры деформации, сохраняя ее подобие, причём для образцов, деформированных при 100 К, исходная текстура оказалась более устойчивой. После $\alpha \leftrightarrow \beta$ фазовых превращений (МТО-3) текстура наиболее умеренная. Размер ОКР и уровень внутренних напряжений составляет 60 нм и 50 МПа соответственно.

В таблице приведены значения относительного электросопротивления и термоэ.д.с. циркония после всех обработок.

Измеряемые характеристики	Вид обработки			
	МО-1	МО-2	МТО-1	МТО-2
$R_{300\text{ К}}/R_{77\text{ К}}$	3,63	3,64	4,03	4,02
S , мкВ/К	5,3	7,6	6,1	7,55

Обращает на себя внимание, что величина относительного электросопротивления не зависит от температуры прокатки, в то время как термоэ.д.с. образцов, прокатанных при 100 К (МО-2 и МТО-2), выше, чем после МО-1 и МТО-1. Относительное электросопротивление в основном характеризует рассеяние электронов проводимости на фонах и дефектах решетки. Следовательно, подтверждается вывод рентгеноструктурного анализа, что структура

на микроуровне одинакова для обеих температур прокатки. Термоэ.д.с. в большей степени, чем электросопротивление определяется энергетическим спектром (состоянием электронов проводимости) кристаллической решетки и поэтому может быть чувствительнее к упругим полям дефектов, что обуславливает более высокие ее значения после МО-2 и МТО-2.

Характеристики ползучести циркония после различных механико-термических обработок изучались в интервале температур 300...700 К. Эксперименты показали, что предел текучести и предел прочности циркония после МО-2 выше, чем после МО-1. Известно, что повышение степени деформации прокаткой приводит к увеличению углов разориентировки дислокационных границ деформационного происхождения, причём понижение температуры деформирования действует так же, как увеличение степени деформации [4]. Высокоугловые границы наиболее устойчивы по отношению к пластической деформации и оказывают ей максимальное сопротивление. В структуре циркония, деформированного прокаткой при 100 К (МО-2), плотность высокоугловых границ будет выше. Наличие таких структурных элементов и приводит к более высоким значениям характеристик прочности Zr, обработанного по схеме МО-2.

После всех механико-термических обработок (МТО-1,2,3) в исследованной области температур наблюдается высокая скорость ползучести Zr (рис.2), и зависимость деформации от времени испытания описывается степенным законом, что может быть результатом динамического равновесия процессов упрочнения и возврата. В работах [5,6] показано, что пластическое течение в этом случае обусловлено совместным действием нескольких механизмов: внутризеренного скольжения, поперечного скольжения и переползания дислокаций, диффузионной ползучести и зернограничного скольжения, вклад каждого из которых в деформацию материала зависит от температуры испытания, приложенного напряжения и состояния границ зерен.

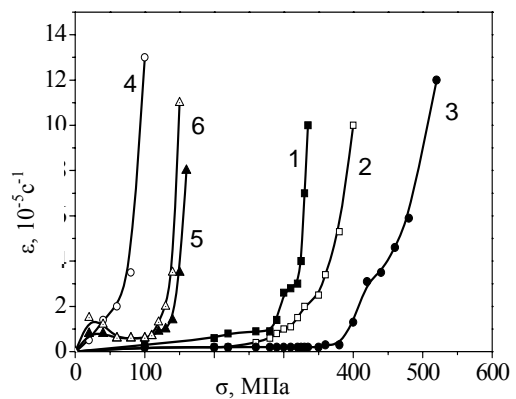


Рис.2. Зависимость скорости ползучести Zr после различных МТО от приложенного напряжения при температурах испытания 300 К (1, 2, 3) и 700 К (4, 5, 6); 1,4 – МТО-1; 2,5 – МТО-3; 3, 6 – МТО-2

Анализ кривых, приведенных на рис.2, позволяет сделать вывод, что структура, полученная в результате прокатки при 100 К и отжига при 800 К (МТО-2), более устойчива к последующему воздействию напряжения и температуры, имеет более высокие прочностные характеристики и сопротивление ползучести по сравнению со структурой, сформированной после МТО-1. Поскольку по данным рентгеноструктурного анализа микроструктурные характеристики образцов циркония после обеих обработок идентичны, наблюдаемый эффект может быть связан со структурными элементами на мезо- и макроуровнях, т.е. в первую очередь с границами зерен.

