

УДК 669.296.018:539.374.2

ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА НА ПРОЦЕСС ЛОКАЛИЗАЦИИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ

*М.И. Сергачева, К.В. Ожмегов, А.С. Заводчиков, А.А. Носов, А.Ю. Шевяков,
Н.С. Сабуров, С.А. Бекренев, Д.А. Крюков*

*АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт
неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», Москва
MISergacheva@bochvar.ru*

Статья посвящена изучению влияния химического состава сплавов циркония Э110 о.ч. и Э635 на локализацию пластической деформации при деформационно-скоростных режимах холодной прокатки. Исследование проводилось на плоских модельных образцах с рабочей частью размером 20,00 мм при скорости деформации 2 мм в секунду с предшествующими термообработками образцов в диапазоне 520-600 °С. Исследование представляет важный вклад в понимание влияния химического состава и режимов термообработки на пластическую деформацию сплавов циркония, что имеет практическое значение для промышленного производства.

Ключевые слова: промышленные сплавы циркония, циркониевые трубы, локализация пластического течения, холодная прокатка.

EFFECT OF CHEMICAL COMPOSITION ON THE LOCALIZATION OF PLASTIC DEFORMATION OF ZIRCONIUM ALLOYS

*M.I. Sergacheva, K.V. Ozhmev, A.S. Zavodchikov, A.A. Nosov, A.Yu. Shevyakov,
N.S. Saburov, S.A. Bekrenev, D.A. Kryukov*

JSC «A.A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials», Moscow

The article is devoted to the study of the influence of the chemical composition of zirconium alloys E635 and E110 opt. on the localization of plastic deformation under deformation-velocity modes of cold rolling. The study was carried out on flat model samples with a working part size 20,00 mm at a deformation rate of 2 mm per second with previous heat treatments of the samples in the range of 520-600 °C. The study makes an important contribution to understanding the effect of chemical composition and heat treatment on the plastic deformation of zirconium alloys, which has practical significance for industrial production of zirconium alloys.

Keywords: industrial zirconium alloys, zirconium pipes, localization of plastic flow, cold rolling.

Введение

В статье рассмотрены методы повышения технологичности материала промышленных циркониевых сплавов применительно к условиям холодной прокатки путем изменения структуры. Как известно из дислокационной теории упрочнения деформируемых материалов, их пластическое течение реализуется неоднородно на всех этапах деформирования, и в металле самопроизвольно формируются и эволюционируют подвижные и стационарные очаги локализованной пластичности. Сосредоточение деформации в определенных областях материала может привести к локальному снижению технологичности [1, 2]. Для сплавов циркония характерным является осуществление пластической деформации путем скольжения дислокаций [3]. При этом различные элементы структуры, такие как границы зерен, выделения второй фазы, включения, становятся препятствиями для скольжения дислокаций и являются причиной локализации. С целью определения влияния данных структурных элементов на процесс локализации пластического течения были проведены эксперименты на промышленных сплавах циркония различных составов – Э110 о.ч. и Э635. Микроструктура этих сплавов имеет принципиальные отличия. Сплав Э110 о.ч. относится к бинарной системе Zr-Nb, его структура в состоянии поставки является полностью рекристаллизованной, с преимущественно равноосными зернами α -Zr и частицами β -Nb со средним размером ~50 нм, имеющими глобулярную форму и равномерно распределенными по телу и границам зерен. Выделения этой фазы имеют ОЦК решетку. Сплав Э635 относится к системе Zr-Nb-Sn-Fe со структурой в виде зерен α -Zr-фазы и частицами интерметаллидов в виде фазы Лавеса (L) – $Zr(Nb,Fe)_2$ средним размером ~100 нм. Выделения этой фазы имеют ГПУ решетку [4].

В атомной энергетике сплав Э110 о.ч. используется в качестве материала оболочек и заглушек твэлов и дистанционирующих решёток ТВС [5, 6]. Сплав Э635 применяется как материал центральной трубы, направляющих каналов и уголков жёсткости каркаса ТВС в новых разработках типа ТВСА и ТВС-2 реактора ВВЭР-1000 [5, 7-10]. Производство изделий из этих сплавов включает следующие технологические процессы: выплавку слитка, горячую деформацию и многократную холодную прокатку с промежуточными и заключительным отжигами [6] при температуре существования α -Zr-фаз. После отжигов в изделиях промежуточных и готовых размеров обеспечивается структурное состояние, близкое к рекристаллизованному [4].

В работе [11] было отмечено влияние структурного состояния на технологичность сплава Э110 о.ч. Показано, что после холодной деформации и отжига при температуре 540 °С активировалось большее количество микроочагов пластического течения, что позволило увеличить стадию устойчивого течения за счет повышения сопротивления металла образованию макроочагов локализации.

С целью исследования влияния химического состава циркониевых сплавов на технологичность материала в настоящей работе исследовано несколько режимов

отжигов в температурном интервале от 520 до 600 °С с выдержками от 2 до 4 часов на сплавах Э110 о.ч. и Э635.

Материалы и методики исследований

В качестве материала исследований были взяты промышленные сплавы циркония Э110 о.ч. и Э635, составы которых приведены в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля легирующих элементов в сплавах Э110 о.ч. и Э635

Сплав / Элемент	Э110 о.ч.	Э635
Nb, %	0,90-1,10	0,90-1,10
Sn, %	-	1,10-1,30
Fe, %	<0,05	0,30-0,40
O, %	<0,099	0,05-0,12

Оценка локализации происходила на образцах листов сплавов Э110 о.ч. и Э635 толщиной 0,55 и 0,65 мм соответственно с применением метода делительных сеток при одноосном растяжении на испытательной машине «Instron-5982» с последующим построением и анализом диаграмм локализации пластического течения металла. Такой анализ позволяет не только оценить пределы пластичности сплавов, но также определить влияние структурных факторов на наступление неустойчивого течения металла.

Внешний вид образца представлен на рис. 1, длина рабочей части образца составляла 20,00 мм. Термообработки проводились на отобранных образцах в вакуумной печи с вакуумом 1×10^{-5} Па. Режимы термообработок представлены в табл. 2-3.

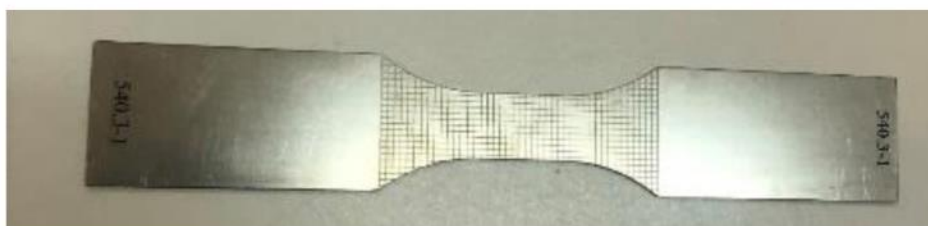


Рис. 1. Внешний вид образца для проведения механических испытаний на растяжение, отобранного от листов сплава Э110 о.ч. и Э635

Таблица 2

Режимы термических обработок при испытаниях на одноосное растяжение плоских образцов, отобранных от листов сплава Э110 о.ч.

V=2 мм/с					
Температура, °С					
время выдержки, ч	-	520	540	580	600
-	+				
3		+	+	+	+

Таблица 3

Режимы термических обработок при испытаниях на одноосное растяжение плоских образцов, отобранных от листов сплава Э635

V=2 мм/с					
Температура, °С					
время выдержки, ч	-	520	540	580	600
-	+				
2			+		
3		+	+	+	+
4			+		

Для исследования неоднородности пластического течения на поверхности рабочей части плоских образцов наносилась делительная сетка. Нанесение делительной сетки осуществлялось по режиму, обеспечивающему глубину зоны термического влияния не более 15 мкм, глубину маркировки не более 1 мкм. Размер одной ячейки делительной сетки составлял 0,9×0,9 мм, толщина линии сетки составляла до 10 мкм (рис. 1).

