

# РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫХ СТАДИЙ ТЕРМООБРАБОТКИ НА ТЕКСТУРУ И МИКРОСТРУКТУРУ ЗАКАЛЁННОГО СПЛАВА Zr-2,5%Nb

*Д.Г. Малыгин\**, *В.В. Корнеева\*\**, *В.М. Грицина\*\**, *Т.П. Черняева\*\**,  
*Е.А. Михайлов\*\**, *А.П. Редкина\*\**

*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий ННЦ ХФТИ,  
\*\*Научно-технический комплекс «Ядерный топливный цикл» ННЦ ХФТИ,  
Харьков, Украина; E-mail: gritsina@kipt.kharkov.ua; тел. (057)335-37-49*

Проведены рентгеновские исследования влияния кратковременной выдержки в двухфазной  $\alpha+\beta$ -области образцов, вырезанных из канальной трубы (сплав Zr-2,5%Nb), на текстуру и микроструктуру сплава, образующуюся в результате последующей закалки при температуре 980 °С. Опробован новый подход в исследовании дислокационной структуры по форме линии отражения. На его основе произведено разделение типов дислокаций и определение уровня и природы межзёренных искажений. Обоснованы расхождения значений плотности дислокаций, рассчитанных новым методом и по методологии Вильямсона-Смоллмена. Отмечается, что температура выдержки в двухфазной  $\alpha+\beta$ -области влияет на микроструктуру сплава неоднозначно, а термические напряжения при скоростях нагрева  $\sim 100$  °С/с не являются главным фактором текстурообразования.

## ВВЕДЕНИЕ

В работе [1] показано, что скоростная высокочастотная закалка (СВЧ-закалка) промышленных циркониевых труб из сплава Zr-2,5%Nb, заключающаяся в высокоскоростном нагреве до области существования  $\beta$ -фазы и последующей закалки, позволяет не только разрушить исходную кристаллографическую текстуру, но и сформировать требуемую. Многочисленные экспериментальные исследования позволили установить, что основными факторами, определяющими формирование текстуры при  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ -превращении, являются исходная текстура, внешние и внутренние напряжения и скорость нагрева под закалку. Показано, что коренные преобразования при таком превращении претерпевает текстура типа *A*, характеризующаяся низкой плотностью базисных полюсов и выстраиванием кристаллографических направлений  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  в продольном направлении трубы. Текстура типа *D* – высокая плотность полюсов (0002) в этом направлении – в таких условиях не преобразуется. Предполагается, что причиной этого является более низкий уровень микроструктурных напряжений, возникающих при нагреве материала.

Установлено, что для достижения в сплаве Zr-2,5%Nb с текстурой типа *A* квазиизотропной мелкозернистой структуры (с длиной и шириной  $\alpha$ -пластин  $\sim 1$  мкм) скорость нагрева до  $\beta$ -области должна быть не ниже 100 °С/с. При средних скоростях ( $\sim 20$  °С/с) нагрева сплава с текстурой типа *A* образование квазиизотропной структуры происходит под действием внешних растягивающих напряжений выше 2,5 МПа.

Таким образом, к факторам, значительно влияющим на формирование текстуры сплава в процессе  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ -превращения, можно, в частности, отнести термические напряжения анизотропии (напряжения, обусловленные анизотропией терми-

ческого расширения смежных зерен). Согласно оценкам, проведенным для поликристаллического циркония [2], максимум таких напряжений при нагреве материала до температуры 850 °С достигает  $\sim 240$  МПа, что при данной температуре превышает предел текучести материала. Эффект такого рода имеет место, в частности, при термообработке труб из циркониевых сплавов и дополняется наличием кольцевых напряжений, а также напряжений, обусловленных различием кристаллической структуры и процессом фазового превращения сосуществующих фаз.

Данная работа направлена на исследование влияния структурно-фазового состояния сплава Zr-2,5%Nb, сформированного в двухфазной области, на его микроструктуру и текстуру после закалки, в том числе на выяснение роли термических напряжений в формировании микроструктуры и разрушении текстуры сплава путём высокоскоростной фазовой его перекристаллизации [1].

С этой целью достигалось снижение уровня термических напряжений путём введения в процесс обработки промежуточной стадии отжига в температурной области двухфазного состояния. Использование образцов с формой, отличной от кольцевой, позволяет также исключить кольцевые напряжения, свойственные трубным заготовкам.

Исследования текстуры и микроструктуры проведено рентгеноструктурными методами. Одна из задач исследования заключалась в опробовании нового метода анализа межзёренной и дислокационной природы искажений микроструктуры закалённого сплава.

## 1. МАТЕРИАЛ И ТЕРМООБРАБОТКА

Исходное состояние сплава Zr-2,5%Nb соответствует состоянию поставки канальной трубы (финишный отжиг при 540 °С в течение 5 ч), в котором труба имеет сильно выраженную текстуру *A*-типа:

низкая плотность полюсов (0001) и выстраивание направлений  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  в продольном направлении трубы.

Термообработка проведена на образцах, имеющих форму полос шириной 15 мм и длиной 165 мм, вырезанных в продольном направлении канальной трубы ( $\varnothing 88 \times 4$  мм; сплав Zr-2,5%Nb).

Термообработка образцов проведена на установке «Термошок». Нагрев осуществлялся путем прямого пропускания электрического тока. Скорость нагрева составила 100...150 °C/с. Последующая закалка образцов в воду приводила к охлаждению со скоростью ~500 °C/с. Температуру измеряли пирометром «Кельвин» и тепловизором «Fluke Ti45».

