

## СТРУКТУРНЫЕ ФАКТОРЫ УПРОЧНЕНИЯ СВЧ ТЕРМООБРАБОТАННОГО СПЛАВА Zr-2,5 Nb

*А.И. Стукалов*

*Научно-технический комплекс «Ядерный топливный цикл», Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», г. Харьков, Украина, e-mail: stukalov@kipt.kharkov.ua; fax: (0572)-35-27-54, телефон (0572)-35-63-68*

Рассмотрены структурные факторы упрочнения СВЧ термообработанного сплава Zr-2,5%Nb. К ним относятся мелкозернистая структура (диаметр зерна ~1 мкм), наличие большого количества двойников превращения, высокая плотность выделений вторичной  $\beta$ -ниобиевой фазы (~ $10^{16}$  см<sup>-3</sup>). В таком структурном состоянии сплав имеет высокую прочность и достаточно высокую пластичность (при  $T_{исп.} = 25^\circ\text{C}$  -  $\sigma_b \approx 650$  МПа,  $\sigma_{0,2} \approx 550$  МПа,  $\delta \sim 20$  % как в продольном, так и в поперечном направлении), обладает высоким сопротивлением ползучести, на порядок превышающим эту величину для труб штатной обработки, а также высокой трещиностойкостью. Эффективность упрочняющего действия СВЧ-термообработки не снижается с повышением температуры до 500°C.

### ВВЕДЕНИЕ

Разработанный в ННЦ ХФТИ метод скоростной высокочастотной  $\beta$ -термообработки изделий из циркониевых сплавов, в частности, канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb кардинальным образом изменяет структуру и физико-механические свойства сплава [1-4]. Основными операциями этой обработки, формирующими новую структуру сплава, являются скоростной высокочастотный нагрев изделия до температуры  $\beta$ -фазы с последующей закалкой и отжиг закаленного сплава в высокотемпературной области  $\alpha$ -фазы (СВЧ-термообработка). Исследованиям микроструктуры закаленных цирконий-ниобиевых сплавов, а также кинетики и морфологии выделений вторичных фаз при старении после закалки посвящен ряд работ [5-9]. В этих работах подробно рассмотрены вопросы кинетики выделений вторичных фаз при отжиге закаленного сплава Zr-2,5%Nb [5,6], определен ряд структурных факторов, влияющих на прочность  $\alpha$ -фазы закаленного сплава Zr-2,5%Nb [7], исследованы структурный механизм мартенситного превращения в сплавах Zr-Nb [8] и процессы распада пересыщенного твердого раствора закаленных Zr-Nb сплавов при отжиге [9]. Изученные процессы во многом определяют прочностные и пластические характеристики закаленных и отожженных сплавов системы Zr-Nb. Однако при этом не рассматривался и не учитывался ряд факторов, таких как скорость нагрева до температур  $\beta$ -фазы, время выдержки, а также параметры отжига закаленных сплавов на структуру, текстуру, плотность выделений вторичных фаз, в конечном счете, на прочностные и пластические характеристики сплавов.

В нашей работе [10] подробно рассмотрены вопросы влияния перечисленных факторов на структурные характеристики СВЧ обработанного сплава Zr-2,5%Nb. В настоящей работе рассмотрено влияние структурного состояния СВЧ обработанного сплава Zr-2,5%Nb на его прочностные и пластические характеристики, а также возможность управле-

ния физико-механическими свойствами сплава посредством изменения его структурного состояния.

### 1. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала использовались канальные трубы из сплава Zr-2,5%Nb промышленного производства размерами 88×4×8500 мм, 108×10×1000 мм и 72×5×4000 мм в отожженном состоянии после холодной деформации (штатная обработка).

Скоростная высокочастотная термообработка (СВЧ) проводилась на установке «Вертикаль» и заключалась в поступательном перемещении трубы сверху вниз с равномерной скоростью через индуктор высокочастотного генератора и расположенный под ним охладитель с кольцевой щелью, из которой под давлением подается охлаждающая среда. Расстояние между индуктором и охладителем выбирается таким образом, чтобы за время перемещения от индуктора до охладителя обеспечить выравнивание температуры по сечению трубы (~2 с) и выдержку в бета-фазе (~7 с). Температура нагретых участков, выходящих из индуктора, при прохождении расстояния от индуктора до охладителя уменьшается на 40°C.

Температурные измерения проводились с помощью микротермопар, приваренных к трубе с наружной и внутренней сторон и выведенных на регистрирующие приборы. Скорость нагрева во всех случаях превышала 100°C/с. При охлаждении водой скорость охлаждения наружной поверхности составляла 1200°C/с, внутренней – 450°C/с. Трубы нагревали до 950...960°C. С учетом подстуживания закалка осуществлялась от температуры 910...920°C.

Старение закаленных труб проводилось в вакуумных трубчатых печах (разрежение  $133,32 \cdot 10^{-5}$  Па) при различных температурах в диапазоне 540...580°C длительностью до 100 ч.

Кратковременные прочностные и пластические характеристики определялись на установке НИКИМПа 1246 P/2300 в вакууме  $133,32 \cdot 10^{-5}$  Па при

скорости деформирования  $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  в интервале температур 25...500°C на образцах «лопаточного» типа, размерами:  $L=166 \text{ мм}$ , длина рабочей части 36 мм, ширина 10 мм, толщина 4 мм (в соответствии с требованиями ГОСТа 19040-81).

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ

### 2.1. Кратковременные механические свойства

На рис.1-3 приведены температурные зависимости в интервале 25...500°C предела прочности ( $\sigma_B$ ) предела текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) и относительного удлинения ( $\delta_0$ ) для исходных и СВЧ обработанных канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb в продольном и поперечном направлениях.

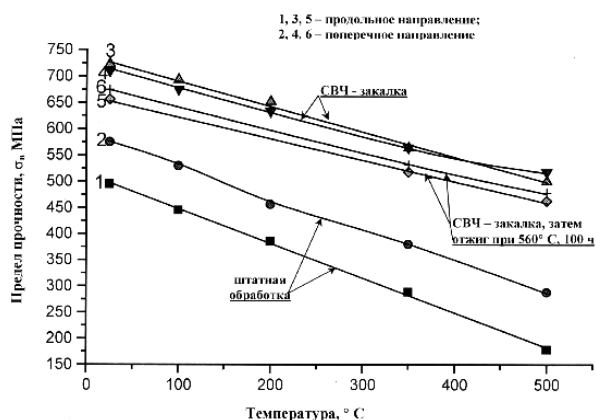


Рис.1. Температурная зависимость предела прочности в продольном и поперечном направлениях канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb в трех состояниях: исходном, СВЧ закаленном и СВЧ термообработанном

Согласно представленным данным:

1. В исходном состоянии канальные трубы характеризуются высокой степенью анизотропии прочности и пластичности (кривые 1 и 2 на рис.1-3). Во всем исследованном интервале температур в поперечном направлении предел прочности на  $110 \rightarrow 70 \text{ МПа}$  (при  $25 \rightarrow 500^\circ\text{C}$ )\*<sup>2</sup>, а предел текучести на  $130 \rightarrow 60 \text{ МПа}$  (при  $25 \rightarrow 500^\circ\text{C}$ ) больше, чем в продольном направлении канальных труб. С повышением температуры пластичность труб в продольном направлении увеличивается ( $\delta_0 = 27\%$  при  $25^\circ\text{C}$  и  $\delta_0 = 38\%$  при  $500^\circ\text{C}$ ). При всех температурах испытаний в интервале 25...500°C относительное удлинение в поперечном направлении канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb составляет 22...23%. Различие относительного удлинения канальных труб в осевом и тангенциальном направлениях  $\Delta_{\delta_{0||-\delta_{0\perp}}} = \delta_{0||} - \delta_{0\perp}$  составляет около 5% при комнатной температуре и увеличивается до 16% при  $500^\circ\text{C}$ . Уровень текстурного различия пластичности канальных труб, оцененный как  $\delta_{0||} / \delta_{0\perp}$ , составляет 1,2 при комнатной температуре и 1,7 при  $500^\circ\text{C}$ .

