

ИССЛЕДОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ЭКСТРУДИРОВАННОГО ГАФНИЯ МАРКИ ГФЭ-1

О.В. Бородин, Е.В. Рудычев¹, И.М. Неклюдов

г. Харьков, ИФТТМТ ННЦ ХФТИ

Введение. Данная работа является частью материаловедческого сопровождения отработки технологии производства 9 мм прутков из гафния, которые могут быть в перспективе использованы в управляющих органах СУЗ ядерных электростанций Украины и других стран мира. Перспективы использования гафния в качестве органов СУЗ хорошо известны и, прежде всего, связаны с возможностью увеличения срока эксплуатации данных органов до 15 лет и более, а также возможностью создания ПЭЛ из гафния с эксплуатационным сроком 15 лет и более [1].

Материал и методика эксперимента. Исследуемый материал был изготовлен из гафния марки ГФЭ-1 путем двойного электроннолучевого переплава. Из получившихся слитков выдавливались прутки со степенями деформации 30, 60, 75, 86% при температуре 1000 °С, в результате чего были получены прутки диаметром от 8 до 27 мм и высотой от 0,3 до 1 мм в зависимости от термомеханической обработки данных образцов [2]. Для электронно-микроскопических исследований вырезались образцы перпендикулярно оси прутка. Часть образцов подвергалась отжигу в вакууме ($P=1,33 \times 10^{-4}$ Па) при температуре 850 °С в течение одного часа.

Исследовались 2 группы образцов:

а) гафний, деформированный методом высокотемпературной экструзии при температуре 1000 °С со степенями деформации 30, 60, 75%;

б) гафний, отожженный после каждой деформации в течение 1 часа при температуре 850 °С.

Электронно-микроскопические объекты препарировались методом струйного элек-

трохимического утонения в электролите: 93% – "ледяной" уксусной кислоты CH_3COOH и 7% – хлорной кислоты HClO_4 . Утонение проводилось при напряжении на ячейке 110 В при температуре электролита 10 °С. В связи с высокой химической активностью материала на поверхности образца появлялась устойчивая оксидная пленка, которая удалялась облучением ионами Ag^+ с энергией 3 кВ, при токе разряда 4 мА и токе пучка 5 мкА. Исследования образцов проводились на аналитическом электронном микроскопе JEM-100СХ.

Результаты и обсуждение. Структура деформированного гафния со степенью деформации 30% представляет собой субзернистую структуру (рис. 1).

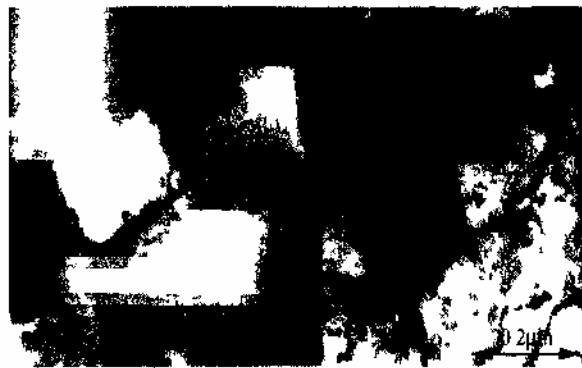


Рис 1 Микроструктура гафния, деформированного на 30%

Как видно из рис. 1, субзерна в основном неравноосные. Средний размер субзерна $D \approx 0,54$ мкм по ширине, отношение длины к ширине $L/D \approx 2$, хотя также наблюдаются и равноосные субзерна $L/D \approx 1$. Структура деформированного гафния со степенью деформации 60, 75% аналогична структуре гафния со степенью деформации 30% (рис. 2, 3), однако субзерна более узкие и более вытяну-

¹ rudychev@kipt.kharkov.ua

тые, средний размер субзерна $D \approx 0,47$ мкм, $L/D \approx 2,4$ для 60% деформации и $D \approx 0,14$ мкм, $L/D \approx 4$ для 75% деформации. Для всех типов деформированных структур свойственна разориентация субзерен не более чем на 2° (рис. 4).