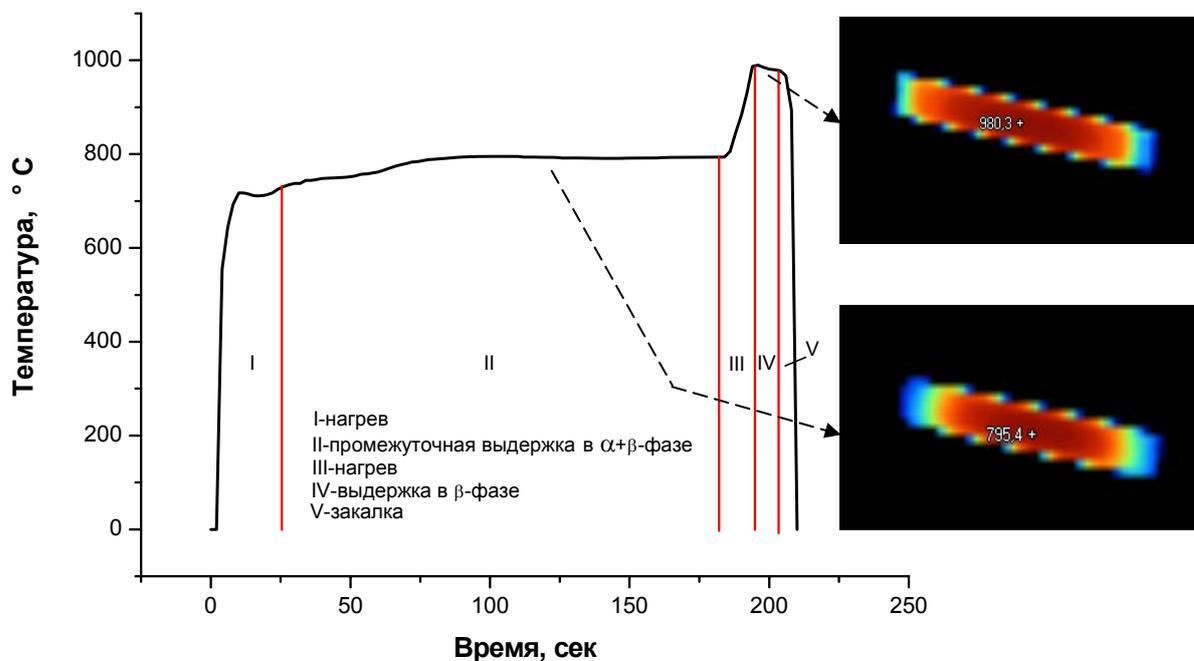


Рис. 1. Режим термообработки образца №2: I – нагрев; II – промежуточная выдержка в  $\alpha+\beta$ -фазе; III – нагрев; IV – выдержка в  $\beta$ -фазе; V – закалка. Температура соответствует центральной части образца

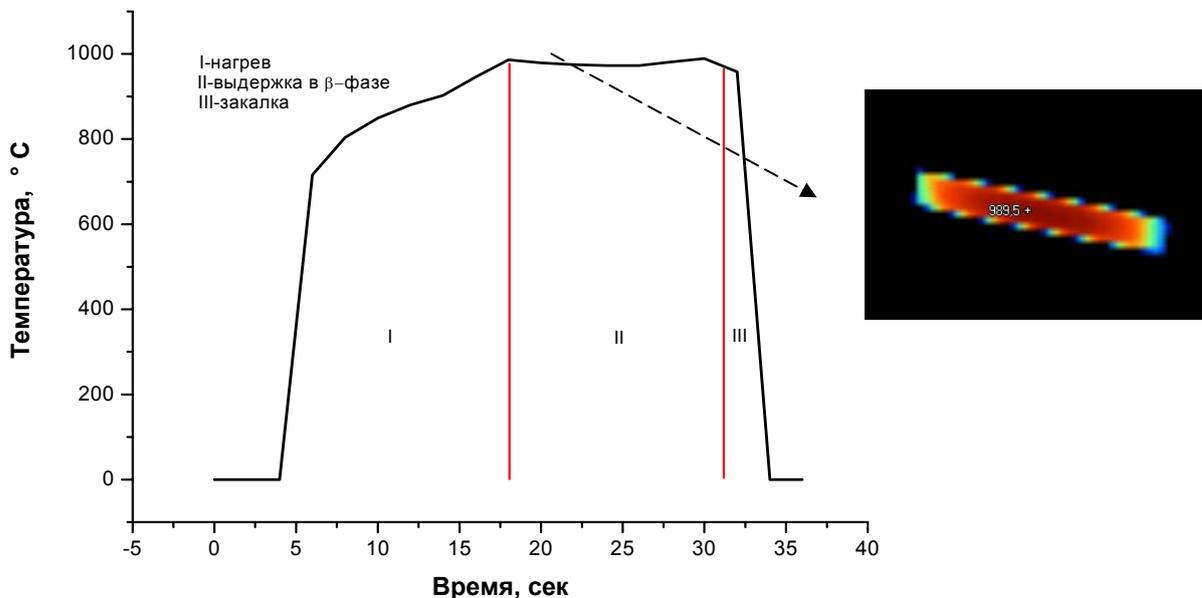


Рис. 2. Режим термообработки образца №3: I – нагрев; II – выдержка в  $\beta$ -фазе; III – закалка

Термообработка проведена по следующим режимам. Образцы нагревали от комнатной температуры до температур 700 или 800 °C со скоростью ~100 °C/с и выдерживали при этих температурах в течение 3 мин. Эта операция, как было предусмот-

рено задачей исследования, проводилась для уменьшения термических напряжений, возникающих в процессе нагрева. Далее образцы нагревали со скоростью ~150 °C/с до температуры 980 °C (однофазная  $\beta$ -область), выдерживали в течение 7 с,

затем следовала закалка в воду со скоростью ~500 °C/с. Проведена термообработка трёх образцов. Первый из них (образец №1) был обработан с промежуточной выдержкой при 700 °C, второй (№2) – при 800 °C. Образец №3 термообработан без промежуточной выдержки (СВЧ-нагрев от комнатной температуры до 980 °C со скоростью 150 °C/с и закалка в воду [3]). На рис. 1,2 представлены режим нагрева и термограммы процесса обработки образцов №2 и 3.

Для проведения рентгеноструктурных исследований из термообработанных образцов изготовлены кубики размером ~12 мм, грани которых представляли три сечения канальной трубы: продольное (RL), поперечное (RT) и тангенциально-аксиальное (TL). Проведена механическая шлифовка и химическая полировка граней.