<sup>2</sup> Здесь и везде по тексту вначале идут значения рассматриваемой характеристики при температурах на границах интервала, представленного в скобках; приведенную запись следует читать – монотонно уменьшается от 110 МПа при  $25^\circ\text{C}$  до 70 МПа при  $500^\circ\text{C}$

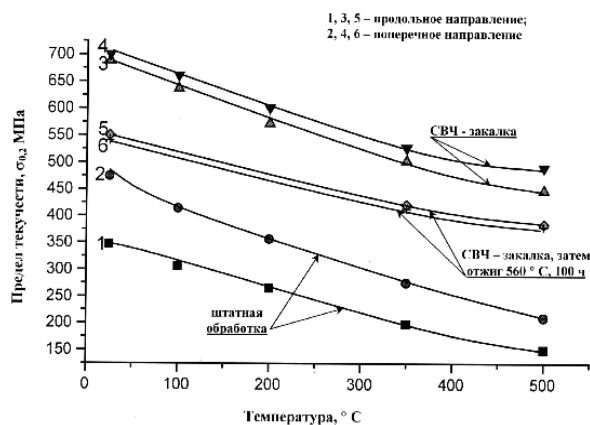


Рис.2. Температурная зависимость предела текучести в продольном и поперечном направлениях канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb в трех состояниях: исходном, СВЧ закаленном и СВЧ термообработанном

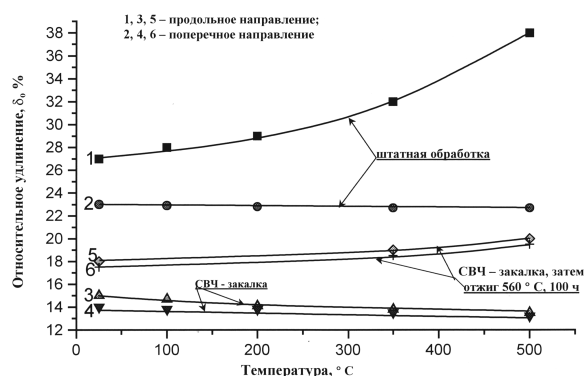


Рис.3. Температурная зависимость пластичности в продольном и поперечном направлениях канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb в трех состояниях: исходном, СВЧ закаленном и СВЧ термообработанном

2. СВЧ-закалка приводит к упрочнению и снижению пластичности материала канальных труб, при этом практически исчезает анизотропия механических свойств (кривые 3 и 4 на рис.1-3). В СВЧ закаленных трубах предел прочности в продольном направлении на  $230 \rightarrow 320 \text{ МПа}$  (при  $25 \rightarrow 500^\circ\text{C}$ ) и в поперечном направлении на  $130 \rightarrow 230 \text{ МПа}$  (при  $25 \rightarrow 500^\circ\text{C}$ ) выше, чем в исходном состоянии.

Упрочнение СВЧ-закалки, оцененное по увеличению предела текучести, в продольном направлении равно  $340 \rightarrow 300 \text{ МПа}$  (при  $25 \rightarrow 500^\circ\text{C}$ ), в поперечном направлении -  $225 \rightarrow 280 \text{ МПа}$  (при  $25 \rightarrow 500^\circ\text{C}$ ). Таким образом, упрочнение материала труб в продольном направлении при комнатной температуре составляет 340 МПа и сохраняется почти на том же уровне вплоть до  $500^\circ\text{C}$ .

При температурах (Т) в интервале 25...500°C значения предела текучести вдоль оси канальных труб в исходном  $\sigma_{0,2}(\parallel)_{\text{initial}}(T)$  и в СВЧ закаленном состоянии связаны между собой соотношением:

$$\sigma_{0,2}(\parallel)_{\beta-q}(T) = \sigma_{0,2}(\parallel)_{\text{initial}}(T) + (320 \pm 20) \text{ МПа} \quad (1)$$

Сдвиг температурной зависимости предела текучести в продольном направлении труб вверх на 320

МПа достаточно точно воспроизводит температурную зависимость предела текучести СВЧ закаленных труб в продольном направлении. Более того, со сдвигом вниз на 15...20 МПа воспроизводится температурная зависимость предела текучести в поперечном направлении труб

$$\sigma_{0,2}(\perp)_{\beta-q}(T) \approx \sigma_{0,2}(\parallel)_{\beta-q}(T) - (15...20) \text{ МПа} \quad (2)$$

Уравнение (1) применимо для ориентировочной оценки предела текучести СВЧ закаленных канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb как в продольном, так в поперечном направлении.

Для всех температур испытания величины относительного удлинения СВЧ закаленных канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb лежат в пределе 13,5...15% (продольное направление) и 13,2...14% (поперечное направление), их все можно объединить в единую группу с интервалом разброса 13...15%. Эффект охрупчивания при СВЧ-закалке, оцененный как  $\delta_{0,in}/\delta_{0,\beta q}$ , (где  $\delta_{0,in}$ ,  $\delta_{0,\beta q}$  – относительное удлинение в рассматриваемом направлении до и после СВЧ-закалки соответственно), в продольном направлении труб составляет 1,8 при комнатной температуре и 2,8 при температуре 500°C. В поперечном направлении материала труб снижение пластичности при СВЧ-закалке несколько меньше – 1,65...1,7 для всех температур в интервале 25...500°C.

3. *Отжиг СВЧ закаленных труб при температуре 560°C в течение 100 ч* (кривые 5 и 6 на рис.2,3) приводит к некоторому восстановлению механических свойств, очень далекому от их изменения при СВЧ-закалке. Предел прочности в продольном направлении труб ( $\sigma_{b,\parallel}$ ) с отжигом уменьшается на 70→35 МПа (при температурах испытания 25→500°C). Это составляет 30→10% от увеличения  $\sigma_{b,\parallel}$  с СВЧ-закалкой. Предел прочности в поперечном направлении ( $\sigma_{b,\perp}$ ) труб с отжигом уменьшается на 35→20 МПа (при 25→500°C). Это составляет 25→20% (при 25→500°C) от увеличения  $\sigma_{b,\perp}$  с СВЧ-закалкой.

В результате СВЧ-закалка с последующим отжигом при температуре 560°C в течение 100 ч приводит к следующим изменениям предела прочности материала труб по отношению к исходным значениям  $\sigma_b$ :  $\sigma_{b,\parallel}$  увеличивается на 160→285 МПа,  $\sigma_{b,\perp}$  увеличивается на 100→190 МПа (при температурах испытания 25→500°C).

Предел текучести в продольном направлении труб ( $\sigma_{0,2,\parallel}$ ) с отжигом уменьшается на 140→60 МПа (при 25→500°C). Это составляет 40→20% (при 25→500°C) от увеличения  $\sigma_{0,2,\parallel}$  с СВЧ-закалкой. Предел текучести в поперечном направлении ( $\sigma_{0,2,\perp}$ ) труб с отжигом уменьшается на 160→110 МПа (при 25→500°C). Это составляет 70→40% (при 25→500°C) от увеличения  $\sigma_{0,2,\perp}$  с СВЧ-закалкой.

В результате СВЧ-закалка с последующим отжигом при температуре 560°C в течение 100 ч приводит к следующим изменениям предела текучести материала труб: по отношению к исходным значениям  $\sigma_{0,2,\parallel}$  увеличивается на 200→240 МПа,  $\sigma_{0,2,\perp}$  - на

65→170 МПа (при температурах испытания 25→500°C).

При температурах (T) в интервале 25...500°C значения предела текучести в продольном направлении канальных труб в исходном,  $\sigma_{0,2,\parallel,initial}(T)$ , и в СВЧ закаленном, а затем отожженном при температуре 560°C в течение 100 ч состоянии,  $\sigma_{0,2,\parallel,\beta q+ann}(T)$ , связаны между собой соотношением:

$$\sigma_{0,2,\parallel,\beta q+ann}(T) = \sigma_{0,2,\parallel,initial}(T) + (220 \pm 20) \text{ МПа} \quad (3)$$

Сдвиг температурной зависимости предела текучести в продольном направлении труб в исходном состоянии вверх на 220 МПа достаточно точно воспроизводит температурную зависимость предела текучести СВЧ термообработанных (СВЧ закаленных, а затем отожженных при температуре 560°C в течение 100 ч) труб в продольном направлении. Более того, при этом столь же хорошо воспроизводится и температурная зависимость предела текучести в поперечном направлении СВЧ термообработанных труб.

$$\sigma_{0,2,\perp,\beta q+ann}(T) \approx \sigma_{0,2,\parallel,\beta q+ann}(T) \pm 5 \text{ МПа} \quad (4)$$

С отжигом СВЧ закаленных труб при температуре 560°C в течение 100 ч несколько увеличивается их пластичность. Увеличение относительного удлинения с отжигом составляет 3→7% (при 25→500°C). При температурах в интервале 25...500°C значения относительного удлинения СВЧ термообработанных образцов лежат в интервале (20±2)%.

