

ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ТЕКСТУРУ ПРУТКОВ ГАФНИЯ

В.А. Зуёк, В.Н. Гулько, В.В. Корнеева

Научно-технический комплекс «Ядерный топливный цикл»

Национального научного центра

«Харьковский физико-технический институт»,

Харьков, Украина

E-mail: valeriyz@kipt.kharkov.ua

Рассмотрено влияние термообработки на изменение кристаллографической ориентации зерен прутков гафния. Определены основные закономерности текстурообразования при холодной деформации ($\epsilon = 0...39\%$), при отжиге ($T_{\text{деф}} = 600...1000\text{ }^\circ\text{C}$) и при изменении температуры деформации от 150 до 950 $^\circ\text{C}$ при постоянной степени деформации. Установлена взаимосвязь между состоянием структуры и кристаллографической ориентацией зерен. Приведены основные закономерности изменения текстуры при различных видах термообработки.

ВВЕДЕНИЕ

Деформация является одной из основных и наиболее часто используемых технологических операций, которые обеспечивают необходимую форму изделий при их изготовлении. При оптимальном сочетании температуры, степени и скорости деформирования и последующего отжига можно получить развитую, устойчивую и равномерную субструктуру. Это позволяет при современном уровне развития металловедения рассматривать деформацию не только и не столько как процесс формоизменения, но и как мощный способ воздействия на тонкое строение и отсюда на структурно-чувствительные свойства металлов и сплавов, определяющие их эксплуатационные свойства.

Учитывая то, что гафний является одним из перспективных нейтронно-поглощающих и конструкционных материалов для использования в атомной энергетике Украины, разрабатываются различные технологические схемы процесса изготовления изделий из гафния, позволяющие уже на начальных стадиях изготовления управлять формированием структуры и текстуры изделий. Текстура полуфабрикатов или изделий может формироваться в процессе холодной, теплой или горячей деформации, в ходе протекания процессов рекристаллизации или фазовых превращений.

В то же время, практическое значение текстуры весьма велико и определяется вызываемой ею анизотропией свойств. Поэтому вопросы, связанные с изучением процессов текстурообразования в прутках из гафния при пластической деформации и последующей термической обработке, являются актуальными.

1. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе исследовали гафний марки ГФЭ-1, полученный методом кальциетермического восстановления, дополнительно рафинированный от примесей электронно-лучевым переплавом. Химический состав слитка в соответствии с приложенным

сертификатом соответствует требованиям ТУ–У 14312708.183-95.

Материалом для исследований служили образцы - представители прутков гафния, полученные по двум разным технологическим схемам. Заготовочным материалом являлся пруток гафния диаметром 20 мм, изготовленный из слитка гафния диаметром 81 см методом высокотемпературнойковки с промежуточными рекристаллизационными отжигами.

Текстуру определяли методом обратных полных фигур на рентгеновской установке ДРОН-3М, укомплектованной цифровым счётно-регистрирующим 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.

Расчет параметров текстуры проводили с помощью компьютерной программы TEXTURE, в основу которой заложены уравнения для расчета плотности полюсов P_{hkl} и параметра Кёрнса (f_{0002}) Для расчета плотности полюсов значения интенсивностей рентгеновских рефлексов отражения от эталона брали из базы данных PDF (Powder Diffraction File);

2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

2.1. ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ ХОЛОДНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И ТЕКСТУРУ ПРУТКОВ ГАФНИЯ

Проведена серия экспериментов по изучению влияния степени холодной деформации методом прокатки в диапазоне значений от 0 до 39 % на состояние структуры, форму и размер зерен материала. По изменению величины микротвёрдости было также изучено влияние степени деформации на наклёп гафния.

Холодную деформацию проводили при комнатной температуре. В качестве исходного материала использовали прутки гафния диаметром от 5,85 до 7,40 мм, полученные по технологической схеме, приведенной на рис. 1.

В результате проведения операции прокатки получили образцы диаметром 5,85 мм со степенью деформации от 0 до ~39%.



Рис. 1. Схема изготовления прутков при холодной деформации

Ранее были проведены металлографические исследования микроструктуры прутков гафния в исходном состоянии и после холодной деформации разной степени [1]. Было установлено, что в исходном состоянии гафний имеет полностью рекристал-

лизованную структуру, характерную для отожженного состояния. Зерна имеют полиэдрическую форму, без какого-либо явного выстраивания или вытягивания вдоль основных направлений прутка. Средний размер зерен достигает ~45 мкм. В отдельных зернах в небольшом количестве присутствуют двойники. Основные закономерности изменения структуры, выявленные при холодной деформации, сводятся к следующим:

- холодная деформация происходит как скольжением, так и двойникованием;
- при малых степенях деформации наблюдается проскальзывание по границам зерен;
- при высоких степенях - изменение формы зерен (они вытягиваются в направлении, перпендикулярном направлению деформации);
- при высокой степени деформации - диспергирование зеренной структуры, что влечет за собой изменение размера зерен.

