

РЕЛАКСАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ В ДЕФОРМИРОВАННОМ ГАФНИИ ПРИ ОТЖИГАХ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 700...1100 °С

*М.Б. Лазарева, В.С. Оковит, М.П. Старолат, В.И. Соколенко,
В.В. Калиновский, Л.А. Чиркина, А.А. Васильев, К.В. Ковтун*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

E-mail: mlazareva@kipt.kharkov.ua

Проведено исследование кальциетермического гафния после деформации прокаткой при 400 °С на 55 % и отжигов при 700, 850 °С (1 ч) и 1100 °С (5 ч) на образцах, ориентированных вдоль и поперек направления прокатки. Контроль физико-механических свойств и структурных параметров осуществлялся путем измерения относительного электросопротивления, микротвердости, модуля сдвига и амплитудной зависимости внутреннего трения с определением длины дислокационных сегментов L_c со «слабым» закреплением дислокаций и величины дислокационных петель L_N , определяющих стартовые напряжения работы источников Франка-Рида. Анализ полученных результатов показал наличие ярко выраженной анизотропии скорости диффузии точечных дефектов и распределения линейных дефектов на разных плоскостях.

ВВЕДЕНИЕ

Гафний находит все большее применение как конструкционный материал горячей зоны ядерных реакторов. Предпосылками для использования гафния в ядерной энергетике являются: его большое сечение поглощения нейтронов, высокая прочность и пластичность, коррозионная и радиационная стойкости, а также хорошая технологичность [1,2].

Исследования структуры и свойств гафния после различных механико-термических обработок (МТО) важны с точки зрения определения оптимальных режимов обработок для улучшения эксплуатационных характеристик материала. В литературе имеется ряд работ, посвященных изучению влияния МТО на физико-механические свойства гафния. В ранее выполненных исследованиях методами электронной микроскопии, рентгеновской дифракции и температурной зависимости внутреннего трения изучались вопросы взаимосвязи свойств и микроструктуры, сформированной в процессе деформационных и термических обработок [3-12]. Для углубления представлений о взаимосвязи микроструктуры и физико-механических свойств гафния представляется целесообразным провести комплексные исследования механических характеристик с привлечением таких структурно-чувствительных методов, как амплитудно-зависимое внутреннее трение и относительное электросопротивление.

Целью данной работы было исследование изменений физико-механических свойств и микроструктурных параметров гафния после деформации и отжигов в области 700...1100 °С.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали Nf чистотой 99,9 %, полученный с применением кальциетермической технологии после деформации прокаткой при 400 °С на 55 % и отжигов при 700, 850 °С (1 ч) и 1100 °С (5 ч) в вакууме $1 \cdot 10^{-5}$ Торр. Образцы размером

1,35×1,35×30 мм вырезали вдоль (тип I) и поперёк (тип II) направления прокатки на электроискровом станке. Контроль физико-механических свойств и микроструктуры осуществляли путём измерения относительного удельного электросопротивления ($\rho_{77\text{K}}/\rho_{300\text{K}}$), модуля сдвига (G), микротвердости (H_v), амплитудной зависимости внутреннего трения (АЗВТ) и средней плотности дислокаций (N).

Относительное удельное электросопротивление образцов гафния в разных структурных состояниях определяли при -196 и 20 °С потенциометрическим методом. Микротвердость измеряли на ПМТ-3 при нагрузке $P = 1$ Н для образцов I типа на плоскости прокатки и для образцов II типа – на плоскости, перпендикулярной направлению прокатки. Микроструктуру контролировали на микротвердомере ПМТ-3, оптическая система которого использовалась для фотосъёмки с помощью цифровой фотокамеры, сопряженной с компьютером. Металлографические исследования показали, что в процессе прокатки полученная структура неоднородна: в плоскости прокатки зёрна вытянуты и равны в среднем 26 и 18 мкм, а в плоскости, перпендикулярной направлению прокатки, – 18 и 10 мкм. Среднюю плотность дислокаций N определяли на электронном микроскопе TESLA BS-613. Для деформированных и отожжённых при температурах 700, 850 и 1100 °С образцов гафния значения N составляли $\sim 10^{11}$, 10^9 и 10^8 см⁻² соответственно. Модуль сдвига и АЗВТ измеряли на обратном крутильном маятнике [13] на частоте ~ 1 Гц при 20 °С в вакууме 10^{-3} Торр. Модуль сдвига измеряли в амплитудно-независимой области, амплитуда деформации не превышала $2 \cdot 10^{-5}$. Измерения зависимости внутреннего трения (δ) от амплитуды деформации (γ) проводили в диапазоне амплитуд $\gamma = 2 \cdot 10^{-5} \dots 3 \cdot 10^{-4}$.

