

ИЗМЕНЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА Zr-1%Nb В РЕЗУЛЬТАТЕ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Э.Н. Метоледи, В.И. Соколенко, П.А. Хаймович

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,

Харьков, Украина

E-mail: vsokol@kipt.kharkov.ua

Методом ИК-спектроскопии и измерения микротвердости изучено изменение оптических и механических свойств сплава Zr-1%Nb после криогенной деформации прокаткой и барокриодеформированием (БКД) и последующего отжига при 600 °С. Особенности деформационного изменения оптических свойств связываются с более значительными изменениями электронной подсистемы и электрон-фононного взаимодействия в результате больших пластических деформаций БКД по сравнению с прокаткой. Наблюдаемое частичное сохранение эффекта изменения оптических и механических свойств в отожженных после БКД образцах при полном возврате этих характеристик к исходному значению в образцах после прокатки свидетельствует о более высокой термической устойчивости структуры, сформированной в результате БКД.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время накоплен значительный объем экспериментальных результатов по исследованию методом ИК-спектроскопии кристаллических материалов с различным типом межатомного взаимодействия (металлов, полупроводников, ВТСП, ионных кристаллов). Полученные данные в сочетании с результатами изучения механических, структурных, сверхпроводящих и электрофизических свойств свидетельствуют о том, что отражательная способность является высокочувствительной характеристикой для оценки концентрации и вида деформационных дефектов, уровня внутренних полей напряжений, возникающих в результате различных внешних температурно-силовых и скоростных условий воздействий [1-7].

В работе приведены результаты исследования методом ИК-спектроскопии спектров отражения сплава Zr-1%Nb в сочетании с изучением механических свойств после интенсивной пластической деформации (ИПД) БКД и прокаткой при низких температурах, и последующего отжига деформированных образцов.

Теоретические и экспериментальные результаты убедительно показали, что метод ИПД позволяет получить объемные беспористые ультрамикродисперсные металлы и сплавы с высоким уровнем физико-механических свойств [8]. Представляло интерес сравнить эффекты БКД и деформации прокаткой, учитывая то обстоятельство, что при БКД материал деформируется в условиях, близких к гидростатическому сжатию при высоких уровнях всестороннего давления [9].

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы сплава Zr-1%Nb подвергались обработке БКД при 77 К до деформации 19 и 70 % и деформировались прокаткой при температуре

~100 К до деформации 70 %. БКД осуществлялось по методике, описанной в работе [9]. Отжиг деформированных образцов осуществлялся при температуре 600 °С в течение 1 ч. Измерения микротвердости H_{μ} осуществлялись на микроинтерферометре ПМТ-3 при нагрузке 100 г.

Измерения спектров отражения образцов Zr-1%Nb проводились на спектрофотометре ИКС-29 с использованием приставки ИПО-22 в диапазоне длин волн $\lambda=3 \dots 15$ мкм при комнатной температуре. При этом погрешность измерения величины коэффициента отражения не превышала 1 %. Особое внимание уделялось подготовке качества поверхности образцов для оптических исследований. Образцы тщательно механически полировались. Металлографический анализ осуществлялся с помощью микроскопа МИМ-8; контроль качества поверхности – с помощью микроинтерферометра МИИ-4.

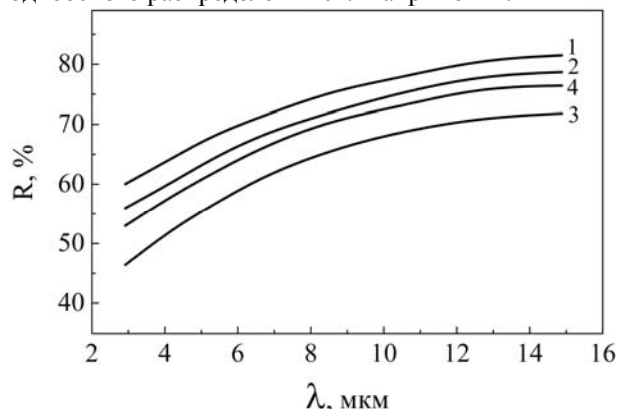
РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунке показаны спектры отражения $R(\lambda)$ образцов Zr-1%Nb в исходном состоянии (1), после БКД на 19 % (2), после БКД на 70 % (3) и после прокатки на 70 % (4).