Предел текучести (прочности) материала можно представить в виде суммы основных его составляющих:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_{0,2,int.} + \sigma_{0,2,sub.} + \sigma_{0,2,tex.} + \sigma_{0,2,disl.} + \sigma_{0,2,twin.} + \sigma_{0,2,precip.} + \sigma_{0,2,g.b} + \sigma_{0,2,stress}, \quad (5)$$

где

- $\sigma_{0,2,int.}$  - упрочнение твердого раствора  $\alpha$ -фазы примесями внедрения (кислород в количестве 800 ppm при всех использованных в работе видах термообработки);
- $\sigma_{0,2,sub.}$  - упрочнение твердого раствора примесями замещения (ниобий в количестве: 0,6...0,7% в исходном состоянии, 2,5% - в СВЧ закаленном состоянии и от 2,5 до 0,6% в зависимости от степени восстановления в СВЧ термообработанном состоянии);
- $\sigma_{0,2,tex.}$  - упрочнение в рассматриваемом направлении за счет текстуры; в продольном (поперечном) направлении канальных труб в исходном состоянии  $\sigma_{0,2,tex} \approx -45$  МПа (+45 МПа); в СВЧ закаленном и СВЧ термообработанном состоянии  $\sigma_{0,2,tex.} = 0$ ;
- $\sigma_{0,2,stress}$  - упрочнение, обусловленное остаточными напряжениями (зависит от состояния материала, и, по-видимому, имеет наибольшее значение в состоянии СВЧ-закалки);
- $\sigma_{0,2,precip.}$  - дисперсионное упрочнение (нулевое в состоянии СВЧ-закалки, имеет наибольшее значение в СВЧ термообработанном состоянии);
- $\sigma_{0,2,g.b}$  - упрочнение, обусловленное границами зерен (высокое и равное по величине в СВЧ закаленном и СВЧ термообработанном состоянии,

и значительно менее эффективное в исходном состоянии);

- $\sigma_{0.2, \text{disl.}}$  - упрочнение, обусловленное присутствием дислокаций;
- $\sigma_{0.2, \text{twin}}$  - упрочнение, обусловленное присутствием двойников (нулевое в исходном состоянии; обладает высокой эффективностью действия в СВЧ закаленном состоянии).

Схематически характер изменения каждого из перечисленных факторов упрочнения сплава Zr-2,5%Nb при СВЧ-закалке и последующем отжиге при 560°C представлен на рис.4.

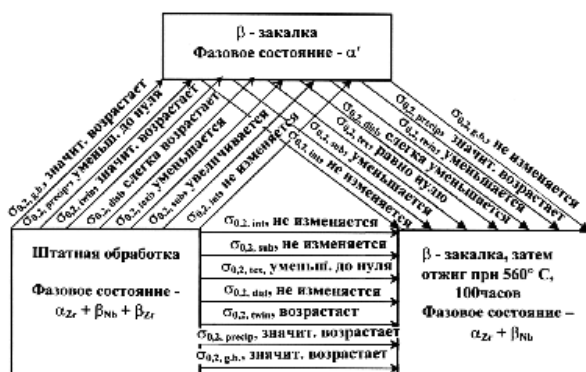


Рис.4. Схематическое представление вклада различных факторов в упрочнение сплава Zr-2,5%Nb при β-закалке и последующем отжиге

Изменения  $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0.2}$  и  $\delta_0$  СВЧ закаленного сплава Zr-2,5%Nb со временем отжига до 100 ч при температурах 540, 560 и 580°C представлено на рис.5. В первые часы отжига при температуре 540°C (до 10...15 ч) происходит незначительное увеличение прочности и снижение пластичности СВЧ закаленного сплава, далее следует медленное разупрочнение и некоторое пластифицирование.

Изменения  $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0.2}$  и  $\delta_0$ , наблюдаемые с отжигом при 540°C, - результат конкуренции упрочнения и снижения пластичности обусловленных образующимися в процессе отжига выделениями, и разупрочнения и пластифицирования, обусловленных обеднением твердого раствора матрицы по ниобию и, по всей вероятности, снятием остаточных напряжений. В первые часы отжига при 540°C (до ~10 ч) упрочняющее действие образующихся частиц слегка превышает разупрочнение твердого раствора при его обеднении и снятии остаточных напряжений. При более длительном отжиге превалирует действие разупрочняющих факторов, таких как некоторое укрупнение выделений, уменьшение их плотности и снятие напряжений.

При температуре отжига 560°C интенсивно идет процесс снятия остаточных напряжений и несколько быстрее чем при 540°C подрастают выделения, при этом происходит монотонное разупрочнение и некоторое пластифицирование СВЧ закаленного сплава Zr-2,5%Nb со временем отжига. В итоге более высокая прочность СВЧ термообработанного (по режиму СВЧ-закалка и последующий отжиг при 560°C) сплава Zr-2,5%Nb по отношению к исходно-

му обусловлена оптимизацией дисперсности основных фазовых составляющих ( $\alpha_Z$  и  $\beta_{Nb}$ ), при которой значительно повышается эффективность упрочняющего действия границ зерен и выделений  $\beta_{Nb}$ -фазы с присутствием двойников.

При температуре отжига 580°C разупрочнение СВЧ закаленного сплава, наряду с факторами, представленными выше усилено отжигом двойников. Более высокая прочность СВЧ термообработанного (по режиму СВЧ-закалка и последующий отжиг при 580°C в течение 50...100 ч) сплава Zr-2,5%Nb по отношению к исходному обусловлена оптимизацией дисперсности основных фазовых составляющих ( $\alpha_Z$  и  $\beta_{Nb}$ ), при которой значительно повышается эффективность упрочняющего действия границ зерен и выделений  $\beta_{Nb}$ .

Как в продольном, так и поперечном направлении трубы из сплава Zr-2,5%Nb, обработанные по режиму СВЧ-закалка + отжиг 560°C в течение 100 ч, при комнатной температуре имеют:  $\sigma_B \approx (650 \pm 20)$  МПа,  $\sigma_{0.2} \approx (550 \pm 20)$  МПа,  $\delta_0 \approx (20 \pm 2)\%$ .

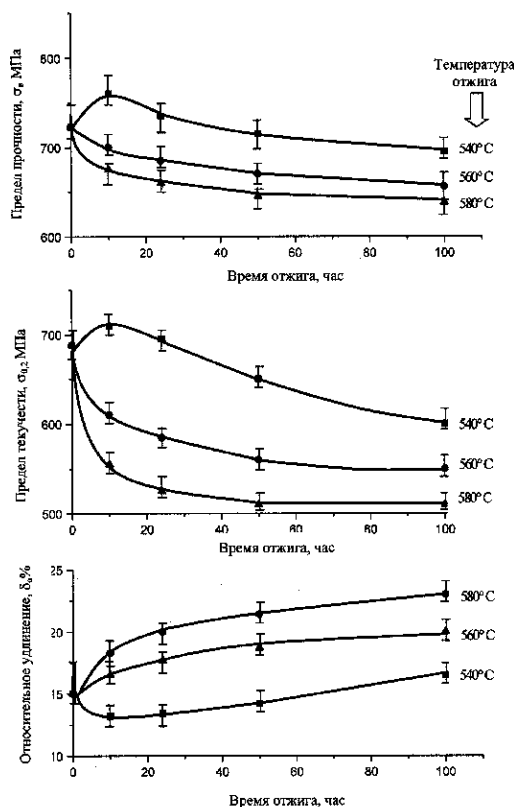


Рис.5. Зависимость механических свойств при 25°C в продольном направлении канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb от температуры и времени отжига после СВЧ-закалки

В результате проведенных исследований установлено, что СВЧ-термообработка, заключающаяся в СВЧ-закалке (по режиму - высокоскоростной нагрев до температуры 940...960°C, выдержка при этой температуре в течение ~ 10 с и охлаждение в воду) с последующим отжигом при температуре 560°C в течение 100 ч приводит к значительному

