

# ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ, КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКУЮ ТЕКСТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Zr-1%Nb

*В.М. Ажажа, О.М. Ивасишин\*, И.Н. Бутенко, П.Е. Марковский\*, Ю.В. Матвейчук\*, А.В. Теруков\**

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

*E-mail: azhazha@kipt.kharkov.ua;*

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

*E-mail: ivas@imp.kiev.ua*

Проведены исследования влияния режимов термомеханической и последующей термической обработок на структуру, фазовый состав, кристаллографическую текстуру и механические свойства сплава Zr-1%Nb, полученного методом двойного вакуумно-дугового переплава. Показано, что деформация при температурах однофазной  $\beta$ -области позволяет существенно измельчить исходное зеренное строение материала. Измельчение внутризеренной микроструктуры можно осуществить деформацией при температурах двухфазной  $\alpha+\beta$ -области. Для получения наиболее однородной и дисперсной микроструктуры перед деформацией при температуре двухфазной  $\alpha+\beta$ -области следует проводить высокотемпературный отжиг при температурах однофазной  $\beta$ -области с последующей закалкой в воде.

## ВВЕДЕНИЕ

В Украине разрабатываются технологии производства изделий из сплава Zr-1%Nb, входящих в состав тепловыделяющих сборок и активных зон атомных реакторов типа ВВЭР [1]. Разработка технологических процессов производства, а также обоснование и прогноз работоспособности циркониевых изделий требуют проведения исследований механизмов и процессов, происходящих при их изготовлении.

Одной из важнейших технологических операций является термомеханическая обработка, режимы и условия которой значительно влияют на структурное состояние и механические свойства сплава.

Поэтому представляет интерес изучение влияния режимов термомеханической обработки на структуру, кристаллографическую текстуру, фазовый состав и механические свойства сплава Zr-1%Nb украинского производства.

## 1. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА

Исследования были проведены на образцах сплава Zr-1%Nb диаметром 30 мм и длиной 60 мм, вырезанных из слитка диаметром 200 мм и высотой 500 мм, полученного методом двойного вакуумно-дугового переплава (ВДП) [2, 3]. На основании анализа литературных данных по методам термомеханической обработки (ТМО) сплавов на основе циркония и титана [4-8], в качестве термомеханической обработки сплава Zr-1%Nb были выбраны следующие три принципиально отличающиеся режима:

1) ТМО1 – поочередное выполнение следующих этапов: а) высокотемпературный отжиг при температуре однофазной  $\beta$ -области (1050 °С, 1 ч) с целью растворить грубую первичную  $\alpha$ -фазу [8] с последующей закалкой в воде и фиксацией мартенсита, б)

последующая деформация при 900 °С с общим обжатием 55% и в) деформация при 800 °С с общим обжатием 58% (суммарная деформация составляла 81%);

2) ТМО2 – прямая прокатка исходного состояния при температуре двухфазной  $\alpha+\beta$ -области (800 °С) с общим обжатием 81%;

3) ТМО3 – прямая прокатка исходного состояния при температурах однофазной  $\beta$ -области (1050 °С) с общим обжатием 81%.

Все приведенные выше ТМО завершались стабилизирующими отжигами: 650 °С, 2 ч и 750 °С, 1 ч.

Прокатка исходных образцов производилась в «ручьевых» валах.

Нагрев под прокатку проводился в атмосферной печи, последующий стабилизирующий отжиг – в вакуумной печи при остаточном давлении  $10^{-3}$  Па.

Микроструктуру исследовали стандартным металлографическим методом на оптическом микроскопе Olympus LX70. Фазовый состав анализировали на рентгеновском дифрактометре STADI. Механические свойства на растяжение измеряли на цилиндрических образцах диаметром рабочей части 4 мм согласно стандарту ASTM E8-7a на разрывной машине INSTRON 3367 после всех трех видов ТМО. Отдельно на примере ТМО1 было исследовано влияние завершающих отжигов на механические характеристики сплава.

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### 2.1. Макро-, микроструктура, фазовый состав и текстура

**2.1.1. Исходное состояние.** Макроструктура образцов в исходном состоянии представляла собой крупные столбчатые зерна, шириной до одного и длиной более нескольких сантиметров, расположен-

ные под углом примерно  $10^\circ$  к вертикальной оси слитка (рис. 1,а)\*.

Микроструктура сплава в исходном состоянии имела крупнопластинчатый колониальный вид (см. рис. 1,б), в котором толщина отдельных пластин  $\alpha$ -фазы достигала 4...5 мкм. По границам бета-зерен наблюдали оторочку из альфа-пластин несколько большей толщины.

**2.1.2. Состояние после ТМО1.** Микроструктура сплава после первого этапа обработки ТМО1 – заковки в воде после высокотемпературного отжига ( $1050^\circ\text{C}$ , 1 ч), представленная на рис. 2,а, и имела типичный [9] для малолегированных циркониевых сплавов вид крупных пакетов мартенситных кристаллов, внутреннее строение которых не проявляется травлением. При последующей прокатке при  $900^\circ\text{C}$  внутренняя структура пакетов мартенсита проявилась, и микроструктура деформированного сплава имела вид крупных пакетов, состоящих из сравнительно дисперсных, толщиной не более 1...2 мкм, пластин  $\alpha$ -фазы (см. рис. 2,б, в). Последующая прокатка при  $800^\circ\text{C}$  (см. рис. 2,г,д) привела к заметному измельчению пластин  $\alpha$ -фазы, наблюдаемому как в продольном, так и поперечном направлениях (ср. рис. 2,б и 2,в с рис. 2,г и 2,д). Особо следует отметить высокую однородность микроструктуры сплава после ТМО по данной схеме.