Модуль сдвига вычисляли по формуле:

$$G = \frac{128\pi L I f^2}{d^4}, \quad (1)$$

где L – длина образца; d – диаметр образца; I – момент инерции крутильного маятника, равный 64,8 МПа; f – частота колебаний. Точность измерения модуля сдвига – 0,1 %.

По данным измерения АЗВТ проводили расчёт микроструктурных параметров – длин дислокационных сегментов L_c со «слабым» закреплением дислокаций, образованных точечными дефектами; сегментов L_N с «жестким» закреплением дислокаций, образующихся, например, при пересечении дислокаций разных систем скольжения; напряжения отрыва дислокаций от «слабых» точек закрепления ($\tau_{отр}$) и стартовых напряжений работы источников Франка-Рида ($\tau_{старт}$).

Количественные оценки структурных параметров путём измерения $\delta(\gamma)$ проведены в рамках теории Гранато-Люкке [14-18], согласно которой

$$\delta_H = \frac{C_1}{\gamma} \exp\left(-\frac{C_2}{\gamma}\right), \quad (2)$$

где δ_H – амплитудно-зависимое внутреннее трение; γ – текущая амплитуда деформации сдвига;

$C_1 \sim \frac{NL_N^3}{L_c^2}$; $C_2 = \frac{k\eta a}{L_c}$, где $k = 1/50$ – ориен-

тационный фактор; η – параметр размерного несоответствия [19]¹; a – параметр решетки (вдоль оси c). При перестройке амплитудной зависимости внутреннего трения $\delta(\gamma)$ в логарифмических координатах $\ln(\delta_H\gamma) = f(1/\gamma)$ выражение (1) трансформируется на графике в прямую линию с углом наклона, равным C_2 , отсекающую на оси ординат отрезок, равный C_1 .

Напряжения отрыва дислокаций от точек закрепления и стартовые напряжения работы источников Франка-Рида вычисляли по формулам [16-20]:

$$\tau_{отр} = \gamma'_{кр} G, \quad (3)$$

$$\tau_{старт} = \gamma''_{кр} G = \frac{Gb}{L_N}, \quad (4)$$

где $\gamma'_{кр}$ – амплитуда деформации сдвига, соответствующая напряжению отрыва дислокаций от точек закрепления; $\gamma''_{кр}$ – амплитуда деформации сдвига, определяющая напряжение начала работы источника Франка-Рида. Величины $\gamma'_{кр}$ и $\gamma''_{кр}$ определяются из экспериментальных зависимостей $\delta(\gamma)$.

¹ Согласно [19] $\eta = (r_{пр} - r_0)/r_0$, где $r_{пр}$ – радиус примесного атома; r_0 – радиус атома растворителя в случае раствора замещения, а в случае раствора внедрения r_0 – радиус той поры основного металла растворителя, в которой располагается атом внедрения.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ МАКРОСВОЙСТВА

На рис. 1-3 приведены результаты измерения электросопротивления, микротвёрдости и модуля сдвига после деформации и последующих отжигов на образцах I и II типов. Видно, что после деформации уровни измеряемых параметров различны для этих образцов: относительное электросопротивление для образцов типа I ниже, чем для образцов типа II, а микротвёрдость и модуль сдвига – выше. Эти данные свидетельствуют о различном ориентационном распределении деформационных дефектов в образцах типа I по сравнению с образцами типа II.

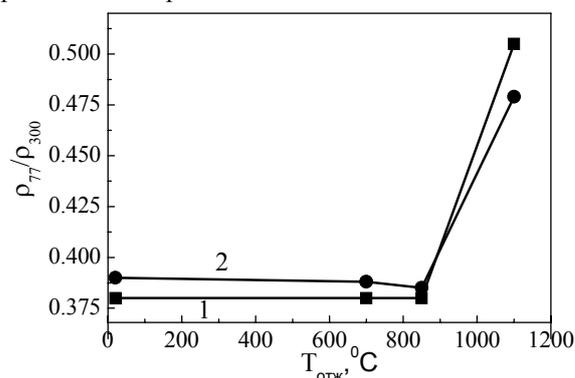


Рис. 1. Зависимость относительного удельного электросопротивления гафния, прокатанного на 55 % при 400 °C, от температуры отжига для образцов, вырезанных вдоль (тип I) (кр. 1) и поперек (тип II) (кр. 2) направления прокатки

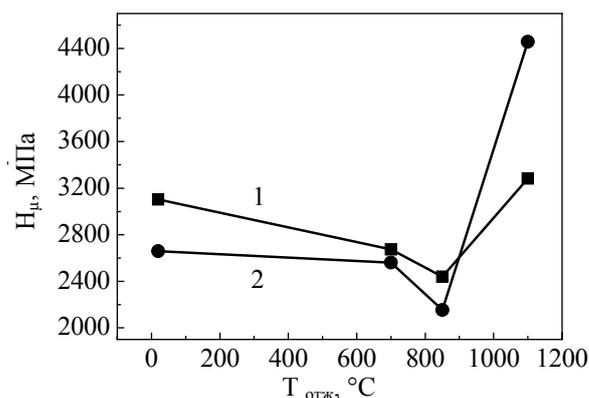


Рис. 2. Зависимость микротвёрдости H_f , прокатанного на 55 % при 400 °C, от температуры отжига на плоскости прокатки для образцов типа I (кр. 1) и на плоскости, перпендикулярной направлению прокатки, для образцов типа II (кр. 2)

