

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ТЕКСТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРОКАТАННОГО ГАФНИЯ

*Р.В. Ажажа, А.А. Васильев, С.П. Стеценко, Л.Н. Чепурная, В.В. Макаренко, Л.С. Ожигов, В.И. Савченко, А.Г. Руденко, И.Н. Бутенко, К.В. Ковтун, А.В. Теруков**

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

E-mail: rva@kipt.kharkov.ua;

**Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, Киев, Украина*

E-mail: ivas@imp.kiev.ua

Исследованы механические свойства при деформации растяжением горячекатаных пластин гафния, изготовленных из металла марки ГФЭ-1. Определена анизотропия микротвердости материала на различных плоскостях прокатанных листов. Изучена микроструктура пластин гафния после прокатки и после отжига при температуре 1173 К в течение 2 ч. Структура после прокатки свидетельствует о протекании частичной рекристаллизации, тогда как после отжига она становится полностью рекристаллизованной. С помощью растровой электронной микроскопии выявлена корреляция между температурой испытаний, характером разрушения образцов и пластическими характеристиками материала. Текстурные исследования пластин гафния показали, что прокатка гафния при температуре 1123 К приводит к развитию типичной для ГПУ-металлов текстуры базисно-призматического типа с преобладанием базисной составляющей.

ВВЕДЕНИЕ

Работы по исследованию механических свойств, структуры и текстуры гафния являются актуальными в свете перспективности использования этого материала в конструкциях регулирующих элементов атомных реакторов [1,2]. Такие работы являются основой для оптимизации технологии производства пластин, стержней и других полуфабрикатов, находящих все более широкое применение в современной технике [2-4]. Существует достаточно много публикаций, посвященных изучению механических свойств гафния, в том числе и связи этих свойств со структурой или текстурой полуфабрикатов [5-8]. Однако большинство этих работ выполнено на других сортах металла и на достаточно ограниченном количестве материала. Поэтому в данной работе сделана попытка более подробно изучить свойства прокатанных пластин гафния марки ГФЭ-1 украинского производства.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для исследований был выбран отечественный гафний промышленного производства марки ГФЭ-1. Чистота по основным примесям соответствовала ТУ У 14312708.183-95. Исходные слитки подвергались электронно-лучевому переплаву, после чего резались на мерные заготовки (диаметром 80 мм и длиной 140 мм). Деформацию гафниевых заготовок осуществляли горячей ковкой с последующей прокаткой. Необходимая суммарная степень деформации для прокатки листа достигалась путем многопроходной обработки, включающей промежуточный нагрев до температуры 1173...1273 К. Таким методом были получены пластины размерами 60×905×5,1 мм [9]. Для повышения пластических характеристик материала часть прокатанных пластин отжигали в вакууме при температуре 1173 К в течение 2 ч [10].

С целью изучения механических свойств прокатанного гафния из пластин гафния электроэрозионным методом были вырезаны образцы вдоль и поперек направления прокатки. Плоские образцы с размерами рабочей части 5×3×23 мм обрабатывали мелкой шлифовальной бумагой до появления металлического блеска, после чего методом травления удаляли наружный слой (~2 мкм). Механически испытывали на разрывной машине 1246P-2/2300 и INSTRON-5581. Испытания проводились в соответствии с требованиями ГОСТ 9651-84, при повышенных температурах в вакууме $P < 2,5 \cdot 10^{-3}$ Па. Для изучения структуры и микротвердости горячекатаных гафниевых пластин в разных плоскостях относительно направления проката из неотожженной и отожженной при 1173 К в течение 2 ч пластины были вырезаны образцы размерами 20×10×5 мм. На рис. 1 показан эскиз образца, на котором обозначены исследуемые плоскости: НН - нормальное направление; ПН - поперечное направление; НП - направление прокатки.

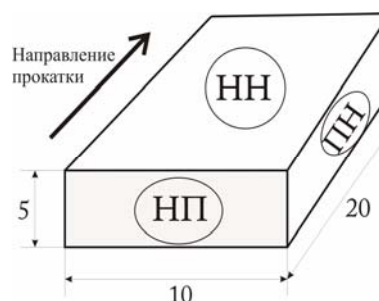


Рис. 1. Эскиз образца с обозначенными плоскостями относительно направления прокатки

Структура образцов гафния изучалась с помощью металлографических микроскопов ММР-4 и МИМ-10 в поляризованном свете. После

полировки для выявления зеренной структуры гафния применялось химическое травление. Для изучения морфологии поверхности разрыва образцов после механических испытаний использовался растровый электронный микроскоп РЭММА–202М.

