

## ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ГОРЯЧЕКАТАНОГО ГАФНИЯ

*Р.В. Ажажа, М.П. Старолат, А.А. Васильев, С.П. Стеценко,  
В.В. Малёванный, С.В. Ховрич, В.В. Макаренко, С.П. Лысенко, К.В. Ковтун*

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,  
г. Харьков, Украина*

Исследованы характеристики прочности и пластичности при испытаниях на растяжение образцов гафния ГФЭ-1 после отжига в интервале температур 800...1000 °С. Образцы вырезали из листов, полученных прокаткой при температуре 800 °С. Изучено влияние отжига на изменение микротвердости, электросопротивления, дислокационной структуры и поверхности разрушения при разрыве образцов. Показано, что после прокатки прочность образцов достигает 1000 МПа, относительное удлинение – 12 %, в материале образуется блочная структура, а на поверхности разрушения после разрыва образцов наблюдаются ступеньки и сколы. Отжиг в интервале температур 800...1000 °С в течение двух часов приводит к снижению прочностных характеристик ( $\sigma_b \sim 700 \dots 800$  МПа) и повышению пластичности ( $\epsilon \sim 15 \dots 17$  %).

### ВВЕДЕНИЕ

Гафний, обладая большим сечением поглощения нейтронов, является перспективным материалом для использования в системах управления и защиты ядерных реакторов. Получение изделий из гафния, используемых в реакторах, является многостадийным процессом, включающим выплавку слитков, ковку, прокатку, промежуточные отжиги.

Исследование изменения структуры и механических свойств этого материала на стадиях прокатки и последующих отжигов представляет практический интерес для выбора оптимальных режимов обработки с целью получения заданных структуры и механических свойств материала.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Исходным материалом для получения заготовок являлся гафний сорта ГФЭ-1, полученный методом кальцийтермического восстановления гексафторида гафния [1]. После электронно-лучевой плавки слитки (диаметром 150 мм) подвергались горячей ковке до получения поковок прямоугольного сечения, толщиной 25 мм. Эти поковки обрабатывались резаньем для получения прямоугольных заготовок под прокатку. Операция строгания позволяла удалять поверхностные дефекты, в том числе и внешний слой, насыщенный при ковке соединениями кислорода и азота, которые охрупчивают материал. Перед началом прокатки заготовки нагревали в печи сопротивления на воздухе до 1000 °С и прокатывали на стане с холодными валками. На заключительной стадии прокатку осуществляли на том же прокатном стане, но при нагреве под прокатку до температуры 800 °С. Суммарная деформация при заключительной прокатке составляла около 55%. Далее поверхностный слой заготовок снимался на шлифовальном станке, и получались плоскопараллельные пластины толщиной 5,5 мм.

Из полученных пластин вырезали образцы для механических испытаний на растяжение. Схема расположения вырезаемых образцов приведена на рис.1



Рис. 1. Схема вырезки образцов для механических испытаний из прокатанных пластин

Образцы вырезали на электроискровом станке, шлифовали на наждачной бумаге и полировали в растворе для химической полировки состоящем из 10 мл  $H_2O$  + 10 мл  $HNO_3$  + 10 мл  $HCl$  + 10 мл  $HF$ , для удаления наружного слоя с искаженной структурой. Рабочая длина этих образцов составляла 10 мм, ширина – 2 мм, толщина – 1 мм.

Испытания на растяжение проводили при комнатной температуре со скоростью деформации  $10^{-3} c^{-1}$ . Отжигались образцы при температурах 800, 900 и 1000 °С в течение 2 ч в вакуумной печи сопротивления при давлении  $1 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст. После отжига для удаления возникающей окисной пленки образцы снова подвергали химической полировке. На подготовленных по такой технологии образцах исследовали изменение структуры поверхности методом оптической микроскопии, изучали изменение микротвердости (прибор ПМТ-3 при нагрузке на алмазную пирамиду 100 г). Также изучали изменение электросопротивления при температурах 300 и 77 К в зависимости от температуры отжига. Поверхность разрыва образцов после механических испытаний на растяжение исследовали на модернизированном сканирующем электронном микроскопе РЭММА -202М.

