

## «ПАМЯТЬ» О ФАЗОВОМ ПЕРЕХОДЕ И ДИСЛОКАЦИОННАЯ СТРУКТУРА СВЧ-ЗАКАЛЁННОГО СПЛАВА Zr-2,5%Nb

Д.Г. Малыхин\*, Г.П. Ковтун\*, В.В. Корнеева\*\*,  
В.М. Грицина\*\*, Т.П. Черняева\*\*, В.И. Зеленская\*  
\*ИФТТМТ, \*\*НТК ЯТЦ

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

E-mail: malykhin@kipt.kharkov.ua, тел. +38(057)335-64-75

По данным рентгеновских исследований проведен анализ микроискажений и дислокационной структуры материала канальной трубы из сплава Zr-2,5%Nb, СВЧ-закалённого от 980 °С без промежуточного отжига и с промежуточными отжигами при 700 и 800 °С, а также СВЧ-закалённого от 1030 °С без промежуточного отжига. По характеру кристаллографической анизотропии микроискажений в материале определена их природа и связь с режимом СВЧ-закалки и её геометрическими особенностями. Доля микроискажений, задающая анизотропию их распределения, рассматривается как проявление «памяти» о фазовом переходе  $\beta \rightarrow \alpha$  при закалке материала. Обнаружены ромбические признаки кристаллической структуры закалённых материалов. Это связывается с сочетанием двух микроструктурных эффектов: установлением квазиизотропного распределения межзёренных искажений с единым уровнем 0,2 % и эффектом «памяти» о фазовом переходе. В дислокационной структуре материалов выявлено доминирование дислокаций типа «а», что связывается с процессами призматического скольжения на конечной стадии образования  $\alpha(\alpha')$ -фазы закалённого сплава.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из показателей склонности канальных труб из циркониевых сплавов к радиационному росту является их кристаллографическая текстура. Проведенные ранее исследования показали, что путём высокоскоростного нагрева до температуры  $\beta$ -области с последующей закалкой можно получить практически бестекстурное состояние материала труб [1].

Системное исследование микроструктуры СВЧ-закалённого сплава позволяет более детально изучить механизмы разрушения текстуры труб и оценить стабильность образованной микроструктуры. Это должно способствовать повышению опыта управления режимом термообработки материала в задаче дальнейшего улучшения радиационной стойкости канальных труб.

Целью данной работы является исследование механизмов и закономерностей формирования микроструктуры в процессе СВЧ-закалки материала канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb на основе рентгеновского анализа дислокационной структуры и природы микроискажений материала.

### МАТЕРИАЛ И ТЕРМООБРАБОТКА

Предметом анализа были рентгеновские съёмки образцов в следующих состояниях [2, 3]:

– Исходное состояние (образец № 1) – финишный отжиг материала при 540 °С в течение 5 ч. В этом состоянии труба имеет сильно выраженную текстуру А-типа: низкая плотность полюсов (0001) и выстраивание направлений  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  в продольном направлении трубы.

– СВЧ-нагрев со скоростью 150 °С/с до 980 °С (однофазная  $\beta$ -область; образец № 2) и до 1030 °С (образец № 3) с последующей закалкой (спустя 7 с) водяным душем со скоростью ~500 °С/с.

– Высокоскоростной нагрев до 700 °С (образец № 2а) и до 800 °С (образец № 2б); отжиг при этих температурах в течение 3 мин; нагрев со скоростью ~150 °С/с до 980 °С и выдержка при этой температуре в течение 7 с; закалка водяным душем со скоростью ~500 °С/с. Образцы для такой термообработки были приготовлены в форме полос, вырезанных в аксиальном направлении трубы.

Первичные рентгеновские данные были получены в результате съёмок с трёх сечений канальной трубы: продольное (поперечное направление – TD), поперечное (аксиальное направление – AD) и тангенциально-аксиальное (радиальное направление – RD).

### МЕТОДИКА АНАЛИЗА МИКРОИСКАЖЕНИЙ И ХАРАКТЕРИСТИК ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ

Анализ первичных данных проведен по параметрам аппроксимации функцией Фойгта спектральной составляющей  $K_{\alpha 1}$  рентгеновских линий. Для каждой линии экспериментально определены полуширина  $W$  функции Фойгта и полуширина её составляющих – функции Коши ( $w_C$ ) и функции Гаусса. Для последующего моделирования использована взаимосвязь этих величин [4]:

$$W = 0.535w_C + \sqrt{(0.465w_C)^2 + w_G^2 + b_0^2}. \quad (1)$$

Квадрат полуширины функции Гаусса – величина  $w_G^2 + b_0^2$  – включает в себя инструментальную полуширину  $b_0$  и дифракционную составляющую  $w_G$ . Параметры  $w_G$  и  $w_C$  подразделяются, в свою очередь, на составляющие, связанные с дифракцией на областях когерентного рассеяния (ОКР), – величины  $w_{G0}$  и  $w_C$ , и с дифракцией на микроискажениях – величины  $v_G$  и  $v_C$  [5,6]:

$$\begin{aligned} w_G^2 \cos^2 \theta &= w_{G0}^2 + v_G^2 \cos^2 \theta; \\ w_C \cos \theta &= w_{C0} + v_C \sin \theta, \end{aligned} \quad (2)$$