Метод определения деформированного состояния основан на измерении геометрии делительной сетки до и после растяжения, а также в процессе деформации исследуемого образца. Для определения величины пластической деформации обычно используют логарифмическую меру, т.е. деформация отрезка, имеющего первоначальную длину l_0 , а длину после деформации l , составляет

$$\varepsilon = \ln \frac{l}{l_0} \quad (1)$$

Пластичность материала оценивалась по двум характеристикам: относительному удлинению (2) и относительному сужению (3).

$$\delta = \frac{l_k - l_n}{l_n} \times 100\%, \quad (2)$$

где l_k – конечная длина образца, l_n – начальная длина образца.

$$\psi = \frac{F_n - F_k}{F_n} \times 100\%, \quad (3)$$

где F_n – начальная площадь поперечного сечения образца, F_k – конечная площадь поперечного сечения образца в месте разрыва.

Испытания образцов проводились методом одноосного растяжения до разрыва на электромеханической испытательной машине «Instron-5982». Жесткость испытательной машины 300 кН/мм. Испытания проводились при комнатной

температуре. Исследование течения металла осуществлялось при скорости нагружения 2 мм/с, что соответствует скорости деформации металла в процессе холодной прокатки.

Измерение делительных сеток после испытаний на растяжение проводилось с использованием измерительного микроскопа Evotis lynx system 1 с увеличением до 60 крат – по результатам измерений были построены диаграммы локализации пластического течения. Анализ структурного состояния после отжигов проводился на анализаторе структурном многомасштабном SIAMS модификация ACM.1 в поляризованном свете при увеличении 500 крат.

Шлифы изготавливались с использованием карбид-кремниевой абразивной бумаги, зернистостью от 100 до 2500, с постепенным переходом от более грубого к более тонкому абразиву. Данная операция осуществлялась на станке АТМ «Saphir 350». Полирование шлифов осуществлялось на грубошерстном сукне с использованием в качестве абразивного материала смесь из фильтрованной окиси хрома и воды. Окончательное полирование выполнялось с помощью алмазной пасты с разным размером частиц до придания шлифу зеркального блеска. Для выявления структуры в исследуемых образцах проводилось травление в реактивах состава: 45мл H₂O + 45мл HNO₃ + 10мл HF.

Результаты

На рис. 2 представлено структурное состояние образцов сплава Э110 о.ч., отобранных от листов в деформированном состоянии без термообработки и отожженных при различных температурах в интервале 520-600 °С с выдержкой 3 часа. В образцах без термообработки наблюдается характерное деформированное состояние структуры – зерна неравноосные и вытянутые в направлении деформации как в продольном, так и в поперечном сечениях. После отжига при температуре 520 °С в образцах появляются участки начала рекристаллизации, свидетельствующие о разупрочнении материала, но с сохранением в структуре деформационной направленности. С повышением температуры отжига до 540 °С и выше в структуре формируются равноосные зерна, что подтверждается снимками в обоих сечениях листовых образцов. Размер зёрен неоднороден и в среднем составляет 2,9 мкм (540 °С), 3,5 мкм (580 °С) и 3,9 мкм (600 °С). При этом направление деформации по зеренной структуре практически не просматривается.

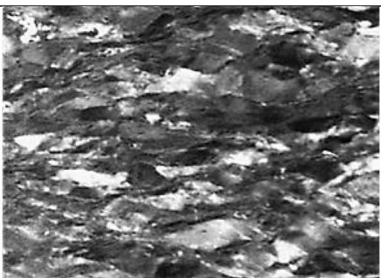
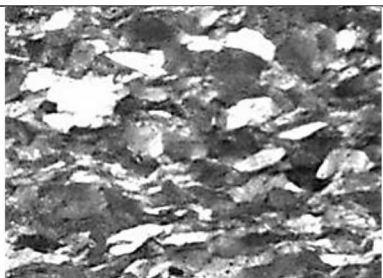
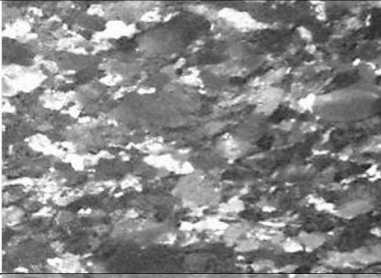
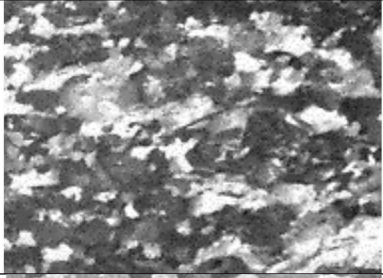
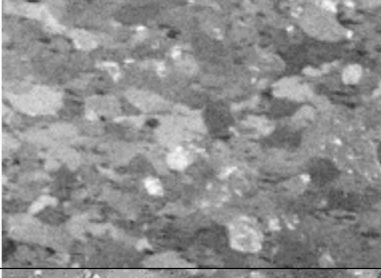
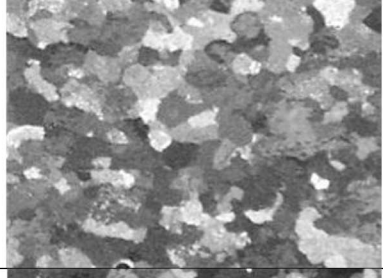
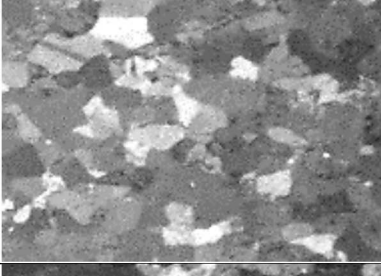
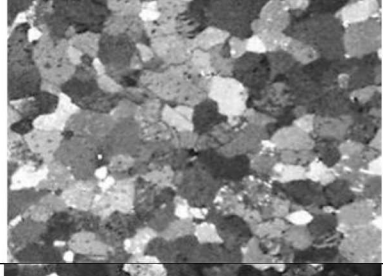
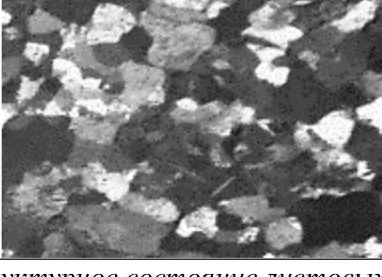
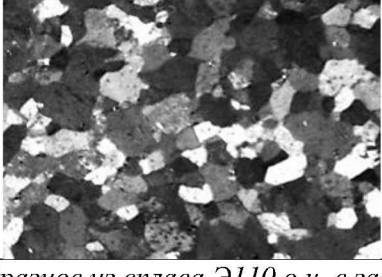
Режим отжига	Продольное сечение	Поперечное сечение
Без т/о		
520 °С, 3 часа		
540 °С, 3 часа		
580 °С, 3 часа		
600 °С, 3 часа		

Рис. 2. Структурное состояние листовых образцов из сплава Э110 о.ч. в зависимости от термообработки, $\times 500$

Диаграммы локализации пластического течения листовых образцов сплава Э110 о.ч. после одноосного растяжения со скоростью 2 мм/с представлены на рис. 3-5. На рис. 6 усредненная сводная диаграмма распределения истинной деформации по длине образца из сплава Э110 о.ч. на разрыв без т/о после отжига 540 °С (3 часа), 600 °С (3 часа). На диаграммах локализации пластического течения для всех исследованных

образцов сплава Э110 о.ч. по длине наблюдаются очаги микролокализации деформации, имеющие волновой характер. Отмечается, что при температурах отжига ниже 540 °С преобладает сужение особенно в области макроочага деформации (рис. 3б). При повышении температуры отжига выше 540 °С более выражена деформация в продольном направлении. Отжиг при температуре 540 °С обеспечивает равномерное распределение деформации в поперечном и продольном направлениях, так же более развитыми являются очаги микролокализации, что говорит о развитии альтернативных очагов локализации, обеспечивающих более равномерную деформацию по длине образца.