Как следует из [1], в результате холодной деформации происходит не только формоизменение образца, но также и формоизменение зерен. При этом, исходя из теории Шмида, не все зерна изменяются равнозначно. Данное обстоятельство может приводить к появлению текстур деформации. Поэтому на этих же образцах были проведены рентгеноструктурные исследования и изучено влияние степени деформации на изменение текстуры.

На рис. 2 представлены обратные полюсные фигуры прутков гафния в исходном состоянии и после прокатки при комнатной температуре с разной степенью деформации, а также рассчитанные значения параметров текстуры и их зависимость от степени деформации.

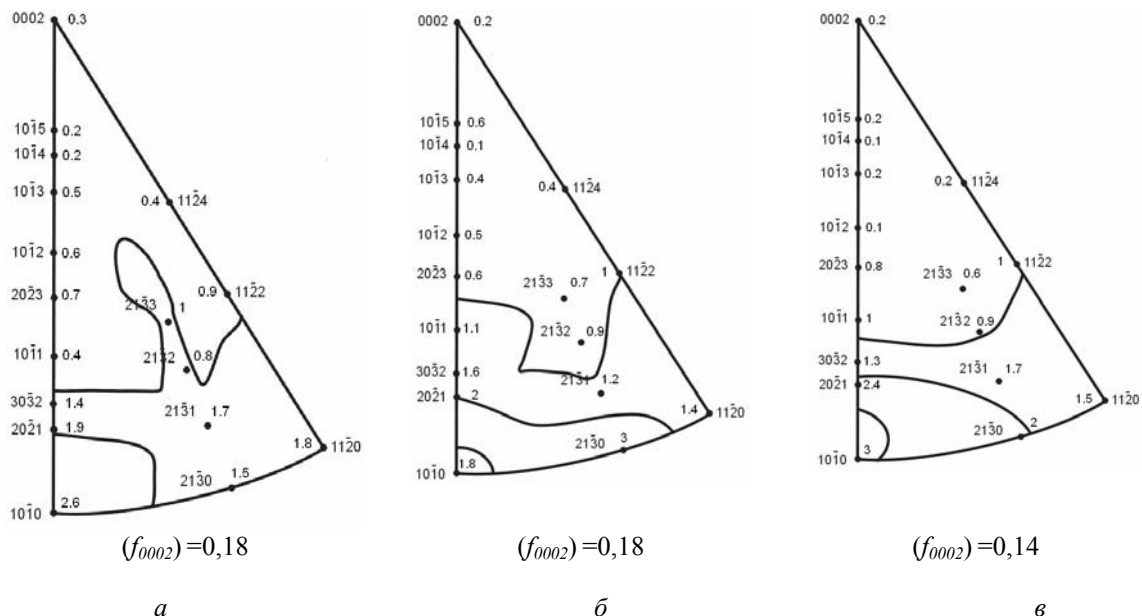


Рис. 2. Обратные полюсные фигуры прутков гафния при холодной деформации: а – в исходном состоянии (для данного исследования) – прутки диаметром ~7,2...5,85 мм; б – деформация 13%; в – деформация 23%

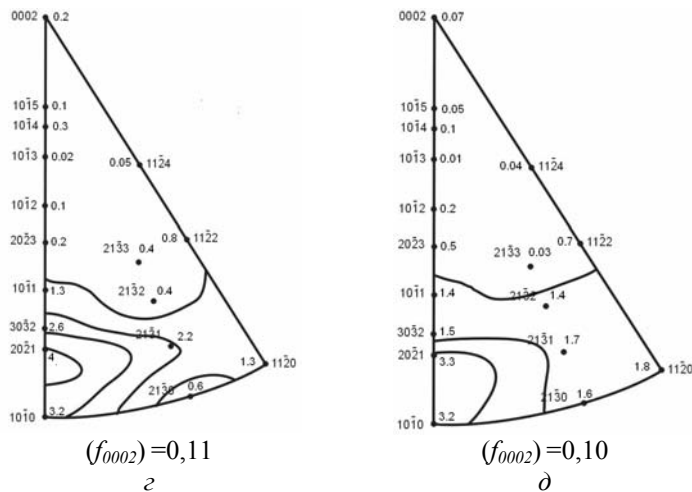


Рис. 2. Обратные полюсные фигуры прутков гафния при холодной деформации: *z* – деформация 33%; *d* – деформация 39%

Как следует из рис. 2,а, в исходном состоянии плотность полюсов призматических плоскостей ($10\bar{1}0$), ($21\bar{3}0$) и ($11\bar{2}0$) равна 2,559, 1,539 и 1,778 соответственно, однако довольно высока и плотность пирамидальных плоскостей: ($21\bar{2}1$) = 1,932, ($21\bar{3}1$) = 1,701. Ориентационный параметр при этом равен (f_{0002}) = 0,178.

Холодная деформация исходного прутка гафния до степени обжатия 13% (см. рис. 2,б) приводит к

частичному разрушению исходной текстуры – текстуры рекристаллизации после горячейковки и отжига (см. рис. 2,а). При этом (см. рис. 2,б и 3) плотность полюсов призматических плоскостей ($10\bar{1}0$) и ($11\bar{2}0$) снижается до 1,793 и 1,419 соответственно, а плотность полюсов - ($21\bar{3}0$) существенно увеличивается до 2,963.

