

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ И ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И ТЕКСТУРУ ПРУТКОВ ИЗ КАЛЬЦИЕТЕРМИЧЕСКОГО ГАФНИЯ

В.С. Красноруцкий, В.А. Зуёк, Н.М. Роечко

Научно-технический комплекс «Ядерный топливный цикл»

Национального научного центра «Харьковский физико-технический институт», г. Харьков, Украина

Изучено влияние параметровковки и отжига на состояние структуры, средний размер зёрен и текстурные характеристики прутков из кальциетермического гафния. Уточнены параметры рекристаллизации для прутков, деформированных при различных температурах. На основании диаграмм рекристаллизации найдена аналогия между состоянием структуры и средним размером зёрен. Изучено влияние рекристаллизации на кристаллографическую переориентацию зёрен.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что вид и параметры пластической деформации, а также параметры отжига, существенным образом влияют на структурные и текстурные характеристики гафния. Существующие литературные данные о влиянии деформации и отжига на структурные и текстурные характеристики в основном касаются йодидного гафния марки ГФИ-1 [1]. В Украине разработана технология производства гафния с применением кальциетермического метода восстановления, что обуславливает его отличие в химическом составе от йодидного гафния. Но обрабатываемость гафния и его структурные и текстурные характеристики в значительной мере зависят от химического состава материала.

Цель данной работы – изучить влияние параметров деформации и отжига на состояние структуры, размер зёрен, микротвёрдость и текстуру, а также уточнить параметры рекристаллизации прутков из кальциетермического гафния марки ГФЭ-1.

1. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходной заготовки для проведения деформации служил слиток металлического гафния диаметром 80 мм марки ГФЭ-1, химический состав которого соответствует ТУ У 14312708.183-95. Деформация производилась методомковки. На первом этапе изготовления прутковковка происходила при температуре ~ 950°C со слитка до прутка диаметром 20 мм. На втором этапе – при температурах 950, 500 и 150°C до прутка диаметром 9,5 мм. Суммарная степень деформации составляла 98%. Схема деформации приведена на рис. 1 и более подробно описана в работе [2].

Для изучения влияния отжига на структурные и текстурные характеристики прутков отжиг производился в присутствии атмосферы в муфельной печи типа СНОЛ-16251/9-ИЗ с автоматическим контролем и записью параметров рабочего цикла в интервале температур 550...1000°C и времени 0,5...20 ч.

Точность измерения температуры составляла $\pm 3^\circ\text{C}$.

Для материаловедческих исследований образцы вырезались такой формы, чтобы их можно было исследовать как в продольном, так и в поперечном направлении относительно оси прутка.

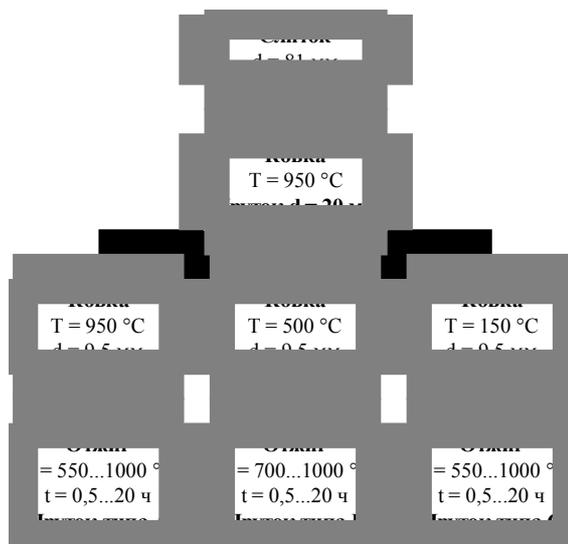


Рис. 1. Схема получения прутков из гафния

Образцы заливались серой в металлическую обойму. После этого их шлифовали на бумаге с размером абразивного зерна 100 мкм для снятия насыщенного кислородом слоя. Качество шлифа контролировалось на оптическом микроскопе МИМ-7.

После этого шлифовку производили на наждачной бумаге с последовательным уменьшением размера абразивного зерна (75, 40, 28, 20 мкм), с последующей полировкой и травлением в травителе для гафния в течение 2 мин.

Металлографические исследования производились на оптическом микроскопе МИМ-8 в поляризованном свете. Средний размер зерна измерялся по методу секущей.