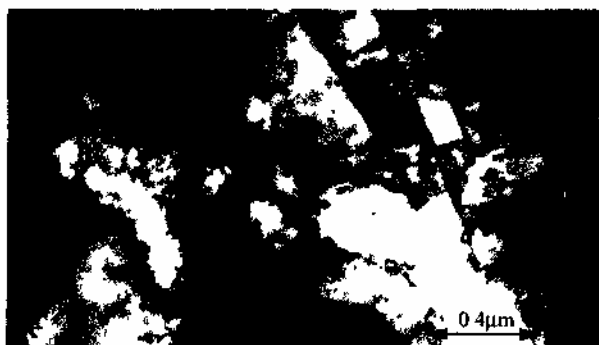


Рис. 2. Микроструктура гафния, деформированного на 60%.

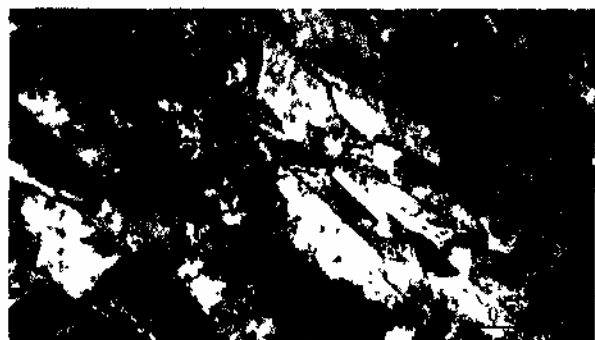


Рис. 3. Микроструктура гафния, деформированного на 75%.

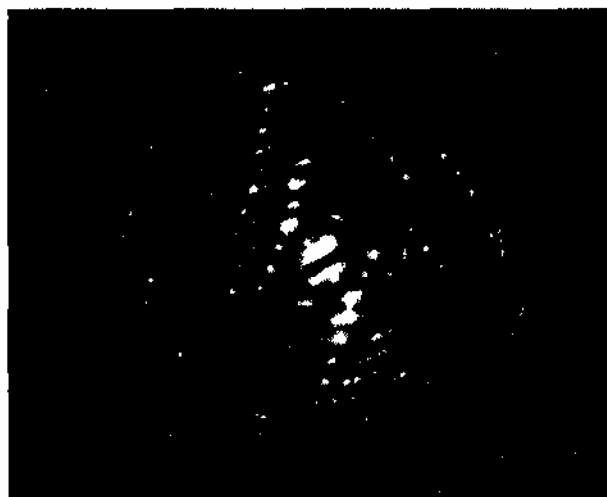


Рис. 4. Микродифракция от скопления субзерен.

Как видно из рис. 5, неравноосные субзерна удлинены в перпендикулярном базисной плоскости (0001) направлении. Оба этих направления лежат в плоскости образца и, следовательно, перпендикулярны оси

прутка, в то время как направление (0001) равноосных зерен параллельно направлению оси прутка (рис. 6).

Выделение вторых фаз на деформированном гафнии не обнаружено.



Рис. 5. Темнопольное изображение в рефлексе (0002) вытянутых субзерен в гафнии, деформированном на 60%, и микродифракция с этого места, ось зоны $z = [2-1-10]$.

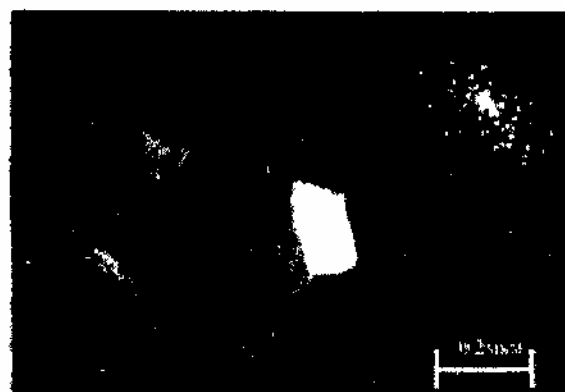


Рис. 6. Темнопольное изображение в рефлексе (0-110) равноосных субзерен в гафнии, деформированном на 30%, и микродифракция с этого места, ось зоны $z = [0001]$.

