

## ОСОБЕННОСТИ ТЕКСТУРЫ, МИКРОТВЁРДОСТИ И МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКЕ ГАФНИЯ

*Д.Г. Малыхин, Г.П. Ковтун, Т.С. Потина*

*Институт физики твёрдого тела, материаловедения и технологий  
ННЦ «Харьковский физико-технический институт», Харьков, Украина*

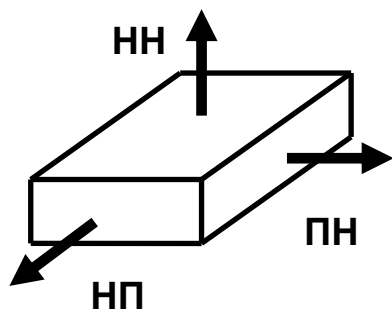
*E-mail: dmitr.malykhin@yandex.ua*

Исследована кристаллографическая текстура и микротвёрдость холоднодеформированных пластин гафния в трёх главных направлениях, связанных с их прокаткой. Проанализированы особенности изменений текстурных параметров пластин и причина их нерегулярности, обнаруженной в окрестности 5%-й деформации. Выявлена связь микротвёрдости пластин и её особенностей с изменениями текстуры и ориентаций микроучастков материала в процессе деформации.

Гафний, получаемый современными методами экстракции и очистки, имеет перспективу применения как конструкционный материал атомных реакторов. Тем самым он является интересным объектом для научных исследований, в том числе для получения новых представлений о структурных закономерностях и механизмах деформации ГПУ-металлов. В данной работе проведены исследования кристаллографической текстуры и микротвёрдости в трёх главных сечениях холоднодеформированных пластин гафния. Цель данной работы – рассмотреть природу, сочетание и особенности действия в гафнии механизмов деформации, учитывая современные представления о текстурообразовании [1, 2] и о существующих механизмах деформации [3–5], а также выявить и проанализировать связь микротвёрдости с текстурой пластин в процессе их холодной прокатки [6].

### МАТЕРИАЛ, МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исходный материал представляет собой пластины гафния марки ГФЭ-1 толщиной 2 мм, отожжённые при 850 °С в течение 1 ч, со структурой равноосных зёрен размером 30 мкм. Образцы были получены холодной прокаткой исходных пластин на 5, 15 и 30% с последующей химической обработкой поверхностей исследования.



*Рис. 1. Обозначения геометрических направлений, связанных с прокаткой пластин*

Кристаллографическая текстура, а также микротвёрдость, как было сказано выше, исследованы в

трёх главных направлениях, связанных с прокаткой пластин (рис. 1). Это – направление прокатки (НП); нормальное направление (НН), связанное с плоскостью пластин, и поперечное направление (ПН).

Исследования текстуры проведены по методу обратных полюсных фигур (ОПФ) [7, 8]. Измерения выполнены на рентгеновском дифрактометре ДРОН-4 по оптической схеме Брэгга-Брентано. По интегральным интенсивностям отражений ( $hkl$ ) определялись плотности полюсов  $P_{(hkl)}$ , и их распределение строилось в виде ОПФ. С учётом их статистического веса в пространстве кристаллографических ориентаций (коэффициенты  $A_i$ ) определялись текстурные параметры Кернса [9, 10]:

$$f_j = \langle \cos^2 \alpha_{ij} \rangle = \sum_i A_i P_{ij} \cos^2 \alpha_{ij}, \quad (1)$$

где  $\alpha_{ij}$  – угол между осями « $c_i$ » зёрен, дающих  $i$ -е отражение, и  $j$ -м направлением съёмки. Ввиду того, что, согласно известному тригонометрическому тождеству  $f_{НП} + f_{ПН} + f_{НН} = 1$ , векторная тройка  $f_j$  с её деформационной динамикой была отображена с помощью тригональной диаграммы (см. ниже), а средняя ошибка  $\Delta f_j$  определена по экспериментальной точности этого равенства.

Измерения микротвёрдости проведены на микротвердомере ПМТ-3 по стандартной методике с нагрузкой 0,3 Н.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Результаты исследования текстуры пластин приведены на рис. 2 в виде ОПФ и на рис. 3 в виде векторной диаграммы изменений текстурных параметров.

Размер точек на диаграмме (см. рис. 3) соответствует ошибкам определения текстурных параметров.