## 2. МЕТОДЫ ПЕРВИЧНОЙ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ И ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕКСТУРЫ

Съемки дифрактограмм проведены на рентгеновском дифрактометре ДРОН4-07 в излучении  $\text{CuK}_\alpha$  по рентгенооптической схеме Брэгга-Брентано. Произведена запись полнопрофильных дифрактограмм с трех сечений трубы (RL, RT и TL), что позволило получить первичные данные для трех основных направлений трубы – тангенциального (TD), продольного (LD) и соответственно радиального (RD).

Первичная обработка дифрактограмм сводилась к выделению  $\alpha_1$ -синглетной их составляющей и последующему определению характеристик дифракционных линий: интегральных значений интенсивности, используемых для анализа текстуры, и дифракционных параметров линий, определённых методом аппроксимации их формы и используемых далее для анализа микроструктуры.

Исследования текстуры проведены методом обратных полюсных фигур (ОПФ) [3-6] с определением текстурного параметра Кернса [7] для каждого из трех основных направлений трубы.

Аппроксимация формы линий произведена с помощью функции Фойгта:

$$V(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} i_C(y) \cdot i_G(x-y) dy; \quad (1)$$

$$\int_{-\infty}^{+\infty} i_{C,G}(x) dx = 1. \quad (2)$$

Её составляющими –  $i_{C,G}$  – являются соответственно функция Коши и функция Гаусса. Первичным измеряемым параметром линий принята полуширина (ширина на полувысоте) физических профилей линий ( $W$ ) и их модельных составляющих – функции Коши ( $w_C$ ) и функции Гаусса ( $w_G$ ) [8].

По полученным данным проводился первичный анализ с построением графиков Вильямсона-Холла типа  $W \cos \theta$  от  $\sin \theta$  [8,9] ( $\theta$  – угол дифракции). При анализе использовано следующее эмпирическое соотношение:

$$W = 0.535 w_C + \sqrt{(0.465 w_C)^2 + w_G^2}. \quad (3)$$

## 3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ

Основой либо составной частью для определения параметров дислокационной структуры поликристаллических материалов (плотности дислокаций) являются экспериментальные значения уровня среднеквадратичных нормальных искажений материала, измеренные рентгенографически с помощью методов гармонического анализа [10-12] либо аппроксимаций [13,14]. Проблему определения этими методами точных характеристик создаёт неоднозначность, связанная, в первую очередь, с возможностью существования межзёренных искажений. Во-вторых, неоднозначность создаётся также особенностью статистических распределений искажений, отражающейся на форме физического профиля линий и дающей основание для двухпараметрической его аппроксимации функцией Фойгта [11,12].

В данной работе используется наша разработка метода [15], исключая влияние на результат межзёренных искажений и учитывающая основные особенности распределений микроискажений, создаваемых ансамблем случайных дислокаций. Исходным объектом анализа являются неоднородные искажения в окрестности краевых дислокаций.

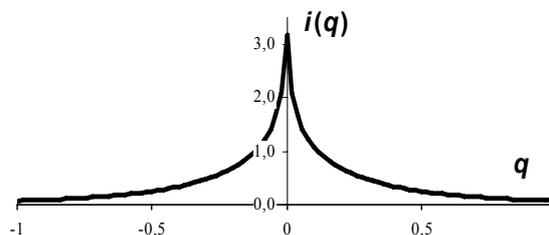


Рис. 3. Модель профиля дифракции от окрестности дислокации [15]

В данном методе проводится исключительное математическое описание поля таких искажений с приведением к нулю их значений на границах собственных окрестностей дислокаций. Тем самым нормально-статистическая составляющая искажений (искажения с нормальным статистическим распределением Гаусса), порождаемая случайной координатой дислокаций и выражающаяся традиционной среднеквадратичной характеристикой, выведена в данном подходе из рассмотрения.

Показано, что в расчёте дифракции от окрестности дислокаций достаточно ограничиться линейным приближением кусочно-однородного поля искажений. Вследствие этого физический профиль  $i(q)$  дифракции от окрестности дислокации (ПДД) можно отождествить с распределением  $f(\varepsilon/\varepsilon_0)$  нормальных составляющих искажений вдоль вектора дифракции, где  $q$  – координата относительного отклонения вектора дифракции от узла обратной решётки;  $\varepsilon$  и  $\varepsilon_0$  – переменная нормальных искажений и их характеристический параметр. На рис. 3 показан ПДД  $i(q)$ .

Показано, что функция Коши, являющаяся компонентой свёртки (1), образующей функцию Фойгта, удовлетворительно аппроксимируется такого же типа (1) свёрткой ПДД с функцией Гаусса – нормальным статистическим распределением однородных искажений кристаллической решётки материалов (рис.4 [16]). Это означает, что при исследовании дислокационной структуры деформированных материалов в рамках предлагаемого подхода анализ первичных данных достаточно проводить с использованием формализма Фойгт-аппроксимации.

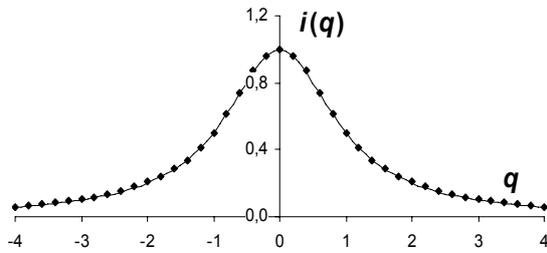


Рис. 4. Функция Коши  $1/(1+q^2)$  (штриховая линия) и её аппроксимация свёрткой ПДД с функцией Гаусса (точки) [16]

Согласно результатам аппроксимации на функцию Коши с полушириной  $w_C$  приходится гауссова компонента с полушириной  $0,568w_C$  и дислокационная компонента  $f(\varepsilon/\varepsilon_0) = f(\Delta 2\theta/\Delta 2\theta_0)$  с  $\Delta 2\theta_0 = 2,065w_C$  [16] ( $2\theta$  – угол дифракции). Угловой эквивалент  $\Delta 2\theta_0$  и характеристическая величина  $\varepsilon_0$  определяются по следующим формулам:

$$\Delta 2\theta_0 = 2 \tan \theta \varepsilon_0, \quad \varepsilon_0 = b/\pi R, \quad (4)$$

где  $b$  – вектор Бюргерса. Из этих формул определяется радиус  $R$  окрестности дислокации (области, приходящейся на одну дислокацию), который затем входит в формулу расчёта плотности краевых дислокаций. Эта формула имеет следующий вид:

$$\rho_\varepsilon = k/\pi R^2. \quad (5)$$

С учётом случайных ориентаций соседних дислокаций, оказывающих фактическое влияние на ширину распределения искажений, коэффициент  $k$  принят равным  $3/8$  [16].