Отжиг при 700 °C деформированных образцов гафния уменьшает разницу значений относительного электросопротивления, микротвёрдости и модуля сдвига для обоих типов образцов по сравнению с деформированным состоянием, что может быть результатом выравнивания степени дефектности и уровня полей внутренних

напряжений в этих образцах за счёт развития процессов возврата на стадии полигонизации. Причём, возврат деформационных дефектов в образцах I типа происходит более интенсивно, чем в образцах II типа, особенно по данным $N_{\mu}(T_{отж})$.

Такое соотношение может быть следствием разной ориентации плоскостей скольжения относительно направления прокатки, анизотропии скорости диффузии точечных дефектов и перераспределения дислокаций по разным кристаллографическим плоскостям.

Повышение температуры отжига до температуры рекристаллизации (850°C) [9,10] вызывает дополнительное уменьшение значений $\rho_{77\text{K}}/\rho_{300\text{K}}$ и N_{μ} как для образцов типа I, так и для образцов типа II.

При дальнейшем повышении температуры отжига до 1100°C наблюдается резкий рост и инверсия значений относительного электросопротивления (см. рис. 1) и микротвердости (см. рис. 2) для образцов обоих типов.

Зависимости модуля сдвига от температуры отжига деформированного гафния для образцов I и II типов (см. рис. 3) качественно различны: при более высоком уровне $G(T)$ для образцов I типа во всём исследованном диапазоне температур отжига модуль сдвига при $T_{отж} \geq 850^{\circ}\text{C}$ увеличивается, а для II типа – уменьшается.

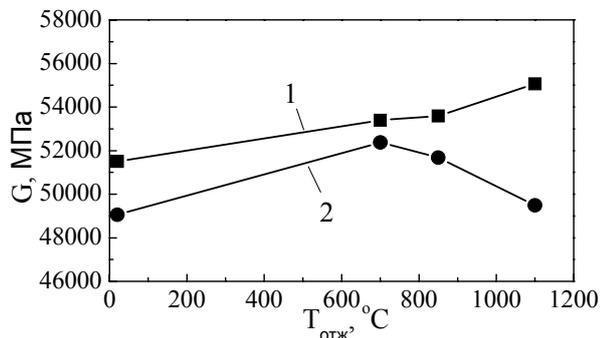


Рис. 3. Зависимость модуля сдвига деформированного Hf от температуры отжига для образцов I типа (кр. 1) и образцов II типа (кр. 2)

Падение модуля сдвига для образцов II типа в результате отжига при температуре рекристаллизации (850°C) может быть связано как с переориентацией текстуры прокатки в текстуру рекристаллизации, так и с насыщением образцов Hf атомами газовых примесей. Дальнейшее падение модуля сдвига после отжига при 1100°C для образцов II типа с большей вероятностью может быть связано с активизацией процессов адсорбции газовых примесей, чем с продолжением формирования текстуры рекристаллизации. Таким образом, можно сделать вывод, что в процессе отжига при $T \geq 850^{\circ}\text{C}$ наряду с возвратом структурных дефектов в исследуемых образцах гафния активно развивается адсорбция газовых примесей (например, C, N, O), особенно для образцов II типа. Характерно, что для образцов I

типа во всей области температур отжига, согласно зависимости $G(T_{отж})$, процессы возврата преобладают над процессами адсорбции газовых примесей (см. рис. 3, кр. 1), тогда как для образцов II типа доминирующее влияние адсорбции примесей проявляется уже при $T_{отж} = 850^{\circ}\text{C}$ (см. рис. 3, кр. 2). Из этого следует, что скорость диффузии, а следовательно, и глубина проникновения атомов газовых примесей в объем материала через плоскость, перпендикулярную направлению прокатки (две боковые грани образцов II типа), больше, чем через плоскость прокатки (две боковые грани в образцах I типа), что подтверждается данными микротвердости, которые получены при последовательном стравливании поверхностных слоев образцов, отожженных при 1100°C (рис. 4). Результаты измерений показали, что глубина проникновения атомов примесей составляет ~ 120 и ~ 180 мкм для образцов I и II типов соответственно.

Таким образом, согласно данным $G(T_{отж})$ и зависимости N_{μ} от толщины снятого слоя (h), в результате отжигов при $T \geq 850^{\circ}\text{C}$ распределение точечных дефектов в образцах II и I типов различно. Причем, из данных зависимостей $N_{\mu}(h)$, с учётом характера распределения точечных дефектов в поверхностном слое по разным плоскостям концентрация точечных дефектов в плоскости прокатки больше, чем в плоскости, перпендикулярной направлению прокатки.