Результаты измерения микротвёрдости пластин гафния приведены на рис. 4. Из рисунка видно, что в НП и ПН в изменениях микротвёрдости в области деформаций 5...15% наблюдается нерегулярность, выраженная в нарушениях изотропии.

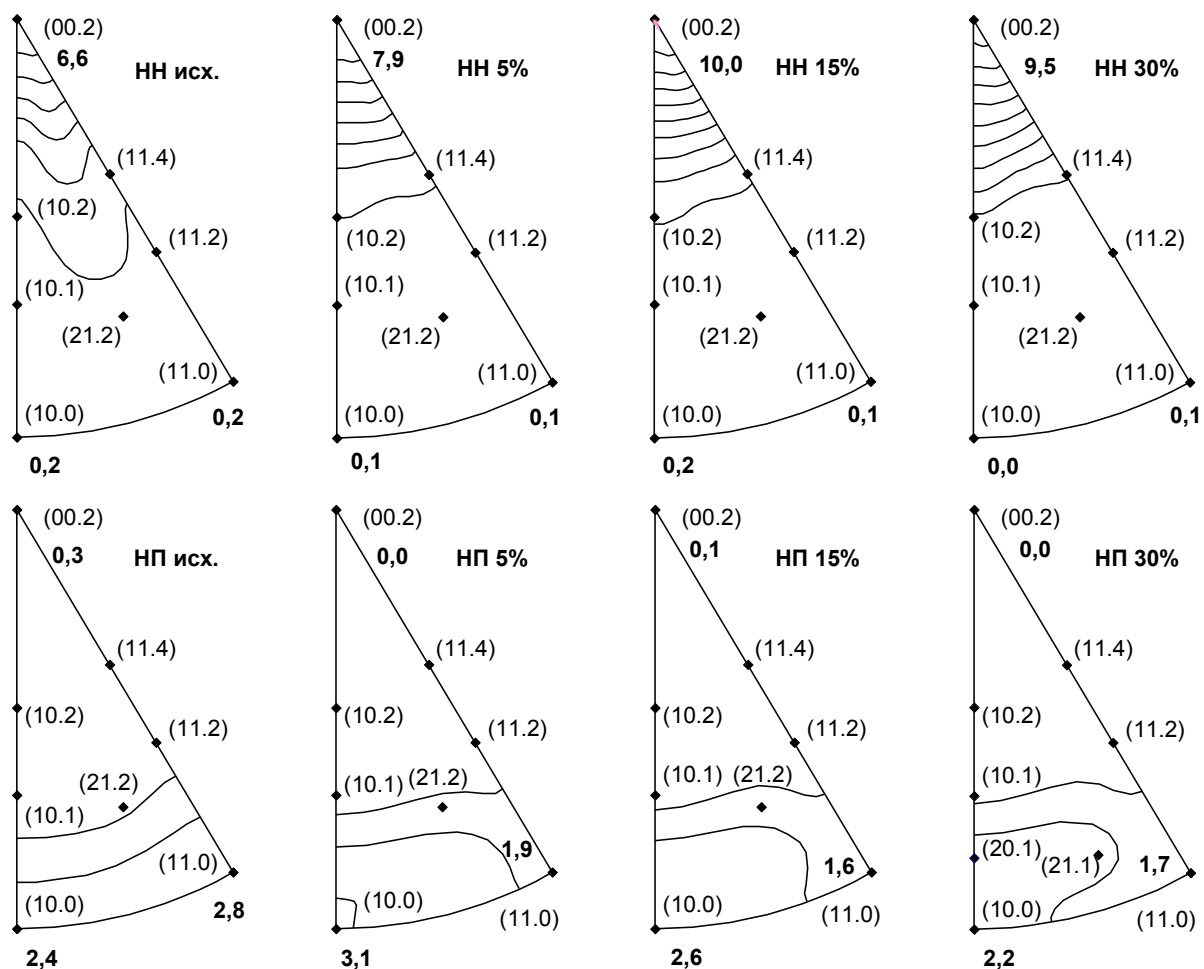


Рис. 2. ОПФ пластин графита в исходном состоянии и после холодной деформации [6]. Съёмка в нормальном (НН) и в поперечном направлениях (НП)