упрочнению канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb. Предел текучести в продольном направлении канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb с СВЧ-термообработкой увеличивается на  $(220 \pm 20)$  МПа (при всех температурах в интервале 25...500°C). Более того, приводя к несколько меньшему упрочнению труб в поперечном направлении, СВЧ-термообработка устраняет анизотропию механических свойств. СВЧ-термообработанные канальные трубы имеют также достаточно высокую пластичность ( $\delta_0 \approx 18...22\%$ , в исследованном температурном интервале). Сравним полученный результат с результатами других работ по упрочнению и усовершенствованию циркония и циркониевых сплавов. Как один из методов упрочнения циркония и его сплавов рассматривается их долегирование кислородом [11]. Кислородное упрочнение циркония, оцененное по увеличению предела текучести, на каждый атомный процент (0,175 мас. %) в среднем составляет 30 кг·мм<sup>2</sup>/ат. (%) (294 МПа/ат. %) при комнатной температуре и эффективность упрочняющего действия кислорода значительно снижается с повышением температуры механических испытаний (рис.6). Эффективность СВЧ-закалки по эффективности упрочняющего действия равносильна дополнительному долегированию сплава Zr-2,5%Nb кислородом в количестве  $\sim (0,19 \pm 0,01)$  мас. %, при этом с повышением температуры до 500°C эффективность упрочняющего действия кислорода снижается практически до нуля (рис.6), в то время как упрочняющее действие СВЧ-закалки сохраняется почти на том же уровне. СВЧ-термообработка по рассмотренному выше режиму равносильна долегированию кислородом в количестве  $\sim (0,131 \pm 0,01)\%$  и так же как СВЧ-закалка одинаково эффективно упрочняет материал при температурах вплоть до 500°C.

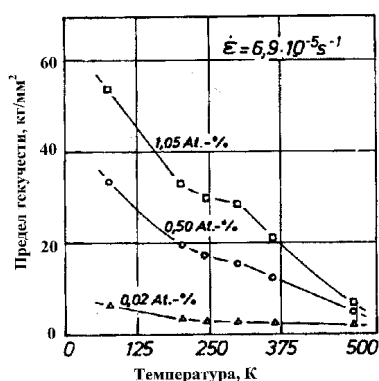


Рис.6. Температурная зависимость предела текучести циркония с разным содержанием кислорода

В настоящее время как наиболее перспективный материал для использования в качестве материала оболочек твэлов для работы до высоких выгораний рассматривается сложнолегированный сплав Э635 (Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe%). Проведена большая работа в обоснование его преимуществ по сравнению со сплавом Zr-1%Nb, более сорока лет используемого для этих целей, и начато серийное производство твэлов с оболочками из сплава Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe. Внедрение новых материалов с более высо-

кими эксплуатационными характеристиками – качественно новая ступень в развитии реакторостроения. Представляет большой интерес сравнить наши достижения по оптимизации структурно-фазового состояния и свойств Zr-2,5%Nb с результатами работ по оптимизации структурно-фазового состояния и свойств Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe. В работе [12] исследовано влияние  $\beta$ -закалки на структурно-фазовое состояние и механические свойства сплава Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe, применяемой непосредственно перед холодной прокаткой при изготовлении труб из этого сплава для повышения однородности распределения частиц интерметаллида в готовых изделиях из циркониевых сплавов, содержащих железо, хром, никель. Исходная позиция - пластины  $4 \times 60 \times 100$  мм, полученные холодной прокаткой и отожженные перед закалкой при 630°C в течение 24 ч.  $\beta$ -закалка проведена по трем режимам: печной нагрев до 950°C и закалка в воду (скорость закалки  $\sim 2000^\circ\text{C}/\text{c}$ ), в масло ( $\sim 400^\circ\text{C}/\text{c}$ ) и на воздухе (до  $25^\circ\text{C}/\text{c}$ ). Отжиг  $\beta$  закаленных образцов проведен при температурах 300, 350, 400, 450, 500, 550, 600 и 650°C в течение 3 и 12 ч. В результате последующих исследований установлено, что при закалке по всем использованным в работе режимам сплав Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe не приобретает однофазное  $\alpha'$ -состояние. Увеличение скорости закалки приводит к диспергированию структуры, состоящей из пластин  $\alpha'$ -фазы и прослоек из метастабильной  $\beta_{\text{Zr}}$ -фазы. Закаленный сплав Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe имеет низкую термическую стабильность и последующий отжиг при температуре 400°C и выше ведет к значительному изменению структурно-фазового состояния. При отжиге закаленного сплава Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe происходят следующие структурные превращения: распад пересыщенного твердого раствора  $\alpha'$ -фазы, распад  $\beta_{\text{Zr}}$ -прослоек эвтектидного типа с последующим образованием интерметаллидов; возврат и рекристаллизация  $\alpha$ -матрицы. С точки зрения механических свойств (высокая прочность и достаточно высокая пластичность -  $\sigma_{\text{в}} = 650...700$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 580...620$  МПа,  $\delta_0 = 10...15\%$ ) оптимальный режим термообработки сплава Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe - закалка в воду с последующим отжигом при 400...450°C в течение 3...12 ч. При этом формируется однородная фрагментированная структура  $\alpha'$ -матрицы с тонкими  $\beta_{\text{Zr}}$ -прослойками. Такую обработку рекомендуют для использования непосредственно перед операциями холодной деформации с целью повышения однородности структуры в готовом изделии. Однако она неприменима для завершающей обработки циркониевых изделий. Повышение температуры отжига до 550...650°C приводит к образованию в структуре закаленного сплава Zr-1,3%-1%Nb-0,4%Fe строчек из частиц интерметаллидов, что сопровождается значительным падением пластичности и прочности (рис.7,а,б).

## 2.2. Остаточные напряжения

СВЧ-закалка представляет собой двойную фазовую перекристаллизацию в условиях, очень далеких

от равновесия, при которых неизбежно возникают большие внутренние напряжения.

Остаточные напряжения (окружные) в канальных трубах из сплава Zr-2,5%Nb с разной обработкой определены приближенным методом Давиденкова [13] по формуле:

$$\sigma_T = \frac{E t \Delta D}{(1 - \mu^2) D_{cp}^2} \quad (6)$$

где  $\Delta D$  - изменение диаметра кольцевого образца трубы после разрезки кольца по образующей;  $D_{cp} = (D_{внеш.} - t)$  - средний диаметр трубы;  $t$  - толщина стенки;  $E = 10^4$  кг/мм<sup>2</sup> - модуль упругости сплава;  $\mu =$

0,3 - коэффициент Пуассона. Ширина кольцевого образца 10...15 мм.

Сведения об уровне остаточных напряжений в материале канальных труб из сплава Zr-2,5% Nb до и после СВЧ-закалки, а также СВЧ-закалки с последующим отжигом при 540...580°C представлены в табл.1 и на рис.8, 9.

В исходном состоянии (штатная обработка-отжиг при 550°C в течение 5 ч) в канальных трубах из сплава Zr-2,5%Nb действуют небольшие по величине, неоднородные по длине труб и толщине стенки растягивающие остаточные напряжения (табл.1, рис.8).

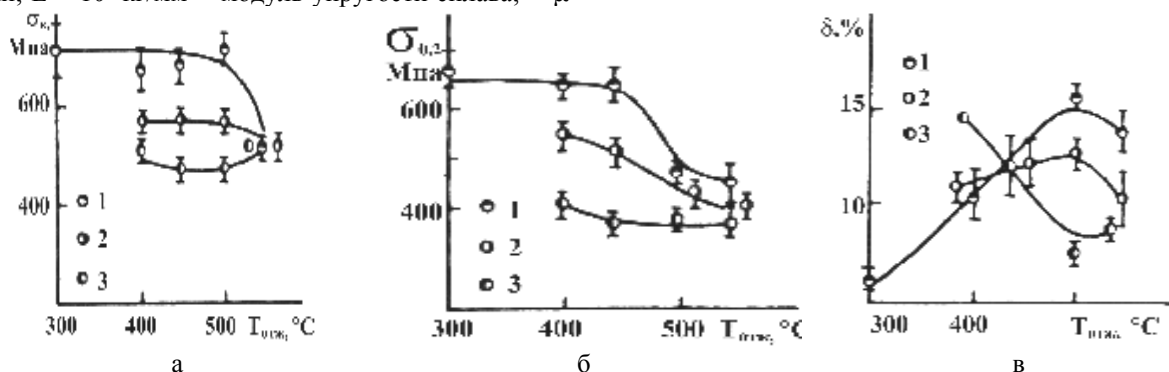


Рис.7. Зависимость пределов прочности (а), текучести (б) и относительного удлинения (в) сплава Zr-1,3%Sn-1%Nb-0,4%Fe от температуры отжига после разных режимов закалки.