Дислокационную структуру исследовали с помощью электронного микроскопа BS-613 TESLA. Образцы для таких исследований утончали методом химической полировки в выше упомянутом растворе, а заключительную полировку производили в растворе, состоящем из 45 мл  $H_2O$  + 45 мл  $HNO_3$  + 10 мл  $HF$ , при температуре 10 °С.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис.2 показаны зависимости предела прочности, пропорциональности, относительного удлинения и микротвердости от температуры отжига горячекатаного гафния. Из приведенных зависимостей видно, что отжиг в течение 2 ч при температуре 800 °С, близкой к температуре прокатки, приводит к резкому снижению твердости, пределов прочности и пропорциональности и существенному повышению пластичности по сравнению с деформированным материалом.

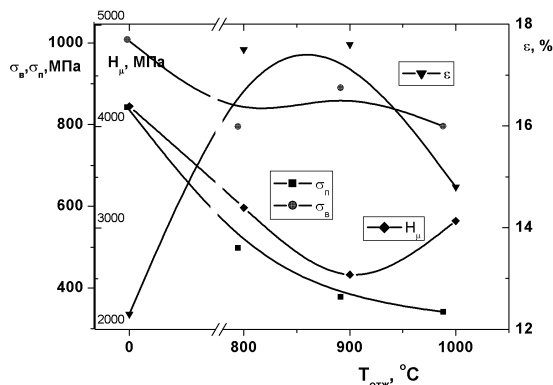
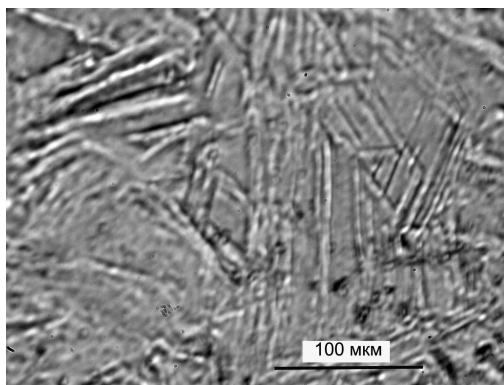
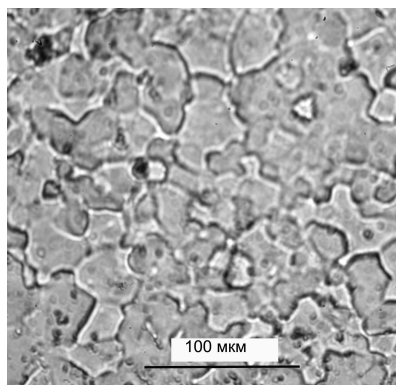


Рис. 2. Зависимость предела прочности, пропорциональности, относительного удлинения и микротвердости от температуры отжига горячекатаного гафния

Повышение температуры отжига до 900 °С приводит к дальнейшему снижению микротвердости и предела пропорциональности, повышению относительного удлинения при незначительном изменении прочности. Отжиг при 1000 °С приводит к некоторому снижению пластичности и повышению твердости при снижении прочностных характеристик. Испытание на растяжение образцов, вырезанных перпендикулярно направлению прокатки, показали, что характеристики прочности после прокатки близки к тем, которые наблюдаются в образцах, вырезанных вдоль направления прокатки. Однако пластичность в этом случае несколько меньше (относительное удлинение составляет 10% вместо 12%). Сравнение кривых деформации и вида образцов в местах ее локализации после испытаний на



а



б

Рис. 3. Структура образца гафния после горячей прокатки (а) и последующего отжига (б) при 800 °С в течение двух часов

растяжение указывает на то, что в образцах, вырезанных перпендикулярно направлению прокатки, пластическая деформация происходит с образованием шейки. Отжиг прокатанных образцов приводит к тому, что характеристики прочности и пластичности мало зависят от направления деформации растяжением по отношению к направлению прокатки.

Результаты измерения электросопротивления исследуемых материалов приведены в таблице. После отжига при 800 °С электросопротивление материала горячекатаных листов из гафния снижается, а после отжига при более высоких температурах повышается. Отношение электросопротивлений  $\rho_{300}/\rho_{77}$  изменяется таким образом, что при отжиге при 800 и 900 °С оно увеличивается, а при 1000 °С — уменьшается.

### Электрическое сопротивление горячекатаного гафния

Состояние материала	$\rho_{300K}$ , мкОм·см	$\rho_{77K}$ , мкОм·см	$\rho_{300}/\rho_{77}$
Горячая прокатка	45,1	17,35	2,6
Отжиг 800 °С	44,0	16,6	2,65
Отжиг 900 °С	46,3	17,1	2,65
Отжиг 1000 °С	48,65	19,55	2,48

Исследования структуры поверхности образцов показали, что в прокатанном гафнии наблюдаются зерна вытянутые вдоль направления прокатки, которые содержат двойниковые образования. Пример такой структуры показан на рис.3, а.