Металлографические исследования показали, что в результате проведенных термообработок (МТО-1,2) образовалась мелкозернистая структура (средний размер зерен 5...6 мкм). Отличие состоит в том, что после МТО-1 наблюдались равноосные зерна преимущественно одного размера (5...6 мкм) с гладкими равновесными границами, а после МТО-2 зерна были неравноосные, неоднородные по размеру (разброс составлял от 1 до 10 мкм) с ломанными неравновесными границами.

Известно, что кинетика увеличения плотности дислокаций на межзеренных границах определяется не только кристаллографической ориентацией решеток по обе стороны от границы, но и пространственной ориентацией самой границы [4,7]. Это означает, что не только границы зерен, но и отдельные фасетки становятся источниками внутренних напряжений. В результате ломанные неравновесные границы являются источником сильных перекрывающихся полей дальнодействующих напряжений, что может служить причиной более высокой термомеханической устойчивости структуры циркония после МТО-2.

Уровень дальнодействующих напряжений и его изменение в процессе ползучести можно определить по методике, описанной в работе [3]. На рис.3 показано изменение дальнодействующих напряжений σ_G и активационного объема V с увеличением приложенного напряжения σ в процессе ползучести Zr после МТО-1 и МТО-2.

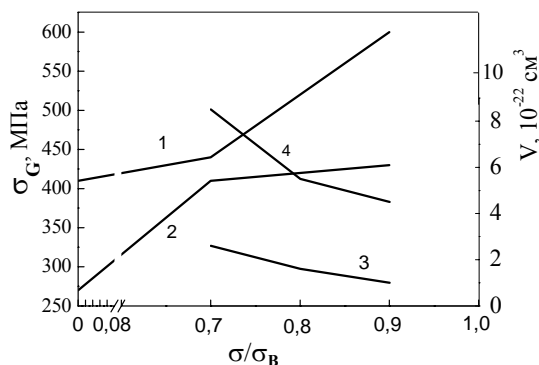


Рис.3. Зависимость дальнодействующих напряжений (σ_G , кривые 1,2) и активационного объема (V , кривые 3,4) от приложенного напряжения (σ) в процессе ползучести циркония при $T=300$ К: 1,3 – после МТО-2; 2,4 – после МТО-1

Судя по величине V , в процессе ползучести образцов, прошедших МТО-1 на начальных этапах деформирования ($\sigma < \sigma_{0,2}$), идет процесс внутризеренного скольжения дислокаций и накопление их у границ зерен, что приводит к росту дальнодействующих напряжений, ограничивая дальнейшее развитие внутризеренного скольжения. В результате при напряжениях $\sigma > \sigma_{0,2}$ дальнодействующие напряжения изменяются незначительно, а величина активационного объема уменьшается, что свидетельствует об изменении механизма деформации. Учитывая наблюдаемую экспериментально высокую скорость ползучести, можно предположить, что при напряжениях выше предела текучести пластическая деформация развивается за счет преимущественного действия механизмов возврата, таких как диффузионная ползучесть, поперечное скольжение и переползание дислокаций вблизи границ зерен и зернограницное скольжение.

После МТО-2, наоборот, существенное изменение σ_G наблюдается при $\sigma > \sigma_{0,2}$. Структура, полученная в результате МТО-2, как отмечалось выше, характеризуется высокой энергией границ зерен, в результате чего при $\sigma < \sigma_{0,2}$ процесс скольжения затруднен, и дальнодействующие напряжения изменяются мало. Развитие пластической деформации при $\sigma > \sigma_{0,2}$ приводит к существенному росту дальнодействующих напряжений, при этом активационный объем имеет небольшую величину и мало изменяется с ростом напряжения. Можно предположить, что процесс пластической деформации локализован вблизи границ зерен и обусловлен поворотными модами и перестройкой структуры в границах. При этом основными адаптационными механизмами могут быть диффузионная ползучесть и переползание дислокаций вдоль границ, которые способствуют развитию зернограницного скольжения.

