

## ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ЭКСТРУДИРОВАННОГО ГАФНИЯ МАРКИ ГФЭ-1

*О.В.Бородин, Е.В.Рудычев*

*ИФТТМТ ННЦ ХФТИ, г.Харьков, Украина, e-mail: rudychev@kipt.kharkov.ua*

Представлена проблема вивчення мікроструктури гафнію з метою можливості застосування даного матеріалу для органів СУЗ в енергетичних реакторах ВВЭР-1000.

Представлена проблема изучения микроструктуры гафния с целью возможности применения данного материала для органов СУЗ в энергетических реакторах ВВЭР-1000.

In the given work described studying hafnium microstructure for the purpose of possibility to use this material for element of control system of VVER-1000 reactors.

### ВВЕДЕНИЕ

Данная работа является частью материаловедческого сопровождения отработки технологии производства 9 мм прутков из гафния, которые могут быть в перспективе использованы в управляющих органах СУЗ ядерных электростанций Украины и других стран мира. Перспективы использования гафния в качестве органов СУЗ хорошо известны и, прежде всего, связаны с возможностью увеличения срока эксплуатации данных органов до 15 лет и более, а также возможностью создания ПЭЛ из гафния с эксплуатационным сроком 15 лет и более [1].

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследуемый материал был изготовлен из гафния марки ГФЭ-1 путем двойного электронно-лучевого переплава. Из получившихся слитков выдавливались прутки со степенями деформации 30, 60, 75, 86% при температуре 1000 °С. В результате чего были получены прутки диаметром 8...27 мм и высотой 0.3...1 мм в зависимости от термомеханической обработки данных образцов [2]. Для электронно-микроскопических исследований вырезались образцы перпендикулярно оси прутка. Часть образцов подвергалась отжигу в вакууме ( $P=1.33 \times 10^{-4}$  Па) при температуре 850°С в течение 1 ч.

Исследовались 2 группы образцов: а) гафний, деформированный методом высокотемпературной экструзии при температуре 1000°С со степенями деформации 30, 60, 75%; б) гафний, отожженный после каждой деформации в течение 1 ч при температуре 850°С.

Электронно-микроскопические объекты препарировались методом струйного электрохимического утонения в электролите: 93% — "ледяной" уксусной кислоты  $\text{CH}_3\text{COOH}$  и 7% — хлорной кислоты  $\text{HClO}_4$ . Утонение проводилось при напряжении на ячейке 110 В при температуре электролита 10°С. В связи с высокой химической активностью материала на поверхности образца появлялась устойчивая оксидная пленка, которая удалялась обучением ионами  $\text{Ag}^+$  с энергией 3 кВ, при токе разряда 4 мА и

токе пучка 5 мкА. Исследования образцов проводились на аналитическом электронном микроскопе JEM-100СХ.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Структура деформированного гафния со степенью деформации 30% представляет собой субзеренную структуру.

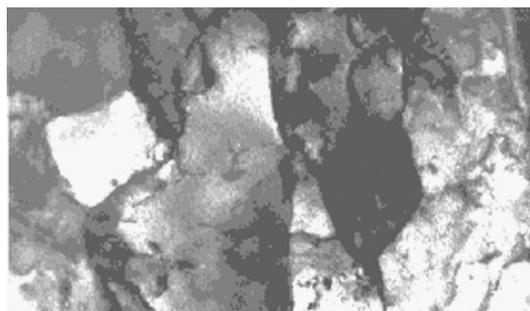


Рис. 1. Микроструктура гафния, деформированного на 30 %

Как видно из рис. 1 субзерна в основном не равноосные. Средний размер субзерна  $D \approx 0.54$  мкм по ширине, отношение длины к ширине  $L/D \approx 2$ , хотя также наблюдаются и равноосные субзерна  $L/D \approx 1$ . Структура деформированного гафния со степенями деформации 60, 75%, аналогична структуре 30% деформации (рис. 2, 3).

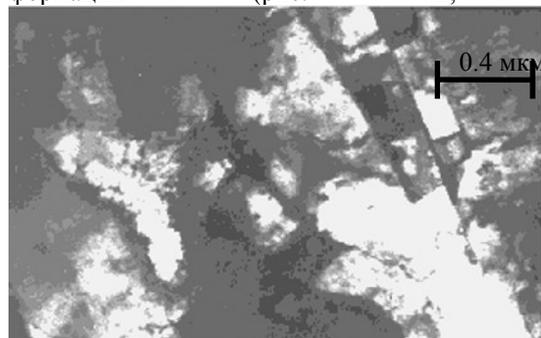


Рис. 2. Микроструктура гафния, деформированного на 60 %

Однако субзерна более узкие и более вытянутые, средний размер субзерна  $D \approx 0.47$  мкм,  $L/D \approx 2.4$  для

60% деформации и  $D \approx 0.14$  мкм,  $L/D \approx 4$  для 75% деформации. Для всех типов деформированных структур свойственна разориентация субзерен не более чем на  $2^\circ$  (рис.4).