где  $\theta$  – угол дифракции. Значения  $v_G$  и  $v_C$  связаны, с одной стороны, с традиционными их аналогами – интегральной шириной  $\beta_G$  и  $\beta_C$  и, с другой стороны, в размерности  $2\theta$ -рад, с характеристическими параметрами искажений микроструктуры. Эта связь определяется следующими пропорциями [7]:

$$\begin{aligned} v_G &= 0.9395\beta_G; \quad \beta_G = 2\sqrt{2\pi}e^2; \\ v_C &= (2/\pi)\beta_C = (2/1,695)\varepsilon_0, \end{aligned} \quad (3)$$

где  $e = \langle e^2 \rangle^{1/2}$  – среднеквадратичные случайные искажения, представляемые как однородные в масштабах от ОКР до зёрен и подчиняющиеся нормальному гауссову закону распределения;  $\varepsilon_0 = b/\pi R$  – характеристический параметр регулярных искажений, создаваемых дислокациями с краевой компонентой  $b$  вектора Бюргерса в собственной их окрестности радиусом  $R$ .

Способ представления серии экспериментальных величин формулами (2) реализован графиками типа Вильямсона-Холла [5], и это принято как основа для дальнейшего моделирования ориентационной зависимости параметров  $v$  (2) от угла  $\alpha$  между ориентацией  $(hkl)$  дифракционного вектора и направлением  $[00.1]$  в кристаллитах. В результате этого выяснялся характер ориентационных зависимостей и определены кристаллографические компоненты статистически случайных искажений  $e_{a,c}$  и соответствующие компоненты  $\varepsilon_{0a}$  и  $\varepsilon_{0c}$  искажений ближней окрестности дислокаций (3) [3, 8].

По характеру анизотропии  $e(\alpha)$  выяснялась природа статистически случайных искажений в масштабах ОКР и зёрен. Простейшее формальное выражение двуслойной кристаллографической анизотропии микроискажений из общих соображений представлено в «эллипсоидной» форме:

$$e^2(\alpha) = \langle e^2(\alpha, r) \rangle = e_a^2 \sin^2 \alpha + e_c^2 \cos^2 \alpha. \quad (4)$$

Величины  $e(\alpha)$  как дислокационные искажения в масштабах ОКР –  $e^d(\alpha)$  – наследуют ориентационную зависимость ближней окрестности дислокаций – величин  $\varepsilon_0(\alpha)$ . Это может иметь место при некоррелированном пространственном распределении дислокаций и выражаться в пропорции между  $e^d(\alpha)$  и  $\varepsilon_0(\alpha)$  [8, 9], или конкретно

$$e^d(0) = e_c^d = \frac{b_c}{2\pi R} \langle \cos^2 \phi \rangle^{1/2} \approx \varepsilon_{0c} / \sqrt{8}; \quad (5)$$

$$e^d(\pi/2) = e_a^d \approx \varepsilon_{0a} / \sqrt{8}; \quad (6)$$

$$[e^d(\alpha)]^2 \approx (e_a^d)^2 \sin^4 \alpha + (e_c^d)^2 \langle \sin^4 \gamma \rangle, \quad (7)$$

где  $\phi$  – полярный угол;  $\gamma$  – углы между линиями «с»-компонентных дислокаций краевого типа и направлением вектора дифракции. В формуле (5) усредняются искажения на границе окрестности краевых дислокаций:  $e(0, \phi) = (b/2\pi R) \cdot \cos \phi$ . Если в отличие от этого квадратично усреднить «силы изображения» дислокаций – величину  $(br/2\pi R) \cdot \cos \phi$  [8, 9], где  $r$  – радиальная переменная, то получается иное выражение:  $e^d = \varepsilon_0/4$ . Реальной следует считать некую промежуточную пропорцию:  $e^d = 0,25 \dots 0,35 \varepsilon_0$ . Необходимо также отметить, что доля случайного распределения искажений  $e$  входит в функцию Коши, по которой определяются дислокационные параметры (2), (3) [8, 9]. В результате реальная пропорция

между величинами  $e^d$  и  $\varepsilon_0$  в формулах (5), (6) уменьшается:  $e^d \approx 0,20 \dots 0,32 \varepsilon_0$ . В случае существования «ближнего порядка» в расположении дислокаций коэффициент пропорциональности становится ещё меньше – вплоть до достижения нулевого значения.

Для угловой зависимости остаточных искажений термического характера ( $e^t$ ), как правило – это межзёрные искажения, предложена следующая формула:

$$e^t(\alpha) = \frac{3e_0^t}{2} |\cos^2 \alpha - \langle \cos^2 \alpha \rangle| = \frac{e_0^t}{2} |3 \cos^2 \alpha - 1|. \quad (8)$$

Согласно такой зависимости  $e^t(0) = e_0^t$  для кристаллографического направления  $[0001]$ ;  $e^t(90^\circ) = e_0^t/2$  для направлений в базисной плоскости и  $e^t(55^\circ) \approx 0$ . Иначе говоря, такая зависимость при  $\alpha \approx 55^\circ$  даёт минимум и сингулярность.

