

PACS numbers: 62.20.Qp, 72.15.Eb, 81.20.Wk, 81.40.Ef, 81.40.Lm, 81.40.Rs

Исследование структуры и свойств проволоки из гафния

Р. В. Ажажа, К. В. Ковтун, А. А. Васильев, М. П. Старолат,
Л. Н. Чепурная

*ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,
ул. Академическая, 1,
61108 Харьков, Украина*

Рассмотрены основные аспекты изготовления проволоки из гафния ГФЭ-1 с использованием высокотемпературной деформации и последующего рекристаллизационного вакуумного отжига. Изучено влияние отжига на изменение структуры и физико-механических свойств проволоки.

Розглянуті основні аспекти виготовлення дроту з гафнію ГФЕ-1 з використанням висотемпературної деформації і подальшого рекристалізаційного вакуумного відпалу. Вивчено вплив відпалу на зміну структури та фізико-механічних властивостей дроту.

The basic technological aspects of production of wire made of GFE-1 hafnium using high-temperature deformation and subsequent recrystallization vacuum annealing are considered. The influence of annealing on change of structure and physicomachanical properties of wire is investigated.

Ключевые слова: гафний, проволока, высокотемпературная деформация, вакуумный отжиг, структура, свойства.

(Получено 11 марта 2013 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Гафний, благодаря высокому сечению поглощения тепловых нейтронов и хорошим механическим и коррозионным характеристикам, применяется в конструкциях органов регулирования ядерных реакторов. Листы, прутки и проволока из гафния используется как нейтронопоглощающий материал в системах управления защитой в коммерческих и исследовательских реакторах [1].

В связи с широким применением гафния в ядерной промышлен-

ности, в последние годы интенсивно проводятся исследования по влиянию различных видов механико-термической обработки на структуру и свойства гафния марки ГФЭ-1 [2–7]. Например, в работах [2–4] представлены результаты исследований структуры и механических свойств прутков гафния, полученных различными методамиковки и прессования при высоких температурах, а также волочением при комнатной температуре. Авторами [3] приведены результаты исследования влияния деформирования волочением с разными степенями обжатия при температуре 1023 К на структуру и твердость гафния ГФЭ-1. Исследованию структуры и механических свойств прутков из гафния после экструзии и последующего отжига посвящены [5, 7]. Неклюдов с соавторами [7, 8] провели исследования по влиянию структуры и текстуры на механические свойства гафния сорта ГФЭ-1. На высокочистом гафнии аналогичные исследования проведены Е. Cerreta с соавторами [6]. Влияние параметровковки и отжига на тонкую структуру металла и текстурные характеристики прутков изучены в работе [5].

Низкая работа выхода электронов и высокая стойкость к выгоранию позволяет изготавливать из проволоки гафния катоды плазматронов для воздушно-плазменной резки без водяного охлаждения.

Несмотря на интенсивные исследования, в настоящее время имеется довольно ограниченный объем данных о влиянии деформационно-термической обработки на структуру и свойства проволоки из гафния, что объясняется техническими трудностями при ее получении, особенно при использовании больших суммарных обжатий.

Целью данной работы является изучение особенностей структуры и свойств проволоки из гафния марки ГФЭ-1, полученной с использованием высокотемпературной деформации волочением и их изменений в результате последующего рекристаллизационного отжига.

2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проводили на гафнии марки ГФЭ-1, полученном методом кальциетермического восстановления. Химический состав представлен в табл. 1 (ТУУ 143 12708.183-95).

Первичную деформационную обработку слитка диаметром 80 мм проводили с использованием горячейковки при температуре 1373 К, затем подвергали горячей прокатке при температуре 1143 К с применением профильных ручьевых валков для получения прутков диаметром 10 мм. Волочением через твердосплавные фильеры их диаметр постепенно уменьшали до 2,5 мм. Для волочения использовали цепной волочильный стан с усилием 1000 кг. Температура предварительного нагрева заготовки перед волочением составляла 1023 К, волочение проводили в атмосфере аргона. Суммарная степень обжатия проволоки после волочения составляла более 95%.

ТАБЛИЦА 1. Химический состав гафния ГФЭ-1.

Эл.	Al	C	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Mo	N	Ni	O	Si	Ti	Zr
% вес.	0,005	0,01	0,003	0,005	0,04	0,004	0,0005	0,01	0,005	0,02	0,05	0,005	0,005	1,0

Структуру, характеристики прочности, твердости и электрического сопротивления определяли на проволоке диаметром 2,5 мм, из которой методом электроискровой резки готовили образцы прямоугольного сечения 1,9×1 мм и длиной 30 мм. Для удаления поверхностного слоя после электроискровой резки образцы шлифовали на наждачной бумаге с последующим удалением наклепанного слоя на глубину до 30 мкм химической полировкой в растворе, состоящем из 10 мл азотной, 10 мл соляной, 5 мл плавиковой кислот и 10 мл воды. На полученных образцах измеряли микротвердость с помощью прибора ПМТ-3, изучали структуру с помощью оптического микроскопа IM 7000 (Япония) и электрическое сопротивление — компенсационным методом при температурах 77 К и 300 К. Характеристики прочности и пластичности измеряли путем одноосного растяжения со скоростью $1 \cdot 10^{-3}$ сек⁻¹.

