

СТРУКТУРА И ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ СПЛАВА Zr-1Nb В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ

А.С. Дубровская¹, Г.П. Грабовецкая²

¹Томский политехнический университет
²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
E-mail: anndubrov@yandex.ru

STRUCTURE AND THERMAL STABILITY OF ULTRAFINE Zr-1Nb ALLOY

A.S. Dubrovskaya¹, G.P. Grabovetskaya²

¹Tomsk Polytechnic University
²Institute of Strength Physics and Materials Science
E-mail: anndubrov@yandex.ru

The effect of annealing in the temperature range 573–873 K on the thermal stability of the structure and mechanical properties of ultrafine Zr-1Nb alloy were studied by transmission electron microscopy.

Введение

Формирование ультрамелкозернистой структуры в металлических материалах позволяет существенно повысить их прочностные и служебные характеристики [1, 2]. К настоящему времени разработан ряд методов формирования ультрамелкозернистого состояния в металлических материалах с помощью интенсивной пластической деформации (ИПД) [1].

Однако сформированное методами ИПД ультрамелкозернистое состояние в металлических материалах характеризуются наличием высоких плотностей решеточных и зернограничных дислокаций, упругих искажений решетки и дальнедействующих полей напряжений и вследствие этого является неравновесным. Это обуславливает большой интерес к исследованиям, направленным на разработку способов стабилизации ультрамелкозернистого состояния. Одним из перспективных способов повышения стабильности ультрамелкозернистого состояния и механических свойств металлических материалов является формирование в них внутренней структуры, сочетающей несколько структурных элементов (или фаз) разной дисперсности (композита [3]). Такая ультрамелкозернистая структура, как показано в [4] может быть сформирована методами ИПД в гетерофазных сплавах. В этой связи актуальными являются исследования закономерностей развития в сплавах с ультрамелкозернистой гетерофазной структурой процесса рекристаллизации.

Целью данной работы является экспериментальное исследование термостабильности ультрамелкозернистой структуры сплава Zr-1Nb.

Материал и методы исследования

В качестве материалов для исследования в работе был выбран промышленный гетерофазный сплав циркония Zr-1мас.%Nb (далее Zr-1Nb). Данный сплав является незаменимым конструкционным материалом для активной зоны атомных реакторов. В связи с этим эксплуатационные температуры изделий из данного материала достигают 593–673 К. Такие температуры могут вызвать в УМЗ сплавах циркония деградацию структуры и, как следствие, изменение структурно чувствительных свойств.

Ультрамелкозернистая структура в сплаве была сформирована одним из методов ИПД – прессованием со сменой оси деформации и с постепенным понижением температуры в интервале 973–623 К [5].

Исследование термостабильности ультрамелкозернистой структуры сплава Zr-1Nb было проведено путем отжига в интервале температур 573–873 К. Структуру сплава исследовали с помощью просвечивающего электронного (марка JEM-2100) микроскопа. Размеры структурных элементов сплава в ультрамелкозернистом состоянии измеряли на фотографиях темнопольного изображения микроструктуры методом секущей. Выборка составляла не менее 200 элементов.

Микротвёрдость образцов измеряли на приборе ПМТ-3 с нагрузкой на пирамидку Виккерса 50 г. Время нагружения составляло 15 с.

Результаты и их обсуждение

Типичное электронно-микроскопическое изображение структуры сплава Zr-1Nb в ультрамелкозернистом состоянии представлено на рис. 1а. На электроннограммах такой структуры (рис. 1а), снятых с площади 1,4 мкм², наблюдаются дифракционные кольца, образованные рефлексами от отдельных кристаллитов. При этом почти все рефлексы имеют азимутальное размытие. Такой вид электронограмм является типичным для ультрамелкозернистых металлических материалов, полученных методом ИПД, и свидетельствует о значительном количестве элементов в единице объема, наличии большеугловых разориентировок между ними и присутствии упругих напряжений в отдельных элементах [1, 2]. Средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры исследуемого сплава Zr-1Nb, определенный по темнопольному изображению

составляет $0,3 \pm 0,1$ мкм. Объемная доля частиц вторичных фаз в ультрамелкозернистой структуре не превышает ~0,5 об. %.