Проведенные ранее исследования на образцах от гильз сплава Э110 о.ч. показали повышение сопротивления металла образованию макроочагов локализации и обеспечение оптимальной технологичности в условиях холодной деформации после термической обработки при температуре 540 °С [11]. Отжиг при такой температуре обеспечивает активацию большего количества микроочагов пластического течения при включении в деформацию большей площади образца, при этом было достигнуто удлинение, аналогичное результату после отжига при 600 °С. Размер зерна в образцах гильз, отожженных при температуре 540 °С, составлял 3,0 мкм и был в 1,3 раза меньше, чем после отжига при 600 °С. На диаграммах локализации пластического течения листовых образцов сплава Э110 о.ч. прослеживается аналогичная картина: соотношение среднего размера зерна после термообработки при 600 °С и 540 °С составляет 1,34. Полученные результаты соответствуют соотношению (закону) Холла-Петча [12], которое даёт количественное описание роста предела текучести поликристаллического материала с уменьшением размера зерна. В основе этой зависимости лежат дислокационные механизмы пластической деформации: границы зёрен тормозят движение дислокаций.

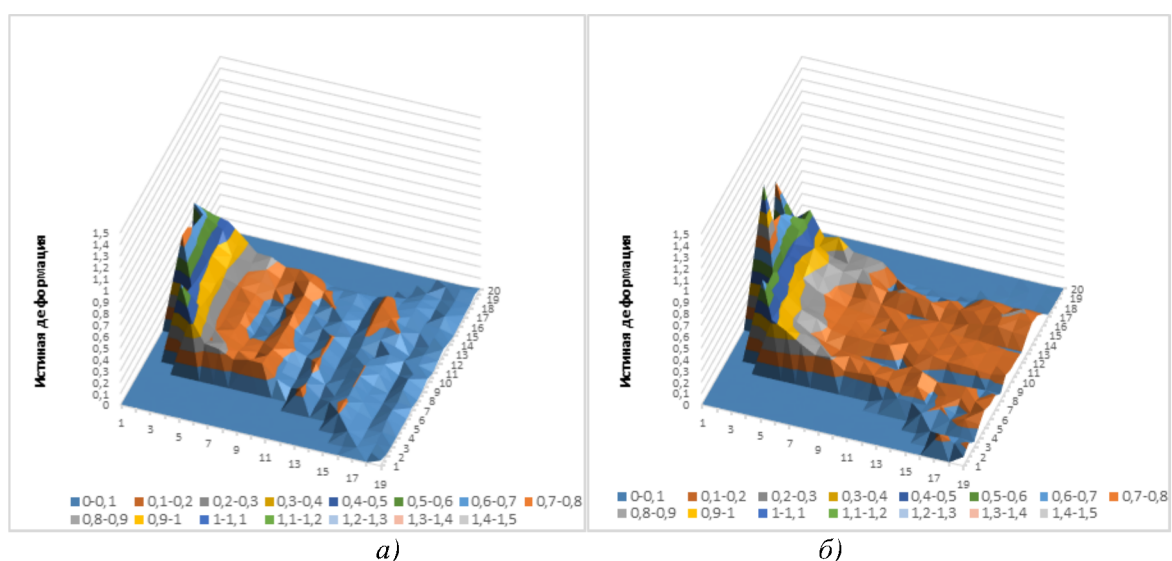


Рис. 3. Диаграмма локализации пластического течения, полученная при испытании на растяжение образца из сплава Э110 о.ч. без предварительной термической обработки со скоростью 2 мм/с: а) в продольном направлении; б) в поперечном направлении

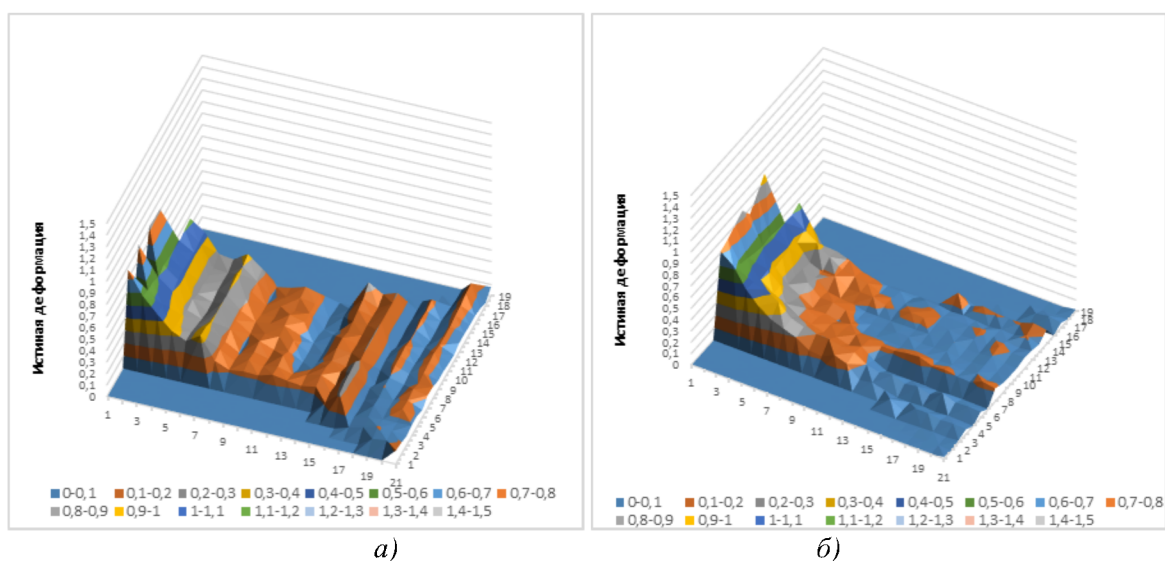


Рис. 4. Диаграмма локализации пластического течения, полученная при испытании на растяжение образца из сплава Э110 о.ч. после отжига при температуре 540 °С, 3 часа, скорость деформации 2 мм/с: а) в продольном направлении; б) в поперечном направлении

Наибольшую склонность к образованию шейки при растяжении проявили образцы, отожженные при температуре 600 °С – среднее значение истинной деформации в макроочаге локализации (область шейки) данных образцов составляет $\epsilon = 0,95$ (рис. 6а) в поперечном направлении и $\epsilon = 1,1$ (рис. 6б) в продольном направлении. Для образцов, термообработанных при 540 °С, данный показатель составляет $\epsilon = 0,81$ и $\epsilon = 0,69$ соответственно.