Данные рисунка свидетельствуют о существенном уменьшении величины R во всем исследованном диапазоне длин волн λ после всех исследуемых режимов низкотемпературного деформирования. При этом с ростом степени деформации при БКД от 19 до 70 % величина $\Delta R=R_{исх}-R_{деф}$ увеличивается. Для образцов, деформированных прокаткой на 70 %, характерно более слабое изменение отражательной способности, чем при БКД на ту же степень.

Из полученных данных следует, что при одинаковой степени деформации более существенные изменения спектров отражения в ИК-области в образцах сплава Zr-1%Nb наблюдаются в случаях деформации с эпурой напряжений всестороннего давления, по сравнению с

деформацией с выраженным преобладанием одноосного распределения сил напряжения.



Спектры инфракрасного отражения образцов сплава Zr-1%Nb: 1 – в исходном состоянии; 2 – после БКД на 19 %; 3 – после БКД на 70 %; 4 – после прокатки на 70 %

В табл. 1 приведены значения изменения ΔR для фиксированной длины волны $\lambda=4$ мкм для образцов сплава Zr-1%Nb после БКД и прокатки и после отжига при $T=600$ °С деформированных образцов. Видно, что отжиг при температуре 600 °С деформированных образцов сплава Zr-1%Nb сопровождается полным возвратом спектров отражения во всех случаях деформирования, кроме БКД на 70 %, где полного восстановления спектров отражения не обнаружено.

Таблица 1

Изменения значений величины коэффициента отражения при $\lambda=4$ мкм образцов сплава Zr-1%Nb после исследуемых режимов интенсивной пластической деформации и последующего отжига

Состояние образцов	ΔR , %	Состояние образцов	ΔR , %
Исходное	-	Исходное	-
БКД на 70 % при 77 К	15	БКД на 70 % при 77 К+отжиг	3
БКД на 19 % при 77 К	5	БКД на 19 % при 77 К+отжиг	0
Прокатка на 70% при 100 К	8	Прокатка на 70 % при 100 К+отжиг	0

Во всех случаях для деформированных образцов сплава Zr-1%Nb характерно существенное увеличение значения микротвердости H_u . Отжиг деформированных образцов приводит практически к полному возврату H_u к исходному значению, кроме случая БКД на 70 % (табл. 2). Полученные данные свидетельствуют о корреляции изменений наблюдаемых оптических и механических свойств сплава Zr-1%Nb после различных воздействий.

При исследовании особенностей формирования текстуры циркония в условиях больших пластических деформаций было показано, что увеличение прочностных свойств и сопротивление ползучести после деформации прокаткой связано с определяющим влиянием на процессы пластической

деформации такого структурного элемента, как границы зерен, и зависит от степени их совершенства [10].

Таблица 2

Значения величины микротвердости, H_u сплава Zr-1%Nb в исходном состоянии, после различных режимов БКД, прокатки и последующего отжига деформированных образцов

Состояние образцов	H_u , МПа	Состояние образцов	H_u , МПа
Исходное	1431	Исходное	1431
БКД на 19% при 77 К	1760	БКД на 19 % при 77 К+отжиг при 600 °С 1 ч	1445
БКД на 70% при 77 К	2296	БКД на 70 % при 77 К+отжиг при 600 °С 1 ч	1643
Прокатка на 70% при 100 К	2100	Прокатка на 70 % при 100 К+отжиг при 600 °С 1 ч	1450

Известно, что следствием осуществления пластического деформирования в криогенных условиях при наличии сил всестороннего сжатия является существенное повышение протяженности границ раздела в силу повышения дисперсности структуры металла [11]. Для Ti было показано, что БКД обеспечивает в 2-3 раза более высокую дисперсность, чем при низкотемпературной прокатке [12]. Можно полагать, что при увеличении протяженности границ в деформированном металле увеличивается объемное содержание прилегающих к границам микрообластей, свойства которых отличаются от свойств внутризеренного материала.

Как известно, в ИК-области спектра (3...15 мкм) оптические свойства металлов и сплавов определяются концентрацией электронов проводимости, длиной свободного пробега электронов, эффективной частотой соударений электронов проводимости ν_{ee} , частотой соударений электронов с фононами ν_{ep} , частотой соударений электронов с атомами примеси и дефектами кристаллической решетки ν_{ed} [13-15].

Изменение дефектной структуры кристаллической решетки искажает электронный и фоновый спектры кристалла, при этом возникают новые энергетические уровни и локальные колебания, что приводит к уменьшению длины свободного пробега электронов, увеличению частот соударений ν_{ee} , ν_{ep} , ν_{ed} и обуславливает снижение отражательной способности [3, 16, 17].