Рентгеновский фазовый анализ состояния, полученного после ТМО1, показал, что материал, главным образом, состоит из ГПУ  $\alpha$ -фазы, однако также наблюдалось и некоторое на пределе чувствительности метода количество второй  $\beta$ -фазы (рис. 3).

Текстурный анализ показал формирование типичной для прокатки при температурах верхней части двухфазной  $\alpha+\beta$ -области [10] кольцевой призматической текстуры ГПУ  $\alpha$ -фазы (рис. 4,а), считающейся наиболее благоприятной для применения в изделиях ядерной энергетики [11].

Проведение завершающих стабилизирующих отжигов при  $650^\circ\text{C}$ , 2 ч и  $750^\circ\text{C}$ , 1 ч не внесло принципиальных изменений в фазовый состав и текстуру материала. Можно только отметить, что после отжига при более высокой температуре и без того слабые рефлексы  $\beta$ -фазы не наблюдались. Изменения микроструктуры были заметнее (рис. 5,а,б). Так, например, после отжига при  $650^\circ\text{C}$  проявились области между пластинами  $\alpha$ -фазы, которые имели более тонкое строение и состояли, вероятно, из смеси вторичной  $\alpha$ -фазы и некоторого количества  $\beta$ -фазы (см. рис. 5,а). Повышение температуры отжига до  $750^\circ\text{C}$  привело к уменьшению размеров и объемной доли таких областей (см. рис. 5,б). В целом же после обоих видов отжига микроструктура выглядит достаточно однородной и дисперсной, что позволяет заключить, что ТМО1 в сочетании с последующим стабилизирующим отжигом является действенным способом преобразования исходной грубой литой структуры сплава Zr-1%Nb.

**2.1.3. Состояние после ТМО2.** Микроструктура сплава Zr-1%Nb, формируемая при ТМО2 (прямая прокатка при температуре двухфазной  $\alpha+\beta$ -области),

(рис. 6) характеризовалась одновременным наличием двух типов областей: содержащих включения грубопластинчатой  $\alpha$ -фазы (см. рис. 6,а) и имевших достаточно однородное мелкопластинчатое строение (см. рис. 6,б). Завершающие отжиги по тем же режимам, что и после ТМО1, не привели к существенному изменению микроструктуры (см. рис. 6,в-е). Области, содержащие достаточно крупные частицы  $\alpha$ -фазы, которые неизбежно будут служить структурными элементами, значительно ухудшающими служебные характеристики материала, наблюдали как после отжига при  $650^\circ\text{C}$ , 2 ч (см. рис. 6,в), так и после  $750^\circ\text{C}$ , 1 ч (см. рис. 6,д). Отдельно можно отметить, что после ТМО2, именно в областях с аномально крупной  $\alpha$ -фазой, удалось различить при оптических увеличениях внутреннее строение микрообъемов, располагающихся между частицами первичной  $\alpha$ -фазы. Они имели типичное строение смеси мелкопластинчатых  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз (см. рис. 6,д). Фазовый состав (см. рис. 3,б) и кристаллографическая текстура (см. рис. 4,б) сплава как после ТМО2, так и после отжига были аналогичными тем, что формировались после ТМО1.

**2.1.4. Состояние после ТМО3.** Микроструктура сплава Zr-1%Nb после ТМО3 (прямая прокатка при температуре однофазной  $\beta$ -области) (рис. 7) характеризовалась неравноосными вытянутыми вдоль направления прокатки достаточно крупными ( $D_\beta \sim 200 \dots 500$  мкм)  $\beta$ -зернами, которые, однако, имели значительно меньший размер по сравнению с исходным литым состоянием ( $D_\beta \sim 2 \dots 5$  см), что свидетельствует о прохождении динамической рекристаллизации. Внутриверенная структура была типичной для прокатки при температурах выше температуры окончания полиморфного превращения [11] пластинчатого типа, формируемого в процессе  $\beta \rightarrow \alpha(+\beta)$ -превращения (рис. 7,б,в). Иначе говоря, ТМО3 способствует измельчению зеренной структуры сплава, тогда как для измельчения внутриверенной микроструктуры деформация при температурах однофазной  $\beta$ -области не эффективна. Вследствие этого можно заключить, что подобная обработка может использоваться только в качестве предварительной, имеющей своей целью измельчение исходной литой крупнозернистой структуры, тогда как для трансформации пластинчатой внутриверенной микроструктуры необходимо применять деформацию при температурах  $\alpha+\beta$ -области.

Рентгеновский фазовый анализ показал, что количество  $\beta$ -фазы в материале после такой прокатки также весьма незначительно (см. рис. 3,в). Текстурный анализ показал формирование принципиально иного по сравнению с режимами ТМО1 и ТМО2 типа кристаллографической текстуры (см. рис. 3,в), характерного для наличия небольшого количества хаотично ориентированных крупных зерен. Проведение завершающих отжигов практически не отразилось ни на микроструктуре, ни на фазовом составе и текстуре сплава, подвергнутого ТМО3.

## 2.2. Механические свойства

Полученные механические свойства на растяжение сплава Zr-1%Nb после всех трех видов ТМО

\* Все рисунки даны в приложении к статье.