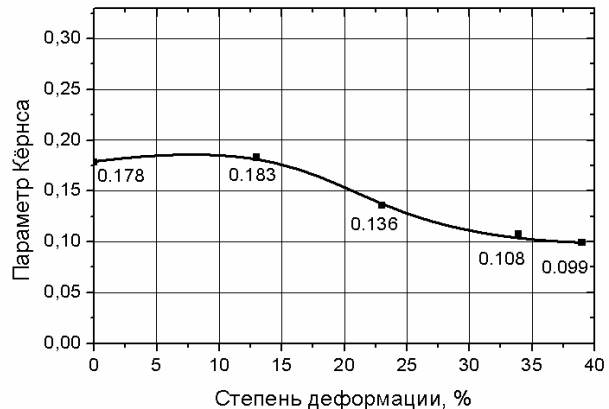
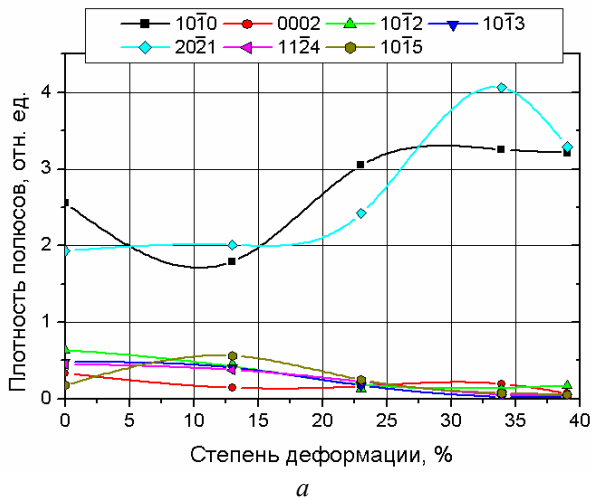


Рис. 3. Тенденция изменения характеристик текстуры гафния при холодной деформации гафния: *a* – плотность полюсов; *б* – ориентационный параметр Кернса

Дальнейшее увеличение степени деформации с 13 до 33% приводит к последующему разрушению текстуры рекристаллизации и формированию текстуры холодной деформации. Значительно снижается плотность полюсов пирамидальной плоскости ($10\bar{1}2$): с 0,459 до 0,133 и плоскости ($20\bar{2}3$): с 0,563 до 0,118, почти в 10 раз снижается плотность полюсов плоскости ($10\bar{1}3$). В то же время для плоскости ($10\bar{1}0$) наблюдается рост плотности с 1,793 до 3,33, что свидетельствует о формировании аксиальной текстуры и приводит к снижению значения ориентационного параметра Кернса.

Увеличение степени холодной деформации до 39% приводит к появлению макродефектов в виде трещин. Обратная полюсная фигура такого прутка приведена на рис. 2,д. В общем, увеличение степени холодной деформации приводит к кристаллографической переориентации зёрен, приводящей к усилению аксиальной текстуры ($10\bar{1}0$) и снижению плотности базисных плоскостей (0002), что соответственно приводит к снижению ориентационного параметра (см. рис. 3). Изменение текстуры при увеличении степени холодной деформации хорошо согласуется с основными представлениями о пластической деформации, а точнее - с основными за-

кономерностями развития процесса скольжения и двойникования при деформации.

2.2. ИЗМЕНЕНИЕ ТЕКСТУРЫ ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННЫХ ПРУТКОВ ГАФНИЯ ПРИ ОТЖИГЕ

Важный процесс, протекающий при отжиге деформированных материалов, – рекристаллизация, при которой исходные искаженные зерна заменяются новыми, с более совершенной структурой. Процессу рекристаллизации предшествует стадия возврата. Она включает в себя все процессы до начала рекристаллизации, а именно – уменьшение концентрации точечных дефектов и перераспределение дислокаций, без образования новых границ (отдых) или с образованием и миграцией малоугловых границ (полигонизация). Каждый из этих процессов характеризуется определенной энергией активации, а соответственно, определенной температурой и временем начала процесса.

Влияние отжига на изменение структуры холоднодеформированных прутков гафния изучалось ранее и детально описано в [2, 3]. В работах приведены температурно-временные интервалы процессов, протекающих при отжиге для прутков, полученных по разным технологическим схемам. Для материала, используемого в данном цикле исследований, тем-

пература начала рекристаллизации равна ~ 650 °С, а окончания – ~ 750 °С. Отжиг выше 750 °С сопровождается протеканием собирательной рекристаллизации, а выше 1050 °С – избирательным ростом зерен (вторичная рекристаллизация).

В данной работе проведен комплекс исследований по изучению влияния температуры отжига, длительностью 1 ч, на изменение текстуры холоднодеформированных прутков гафния. Для исследований был выбран пруток гафния, полученный методом прокатки при комнатной температуре до степени обжатия $\sim 33\%$ (согласно схеме рис. 1). Температуру отжига изменяли в интервале $600 \dots 1100$ °С. Данный интервал температур включает в себя все стадии процесса устранения следов наклепа при нагреве, т. е. возврат (отдых, полигонизацию) и рекристаллизацию (первичную, собирательную и вторичную). Обратная полюсная фигура этого прутка, выбранного в качестве исходного, показана на рис. 2,з. Текстура прутка описана в предыдущем разделе. Обратные полюсные фигуры прутков, отожженных при разных температурах, представлены на рис. 4. Значения параметров текстуры и их зависимость от температуры отжига при степени деформации 33% приведены на рис. 5.