Более сильная термомеханическая устойчивость структуры после МТО-3 в сравнении с МТО-1 может быть связана с отсутствием четко выраженной текстуры отжига и более высокими внутренними напряжениями.

Итак, понижение температуры предварительной деформации прокаткой до 100 К приводит к увеличению прочностных свойств и сопротивления ползучести циркония. Это связано с определяющим влиянием на процесс пластической деформации такого структурного элемента, как границы зерен, и зависит от степени их совершенства. Особенности структуры границ обуславливают локализацию пластического течения, высокий уровень внутренних напряжений и, как следствие, более высокую термомеханическую устойчивость структуры при ползучести.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.Гинье. *Рентгенография кристаллов*. М.: Гос. изд. физ.-мат. литературы, 1961, с.604.
2. В.И. Иверонова, Г.П. Ревкевич. *Теория рассеяния рентгеновских лучей*. М.: Изд. Московского университета, 1972, с.247.

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.В. Рыбин. *Большие пластические деформации и разрушение металлов*. М.: «Металлургия», 1988, с.224.

5. О.А. Кайбышев, Р.З. Валиев. *Границы зерен и свойства металлов*. М.: «Металлургия», 1987, 212 с.

6. Е.В. Карасева, В.И. Соколенко, К.В. Ковтун, Р.В. Ажажа. Особенности ползучести и механизмы пластической деформации поликристаллического гафния в интервале температур 77...650 К // *ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2006, №4, с.133-137.

7. Н.Ю. Золотаревский, В.В. Рыбин. Деформация фрагментирующихся поликристаллов и текстурирование // *ФММ*. 1985, т.50, №3, с.440-449.

Статья поступила в редакцию 22.12.2008 г.

ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ ТЕКСТУРИ ЦИРКОНІУ В УМОВАХ ВЕЛИКИХ ПЛАСТИЧНИХ ДЕФОРМАЦІЙ І ЇЇ ВПЛИВ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОВЗУЧОСТІ В ІНТЕРВАЛІ ТЕМПЕРАТУР 300...700 К

І.Ф. Борисова, І.Н. Бутенко, Є.В. Карасьова, Д.Г. Малихін, О.В. Мац, В.І. Соколенко, В.О. Фролов

Методами виміру електроопору, термод.с., рентгеноструктурного аналізу й оптичної мікроскопії вивчено структурні особливості цирконію після деформації прокаткою на 92 % при 100 і 300 К та наступного відпалу. Показано, що в умовах великих пластичних деформацій температура прокатки не впливає на тип текстури, що сформувалася, і параметри мікроструктури матеріалу. Спостережені збільшення міцностних властивостей і опору повзучості, а також більш висока термомеханічна стійкість цирконію, отриманого з використанням попередньої деформації прокаткою при 100 К, обумовлені особливостями структури границь зерен.

TEXTURE FORMATION PECULIARITIES OF ZIRCONIUM IN CONDITION OF LARGE PLASTIC DEFORMATION AND ITS INFLUENCE ON CHARACTERISTICS OF CREEP IN THE TEMPERATURES RANGE 300...700 K

I.F. Borisova, I.N. Butenko, E.V. Karaseva, D.G. Malyhin, A.V. Mats, V.I. Sokolenko, V.A. Frolov

Methods of study of a resistance, the thermo-emf, X-ray crystal analysis and optical microscopy are investigated structural peculiarities of zirconium after a strain by rolling on 92 % at 100 both 300 K and consequent annealing. It is shown, that in conditions of large plastic deformation the rolling temperature does not influence on type of the formation texture and parameters of a material microstructure. Observed increase of strength properties and creep-resistances, and also higher thermomechanical stability of the zirconium received with use of a prestrain by rolling at 100 K, is caused by peculiarities of grains boundaries structure.