1 - закалка с 950°C в воде; 2 - закалка с 950°C в масле; 3 - охлаждение с 950°C на воздухе

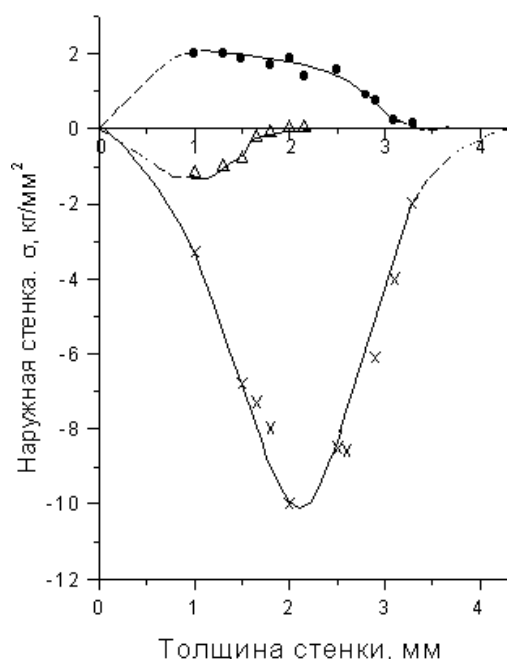


Рис.8. Тангенциальные остаточные напряжения в канальных трубах Ø8 x 4,3 мм.

● - штатная обработка, × - СВЧ - закалка, Δ - СВЧ-закалка + отжиг 580°C, 24 ч

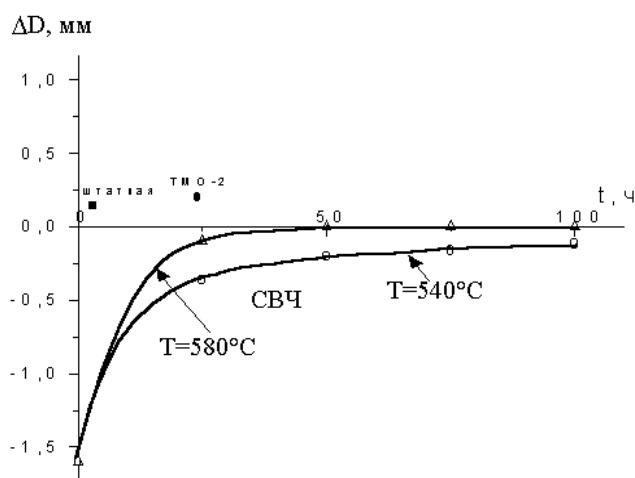


Рис.9. Изменение диаметра колец при разрезке в зависимости от термообработки

СВЧ-закалка вызывает большие сжимающие напряжения, в основном сосредоточенные в среднем слое трубы (табл.1, рис.8). Отжиг СВЧ закаленных труб при 540...580°C приводит к снижению уровня сжимающих остаточных напряжений; интенсивность снятия напряжений от β-закалки повышается с увеличением температуры отжига. Отжиг при 580°C в течение 50 ч и более или при 540°C в течение 100 ч приводит к снижению уровня остаточных напряжений практически до нулевого (рис.9).

Таблица 1

### Остаточные напряжения в трубах с различной термообработкой

Режимы термообработки	Величина остаточных напряжений, кг/мм <sup>2</sup>		
	Место отбора образцов в трубе		
	начало	середина	конец
Штатная (отжиг 550°C, 5 ч)	1,48	-	1,13
СВЧ – закалка	-10,18	-9,15	-8,57
СВЧ-закалка + отжиг 580°C, 24 ч	-0,16	-0,07	-0,10
закалка + отжиг 540°C, 100ч	-0,18	-0,09	-0,11

### 2.3. Диаметральная термическая ползучесть

Испытания канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb на диаметральную термическую ползучесть проводились на расположенных, на специальном стенде, патрубках под внутренним давлением инертного газа (аргона). Тангенциальные напряжения в стенке трубчатых образцов от давления аргона составляли в процессе испытаний (100±5) МПа. Температура испытаний составляла (325±5)°C. Длина каждого патрубка 1000...1290 мм. Базовая длина, на которой проводились измерения наружных диаметров, составляла 600 мм. Наружные диаметры измерялись в трех сечениях в пределах базовой длины в середине и по краям. Диаметры измеряли скобой с часовым механизмом в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Цена деления шкалы индикатора 2 мкм, погрешность измерений ± 8 мкм.

Таблица 2

### Скорость диаметальной ползучести канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb

Термообработка	Скорость ползучести, %/ч
Штатная (отжиг 540°C, 5 ч)	(4,3...8,6)·10 <sup>-5</sup>
СВЧ-закалка + отжиг 540°C, 50 ч	(0,1...1,0)·10 <sup>-5</sup>

Скорость диаметальной ползучести рассчитывалась по формуле:

$$\varepsilon' = [(\varepsilon_2 - \varepsilon_1) / \Delta\tau] \cdot 100, (\%/ч) \quad (7)$$

где  $\varepsilon_1 = (D_1 - D_0) / D_0$  - относительная деформация за время испытаний  $\tau_1$ ;  $\varepsilon_2 = (D_2 - D_0) / D_0$  - относительная деформация за время испытаний  $\tau_2$ ;  $\Delta\tau = (\tau_2 - \tau_1)$  - отрезок времени, в интервале которого проводился расчет скорости ползучести;  $D_0$  - начальный наружный диаметр;  $D_1, D_2$  - наружные диаметры в моменты времени  $\tau_2$  и  $\tau_1$ . Время испытаний от 2000 до 4000 ч.

Скорость ползучести определялась в каждом сечении в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Установлено, что сопротивление диаметальной термической ползучести СВЧ термообработанных труб (СВЧ-закалка, затем отжиг 540°C, 50 ч) на порядок выше, чем труб штатной обработки (540°C, 5 ч) (табл.2).

В продольном направлении СВЧ термообработанные канальные трубы ползут со скоростью, близкой к скорости диаметальной ползучести ( $\varepsilon' = 1,1 \cdot 10^{-5} \%/ч$  при  $\sigma = 120$  МПа,  $T_{исп} = 350^\circ\text{C}$ ,  $t_{исп} = 2500$  ч), что в очередной раз подтверждает изотропность СВЧ термообработанного материала.

### 2.4. Трещиностойкость

Для оценки параметров трещиностойкости материала канальных труб, подвергнутых СВЧ-закалке и последующему старению по различным режимам, была проведена серия испытаний по методике, разработанной во ВНИИНМе [14].

Из канальной трубы в продольном и поперечном направлениях вырезались образцы сечением 4×4×35 мм и электроэрозионным способом наносился надрез с радиусом в вершине не более 0,5 мм. Испытания образцов с надрезом различной ориентации проводились при комнатной температуре на испытательной машине (Инстрон) с записью усилия нагружения. Скорость нарастания стрелы прогиба образца составила 1 мм/мин при расстоянии между опорами 16 мм.

Момент достижения критического состояния материала в вершине надреза определялся точкой максимальной нагрузки  $P_c$  на кривой нагружения. В этот момент в вершине возникает трещина и при дальнейшем изгибе она прорастает в глубь образца, уменьшая нетто-сечение. Для этой точки кривой нагружения определялись силовая ( $P_c$ ), деформационная ( $\Delta_c$ ) и энергетическая ( $A_c$ ) характеристики трещиностойкости. Параметр  $\Delta_c$  по физическому смыслу соответствует критическому раскрытию трещины  $\delta_c$ .

В сравнении данных о трещиностойкости материала СВЧ термообработанных канальных труб с трещиностойкостью труб из циркониевых сплавов, полученных по разным технологиям, использованы данные для полномасштабных канальных труб, прошедших ранее аналогичный комплекс исследований. В табл. 3 [14] приведены значения  $\Delta_c$  и  $\delta_c$ , для:

- канальных труб производства России для реакторов РБМК (штатная обработка и обработка ТМО-1),
- труб высокого давления для реакторов CANDU производства Канады,
- трех патрубков канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb, прошедших СВЧ-термообработку (закалка от температуры 940...960°C и последующий отжиг по различным температурно-временным режимам).