Текстуру определяли методом обратных полюсных фигур на рентгеновской установке УРС-50 ИМ,

укомплектованной счётно-регистрающим устройством, в излучении $\text{CuK } \alpha$ с никелевым фильтром. Съёмку проводили в плоскости, перпендикулярной оси прутка. Образцы вырезали на электроискровом станке, шлифовали, а затем химическим травлением удаляли поверхностный слой толщиной 100 мкм.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1. ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРУТКОВ ИЗ ГАФНИЯ

Структура слитка неоднородна по диаметру и высоте. Зёрна имеют двойники и скопления дислокаций, проявляющиеся в виде ямок травления. Размер зёрен колеблется от 1 до 15 мм (таблица).

Средний размер зёрен слитка и прутков из гафния

Тип прутка	Средний размер зерна, мкм
Слиток	1000...15000
Пруток 20 мм	~ 45
Пруток, тип А	~ 34
Пруток, тип В	~ 8,8
Пруток, тип С	~ 5,6

Ковка слитка при температуре 950°C до прутка диаметром 20 мм сопровождается рекристаллизацией в процессе обработки. При этом размер зёрен уменьшается до ~45 мкм. Структура прутка после деформации не является однородной и равноосной. Зёрна содержат следы деформации в виде двойников и скоплений дислокаций.

Дальнейшее увеличение степени деформации, при такой же температуре ковки, до прутка диаметром 9,5 мм (см. таблицу, тип А), что соответствует вытяжке почти в 4,5 раза, не приводит к существенному изменению состояния структуры и уменьше-

нию размера зёрен (рис. 2). Так же в процессе деформации происходит рекристаллизация. Фотография микроструктуры прутка типа А после ковки приведена на рис. 3,а.

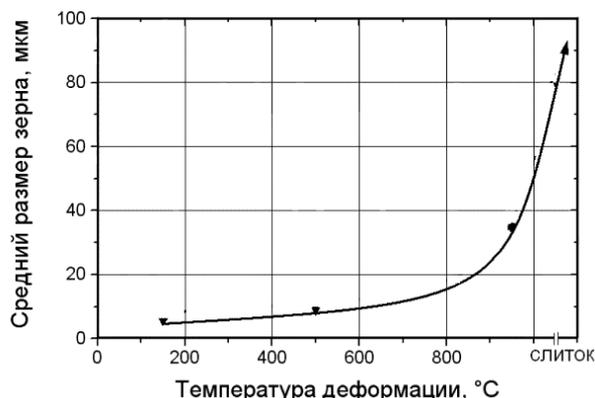


Рис. 2. Зависимость среднего размера зерна от температуры деформации

Более сильное влияние на состояние структуры и размер зёрен оказывает температура деформации (см. рис. 2). Понижение температуры ковки с 950 до 500°C, при степени деформации 98%, приводит к повышению плотности следов деформации и к фрагментированию зёрен. Структура прутка после деформации приведена на рис. 3,б и содержит как фрагменты, так и целые, но очень деформированные зёрна. Структура не является равноосной. Средний размер зёрен с учётом фрагментов равен ~8,8 мкм.

Понижение температуры ковки до 150°C приводит к ещё большему увеличению плотности следов деформации, появлению более мелких фрагментов зёрен, что приводит к снижению среднего размера зерна до ~5,6 мкм. Фотография микроструктуры прутка, деформированного при температуре 150°C, приведена на рис. 3,в.

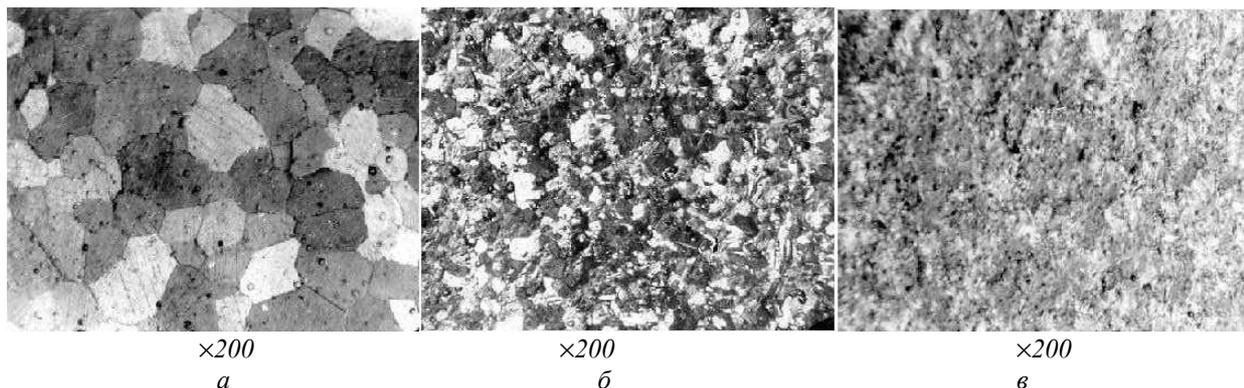


Рис. 3. Структура прутков в деформированном состоянии:
а – структура прутка типа А ($T_{\text{деф.}} = 950^\circ\text{C}$) в деформированном состоянии;
б – структура прутка типа В ($T_{\text{деф.}} = 500^\circ\text{C}$) в деформированном состоянии;
в – структура прутка типа С ($T_{\text{деф.}} = 150^\circ\text{C}$) в деформированном состоянии