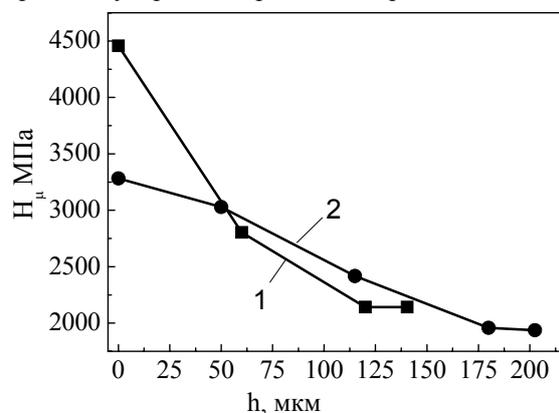


Рис. 4. Изменение уровня микротвердости образцов Hf, прокатанных на 55 % при 400°C и отожженных при 1100°C (5 ч) в вакууме $1 \cdot 10^{-5}$ Торр, от толщины снятого слоя для образцов I типа (кр. 1) и образцов II типа (кр. 2)

Большой уровень точечных дефектов после отжига при 1100°C в образцах, вырезанных вдоль направления прокатки (I тип), подтверждается данными измерения электросопротивления (см. рис. 1). В то же время из зависимостей $G(T_{отж})$ следует, что после отжига при 1100°C в образцах, ориентированных перпендикулярно направлению прокатки (II тип), величина модуля сдвига меньше, т. е. концентрация точечных дефектов больше, чем в образцах, ориентированных вдоль направления прокатки (I тип). Полученное различие в определении степени дефектности в образцах I и II типов можно объяснить структурной

чувствительностью используемых методов исследования к распределению дефектов в объеме материала. Известно [21,22], что величина упругих модулей очень чувствительна к химическому составу материала и не зависит от расположения атомов примесей в теле зерна, в упругом поле дислокаций или на границах раздела, тогда как значение электросопротивления в основном определяется дефектами, находящимися в теле зерен, и практически не зависит от количества точечных дефектов, осевших на дислокациях и границах раздела [23]. Поэтому из сопоставления значений модуля сдвига и электросопротивления следует, что после отжига при 1100 °С возникает резкая анизотропия распределения примесей в теле зерна, на дислокациях и границах зерен для образцов I и II типов.

ПАРАМЕТРЫ МИКРОСТРУКТУРЫ

Для оценки количества и типа точечных дефектов, находящихся в поле упругих напряжений дислокаций и определяющих напряжения отрыва дислокаций от точек закрепления, рассмотрим результаты исследования микроструктурных характеристик, полученных из измерений АЗВТ, после проведенных МТО.

Согласно модели Келлера-Гранато-Люкке (КГЛ) [14,15] дислокационная линия L_c , закрепленная примесными атомами, являющимися «слабыми» точками закрепления, выгибается под действием внешних знакопеременных напряжений. Обычно не зависящее от амплитуды поглощение имеет обратно пропорциональную зависимость от содержания примесей.

При этом сила, действующая на примесный атом со стороны дислокации, может быть определена исходя из соотношения [14]:

$$\pi C(\varphi_1 - \varphi_2) = 4a\sigma \frac{L_{c1} + L_{c2}}{\pi}, \quad (5)$$

где πC – натяжение петли; φ_1 – угол поворота петли длиной L_{c1} у примеси; φ_2 относится к петле L_{c2} и берется со знаком минус, углы поворотов считаются достаточно малыми; σ – сдвиговое напряжение. Отрыв происходит тогда, когда эта сила больше силы связи Коттрелла [19].

При более высоких напряжениях, соответствующих амплитуде деформации $\gamma_{кр}$, петли дислокаций отрываются от примесных атомов. Первой всегда отрывается петля L_c , имеющая самую большую длину, что приводит к еще большему увеличению L_c и к лавинообразному отрыву дислокации до «жестких» точек закрепления, определяющих петлю L_N .

Напряжение, необходимое для отрыва дислокационной петли L_c от «слабых» точек закрепления, определяется силой связи дислокации с атомами примесей [14,15,19]:

$$F = 4Gb\eta r^3 \frac{\sin 2\theta}{R^2}, \quad (6)$$

где θ – и R – значения полярных координат примесного атома относительно линии дислокации

и плоскости скольжения, соответствующие максимуму закрепляющей силы при $\theta = 5\pi/4$, $R \approx b\sqrt{2}$; η – параметр размерного несоответствия радиусов атомов растворителя и примеси.