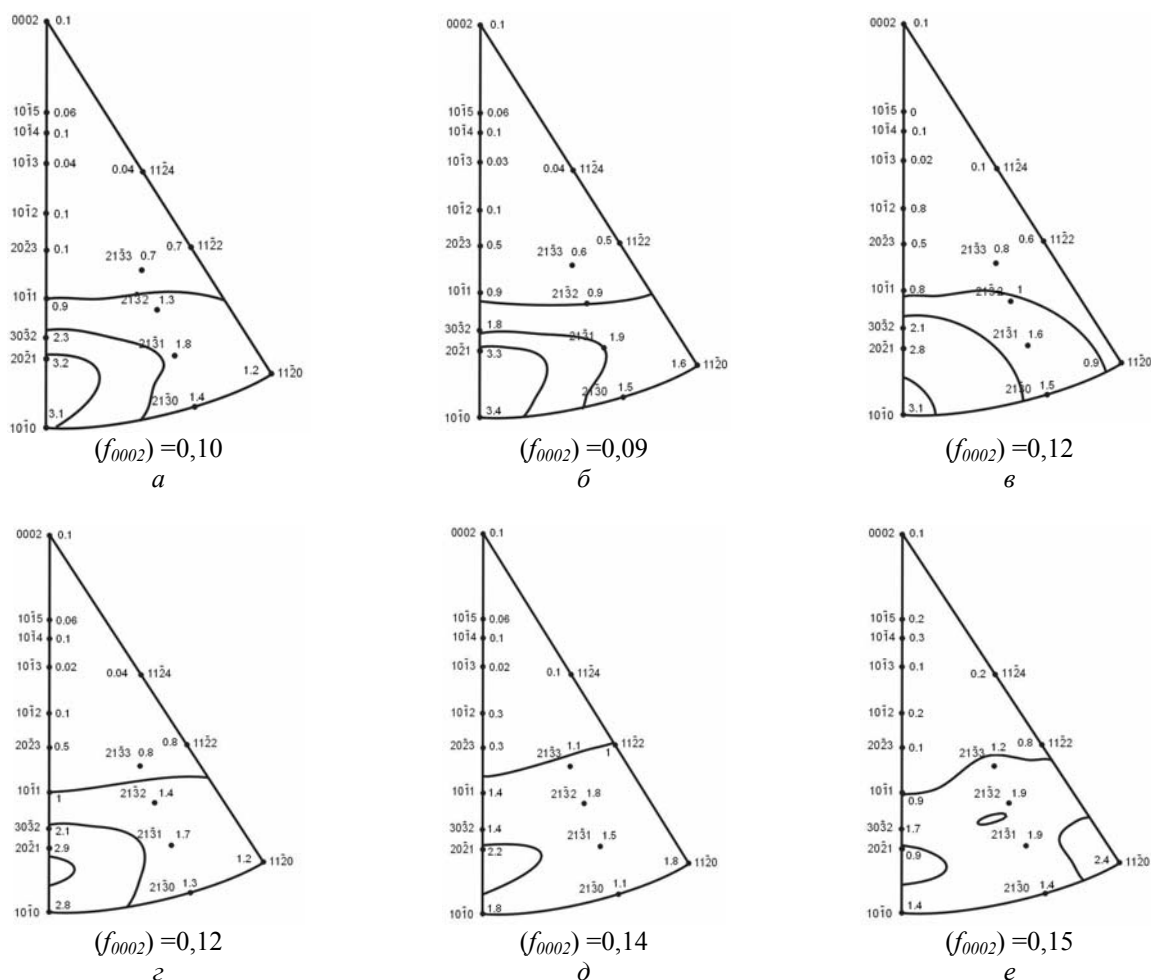
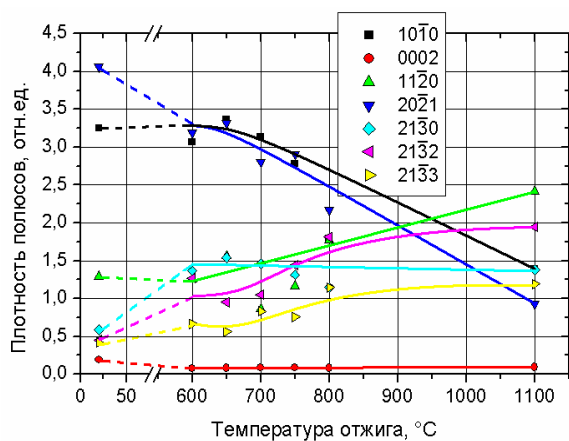


Рис. 4. Текстура прутков гафния после отжига в течение 1 ч при температурах: а – 600 °С; б – 650 °С; в – 700 °С; г – 750 °С; д – 800 °С; е – 1100 °С

Как было сказано выше, отжиг деформированного прутка при температуре 600 °С к значительным изменениям структуры не приводит, также в результате отжига не меняется и текстура прутка (см. рис. 4,а). Аналогичная картина наблюдается и для прутка, отожженного при температуре 650 °С (см. рис. 4,б). Ориентационный параметр Кёрнса для этих прутков практически одинаков (см. рис. 4,б). Также незначительно меняется и плотность полюсов (см. рис. 4,а). Поскольку отжиг при температурах 600 и 650 °С не приводит к значительному изменению текстуры и состояния структуры, то изменение плотности полюсов можно объяснить только снятием микронапряжений, являющихся движущей силой для протекания процесса полигонизации.