2.2. ИЗМЕНЕНИЕ ТЕКСТУРЫ ПРУТКОВ В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМАЦИИ

На рис. 4,а приведена обратная полюсная фигура прутка диаметром 20 мм (использующегося для дальнейшей деформации при температурах 950, 500, 150°C), деформированного при температуре 950°C.

Параметр анизотропии, измеряемый в плоскости, перпендикулярной оси прутка, для него равен 0,31.

Радиальное обжатие прутка при температуре 950°C от 20 до 9,5 мм формирует в нём довольно сильную аксиальную текстуру (рис. 4,б). Плотность полюсов призматических плоскостей возрастает от

2,26 до 5,53 для плоскости $(10\bar{1}0)$ и в 1,5...2 раза для $(11\bar{2}0)$ и $(21\bar{3}0)$. При этом плотность базисных полюсов (0002) снижается от 1,27 до 0,22. Параметр анизотропии для такого типа прутка равен 0,13.

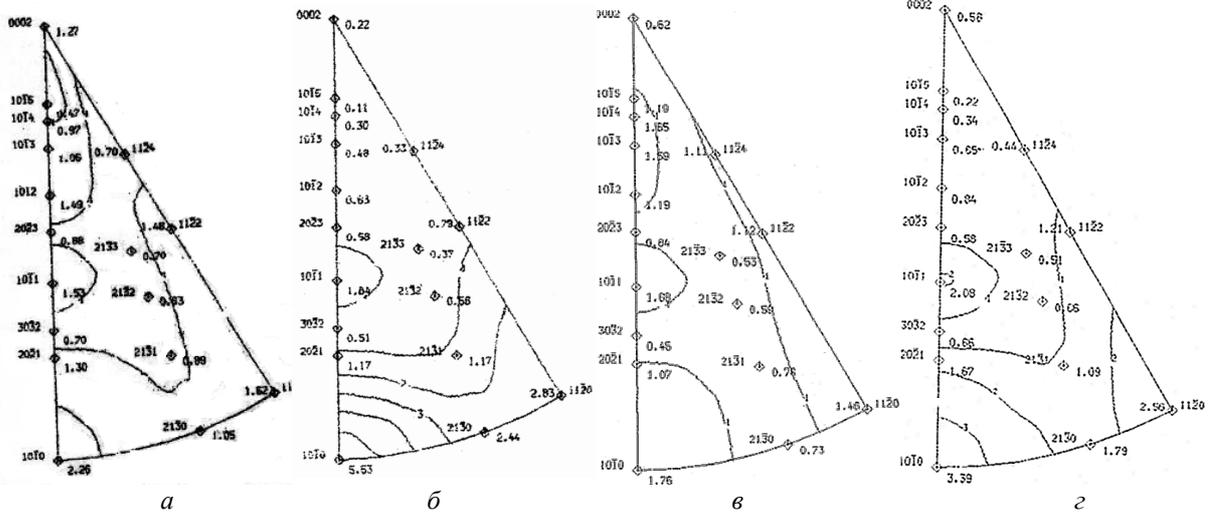


Рис.4. Текстура прутков в деформированном состоянии:
 а – текстура прутка диаметром 20 мм, деформированного при температуре 950 °С;
 б – текстура прутка, деформированного при температуре 950 °С (тип А);
 в – текстура прутка, деформированного при температуре 500 °С (тип В);
 г – текстура прутка, деформированного при температуре 150 °С (тип С)

В случаековки при температуре 500°C до прутка диаметром 9,5 мм в нём формируется слабо выраженная призматическая текстура (см. рис. 4,в). Плотность полюсов призматической плоскости $(10\bar{1}0)$ снижается от 2,26 до 1,76 а плоскости $(11\bar{2}0)$ снижается от 1,62 до 1,46. Также снижается плотность базисных плоскостей от 1,27 до 0,62. При этом параметр анизотропии для данного типа прутка равен 0,25.