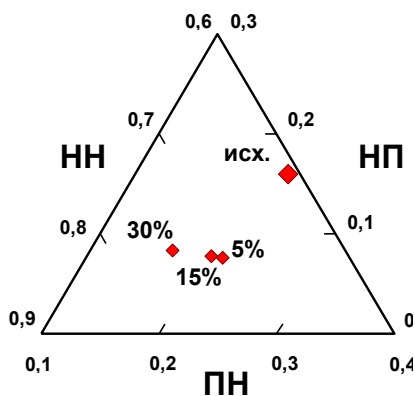


Рис. 3. Фрагмент тригональной диаграммы векторного представления параметров  $f_j$  пластин графита в исходном и деформированном состояниях

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

### Роль скольжения в текстурных изменениях

Для оценки непосредственной роли скольжения в развитии текстуры прокатки, в частности – в изменениях текстурных параметров, использована простая геометрическая схема однородного пластического сжатия среды в НН и такого же растяжения в НП. Эта схема вписывается в существующие

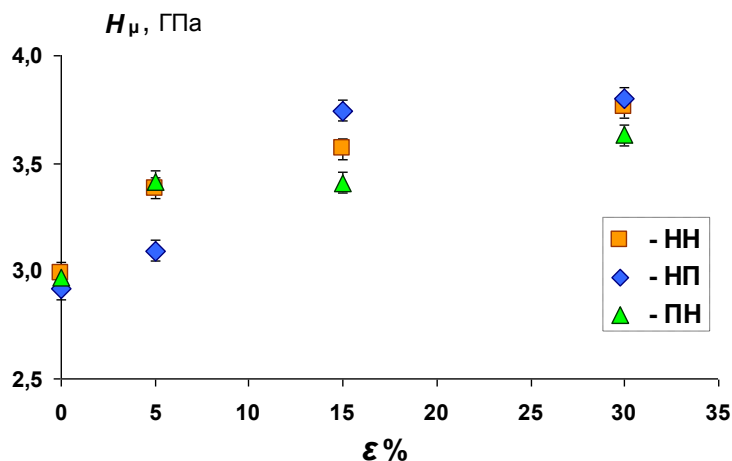


Рис. 4. Зависимость микротвёрдости пластин графита от степени холодной деформации

условия «стеснённой» деформации зёрен [2]. При этом подразумевается, что скольжение, как реакция на действие сжимающих усилий, восстанавливает межплоскостные расстояния и атомарную плотность базисных плоскостей. Вероятное отсутствие базисного скольжения может возмещаться сочетанием пирамидальных мод [4, 5]. В результате оси «с», ориентированные в сторону окрестности НН, ещё более приближаются к НН.

Векторные изменения текстурных параметров на каждом из участков графика (см. рис. 3), разделённых 5%-м значением деформации, практически осуществляются, как можно видеть, в ортогональных направлениях: НП → НН и далее ПН → НН. Ввиду этого и благодаря достаточно сильной текстуре (0002) в НН, плоскости, образуемые углами  $\alpha_{ij}$  (1), можно считать приблизительно компланарными соответствующим сечениям. В таком случае изменение  $\cos^2 \alpha_{ij} \rightarrow \cos^2 \alpha'_{ij}$ , которое осуществится деформацией сжатия ( $\varepsilon$ ) по используемой геометрической схеме, будет практически однозначным:

$$\cos^2 \alpha'_i(\varepsilon) = \frac{\cos^2 \alpha_i}{\cos^2 \alpha_i + (1 - \varepsilon)^n \sin^2 \alpha_i}, \quad (2)$$

где  $n$  равно 4 для изменений в направлениях НП → НН и 2 для направлений ПН → НН.

По текстурным данным ( $P_i$ ) исходного образца в НП и ПН произведен расчёт коэффициентов  $f_{НП}(\varepsilon)$  ( $n = 4$ ) и  $f_{ПН}(\varepsilon)$  ( $n = 2$ ) в исследованной области деформаций. Расчёт выполнен с использованием формул (1) и (2):

$$f_j(\varepsilon) = \sum_i A_i P_{ij} \cos^2 \alpha'_{ij}(\varepsilon). \quad (3)$$

Сравнение результатов расчётов с экспериментальными данными приведено на рис. 5.