В случае образования мелкоячеистой структуры в материале особым местом являются границы зерен, которые находятся в неравновесном состоянии и имеют дальнедействующие поля упругих напряжений [16, 18]. Кроме того, одной из особенностей зернограницной «фазы» является понижение концентрации электронов проводимости [18], что приводит к снижению уровня отражательной способности [13, 14].

Таким образом, большие изменения отражательной способности после деформации БКД на 70 % по сравнению с деформацией прокаткой на ту же степень могут быть в основном результатом возникновения более мелкоячеистой структуры с большей долей зернограничной «фазы», при которой наблюдаются большее снижение концентрации электронов проводимости и большие поля упругих напряжений, приводящие к уменьшению длины свободного пробега электронов из-за увеличения частот соударений v_{ee} , v_{ep} , v_{ed} .

Полученные результаты согласуются с данными работы [19], в которой особенностями границ зерен также в основном определяются изменения спектров отражения титана технической чистоты (ВТ1-0) после формирования в образцах нано- и субмикродисперсной структуры, полученной в результате интенсивной пластической деформации разнонаправленной ковкой при криогенных температурах. Большие изменения ΔR характерны для более измельченной структуры, т.е. для материала с большей долей межзеренных границ и большей плотностью двойников и двойниковых прослоек [19].

Анализ полученных результатов и имеющихся литературных данных позволяет связать изменения спектров отражения и значений $N_{\text{д}}$ с особенностями формирования структуры сплава Zr-1%Nb в различных условиях больших пластических деформаций и свидетельствует о более значительном изменении электронной подсистемы и электрон-фононного взаимодействия после БКД по сравнению с прокаткой при криогенных температурах. Тот факт, что в отожженных после БКД образцах частично сохраняются значения ΔR и $N_{\text{д}}$, а в образцах после прокатки отжиг приводит к практически полному восстановлению этих характеристик, свидетельствует о более высокой термической устойчивости структуры, сформированной в результате БКД.

Авторы выражают благодарность Рыбальченко Н.Д., Мацу А.В., Калиновскому В.В. за помощь в подготовке образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. И.А. Гиндин, Э.Н. Метоледи, Л.А. Чиркина, Б.А. Хинкис. Отражательная способность в ИК-области спектра ниобия с различной дефектной структурой // *УФЖ*. 1986, т.31, №7, с. 1077-1080.
2. И.А. Гиндин, Э.Н. Метоледи, Л.А. Чиркина, Б.А. Хинкис. Отражательная способность в ИК-области спектра Nb и Fe, деформированных двойникованием // *УФЖ*. 1989, т.34, №10, с. 1530-1533.
3. И.А. Гиндин, Л.А. Чиркина, Э.Н. Метоледи. *Оптические свойства и дефектная структура кристаллических тел*. Обзор. М.: ЦНИИАтоминформ, 1989, 28 с.
4. И.А. Гиндин, Л.А. Чиркина, Э.Н. Метоледи, Б.А. Хинкис. Определение температуры перехода от вязкого течения к хрупкому разрушению материалов оптическим методом // *Вопросы атомной науки и техники. Серия*

«Общая и ядерная физика». 1987, №2(8), с. 41-43.

5. Э.Н. Метоледи, Л.А. Чиркина, Я.Д. Стародубов. Механические и оптические свойства Cr, деформированного в области температур 77...700 К // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2005, №5, с. 188-193.
6. Э.Н. Метоледи, В.И. Соколенко, Л.А. Чиркина. ИК-спектроскопия кристаллических материалов после деформации в различных температурно-силовых условиях // *Материалы IX Международной конференции «Физические явления в твердых телах»*. Харьков, 2009, с. 122.
7. Э.Н. Метоледи, В.И. Соколенко, Л.А. Чиркина. Применение ИК-спектроскопии для оценки структурного состояния кристаллических материалов // *Вісник ХНУ ім. В.Н. Каразіна*. 2010, №915, с. 83-97.
8. Н.П. Лякишев. Наноструктурные материалы – новое направление развития конструкционных материалов // *Вестник РАН*. 2003, т.73, №5, с. 422-425.
9. П.А. Хаймович. Барокриодеформирование металлических материалов // *Материалы V Международной научной конференции «Прочность и разрушение материалов и конструкций»*, Оренбург, 12-14 марта 2008 г. с. 33-40.
10. И.Ф. Борисова, И.Н. Бутенко, Е.В. Карасева, Д.Г. Малыхин, А.В. Мац, В.И. Соколенко, В.А. Фролов. Особенности формирования структуры циркония в условиях больших пластических деформаций и ее влияние на характеристики ползучести в интервале температур 300...700 К // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2009, №2, с. 100-103.
11. Е.Д. Табачникова, А.В. Подольский, С.Н. Смирнов, М.М. Бидыло, В.З. Бенгус, В.Д. Нацик, М.А. Тихоновский, И.Ф. Борисова, Н.И. Даниленко, С.А. Фирстов, И.В. Александров, В.В. Латыш. Низкотемпературные механические характеристики Ti Grade2, полученные разными способами интенсивной пластической деформации // *Материалы 8 Международной конференции «Физические явления в твердых телах»*, Харьков, ХНУ, 11-14 декабря 2007 г., с. 88.
12. Е.Д. Табачникова, А.В. Подольский, С.Н. Смирнов, М.М. Бидыло, В.З. Бенгус, В.Д. Нацик, М.А. Тихоновский, П.А. Хаймович, И.Ф. Борисова, Н.И. Даниленко, С.А. Фирстов, И.В. Александров, Р.З. Валиев. Механические свойства наноструктурного Ti Grade2, полученные разными способами интенсивной пластической деформации // *Материалы 10 Международной конференции «Высокие давления - 2008»*, Судак, 16-20 сентября 2008 г., с. 102.
13. А.В. Соколов. *Оптические свойства металлов*. М.: «Физматгиз», 1961, 464 с.