Понижение температурыковки до 150°C приводит к усилению призматической текстуры. Обратная полюсная фигура прутка, деформированного при температуре 150°C, приведена на рис 4,г. Параметр анизотропии для такого прутка равен 0,19.

Общей тенденцией для кованных прутков является формирование в них тройной аксиальной текстуры, при которой плоскости базиса расположены вдоль оси прутка.

2.3. ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОТЖИГА НА СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРУТКОВ ИЗ ГАФНИЯ

Отжиг до температуры 750°C при выдержке 0,5 ч заметного влияния на состояние структуры прутков типа А не оказывает. Плотность следов деформации, которыми обладал металл послековки, не меняется. Повышение температуры до 800°C при том же времени отжига приводит к полному исчезновению

следов деформации, вместо которых могут появиться двойники как результат появления напряжений в образцах при их охлаждении (рис. 6,а). В случае медленного охлаждения, когда образцы остывают вместе с печью, следы деформации не проявляются. Средний размер зёрен при данной температуре отжига не меняется (рис. 5). Дальнейшее повышение температуры до 1000°C и времени отжига до 5 ч не влияет ни на состояние структуры, ни на средний размер зёрен.

На температуру исчезновения следов деформации большое внимание оказывает и время изотермической выдержки образцов при отжиге. При увеличении времени отжига от 0,5 до 20 ч температура исчезновения снижается от 800 до 750°C (рис. 8,а).

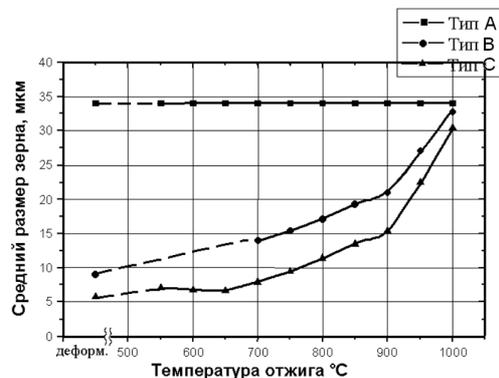


Рис. 5. Зависимость среднего размера зерна в поперечном направлении для прутков типа А, В и С

от температуры отжига при времени выдержки 0,5 ч

В результате отжига в исследуемом температурно-временном интервале для прутка типа В, деформированного при температуре 500°C, наблюдается протекание процессов первичной и собирательной рекристаллизации. Первые видимые зародыши первичной рекристаллизации (размером ~3 мкм) на фоне деформированных и фрагментированных зёрен появляются при температуре отжига 700°C, при времени выдержки 0,5 ч.

Повышение времени изотермической выдержки образцов при отжиге приводит к снижению температуры начала первичной рекристаллизации до

650°C (рис. 7,а). Средний размер зёрен с учетом фрагментов и зародышей первичной рекристаллизации увеличивается до 14 мкм.

Окончание стадии первичной рекристаллизации наблюдается после отжига при температуре 800°C (0,5 ч) или 750°C (20 ч). Зародыши первичной рекристаллизации при этом вырастают до 17 мкм (до соприкосновения своими границами). Размер рекристаллизованных зёрен как при коротких, так и при более длинных временах отжига одинаков (рис. 8,б). Фотография рекристаллизованной микроструктуры для прутков типа В приведена на рис. 6,б. Структура содержит следы деформации только в виде двойников, появившихся в результате термоудара при остывании образцов.