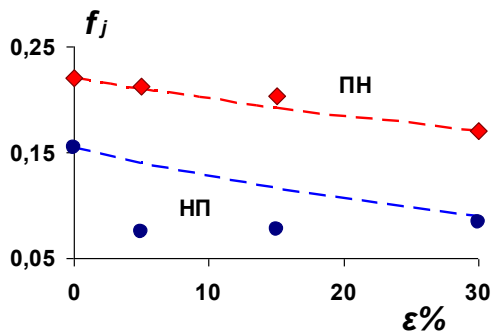


Рис. 5. Изменения коэффициентов  $f_{НП}$  и  $f_{ПН}$  со степенью деформации пластин гафния: результаты измерений (точки) и расчётов (линии)

Расчёт показал, что в пределах исследованной области деформации изменения коэффициента  $f_{ПН}$  вписываются в данную схему и тем самым свидетельствуют об активности лишь механизмов скольжения. В то же время коэффициент  $f_{НП}$  внутри данной области изменяется не адекватно действиям этих механизмов в рамках рассматриваемой схемы.

Иными словами, в изменениях коэффициента  $f_{НП}$  во всей области деформаций заключена вся неопределённость в понимании текстурной динамики. Можно отметить значительное замедление его изменений при деформациях выше 5% (см. рис. 3), что напрямую связывается с формированием в НП (см. рис. 2) текстурного максимума в области полюсов (20.1) и (21.1) (имеются в виду  $(20\bar{2}1)$  и  $(21\bar{3}1)$ ). Этим полученные результаты несколько отличаются от общего характера текстуры ГПУ-металлов с

соотношением  $c/a < 1,633$  [1, 4], куда относится и гафний.

В целом, учёта механизмов скольжения для объяснения таких изменений, очевидно, недостаточно. В дополнение к сказанному можно отметить, что, согласно рентгеновским исследованиям, адекватных нерегулярностей в динамике дислокационной структуры данного материала не выявлено [6].

#### Роль двойникования в текстурных изменениях

Существуют данные, указывающие на то, что в процессе холодной деформации в гафнии должны действовать двойниковые моды. Так, после растяжения исходного материала на 5...15% в нём была обнаружена двойниковая сетка (рис. 6). Об образовании двойников в процессе сжатия и растяжения гафния отмечается также в работе [3] (рис. 7). Можно, в частности, отметить соответствие значений деформации (5%), при которых проявляются нерегулярности на текстурной диаграмме (см. рис. 3) и на графике (см. рис. 7: штриховая линия, деформация сжатием).

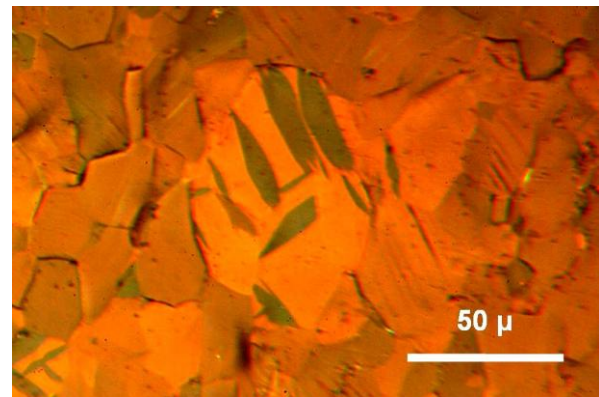


Рис. 6. Структура гафния после испытания на растяжение (деформация 5...15%)

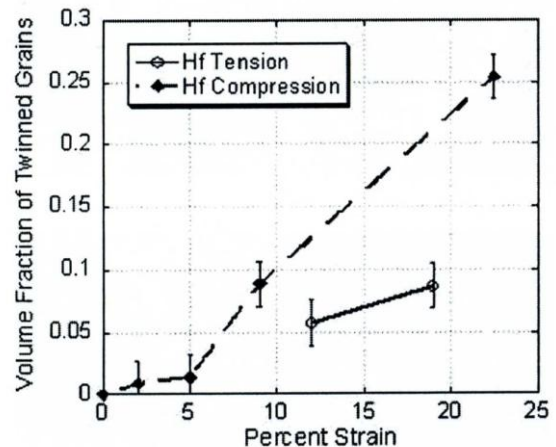


Рис. 7. Зависимость содержания двойникованных зёрен от степени деформации гафния [4]

Как известно, двойники «сжатия» рассеивают текстуру сжатия (прокатки), поскольку дают развороты осей «с» на углы  $\sim (60 \pm 5)^\circ$  от исходных ориентаций, преимущественно близких к НН [4]. Будучи активными при деформациях прокаткой выше 5%, они могут существовать в данном материале,

препятствуя дальнейшему уменьшению параметра  $f_{НП}$  (см. рис. 3).