Анализ представленных данных позволяет оценить вызываемые СВЧ-термообработкой изменения свойств канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb. Прежде всего, подтвержден установленный ранее факт квазиизотропии материала. Повысилась

прочность материала. Эффект упрочнения достигается и при ТМО-обработке, высокую прочность имеют трубы высокого давления для реактора CANDU. В то же время СВЧ термообработанные трубы имеют достаточно высокую пластичность, тогда как трубы после обработки ТМО и особенно канальные трубы CANDU имеют очень низкую в сравнении с холоднодеформированным и отожженным состоянием пластичность.

Для напряженно-деформационного состояния канальных труб наиболее опасные направления распространения трещин – TR и LT. СВЧ термообработанные трубы из сплава Zr-2,5%Nb

обладают по сравнению с холоднодеформированными и отожженными трубами из этого же сплава в 2...3 раза более высоким сопротивлением росту трещин ориентации TL, и в 1,2...1,3 раза более высоким сопротивлением росту трещин ориентации TR (см. табл.3). Отметим, что трещиностойкость СВЧ термообработанных труб из сплава в 10 раз выше, чем труб канадского производства. Трещиностойкость СВЧ термообработанных труб из сплава Zr-2,5%Nb повышается с увеличением температуры старения.

Таблица 3

**Значения экспериментальных и ожидаемых величин критического раскрытия трещин ( $\delta_c$ ) для ориентаций TL и TR в серийных канальных трубах из сплава Zr-2,5%Nb производства России и Канады (при испытании на трехточечный изгиб)**

Материал	Термообработка	Критическое раскрытие трещины, $\delta_c$ (мм)	
		TL	TR
Zr-2,5% Nb Россия	СВЧ-закалка + 400°C, 5ч + 540°C, 24ч	0,12...0,15	0,16...0,18
	СВЧ-закалка + 580°C, 24 ч	0,19...0,23	0,27...0,33
	СВЧ-закалка +560°C, 100 ч	0,13...0,18	0,18...0,21
Zr-2,5% Nb Россия	отожженный	0,06...0,10*	0,16...0,21*
	отожженный	0,02...0,04*	0,15...0,20
	отожженный	0,01...0,03*	–
Zr-2,5% Nb Россия	ТМО-1	0,02...0,05*	–
Zr-2,5% Nb Канада	–	0,015...0,019	0,035...0,054

\* значения  $\delta_c$  получены экспериментально

### 3. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В результате проведенных исследований установлено, что скоростная высокочастотная термообработка циркониевых сплавов, изменяя их структурно-фазовое состояние кардинально улучшает комплекс физико-механических свойств сплавов.

Изучению связи структуры со свойствами циркониевых сплавов, подвергнутых различным видам обработок, в том числе закалке из  $\alpha+\beta$  или  $\beta$ -области, посвящено большое количество работ [15-18]. В частности, показано, что упрочнение  $\beta$  закаленных сплавов, легированных ниобием, определяют несколько факторов: содержание ниобия; скорость охлаждения из  $\beta$ -фазы; выделения и особенности структуры превращения, обусловленные присутствием примесей; размер зерна закаленного металла; структурные характеристики - конфигурация микродвойников, размер и плотность выделений  $\beta_{Nb}$ -фазы и т.д. Установлены закономерные связи между структурой и такими свойствами сплавов, как ползучесть, коррозионная стойкость, что позволяет регулировать эти свойства в определенных пределах [19, 20].

Недостатком этих и ряда других работ, по нашему мнению, является то обстоятельство, что в них не уделяется внимания такому важному параметру, как скорость нагрева до температур существования  $\beta$ -фазы; термообработка по существу проводится в неконтролируемых условиях нагрева, и обычно, при скоростях, не превышающих 50...80°C/с. В результате при закалке в сплавах формируется сравнительно крупнозернистая структура. В качестве примера в табл.4 приведены сведения о размере зерен в сплаве Zr-2,5%Nb, закаленном с разных температур, взятые из работы [21].

Таблица 4

**Размер зерна в сплаве в сплаве Zr-2,5%Nb, закаленном от разных температур [21]**

Температура закалки, °C	Диаметр зерна, мкм
890	10
900	130
950	250
1000	750

Очень близкие результаты мы получили при проведении цикла исследований по влиянию скорости нагрева на величину зерна в закаленных сплавах Zr-



Nb для скоростей нагрева, не превышающих некоторую критическую (~100°C/с).

При скоростях нагрева под закалку ~100°C/с и выше в закаленном сплаве Zr-2,5%Nb  $\alpha$ -зерна очень мелкие ~1 мкм.

В отличие от закалки с медленным нагревом, при которой в закаленном сплаве возникает текстура превращения, при скоростном нагреве под закалку формируется квазиизотропная структура.

Кинетика распада пересыщенного твердого раствора и эволюция структуры в процессе отжига СВЧ закаленного сплава существенно отличаются от аналогичных процессов, протекающих в закаленных сплавах, нагретых до  $\beta$ -фазы с малыми скоростями.

Отмеченные особенности структурно-фазового состояния СВЧ термообработанных сплавов и являющаяся, в конечном счете, причиной кардинальных изменений физико-механических свойств циркониевых сплавов в сторону их значительного улучшения по сравнению с исходным состоянием.

По результатам проведенных исследований определен оптимальный интервал температур нагрева под закалку изделий из циркониевых сплавов при скоростном нагреве - 940...960°C. Нижняя граница интервала обусловлена необходимостью перевода всего объема материала в  $\beta$ -фазу при СВЧ-нагреве, т.к. при более низких температурах возможен, как мы видели, неполный переход металла в  $\beta$ -фазу из-за смещения температуры перехода  $\alpha \rightarrow \beta$  на 65°C при скоростях нагрева 100...500°C/с [22]. Верхняя граница указанного интервала объясняется стремлением сохранить мелкозернистую структуру закаленного металла, так как при более высоких температурах нагрева наблюдается заметное укрупнение структуры. Существенным параметром СВЧ-термообработки является время выдержки при температурах  $\beta$ -фазы перед закалкой. Оно должно быть достаточным для обеспечения полного растворения выделений  $\beta_{Nb}$ -фазы, существующих в исходном материале, и в то же время коротким для предотвращения роста зерна в  $\beta$ -фазе. Оптимальное время выдержки при максимальной температуре ~ 10 с.

СВЧ-термообработка в этих условиях приводит к значительному повышению прочностных характеристик сплава Zr-2,5%Nb. Предел текучести при температурах 25...500°C увеличивается на (220±20) МПа.

Основные факторы структурного упрочнения циркониевых сплавов [19]:

- упрочнение твердого раствора примесями внедрения (кислорода);
- упрочнение твердого раствора примесями замещения (ниобия);
- упрочнение за счет микродвойников;
- дисперсионное упрочнение (в отожженном материале);
- зернограничное упрочнение.

На основании измерения твердости и экстраполяции оценен вклад каждого из перечисленных факторов в твердость  $\beta$  закаленного сплава Zr-2,5%Nb (в единицах твердости по Виккерсу):

Фактор	Твердость (VPN)
Отожженный йодидный цирконий.....	66
Повышение твердости, обусловленное кислородом (в количестве 1000 ppm).....	33
Повышение твердости, обусловленное примесями замещения (ниобием).....	35
Повышение твердости за счет границ зерен и мартенситных пластин (структурное упрочнение).....	100
Повышение твердости, обусловленное микродвойниками в мартенситных пластинах (структурное упрочнение).....	30
<b>Итого</b>	<b>264</b>

Согласно представленной оценке наиболее весомый вклад в твердость сплава закаленного сплава Zr-2,5%Nb вносит зернограничное упрочнение. Вклад в твердость сплава от кислорода в количестве 1000 ppm (в твердом растворе) равносителен вкладу от ниобия в количестве 2,5% (в твердом растворе) и вкладу от микродвойников, образующихся при  $\beta$ -закалке.