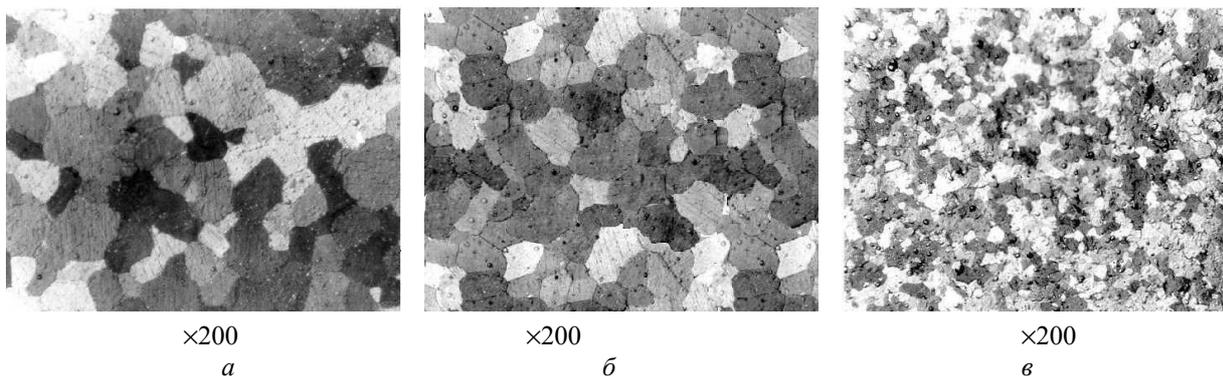


Рис. 6. Структура прутков после протекания процесса первичной рекристаллизации: а – структура прутка типа А после отжига при температуре 800 °С, 0,5 ч; б – структура прутка типа В после отжига при температуре 800 °С, 0,5 ч; в – структура прутка типа С после отжига при температуре 750 °С, 0,5 ч

Дальнейшее повышение температуры отжига выше температуры конца первичной рекристаллизации приводит к дальнейшему росту зёрен вследствие присоединения своих соседей (переползания границ зёрен). Зёрен с явным преимуществом роста при этом не обнаружено. Этот эффект соответствует стадии собирательной рекристаллизации (см.рис. 8,б). После отжига при температуре 850°C (0,5 ч) или 800°C (20 ч) структура снова становится однородной и практически равноосной. При дальнейшем повышении температуры отжига снова начинается

переползание границ зёрен. При этом средний размер зёрен не меняется вплоть до температур > 900°C (0,5 ч), при которых границы некоторых зёрен полностью поглощают своих соседей, что и даёт эффект увеличения среднего размера зерна (см. рис. 5). Зёрен с явным преимуществом роста при этом нет. После отжига при температуре 1000°C (5 ч) структура снова становится практически однородной и равноосной. Средний размер зёрен при этом увеличивается до ~34 мкм.

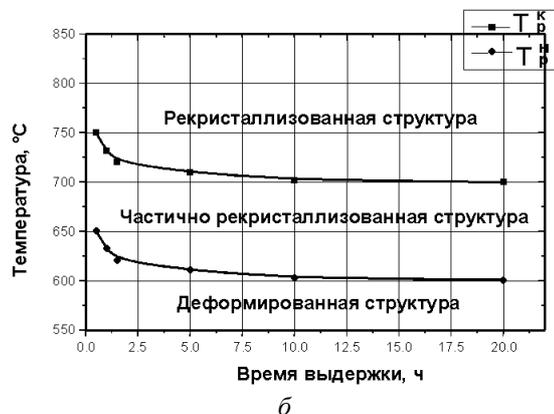
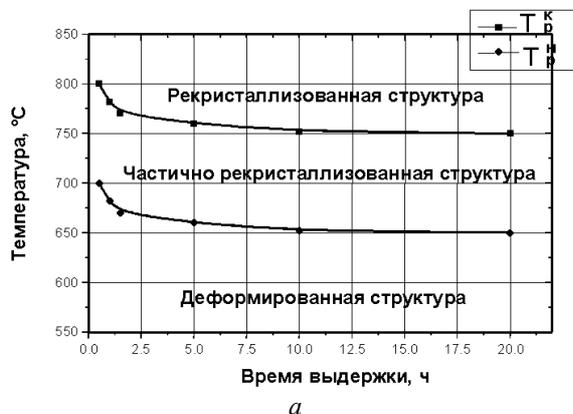


Рис. 7. Диаграммы температурно-временных интервалов первичной рекристаллизации гафния: а – диаграмма температурно-временных интервалов первичной рекристаллизации для прутков типа В;

Подобные явления при отжиге наблюдаются и в прутках, деформированных при температуре 150°C. В силу большей плотности следов деформации (большим запасом внутренней энергии зёрен) первичная рекристаллизация начинается при более низкой температуре по сравнению с прутком типа В (см. рис. 7,б). При этом на фоне деформированных и фрагментированных зёрен появляется огромное количество зародышей первичной рекристаллизации, что в целом приводит к незначительному снижению среднего размера зёрен (см. рис. 5). Окончание стадии первичной рекристаллизации начинается при

температуре 750°C (0,5 ч) или 700°C (20 ч), что на 50°C ниже, чем для прутков, деформированных при температуре 500°C. Дальнейшее повышение температуры отжига для прутков типа С как и для прутков типа В сопровождается протеканием 2 этапов собирательной рекристаллизации (см. рис. 8,в).

После отжига при температуре 1000°C 5 ч состояние структуры для прутков типа А, В и С практически одинаковое. Средний размер зёрен при этом для всех трёх прутков равен ~ 34 мкм.