приведены в таблице. Видно, что сплав в состояниях после ТМО1 и ТМО2 характеризуется довольно высоким уровнем прочности, при этом разница между пределом упругости и пределом прочности составляет 112 и 170 МПа, соответственно. Это говорит о том, что обработка по режиму ТМО1 способствовала накоплению большого количества деформационных дефектов, тогда как после ТМО2 сплав имел больший ресурс деформационного упрочнения (ср. значения показателя деформационного упрочнения  $n$ ). Также высокие и все характеристики пластичности: равномерное и общее удлинение, относительное сужение. Состояние после режима ТМО3 характеризовалось заметным снижением пластичности при сохранении уровня прочности, что можно объяснить формированием более крупных зерен (ср. рис. 2 с рис. 7). Заметнее оказалось влияние режима ТМО на напряжение разрушения  $S_{кв}$ , которое изменялось от 909 МПа в случае ТМО1 до 615 МПа в случае ТМО3, т. е. в 1,5 раза! Объяснение этому факту можно найти, анализируя данные фраттографических исследований (рис. 8). Для образцов, подвергавшихся деформации при температурах двухфазной  $\alpha+\beta$ -области (т.е. ТМО1 и ТМО2), поверхность разрушения имела типичный для вязкого разрушения ямочный рельеф (см. рис. 8,а и б), тогда как после деформации в однофазной  $\beta$ -области (ТМО3), наряду с участками вязкого разрушения, наблюдались также участки, где разрушение происходило путем квазихрупкого сдвига (см.

рис. 8,в) по пластинам, расположенным на границах  $\beta$ -зерен, или по наиболее грубым пакетам  $\alpha$ -фазы.

Применение стабилизирующего отжига при 750 °С, оказавшего заметное влияние на микроструктуру сплава, подвергнутого ТМО1 (см. рис. 5), практически не изменило его механических свойств на растяжение: прочность снизилась всего на 4...8 МПа (за исключением напряжения разрушения), что находится в пределах ошибки измерения, а среди пластических свойств несколько увеличилось только равномерное удлинение.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные исследования влияния термомеханической и последующей термической обработок на структуру, фазовый состав, текстуру и механические свойства на растяжение сплава Zr-1%Nb, выплавленного методом двойного ВДП, показали, что:

- деформация при температурах однофазной  $\beta$ -области позволяет существенно измельчить исходное грубое зеренное строение материала;
- измельчение внутризеренной  $\alpha+\beta$ -микроструктуры можно осуществить деформацией при температурах двухфазной  $\alpha+\beta$ -области;
- для получения наиболее однородной и дисперсной микроструктуры перед деформацией при температурах двухфазной  $\alpha+\beta$ -области следует проводить высокотемпературный отжиг при температурах однофазной  $\beta$ -области (с целью растворения исходных грубых включений альфа-фазы) с последующей закалкой в воде, либо быстрым охлаждением.

Механические свойства на растяжение сплава Zr-1%Nb после исследуемых обработок

Состояние	Механические характеристики						
	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$S_{кв}$ , МПа	$n$	$\delta_{равн.}$ , %	$\delta_{общ.}$ , %	$\psi$ , %
1. ТМО1	344	456	909	0,099	12,6	31,5	64,5
2. ТМО1 + 3. 750 °С, 1 ч	340	448	868	0,097	14,0	31,6	64,5
4. ТМО2	316	486	795	0,133	13,8	29,5	55,1
5. ТМО3	365	477	615	0,131	6,8	19,6	47,4

## ЛИТЕРАТУРА

1. В.М. Ажажа, Б.В. Борц, І.М. Бутенко та інш. Виробництво партії трубних заготовок трекс-труб та виготовлення дослідно-промислової партії твельних труб зі сплаву Zr1%Nb із вітчизняної сировини // *Наука та інновації*. 2006, т.2, №6, с. 18-30.
2. В.М. Ажажа, А.Ф. Балков, Б.В. Борц и др. Вакуумно-дуговой способ получения трубной зотовки из сплава Zr1%Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия ФРП и РМ*. 2005, №5(88), с. 110-114.
3. В.М. Ажажа, И.Н. Бутенко, Б.В. Борц и др. Сплав Zr1%Nb для атомной энергетики Украины // *Ядерная физика та енергетика*. 2007, № 3(21), с. 67-75.
4. Н.Ф. Аношкина, М.З. Ерманюк. *Полуфабрикаты из титановых сплавов*. М.: "Металлургия", 1996, с. 581.
5. С.Г. Глазунов, В.Н. Моисеев. *Конструкционные титановые сплавы*. М.: "Металлургия", 1969, с. 348.
6. Е.А. Борисова, Г.А. Бочвар, М.Я. Брун и др. *Металлография титановых сплавов*. М.: "Металлургия", 1980, с. 464.
7. А.К. Шиков, В.М. Аржакова, В.В. Рождественский. Современное состояние производства циркониевых сплавов // *Титан*. 2005, №1, с. 34-39.
8. Патент України № 22693. Спосіб термомеханічної обробки високоміцних титанових сплавів / О.М. Івасишин, П.Є. Марковський, О.Г. Моляр, Ю.В. Матвійчук, А.В. Теруков // *Бюл. «Промислова власність»*, 2007, №5.
9. С.А. Luke, R. Taggart, D.H. Polonis. The metastable constitution of quenched titanium and zirconium base binary alloys // *Trans. ASM*. 1964, v.57, №1, p. 142-151.
10. G. Lutjering. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ( $\alpha+\beta$ ) titanium alloys // *Mat. Sci. & Eng*. 1998, v. A243, p. 32- 45.
11. Д. Дуглас. *Металловедение циркония* / Пер. с англ. М.: "Атомиздат", 1975, с. 360.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