Более значительные изменения текстуры происходят после отжига при температуре свыше 650 °С. При этом происходит значительное снижение плотности полюсов таких плоскостей, как (10 $\bar{1}0$) и (20 $\bar{2}1$), а плотность полюсов пирамидальных плоскостей (21 $\bar{3}3$) и (21 $\bar{3}2$) при этом увеличивается. Отжиг при температуре 650 и 750 °С приводит к незначительному увеличению ориентационного параметра Кёрнса (см. рис. 5,б). Плотность полюсов базисных плоскостей при отжиге при этих температурах практически не меняется.

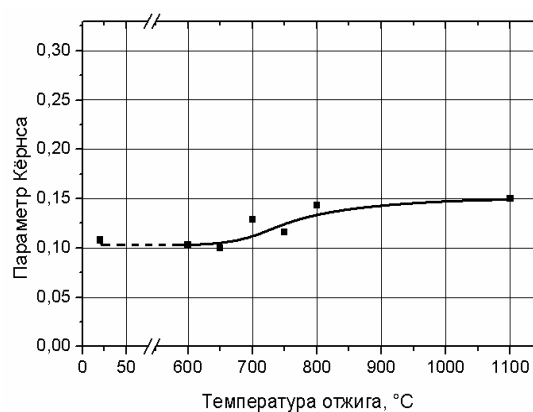


Рис. 5. Тенденция изменение характеристик текстуры холоднотемпературнодеформированного гафния при отжиге: а – плотность полюсов; б – ориентационный параметр Кёрнса

После отжига при температуре 800 °С в течение 1 ч структура прутков - рекристаллизованная. Дальнейшее изменение текстуры прутков при этой температуре связано с переориентацией зёрен при их росте при собирательной рекристаллизации. Переориентация зеренной структуры приводит к дальнейшему, как и при полигонизации и первичной рекристаллизации, уменьшению плотности полюсов плоскостей (10 $\bar{1}0$), (20 $\bar{2}1$) и увеличению - (11 $\bar{2}0$) и (21 $\bar{3}2$). В то же время, при первичной и собирательной рекристаллизации, происходит увеличение ориентационного параметра Кёрнса.

В общем отжиг холоднотемпературнодеформированных прутков гафния приводит к разрушению текстуры деформации, уменьшению плотности полюсов плоскостей (10 $\bar{1}0$), (20 $\bar{2}1$) и увеличению – (11 $\bar{2}0$) и (21 $\bar{3}2$), что сопровождается незначительным увеличением ориентационного параметра. В то же время даже разрушенная рекристаллизацией текстура имеет определенную взаимосвязь с текстурой деформации, так как основные переориентировки кристаллов происходят в плоскости базиса ГПУ-решетки, а плотность полюсов базисной плоскости, а соответственно и величина ориентационного параметра Кёрнса, меняется мало.

2.3. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ДЕФОРМАЦИИ НА ИЗМЕНЕНИЕ ТЕКСТУРЫ ПРУТКОВ ГАФНИЯ

В предыдущих разделах представлены результаты исследования влияния холодной деформации и последующего отжига на изменение текстуры прутков гафния. Однако многочисленные исследования и литературные данные показывают [1], что холодную деформацию нельзя рассматривать как самостоятельный процесс изготовления изделий, в частности прутков, из слитка гафния. Холодная деформация может быть только одним из этапов многообразного процесса изготовления прутков. Финишной или окончательной деформационной обработкой после предшествующих рекристаллизационных отжигов может быть холодная деформация, так как металл к этому времени уже имеет значительную пластичность и после холодной деформации является мелкозернистым с высоким запасом внутренней энергии. Основными способами изготовления изделий из слитка гафния являются горячая и теплая деформации. Однако механизмы горячей и теплой деформаций в силу особенности ГПУ-решетки значительно отличаются от механизмов холодной деформации.

В данном разделе приведены результаты исследования влияния температуры деформации при постоянной степени деформации 77% на изменение текстуры прутков гафния. Схема проведения эксперимента приведена на рис. 6.