Вакуумный отжиг образцов проводили при температуре 1073 К при давлении остаточных газов $1 \cdot 10^{-3}$ Па в течение 2-х часов. Возникающую при отжиге пленку окислов удаляли шлифовкой на тонкой шлифовальной бумаге (10 мкм) и последующей химической полировкой.

Электронно-микроскопические исследования структуры проволоки проводили на приборе «TESLA BS-613». Для этого образцы первичной толщиной 0,3 мм вырезали электроискровым методом на глубине 0,5 мм от поверхности проволоки. После шлифовки на наждачной бумаге их затем утоняли химической полировкой в растворе, состоящем из 45% азотной, 5% плавиковой кислот и 50% воды при температуре 273 К до появления участков, прозрачных для электронного луча при ускоряющем напряжении 100 кВ.

3. ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Изучение структуры гафниевой проволоки при помощи оптического микроскопа показало, что после волочения она имеет явно выраженную волокнистую структуру, элементы которой трудно различимы даже при максимально возможном увеличении. После отжига при температуре 1073 К в течение 2-х часов вместо волокнистой структуры образуется структура с равноосными зернами средний размер которых составляет 7 мкм. На рисунке 1 приведены фотографии микроструктуры проволоки в исходном состоянии и после отжига.

Исследования структуры с помощью электронного микроскопа показали, что элементы волокнистой структуры состоят из удли-

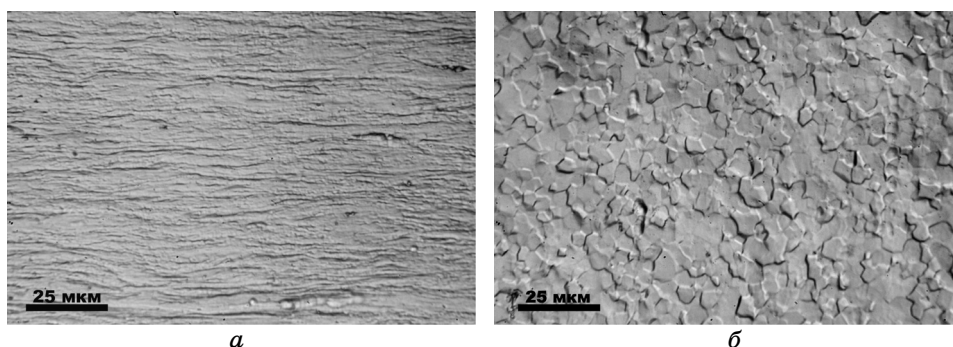


Рис. 1. Структура гафниевой проволоки: исходное состояние (*a*), после отжига, 1073 К, 2 часа (*б*).

ненных фрагментов длиной от одного до нескольких микрон и шириной 0,3–0,5 мкм (см. рис. 2, *a*). Использование микродифракции показало, что, в основном, субзерна разориентированы между собой на угол от 3° до 5°, а отдельные субзерна — до 10°, что видно на фотографии микродифракции с участка размером 10 мкм² (см. вставку на рис. 2, *a*). Структура проволоки после двухчасового отжига при 1073 К приведена на рис. 2, *б*. Видно, что в результате отжига формируются равноосные субзерна размером несколько большим 2 мкм, с низкой ($\sim 10^8$ см⁻²) плотностью дислокаций в них.

Изменения свойств проволоки в результате отжига приведены в таблице 2.

Из таблицы 2 видно, что микротвердость проволоки, полученной волочением, достигает в направлении, параллельном оси волочения, значений 3760 МПа. После отжига величина микротвердости снижается до 2920 МПа. Микротвердость в торцевом сечении меньше чем на ее боковом срезе и составляет 3560 МПа. По всей ви-

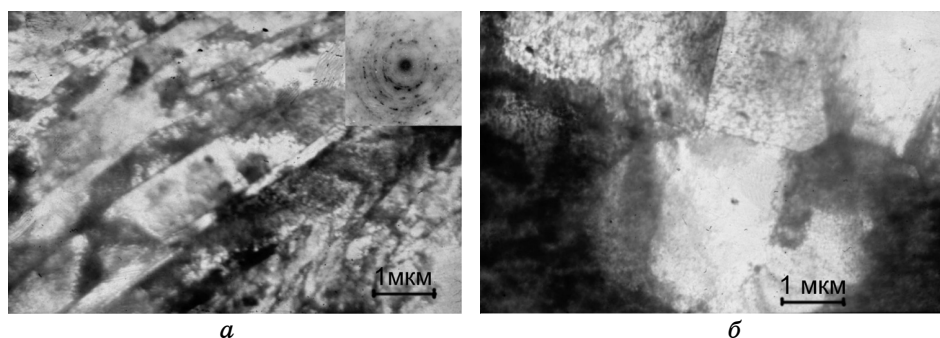


Рис. 2. Структура гафниевой проволоки (параллельно ее оси): исходное состояние (*a*), после отжига, 1073 К, 2 часа (*б*).