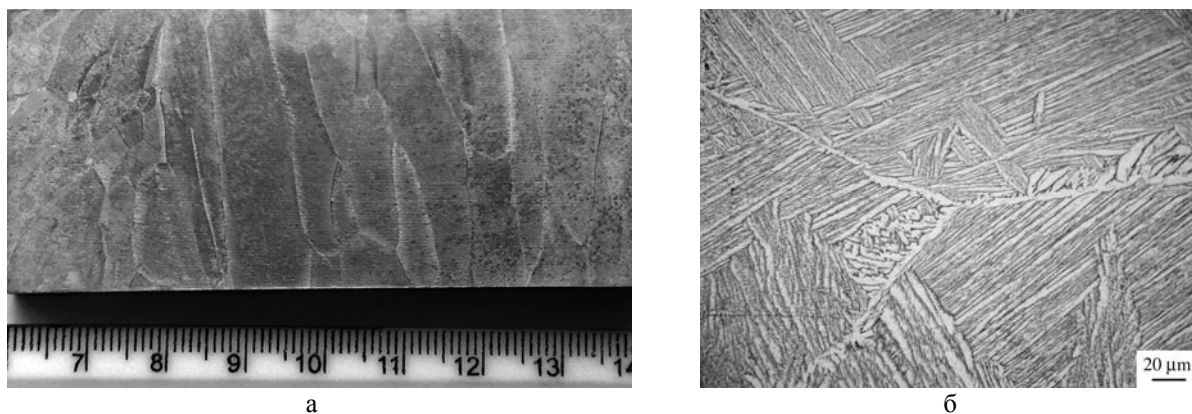


Рис. 1. Макро- (а) и микроструктура (б) сплава Zr-1%Nb в исходном состоянии

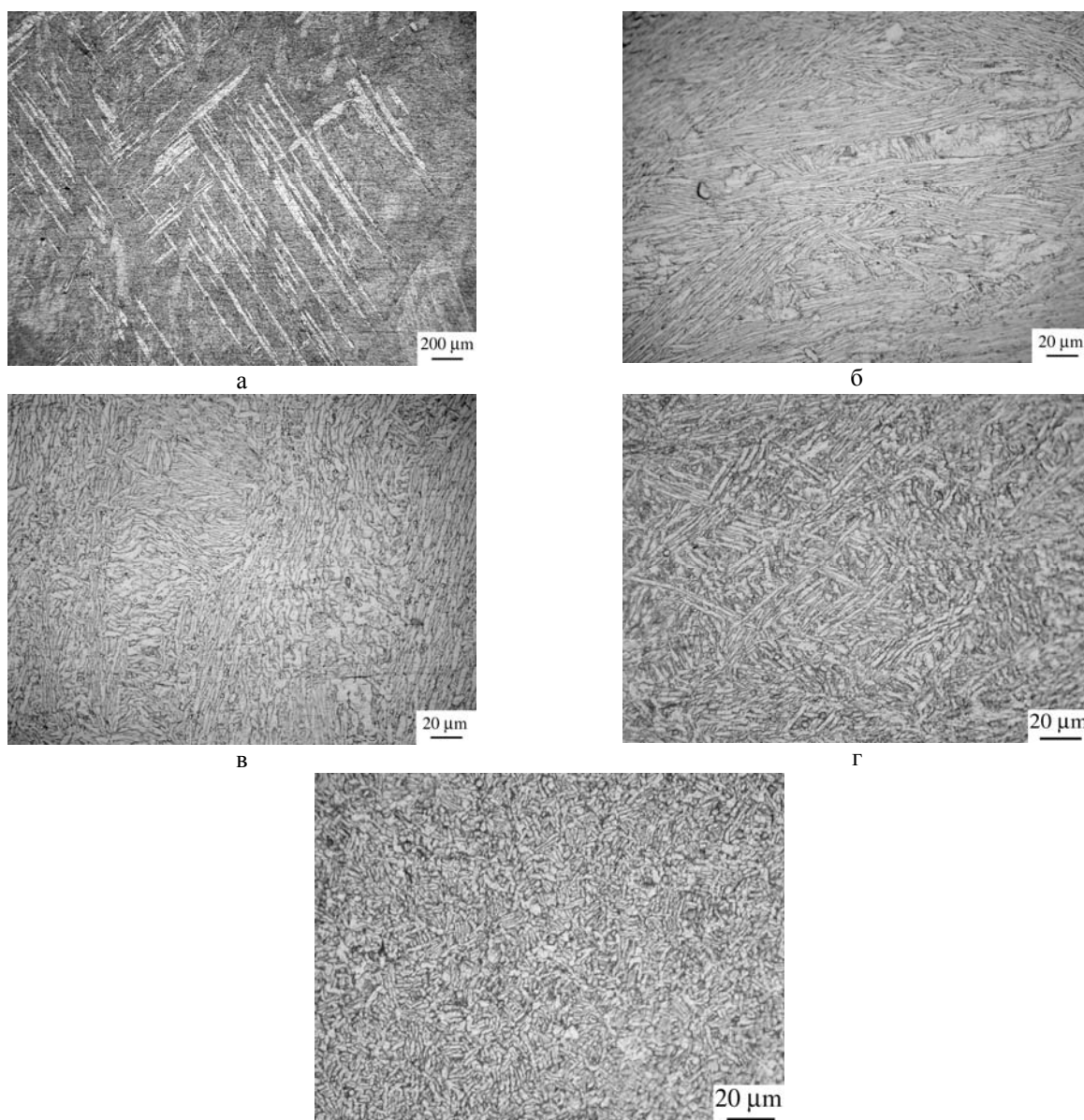
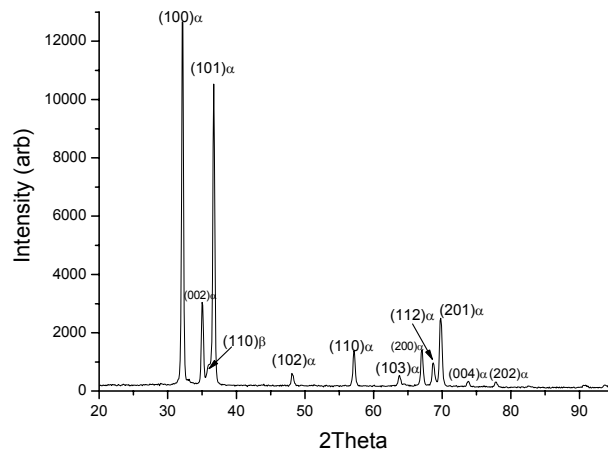
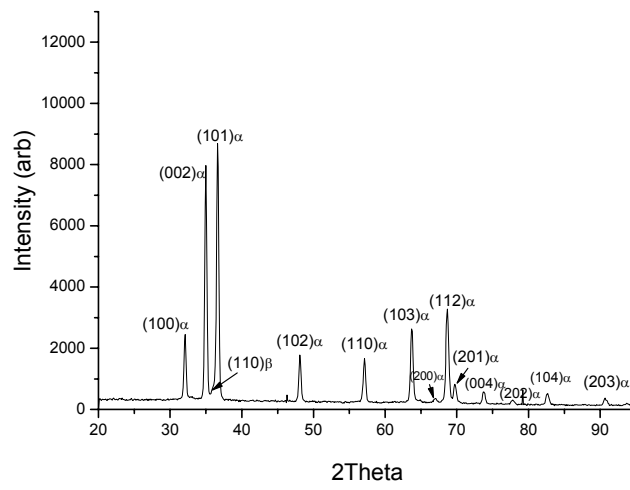