В работе проведен также расчёт плотности дислокаций  $\rho_\varepsilon$  по формуле Вильямсона-Смоллмена [17], основанной на традиционной характеристике среднеквадратичных искажений  $\langle \varepsilon^2 \rangle$ :

$$\rho_\varepsilon = K \langle \varepsilon^2 \rangle / b^2, \quad (6)$$

где  $K$ , согласно одному из вариантов [18], принимается равным 19, согласно другому [19,20] – рассчитывается по следующей формуле:

$$K = 26,1 k / \ln(D/2r_0), \quad (7)$$

где  $D$  – размер области когерентного рассеяния (ОКР);  $r_0$  – радиус ядра дислокации (принимаемый нами примерно равным вектору Бюргерса);  $k$  принимается равным 1 для базисных плоскостей отражения («с»-дислокации) и 2 для призматических плоскостей («а»-дислокации) [19, 20]. Для расчёта плотности дислокаций использована также формула [17], которая считается обобщающей применительно к варианту [18]:

$$\rho = \sqrt{3} \rho_\varepsilon / D. \quad (8)$$

#### 4. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Согласно результатам проведенных исследований образцы, обработанные с предварительной выдержкой как при 700, так и при 800 °С имеют в основном однофазное  $\alpha'$ -состояние с признаками некоторого расслоения по концентрации ниобия, что требует последующего детального исследования.

Результаты исследования текстуры исходного состояния трубы [3] и образцов №1, 2, 3 представлены в табл. 1 и на рис. 5, 6 в виде ОПФ для трёх направлений трубы. Здесь и далее приняты сокращённые обозначения индексов:  $(hki l) \rightarrow (hk.l)$ .

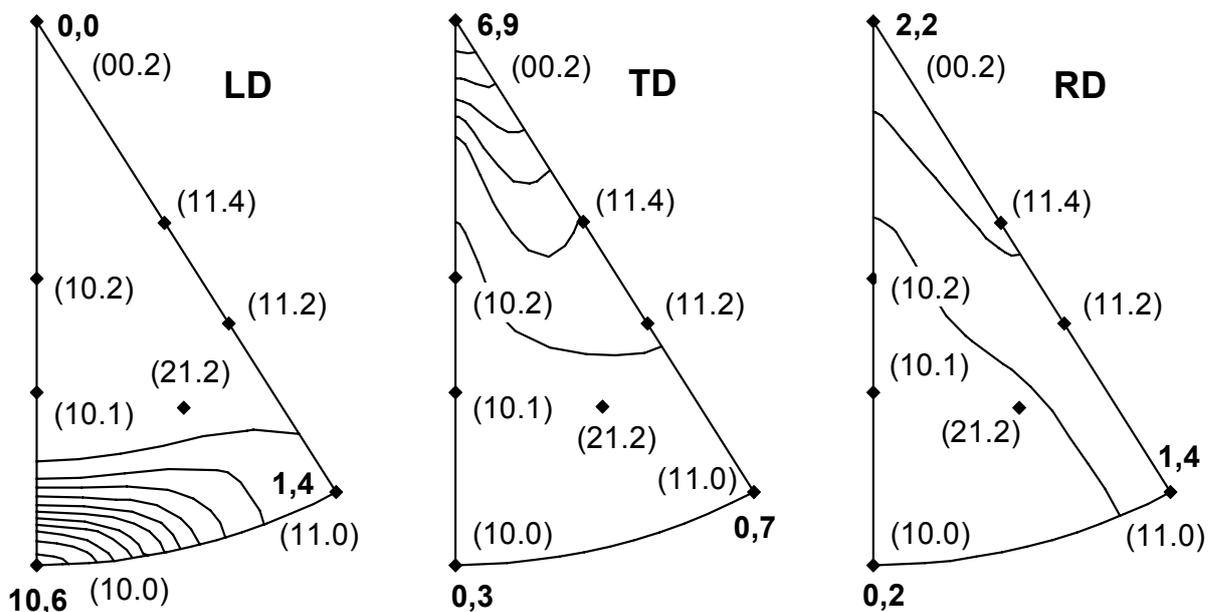


Рис. 5. ОПФ исходного материала канальной трубы в продольном (LD), поперечном (TD) и радиальном (RD) направлениях