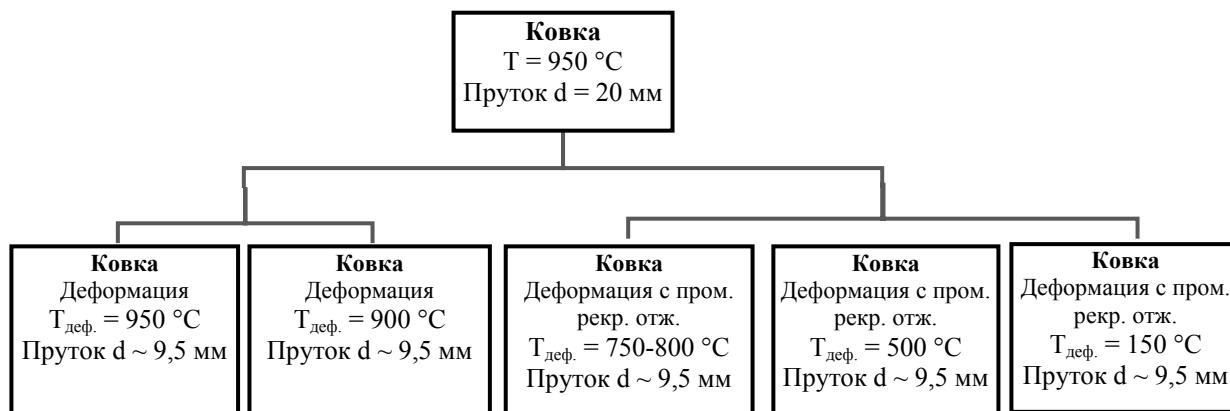


Рис. 6. Схема проведения эксперимента

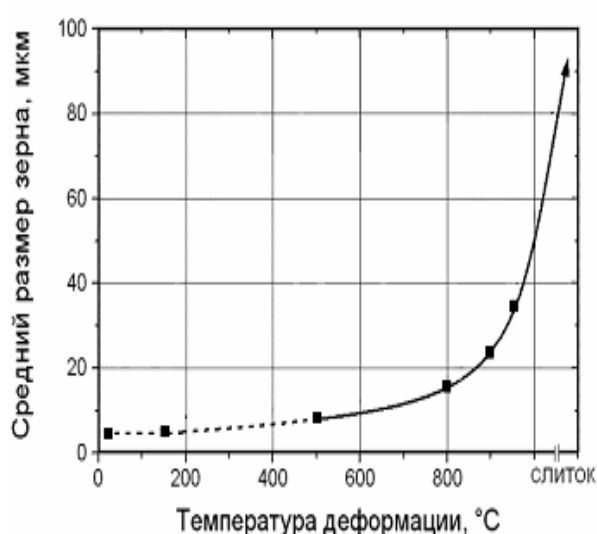


Рис. 7. Зависимость среднего размера зерна от температуры деформации

Более подробно технологический процесс изготовления данных прутков из слитка гафния и характеристики их структуры описаны в работе [3]. Зависимость среднего размера зерна как одной из характеристик структуры от температуры деформации приведена на рис. 7 [3]. На этих же образцах проведено рентгеноструктурное исследование текстуры прутка.

Обратные полюсные фигуры для прутков гафния, деформированных на финальной стадии изготовления при разных температурах, показаны на рис. 8.

Результаты проведенных исследований позволяют представить текстуры прутка гафния при последующей деформации ковкой следующим образом:

- деформация прутка при температуре $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ сопровождается рекристаллизацией обработки. Текстура данного прутка похожа на текстуру рекристаллизованных образцов гафния, которая ха-

рактеризуется выраженностью плоскостей $(21\bar{3}0)$ и $(11\bar{2}0)$. Для прутка, деформированного по этой схеме, параметр Кёрнса (f_{0002}) = 0,09;

- деформация при температуре $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ (см. рис. 8,б) также формирует текстуру с преимущественным выстраиванием нормалей к плоскостям $(21\bar{3}0)$ вдоль оси прутка, так как и для данного прутка, как и для прутка, деформированного при температуре $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ (см. рис. 8,а), рекристаллизация происходит в процессе обработки. Параметр Кёрнса равен 0,16;

- деформация прутка при температуре $750\text{--}800\text{ }^{\circ}\text{C}$ (см. рис. 8,в) не сопровождается рекристаллизацией в процессе обработки. При данной температуре деформации образуется иная текстура с преимущественным выстраиванием нормалей плоскости $(10\bar{1}0)$ вдоль оси прутка. Плотность полюса этой плоскости равна 2,360. Ориентационный параметр такого прутка равен 0,206;

- ковка при температуре $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ (см. рис. 8,г) также не сопровождается рекристаллизацией в процессе деформации. Текстура такого прутка характеризуется выраженностью призматических плоскостей $(10\bar{1}0)$, $(10\bar{1}1)$ и $(20\bar{2}1)$. Параметр Кёрнса для прутка гафния, деформированного при $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, равен 0,255;

- обратная полюсная фигура для прутка гафния, деформированного при температуре $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, приведена на рис. 8,д. Видно, что при $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ формируется текстура с преобладанием призматических плоскостей. Параметр Кёрнса для прутка гафния, деформированного при $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, (f_{0002}) = 0,173 (рис. 9).