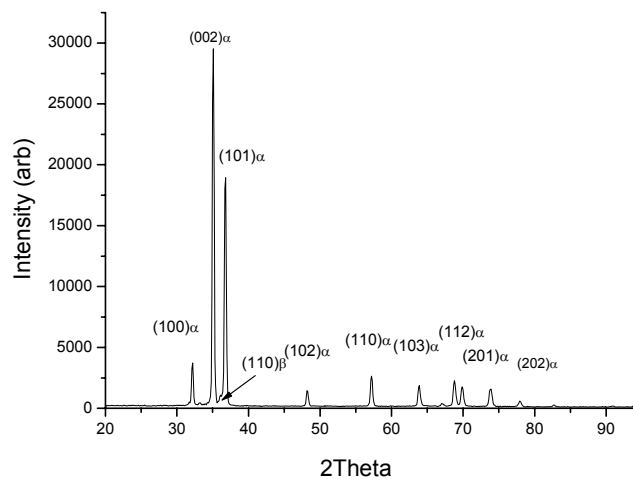
Рис. 2. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после различных этапов ТМОI: а - после закалки в воде от 1050 °C (1 ч); б, в - после прокатки при 900 °C на 55%; г, д - при 800 °C на 58%. Шлиф сделан вдоль направления (б, г); поперек направления прокатки (в, д)



a



б



в

Рис. 3.  $\theta$ - $2\theta$  дифрактограммы сплава Zr-1%Nb в состоянии после: TMO1 (а); TMO2 (б); TMO3 (в)