Межфазная природа искажений  $e$  может проявляться в циркониевых сплавах в наличии остаточных признаков фазового перехода  $\beta \rightarrow \alpha$ . Согласно правилу Бюргерса такое преобразование сводится, главным образом, к смещениям атомов вдоль направлений в базисных плоскостях формирующейся ГПУ-решётки (рис. 1) [10,11]. Характер анизотропии остаточных искажений в таком случае можно выразить следующей зависимостью:

$$e^p(\alpha) = e_0^p \sin^2 \alpha. \quad (9)$$

Деформационная природа анизотропии межзёрных искажений считалась для данной задачи несущественной и не моделировалась ввиду сложностей и неоднозначностей.

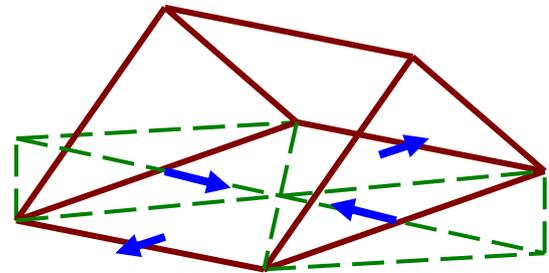


Рис. 1. Направления искажения ОЦК-решётки (сплошные линии) вдоль плоскости  $(110)$  с превращением последней в плоскость  $(00.2)$  ГПУ-решётки (штриховые линии) в процессе фазового перехода  $\beta \rightarrow \alpha$ -циркония [10, 11]

По ориентационной зависимости параметров  $\varepsilon_0(\alpha)$  (3) проведен анализ дислокационной структуры исследованного сплава. Основное направление краевых «а»-дислокаций базисного скольжения с вектором Бюргерса  $b_a = a$  (группа «а») определено в кристаллографическом направлении «с», а краевых составляющих второстепенных типов дислокаций – «с+а», «с» и пр. (группа «с») – в базисной плоскости. Для группы «с» расчёты сориентированы на «с+а»-тип дислокаций со среднеквадратичным вектором Бюргерса  $b_c = (c^2 + a^2/2)^{1/2}$ ;  $a$  и  $c$  – периоды

ГПУ-решётки. Ввиду этого величина  $\varepsilon_0(\alpha)$  представлена следующей зависимостью [7]:

$$\varepsilon_0(\alpha) = \varepsilon_{0a} \sin^2 \alpha + \varepsilon_{0c} (2 \cos^2 \alpha + k^2 \sin^2 \alpha) / 2\sqrt{k}, \quad (10)$$

где параметры  $\varepsilon_{0a}$  и  $\varepsilon_{0c}$  относятся к краевым составляющим первой и соответственно второй групп дислокаций. Второе слагаемое в формуле (10) является результатом усреднения по направлениям в базисной плоскости, фактически – по ортогональным её направлениям. При этом учтён параметр  $k$  анизотропии модулей упругости циркония в поле искажений «с»-компонентных краевых дислокаций:

$$k^2 = (C_{33} + C_{13}) / (C_{11} + C_{13}) \approx 1,1. \quad (11)$$

По значениям  $\varepsilon_{0a}$  и  $\varepsilon_{0c}$  определена плотность  $\rho^\varepsilon$  краевых составляющих дислокаций для каждой из двух групп [3,7]:

$$\rho_{a,c}^\varepsilon = \frac{1}{\pi R^2} = \pi k_{a,c} \frac{\varepsilon_{0a,c}^2}{b_{a,c}^2}, \quad (12)$$

где  $k_{a,c}$  – коэффициент, равный единице для краевых «а»-дислокаций базисного скольжения и двум для второстепенной группы «с».

Предмет анализа в данной работе ограничивается описанными моделями микроискажений и распределением дислокаций. В частности, рассматривается их взаимосвязь в закалённом сплаве Zr-2,5%Nb.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

По рентгеновским съёмкам в трёх проекциях СВЧ-закалённых образцов сплава проведено моделирование зависимостей первичных параметров линий от угла  $2\theta$  и угла кристаллографической ориентации  $\alpha$ . Примеры определения и моделирования величин  $W(\alpha)$  и  $w_c(\alpha)$  (1) приведены на рис. 2. Детали моделирования величин  $(v_G)_i$  и  $(v_C)_i$ , полученных при оптимальных значениях  $(w_{G0})_i$  и  $(w_{C0})_i$  (2), проиллюстрированы на рис. 3.

Установлено (согласно, в частности, рис. 3), что случайные искажения  $e$ , пропорциональные величинам  $v_G$  (3), во всех закалённых образцах сплава обладают невысокой кристаллографической и геометрической анизотропией типа (4) [3].

Для искажений  $\varepsilon$  ближней окрестности дислокаций, пропорциональных величинам  $v_C$  (3), выявлена двусонная (эллипсоидная) анизотропия повышенной степени (см. рис. 3), особенно в геометрической системе отсчёта. Этим отрицается явный характер дислокационного вклада  $e^d$  (5)–(7) в искажения межзёрненного масштаба, тем более, что их общий уровень примерно в три раза ниже уровня последних. Результаты анализа представлены в таблице парами параметров –  $e_a$  и  $e_c$  (3), (4), а также данными по плотности краевой составляющей «а» и «с»-компонентных дислокаций  $\rho_a^\varepsilon$  и  $\rho_{с}^\varepsilon$  (12).