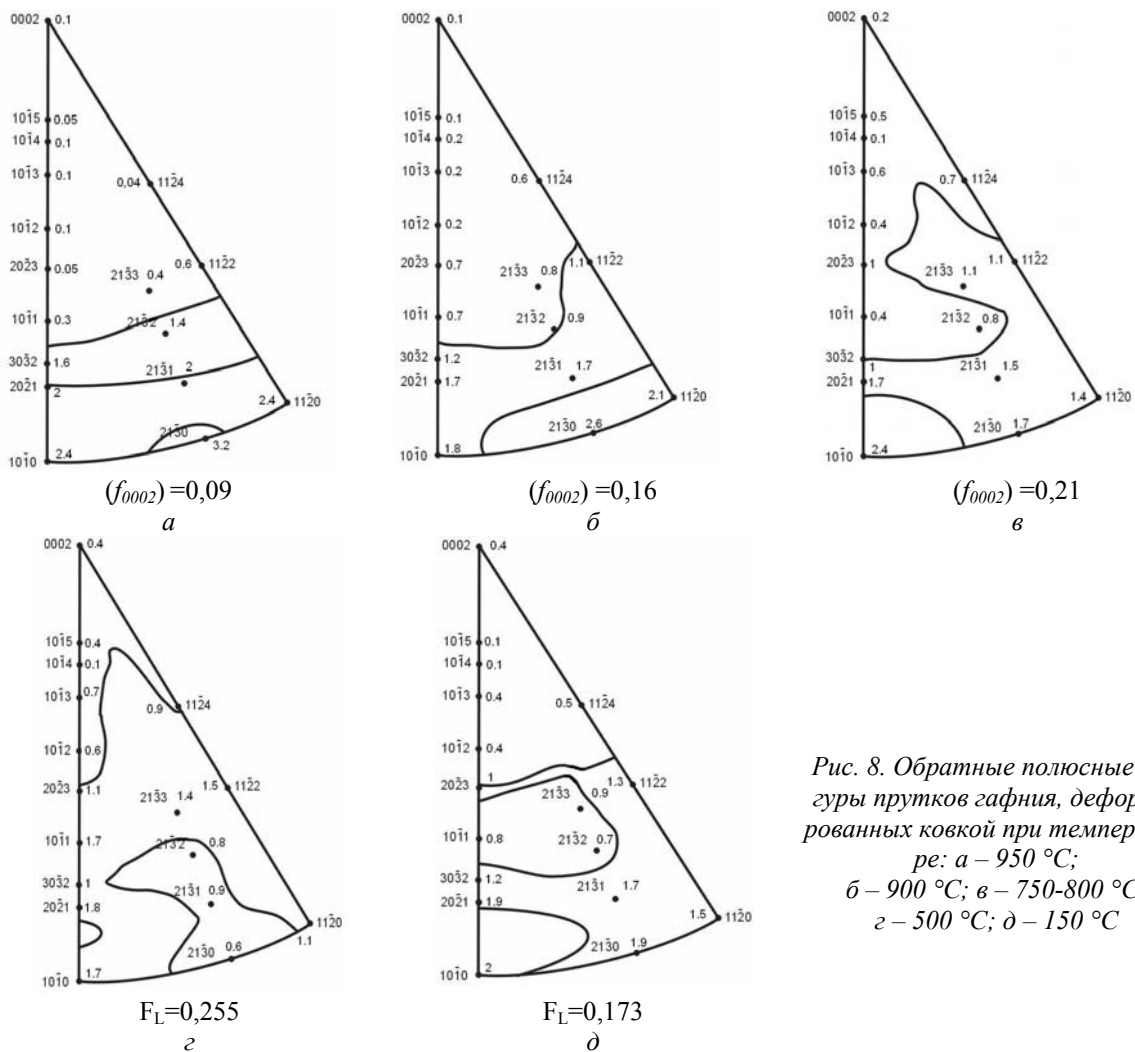


Рис. 8. Обратные полюсные фигуры прутков свинца, деформированных ковкой при температуре: а – 950 °С; б – 900 °С; в – 750-800 °С; г – 500 °С; д – 150 °С

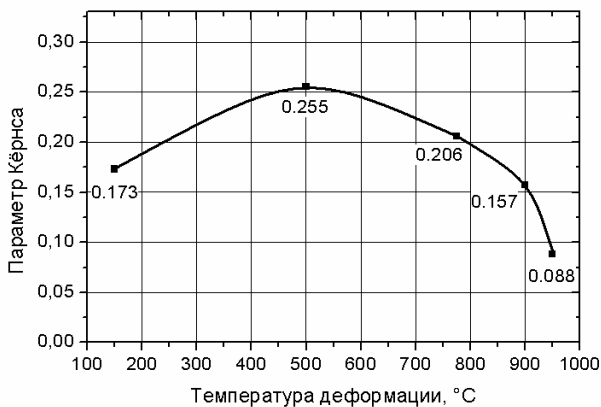


Рис. 9. Изменение ориентационного параметра Кёрнса прутков свинца в зависимости от температуры деформации

- по результатам проведенного цикла исследований сложно определить какую-либо строгую закономерность. Текстура прутков, полученных по данной технологической схеме, является результатом взаимодействия трех факторов;

- при повышении температуры деформации вступают в действие новые элементы скольжения. То есть наряду с текстурой, свойственной деформации при комнатной температуре, появляются новые

ориентации. Последние обусловлены тем, что новые элементы скольжения также стремятся установиться параллельно направлению растяжения;

- при повышении температуры деформации, когда внутренняя энергия наклепанного металла достигает определенной критической величины, начинается протекание процессов устранения следов наклепа (при более высоких температурах деформации – рекристаллизация), что приводит к иной переориентации зерен с преимущественным преобладанием плоскостей $(2\bar{1}30)$ и $(11\bar{2}0)$;

- при низких температурах деформации текстурирование происходит по схеме скольжения при основном элементе скольжения (0001) $[11\bar{2}0]$.