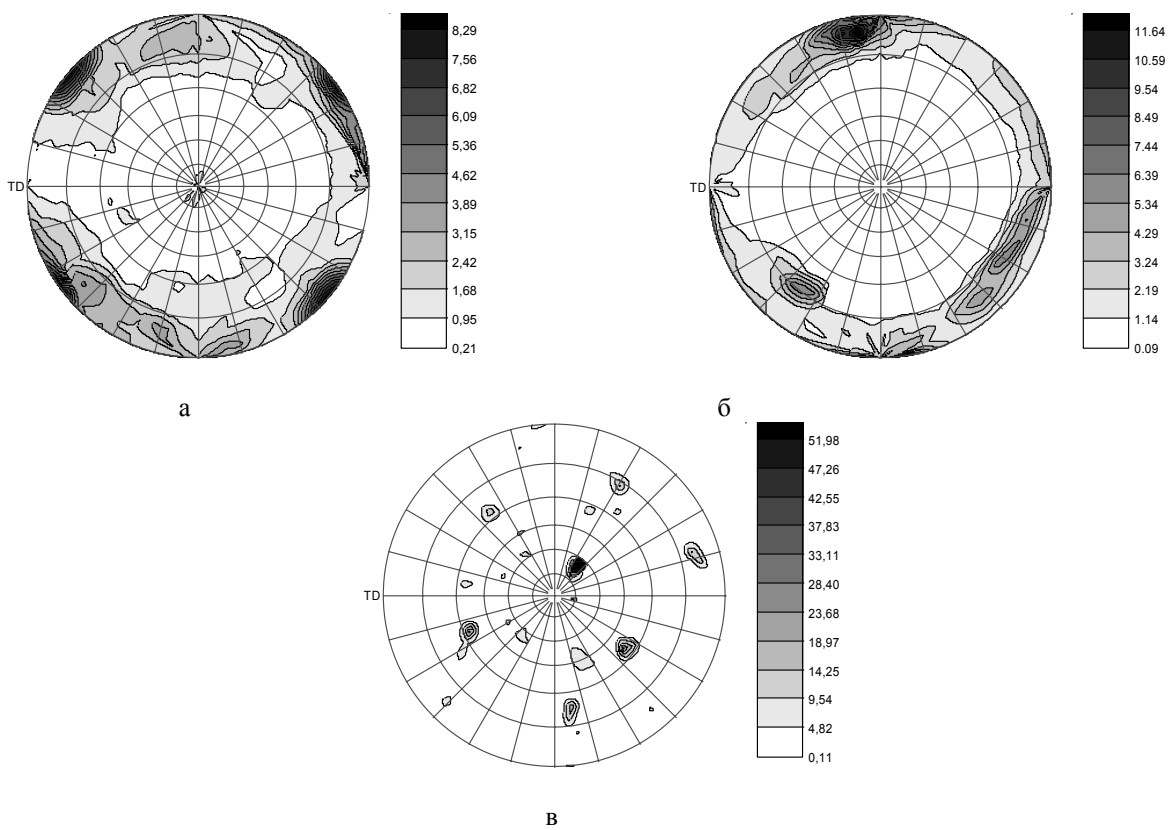


Рис. 4. Полюсные фигуры (0002) альфа-фазы сплава Zr-1%Nb после: - TMO1 (а); TMO2 (б); TMO3 (в)

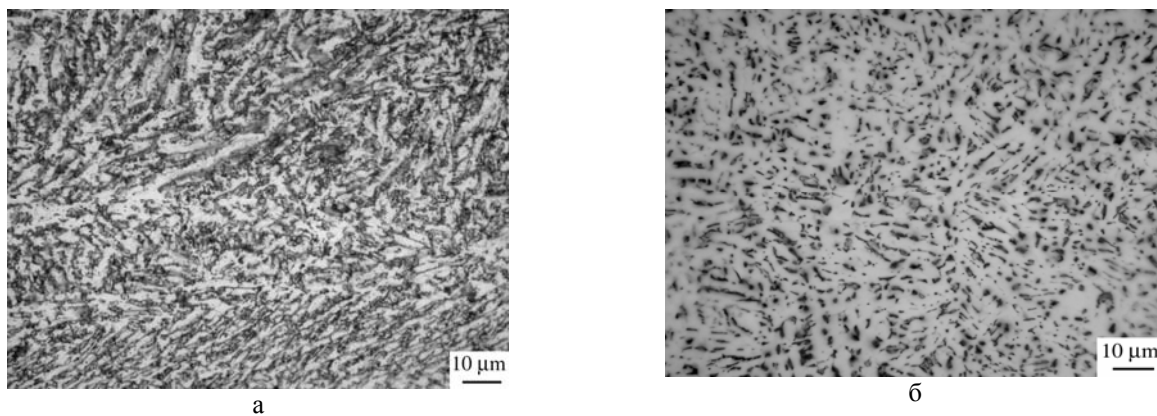


Рис. 5. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после TMO1 и заключительных отжигов: 650 °C, 2 ч (а); 750 °C, 1 ч (б)

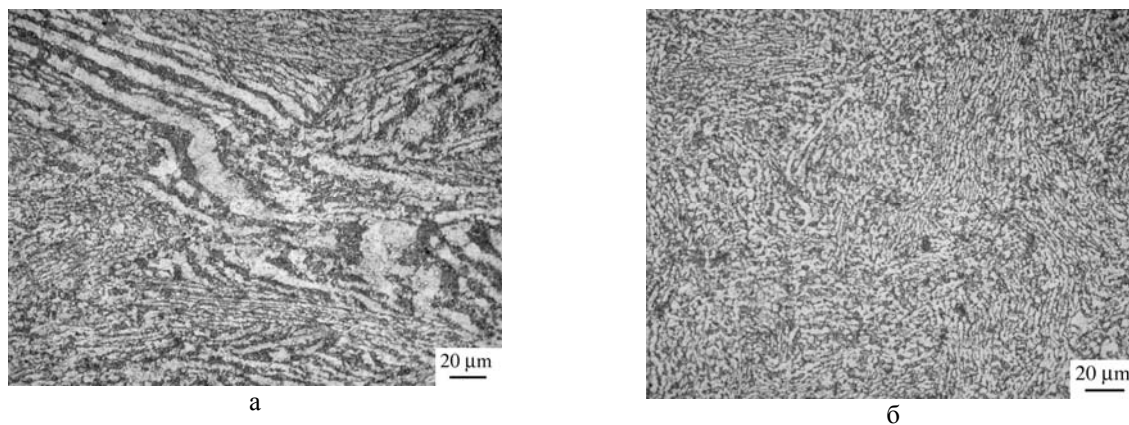


Рис. 6. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после: TMO2 (прямая прокатка литого состояния при 800 °C на 81%) (а, б)