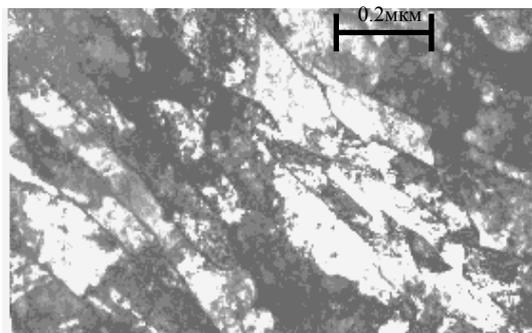


Рис. 3. Микроструктура гафния, деформированного на 75 %

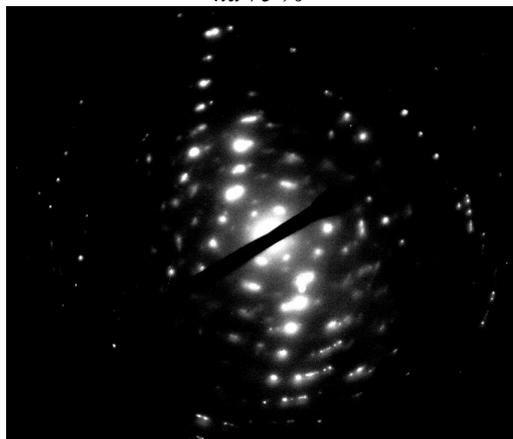


Рис. 4. Микродифракция от скопления субзерен

Как видно из рис. 5, неравноосные субзерна удлинены в перпендикулярном базисной плоскости (0001) направлении. Оба этих направления лежат в плоскости образца и, следовательно, перпендикулярны оси прутка. В то время как направление (0001) равноосных зерен параллельно оси прутка (рис.6), выделения вторых фаз на деформированном гафнии не обнаружено. По всей видимости, механизм образования субзеренной структуры подобен механизму образования аналогичных структур у тугоплавких материалов с высокой энергией дефекта упаковки.

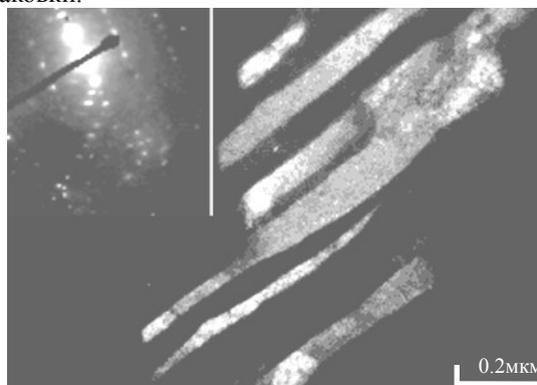


Рис. 5. Темнопольное изображение в рефлексе (0002) вытянутых субзерен в гафнии, деформированном на 60 % и микродифракция с этого места,

ось зоны  $z=[2-1-10]$

По этому механизму суперпозиция одновременно происходящих процессов упрочнения и разупрочнения в условиях всестороннего неравномерного сжатия (высокотемпературная экструзия) приводит к формированию четко наблюдаемой ячеистой структуры. Уже на ранних стадиях деформации образуются ячейки, размер которых слабо изменяется в процессе дальнейшей пластической деформации; при этом плотность дислокаций в границах ячеек возрастает, что сопровождается увеличением разориентации соседних фрагментов.

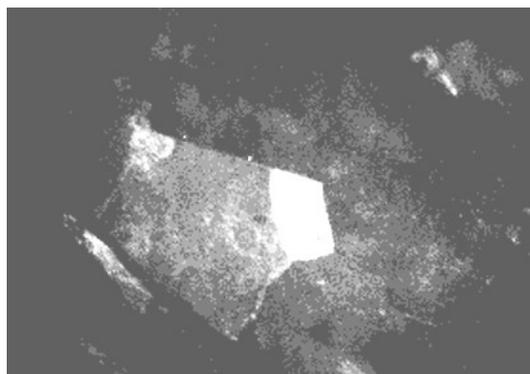


Рис. 6. Темнопольное изображение в рефлексе (0-110) равноосных субзерен в гафнии, деформированном на 30 % и микродифракция с этого места, ось зоны  $z=[0001]$

По мере увеличения степени деформации границы теряют явно выраженное дислокационное строение, сужаются и приобретают типичный вид границы зерна [3].