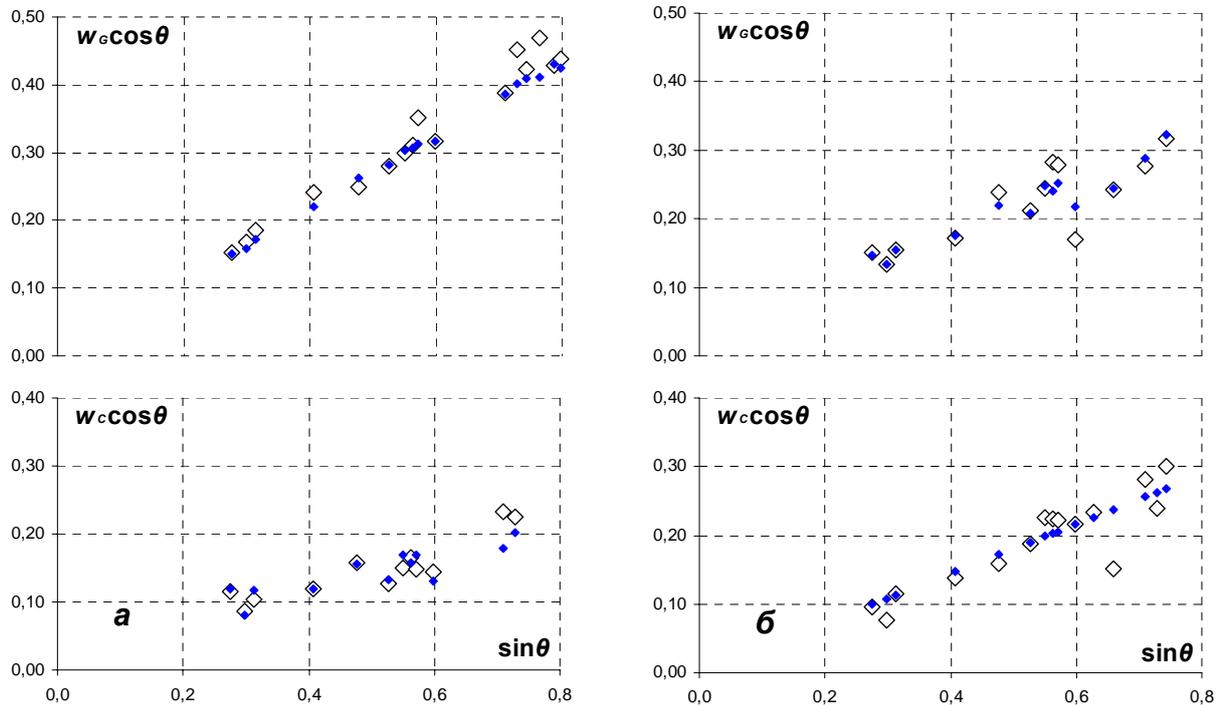


Рис. 2. Графики типа Вильямсона-Холла для полуширины дифракционных линий  $w_c$  (нижние графики) и  $w_G$  (верхние графики), определённой по результатам съёмок ( $\diamond$ ) и смоделированных ( $\blacklozenge$ ) в проекции RD образцов канальной трубы из сплава Zr-2,5%Nb, закалённых от 980 (а) и 1030 °С (б)

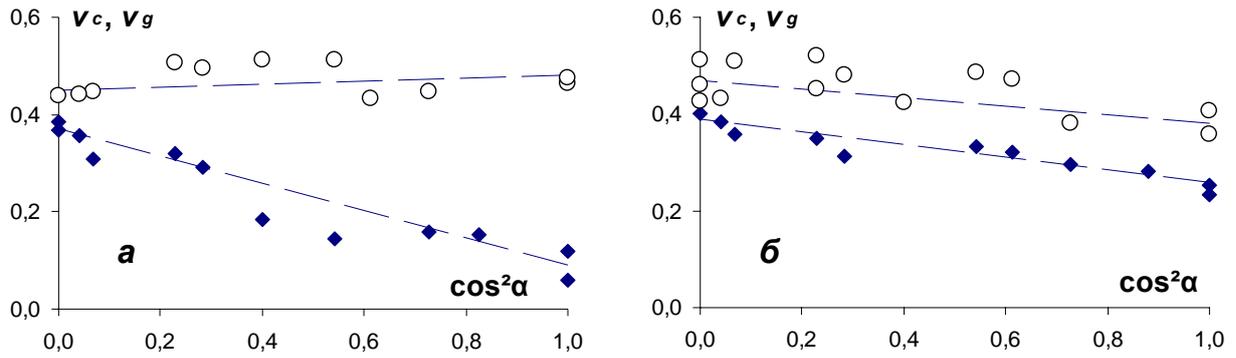


Рис. 3. Представление ориентационной корреляции экспериментальных величин  $(v_c)_i$  ( $\circ$ ) и  $(v_g)_i$  ( $\blacklozenge$ ) (согласно формулам типа (2), (4) и (10)) для съёмки в проекции TD образцов канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb, СВЧ-закалённых от 980 (а) и 1030 °C (б)