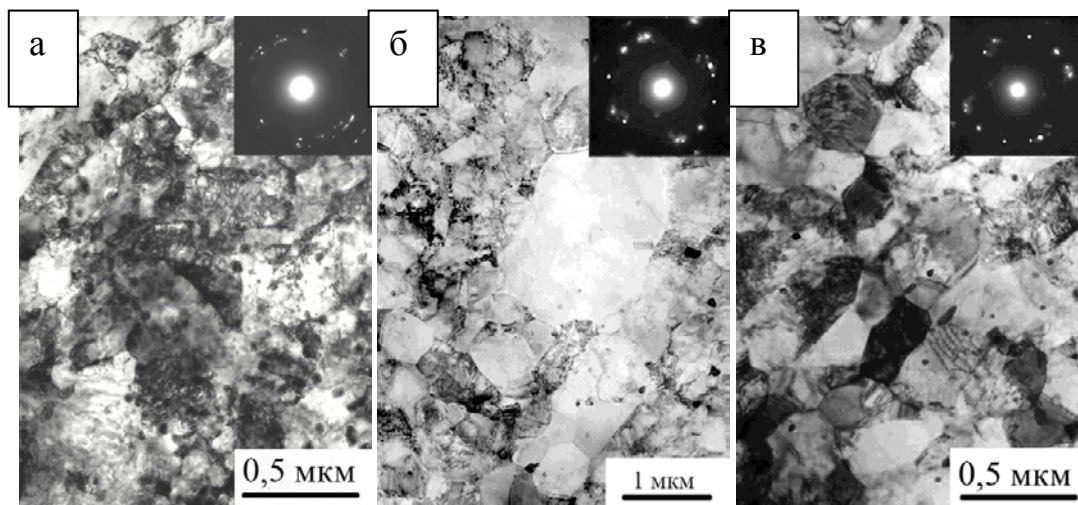


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение и картины микродифракции структуры ультрамелкозернистого сплава Zr-1Nb а) состоянии после ИПД; б) после отжига при температуре 723 К, 1 час; в) после отжига при температуре 673 К, 12 часов

Электронно-микроскопические исследования микроструктуры сплава Zr-1Nb после часовых отжигов интервале температур 573–873 К проведенные в работе показали, что ультрамелкозернистая структура сплава стабильна до температуры 723 К (рис. 2, кривая 1). Однако в процессе часового отжига при температурах 573 и 673 К наблюдается отпуск дефектной ультрамелкозернистой структуры: в объеме зерен уменьшается плотность дислокаций, а у границ зерен появляется полосчатый контраст. Более длительные (до 12 часов) отжики при температуре 673 К также не приводят к росту элементов ультрамелкозернистой структуры (рис. 1б). Отпуск дефектной ультрамелкозернистой структуры незначительно влияет на микротвердость (рис. 2, кривая 2), что свидетельствует о стабильности механических свойств сплава после указанных отжигов.

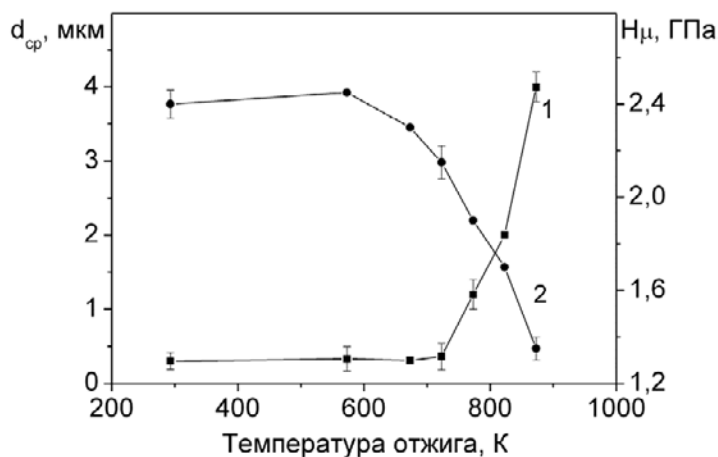


Рис. 2. Зависимость среднего размера элементов структуры сплава Zr-1Nb (кривая 1) и величины микротвердости (кривая 2) от температуры отжига

После часового отжига при температуре 723 К в структуре сплава появляются отдельные рекристаллизованные зерна с размерами 1–2 мкм (рис. 1в). Плотность таких зерен мала, поэтому средний размер зерен в сплаве, определенный по темнопольному изображению, увеличивается незначительно. Однако величина микротвердости заметно уменьшается, а разброс ее значений возрастает. После отжига при температуре 773 К, 1 час рост зерен наблюдается во всем объеме сплава. При этом средний размер зерен не превышает 1,2 мкм. Отжиг при температуре 873 К, 1 час приводит к полной рекристаллизации структуры и росту зерен до 3–4 мкм. рекристаллизация и рост зерен во всем объеме приводит к снижению величины микротвердости до уровня, соответствующего исходному, до ИПД, состоянию сплава (рис. 2, кривая 2).

Таким образом, проведенные исследования показали, что ультрамелкозернистая структура исследуемого сплава Zr-1Nb и ее микротвердость стабильны при температурах ниже 723 К. Однако для точного установления температурного интервала стабильности механических свойств исследуемого ультрамелкозернистого сплава необходимо провести исследования влияния температуры отжига на его прочностные и пластические характеристики при растяжении.

Список литературы

1. Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Грабовецкая Г.П. и др. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов. – Новосибирск : Наука, 2001. – 232 с.
2. Носкова Н.И., Мулюков Р.Р. Субмикрокристаллические и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург : УрО РАН, 2003. – 278 с.
3. Грабовецкая Г.П., Мишин И.П., Колобов Ю.Р. Влияние дисперсного упрочнения на закономерности и механизмы ползучести меди с субмикронным размером зерен // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2009. – № 2. – С. 38–43.
4. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М. : Логос, 2000. – 272 с.
5. Stepanova E.N., Grabovetskaya G.P., Mishin I.P., Bulinko D.Yu. Structure and mechanical properties of a Zr-1Nb alloy, obtained by the method of severe plastic deformation // Materials Today Proceedings. – 2015. – No. 2. – P. 365–369.