После отжига деформированного материала со степенью деформации 30% происходит рекристаллизация субзеренной структуры. Размер зерна составляет  $\sim 50$  мкм. Обнаружены выделения, неоднородно расположенные вблизи границ и в теле субзерна. Средний размер выделений 1,1 мкм (рис. 7).

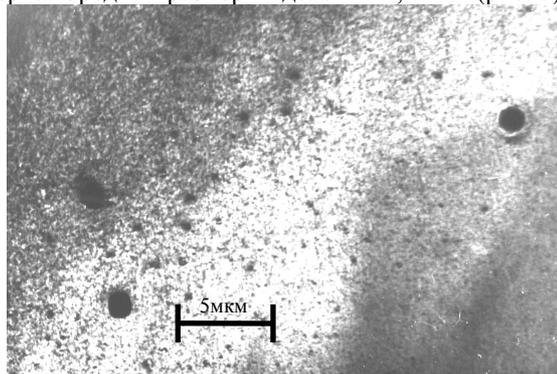


Рис. 7. Микроструктура гафния, деформированного на 30 %. + отжиг 850 °С, 1 ч

Структура отожженного гафния, предварительно деформированного на 60%, представлена на рис. 8. Размер зерна составляет  $\sim 35$  мкм, размер выделений уменьшился до 0.66 мкм. Однако обнаружено, что произошла не полная рекристаллизация. Кроме крупных зерен (до 32 мкм) наблюдаются неравноосные зерна шириной до 2 мкм (рис. 8) с дефектом

упаковки. При равных условиях электрохимического утонения на поверхности недорекристаллизованных зерен не образуются гидриды в отличие от рекристаллизованных зерен. Причиной этого могут быть как различная ориентировка зерен относительно поверхности образца, так и различный химический состав зерен.

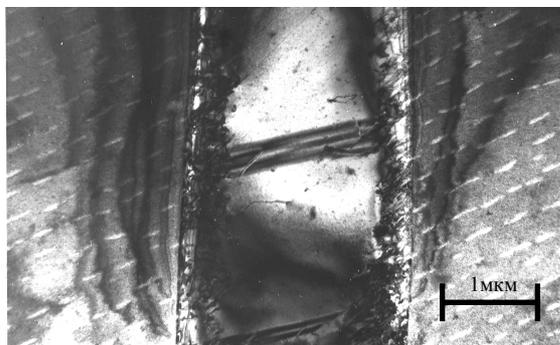


Рис. 8. Микроструктура гафния, деформированного на 60 %. + отжиг 850 °С, 1 ч

После отжига гафния, деформированного на 75%, структура его аналогична структурам, описанным выше. Размер выделений еще более уменьшился (до 0,41 мкм), размер зерна уменьшился до 20 мкм. Структура отожженного гафния со степенью деформации 86% также рекристаллизованная, размер зерна - 12 мкм. Размер выделений меньше, чем при более низких степенях деформации, и располагаются они в основном в теле зерна. Размер выделений 0,02...0,35 мкм, средний размер выделений ~ 0,13 мкм.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследована микроструктура деформированного

и отожженного гафния и проведен ее количественный анализ. В результате этого установлено: микроструктура экструдированного гафния представляет собой субзеренную структуру, размер субзерен уменьшается с увеличением степени деформации. На отожженном гафнии было обнаружено что, размер выделений вторых фаз уменьшается с увеличением степени предварительной деформации. Отжиг при 850 °С в течение 1 ч не приводит к полной рекристаллизации субзеренной структуры. Перераспределение примесей в результате механотермической обработки может приводить к локальному понижению энергии дефекта упаковки.

Авторы выражают благодарность К.В. Ковтуну за предоставленный материал для исследования, помощь в обсуждении результатов и ценные замечания.

### ЛИТЕРАТУРА

1. В.Д. Рисованный, Е.П. Клочков В.Б. Пономаренко. *Гафний в ядерной технике*. Димитровград, 1993.
2. 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*. 1999, вып. 3(69), 4(70).
3. В.И. Трефилов, Ю.В. Мильман, С.А. Фирсов *Физически основы прочности тугоплавких металлов*, Киев: «Наукова думка», 1975.
4. В.М. Ажажа, К.В. Ковтун, О.В. Бородин, В.В. Брык, П.Н. Вьюгов, З.Г. Карлина Изучение микроструктуры деформированного гафния. // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 1999, вып. 3(69), 4(70).