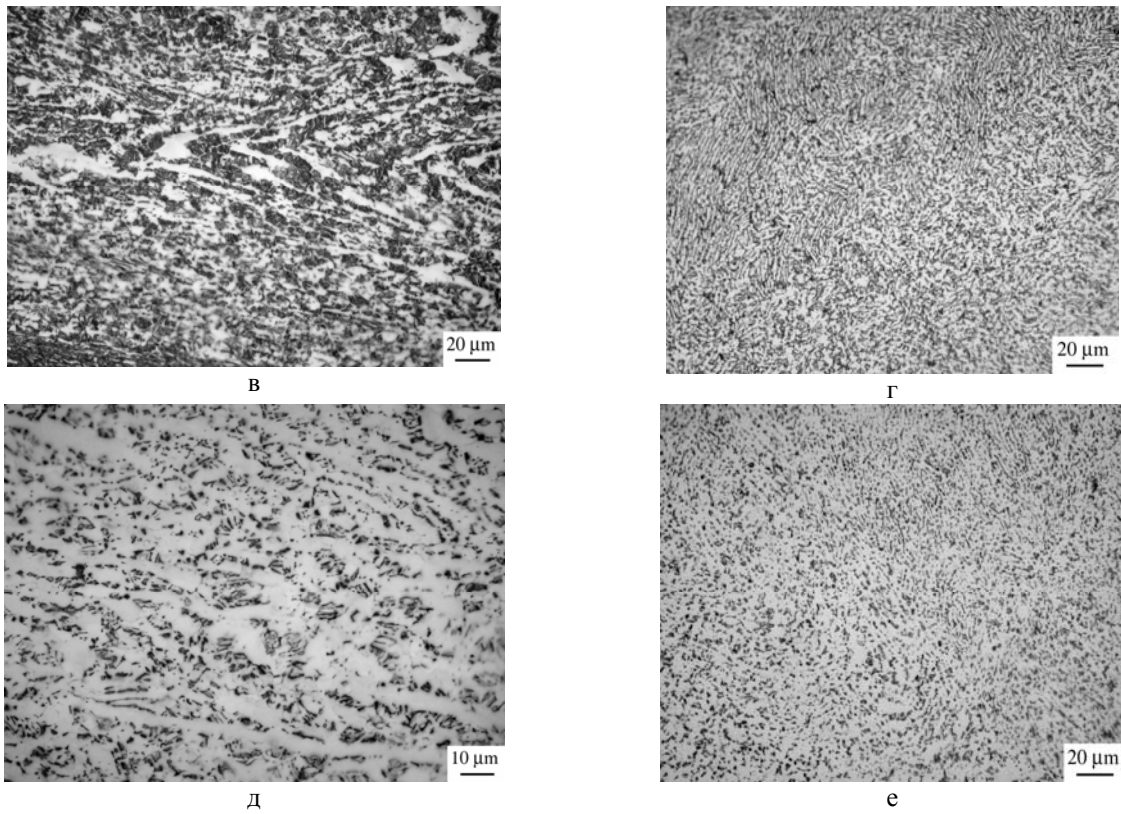


Рис. 6. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после: последующего отжига при 650 °С, 2 ч (в, г); отжига при 750 °С, 1 ч (д, е). Шлиф сделан: вдоль направления прокатки (а, в, д); поперек направления прокатки (б, г, е)

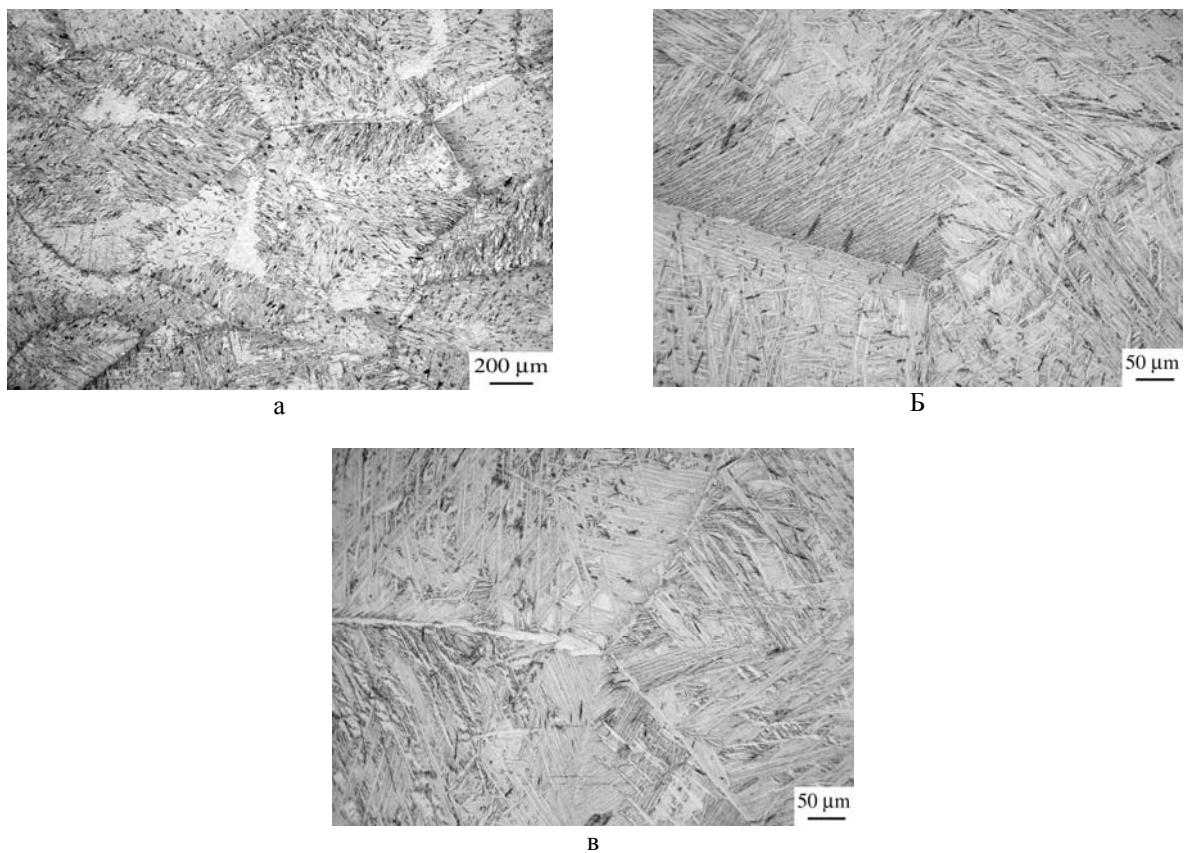


Рис. 7. Микроструктура сплава Zr-1%Nb после ТМОЗ (прямая прокатка литого состояния при 1050 °С на 81%). Шлиф сделан: вдоль направления прокатки (а, б); поперек направления прокатки (в)