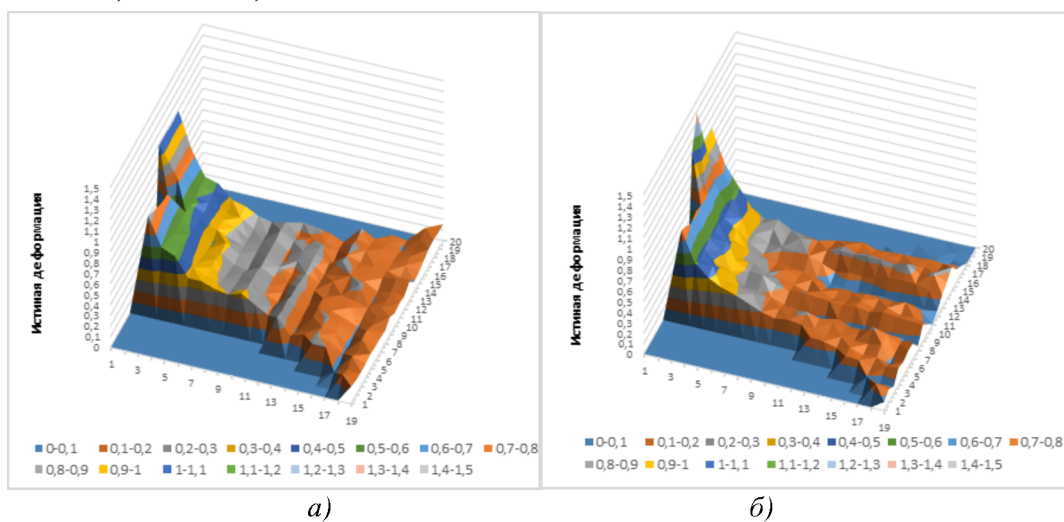
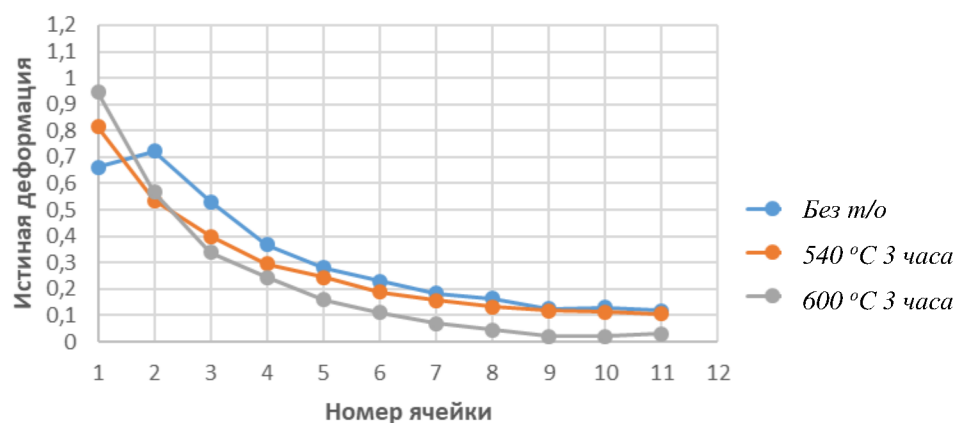
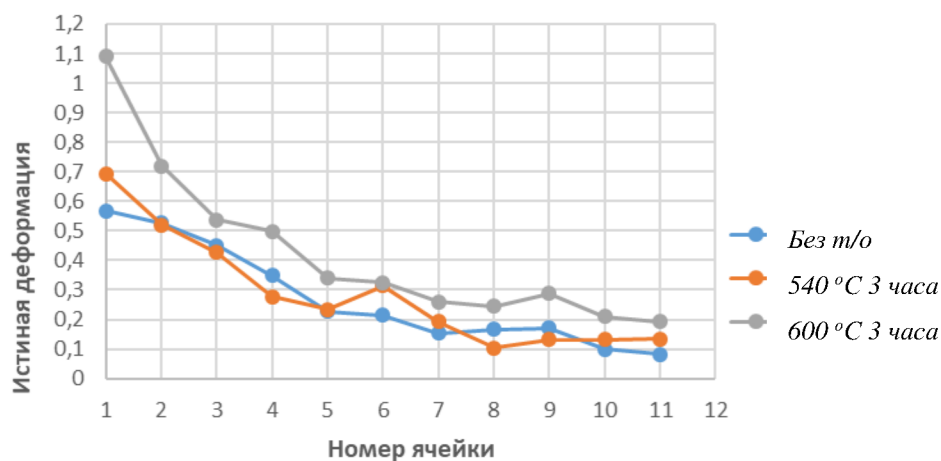


Рис. 5. Диаграмма локализации пластического течения, полученная при испытании на растяжение образца из сплава Э110 о.ч. после отжига при температуре 600 °С, 3 часа, скорость деформации 2 мм/с: а) в продольном направлении; б) в поперечном направлении



а)



б)

Рис. 6. Усредненная сводная диаграмма локализации пластического течения образца из сплава Э110 о.ч. Температуры отжига: без т/о, 540 °C (3 часа), 600 °C (3 часа), скорость деформации 2 мм/с: а) в поперечном направлении; б) в продольном направлении

Образование единичных макроочагов локализации при недостаточной развитости альтернативных очагов является нежелательным с точки зрения технологичности материала из сплава Э110 о.ч. Как было показано ранее [11], образование подобных макроочагов в процессе холодной прокатки труб может приводить к образованию складок на внутренней поверхности и образованию дефектов типа закат при последующей прокатке. Таким образом, можно предположить, что температура 540 °C является предпочтительной с точки зрения минимизации локализации пластического течения металла и обеспечивает более однородную деформацию при достаточном запасе пластичности. На рис. 7 представлены кривые течения $\sigma_s - \epsilon$ сплава Э110 о.ч., полученные при испытании методом одноосного растяжения со скоростью $V=2$ мм/с образцов без термообработки, предварительно термообработанных при 540 °C и 600 °C. Максимум на кривых течения $\sigma_s - \epsilon$ на образце без термообработки составил 491,6 МПа при истинной деформации $\epsilon = 0,096$, после отжига при 540 °C максимум составил 454,7 МПа при $\epsilon=0,119$, при 600 °C максимум составил 422,0 МПа при $\epsilon=0,107$. С изменением

структурного состояния от нагартованного до рекристаллизованного максимум на кривых течения смещается в сторону больших деформаций, что свидетельствует о более позднем наступлении формирования макроочага локализации пластического течения. Вместе с тем температура $T=540\text{ }^{\circ}\text{C}$ повышает сопротивление металла σ_s локализации, потеря устойчивости течения наступает несколько позднее (максимум при $T=540\text{ }^{\circ}\text{C}$ смещен вправо относительно максимума на кривой течения, полученной при $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$). Устойчивое течение металла сохраняется на образцах без термообработки до напряжения 491,6 МПа при истинной деформации $\varepsilon = 0,096$, после отжига при $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 454,7 МПа при $\varepsilon=0,119$, при $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 422,0 МПа при $\varepsilon=0,107$. Таким образом, результаты исследования кривых течения подтверждают, что максимальную работу внешней силы до образования очага макролокализации (шейки) выдерживают образцы, отожженные при температуре $540\text{ }^{\circ}\text{C}$. При этом их удлинение в среднем составляет 6,6 мм, что на $\approx 10\%$ меньше, чем на образцах после отжига при $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (7,5 мм).