14. Г.С. Ландсберг. *Оптика. Общая физика*. М.: «Наука», 1976, 670 с.
15. И.Е. Лексина. Оптические свойства и электронные характеристики ниобия и его сплава с титаном // *Труды ФИАН*. 1974, т.72, с. 150-207.
16. И.М. Лифшиц, Х.И. Пушкар. Локализация возбуждения в кристаллах с дислокациями // *Письма в ЖЭТФ*. 1970, т. 11, в. 9, с. 455-460.
17. Г.П. Матулевич. Оптические свойства непереходных металлов // *Труды ФИАН*. 1971, т. 55, с. 3-147.
18. Н.И. Носкова, Р.Р. Мулюков. *Субмикрористаллические и нанокристаллические металлы и сплавы*. Екатеринбург: УрОРАН, 2003, 270 с.
19. И.М. Неклюдов, В.И. Соколенко, Л.А. Чиркина, Г.П. Ковтун, И.Ф. Борисова, В.В. Калиновский, Д.Г. Малыхин, Э.Н. Метоліди, В.С. Оковит. Структура и физико-механические свойства технического титана после деформации ковкой при 77 и 300 К // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2007, т. 29, № 3, с. 359-380.

Статья поступила в редакцию 25.06.2011 г.

ЗМІНА ОПТИЧНИХ І МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СПЛАВУ Zr-1%Nb В РЕЗУЛЬТАТІ ВЕЛИКИХ ПЛАСТИЧНИХ ДЕФОРМАЦІЙ ПРИ НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Е.М. Метоліди, В.І. Соколенко, П.О. Хаймович

Методом ІЧ-спектрометрії і вимірювання мікротвердості вивчена зміна оптичних і механічних властивостей сплаву Zr-1%Nb після криогенної деформації прокаткою і барокриодеформуванням (БКД) і наступного відпалу при 600 °С. Особливості деформаційної зміни оптичних властивостей зв'язуються зі значнішими змінами електронної підсистеми і електрон-фононної взаємодії в результаті великих пластичних деформацій БКД у порівнянні з прокаткою. Спостережуване часткове збереження ефекту зміни оптичних і механічних властивостей у відпалених після БКД зразках при повному поверненні цих характеристик до початкового значення в зразках, деформованих прокаткою, свідчать про більш високу термічну стійкість структури, сформованої в результаті БКД.

CHANGE OF OPTICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF ALLOY OF Zr-1%Nb AS A RESULT OF LARGE FLOWAGES AT LOW TEMPERATURES

E.N. Metolidy, V.I. Sokolenko, P.A. Khaimovich

It was studied by the method of IR-spectrometry and measuring of microhardness the change of optical and mechanical properties of alloy of Zr-1%Nb after cryogenic deformation by rolling and barocryodeformation (BCD) and and subsequent annealing at a 600 °C. Feature of deformation change in optical properties is due to more considerable changes of electronic subsystem and electron-phonon coupling as a result of large deformation by BCD as compared to rolling. Looked after partial maintenance of effect for change of optical and mechanical properties in annealed after BCD samples at the complete return of these characteristics to the initial value in samples after rolling testify to higher thermal stability of structure, formed by BCD.