Отжиг при 800 °С приводит к образованию структуры, которая представляет собой равномерное распределение полиэдрических зерен (см. рис.3, б), размер которых увеличивается с повышением температуры отжига. Средний размер зерен после отжига при 800 °С составляет 14,5 мкм с разбросом размеров от 6 до 30 мкм. После отжига при 900 °С средний размер — 17,5 мкм, а разброс — от 7,5 до 35 мкм. Отжиг при 1000 °С приводит к тому, что средний размер зерен увеличивается до 24,5 мкм, с разбросом — от 15 до 60 мкм.

Особенности тонкой структуры горячекатаного гафния позволили выявить электронно-микроскопические исследования. На рис.4 приведены фотографии такой структуры.

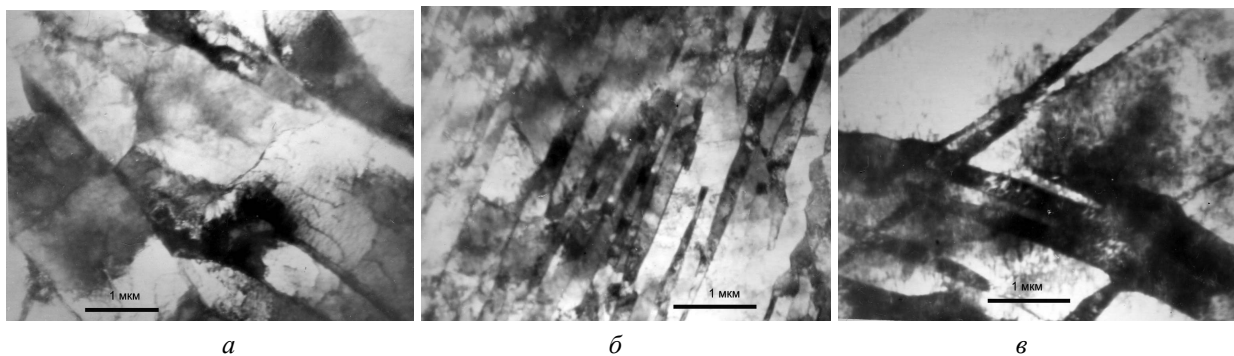


Рис. 4. Дислокационная структура графита после горячей прокатки

Она характеризуется наличием вытянутых блоков шириной около 1 мкм и длиной до 5 мкм с разориентировкой между блоками в поле зрения до  $15^\circ$ . Плотность дислокаций в таких блоках очень низкая и составляет около  $1 \cdot 10^8 \text{ см}^{-1}$  (рис.4, а). На других участках образца наблюдается структура, состоящая из тонких двойниковых прослоек толщиной от 0,1 до 0,5 мкм (см. рис.4, б). Плотность дислока-

ций в таких прослойках также довольно низкая. В зернах, ориентированных по отношению к деформирующим напряжениям так, что могут работать две системы двойникового при деформации, наблюдаются пересекающиеся двойники (см. рис.4, в).

Структура поверхности разрушения, образующаяся после деформации растяжением образцов графита показана на рис.5.

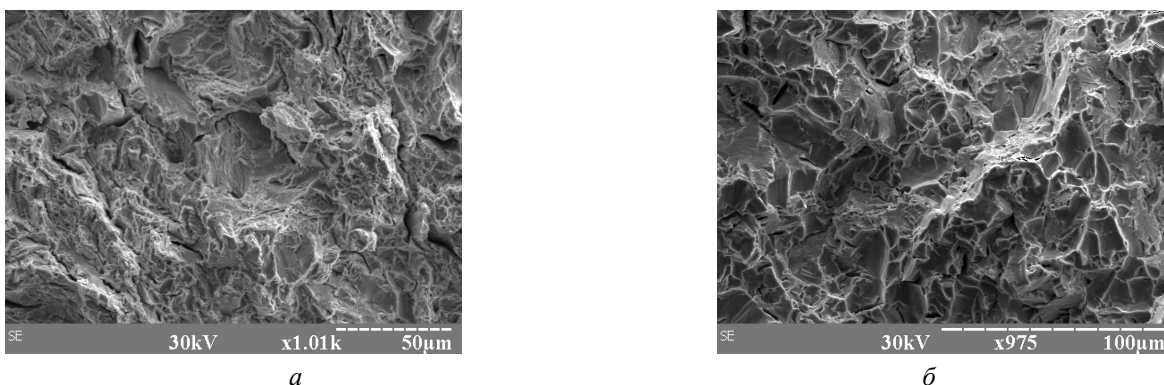


Рис.5. Структура поверхности разрушения образцов горячекатаного графита в деформированном материале (а) и после отжига при  $800^\circ\text{C}$  в течение 2 ч (б)

На рис.5,а показан рельеф поверхности разрушения образцов полученных из материала после горячей прокатки. На рис. 5, б показан рельеф, образующийся при разрушении образцов, отожженных при  $800^\circ\text{C}$  в течение двух часов.