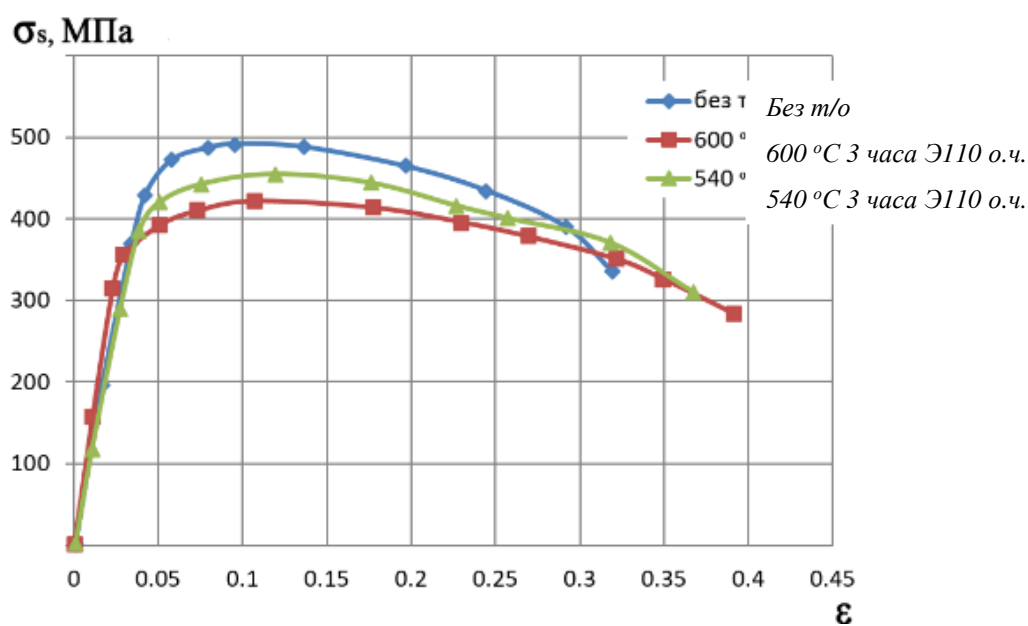


Рис. 7. Кривые течения $\sigma_s - \varepsilon$ сплава Э110 о.ч., полученные при испытании методом одноосного растяжения при скорости $V=2\text{ мм/с}$ образцов без термообработки, предварительно термообработанных в течение 3 часов при $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $600\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Проведена оценка упрочнения материала при механических испытаниях по параметрам уравнения Людвига – Холломона [13]

$$S = B \cdot \varepsilon^m \quad (4)$$

где S – истинные напряжения, МПа;

B – коэффициент упрочнения, МПа;

m – показатель деформационного упрочнения, безразмерный;

ε – истинная деформация, безразмерная.

Величины B и m для листовых образцов из сплава Э110 о.ч. были получены в результате обработки диаграмм деформации – растяжения образцов. Значения истинных напряжений и удлинения получали аналитическим методом на участке равномерной деформации из следующих соотношений

$$S = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (5)$$

$$e = \ln(1 + \varepsilon) \quad (6)$$

где σ – условные напряжения, МПа

ε – условная деформация, безразмерная.

Расчетные коэффициенты уравнения Людвига – Холломона представлены в табл. 4. Отмечено, что более чувствителен к структурному состоянию и температуре предварительной термообработки показатель деформационного упрочнения (m) (изменение в исследуемом интервале температур до 14,8%), на образцах с температурой отжига от 540 °С и выше остается практически неизменным (изменение не более 1,6%), при снижении температуры отжига в интервале с 540 °С до 520 °С наблюдается резкое падение его значения на 9,6%. Коэффициент упрочнения (B) во всем исследованном диапазоне имеет максимальное отклонение не более 12%. Отмечено снижение значения данного параметра с увеличением температуры отжига.

Таблица 4

Расчетные значения коэффициента упрочнения (B) и показателя деформационного упрочнения (m) для листовых образцов сплава Э110 о.ч. с различной исходной структурой применительно к условиям испытания

Температура отжига, °С.	B , МПа	m	R^2
Без m/o	580,560	0,0728	0,983
520	572,427	0,0785	0,996
540	554,665	0,0868	0,991
580	534,231	0,0862	0,987
600	510,889	0,0854	0,9927

На рис. 8 представлено структурное состояние образцов сплава Э635, отобранных от листов в деформированном состоянии без термообработки и отожженных при температурах 520-600 °С с выдержкой 3 часа. В образцах сплава Э635 без термообработки наблюдается характерное деформированное состояние структуры. При повышении температуры отжига до 520 °С наблюдается начало процесса разупрочнения (снижение коэффициента упрочнения (B)) материала. После отжига при температурах 540 °С и выше в структуре присутствуют равноосные зерна как в продольном, так и в поперечном направлениях (рис. 8). Однако, в отличие от сплава Э110 о.ч., после отжига при 540 °С наблюдается большая неоднородность размера

зерен, так же структура в продольном сечении в 1,2 раз крупнее, чем в поперечном: средний размер зерна составляет 2,3 мкм и 2,8 мкм соответственно. Изменение длительности выдержки от 2 до 4 часов при указанной температуре в рамках лабораторных экспериментов на листовых образцах сплава Э635 значимого влияния на структурное состояние и диаграммы локализации пластической деформации не оказало. В образцах, термообработанных при 600 °С, наблюдается более однородная структура в обоих сечениях, средний размер зерна – 3,0 мкм.

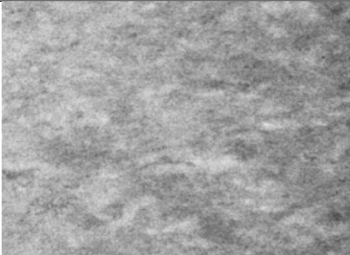
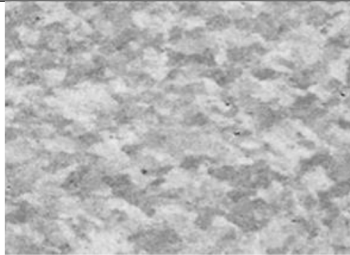
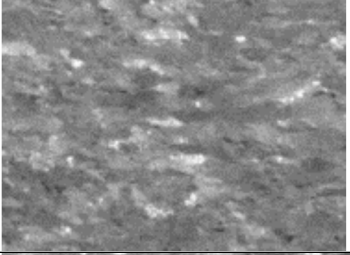
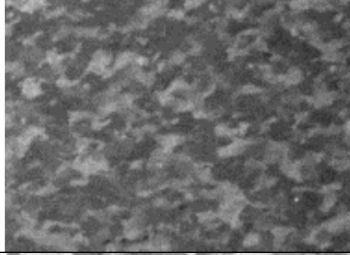
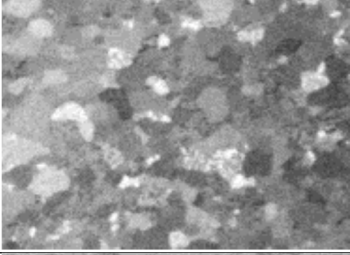
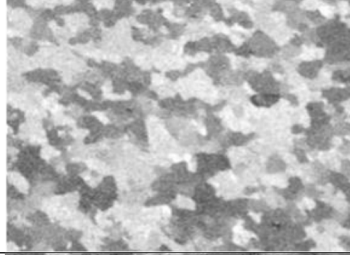
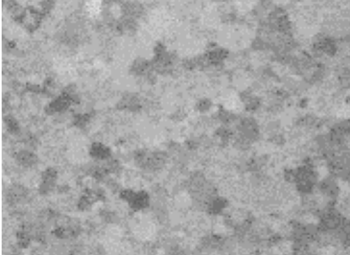
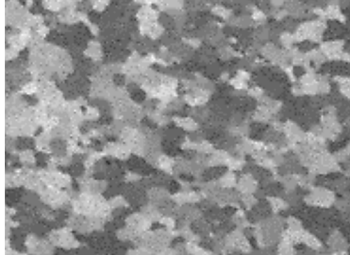
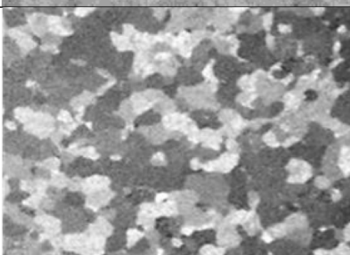
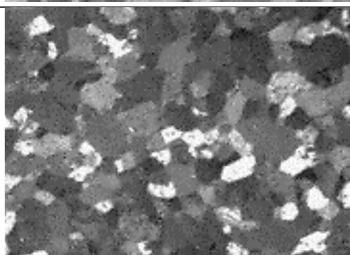
<i>Режим отжига</i>	Продольное сечение	Поперечное сечение
<i>Без т/о</i>		
<i>520 °С, 3 часа</i>		
<i>540 °С, 3 часа</i>		
<i>580 °С, 3 часа</i>		
<i>600 °С, 3 часа</i>		

Рис. 8. Структурное состояние листовых образцов из сплава Э635 в зависимости от термообработки, x500

Химический состав сплава Э635 приводит к формированию неоднородной многофазной структуры, важными элементами которой являются выделения интерметаллидных фаз, в состав которых из легирующих элементов входят ниобий и железо [4]. Из литературных данных известно, что в структуре сплава Э635 помимо зёрен α -Zr-фазы могут быть частицы Т-фазы размером до 1,0-1,5 мкм и частицы фазы Лавеса размером до 0,15-0,20 мкм с образованием строчек внутри зёрен [14, 15, 16]. В то время как структура сплава Э110 о.ч. характеризуется зёрнами α -Zr-фазы и включениями β -Nb-фазы размером до 0,1 мкм [4].