По результатам выполненных исследований можно сделать основной вывод, что текстуру прутка, деформированного при температурах 950 и 900 °С, можно охарактеризовать как текстуру рекристаллизации с преимущественным выстраиванием плоскостей $(2\bar{1}30)$ вдоль оси прутка. В результате деформации при более низких температурах в прутках формируется и при снижении температуры деформации усиливается текстура деформации с преимущественным преобладанием плоскостей $(10\bar{1}0)$. В то же время наиболее анизотропным является

пруток, деформований при температурі 500 °С згідно технологічної схеми рис. 6. А зміна температури деформації призводить до зниження орієнтаційного параметра.

3. ВИВОДИ

1. Вивчено вплив термообробки на зміну кристаллографічної орієнтації прутків гафнія. Визначено основні закономірності текстуроутворення.

2. Збільшення ступеня холодної деформації призводить до кристаллографічної переорієнтації зерен, що призводить до посилення аксіальної текстури (10 $\bar{1}0$) і зниженню густоти базисних площин (0002), що відповідно призводить до зниження орієнтаційного параметра Кернса.

3. Відпал холоднодеформованих прутків гафнія призводить до руйнування текстури деформації, зменшенню густоти площин (10 $\bar{1}0$), (20 $\bar{2}1$) і збільшенню - (11 $\bar{2}0$) і (21 $\bar{3}2$), що супроводжується незначительним збільшенням орієнтаційного параметра.

4. Отримані експериментальні дані узгоджуються з загальноприйнятими закономірностями, що описують зміну структури при термомеханічній обробці для інших чистих металів і сплавів.

5. Текстуру прутка, деформованого при температурах 950 і 900 °С, можна охарактеризувати як текстуру рекристалізації з переважним

висхідним нахилом площин (21 $\bar{3}0$) вздовж осі прутка. В результаті деформації при більш низьких температурах в прутках формується і при зниженні температури деформації посилюється текстура деформації з переважним нахилом площин (10 $\bar{1}0$).

6. Найбільш анізотропним є пруток, деформований при температурі 500 °С, згідно технологічної досліджуваної схеми.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю.А. Муфель, В.А. Зуєв, Р.А. Рудь. Вплив процесу деформації на структуру гафнія // *Ядерні та радіаційні технології*. 2005, т.5, № 3-4, с.40-48.

2. Н.М. Ройко, Г.И. Волокита, Э.А. Резниченко, В.П. Чернуха. Еволюція текстури гафнієвих прутків в процесі деформації // *ВАНТ. Серія «Вакуум, чисті матеріали, надпровідники»*. 2002, №1, с. 136-139.

3. В.С. Красноруцький, В.А. Зуєв, Н.М. Ройко. Вплив деформації і відпалу на структуру і текстуру прутків з кальциотермічного гафнія // *ВАНТ. Серія «Фізика радіаційних пошкоджень і радіаційне матеріалознавство»*. 2005, №3, с. 108-114.

4. И.П. Кудрявцев. *Текстуры в металлах и сплавах*. М.: «Металлургия», 1965.

Стаття надійшла в редакцію 05.09.2008 г.

ВПЛИВ ТЕРМОМЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ НА ТЕКСТУРУ СТРИЖНІВ ГАФНІЮ

В.А. Зуйок, В.М. Гулько, В.В. Корнєєва

Розглянуто вплив термообробки на зміну кристаллографічної орієнтації зерна стрижнів гафнію. Визначено основні закономірності текстуроутворення в ході холодної деформації ($\epsilon = 0 \dots 39\%$), під час відпалу ($T_{\text{деф}} = 600 \dots 1000$ °С) і при зміні температури деформації від 150 до 950 °С при постійному ступені деформації. Встановлено зв'язок між станом структури та кристаллографічної орієнтації зерна. Приведені основні закономірності зміни текстури при різних видах термообробки.

INFLUENCE OF THERMOMECHANICAL PROCESSING ON THE TEXTURE OF HAFNIUM RODS

V.A. Zuyok, V.N. Gulko, V.V. Korniyeva

Influence of heat treatment on change of crystallographic orientation of grains in hafnium bars is considered in the paper. The basic laws of texture forming are determined at cold deformation ($\epsilon = 0 \dots 39\%$), at annealing ($T_{\text{def}} = 600 \dots 1000$ °C) and at change of temperature of deformation from 150 up to 950 °C at a constant extent of deformation. The correlation between the condition of structure and crystallographic orientation of grains is defined. The basic laws of structure change are resulted at various kinds of heat treatment.