Из этих рисунков следует, что в материале, полученном горячей прокаткой, разрушение идет за счет образования многочисленных ступенек скола. Если тот же материал термообработать, то преобладающим становится межкристаллитное разрушение по границам зерен, хотя наблюдаются и участки транскристаллитного разрушения.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

Ранее мы исследовали влияние прокатки при комнатной температуре и экструзии графита при высокой температуре на структуру и механические свойства [2]. При максимально возможной степени деформации при прокатке (30% до образования трещин) прочность графита сорта ГФЕ-1 при испытаниях на растяжение достигает 1000 МПа. Дислокационная структура в таком материале представляет собой равномерное распределение дислокаций с плотностью около  $10^{11} \text{ см}^{-1}$  при очень малой степени двойникового. В представленных исследованиях, где предварительная деформация графита осуществлялась про-

каткой при температуре  $800^\circ\text{C}$ , достигается такая же прочность, однако пластичность существенно больше (12 против 5% после предварительной холодной деформации). В случае горячей прокатки дислокационная структура значительно отличается от структуры, возникающей после деформации при комнатной температуре. После прокатки при температуре  $800^\circ\text{C}$  возникает блочная структура с размером блоков около 1 мкм и низкой плотностью дислокаций внутри блоков (около  $1 \cdot 10^8 \text{ см}^{-1}$ ), при этом также наблюдаются многочисленные двойники. Сравнение структур после холодной и горячей деформации показывает, что они очень сильно отличаются. При этом прочность графита с различными структурами практически одинакова. Из сравнительного анализа структур можно заключить, что прочностные свойства графита после холодной деформации определяются высокой плотностью дислокаций, а после горячей деформации - малым размером блоков и высокой степенью закрепления дислокаций атомами примесей в границах блоков.

Сравнение изменений механических свойств графита после холодной и горячей пластической деформации и отжига при  $800^\circ\text{C}$  показывает, что  $\sigma_0$  в первом случае снижается до 600 МПа, а во втором – до 800 МПа. Этот факт можно объяснить более легким перераспределением дислокаций при отжиге холоднодеформированного графита.

Следует отметить, что после такого отжига средний размер зерен в холоднодеформированном материале составляет около 30 мкм, а после горячей прокатки только около 14 мкм. Поэтому различие в прочностных характеристиках после отжига холодно- и горячедеформированного гафния может быть обусловлено разными размерами зерен.

Пластичность материала после холодной и горячей деформации и последующего отжига при 800 °С также существенно отличается. Холоднодеформированные прокаткой и экструзией образцы гафния после отжига имеют относительное удлинение 20...25%, а горячедеформированные - 17,5%.

Протекание рекристаллизационных процессов в холодно- и горячедеформированном гафнии также существенно отличается. В холоднодеформированном гафнии рекристаллизация начинается при температуре около 700 °С, а в случае горячей прокатки - около 800 °С. Т.е. при прокатке одновременно с пластической деформацией проходит процесс динамического возврата, однако процесс собирательной рекристаллизации не наблюдается из-за кратковременности нагрева. Для его реализации в горячедеформированном гафнии необходима более длительная выдержка при отжиге. В работе [3] указывается, что время выдержки при температуре отжига должно быть больше 0,5 ч.

При повышении температуры отжига до 1000 °С относительное удлинение снижается, но при этом возрастают микротвердость и электросопротивление. Такое поведение этих характеристик может свидетельствовать об увеличении количества примесей в поверхностных слоях гафния из-за поглощения остаточных газов при отжиге и их диффузии в объем материала, либо растворением примесных атомов, которые были ранее сконцентрированы в каких-либо включениях.

Сравнение дислокационной структуры, образующейся в гафнии после горячей прокатки и горячего волочения [4] при 750 °С показывает подобие ячеистых структур, хотя размер ячеек при волочении меньше, чем при прокатке из-за большей степени деформации при волочении. Отличительной особенностью наблюдаемых структур является то, что в случае горячей прокатки деформация сопровождается интенсивным двойникованием, а в случае волочения двойники не наблюдались.