Представляет значительный интерес проведенная в работе [23] оценка вклада различных факторов в значение прочности труб высокого давления реакторов CANDU, изготовленных по обычной схеме – экструзия при 850°C, затем холодная прокатка и финишный отжиг при 400°C. Упрочняющее действие каждого из факторов в общей прочности канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb следующее:

Фактор	Общая прочность, МПа
Йодидный цирконий ( $\sigma_0$ ).....	24
+ 1300ppm O <sub>2</sub> (твердорастворное упрочнение).....	73
+ Nb в растворе (твердорастворное упрочнение).....	100
+ Зернограничное упрочнение ( $f(d^{-1/2})$ ).....	285
+ Холодная деформация ( $f(gp^{1/2})$ ).....	495
+ Отжиг на снятие напряжений (уменьшение от вклада дислокаций).....	440

Простое рассмотрение геометрии ГПУ циркониевой решетки указывает на важность границ двойников. Скольжение в  $\alpha$ -цирконии обычно осуществляется по плоскостям  $\{10\bar{1}0\}$  с направлением скольжения  $\{11\bar{2}0\}$ . Таким образом, в игольчатом кристалле, содержащем  $\{10\bar{1}0\}$  двойники, по всей ширине пластины без задержки дислокации могут двигаться только по одному набору призматических плоскостей, а именно  $\{10\bar{1}0\}$ , для которого вектор скольжения лежит в плоскости двойникования.

Исследования мартенситной  $\alpha'$ -фазы, подвергшейся слабой деформации свидетельствуют, что границы двойников служат эффективными препятствиями и точками закрепления дислокаций. При существенной деформации границы  $\{10\bar{1}0\}$  двойников могут воспринимать значительную деформацию скольжением [20] и в образцах, подвергшихся деформации 10% и более, двойники имеют заметную кривизну. Такое поведение двойников наблюдалось и в наших экспериментах, описанных выше, причем

при деформации 50% отмечалось частичное разрушение микродвойников. Авторы работы [20] считают, что присутствие двойников в структуре  $\alpha'$ -фазы по торможению перемещения дислокаций эквивалентно уменьшению размера зерен в 2...3 раза.

Высокая прочность закаленного сплава определяется кислородом в твердом растворе внедрения, ниобием в твердом растворе замещения, мелкозернистой структурой, внутренним пластинчатым строением зерен и наличием микродвойников. Следует особо отметить изотропию механических свойств СВЧ закаленного сплава вследствие кристаллографической изотропии структуры.

Известно, что закаленные из  $\beta$ -фазы циркониевые сплавы обладают низкой коррозионной стойкостью. Для ее повышения закаленные сплавы переводят в более равновесное состояние. Это обычно достигается отжигом при температурах ниже монотектоидной.

Исследованию кинетики распада пересыщенных твердых растворов сплавов системы Zr-Nb посвящено большое количество работ, обобщенных и систематизированных в обзоре П.В. Шебалдова, А.В. Никулиной и др. [15]. Распад закаленных из  $\beta$ -области твердых растворов, содержащих до 5% ниобия при температурах старения 400...600°C протекает согласно диаграмме равновесия с выделением  $\beta$ -ниобиевой фазы, состав и дисперсность которой изменяется в зависимости от температуры и длительности старения.

Относительно морфологии и кинетики выделений в литературе встречаются разные мнения. В одних случаях утверждается, что при зарождении выделения имеют игольчатую форму, а с увеличением продолжительности отжига становятся сферическими [24]; в других считается, что все происходит в обратном порядке [19, 20]. Расходятся авторы и в отношении кинетики распада. По данным одних работ выделения начинают появляться при температурах 500°C и выше [24], других - начало этого процесса относится к температуре 400°C [19, 20]. Одна из возможных причин существующего расхождения, как считают авторы работ [23,24] - различный коэффициент самодиффузии и диффузии ниобия в циркониевых сплавах различной чистоты - в более «грязных» сплавах он ниже, чем и объясняется более вяло текущий процесс сегрегации.

По данным наших исследований, результаты которых представлены выше, в СВЧ закаленном сплаве Zr-2,5%Nb, при последующем отжиге начиная с температуры 500°C образуются частицы  $\beta_{Nb}$ -фазы (сферические на границах раздела и диски в матрице). С повышением температуры старения скорость образования выделений возрастает и начиная с температуры 540°C процесс приобретает лавинный характер и уже влияет на механические свойства сплава. При температуре 540°C первые часы отжига (10...15 ч) вызывают некоторое увеличение прочности, что свидетельствует о наличии дисперсионного упрочнения при этих параметрах старения. При больших температурных отжиге эффект дисперсионного упрочнения уступает эффектам разупроч-

нения. Наиболее активно процесс распада проходит в интервале температур 540...580°C и в значительной степени изменяет прочностные и пластические характеристики сплава. В изученном интервале температур и времен (температура до 580°C, длительность отжига до 100 ч) морфология выделений не изменяется, при длительном отжиге только исчезает ореол вокруг пластинчатых выделений, что свидетельствует о потере когерентной связи выделения с матрицей.

СВЧ-закалка с последующим отжигом позволяет получить сплав Zr-2,5%Nb с очень высокой дисперсностью  $\beta_{Nb}$ -фазы (значительно превышающей ее дисперсность в исходном состоянии). В канальных трубах из сплава Zr-2,5%Nb в состоянии поставки выделения располагаются в виде строчек, размер выделений 0,1 мкм. В закаленном сплаве при отжиге  $\beta_{Nb}$ -фаза выделяется хаотично, конечный размер выделений от 35 до 45 нм в зависимости от параметров отжига. Количество выделений в сплаве Zr-2,5%Nb с проведением СВЧ-термообработки возрастает на 2...3 порядка. Высокая дисперсность выделений и их гомогенное распределение благоприятны в отношении коррозионной стойкости сплавов Zr-Nb [15] и сопротивления ползучести [24]. Еще два фактора способны оказать влияние на эффективность дисперсионного упрочнения - форма частиц и упругие деформации вокруг них. При занимаемой частицами части объема их форма влияет на вероятность пересечения с плоскостями скольжения. Число пересечений плоскостей скольжения с частицами самое низкое для сферических частиц и несколько выше для частиц в форме диска [25]. Любые упругие деформации, существующие вокруг частиц, будут препятствовать движению дислокаций, и их наличие приводит к увеличению объема эффективного действия частиц [26].

Проведенные исследования позволили определить и оптимизировать параметры старения СВЧ закаленных циркониевых сплавов, которые обеспечивают высокий уровень прочностных и пластических характеристик, а также коррозионной стойкости.

Наиболее приемлемые являются следующие параметры:

- Температура старения - (560±10)°C;
- Время старения - 50...100 ч.

Как в продольном, так и поперечном направлении трубы из сплава Zr-2,5%Nb, обработанные по режиму СВЧ-закалка + отжиг 560°C в течение 100 ч, при комнатной температуре имеют предел прочности, предел текучести, относительное удлинение:  $\sigma_b \approx (650 \pm 20)$  МПа,  $\sigma_{0,2} \approx (550 \pm 20)$  МПа,  $\delta_0 \approx (20 \pm 2)\%$ . При всех температурах в интервале 25...500°C предел текучести с проведением СВЧ-термообработки увеличивается на (220±20) МПа. Механические свойства СВЧ термообработанного сплава Zr-2,5%Nb соответствуют требованиям ТУ на штатную продукцию.

Модифицирование структуры канальных труб из электролитического сплава Zr-2,5%Nb методом СВЧ-термообработки значительно повышает (в 2...3 раза) их трещиностойкость и в 10 раз увеличивает

сопротивление ползучести. Снижение скорости ползучести можно объяснить увеличением плотности выделений  $\beta_{\text{Nb}}$ -фазы на 2...3 порядка и соответствующим уменьшением их размеров по сравнению с соответствующими параметрами материала труб штатного производства в сочетании с наличием двойников превращения. Проведен цикл исследований коррозионной стойкости материала СВЧ термообработанных канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb; установлено, что по стойкости к коррозии в воде под давлением они не уступают трубам штатной обработки.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Использование термообработки для повышения комплекса механических свойств циркониевых изделий (разрушения анизотропии и увеличения прочности с сохранением пластичности на достаточно высоком уровне) возможно в том случае, когда в термообработанном металле удастся сформировать особое структурно-фазовое состояние, основные черты которого:

- квазиизотропная структура;
- мелкое зерно с большим количеством внутризренных границ раздела (границ зерен, двойников, блоков и линий скольжения);
- выделения вторичных фаз - высокодисперсные и многочисленные ( $\approx 10^{16} \text{ см}^{-3}$ ), равномерно распределены в матрице основного металла, когерентно связаны с матрицей, равновесные по химическому составу.