Изучения текстуры образцов гафния проводили методом построения прямых полных полюсных фигур автоматизированным дифрактометром STADI [11]. В данной работе были использованы построение полных полюсных фигур для плоскости

базиса (0002) и для призматической плоскости (10 $\bar{1}$ 0).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Усредненные значения механических характеристик образцов прокатанного гафния при комнатной температуре приведены в табл. 1. Как видно, предел прочности и модуль Юнга образцов, вырезанных вдоль и поперек направления прокатки, практически не отличаются, в то же время предел текучести вдоль направления прокатки ниже на 13%.

Таблица 1

Механические свойства образцов гафния при комнатной температуре

Ориентация образцов	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	Ψ , %	E, ГПа
Вдоль направления прокатки	316	609	31,8	24,5	107,4
Поперек направления прокатки	362	603	20,9	16,0	108,4

Различие характеристик пластичности существенно выше, чем предела текучести и составляет примерно 30% для образцов вдоль направления прокатки по сравнению с поперечным направлением. Приведенные данные свидетельствуют о существенной анизотропии сопротивления пластической деформации и характеристик пластичности пластин гафния.

Испытание на растяжение в области температур 300...1000 К проводилось на образцах, вырезанных вдоль направления проката из отожженной пластины гафния. Половинки испытанных при различных температурах образцов были использованы в дальнейшем для фрактографических исследований характера разрушения с помощью растрового микроскопа.

Результаты испытаний приведены на рис. 2 и 3.

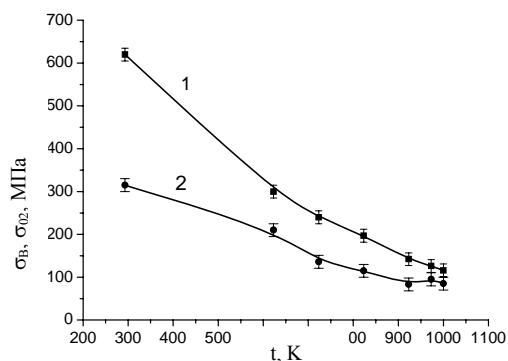


Рис. 2. Температурные зависимости пределов прочности (1) и текучести (2)

В исследованном интервале температур темп снижения величины σ_b с повышением температуры более высокий, чем $\sigma_{0,2}$.

Наблюдаемое монотонное снижение характеристик прочности сопровождается ростом характеристик пластичности - относительного удлинения и поперечного сужения (см. рис. 3).

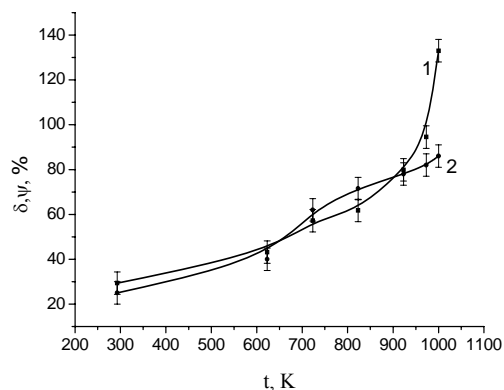


Рис. 3. Температурные зависимости для относительного удлинения (1) и относительного сужения (2)

Микроструктура гафния, выявленная на различных плоскостях после горячей прокатки и после отжига, представлена на рис. 4. На рис. 5 показаны снимки поверхности разрушения образцов гафния после испытания при различных температурах.

Структура после прокатки свидетельствует о протекании частичной рекристаллизации (см. рис. 4 - 1НН, 1ПН, 1НП), что связано с высокой (1123 К) температурой деформации. В плоскостях НН и НП зерна равноосные, тогда как в плоскости ПН зерна вытянуты вдоль направления прокатки. В этой плоскости соотношение длины зерна к его поперечному размеру составляет 3:1. В плоскости НН в отдельных зернах наблюдаются двойники, в то же время в других плоскостях двойники не просматриваются. Минимальные зерна, размер которых равен 8...10 мкм, находятся в плоскости НП, а в плоскости НН размер зерен составляет 15 мкм. Отдельные зерна в плоскости ПН достигают длины 50 мкм. Как видно из рис. 4 (2НН, 2НП, 2ПН), после отжига при 1173 К в течение 2 ч, структура становится полностью рекристаллизованной. Зерна равноосные на всех