Подобные различия в химическом составе исследуемых сплавов приводят к характерному изменению картины локализации пластического течения. В данном исследовании оценивалось влияние температуры промежуточного отжига после холодной прокатки, и, как следствие, структуры образцов (форма, размер и однородность размера зерна) на локализацию пластического течения. Термообработка после холодной прокатки проводится в α -области и может повлиять на характер образования строчек мелких частиц фазы Лавеса, образующихся в результате распада β -Zr прослойки [13, 15, 16, 17]. Однако она не влияет на размер и характер расположения крупных частиц Т-фазы, если они уже присутствуют в структуре. Также для сплава Э635 при последующей холодной прокатке (особенно на начальных этапах после термической обработки при температурах β и $\alpha+\beta$ области) характерен механизм твердорастворного упрочнения за счет легирования оловом и более высокого содержания железа и кислорода в сплаве, чем в Э110 о.ч.

Анализ результатов показал, что увеличение температуры термической обработки в исследуемом диапазоне (520-600 °С) и времени выдержки не оказали ощутимого эффекта на локализацию пластического течения данного сплава. На всех образцах сплава Э635, независимо от термообработки и длительности выдержки, более выражена деформация при сужении (рис. 9 в, г, рис. 10 а, б). Характер деформации в продольном направлении, который отмечался на образцах из сплава Э110 о.ч. после термической обработки $T=540$ °С, не наблюдается. Локализация пластического течения имеет волновой характер, наиболее однородная деформация происходит после термической обработки при $T=600$ °С. Сравнение результатов исследования локализации пластического течения образцов из сплавов Э110 о.ч. и Э635 после термообработки представлено на рис. 9-10.

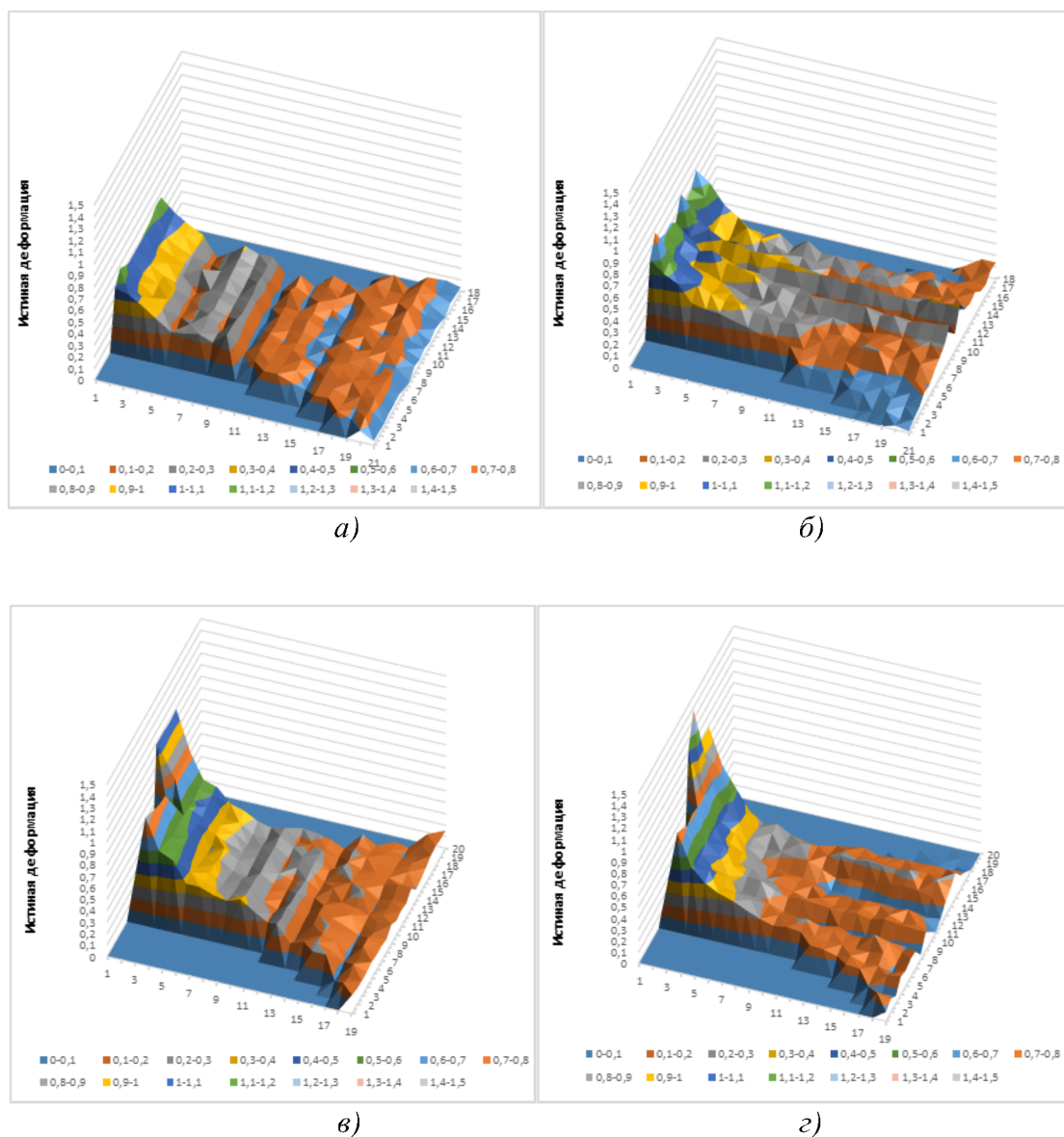


Рис. 9. Диаграмма локализации пластического течения, полученная при испытании на растяжение образцов из сплавов Э110 о.ч. (а и б) и Э635 (в и г) на разрыв. Температура отжига: 600 °С, 3 часа, скорость деформации 2 мм/с.: а, в) в продольном направлении; б, г) в поперечном направлении