Среднеквадратичные значения  $e_c$  и  $e_a$  (%) статистически случайной составляющей искажений, отношения  $e_c/e_a$ , плотности дислокаций группы «с» ( $\rho_{\langle c \rangle}^e$ ) и дислокаций типа «а» базисного скольжения ( $\rho_a^e$ ,  $10^{14} \text{ м}^{-2}$ ), их отношения  $\gamma = \rho_{\langle c \rangle}^e / \rho_a^e$  – данные для трёх направлений трубы

Номер образца	Параметры	Направления трубы			Параметры	Направления трубы		
		AD	TD	RD		AD	TD	RD
1	–	–	–	–	$\rho_{\langle c \rangle}^e$	–	$\leq 0,02$	$\sim 0,0$
					$\rho_a^e$	$\leq 1,4$	$\leq 1,1$	$\leq 0,8$
2	$e_c$	0,19	0,15	0,16*	$\rho_{\langle c \rangle}^e$	0,05	0,1	0,2
	$e_a$	0,15	0,11	0,20*	$\rho_a^e$	5,5	6,0	1,5
	$e_c/e_a$	1,25	1,35	0,80*	$\gamma$	0,01	0,02	0,15
2а	$e_c$	0,17	0,17*	0,16*	$\rho_{\langle c \rangle}^e$	0,3	0,3	0,05
	$e_a$	0,17	0,20*	0,20*	$\rho_a^e$	3,5	3,5	4,5
	$e_c/e_a$	1,00	0,80*	0,80*	$\gamma$	0,1	0,1	0,01
2б	$e_c$	0,18	0,12*	0,16*	$\rho_{\langle c \rangle}^e$	0,3	0,6	0,2
	$e_a$	0,16	0,17*	0,15*	$\rho_a^e$	7,0	5,0	5,5
	$e_c/e_a$	1,15	0,70*	1,10*	$\gamma$	0,04	0,12	0,04
3	$e_c$	0,17	0,17	0,10*	$\rho_{\langle c \rangle}^e$	0,6	0,6	1,05
	$e_a$	0,16	0,17	0,15*	$\rho_a^e$	4,0	3,0	2,60
	$e_c/e_a$	1,05	1,00	0,65*	$\gamma$	0,15	0,20	0,40

\* Данные съёмки с поверхностей закаливания образцов

Плотности дислокаций «с+а» ( $\rho_{c+a}^e$ ), «с» ( $\rho_c^e$ ) и вероятного типа «а» базисного скольжения (« $\rho_{ab}^e$ ») в данном случае формально сочетаются в группе «с» в виде суммы:  $\rho_{\langle c \rangle}^e = \rho_{c+a}^e + 0,8\rho_c^e + 0,33\rho_{ab}^e$ . Коэффициенты при  $\rho_i^e$  определены по соотношениям векторов Бюргерса (12).

В характеристиках, представленных в таблице, существует корреляционная взаимосвязь. Если представить кристаллографическую анизотропию случайных однородных искажений  $e$  величиной  $\delta_e = \Delta e_{c,a}/e_a = e_c/e_a - 1$ , а анизотропию сочетания «с» и «а»-дислокаций – величиной  $\delta = (\rho_{\langle c \rangle}^e / \rho_a^e) / (\rho_{\langle c \rangle}^e / \rho_a^e) - 1$  (усреднение по трём направлениям трубы), то можно наблюдать корреляцию между этими величинами (рис. 4).

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ микроструктуры СВЧ-закалённых образцов канальной трубы из сплава Zr-2,5%Nb, проведенный на основе рентгеновских съёмок, свидетельствует о том, что микроискажения материала ограничиваются сочетанием искажений  $e$  ближней окрестности существующих дислокаций, по которым произведен расчёт их плотности, с искажениями  $e$  повышенного масштаба. Для искажений  $e$  выявлена кристаллографическая анизотропия эллипсоидного типа и при этом, согласно таблице, невысокого уровня.

Как отмечалось выше, эллипсоидный математический вид анизотропии межзёренных искажений  $e$

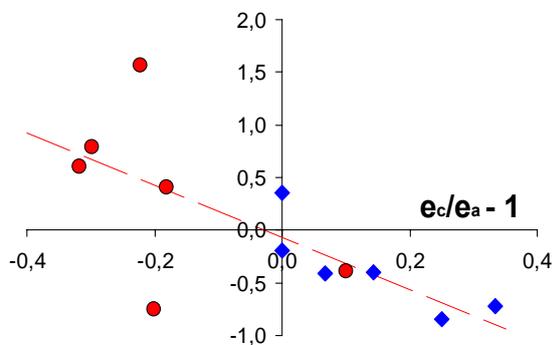


Рис. 4. Сопоставление значений  $\delta = (\rho_{c,c+a}^e / \rho_a^e) / (\rho_{c,c+a}^e / \rho_a^e) - 1$  и  $\Delta e/e_a = e_c/e_a - 1$  для съёмок с поверхностей закаливания ( $\bullet$ ) и с остальных граней ( $\blacklozenge$ ) СВЧ-закалённых образцов