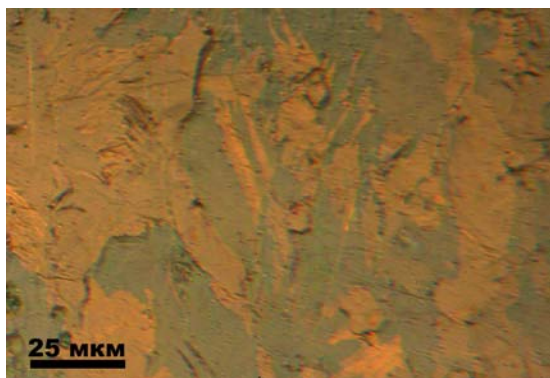
гранях образца, их средний размер составляет ~17 мкм.

Результаты измерения микротвердости (табл.2) показывают, что максимальное значение H_{μ} , составляющее 3251 МПа, достигается на плоскости НН, а минимальное - 2976 МПа - на плоскости НП. Анизотропия значений микротвердости составляет 8%. После отжига микротвердость уменьшается, но ее изменения на разных плоскостях неодинаковы. Так, в плоскостях НН и ПН уменьшение составило 12%, в то время как в плоскости НП – 20%. Такой эффект может быть вызван несколькими причинами. Во-первых, в плоскости НП происходит самое существенное увеличение размера зерен после

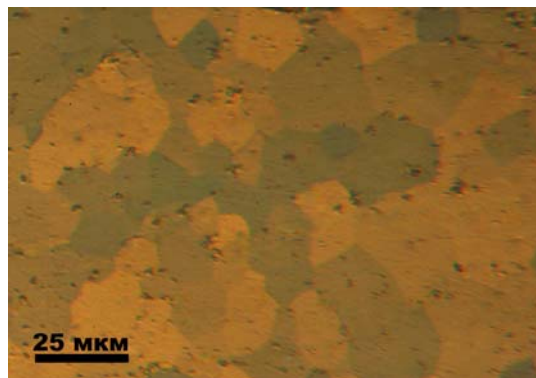
отжига. Во-вторых, это может быть связано с эволюцией текстуры в процессе отжига.

Таблица 2
Значение микротвердости на различных плоскостях прокатанных образцов

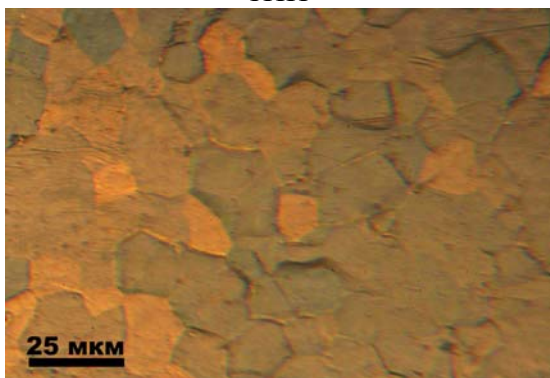
Плоскость образца	До отжига H_{μ} , МПа	После отжига H_{μ} , МПа
НН	3251	2851
ПН	3049	2690
НП	2976	2381