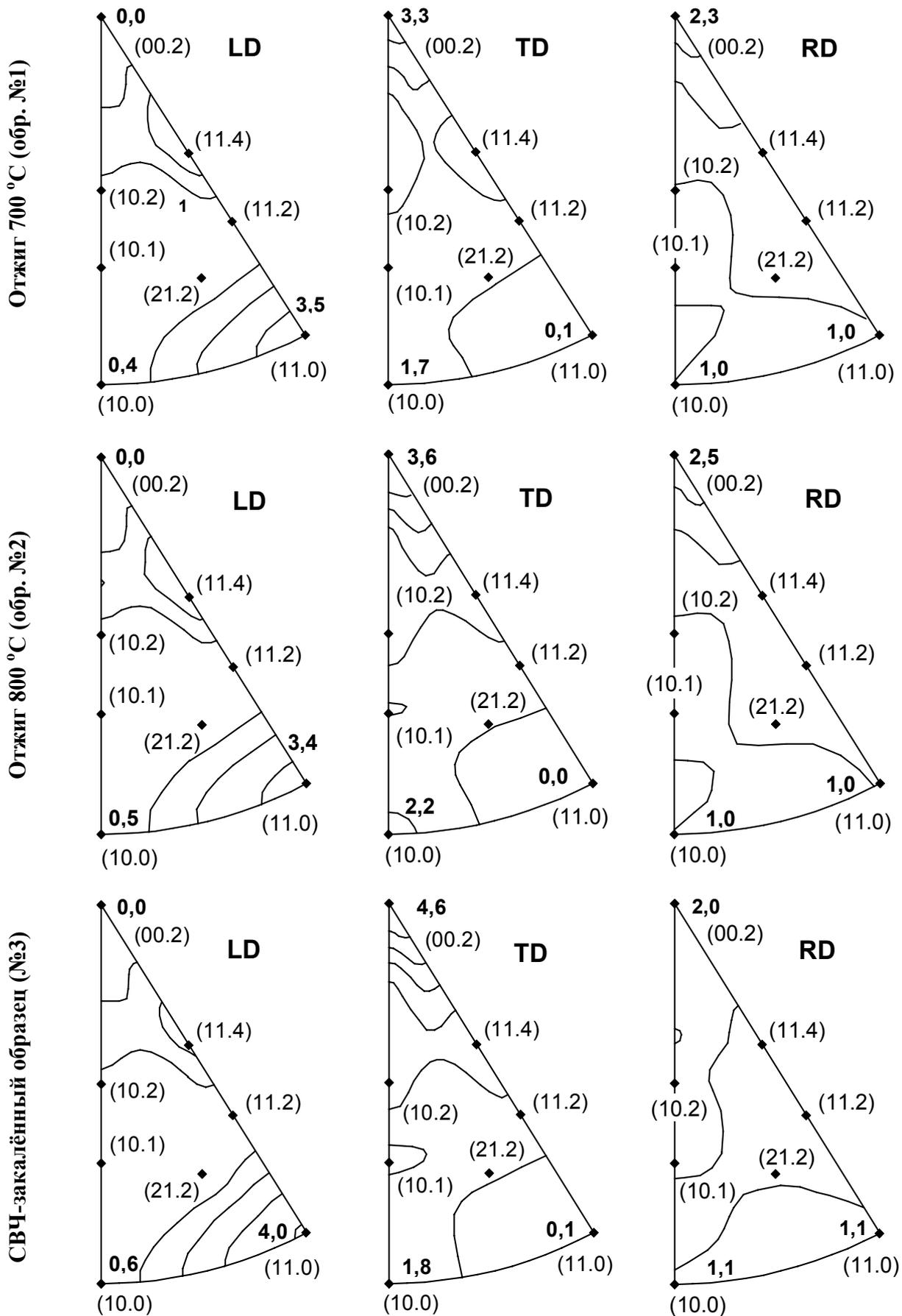


Рис. 6. ОПФ образцов №1, 2 и 3 в продольном (LD), поперечном (TD) и радиальном (RD) направлениях

Параметры Кернса исследованных образцов

Термообработка	Направление канальной трубы		
	LD	TD	RD
Исходное состояние [3]	0,024	0,52	0,46
Закалка от 980 °С с промежуточным отжигом при 700 °С (обр. №1)	0,36	0,31	0,33
Закалка от 980 °С с промежуточным отжигом при 800 °С (обр. №2)	0,36	0,32	0,32
Закалка от 980 °С без промежуточного отжига (образец №3; [3])	0,32	0,34	0,33

Для первичного анализа микроструктуры ис-

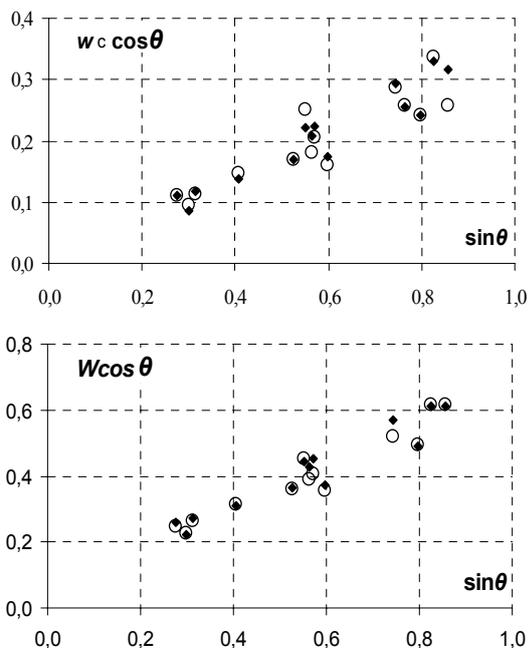


Рис. 7. Графики Вильямсона-Холла полуширины  $w_c$  Коши-составляющей (верхний график) и общей полуширины  $W$  (нижний график) линий съёмки в продольном сечении образца, предварительно отожжённого при 800 °С, и параметрическая аппроксимация данных

следующих материалов построены графики Вильямсона-Холла на основе значений полуширины  $W$  и  $w_c$  линий экспериментального множества. Для каждого  $(hk.l)$  учитывался средний эффект ориентаций дислокаций – зависимость от угла  $\alpha$  между нормалью плоскости  $(hk.l)$  и направлением  $[00.2]$ .

Для наилучшей аппроксимации экспериментальных данных подобраны следующие зависимости:

$$w_c \cos \theta = (B_1 - A_1 \cos^2 \alpha) \sin \theta + C_1; \quad (9)$$

$$W = 0.535 \cdot w_c + \sqrt{(0.465 \cdot w_c)^2 + (B_2 - A_2 \cos^2 \alpha) \tan^2 \theta}. \quad (10)$$

В таком функциональном сочетании усматривается определённая особенность, которая будет рассмотрена ниже.

Пример графиков Вильямсона-Холла, построенных для параметров полуширины линий образца №2 (направление TD), и их аппроксимации приведен на рис. 7.

Возможность оперирования экспериментальными параметрами расширенного множества линий повышает точность определения значений  $C_1$  (9,10) и по ним – размеров ОКР в материалах. Этой точностью определяется верхняя граница размеров ОКР, в данном случае составившая 400 нм. В табл. 2 приведены размеры ОКР образцов, исследованных в трёх направлениях трубы, и данные для образца №3 [3], скорректированные с учётом (9,10).

Нормально-статистическая среднеквадратичная составляющая уровня искажений микроструктуры образцов проявила, согласно оптимальной аппроксимации (10), кристаллографическую анизотропию и превысила эффект неоднородных искажений ближней окрестности дислокаций в целом примерно в два раза. Её значения рассчитаны по коэффициентам  $A_2$ ,  $B_2$  (10) для главных кристаллографических направлений; в табл.2 приведены значения, усреднённые по направлениям трубы.