отражает их статистическую случайность, выраженную формулой (4), и может включать внутризёрненное усреднение случайных искажений. При этом, однако, формула (4) может быть преобразована в следующий вид:

$$e^2(\alpha) = e_c^2 \cos^2 \alpha + e_a^2 \sin^2 \alpha = (e_c \cos^2 \alpha + e_a \sin^2 \alpha)^2 + [(e_c - e_a) \cos \alpha \sin \alpha]^2. \quad (13)$$

Иначе говоря, эту формулу при невысокой анизотропии можно представить как выражение для идеально однородных искажений зёрен с фиксированными среднеквадратичными значениями ортогональных составляющих  $e_{a,c}$ :

$$e(\alpha) \approx e_c \cos^2 \alpha + e_a \sin^2 \alpha. \quad (14)$$

Относительные отличия формулы (4) от этой формулы незначительны – на величину  $\delta_e^2(\sin^2 2\alpha)/8$ . И поскольку остаточные термические искажения формально соответствуют этому признаку, но согласно статистическому характеру анизотропии (8), очевидно, полностью отсутствуют, с такой умеренной особенностью согласуется действие в процессе закалки интенсивных механизмов микродеформации – совместное действие скольжения и двойникования [3, 12-14]. Одним из действующих при этом механизмов следует считать двойникование, поскольку оно может приводить к разрушению текстуры благодаря способности существенного изменения ориентаций микрообластей материала.

О других механизмах однородных микродеформаций можно судить из детального анализа микроструктурных данных (см. таблицу, рис. 4). В результате такого анализа установлено существование двух особенностей:

- на поверхностях закаливания образцов в целом явно выражено соотношение –  $e_c < e_a$ . Анизотропия такого рода непосредственно связывается с микроструктурными последствиями кристаллографических преобразований при переходе  $\beta \rightarrow \alpha$  (9);

- на остальных поверхностях съёмки имеется более выраженная корреляция параметров  $\delta$  с кристаллографической анизотропией межзёрненных искажений ( $\delta_e$ ).

Из этого следует, что в закалённых образцах проявляется «память» о фазовом переходе  $\beta \rightarrow \alpha$ . Эффект «памяти» выражается в остаточных микроискажениях вдоль базисной плоскости кристаллитов, как это и следует ожидать из правила Бюргера. Такие последствия объясняются существованием определённой инерции перехода  $\beta \rightarrow \alpha$  и ввиду этого связываются с реальной скоростью закалки на исследованных поверхностях образцов и, в определённой степени, со структурно-фазовой устойчивостью материала непосредственно перед закалкой в момент однофазного  $\beta$ -состояния. Это следует из преимущественного проявления отмеченной анизотропии ( $e_c < e_a$ , см. таблицу, рис. 4) на поверхностях закаливания от 980 °C (образцы № 2, 2а и 2б) и особенно от 1030 °C (образец № 3).

Пример рентгеновских дифрактограмм закалённых образцов приведен на рис. 5. Штрих-диаграммой отмечен систематический эффект ромбического расщепления линий  $\alpha(\alpha')$ -фазы, проявляющийся в преимущественном уменьшении «ромбического» периода  $b_1 = a\sqrt{3}$  на 0,2 % и в таком же увеличении периода  $a_1 = a$  ( $c_1 = c$ ,  $a$  и  $c$  – периоды ГПУ-решётки  $\alpha(\alpha')$ -циркония). Образование такой квазиструктуры связывается с совместным действием двух выявленных механизмов, сопровождающих закалку: установлением путём интенсивных микродеформаций единого уровня (изотропных) межзёрненных искажений и проявлением эффекта «памяти» о фазовом переходе.

Первый из эффектов фактически преобразует термические искажения в однородную микродеформацию вдоль направлений в базисной плоскости кристаллитов со значением 0,2 %, что практически соответствует условному пределу упругости. По второму эффекту для базисных ГПУ-плоскостей (0002), образованных трансформацией  $\beta \rightarrow \alpha(\alpha')$ , деформация до состояния идеального совершенства ограничивается встречной микродеформацией с тем же пределом 0,2 %, чем и определяются конкретные «ромбические» изменения периодов решётки, отмеченные выше. Согласно анализу данных таблицы условный предел упругости связан с предельной величиной среднеквадратичных микроискажений  $(e_o^2)^{1/2} \approx 0,18$  %.