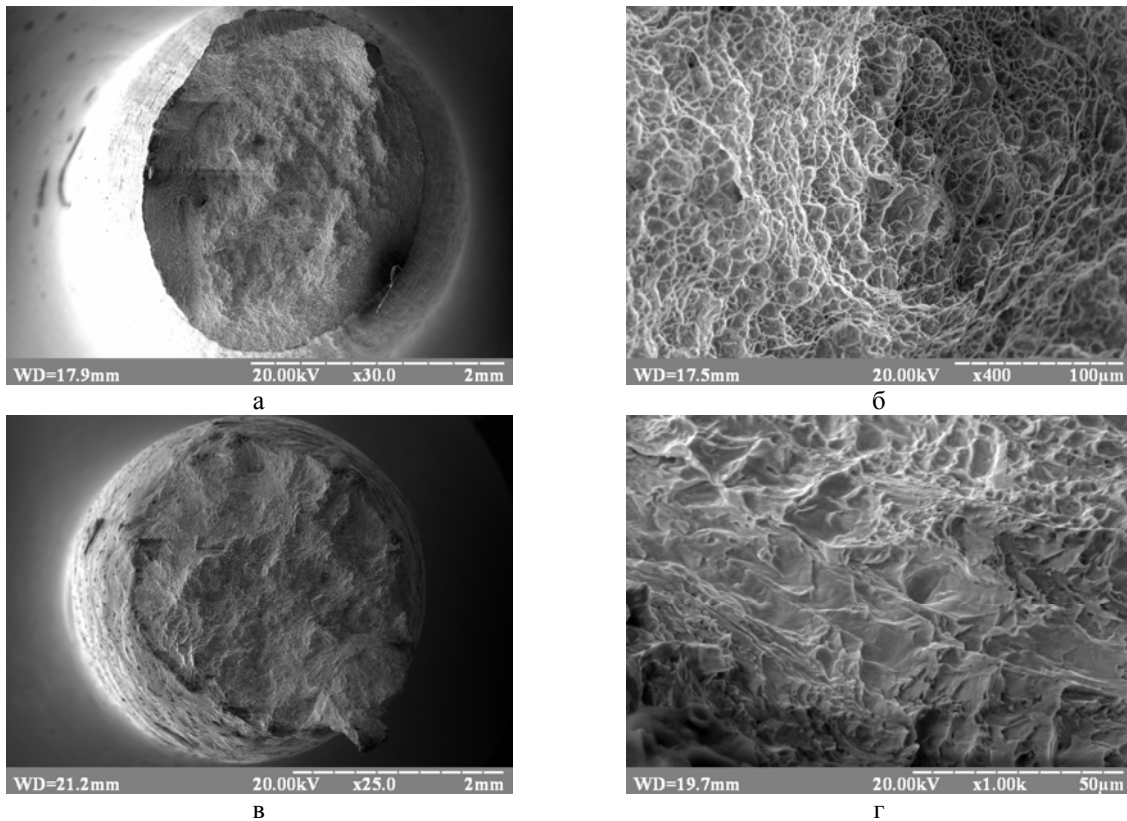


Рис.8. Типичные изломы образцов, испытанных на растяжение: после ТМО1 (а, б); после ТМО3 (в, з)

Статья поступила в редакцию 09.10.2009 г.

## ВПЛИВ РЕЖИМІВ ТЕРМОМЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ НА СТРУКТУРУ, КРИСТАЛОГРАФІЧНУ ТЕКСТУРУ ТА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛАВУ Zr-1%Nb

*В.М. Ажажа, О.М. Івасішин, І.М. Бутенко, П.Є. Марковський,  
Ю.В. Матвійчук, А.В. Теруков*

Проведені дослідження впливу режимів термомеханічної та подальшої термічної обробки на структуру, фазовий склад, кристалографічну текстуру та механічні властивості сплаву Zr-1%Nb, який отримано методом подвійного вакуумно-дугового переплавлення. Показано, що деформація при температурах однофазної  $\beta$ -області дозволяє здійснити подрібнення вихідної зернинної будови матеріалу. Подрібнення внутрішньої зернинної мікроструктури здійснюється деформацією при температурах двофазної  $\alpha+\beta$ -області. Для отримання найбільш однорідної та дисперсної мікроструктури перед деформацією при температурі двофазної  $\alpha+\beta$ -області необхідно проводити високотемпературний відпал при температурах однофазної  $\beta$ -області з подальшим загартовуванням у воду.

## INFLUENCE OF THERMOMECHANICAL TREATMENT REGIMS ON STRUCTURE, CRYSTALLOGRAFICAL TEXTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Zr-1%Nb ALLOY

*V.M. Azhazha, O.M. Ivasishyn, I.M. Butenko, P.E. Markovskij,  
Yu.V. Matviychuk, A.V. Terukov*

The researches of influence thermomechanical treatment regimes and following thermal treatment on structure, phase composition, texture and mechanical properties of Zr-1%Nb alloy, obtained by double vacuum-arc melting, were carry out. It was shown that the deformation at temperatures of one-phase  $\beta$  field allow essential crushing of initial grain structure alloy. The crushing of inside-grains microstructure can be realized of deformation at temperatures of two-phases  $\alpha+\beta$  fields. For reception the most homogeneous and small-grain microstructure it is necessary to carry out the high temperaturat annealing at temperatures one-phase  $\beta$  field with following water quenching before deformation at temperatures of two-phases  $\alpha+\beta$  fields.