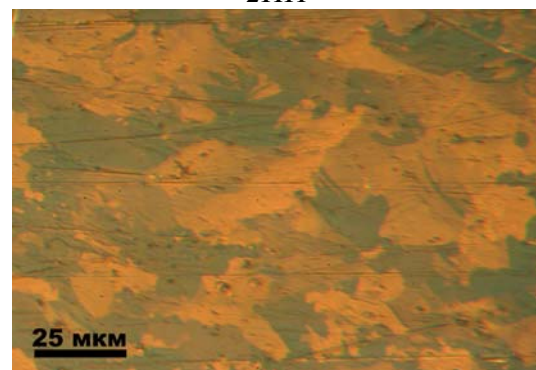
1НН



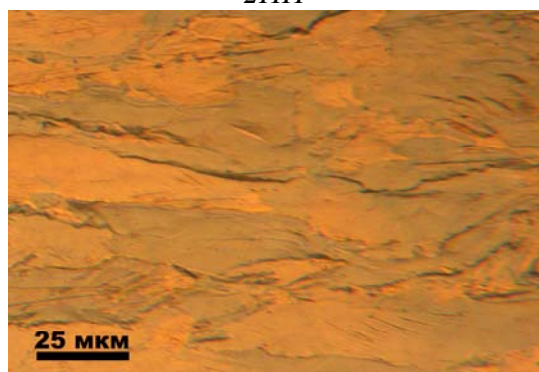
2ПН



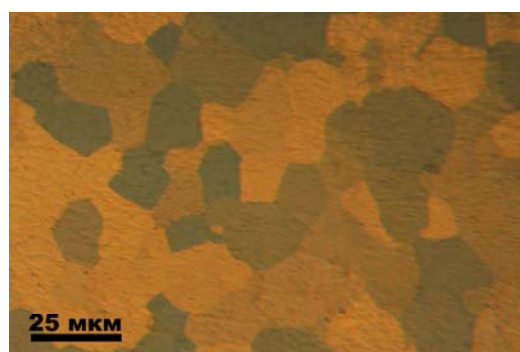
2НН



1НП

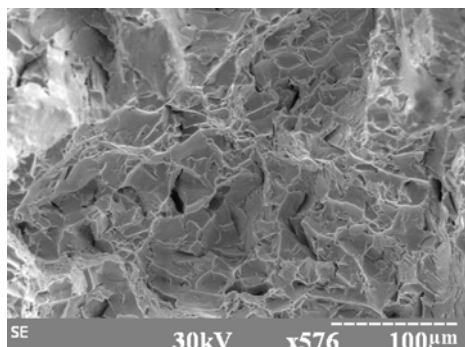


1НП

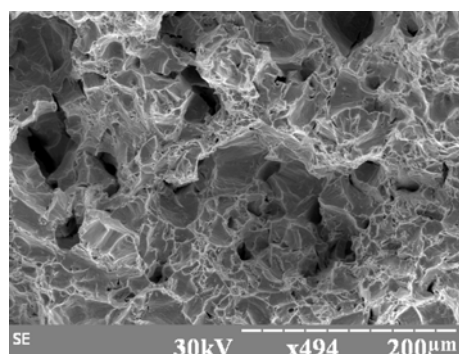


2НП

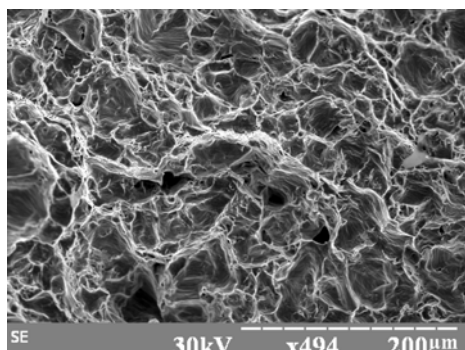
Рис. 4. Микроструктура гафния: 1НН, 1ПН, 1НП - после горячей прокатки; 2НН, 2ПН, 2НП – после отжига при 1173 К в течение 2 ч