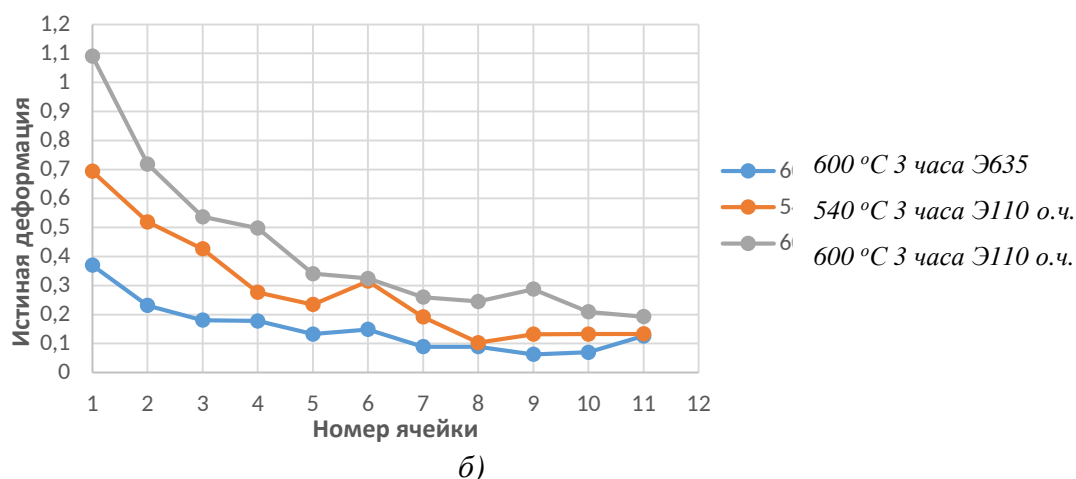
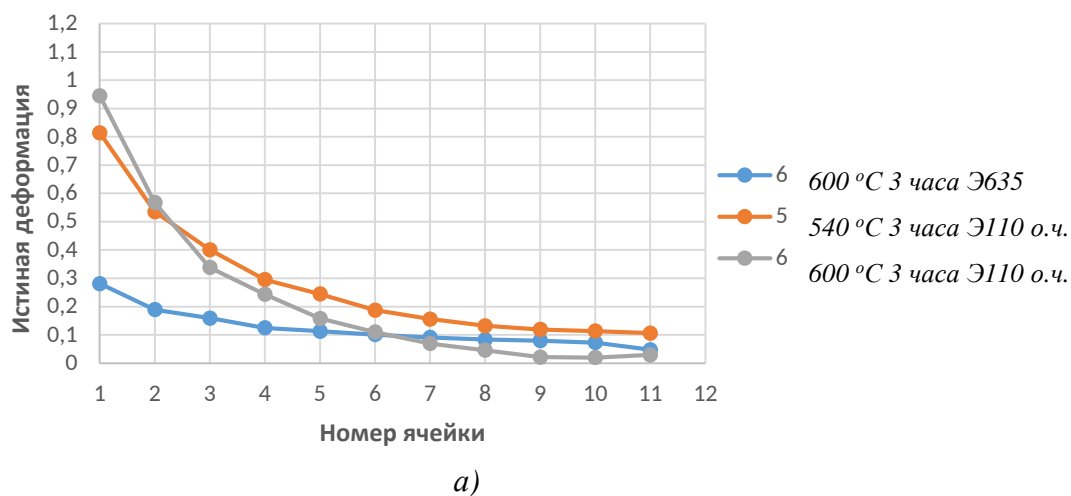


Рис. 10. Усредненная сводная диаграмма локализации пластического течения образцов из сплавов Э110 о.ч. и Э635 на разрыв. Температура отжига: 540 °C, 3 часа, 600 °C, 3 часа, скорость деформации 2 мм/с: а) в поперечном направлении; б) в продольном направлении

При этом сплав Э635 проявляет меньшую склонность к образованию макроочагов локализации – значения истинной деформации в очаге разрушения образца в среднем составляют 0,37 и 0,28 (рис. 10) в продольном и поперечном направлениях, что в 3,4 и в 3,0 раз меньше, чем на сплаве Э110 о.ч. после аналогичной термообработки (600 °C).

Выделения интерметаллидов по границам зерен сплава Э635 тормозят их рост при рекристаллизации [15], что обеспечивает средний размер зерна 3,5 мкм в образцах, отожженных при 600 °C. В то же время в сплаве Э110 о.ч. зерно размером 2,9-3,0 мкм формируется при температуре отжига на 60 °C ниже. Таким образом, в обоих сплавах поддержание размера зерна на уровне 2,9-3,0 мкм способствует снижению роста макроочагов локализации.

Особенности легирования приводят к общему упрочнению металла из сплава Э635. На рис. 11 приведены кривые течения $\sigma_s - \epsilon$ сплавов Э110 о.ч. и Э635, полученные при испытании методом одноосного растяжения при скорости $V=2$ мм/с.

Отмечается выраженный максимум на кривых течения сплава Э635 на уровне $\sigma_s = 504$ МПа, в также более поздняя потеря устойчивости пластического течения при деформации $\varepsilon = 0,191$ по сравнению со сплавом Э110 о.ч. (при $T = 540$ °С – максимум на уровне $\sigma_s = 454,7$ МПа, $\varepsilon = 0,119$, при $T = 600$ °С максимум на уровне $\sigma_s = 422,0$ МПа, $\varepsilon = 0,107$).

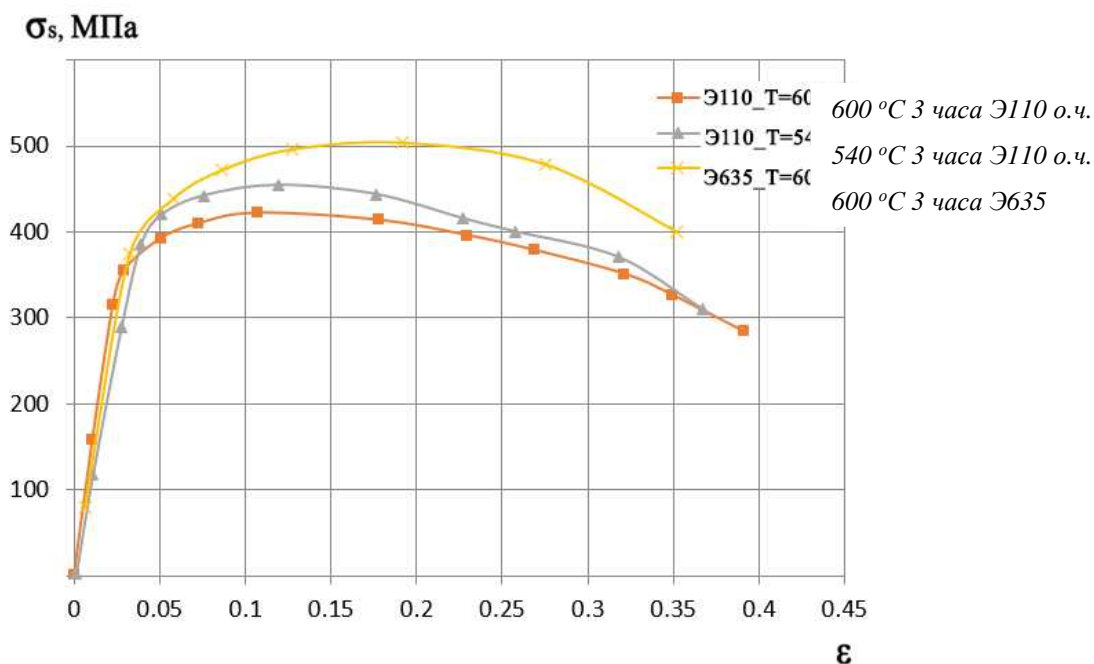


Рис. 11. Кривые течения $\sigma_s - \varepsilon$ сплавов Э635 (после отжига при 600 °С) и Э110 о.ч. (после отжига при 540 °С и 600 °С), полученные при испытании методом одноосного растяжения при скорости $V = 2$ мм/с

Упрочнение сплава Э635 за счет наличия легирующих элементов в твёрдом растворе и интерметаллидов в структуре приводит к повышению сопротивления металла локализации пластического течения, что положительно скажется, например, на повышении сопротивления к образованию складок на внутренней поверхности при холодной прокатке труб. Однако возможные скопления крупных частиц интерметаллидов могут отрицательно сказаться на пластичности сплава и привести к растрескиванию концов труб при прокатке [4]. К примеру, удлинение образцов сплава Э110 о.ч. после отжига при $T = 600$ °С в среднем составляет $\delta = 7,5$ мм, что на 70 % больше, чем на образцах сплава Э635 после аналогичной термообработки ($\delta = 4,4$ мм).