По всей видимости, механизм образования субзеренной структуры подобен механизму образования аналогичных структур у тугоплавких материалов с высокой энергией дефекта упаковки. По этому механизму суперпозиция одновременно происходящих процессов упрочнения и разупрочнения в условиях всестороннего неравномерного сжатия (высокотемпературная экструзия) приводит к формированию четко наблюдаемой ячеистой структуры. Уже на ранних стадиях деформации образуются ячейки, размер которых слабо изменяется в процессе дальнейшей пластической деформации; при этом плотность дислокаций в границах ячеек возрастает, что сопровождается увеличе-

нием разориентации соседних фрагментов. По мере увеличения степени деформации границы теряют явно выраженное дислокационное строение, сужаются и приобретают типичный вид границы зерна [3].

После отжига деформированного материала со степенью деформации 30 % происходит рекристаллизация субзеренной структуры. Размер зерна составляет примерно 50 мкм. Обнаружены выделения, неоднородно расположенные вблизи границ и в теле субзерна. Средний размер выделений 1,1 мкм (рис. 7).



Рис. 7. Микроструктура гафния, деформированного на 30 %, + отжиг 850 °С, 1 ч.



Рис. 8. Микроструктура гафния, деформированного на 60 %, + отжиг 850 °С, 1 ч.

Структура отожженного гафния, предварительно деформированного на 60%, представлена на рис. 8. Размер зерна составляет примерно 35 мкм. Размер выделений уменьшился до 0,66 мкм. Однако обнаружено, что произошла не полная рекристаллизация. Кроме крупных зерен (до 32 мкм) наблюдаются неравноосные зерна шириной до 2 мкм (рис. 8) с дефектом упаковки. При равных условиях электрохимического утонения на поверхности недорекристаллизованных зерен не образуются гидриды, в отличие от рекристаллизованных

зерен. Причиной этого может быть как различная ориентировка зерен относительно поверхности образца, так и различный химический состав зерен.

После отжига гафния, деформированного на 75 %, структура его аналогична структурам, описанным выше. Размер выделений еще более уменьшился – до 0,41 мкм. Размер зерна уменьшился до 20 мкм.

Структура отожженного гафния со степенью деформации 86 % также рекристаллизованная, размер зерна 12 мкм. Размер выделений меньше, чем при более низких степенях деформации, и располагаются они в основном в теле зерна. Размер выделений от 0,02 до 0,35 мкм, средний размер выделений составляет примерно 0,13 мкм.

Заключение. Исследована микроструктура деформированного и отожженного гафния и проведен ее количественный анализ. В результате этого установлено:

Микроструктура экструдированного гафния представляет собой субзеренную структуру, размер субзерен уменьшается с увеличением степени деформации. На отожженном гафнии были обнаружено, что размер выделений вторых фаз уменьшается с увеличением степени предварительной деформации. Отжиг при 850 °С в течение одного часа не приводит к полной рекристаллизации субзеренной структуры. Перераспределение примесей в результате механотермической обработки может приводить к локальному понижению энергии дефекта упаковки.

Библиографический список

1. Рисованный В.Д., Ключков Е.П., Пономаренко В.Б. Гафний в ядерной технике. – Дмитровград, 1993.
2. Ажажа В.М., Ковтун К.В., Вьюгов П.Н., Карлина З.Г., Мухачев А.П. Свойства и структура выдавленного гафния // ВАНТ Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. Вып. 69,70.
3. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирсов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. – Наук. думка, 1975.

Авторы выражают благодарность К.В. Ковтуну за предоставленный материал для исследования, помощь в обсуждении результатов и ценные замечания.