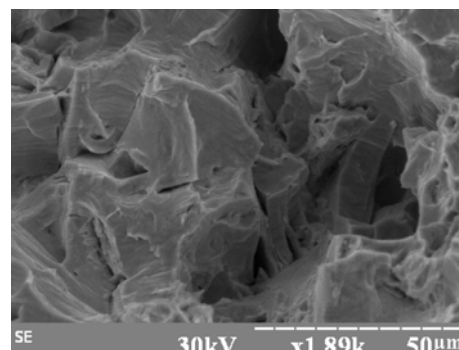
а



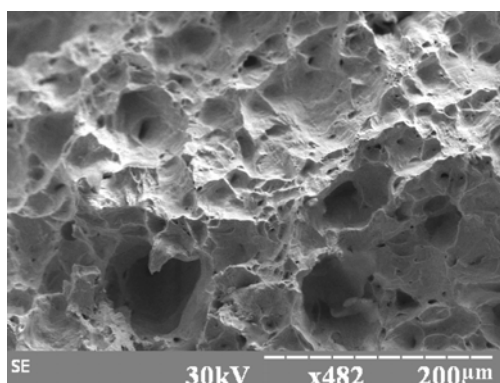
б



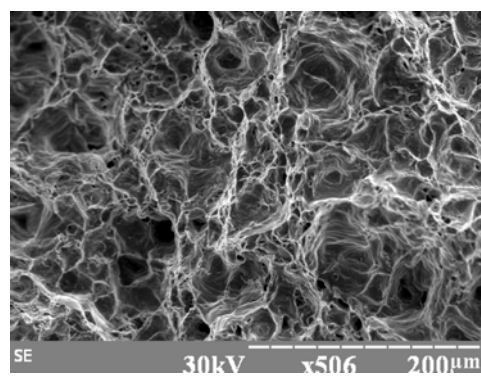
в



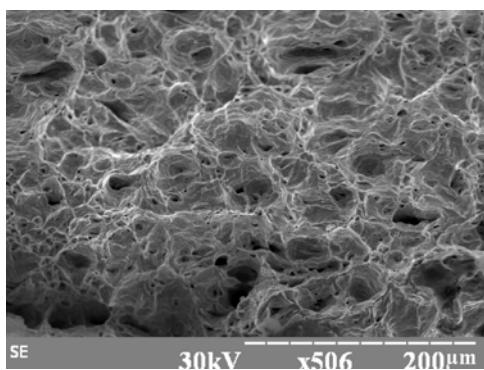
г



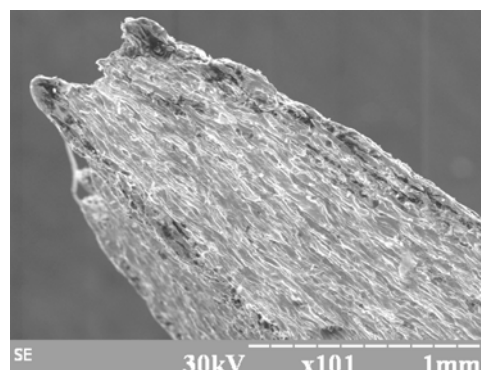
д



е



ж



з

Рис. 5. Поверхности разрушения графитя после деформации растяжением при различных температурах: а - при комнатной температуре; б, в - при температуре 623 К; г - при температуре 723 К; д - при температуре - 823 К; е - при температуре 923 К; ж - при температуре 1000 К; з - боковая поверхность разрушения образца, испытанного при 1000 К

Прямые полные полюсные фигуры для базисной и призматической плоскостей приведены на рис. 6 и 7.

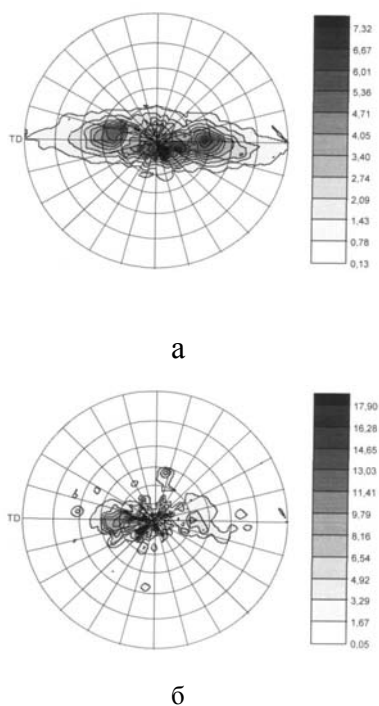


Рис. 6. Полюсные фигуры базиса (0002): а – после горячей прокатки; б - после отжига (1173 К) в течение 2 ч (направление прокатки снизу -вверх)

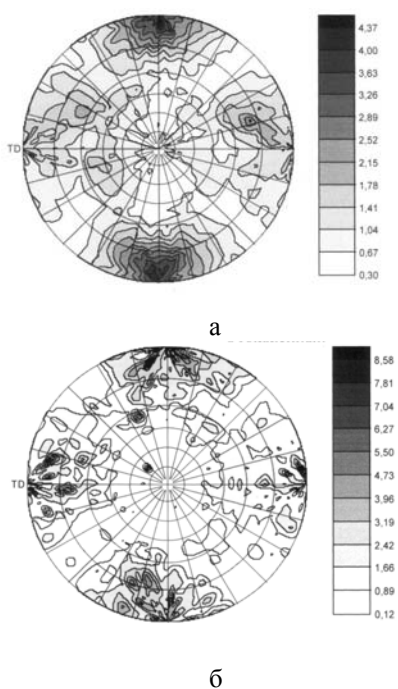


Рис. 7. Полюсные фигуры призмы (10 $\bar{1}0$): а – после горячей прокатки; б - после отжига (1173 К) в течение 2 ч (направление прокатки снизу -вверх)

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При температуре испытаний 300 К (см. рис. 5,а) наблюдается квазихрупкий характер разрушения. Видно, что только некоторые зерна имеют следы пластической деформации. На микроуровне характерным видом разрушения является хрупкий

микроскол. Более подробный анализ этого рисунка показал, что наиболее крупные участки хрупкого скола соответствуют конгломератам наиболее крупных зерен. Это может иметь значение для определения путей повышения технологических характеристик материала.