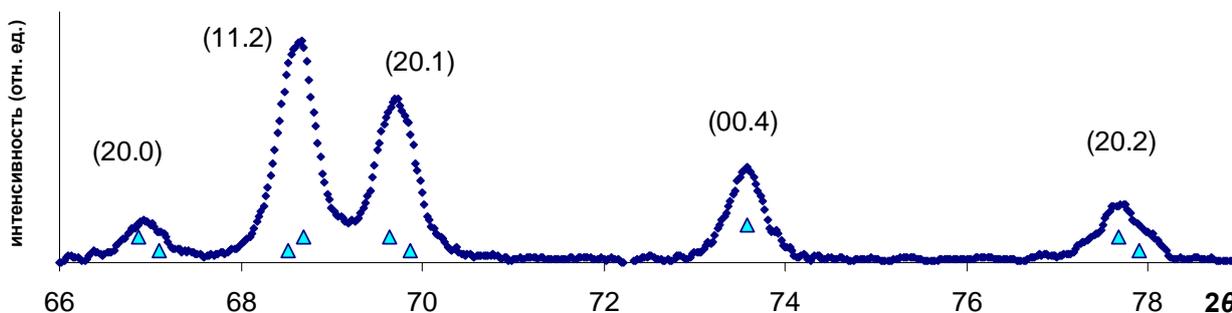


Рис. 5. Фрагмент  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -дифрактограммы съёмки в проекции  $TD$  образца канальной трубы из сплава  $\text{Zr-2,5\%Nb}$ , закалённой от 1030 °C, и штрих-диаграммы ромбического расщепления линий ( $\Delta$ )

В дислокационной структуре закалённых образцов (см. таблицу) доминируют дислокации типа «а». Наименьшее различие значений плотности дислока-

ций типа «с+а» («с») и «а» наблюдается после закалки от 1030 °C (образец № 3). Преимущественным местом расположения дислокаций согласно [12]

следует считать наиболее мелкодисперсные микроструктурные участки материалов. Значительное доминирование «а»-дислокаций в составе дислокационного ансамбля закалённых материалов является однозначным свидетельством осуществления деформаций преимущественно вдоль направлений в базисной плоскости образующихся кристаллитов, что частично отображено на рис. 4. В частности, на долю «а»-дислокаций можно всецело отнести участие в процессе деформирования с формированием мелкодисперсных участков микроструктуры материала [13, 14].

По ряду исследований [1,15-17] при преобразованиях  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ -циркония и его сплавов наблюдался так называемый эффект «текстурной памяти» – частичный либо полный возврат исходной текстуры, что усложняло решение проблемы получения бесструктурного материала. Эффект «памяти» о  $\beta \rightarrow \alpha$ -переходе, микроструктурный механизм которого выявлен в настоящем исследовании, является свидетельством и составной частью «текстурной памяти»; такой же эффект вероятен при преобразованиях  $\alpha \rightarrow \beta$ -циркония и его сплавов.

### ВЫВОДЫ

По результатам рентгеновских исследований выявлены эффекты, механизмы и закономерности формирования микроструктуры при различных режимах СВЧ-закалки канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb, в частности, сопровождающие установление квазиизотропного распределения межзёрренных искажений [3]. В результате исследований:

1. Установлено, что в СВЧ-закалённых материалах сохраняется «память» о фазовом переходе  $\beta \rightarrow \alpha$ , связанная с высокой скоростью закалки, что выражается в существовании незначительной доли остаточных однородных искажений вдоль базисной плоскости  $\alpha(\alpha')$ -кристаллитов после завершения фазового перехода. Такой эффект считается свидетельством и составной частью «текстурной памяти», проявляющейся при  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ -преобразовании циркония и его сплавов.

2. Обнаружена необычная кристаллографическая особенность закалённого  $\alpha(\alpha')$ -состояния материала, заключающаяся в «ромбическом» характере остаточных искажений кристаллитов: сжатии на 0,2 % вдоль направления  $[10\bar{1}0]$  и растяжении на 0,2 % вдоль  $-\ [11\bar{2}0]$ . Такая особенность связывается с сочетанием двух выявленных эффектов – с установлением квазиизотропного распределения межзёрренных искажений со среднеквадратичным значением  $\langle e_0^2 \rangle^{1/2} \approx 0,18\%$  и с аналогом эффекта «памяти», препятствующим полной релаксации искажений ГПУ-решётки при завершении фазового перехода.

3. Рассчитана плотность краевых составляющих «с»-компонентных и «а»-дислокаций в закалённых образцах. Отмечается значительное доминирование «а»-дислокаций, особенно при закалке от 980 °С. Избыток «а»-дислокаций связывается с мелкодисперсными микроструктурными участками материала: с микродеформацией образующихся  $\alpha(\alpha')$ -кристаллитов путём базисного скольжения.

### ЛИТЕРАТУРА

1. V. Grytsyna, A. Stukalov, T. Chernyayeva, et al. Destruction of crystallographic texture in zirconium alloy tubes // *Journal of ASTM International*. 2005, v.2, N 8, p.305–326.
2. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, В.М. Грицина, Т.П. Черняева, Е.А. Михайлов. Изучение влияния СВЧ-термообработки на текстуру и субструктуру сплава Zr+2,5%Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2009, №2, с.95–99.
3. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, В.М. Грицина, Т.П. Черняева и др. Рентгеновские исследования предварительных стадий термообработки на текстуру и микроструктуру закалённого сплава Zr-2.5%Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2009, №6, с.236–244.
4. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, Т.Ю. Гуральник. Разделение микроструктурных эффектов дифракции по полуширине рентгеновских линий // *Вісник Харківського університету. Сер. фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2008, № 2(38), с.77–80.
5. W.H. Hall. X-ray line broadening in metals // *Proc. Phys. Soc.* 1949, v. A62: Letters to the editor, p. 741–743.
6. В.И. Иверонова, Г.П. Ревкевич. *Теория рассеяния рентгеновских лучей*. М.: Изд. Московского университета, 1972, 247 с.
7. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева. Определение плотности дислокаций по рентгеновскому анализу микроискажений в поликристаллических материалах // *Вісник Харківського університету №887. Сер. фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2010, № 1(45), с.115–117.
8. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева. Применение модели рентгеновской дифракции на дислокациях при анализе микроискажений в поликристаллических материалах // *Вісник Харківського університету № 859. Сер. фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2009, № 2(42), с.83–88.
9. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева. Расчёт рентгеновской дифракции от поля искажений краевых дислокаций // *Вісник Харківського університету № 845. Сер. фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2009, №1(41), с.77–81.
10. Д. Дуглас. *Металловедение циркония*. М.: «Атомиздат», 1975, 360 с.
11. W.G. Burgers. On the process of transition of cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium // *Physica*. 1934, v.1, p.561–584.
12. А.И. Стукалов. Создание радиационно-стойких структур в циркониевых сплавах // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 1998, №3, 4, с. 64–65.
13. Т.П. Черняева, В.М. Грицина, Е.А. Михайлов и др. Особенности структуры закалённых сплавов Zr-Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и ра-*