Согласно [16] энергию связи дислокации с атомами примесей можно определить из соотношения:

$$\gamma'_{кр} = \frac{Qc}{Gb^3}, \quad (7)$$

где Q – энергия связи атома примеси, закрепляющего дислокацию; c – концентрация примеси.

На рис. 5 приведены зависимости длин дислокационных сегментов L_c для деформированных и отожженных в области 700...1100 °С образцов гафния I и II типов.

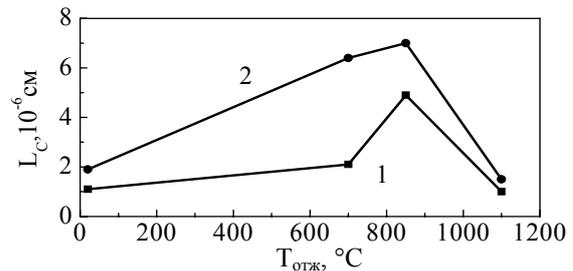


Рис. 5. Изменение длин дислокационных сегментов L_c от температуры отжига в образцах I типа (кр. 1) и II типа (кр. 2) деформированного Hf

Из рис. 5 видно, что в результате деформации и отжига при 700 и 850 °С величина дислокационного сегмента L_c больше для образцов II типа, чем для образцов I типа. После отжига при 1100 °С значения L_c существенно уменьшаются и становятся почти равными в образцах обоих типов, а по величине даже меньше, чем после деформации. Следовательно, в процессе отжига при 1100 °С происходит существенный приток к дислокациям точечных дефектов в виде атомов газовых примесей, причем для образцов II типа в большей степени, чем для образцов I типа. Тип точечных дефектов (одиночных или комплексов), находящихся в упругом поле дислокаций, можно определить из анализа соотношения длин дислокационных сегментов L_c и напряжений отрыва дислокаций от точек закрепления ($\tau_{отр}$) для образцов I и II типов.

На рис. 6 приведены зависимости величины напряжения отрыва для образцов обоих типов после деформации и последующих отжига.

Из рисунка видно, что как для деформированных, так и для отожженных в области 700...1100 °С напряжения отрыва дислокаций от точечных дефектов для образцов I типа больше, чем для образцов II типа.

Согласно формулам (5)-(7) напряжение, необходимое для отрыва петли L_c от точек закрепления, в основном зависит обратно пропорционально от длины петли L_c , которая определяется концентрацией примесей, и прямо пропорциональна энергии связи точечных дефектов с дислокациями.

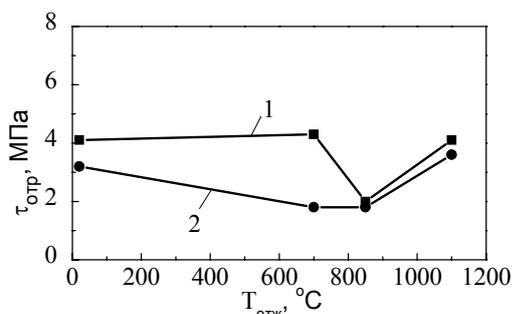


Рис. 6. Влияние температуры отжига на напряжения отрыва ($\tau_{отр}$) дислокационных сегментов L_c от точечных дефектов в образцах Hf I типа (кр. 1) и II типа (кр. 2)

Поэтому из сопоставления величин L_c и $\tau_{отр}$ для образцов I и II типов можно ожидать, что, если точками закрепления являются одинаковые (например, одиночные) атомы примеси, то отношение величин $\tau_{отр}$ для образцов I и II типов было бы обратно пропорционально отношению длин их сегментов L_c , что и наблюдается после отжига при 1100 °C. Однако, поскольку для образцов обоих типов после отжига при 700 и 850 °C это соотношение не выполняется, можно предположить, что основной причиной полученных результатов является различный характер распределения примесей внедрения вдоль дислокаций: в случае образцов I типа закрепление дислокаций осуществляется одиночными атомами примеси, которые создают короткие петли L_c , а для образцов II типа при существенно более длинных L_c точками закрепления могут быть комплексы точечных дефектов (например, облака Коттрелла).

Качественные сравнительные характеристики плотности дислокаций для образцов обоих типов после примененных видов МТО можно оценить из анализа длин дислокационных сегментов L_N и напряжения источников Франка-Рида ($\tau_{старт}$).

На рис. 7 приведена зависимость длин дислокационных сегментов с «жестким» закреплением (L_N) после проведенных МТО. Видно, что после деформации гафния длина дислокационного сегмента L_N почти вдвое больше в образцах II типа по сравнению с образцами I типа.