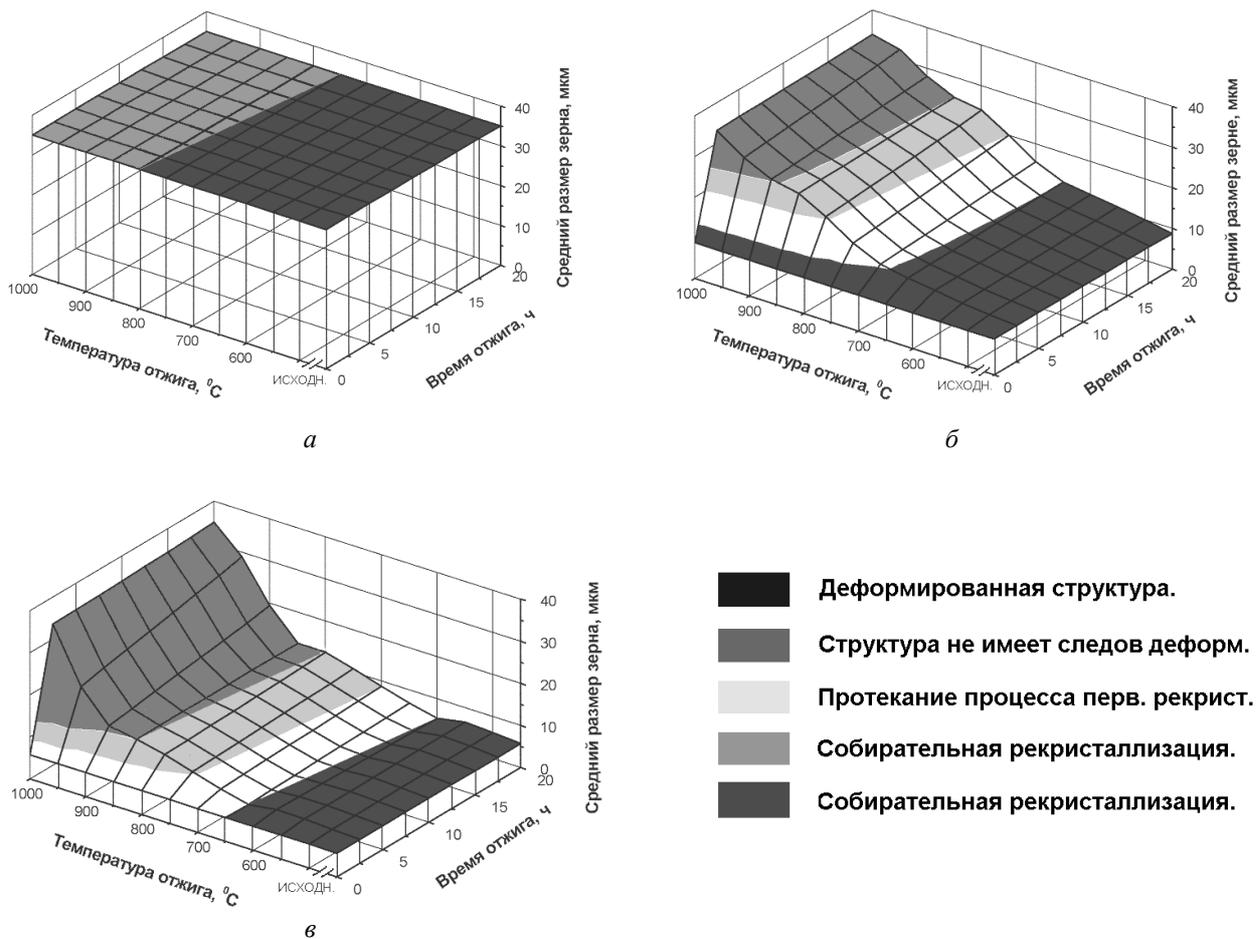


Рис. 8. Зависимость среднего размера зерна от температуры и времени отжига:

а – зависимость среднего размера зерна для прутка типа А от температуры и времени отжига;

б – зависимость среднего размера зерна для прутка типа В от температуры и времени отжига;

в – зависимость среднего размера зерна для прутка типа С от температуры и времени отжига

2.4. ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОТЖИГА НА ТЕКСТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В ПРУТКАХ ИЗ ГАФНИЯ

В работе [4] изучено влияние отжига при температуре 800°C в течение 1,5 ч на текстурные изменения прутков из гафния. Показано, что отжиг при данной температуре не оказывает заметного влияния на плотность полюсов, а особенно на изменение параметра анизотропии.