При СВЧ-термообработке по режиму: нагрев со скоростью  $\geq 100^\circ\text{C}/\text{с}$ , температура нагрева  $940 \dots 960^\circ\text{C}$ , время выдержки  $\sim 10 \text{ с}$ , скорость охлаждения  $\sim 1000^\circ\text{C}/\text{с}$  и с последующим отжигом по режиму: температура старения -  $(560 \pm 10)^\circ\text{C}$ ; время старения -  $50 \dots 100 \text{ ч}$  удастся сформировать в канальных трубах из сплава Zr-2,5%Nb термически стабильную изотропную структуру, с очень мелкими зёрнами  $\alpha$ -фазы ( $\sim 1 \text{ мкм}$ ), имеющими внутреннее пластинчатое строение и содержащими многочисленные ( $10^{16} \text{ 1/см}^3$ ) выделения  $\beta_{\text{Nb}}$  размером  $\sim 35 \dots 45 \text{ нм}$ . В таком структурном состоянии сплав Zr-2,5%Nb имеет высокую прочность и достаточно высокую пластичность (при  $T_{\text{исп}} = 25^\circ\text{C}$  -  $\sigma_{\text{в}} \approx (650 \pm 20) \text{ МПа}$ ,  $\sigma_{0,2} \approx (550 \pm 20) \text{ МПа}$ ,  $\delta_0 \approx (20 \pm 2)\%$ , как в продольном, так и поперечном направлении), обладает высоким сопротивлением ползучести (скорость диаметральной ползучести СВЧ термообработанных труб при  $325^\circ\text{C}$  и напряжении  $100 \text{ МПа}$  на порядок ниже, чем канальных трубах штатной обработки) и имеет высокую трещиностойкость (в два-три раза превышающую трещиностойкость труб в исходном состоянии). При этом эффективность упрочняющего действия СВЧ-термообработки не снижается с повышением температуры от  $25$  до  $500^\circ\text{C}$  (при всех температурах в указанном интервале предел текучести в продольном направлении СВЧ термообработанных труб на  $(220 \pm 20) \text{ МПа}$  выше, чем в исходном состоянии).

### ЛИТЕРАТУРА

1. А.И. Стукалов Создание радиационно-стойких структур в циркониевых сплавах // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 1998, вып.3(69),4(70), с.64-65.
2. А.И. Стукалов. Коррозионная стойкость СВЧ-термообработанных канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 1998, вып.6(72), с.68-72.
3. В.Ф. Зеленский, А.И. Стукалов, И.М. Неклюдов и др. Скоростная высокочастотная термообработка и радиационный рост циркониевых сплавов // *Труды Международной конференции по радиационному материаловедению. Алушта, 22-25 мая 1990 г.* Харьков: ХФТИ, 1990, т.4, с.55-64.
4. В.Ф. Зеленский, А.И. Стукалов, И.М. Неклюдов и др. Воздействие облучения на деформацию и механические свойства СВЧ обработанных циркониевых сплавов // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 1996, вып.1(64), с.39-50.
5. G.P. Sabol. Precipitation behavior in Zr-2,5 % Nb // *J. Nucl. Mater.* 1970, v.34, №2, p.142-150.
6. C.D. Williams, R.W. Gilbert. Tempered structures of a Zr-2,5 % Nb alloy // *J. Nucl. Mater.* 1966, v.18, №2. p.161-166.
7. C.D. Williams, R.W. Gilbert. On structural factor influence the strength of martensitic  $\alpha'$  in quenched Zr-2.5%Nb // *Trans. AIME*. 1968, v.9, p.626-630.
8. Е.М. Тарараева, Л.С. Муравьева, О.С. Иванов. Электронно-микроскопическое исследование структурного механизма мартенситного превращения в сплаве Zr-Nb // *Структурный механизм фазовых превращений металлов и сплавов* / Под Ред. О.С. Иванова, Р.М. Софроновой. М.: «Наука», 1976, с.73-77.
9. Л.С. Муравьева, Е.М. Тарараева, О.С. Иванов. Электронно-микроскопическое исследование распада пересыщенного твердого раствора при отпуске в закаленных сплавах Zr-Nb // *Структурный механизм фазовых превращений металлов и сплавов* / Под Ред. О.С. Иванова, Р.М. Софроновой. М.: «Наука», 1976, с.101-104.
10. А.И. Стукалов, В.М. Грицина, Т.П. Черняева, В.Н. Воеводин, Л.С. Ожигов, Н.И. Рагулина, В.И. Савченко, Д.Г. Малыхин. *Воздействие СВЧ-термообработки на структурно-фазовое состояние и механические свойства сплава Zr-2,5 % Nb*: Препринт. ХФТИ 99-1. Харьков: «НИЦ ХФТИ», 1999, с.1-56.
11. G. Ellsner, U. Krohn, O. Ruano. Hartung der IVa-metalle durch interstitiell gelosten sauerstoff und stickstoff // *Z. Metallkunde*. 1976, v.67, №5, p.311-317.
12. С.А. Никулин, В.А. Маркелов, В.И. Гончаров, А.Ю. Гусев, Э.К. Чеснокова. Изменение микроструктуры и механических свойств при отжиге

- закаленного сплава Zr-1,3%Sn-1%Nb-0,4%Fe // *Металлы*. 1995, №1, с.62-68.
13. Н.Н. Давиденков. Об измерении остаточных напряжений // *Заводская лаборатория*. 1950, т.16, № 2. с.188.
  14. В.М. Григорьев, А.В. Никулина, С.Н. Каплий, Н.В. Садовников, А.И. Стукалов, В.М. Грицина. Оценка трещиностойкости материала канальных труб из сплава Zr-2,5 Nb после СВЧ-обработки // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 1992, вып.1(58),2(59), с.104-111.
  15. П.В. Шебалдов, А.В. Никулина, П.Е. Агеенкова, Н.В. Кожевников. *Структура и свойства сплавов циркония с ниобием*: Обзорная информация. М.: ВНИИНМ, 1977, №12, с.1-42.
  16. А.В. Никулина, М.М. Перегуд, М.Б. Фивейский, П.П. Маркелов, А.Р. Завьялов. *Влияние химического состава и микроструктуры на скорость ползучести циркониевых сплавов*: Аналитический обзор. М.: ВНИИНМ, 1978, №3(29), с.1-51.
  17. А.Р. Завьялов, А.С. Займовский, А.М. Каптельцев, П.П. Маркелов, А.В. Никулина, М.М. Перегуд. Влияние химического состава и микроструктуры на сопротивление ползучести циркониевых сплавов // *Труды конференции по реакторному материаловедению. Алушта, 29 мая-1 июня 1978*. М.: «ЦНИИИАтоминформ», 1978, т.6, с.152-172.
  18. Л.Е. Агеенкова, Г.С. Браславская, В.Б. Кишеневский, А.В. Никулина, Б.М. Тарараева, П.В. Шебалдов, А.С. Займовский. Структурные и фазовые превращения в бинарных сплавах циркония с ниобием и их взаимосвязь со свойствами // *Труды конференции по реакторному материаловедению. Алушта, 29 мая-1 июня 1978*. М.: «ЦНИИИАтоминформ», 1978, т.6, с.175-190.
  19. C.D. Williams, R.W. Gilbert. Tempered structures of a Zr-2.5 % Nb alloy // *J. Nucl. Mater.* 1966, v.18, №2, p.161-166.
  20. C.D. Williams, R.W. Gilbert. On structural factors influencing the strength of martensitic  $\alpha'$  in quenched Zr-2.5%Nb alloy // *Proc. Internat. Conf. Strength Metals and Alloys. Tokyo, 1967*. Sendai: 1968, p.625-629.
  21. Ells C.E., Williams C.D. Beta embrittlement of the Zr – 2.5%wt. Nb alloy // *Trans. Met. Sci. AIME*. 1969, v.245, p.1321-1328.
  22. Е.Н. Пирогов, А.Б. Анкудинов, О.В. Комаров, Л.Л. Артюхина, В.И. Егоров. Исследование и прогнозирование деформационного поведения оболочечных материалов при быстром нагреве. // *Труды Международной конференции по реакторному материаловедению. Алушта, 22-25 мая 1990*. Харьков, 1991, т.8. с.172-177.
  23. D.O. Northwood. The development and applications of zirconium alloys // *Materials and Design*. 1985, v.6, № 2, p.58-70.
  24. G.P Sabol. Precipitation behavior in Zr-2,5 % Nb // *J. Nucl. Mater.* 1970, v.34, №2, p.142-150.
  25. Д. Мак Лин. *Механические свойства металлов*. М.: «Металлургия», 1965, с.1-431.
  26. А. Келли, Р. Никлсон. Дисперсионное твердение. М.: «Металлургия», 1966, с.1-299.