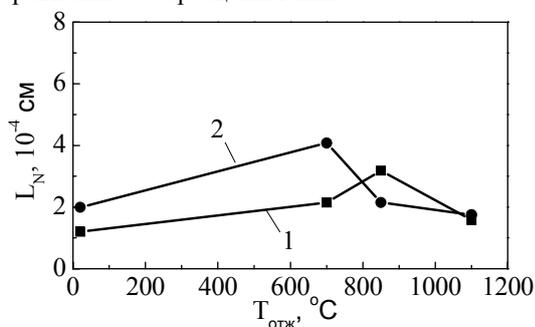


Рис. 7. Изменение длин дислокационных сегментов L_N в зависимости от температуры отжига для образцов I (кр. 1) и II типа (кр. 2)

Такой факт может свидетельствовать о наличии меньшей плотности дислокаций в плоскости

максимальных касательных напряжений при измерении АЗВТ в образцах II типа. Это хорошо согласуется с высказанными ранее суждениями [24-27] о наличии анизотропии не только миграции точечных дефектов, но также и анизотропии распределения дислокаций по разным плоскостям скольжения в ГПУ-металлах.

В процессе отжига при 700 °C величины L_N увеличиваются для обоих типов образцов по сравнению с L_N для деформированных образцов, что свидетельствует об уменьшении плотности дислокаций во время возврата деформационных дефектов при отжигах и подтверждается данными электронной микроскопии. Сопоставляя ход кривых зависимостей длин дислокационных сегментов (L_N) от температуры отжига для двух типов образцов, можно сказать, что увеличение L_N в плоскостях максимальных сдвиговых напряжений в образцах I типа продолжается при отжигах до более высоких температур, чем в образцах II типа. Такие изменения подтверждаются данными зависимостей $G(T_{отж})$, согласно которым процессы возврата при 850 °C в вакууме 10⁻⁵ Торр в образцах I типа развиваются более активно, чем в образцах II типа, для которых при этих условиях отжига преобладающими являются процессы адсорбции газовых примесей (см. рис. 3).

При $T_{отж} = 1100$ °C величины L_N уменьшаются для обоих типов образцов почти до уровня L_N деформированных образцов (см. рис. 7) и становятся практически одинаковыми для образцов I и II типов.

На рис. 8 приведены зависимости стартовых напряжений источников Франка-Рида деформированных и отожженных образцов обоих типов.

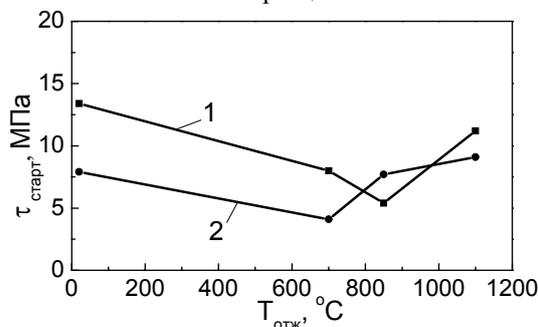


Рис. 8. Влияние температуры отжига на стартовые напряжения источников Франка-Рида в образцах I (кр. 1) и II типов (кр. 2) деформированного гафния

Из рисунка следует, что после деформации уровень $\tau_{старт}$ почти вдвое больше для образцов I типа по сравнению с образцами II типа. Отжиг в области возврата точечных дефектов и полигонизации (700 °C) приводит к уменьшению $\tau_{старт}$ для обоих типов образцов. Отжиги при 850 и 1100 °C показывают аномальный рост стартовых напряжений работы источников Франка-Рида для образцов II типа, тогда как для образцов I типа такой эффект наблюдается лишь после отжига при 1100 °C.

Аномальное уменьшение значений L_N и рост $\tau_{\text{старт}}$ после отжига при 1100 °С можно рассматривать как результат образования новых дислокационных петель, возникших при схлопывании вакансионных дисков, которые могли появиться в результате высокотемпературного отжига, особенно для II типа образцов. Кроме того, можно высказать предположение, что в результате адсорбции газовых примесей в процессе отжига при 1100 °С (5 ч) происходит столь жесткое закрепление дислокаций облаками примесей, создав очень малые значения L_N , что дислокация от этих точек закрепления не может оторваться, и тогда эту дислокационную петлю по силе закрепления можно считать эквивалентной длине петли, образованной при пересечении дислокаций.

ВЫВОДЫ

1. Исследованы особенности протекания релаксационных процессов при ожигах в интервале температур 700...1100 °С в образцах деформированного гафния, вырезанных вдоль (I тип) и поперек (II тип) направления прокатки.

2. Показано, что величина микротвердости на плоскости прокатки больше, чем на плоскости, перпендикулярной направлению прокатки, а глубина проникновения газовых примесей в плоскости прокатки в результате отжига при 1100 °С (5 ч) в вакууме $1 \cdot 10^{-5}$ Торр меньше. Относительное удельное электросопротивление после деформации и отжигов при 700 и 850 °С больше для образцов II типа, чем для образцов I типа, а после отжига при 1100 °С наблюдается инверсия этих параметров. Модуль сдвига после всех видов МТО больше для образцов I типа по сравнению с образцами II типа.