- диационное материаловедение». 2011, №2, с.95–107.
14. C.D. Williams, R.W. Gilbert. On structural factors influencing the strength of martensitic  $\alpha'$  quenched Zr-2.5%Nb // *Proceedings of the International Conference on the Strength of Metals and Alloys. Tokyo, 1967. Sendai, 1968*, p. 625–629.
  15. P. Gaunt, J.W. Christian. The crystallography of the  $\alpha \rightarrow \beta$  transformation in zirconium and in two titanium-molybdenum alloys // *Acta Metallurgica*. 1959, v.7, p.534–543.
  16. J.W. Glen, S.F. Pugh. The effect of phase transformation on the orientation of zirconium crystals // *Acta Metallurgica*. 1954, v. 2, p.520–529.
  17. E. Tenckhoff, P.L. Rittenhouse. Annealing textures in Zircaloy tubing // *Journal of Nuclear Materials*. 1970, v.35, p.14–23.

Статья поступила в редакцию 04.05.2011 г.

## **«ПАМ'ЯТЬ» ПРО ФАЗОВИЙ ПЕРЕХІД ТА ДИСЛОКАЦІЙНА СТРУКТУРА НВЧ-ЗАГАРТОВАНОГО СПЛАВУ Zr-2,5%Nb**

*Д.Г. Малихін, Г.П. Ковтун, В.В. Корнєєва, В.М. Грицина, Т.П. Черняєва, В.І. Зеленська*

За результатами рентгенівських досліджень проведено аналіз мікростворень та дислокаційної структури матеріалу каналної труби із сплаву Zr-2,5%Nb, НВЧ-загартованого від 980 °С без проміжного відпалу та з проміжними відпалами при 700 та 800 °С, а також НВЧ-загартованого від 1030 °С без проміжного відпалу. За характером кристалографічної анізотропії мікростворень у матеріалі визначено їх природу та зв'язок з режимом НВЧ-гарту і його геометричними особливостями. Частка мікростворень матеріалу, що задає анізотропію їх розподілу, розглядається як наслідки фазового переходу  $\beta \rightarrow \alpha$  при гартуванні матеріалу, як прояв ефекту «пам'яті» про фазовий стан. Виявлені ромбічні ознаки кристалічної структури загартованих матеріалів. Це зв'язується з поєднанням двох мікроструктурних ефектів: установленням квазіізотропного розподілу міжзерених сптворень з єдиним рівнем 0,2 % та ефектом «пам'яті» про фазовий перехід. У дислокаційній структурі матеріалів виявлено домінування дислокацій типу «а», що зв'язується з процесами призматичного ковзання на кінцевій стадії утворення  $\alpha(\alpha')$ -фази загартованого сплаву.

## **“MEMORY” OF PHASE TRANSFORMATION AND DISLOCATION STRUCTURE OF SHF- QUENCHED Zr-2,5%Nb ALLOY**

*D.G. Malykhin, G.P. Kovtun, V.V. Kornyejeva, V.M. Grytsyna, T.P. Chernyaeva, V.I. Zelenskaya*

For channel tube material of Zr-2,5%Nb alloy SHF-quenched from 980 °C with mediate annealing at 700 and at 800 °C and without of it and also SHF-quenched from 1030 °C without of mediate annealing an analysis of strains and the dislocation structure is carried out on data of X-ray investigations. On a character of crystallographic anisotropy of strains a nature of its and connection with features of SHF-quenching and it geometry is founded. A quote of strains which sets the anisotropy of its distribution is considered as a consequence of  $\beta \rightarrow \alpha$  phase transformation during the quenching and so as an existence of an effect of “memory” about previous phase state. Rhombic sings of the crystalline structure of quenched materials are found out. It is connected as considered with two microstructural effects which are founded. They are an establishment of quasiisotropic distribution of intergranular distortions with uniform level of 0,2 % and the "memory effect" of phase transformation. In dislocation structure of materials domination of "a"-dislocations is found that is connected with processes of prismatic gliding at a final stage of  $\alpha(\alpha')$ -phase formation of the quenched alloy.