## ВПЛИВ ВІДПАЛУ НА СТРУКТУРУ І ВЛАСТИВОСТІ ГАРЯЧЕКАТАНОГО ГАФНІЮ

*Р.В. Ажажа, М.П. Старолат, А.О. Васильєв, С.П. Стеценко, В.В. Мальований, С.В. Ховрич, В.В. Макаренко, С.П. Лисенко, К.В. Ковтун*

Досліджували зміну характеристик міцності і пластичності при випробуваннях на розтяг зразків гафнію ГФЕ-1 після відпалу в інтервалі температур 800...1000 °С. Зразки вирізували з листів, що одержано з кованих злитків прокаткою при температурі 800 °С. Також вивчено зміну микротвердості, електроопору, дислокаційної структури та поверхні руйнування при розриві зразків. Показано, що після прокатки міцність зразків досягає 1000 МПа, відносно подовження - 12%, в матеріалі утворюється блочна структура, а на поверхні руйнування після розриву зразків - сходи і сколення. Відпал в інтервалі температур 800-1000 °С протягом двох годин приводить до зниження характеристик міцності ( $\sigma_b \sim 700 \dots 800$  МПа) і підвищення пластичності ( $\epsilon \sim 15 \dots 17\%$ ).

## INFLUENCE OF ANNEALING ON A STRUCTURE AND PROPERTIES OF HIGH TEMPERATURE ROLLED HAFNIUM

*R.V. Azhazha, M.P. Starolat, A.A. Vasil'ev, S.P. Stechenko, V.V. Malevaniy, S.V. Hovrich, V.V. Makarenko, S.P. Lisenko, K.V. Kovtun*

The change of properties of durability and plasticity at the tension tests of specimens of hafnium of GFE-1 after annealing in the interval of temperatures 800...1000 °C is investigated. Specimens are cut out from the sheets, which are got from the forged bars by rolling at the temperature of 800 °C. The change of the microhardness, electrical resistance, distribution structure and surface of destruction at the break of specimens is also studied. It is shown that durability of specimens after rolling achieves 1000 MPa, relative lengthening - 12%, a sectional structure in material appears, and on the surface of destruction after the break of specimens are steps and cracks. Annealing in the interval of temperatures of 800...1000 °C during two hours results in decrease of durability properties ( $\sigma_b \sim 700 \dots 800$  MPa) and increase of plasticity ( $\epsilon \sim 15 \dots 17\%$ ).

## ВЫВОДЫ

Горячая прокатка гафния при температуре около 800 °С обеспечивает высокую прочность ( $\sigma_b$  выше 1000 МПа) и хорошую пластичность ( $\epsilon \sim 12\%$ ) материала.

Отжиг в интервале температур 800...1000 °С в течение двух часов приводит к снижению прочностных характеристик ( $\sigma_b \sim 700 \dots 800$  МПа) и повышению пластичности ( $\epsilon \sim 15 \dots 17\%$ ).

Рекристаллизационный отжиг горячекатанного гафния при 800...1000 °С в течение 2 ч приводит к тому, что блочная структура, возникающая при прокатке, превращается в зеренную, а размер зерен с повышением температуры отжига увеличивается от 14 до 25 мкм.

Вид поверхности разрушения при деформации растяжением после горячей прокатки указывает на то, что разрушение происходит путем образования сколов и ступенек. После рекристаллизационных отжигов наблюдается зернограничное и транскристаллитное разрушение.

## ЛИТЕРАТУРА

1. И.М. Неклюдов, В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, М.Л. Коцарь, А.П. Мухачев. Новая технология производства гафния ядерной чистоты // *Научные ведомости. Серия «Физика»* (14). Изд-во Белгородского государственного университета., 2001, №1, с. 127-132
2. А.А.Афанасьев, К.В.Ковтун, П.Н.Вьюгов, А.П.Мухачев. Изучение свойств кальциетермического гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 1999, №2, с. 19-20.
3. В.С. Красноуцкий, В.А. Зук, Н.М.Роеко. Влияние деформации и отжига на структуру и кинетику прутков из кальциетермического гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2005, №3, с.108-114.
4. Р.В. Ажажа, С.А. Беспалов, П.Ю. Волосевич, К.В. Ковтун, С.П. Ошкадеров. Влияние горячей пластической деформации в интервале дорекристаллизационных температур на структуру и твердость гафния ГФЭ-1 // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2007, №4, с.128-132.