Для прутка, деформированного ковкой при температуре 500°C, плотность полюсов призматических плоскостей $(10\bar{1}0)$ и $(11\bar{2}0)$ уменьшается, соответственно, от 3,6 и 1,6 до 2,9 и 1,4. Плотность базисных полюсов также снижается, тогда как для плоскости $(21\bar{3}0)$ она возрастает почти в 3 раза, что свидетельствует о повороте зёрен в плоскости

базиса. Параметр анизотропии при этом практически не меняется.

В целом во всех прутках отжиг приводит к некоторому ослаблению текстуры в плоскостях $(10\bar{1}0)$ и (0002) и изменению кристаллографической ориентации $(10\bar{1}0)$ на $(11\bar{2}0)$ и $(21\bar{3}0)$. Подобная переориентация также наблюдается в случае снижения температуры ковки.

Другая картина наблюдается после отжига при температуре 1000°C в течение 5 ч (рис. 9), где более четко выражена и кристаллографическая переориентация зёрен, и их поворот в базисной плоскости.

Хотя отжиг прутка, деформированного при температуре 950°C , не оказывает заметного влияния на изменения среднего размера зерна, небольшая кристаллографическая переориентация, несмотря на это, происходит. Если до отжига параметр анизотропии был равен 0,13 (см. рис. 4,б), то после отжига текстура стала более ярко выражена. Плотность полюсов таких призматических плоскостей, как $(11\bar{2}0)$ и $(21\bar{3}0)$ увеличилась, в то время как

для $(10\bar{1}0)$ и для базисной (0002) – уменьшилась. Параметр анизотропии при этом стал равен 0,08. Кристаллографическая переориентация в этом случае может быть обусловлена исчезновением двойников, которые могут добавлять интенсивность другим направлениям на рентгенограммах.

При отжиге прутка, деформированного при температуре 500°C , происходит другая переориентация зёрен. Зёрна поворачиваются в плоскости базиса (см. рис. 9,б). При этом плотность полюсов призматической плоскости $(11\bar{2}0)$ уменьшается почти в 2 раза, а базисной – более чем в 3 раза. Параметр анизотропии такого прутка увеличивается от 0,25 до 0,28. Размер зерна при этом увеличивается в 3,8 раза.

Аналогичная картина наблюдается и для прутка, деформированного при температуре 150°C , где параметр анизотропии в результате отжига меняется от 0,19 до 0,31 при увеличении размера зерна в 7 раз (см. рис. 9,б).

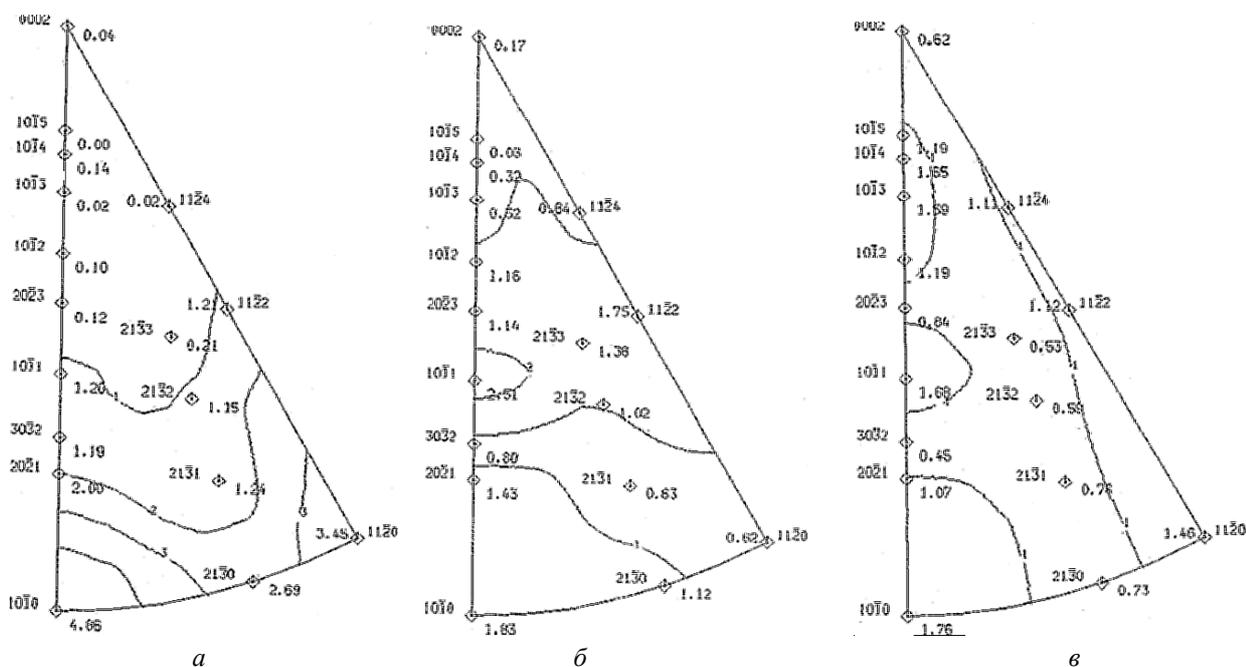


Рис. 9. Текстура прутков в отожженном состоянии:

- а – текстура прутка типа А, отожженного при температуре 1000°C , 5 ч;
- б – текстура прутка типа В, отожженного при температуре 1000°C , 5 ч;
- в – текстура прутка типа С, отожженного при температуре 1000°C , 5 ч

Проведенные отжики при температурах 800 и 1000°C свидетельствуют, что повышение температуры отжига приводит к большей переориентации зёрен в сторону увеличения параметра анизотропии. Подобный результат был отмечен и авторами работы [5].

3. ВЫВОДЫ

1. Уменьшение температуры деформации гафниевых прутков от 950 до 150°C приводит к увеличению плотности следов деформации, дроблению зёрен от ~ 34 до $\sim 5,6$ мкм. При этом параметр анизотропии прутков снижается до 0,19.

2. Увеличение плотности следов деформации приводит к снижению температуры начала и конца первичной рекристаллизации.
3. Первичная рекристаллизация сопровождается слабым поворотом зёрен в плоскости базиса, при этом параметр анизотропии прутков практически не меняется.
4. В результате протекания процесса собирательной рекристаллизации происходит кристаллографическая переориентация зёрен с изменением параметра анизотропии.
5. Чем больше разница между размерами зёрен в деформированном и отожженном состояниях, тем больше разница в параметре анизотропии деформированного и отожженного прутка.

Работа выполнена в рамках Программы проведения фундаментальных исследований по атомной науке и технике ННЦ ХФТИ.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Д. Рисованый, Е.Д. Клочков. *Гафний в ядерной технике*. Димитровград, 1993, с. 21–35.
2. Г.И. Волокита, В.С. Красноруцкий, Э.А. Резниченко, Б.П. Чёрный, М.П. Зейдлиц. Разработка опытной технологии изготовления прутков из гафния для ПЭЛОВ // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» (11)*. 2000, №5, с. 62–69.
3. Г.И. Волокита, Э.А. Резниченко, В.П. Чернуха, В.И. Савченко. Свойства гафниевых прутков, полученных методомковки // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» (12)*. 2002, №1, с. 127–132.
4. Н.М. Роенко, Г.И. Волокита, Э.А. Резниченко, В.П. Чернуха. Эволюция текстуры гафниевых прутков в процессе деформации // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники» (12)*. 2002, №1, с. 136–139.
5. Bai, C.L. Briant, D.C. Paine, J.R. Beresford. Investigation of the annealing texture evolution in hafnium // *Metallurgical and materials transaction*. 1998, v. 29 A, p. 757–764.

ВПЛИВ ДЕФОРМАЦІЇ ТА ВИДПАЛУ НА СТРУКТУРУ Й ТЕКСТУРУ СТРИЖНІВ З КАЛЬЦІЙТЕРМІЧНОГО ГАФНІЮ

В.С. Красноруцкий, В.А. Зуйок, Н.М. Роенко

Вивчено вплив параметрів кування та видпалу на стан структури, середній розмір зерен і текстурні характеристики стрижнів з кальційтермічного гафнію. Уточнено параметри рекристалізації для стрижнів, деформованих при різних температурах. На підставі діаграм рекристалізації знайдена аналогія між станом структури й середнім розміром зерен. Вивчено вплив рекристалізації на кристаллографічну переорієнтацію зерен.

INFLUENCE OF DEFORMATION AND ANNEALING ON STRUCTURE AND TEXTURE BAR FROM CALCIUMTHERMIC HAFNIUM

V.S. Krasnorutsky, V.A. Zuyok, N.M. Roenko

Influence of parameters forging and annealing on a condition of structure, the average size of grains and textural characteristics bar from calciumthermic hafnium is investigated. Parameters recrystallization for bar deformed are specified at various temperatures. On the basis of diagrams recrystallization the are analogy between a condition of structure and the average size of grains is found. Influence recrystallization on crystallographic reorientation of grains is investigated.