Двойники «растяжения», как известно [4], образуют в гафнии две системы:  $\{10\bar{1}2\}\langle\bar{1}011\rangle$  (первичная система с углом поворота  $85^\circ$ ) и  $\{11\bar{2}1\}\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$  (вторичная система с углом  $35^\circ$ ). Считается при этом, что они, особенно двойники первичной системы, участвуют в формировании в НН текстуры (0002) и даже играют в этом существенную роль. В данном случае можно оценить их влияние на изменения текстурных параметров.

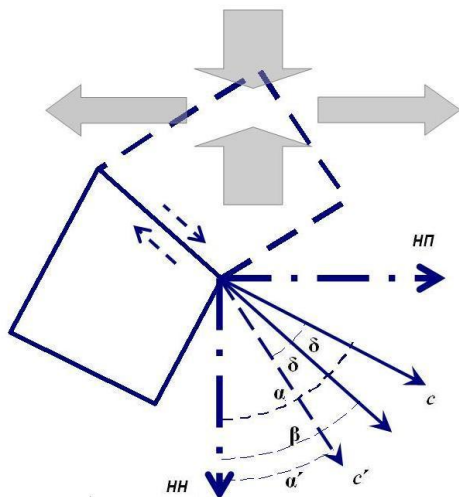


Рис. 8. Иллюстрация образования двойника растяжения в процессе прокатки (ПН)

Это можно сделать, например, в отношении параметра  $f_{НН}$  (либо  $f_{НП}$ ) и в первую очередь – для отдельных кристаллических участков. Ограничим рассмотрение плоскостью двойникового разворота (на угол  $2\delta$ ) с учётом угла  $\beta$  между направлением двойникового смещения и НН (рис. 8). Оценку в этом случае можно сделать по принципу формулы (1) путём следующего расчёта:

$$\Delta f_{НН}(\beta) = \cos^2(\beta - \delta) - \cos^2(\beta + \delta) = \sin 2\beta \sin 2\delta; \quad 0 < \beta < \pi/4. \quad (4)$$

Максимальное изменение  $\Delta f_{НН} \approx 1$  является возможным посредством двойников первой системы – путём переориентации кристаллитов в НН из перпендикулярных направлений (в частности, НП и ПН) – и притом при оптимальном угле:  $\beta \approx 45^\circ$ . Таким образом, в рамках механизмов двойников «растяжения», участвующих в формировании текстуры деформации, первичная система должна играть главную роль в изменениях  $f_{НН}$  и  $f_{НП}$  при прокатке. Этому благоприятствует также незначительная мощность двойникового сдвига, в отличие от значений такой величины для вторичной системы двойников «растяжения» [5].

Недостаточность скольжения в начальном уменьшении параметра  $f_{НП}$  (см. рис. 5) позволяет считать двойники «растяжения» (первой системы) главной причиной таких изменений. Однако согласно графику рис. 7 (штриховая линия), при деформации материала сжатием ниже 5% активность двойников в целом незначительна. В то же время это

невозможно доказать в отношении прокатки, поскольку в этом случае, в отличие от сжатия, в материале существует локализованное преимущественное направление растяжения, необходимое для активизации таких двойников. И это согласуется с обычными геометрическими особенностями развития текстуры прокатки, в частности – с переориентацией полюсов (0002) (осей «с») из НП в НН [4].

Во всяком случае, такой переориентации не ожидается при деформациях более 5%, поскольку уже при 5% полюса (0002) в окрестности НП отсутствуют (см. рис. 2). Это косвенно свидетельствует в пользу действия первой системы двойников «растяжения» как возможной причины нерегулярности, существующей в окрестности 5%.

Ввиду этого была осуществлена попытка оценки роли двойников «растяжения» первой системы –  $\{10\bar{1}2\}\langle\bar{1}011\rangle$  – в начальном изменении текстурного параметра  $f_{НП}$ . Принципиальный учёт формул (1) и (4) даёт в этой связи оценку объёмной доли таких двойников. Расчёт, однако, дал значение, которое следовало бы считать завышенным по сравнению с допустимым масштабом таких величин [3].