Таблица 2

Размеры ОКР  $D$ , нм в трёх направлениях трубы и средние значения нормально-статистической (гауссовой) составляющей микроискажений  $\varepsilon^G$ , % для двух кристаллографических направлений

Термообработка	$D$ , нм			$\varepsilon^G$ , %	
	LD	TD	RD	[10.0]	[00.2]
Отжиг при 700 °С, затем нагрев до 980 °С и закалка (обр. №1)	> 400	> 400	> 400	0,18	0,16
Отжиг при 800 °С, затем нагрев до 980 °С и закалка (обр. №2)	> 400	100	80	0,14	0,13
Закалка от 980 °С без промежуточного отжига (обр. №3)	220	110	130	0,15	0,15

Дислокационный ансамбль исследуемого материала принят состоящим из дислокаций типа «а» и «с» (либо «а+с»). Для разделения их эффектов учтены конкретные виды множителей  $\sin^2 \psi$ , связывающих с параметрами  $\varepsilon_0$  (4) и  $w_c$  (3)) их экспериментально определяемые значения, сп-

ектированные на направление дифракции ( $\psi$  – угол между дислокационными линиями и направлением вектора дифракции  $(hk.l)$ ). При этом выполнено усреднение  $\sin^2 \psi$  по углам  $\varphi$  ориентации дислокаций типа «с» (и/или «а+с») в базисной плоскости. В целом –

$$\overline{\sin^2 \psi_c} = 1 - \sin^2 \alpha \overline{\cos^2 \varphi} = \frac{1 + \cos^2 \alpha}{2}; \quad (11)$$

$$\overline{\sin^2 \psi_a} = \sin^2 \alpha.$$

Комбинация таких зависимостей целиком и полностью вписывается в аппроксимацию данных по формуле (9). Исключение составляют данные для RD образца №2, где для пирамидальных линий вводилась дополнительная составляющая с коэффициентом  $\sin \alpha \cos \alpha$ ; такой зависимостью обладают винтовые «с»-дислокации. Винтовые «а»-компоненты, имеющие различные кристаллографические ориентации, практически имеют более сложный аналог такой зависимости. Ввиду этого отмеченная выше

особенность условно отнесена к типу «с» винтовых дислокаций. В остальных случаях наличия винтового компонента не обнаружено.

В табл. 3 приведены усреднённые по трём направлениям трубы результаты определения плотности дислокаций  $\rho_c$  и  $\rho$  после термообработки образцов и в исходном состоянии материала трубы – на основе формулы Вильямсона-Смоллмена (6,8) [17-19], производящей расчёт по нормально-статистической составляющей искажений, – и по предопределённой модели, дающей результат на основе определения параметров Коши-составляющей формы линий.

Таблица 3

Плотность дислокаций  $\rho_c$  и  $\rho$  (в размерности  $10^{14} \text{ 1/м}^2$ ) в исследуемых материалах

Метод определения	Тип дислокаций	Материал			
		исх.	№1	№2	№3
$\rho_c$ по дислокационной модели [16] (для краевых дислокаций)	«с» («а+с»)	–	0,5	1,3 <sup>1</sup>	0,5
	«а»	–	1,5	2,3	2,0
$\rho_c$ ((6); [17,18])	«с» («а+с»)	0,1	2,4	3,4 <sup>1</sup>	2,3
	«а»	0,6	7,9	6,3	6,2
$\rho$ ((6,8); [17,18])	«с» («а+с»)	–	(0,6)	4,1 <sup>1</sup>	1,9
	«а»	–	(1,1)	4,1	3,2
$\rho$ ((6,7,8); [17,19])	«с» («а+с»)	0,1	2,4	4,3 <sup>1</sup>	2,7
	«а»	0,6	7,2	7,4	7,0

<sup>1</sup> - учтено наличие винтовой «с»-компоненты.

Разделение видов дислокаций при определении их плотности (см. табл. 3) с учётом ориентационных зависимостей параметров искажений является методической особенностью данной работы. Ввиду такого разделения коэффициент  $k$  в формуле (7) для расчёта плотности «а»-дислокаций принят равным 1. В остальных случаях данные, рассчитанные способами [17-19] на единой основе метода Вильямсона-Смоллмена, во многом совпадают между собой, за исключением тех случаев – значения, приведенные в скобках, – для которых размер ОКР оказывается запредельно большим.

Значения, полученные для плотности «с»-дислокаций, могут включать составляющую «а+с», которая отличается повышенной величиной вектора Бюргерса. С учётом таких различий соответствующие значения следует относить к сочетанию  $\rho_c + 1,3\rho_{a+c}$ .

## 5. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Влияние предварительного отжига на текстуру закалённого сплава, согласно сопоставлению рис. 5 и 6, проявляется в достижении для образцов №1 и 2 более умеренного текстурного рельефа на ОПФ. В то же время наибольшая изотропия, выражающаяся в оптимальном сочетании параметров Кернса (см. табл. 1), достигается при отсутствии стадии предварительного отжига (образец №3). В целом кратковременный предварительный отжиг при 700...800 °С сплава, закалённого от 980 °С, не приводит к коренному изменению текстуры.

Согласно данным табл. 2, с предварительным отжигом при 700 °С (образец №2) в закалённом сплаве формируется микроструктура с большим

размером ОКР. Закалка без предварительного отжига (образец №3) даёт более высокую дисперсность и равноосность ОКР. Предварительный отжиг при 800 °С (образец №2) приводит к наибольшей анизотропии формы ОКР.