ТАБЛИЦА 2. Свойства проволоки из гафния диаметром 2,5 мм.

Состояние	σ_B , МПа	σ_T , МПа	δ , %	H_μ , МПа	ρ , мкОм·см	ρ_{300}/ρ_{77}
Исходное состояние	1120	795	7	3760 (вдоль)	36,6 (при 300 К)	3,51
				3560 (в торце)	10,426 (при 77 К)	
После отжига (1073 К, 2 ч.)	695	300	30	2920 (вдоль)	33,4 (при 300 К)	3,72
				2540 (в торце)	8,98 (при 77 К)	

димости, это различие объясняется формированием текстуры. После отжига микротвердость снижается до 2540 МПа.

Предел прочности при растяжении проволоки в исходном состоянии достигает значений 1120 МПа, предел текучести — 795 МПа, относительное удлинение — 7%. Отжиг при 1073 К приводит к снижению предела прочности до 695 МПа, предела текучести до 300 МПа, с возрастанием относительного удлинения до 30%.

Электросопротивление, измеренное при 77 К в исходном состоянии, составляет $10,426 \cdot 10^{-6}$ Ом·см и снижается после отжига до $8,98 \cdot 10^{-6}$ Ом·см.

Отношение удельных сопротивлений проволоки при комнатной температуре и температуре жидкого азота составляет $\rho_{300}/\rho_{77} = 3,51$. После отжига эта величина возрастает до 3,72, что указывает на существенное снижение плотности дислокаций и изменение текстуры проволоки при отжиге.

Полученные данные согласуются с результатами исследований, приведенными в работе [3], где изучалась микротвердость гафния марки ГФЭ-1 после волочения при температуре 1023 К с различными степенями деформации. Приведенные в работе [3] данные для проволоки со степенью деформации 94% (микротвердость в продольном направлении 3400 МПа, в поперечном — 3250 МПа) несколько ниже, чем в настоящей работе, что может быть связано с различным содержанием примесей в исследуемых материалах и технологическими особенностями изготовления проволоки.

4. ВЫВОДЫ

Использование высокотемпературной прокатки в профильных валах с последующим горячим волочением позволяет получать из гафния ГФЭ-1 проволоку круглого сечения с суммарной степенью обжатия более 95%.

Изучение структуры и свойств проволоки в исходном состоянии показало заметную неоднородность структуры вдоль и поперек сечения проволоки.

Вакуумный отжиг при температуре 1073 К в течение 2-х часов приводит к формированию равноосной зеренной структуры и суще-

ственному повышению пластичности.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. М. Ажажа, К. В. Ковтун, М. П. Старолат, *Гафний в атомной энергетике* (Харьков: 2002) (препринт ИФТТМТ ННЦ ХФТИ: 2002).
2. В. М. Ажажа, К. В. Ковтун, П. Н. Вьюгов, З. Г. Карлина, *ВАНТ, Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, № 4: 19 (1999).
3. Р. В. Ажажа, С. А. Беспалов, П. Ю. Волосевич, К. В. Ковтун, С. П. Ошкадеров, *ВАНТ, Сер. Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*, № 4: 128 (2007).
4. В. С. Красноруцкий, В. А. Зуёк, Н. М. Роечко, *ВАНТ, Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, № 3: 108 (2005).
5. М. П. Старолат, А. А. Васильев, С. П. Стеценко, Р. В. Ажажа, К. В. Ковтун, *Вісник Харківського Національного університету ім. В. Н. Каразіна, Сер. Ядра, частинки, поля*, 899, № 2: 83 (2010).
6. E. Cerreta, C. A. Yablinsky, G. T. Gray, S. C. Vogel, and D. W. Broun, *Mater. Sci. Eng. A*, 456: 243 (2007).
7. И. М. Неклюдов, В. М. Ажажа, К. В. Ковтун, А. А. Васильев, Р. В. Ажажа, *Наука та інновації*, 6, № 6: 5 (2010).
8. И. М. Неклюдов, В. М. Ажажа, К. В. Ковтун, А. А. Васильев, Р. В. Ажажа, *Наука та інновації*, 5, № 2: 23 (2009).