Итак, изменения текстурных параметров в ПН ( $f_{ПН}$ ) полностью связываются с действием механизмов скольжения в рамках простой геометрической схемы деформации прокаткой, учитывающей стеснённость деформации зёрен.

В то же время поведению параметра  $f_{НП}$  невозможно дать простое объяснение. Так, при деформации до 5% этот параметр претерпевает изменения, выходящие за пределы оценок, в которых используются простые геометрические схемы действия механизмов скольжения и двойникового. При деформации выше 5% его изменение значительно замедляется. Это согласуется с формированием в НП текстурного максимума в окрестности полюсов  $(20\bar{2}1)$  и  $(21\bar{3}1)$ . Эта особенность связывается с началом активизации двойников «сжатия». Как возможная причина такой особенности, не исключается также факт значительного снижения при деформации более 5% активности двойников «растяжения».

#### О связи микротвёрдости с текстурными и субструктурными особенностями пластин

Из сочетания изотропии микротвёрдости исходного образца (см. рис. 4) с равноосной формой его зёрен следует, что микротвёрдость с её анизотропией в данном случае непосредственно зависит от структурных и субструктурных особенностей материала – и с кристаллографической текстурой, таким образом, она связана косвенно и неоднозначно.

Определённую взаимосвязь можно отметить между микротвёрдостью в НП и ПН и темпами изменений соответствующих текстурных параметров, выраженными в различии параметров для данного и предыдущего значений деформации. Это согласно рис. 3 и 4 можно видеть в пределах каждого отдельно взятого значения деформации и в целом на участке 5...15%, и заметить также при 30%. Так, наименьшая микротвёрдость соответствует тек-

стурному параметру, претерпевшему наибольшее изменение.

Можно считать, что микротвёрдость положительно реагирует, в частности, на повороты осей «с» микроучастков, совершённые в процессе деформации перпендикулярно направлению исследования, т. е., когда оси таких поворотов параллельны данному направлению. Из общих соображений это могло бы быть связано, прежде всего, с двойникованием. Однако в данном случае такая связь может быть практически отмечена лишь в отношении скольжения, судя по природе изменений параметра  $f_{ПН}$  (см. рис. 5). Имеется в виду, что следствием активности скольжения может, в частности, быть фрагментация структуры материала с разворотом микроучастков.

Сказанное подтверждается результатами рентгеновских исследований с определением размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) данных пластин. Так, при деформации 15 и 30% размер ОКР в ПН составляет 60 нм, что не менее чем в полтора раза ниже значений в двух других направлениях [6].

С другой стороны, образование при деформации более 5% двойников «сжатия», производящих развороты осей «с» преимущественно в направлении НН → НП, не даёт доминирующего эффекта повышения микротвёрдости в ПН. Ввиду этого следовало бы считать, что скольжение по эффективности не уступает двойникованию в той мере, в какой это отражается на анизотропии микротвёрдости.

## ВЫВОДЫ

Исследована кристаллографическая текстура пластин гафния в исходном состоянии и после холодной прокатки на 5, 15 и 30%. Исследования проведены в трёх главных направлениях, связанных с прокаткой пластин, с построением ОПФ и определением текстурных параметров Кернса.

При деформации пластин выше 5% обнаружена особенность текстуры, заключающаяся в формировании в НП текстурного максимума в области отражений  $(20\bar{2}1)$  и  $(21\bar{3}1)$ . Выявлена связь этой особенности с появлением при деформации 5% нерегулярности темпа изменений соответствующего текстурного параметра Кернса.

Проведен анализ субструктурных механизмов развития текстуры пластин гафния. Отмечается, что в ПН текстура в исследованной области деформаций развивается в пределах действия механизмов скольжения по геометрической схеме, учитывающей условия стеснённой деформации зёрен. По изменениям текстурного параметра в НП выявлены признаки действия механизмов двойникования: двойников «сжатия» при деформациях более 5% и, возможно, двойников «растяжения» при деформации до 5%. При этом, однако, изменения текстурного параметра вплоть до деформации 5% превышают простые расчётные оценки, ограниченные учётом механизмов скольжения и двойникования.