При температуре испытаний 623 К, с точки зрения характера излома (см. рис. 5,б), обнаружены несущественные изменения по сравнению с температурой 300 К. Разрушение имеет характер квазихрупкого зернограницного микроскола. Следы вязкого разрушения при этой температуре еще полностью отсутствуют. В то же время в отличие от комнатной температуры практически каждая фасетка микроскола уже имеет на своей поверхности линии скольжения, как это видно при большем увеличении (см. рис. 5,в). Такой характер разрушения может быть связан с высокой температурой плавления гафния (2498 К) и, следовательно, с тем, что $T=623$ К является еще сравнительно низкой гомологической температурой ($T/T_{пл}=0,249$). Лишь повышение температуры испытаний до 723 К приводит к появлению элементов вязкого излома в виде ямок, на дне которых в большинстве случаев обнаруживаются те же характерные фасетки хрупкого микроскола (см. рис. 5,г), что и при более низких температурах испытаний.

Повышение температуры испытаний до 823 К приводит также к некоторому повышению характеристик вязкости - снижению доли хрупкого микроскола на дне ямок, повышению их глубины и началу протекания процесса их коалесценции (см. рис. 4,д).

При температуре испытаний 923 К (см. рис. 5,е) фрактограммы излома обнаруживают резкое усиление процесса коалесценции ямок (т.е. роста диаметров ямок за счет поглощения большими более мелких), что должно приводить к некоторому локальному снижению вязкости. На кривой температурной зависимости поперечного сужения этот процесс отражается в замедлении скорости его температурного роста (см. рис. 3, кривая 2).

С повышением температуры испытаний до 1000 К характер разрушения на микроуровне вновь изменяется. Происходит значительное измельчение ямок, их углубление, что следует из сравнения рис.5,е, с рис.5,ж, и, как следствие, – некоторое дополнительное повышение вязкости разрушения и поперечного сужения. Как видно из графика температурной зависимости предела текучести (см. рис. 2, кривая 1), при температурах испытаний выше ~900 К эта зависимость выходит на плато, что свидетельствует об атермическом характере пластического течения материала. При этой же температуре выходит на насыщение и температурная зависимость поперечного сужения материала. На фрактограммах этот процесс соответствует переходу к почти 100% разрушению «на нож» (см. рис. 5,з).

Таким образом, несмотря на то, что в общем случае однозначной связи величины удлинения материала и степени вязкости его излома не

существует, полученные результаты свидетельствуют о том, что величина поперечного сужения доведенного до разрушения образца, как правило, коррелирует со степенью вязкости излома. Именно такой закономерности, в целом, и подчиняется изменение с температурой характера

разрушения плоских образцов гафния, что также можно проиллюстрировать фотографией общего вида испытанных образцов, разложенных в порядке, соответствующем повышению температуры испытаний (рис. 8).

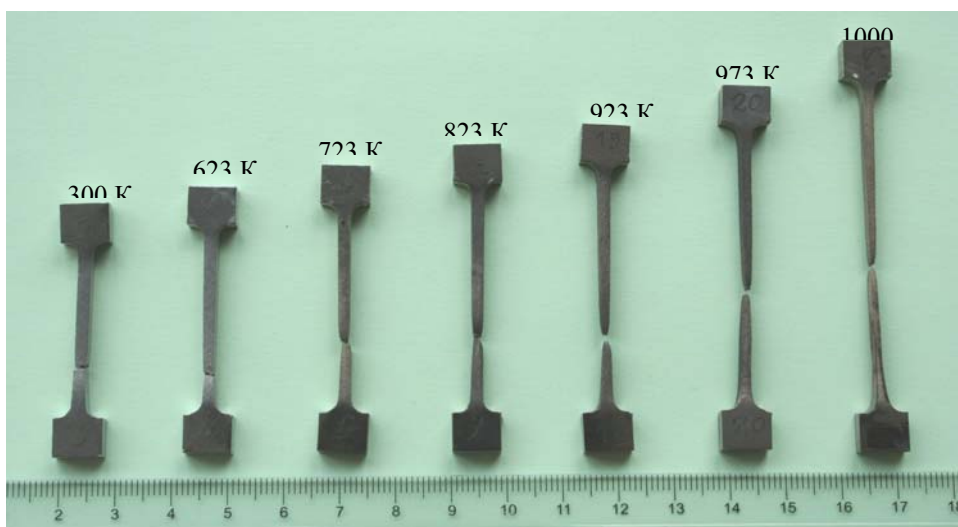


Рис. 8. Вид образцов гафния после механических испытаний при различных температурах