3. Показано, что возврат деформационных дефектов в процессе отжигов при 700 и 850 °С приводит к выравниванию степени дефектности и уровня полей внутренних напряжений в образцах обоих типов. Высказывается предположение, что после отжигов при 700 и 850 °С на плоскостях макси-мальных скалывающих напряжений для образцов I типа при малой длине петли L_c характерно закрепление дислокаций одиночными точечными дефектами, а для образцов II типа (при большей величине L_c) закрепление дислокационных петель осуществляется комплексами точечных дефектов типа облаков Коттрелла.

4. Сделано заключение, что в процессе отжига при 1100 °С в вакууме $1 \cdot 10^{-5}$ Торр в деформированном гафнии наряду с возвратом деформационных дефектов активно развивается адсорбция газовых примесей (С, N, O), причем в образцах II типа этот процесс протекает существенно интенсивнее, чем в образцах I типа. Места преимущественных стоков точечных дефектов и характер их распределения в объеме образцов обоих типов различен.

5. Наблюдаемое различие изменения физико-механических свойств гафния при отжиге образцов

обоих типов связывается с анизотропией скорости диффузии при миграции точечных дефектов к разным стокам (дислокациям, границам зерен) на разных кристаллографических плоскостях и анизотропией распределения линейных дефектов по разным плоскостям скольжения.

6. Полученные результаты представляются важными для оптимизации режимов механико-термических обработок гафния как материала перспективного для применения в ядерной энергетике.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Д. Рисованный, Е.П. Ключков, В.Б. Пономаренко. *Гафний в ядерной технике*. Димитровград: НИИАР, 1993, 143 с.
2. *Металлургия гафния* / Под ред. Д.Е. Томаса и Е.Т. Хойса. М.: «Металлургия», 1967, 308 с.
3. О.В. Бородин, Е.В. Рудычев. Исследование микроструктуры экструдированного гафния марки ГФЭ-1 // *ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2001, №4, с.62-64.
4. В.С. Оковит, Л.А. Чиркина, Я.Д. Стародубов, В.И. Соколенко, В.В. Калиновский, К.В. Ковтун, Р.В. Ажажа. Диссипативные и механические свойства гафния в интервале температур 70...950 К // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2004, №6, с.34-38.
5. Laura B. Addessio, Ellen K. Cerreta, and George T. Gray III. Mechanical Behavior of Zirconium and Hafnium in Tension and Compression // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2005, v. 36a, p. 2893-2903.
6. С.А. Yablinsky, Е.К. Cerreta, G.T. Gray III, et al. The Effect of Twinning on the Work-Hardening Behavior and Microstructural Evolution of Hafnium // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2006, v. 37a, p.1907-1915.
7. В.С. Оковит, М.Б. Лазарева, П.А. Хаймович и др. Влияние криодеформирования при всестороннем сжатии на физико-механические свойства гафния в области 77...800 К // *Вісник ХНУ. Серія фізична «Ядра, частинки, поля»*. 2008, в.1(37), №794, с.63-68.
8. Р.В. Ажажа, М.П. Старолат, А.А. Васильев и др. Влияние отжига на структуру горячекатанного гафния // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2008, №1, с.27-30.
9. И.М. Коваленко, А.А. Васильев, В.В. Макаренко, К.В. Ковтун, М.П. Старолат. Влияние термообработки на свойства и структуру гидро-экструдированного гафния // *Физика и техника высоких давлений*. 2009, т.19, №4, с. 91-100.
10. М.П. Старолат, А.А. Васильев, С.П. Стеценко, Р.В. Ажажа, К.В. Ковтун. Влияние отжига на свойства и структуру деформированного гафния // *Вісник ХНУ. Серія фізична «Ядра, частинки, поля»*. 2010, в.2 (46), с. 83-86.