В рамках проведенных экспериментов по влиянию режимов отжигов на локализацию пластического течения сплава Э635 не представляется возможным оценить влияние твердорастворного упрочнения и возможного наличия интерметаллидных частиц Т-фазы (их размера и расположения) на процесс локализации пластической деформации. Температуры, применяемые при отжиге, могли оказать влияние только на количество и размер выделений фазы Лавеса, образующейся в результате распада β -Zr прослоек [14, 15, 16, 17]. Вместе с тем возможные скопления крупных частиц Т-фазы в неп полностью рекристаллизованной

матрице могут нарушать устойчивость течения металла при деформации и приводить к снижению пластичности, что особенно важно при холодной прокатке [4].

Данные результаты подтверждают возможность оптимизации структурного состояния сплавов Э110 о.ч. и Э635 между проходами холодной деформации для повышения сопротивления металла локализации пластического течения за счет получения структурного состояния с размером зерна порядка 2,9-3,0 мкм (при температуре отжига при 540 °С и 600 °С соответственно).

Возможным направлением продолжения работы по исследованию процесса локализации сплава Э635 применительно к условиям холодной прокатки является оптимизация структурного состояния за счет измельчения выделений и выравнивания их однородности распределения в объеме материала заготовки в процессе β-закалки. Как отмечается в литературе, при нагреве под β-закалку сплава Э635 происходит растворение частиц всех выделений и выравнивание содержания ниобия и железа между пограничными областями и α-Zr кристаллами [4, 16].

Выводы

По результатам проведенных исследований сформулированы следующие выводы:

1. Различия химического состава определяют разницу в содержании легирующих элементов в твёрдом растворе матрицы и структурно-фазовом состоянии сплавов Э110 о.ч. и Э635, которые, в свою очередь, влияют на локализацию пластической деформации при холодной прокатке этих сплавов после рекристаллизационного отжига.

2. В условиях эксперимента на листовых образцах сплавов Э110 о.ч. и Э635 оптимальную технологичность материала с точки зрения повышения сопротивления металла формированию макроочагов локализации обеспечивает рекристаллизованная однородная структура со средним размером зерна до 2,9-3,0 мкм в обоих сплавах, полученная в результате отжигов при температуре 540 °С и 600 °С соответственно. При этом сплав Э635 сопротивляется локализации пластической деформации в большей степени.

3. Актуальным направлением дальнейших исследований по повышению технологичности сплава Э635 является установление закономерности влияния степени измельчения выделений и выравнивания их однородности, а также распределения легирующих элементов в объеме материала заготовки в процессе β-закалки на увеличение стадии устойчивого течения и предельной пластичности полуфабрикатов при холодной прокатке.

Список литературы

1. Зуев Л.Б., Баранникова С.А., Заводчиков С.Ю. Локализация деформации растяжения в поликристаллическом сплаве на основе циркония. *Физика металлов и металловедение*. — 1999. – Т. 87,3. – С. 77-79.
2. Зуев Л. Б., Баранникова С.А., Зариковская Н.В. Феноменология автоволновых процессов локализованного пластического течения//*Физика твёрдого тела*. – 2001. – Т. 43 ,8. – С. 1423-1427.
3. Зуев Л.Б, Данилов В.И., Баранникова С.А., *Физика макролокализации пластического течения*, Новосибирск «Наука», 2008 г.
4. Маркелов В.А. Диссертация на соискание учёной степени доктора технических наук «Совершенствование состава и структуры сплавов циркония в обеспечение работоспособности твэлов, твс и труб давления активных зон водоохлаждаемых реакторов с увеличенным ресурсом и выгоранием топлива».
5. Новиков В.В., Маркелов В.А., Шишов В.Н, Перегуд М.М., Коньков В.Ф. Совершенствование циркониевых сплавов для повышенных эксплуатационных параметров топлива ВВЭР // В кн.: Развитие атомной энергетики России и Украины – фактор устойчивого межгосударственного развития: материалы совместного совещания - семинара Российской академии наук и Национальной академии наук Украины: 21-23 октября 2008 года, г. Электросталь. - М.: Наука. 2009. С. 236-251.
6. Займовский А.С., Никулина А.В., Решетников Н.Г. // *Циркониевые сплавы в атомной энергетике*, М.: Энергоиздат, 1981, 232 с.
7. Васильченко И.Н., Кобелев С.Н., Вялицын В.В., Медведев В.С. Разработка, внедрение на ВВЭР-1000 и дальнейшая модернизация ТВС-2. преемственность требований и решений по конструкции ТВС ВВЭР-1500 // *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы*. 2006. Вып. 2 (67). С. 53-62
8. Самойлов О.Б. Результаты создания, эксплуатации и развития ТВС альтернативной конструкции для реакторов ВВЭР-1000 // *Ядерное топливо для АЭС, ОАО «МСЗ»*. 2003. С. 2-6.
9. Markelov V., Novikov V., Nikulina A., Kon'kov V., Sablin M., Shishov V., Peregud M., Tselishchev A., Novoselov A., Kobylyansky G. Application of E635 Alloy as Structural Components of WWER-1000 Fuel Assemblies // *Proc. of the 6-th International Conference WWER Fuel Performance, Modelling, and Experimental Support*. 19-23 September 2005. Albena, Bulgaria. P. 188-193.
10. Shishov V.N, Markelov V.A., Novikov V.V., Nikulina A.V., Kon'kov V.F., Peregud M.M., Tselishchev A.V., Sablin M.N., Novoselov A.E., Kobylyansky G.P., Smirnov V.P., Markov D.V. Use and Improvment of E635 Alloy Applied to Fuel Claddings and FA Structural Components of Water Cooled Reactors. *Proc. Fontevraud 6 International Symposium, Contribution of Materials Investigation to Improve the Safety and Perfomance of LWRs, Volume 2 Session B*, P. 969-981.
11. Сергачева М.И., Ожмегов К.В., Заводчиков А.С., Кабанов А.А., Бекренев С.А., Крюков Д.А., Исследование локализации пластического течения циркониевого сплава Э110 применительно к условиям холодной прокатки труб. // *Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Материаловедение и новые материалы*. 2023. Вып. 5 (121). С. 200.
12. Gao H., Ji B., Jäger I. L. et al. «Materials become insensitive to flaws at nanoscale: Lessons from nature» // *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2003. V. 100, № 10. P. 5597-5600.
13. Статическая прочность и механика разрушения сталей: сб. науч. тр.: пер. с нем.; под ред. В. Даля, В. Антона. – М.: Металлургия, 1986. – 566 с.
14. Маркелов В.А., Рафигов В.З., Никулин С.А., Гончаров В.И., Шишов В.Н., Гусев А.Ю., Чеснокова Э.К. Изменение микроструктуры сплава циркония с оловом, ниобием и железом при деформационно-термической обработке // *Физика металлов и металловедение*. Вып. 4. Т. 77. 1994. С. 70-79.
15. Шишов В.Н. Закономерности и механизмы формирования микроструктуры сплавов Zr-Nb-(Fe-Sn-O) и ее эволюции при нейтронном облучении: дис. докт. техн. наук. М., 2012.

16. Саблин М.Н., Никулина А.В., Балашов В.М., Кабанов А.А., Новиков В.В., Маркелов В.А., Хохунова Т.Н., Милешкина О.Ю. Влияние структурно-фазового состояния на коррозионную стойкость труб из сплава Э635. Вестник томского государственного университета, серия «Математика и механика», №4(30) 2014.

17. Никулин С.А., Маркелов В.А., Гончаров В.И., Гусев А.Ю., Чеснокова Э.К. Изменение микроструктуры и механических свойств при отжиге закалённого сплава Zr-1,3%Sn-1%Nb-0,4%Fe // Известия РАН, Металлы, 1995, №1, С. 62-68.