Как видно из рис. 6,а прокатка гафния при 1123 К приводит к развитию типичной для ГПУ металлов текстуры базисно-призматического типа с преобладанием базисной составляющей. Анизотропия в плоскости прокатки достаточно высокая. Плотность полюсов базисных плоскостей имеет угловое рассеивание $\pm 30^\circ$ в направлении прокатки НП, при этом наблюдается максимум плотности интенсивности, смещенный от центра в интервале $0 \dots 15^\circ$. В поперечном направлении полюса базисной плоскости рассеиваются от 0 до 90° и имеют тенденцию преимущественного разворота на $\pm(30 \dots 45)^\circ$, образуя тем самым два максимума, плотность которых несколько ниже. Наличие трех максимумов на полюсной фигуре (0002) говорит о том, что полученная текстура α -фазы гафния может быть результатом действия нескольких систем скольжения, а именно, базисной – центральный максимум, и пирамидальной и призматической – максимумы $\pm(30 \dots 45)^\circ$ в ПН.

На полюсной фигуре ($10\bar{1}0$) (см. рис. 7,а) видно, что максимальная плотность полюсов призматической плоскости ($10\bar{1}0$) расположена в направлении прокатки НП с углом рассеивания $\pm(60 \dots 90)^\circ$. Таким образом, призматические плоскости ГПУ-решетки гафния преимущественно расположены по нормали к плоскости прокатки. Острота текстуры примерно вдвое меньше, чем у базисной плоскости, т.е. в отличие от базисной плоскости призматическая имеет больше вариантов ориентировок.

Из анализа полученных полюсных фигур (0002) и ($10\bar{1}0$) α -фазы гафния следует, что пластина, деформированная прокаткой, имеет высокую текстурную анизотропию, что может быть следствием реализации различных механизмов пластической деформации. Например, деформация

вдоль и поперек направления прокатки как сжатием, так и растяжением осуществляется только скольжением. Для нормального направления активизируется двойниковая мода пластической деформации: при растяжении – по системам $(11\bar{2}1) \langle 10\bar{1}2 \rangle$, а при сжатии – $(11\bar{2}2) \langle 11\bar{2}3 \rangle$. Отжиг образцов гафния при температуре 1123 К в течение 2 ч после горячей деформации приводит к увеличению базисной компоненты и появлению отдельных острых отражений (см. рис. 6,б). Острота текстуры возрастает более чем в два раза. Это связано с тем, что в образцах гафния прошел процесс рекристаллизации, что подтверждают металлографические исследования (см. рис. 4,3). На полюсной фигуре ($10\bar{1}0$) (см. рис. 7, б) видно усиление текстуры и появление отдельных максимумов. Это также свидетельствует о происшедшей рекристаллизации.

ВЫВОДЫ

1. Исследованы механические свойства горячекатаного гафния сорта ГФЭ-1 при деформации растяжением. Получены температурные зависимости прочностных и пластических характеристик материала. Определена анизотропия микротвердости материала относительно различных плоскостей прокатанных листов.

2. Изучена микроструктура пластин гафния после горячей прокатки и после отжига при 1173 К в течение 2 ч в различных сечениях листов. Структура после прокатки свидетельствует о протекании частичной рекристаллизации, тогда как после отжига она становится полностью рекристаллизованной с равноосными зернами. Средний размер зерна после отжига составляет 17 мкм.

3. С помощью растровой электронной микроскопии изучен механизм разрушения гафния в широком интервале температур. Выявлена корреляция между температурой испытаний, характером разрушения образцов и пластическими характеристиками материала.