11. В.И. Соколенко, М.Б. Лазарева, В.С. Оковит, Л.А. Чиркина, П.А. Хаймович, В.В. Калиновский, К.В. Ковтун. Изменение структурного состояния Hf при низкотемпературном деформировании и отжигах // 49 Международная конференция «Актуальные проблемы прочности», Киев, Украина, 14-15 июня, 2010, с.106.
12. Е.В. Карасёва, 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.
13. И.А. Гиндин, В.И. Коваленко, В.С. Оковит, Я.Д. Стародубов, Л.А. Чиркина. Установка для измерения низкочастотного внутреннего трения и модулей упругости в интервале 10...1000 К // Зав. лаб. 1970, №11, с.1397-1399.
14. А. Гранато, К. Люкке. Ультразвуковые методы исследования дислокаций. М.: Изд-во иностр. лит., 1963, с.25-57.
15. Дж. Сварц, Дж. Виртман. Ультразвуковые методы исследования дислокаций. М.: Изд-во иностр. лит., 1963, с.58-74.
16. М.А. Кришталл, С.А. Головин, С.И. Архангельский. Оценка характеристик дислокационной структуры при измерении амплитудной зависимости внутреннего трения // Внутреннее трение в металлах и сплавах. М.: «Наука», 1966, с.101-108.
17. М.А. Кришталл, С.А. Головин. Амплитудная зависимость внутреннего трения в металлах // Релаксационные явления в твёрдых телах. М.: «Металлургия», 1968, с.417-423.
18. А. Новик, Б. Берри. Релаксационные явления в кристаллах. М.: «Атомиздат», 1975, с.316-320.
19. А.Х. Коттрелл. Дислокации и пластическое течение в кристаллах. М.: Изд-во чёрной и цветной металлургии, 1958, 267 с.
20. Физическое металловедение. В.3: Дефекты кристаллического строения. Механические свойства металлов и сплавов / Под ред. Р. Кана. М.: «Мир», 1968, 484 с.
21. Д. Мак Лин. Механические свойства металлов. М.: «Металлургия», 1965, 432 с.
22. М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский. Структура и механические свойства металлов. М.: «Металлургия», 1970, 472 с.
23. И.Я. Дехтяр. Дефекты кристаллического строения и некоторые свойства металлов и сплавов // УФН, 1957, т.LXII, в.2, с.99-128.
24. В.М. Ажажа, Г.П. Ковтун, В.А. Еленский, А.С. Беловол. Анизотропия микротвёрдости монокристаллов Re // ФММ. 1975, т.39, в.1, с. 203-205.
25. В.С. Оковит, В.А. Еленский, Г.П. Ковтун, Л.А. Чиркина. Зависимость внутреннего трения монокристаллов рения, деформированного двойникованием, от чистоты и ориентации // ФНТ. 1981, т.7, №2, с.232-243.
26. И.А. Гиндин, Л.А. Чиркина, В.С. Оковит, Г.П. Ковтун, В.А. Еленский, В.С. Беловол. Влияние чистоты и ориентации монокристаллов рения на механические свойства в интервале температур 4,2...300 К // ВАНТ. Серия «Общая и ядерная физика». 1983, №1, с.95-96.
27. И.А. Гиндин, Л.А. Чиркина, В.М. Ажажа, В.С. Беловол, В.А. Еленский, Г.П. Ковтун, В.С. Оковит. Температурная и ориентационная зависимости физико-механических свойств чистых и особо чистых монокристаллов рения // Тугоплавкие металлы, сплавы и соединения с монокристаллической структурой. М.: «Наука», 1984, с.141-147.

Статья поступила в редакцию 13.10.2011 г.

РЕЛАКСАЦІЙНІ ПРОЦЕСИ В ДЕФОРМОВАНОМУ ГАФНІЇ ПРИ ВІДПАЛІ В ІНТЕРВАЛІ ТЕМПЕРАТУР 700 ... 1100 °С

*М.Б. Лазарева, В.С. Оковит, М.П. Старолат, В.І. Соколенко, В.В. Калиновський, Л.О. Чиркина,
А.А. Васильєв, К.В. Ковтун*

Проведене дослідження кальцієрмічного гафнію після деформації прокаткою при 400 °С на 55 % і наступних відпалів при 700, 850 °С (1 год) та 1100 °С (5 год) на зразках, орієнтованих уздовж і поперек напрямку прокатки. Контроль фізико-механічних властивостей та структурних параметрів здійснювався шляхом вимірювання відносного електроопору, микротвердості, модуля зсуву і амплітудної залежності внутрішнього тертя з визначенням довжин дислокаційних сегментів L_c зі «слабким» закріпленням дислокацій і величини дислокаційних петель L_N , що визначають стартові напруження роботи джерел Франка-Ріда. Аналіз отриманих результатів показав наявність вираженої анізотропії швидкості дифузії точкових дефектів і розподілу лінійних дефектів на різних площинах.

RELAXATION PROCESSES IN DEFORMED HAFNIUM AT ANNEALING IN TEMPERATURE RANGE 700...1100 °C

*M.B. Lazareva, V.S. Okovit, M.P. Starolat, V.I. Sokolenko,
V.V. Kalynovskiy, L.A. Chirkina, A.A. Vasilyev, K.V. Kovtun*

A study of calcium-thermal hafnium after deformation by rolling at 400 °C in 55 % and subsequent annealing at 700, 850 °C (1 h) and 1100 °C (5 h) on samples oriented along and across the rolling direction. Control of the physical and mechanical properties and structural parameters was carried out by measuring the relative electrical resistance, microhardness, shear modulus and the amplitude dependence of internal friction with a definition of the length of dislocation segments L_c with "weak" pinning of dislocations and the magnitude of the dislocation loops L_N , determining the starting strain of the Frank-Read sources. Analysis of the results showed the presence of a marked anisotropy of the diffusion rate of point defects and the distribution of linear defects at different levels.