В расчётах дифракции от искажённой окрестности свободных (случайных) дислокаций [16] из аналитических подходов следует, что дальняя окрестность дислокаций, дающая эффект нормально-статистических искажений, должна наследовать соответствующие ориентационные зависимости, свойственные непосредственной окрестности дислокаций. Одна из особенностей закалённого сплава заключается в обратном – такой зависимости, согласно оптимально выбранным формулам аппроксимации первичных данных (10), в данной работе не обнаружено, и выделенная нормально-статистическая составляющая искажений отражает лишь двухосную кристаллографическую анизотропию. При этом уровень таких искажений примерно в два раза превышает уровень неоднородных искажений окрестностей дислокаций. Степень такой анизотропии (см. табл. 3) в целом низка и не может быть всецело отнесена ни к остаткам термических напряжений, каковы имеют осязаемый максимум в направлениях [00.2], ни к последствиям эффекта межфазовых напряжений, сосредоточенных, как правило, в базисных направлениях ГПУ-решётки. Ещё одной особенностью микроструктурного закалённого сплава в большинстве случаев является практическое отсутствие винтовых дислокаций: краевые дислокации «пронизывают» когерентные фрагменты микроструктуры сплава. Эти особенности можно считать признаками двойникования

сплава при закалке, а сами нормально-статистические искажения, таким образом, могут быть отнесены к разряду межзёренных.

Значения плотности дислокаций, рассчитанные на основе методологии Вильямсона-Смоллмена [17-19], в целом примерно в три раза превышают данные, рассчитанные на основе модели дифракции от дислокаций [15,16], и эта пропорция соотносится с пропорцией между искажениями двух разных типов. Таким образом, методология Вильямсона-Смоллмена (см. табл. 3, [17-19]) даёт завышенные результаты вследствие невозможности исключения межзёренных искажений повышенного уровня.

Метод определения плотности дислокаций по дислокационной модели неоднородных искажений [15,16], дополненный анализом эффектов ориентации дислокаций, способен, таким образом, получать приемлемые полуколичественные результаты и расширяет объём получаемой информации.

Образец №2 (см. табл. 2 и 3) имеет наиболее развитую микроструктуру – сочетание сильно выраженной анизотропии формы ОКР и повышенной плотности дислокаций. Такая особенность связывается с последствиями фазовых превращений. Конкретную причину таких отличий можно отнести к наличию в образце №2 (предварительный отжиг при 800 °С) следов концентрационного расслоения по ниобию. Это и следует ожидать в процессе фазовых превращений сплава, особенно при повышенных температурах отжига в двухфазной области. Последующей кратковременной выдержки при температуре 980 °С (примерно в течение 7 с) в данном случае достаточно для гомогенизации состава в образце №1 (промежуточный отжиг при 700 °С, 3 мин) и недостаточно, если температура отжига повышена до 800 °С (образец №2).

## ВЫВОДЫ

Исследовано влияние кратковременного предварительного отжига в двухфазной области на микроструктуру и кристаллографическую текстуру сплава Zr-2,5%Nb, закалённого от 980 °С.

Опробован новый метод анализа микроструктуры ГПУ-металлов, основанный на модели дифракции от краевых дислокаций, учитывающий их кристаллографическую ориентацию и позволивший отдельно определить в закалённом сплаве размеры ОКР, статистическую составляющую искажений, типы дислокаций и их плотность.

Образцы закалённого сплава, различающиеся между собой режимом промежуточного отжига, имеют определённое сходство в характере текстуры и микроструктуры.

Общий характер текстуры исследованных образцов соответствует текстуре СВЧ-закалённого сплава [3] и выражается в сочетании текстур *A* и *C*.

Для микроструктуры закалённого сплава с различными режимами обработки в целом характерно сочетание краевых дислокаций типа «*a*» и «*c*» (и, возможно, «*a+c*»), а также наличие статистических искажений распределения Гаусса.

Статистические искажения в среднем примерно в два раза превышают общий уровень искажений

регулярного поля упругости в окрестности дислокаций, обладают слабой двуосной кристаллографической анизотропией и рассматриваются как межзёренные искажения термического происхождения, претерпевшие воздействие эффекта двойникования.

Метод расчёта плотности дислокаций по модели дифракции [15,16], применённый для закалённого сплава, следует считать более приемлемым по сравнению с методологией Вильямсона-Смоллмена, поскольку он исключает неопределённость, связанную с вкладом межзёренной составляющей искажений. В целом плотность дислокаций в закалённых образцах значительно выше, чем в материале трубы в исходном состоянии.

Кратковременный промежуточный отжиг при 700...800 °С, согласно данным ОПФ, несколько приближает закалённый сплав к бестекстурному состоянию. В то же время текстурные параметры Кернса трубы, закалённой без предварительного отжига, наиболее близки к значениям, отвечающим изотропной структуре. В целом отжиг при 700 и 800 °С в течение 3 мин не оказывает влияния на текстуру, формирующуюся при последующей закалке от 980 °С.

Промежуточный отжиг при 700 °С в течение 3 мин существенно увеличивает размер ОКР в сплаве, закалённом при 980 °С. Повышение температуры отжига до 800 °С приводит к наиболее развитой микроструктуре закалённого сплава – выраженной анизотропии ОКР и повышенной плотности дислокаций. Закалка от 980 °С без предварительного отжига даёт лучшее сочетание степени дисперсности, изотропии формы ОКР и уровня межзёренных искажений.

С промежуточным отжигом при 800 °С связывается концентрационное расслоение сплава по содержанию ниобия. Кратковременной выдержки (7 с) при температуре закалки 980 °С достаточно для гомогенизации состава материала после отжига при 700 °С и недостаточно, если температура отжига достигает 800 °С (и выше).

Из текстурных данных следует, что термические напряжения, возникающие при нагреве со скоростью ~100 °С/с образцов из сплава Zr-2,5%Nb с исходной текстурой типа *A* до температур  $\beta$ -области, не являются главным фактором, определяющим формирование квазиизотропной структуры сплава.

## ЛИТЕРАТУРА

1. V. Grytsyna, A. Stukalov, T. Chernyayeva, V. Krasnorutskyy, D. Malykhin, V. Voyevodin, V. Bryk. Destruction of crystallographic texture in zirconium alloy tubes // *Fourteenth International Symposium: Zirconium in Nuclear Industry*. Stockholm, Sweden, June 13-17, 2005. ASTM Stock Number: STP1467. Bridgeport, NJ. 2006. p. 305-329.
2. Н.Н. Давиденков, В.А. Лихачев, Г.А. Малыгин. Исследование необратимого теплового формоизмерения цинка // *Физика металлов и металловедение*. 1960, т. 10, в. 3, с. 412-424.

3. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, В.М. Грицина, Т.П. Черняева, Е.А. Михайлов. Изучение влияния СВЧ-термообработки на текстуру и субструктуру сплава Zr-2,5%Nb // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2009, в. 2(93), с. 95-99.

4. G.V. Harris. Quantitative measurement of preferred orientation in rolled uranium bars // *Phil. Mag.* 1952, v. 43, № 336, p. 113-123.

5. P.R. Morris. Reducing the effects of non-uniform pole distribution in inverse pole figure studies // *J. Appl. Phys.* 1998, v.30, №4, p.595 -596.

6. Н.В. Агеев, А.А. Бобарэко, С.Я. Бецоффен. Метод обратных полюсных фигур // *Известия АН СССР. Серия «Металлы»*. 1974, № 1, с. 94.

7. J. Kearns. Thermal expansion and preferred orientation in zircaloy // *USAEC WAPD-TM-472*. Nov., 1965.

8. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, Т.Ю. Гуральник. Разделение микроструктурных эффектов дифракции по полуширине рентгеновских линий // *Вісник Харківського університету. Сер. Фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2008, № 2(38), с. 77-80.

9. W.H. Hall. X-ray line broadening in metals // *Proc. Phys. Soc.* 1949, v. A62, p.741-743.

10. А.И. Иванов, Е.В. Шелехов, Е.Н. Кузьмина. Метод Фойгт-аппроксимации для определения параметров наноструктуры по профилю рентгеновских линий // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2004, т.70, №11, с.29-33.

11. В.Н. Селиванов, Е.Ф. Смыслов. Анализ полидисперсности при аппроксимации рентгеновского дифракционного профиля функцией Фойгта // *Заводская лаборатория*. 1991, т.57, №7, с.28-31.

12. A. Sarkar, P. Mukherjee, P. Barat. Effect of heavy ion irradiation on microstructure of zirconium

alloy characterized by X-ray diffraction // *Journal of nuclear materials*. 2008, №372, p.285-292.

13. В.И. Иверонова, Г.П. Ревкевич. *Теория рассеяния рентгеновских лучей*. М.: «Изд. Московского университета», 1972, 342с.

14. А.Б. Коршунов. Аналитический метод определения параметров тонкой кристаллической структуры по уширению рентгеновских линий // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2004, т.70, №2, с.27-32.

15. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева. Расчёт рентгеновской дифракции от поля искажений краевых дислокаций // *Вісник Харківського університету Сер. Фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2009, № 845, в. 1(41), с. 77-81.

16. Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева. Применение модели рентгеновской дифракции на дислокациях при анализе микроискажений в поликристаллических материалах // *Вісник Харківського університету. Сер. Фізична: «Ядра, частинки, поля»*. 2009, № 859, в. 2(42), с. 83-88.

17. G.K. Williamson, R.E. Smallman. Dislocation Densities in Some Annealed and Cold-Worked Metals from Measurements on X-Ray Debye-Sherrer Spectrum // *Phil. Mag.* 1956, v.1, №1, p.34-46.

18. S.K. Chatterjee, S.P. Sengupta. An X-Ray Fourier line shape analysis in cold-worked hexagonal metals // *J. Mater. Sci.* 1975, v.10, p.1093-1104.

19. V.N. Shishov et al. Influence of neutron irradiation on dislocation structure and phase composition in Zr-base alloys // *Proc. 11 Int. Symp. «Zirconium in the Nuclear Industry»*. 1966. ASTM STP 1295, American Society for Testing and Materials. 1996, p.603-622.

20. M. Griffiths, J.E. Winegar, J.F. Mecke, R.A. Holt. Determination of dislocation densities in hexagonal close-packed metals using X-ray diffraction and transmission electron microscopy // *Advances in X-ray Analysis*. 1992, v.35, p. 593-599.

*Статья поступила в редакцию 02.10.2009 г.*

## РЕНТГЕНІВСЬКІ ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ПОПЕРЕДНІХ СТАДІЙ ТЕРМООБРОБКИ НА ТЕКСТУРУ ТА МІКРОСТРУКТУРУ ГАРТОВАНОГО СПЛАВУ Zr-2,5%Nb

*Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, В.М. Грицина, Т.П. Черняева, Е.А. Михайлов, Г.П. Редкина*

Проведено рентгенівські дослідження впливу короткочасної витримки у двофазній  $\alpha+\beta$ -області зразків, вирізаних з каналної труби (сплав Zr-2,5%Nb), на текстуру та мікроструктуру сплаву, що утворюється у результаті подальшого гартування при 980 °C. Випробуваний новий підхід у дослідженні дислокаційної структури. На його основі проведено розділення типів дислокацій та визначення рівню та природи міжзернинних спотворень. Обґрунтовано розходження значень щільності дислокацій, розрахованих новим методом та за методологією Вільямсона-Смолмена. Відзначається, що температура витримки у двофазній  $\alpha+\beta$ -області впливає на мікроструктуру сплаву неоднозначно, а термічні напруження при швидкостях нагріву  $\sim 100$  °C/с не є головним фактором текстуроутворення.

## X-RAY STUDIES OF INFLUENCE OF PRELIMINARY STAGES OF ANNEALING ON TEXTURE AND MICROSTRUCTURE OF QUENCHED ALLOY Zr-2,5%Nb

*D.G. Malykhin, V.V. Kornyeveva, V.M. Grytsyna, T.P. Chernyaeva, E.A. Mykhaylov, G.P. Riedkina*

X-ray investigations of influence of short-time treatment in  $\alpha+\beta$ -area of samples cut out of channel tube (alloy of Zr-2,5%Nb) on texture and microstructure of the alloy after following quenching at 980 °C are carried out. A new approach is used for investigations of dislocations structure by X-ray lines shape. On its base dividing of dislocations types and determination of level and nature of intergranular strains is carried out. Discrepancies between values of dislocations densities calculated by new method and by Williamson-Smallman methodology are grounded. It is noted that the temperature of short-time annealing in biphasic area influence to microstructure of alloy uncertainly and thermal strains at rates  $\sim 100$  °C/s is not a general factor of texture development.