4. Текстурные исследования листов гафния показали, что прокатка гафния при 1123 К приводит к развитию типичной для ГПУ-металлов текстуры базисно-призматического типа с преобладанием базисной составляющей.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Металлургия гафния* / Под ред. Д.Е. Томаса и Е.Т. Хейса. М.: «Металлургия» 1967, 213 с.
2. В.Д. Рисованный, Е.П. Клочков В.Б. Пономаренко. *Гафний в ядерной технике*. Димитровград, 1993.
3. И.М. Неклюдов, В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, М.Л. Коцарь, А.П. Мухачов. Новая технология производства гафния ядерной чистоты // *Научные ведомости. Серия «Физика» (14)*. Изд-во Белгородского государственного университета. 2001, №1, с. 127-132.
4. А.К. Шиков, О.В. Бочаров. Что может гафний. о состоянии и перспективах его использования // *Металлы Евразии*. 2005, № 5, с. 50-54.
5. B. Laura, Adessio, Ellen K. Ceretta, and George T. Gray // *«Metallurgical and Material Transactions» A*. 2005, v. 36 A, p. 2893-2903.
6. N. N. Pilipenko, I. B. Dolya, P.N. V'yugov, S.D. Lavrinenko, and R.V. Azhazha Mechanical Properties of Hafnium // *Inorganic Materials*. 2006, v. 42, № 6, p. 617-621.
7. В.С. Красноруцкий, В.А. Зук, Н.М. Роеко. Влияние деформации и отжига на структуру и текстуру прутков из кальциетермического гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2005, № 3, с.1 08-114.
8. Т.П. Черняева, В.М. Грицына. Характеристики ГПУ-металлов, определяющие их поведение при механическом, термическом и радиационном воздействии // *Там же*. 2008, № 2, с. 15-27.
9. И.М. Неклюдов, В.М. Ажажа, К.В. Ковтун, А.А. Васильев, Р.В. Ажажа, М.П. Старолат, С.П. Стеценко, К.А. Линдт, В.М. Болков, В.И. Попов, Ю.В. Мочалов. Подготовка производства конструкционных материалов из гафния // *Наука та інновації*. 2009, т. 5, № 2, с. 23-31.
10. Р.В. Ажажа, М.П. Старолат, А.А. Васильев, С.П. Стеценко, В.В. Малёванный, С.В. Ховрич, В.В. Макаренко, С.П. Лысенко, К.В. Ковтун. Влияние отжига на структуру и свойства горячекатаного гафния // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2008, № 1, с. 27 - 30.
11. В.Н. Днепренко, А.М. Кац, Л.М. Лариков, А.М. Обремок, В.В. Петьков. Автоматический комплекс для исследования текстур с расширенными методическими возможностями // *Заводская лаборатория*. 1988, № 12, с. 55-59.

Статья поступила в редакцию 08.10.2009 г.

ДОСЛІДЖЕННЯ МІКРОСТРУКТУРИ, ТЕКСТУРИ І МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ПРОКАТАНОГО ГАФНІЮ

Р.В. Ажажа, А.А. Васильєв, С.П. Стеценко, Л.Н. Чепурна, В.В. Макаренко, Л.С. Ожигів, В.І. Савченко, А.Г. Руденко, І.М. Бутенко, К.В. Ковтун, А.В. Теруков

Досліджені механічні властивості при деформації розтягуванням гарячекатаних пластин гафнію, що виготовлені з металу марки ГФЕ-1. Визначена анізотропія мікротвердості матеріалу на різних площинках прокатаних листів. Вивчена мікроструктура пластин гафнію після прокатки та після відпалу при температурі 1173 К протягом 2 годин. Структура після прокатки свідчить про протікання часткової рекристалізації, тоді як після відпалу вона стає повністю рекристалізованою. За допомогою растрової електронної микроскопії виявлена кореляція між температурою випробувань, характером руйнування зразків та пластичними характеристиками матеріалу. Текстурні дослідження листів гафнію показали, що прокатка гафнію при температурі 1123 К приводить до розвитку типової для ГПУ-металів текстури базисно-призматичного типу з переважанням базисної складової.

INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURE, TEXTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE ROLLED HAFNIUM

R.V. Azhazha, A.A. Vasil'ev, S.P. Stetsenko, L.N. Chepurnaya, V.V. Makarenko, L.S. Ozhigov, V.I. Savchenko, A.G. Rudenko, I.M. Butenko, K.V. Kovtun, A.V. Terukov

Mechanical properties of made from the GFE-1 metal hot-rolled hafnium plates during deformation tension are investigational. The anisotropy of microhardness of material is defined on the different planes of the rolled plates. The microstructure of hafnium plates after rolling and after annealing at the temperature 1173 K during a two clocks is studied. A structure after rolling testifies to flowing of partial recrystallization, while after annealing it becomes fully recrystallizative. Correlation between the temperature of tests, fracture pattern of specimens and plastic characteristics of material by a raster electronic microscopy is disclosed. Texture researches of hafnium plates suggest that hafnium rolling at a temperature 1123 K to results in development typical for HCP metals of base-prismatic type texture with predominance of base component.