Исследована микротвёрдость гафния в трёх главных направлениях прокатки пластин. Обнаружена её анизотропия. Применительно к НП и ПН

выявлена связь анизотропии с темпом изменений соответствующих текстурных параметров и, в конечном счёте, с направлением разворотов осей «с» микрообластей материала в процессе деформации. Ввиду неопределённостей по поводу реальных масштабов активности двойникования, связь с этим практически найдена лишь в отношении скольжения как механизма, приводящего к фрагментации материала.

Авторы выражают благодарность кандидату физико-математических наук старшему научному сотруднику Ковтуну Константину Васильевичу за помощь в исследованиях и участие в обсуждении результатов.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Р. Хоникомб. *Пластическая деформация металлов* / Пер. с англ. М.: «Мир», 1972, 408 с.
2. Я.Д. Вишняков, А.А. Бабарэко, С.А. Владимиров и др. *Теория образования текстур в металлах и сплавах*. М.: «Наука», 1979, 345 с.
3. L.B. Addessio, E.K. Cerreta, G.T. Gray. Mechanical behavior of zirconium and hafnium in tension and compression // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2005, v. 36A, p. 2893-2903.
4. E. Tenckhoff. Review of deformation mechanisms, texture and mechanical anisotropy in zirconium and zirconium base alloys // *Proceedings of XVI International Symposium: Zirconium in Nuclear Industry*. West Conshohocken, ASTM STP1467. 2006, p. 25-50.
5. Т.П. Черняева, В.М. Грицина. Характеристики ГПУ-металлов, определяющие их поведение при механическом, термическом и радиационном воздействии // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение» (92)*. 2008, №2, с. 15-27.
6. К.В. Ковтун, Г.П. Ковтун, Д.Г. Малыхин и др. Эволюция микроструктуры и текстуры при холодной деформации гафния марки ГФЭ-1 // *Труды XIX Международной конференции по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению*. 6–11 сентября 2010 г. Алушта, Крым. 2010, с. 174-175.
7. Н.В. Агеев, А.А. Бабарэко, С.Я. Бецофен. Метод обратных полюсных фигур // *Известия АН СССР. Серия «Металлы»*. 1974, №1, с. 94-103.
8. G.V. Harris. Quantitative measurement of preferred orientation in rolled uranium bars // *Phil. Mag.* 1952, v. 43, N 336, p. 113-123.
9. P.R. Morris. Reducing the effects of non-uniform pole distribution in inverse pole figure studies // *J. Appl. Physics*. 1959, v. 30, N 4, p. 595-596.
10. J. Kearns. Thermal expansion and preferred orientation in Zircaloy // *USAEC WAPD-TM-472*. Nov. 1965.
11. Д.Г. Малыхин. Рентгеновский метод анализа дислокационной структуры в ГПУ-металлах // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые металлы, сверхпроводники»*. 2014, №1(89), с. 56-59.

Статья поступила в редакцию 03.11.2015 г.

## **ОСОБЛИВОСТІ ТЕКСТУРИ, МІКРОТВЕРДОСТІ І МЕХАНІЗМІВ ДЕФОРМАЦІЇ ПРИ ХОЛОДНІЙ ПРОКАТЦІ ГАФНІЮ**

*Д.Г. Малихін, Г.П. Ковтун, Т.С. Потіна*

Досліджено кристалографічну текстуру і мікротвердість деформованих пластин гафнію в трьох головних напрямках, пов'язаних з їх холодною прокаткою. Проаналізовано особливості змінень текстурних параметрів пластин і чинники їх нерегулярності, яка виявлена навколо 5%-ї деформації. Знайдено зв'язок мікротвердості пластин та її особливостей зі змінами текстури і орієнтацій мікроділянок матеріалу в процесі деформації.

## **FEATURES OF TEXTURE, OF MICROHARDNESS AND OF DEFORMATION MECHANISMS IN COLD-ROLLED HAFNIUM**

*D.G. Malykhin, G.P. Kovtun, T.S. Potina*

Crystallographic texture and microhardness of hafnium plates have been investigated in three principal directions related to their cold rolling. Features of the changes of texture parameters and a cause of their irregularity what has been found at 5% rolling of the plates were analyzed. An analysis of relation of the microhardness with the changes of both the texture and orientations of microscopic areas during deformation has been carried out.