

УДК 539.388.1

УСТАЛОСТЬ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГАФНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 77–650 К

К.В. Ковтун*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»**61108, г. Харьков, ул. Академическая 1**E-mail: kkovtun@kipt.kharkov.ua**Поступила в редакцию 17 марта 2011 г.*

Изучена зависимость усталостной прочности гафния от температуры. Установлено, что в интервале температур 77-650 К усталостная прочность увеличивается с понижением температуры. Усталостные трещины зарождаются в устойчивых полосах скольжения внутри зерен. Дальнейшее развитие трещин происходит как по границам соседних зерен, так и транскристаллитным разрушением зерен. В гафнии, в отличие от циркония, при знакопеременном деформировании двойников не обнаружено. Основным механизмом деформации гафния при усталостных испытаниях является дислокационное скольжение.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: гафний, усталостная прочность, механизмы разрушения.

THE FATIGUE OF POLYCRYSTALLINE HAFNIUM IN TEMPERATURE REGION 77-650 K

K.V.Kovtun*National Science center "KIPT"**Akademicheskaya Str 1, 61108, Kharkov, Ukraine*

In this research we studied the dependency of fatigue strength of hafnium on the temperature. It was found out that at the temperature range from 77 to 650 K the fatigue strength increases with a temperature decrease. Moreover, it was shown that the fatigue cracks originate on the stable sliding bands inside the grains. The further development of the cracks occurs on the borders of adjacent grains as well as due to transcrystallite grain separation. However, in hafnium, in contrast to zirconium, no twins were found under the alternate deformation and the main deformation mechanism during the fatigue test was a dislocation sliding.

KEYWORDS: hafnium, fatigue strength, destruction mechanisms

ВТОМА ПОЛКРИСТАЛІЧНОГО ГАФНІЮ В ІНТЕРВАЛІ ТЕМПЕРАТУР 77-650 К

К.В. Ковтун*Національний Науковий Центр «ХФТІ»**61108, Академічна 1, Харків, Україна*

Вивчена залежність втомної міцності гафнію від температури. Встановлено, що в інтервалі температур 77-650 К втомна міцність збільшується зі зниженням температури. Втомні тріщини зароджуються в стійких смугах ковзання усередині зерен. Подальший розвиток тріщин відбувається як по межах сусідніх зерен, так і транскристалітним руйнуванням зерен. У гафнії, на відміну від цирконію, при знаковмінній деформації двійників не виявлено. Основним механізмом деформації гафнію при втомних випробуваннях є дислокаційне ковзання.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: гафній, втомна міцність, механізми руйнування.

Изучение усталостных характеристик гафния украинского производства является важным как с точки зрения получения данных, необходимых для определения перспективности его широкого практического применения в качестве конструкционного материала активной зоны ядерных энергетических установок (ЯЭУ), так и для получения физических представлений о процессах пластической деформации и зарождения усталостных повреждений в металлах с ГПУ решеткой. В этой связи представляет интерес исследование взаимосвязи дефектной структуры, формирующейся в процессе усталостного нагружения, и усталостной прочности в широкой области температур от криогенных до температур, соответствующих условиям функционирования ядерно-энергетических установок. Существенное влияние температуры испытаний на характер зависимости числа циклов нагружения до разрушения N от амплитуды знакопеременного напряжения σ_a (кривых Велера) ранее было установлено для Zr электронно-лучевой плавки. Снижение числа циклов N до разрушения с повышением температуры обусловлено изменением роли термической активации при пластической деформации и увеличением многообразия деформационных дефектов кристаллической решетки [1]. Влияние условий изготовления на усталостную прочность сплавов титана и циркония изучено в работах [2,3].

Исследования многоциклового усталости коммерчески чистого Zr и циркалоя-4 при знакопеременном изгибе были проведены в работах [4,5]. Показано, что для Zr при усталости характерно планарное скольжение, тогда как для циркалоя-4 – волнообразное. Образование множества полос скольжения с заметным числом микротрещин присуще как Zr, так и циркалою-4. Усталостные повреждения зарождаются в устойчивых полосах скольжения и на границах двойник-матрица. Типичными дислокационными конфигурациями при знакопеременном деформировании циркония являются дислокационные стенки, параллельные призматическим

плоскостям. Для циркалоя-4, по сравнению с Zr, облегчено поперечное скольжение [4].

Целью данной работы является изучение усталостной прочности поликристаллического гафния в интервале температур 77-650 К.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы для усталостных испытаний вырезали из прокатанного гафния марки ГФЭ-1 в виде плоско-параллельных пластинок размером 0,5×4×30 мм. После отжига образцов в вакууме $1,33 \cdot 10^{-4}$ Н/м² при 1120 К в течение 1ч средний размер зерна составлял 10-15 мкм.

Усталостные испытания проводили методом знакопеременного консольного изгиба с частотой 50 Гц на воздухе при T=300 К и 650 К и в среде жидкого азота на установке, принципиальная схема и работа которой описаны ранее [6].

В случае испытаний плоско-параллельных образцов напряжение в месте защемления образца σ связано с изгибающим моментом M и моментом сопротивления сечения W соотношением: $\sigma = M/W$. Формулы для W и прогиба v образца длиной l , шириной b и толщиной h имеют, соответственно, вид [7]: $W = bh^2/6$, $v = (Fl^3)/3EI$. Здесь F – сила ($F = M/l$), E – модуль упругости, $I = bh^3/12$ – момент сечения образца. Используя приведенные соотношения, окончательно получаем выражение для напряжения в виде:

$$\sigma = 1,5Evh/l^2. \quad (1)$$

Исходя из формулы (1), при заданных значениях длины и толщины образца, величину напряжения в месте защемления σ можно задавать, изменяя величину прогиба v .

Для анализа структурных изменений, которые возникают при деформации гафния со знакопеременной нагрузкой, были использованы оптическая и растровая электронная микроскопия (микроскопы МИМ-8 и РЭММА-202А). Для выявления структурных изменений образцы гафния перед испытанием на усталость подвергали химической полировке в водном растворе азотной и плавиковой кислот.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОБСУЖДЕНИЕ

Зависимость числа циклов N нагружения до разрушения от амплитуды напряжения σ (кривые Велера) образцов гафния при 650, 300 и 77 К приведены на рис. 1 (кривые 1-3). Из рисунка видно, что кривые усталости образцов гафния во всем изученном температурном интервале имеют обычный вид – с уменьшением σ долговечность монотонно увеличивается.

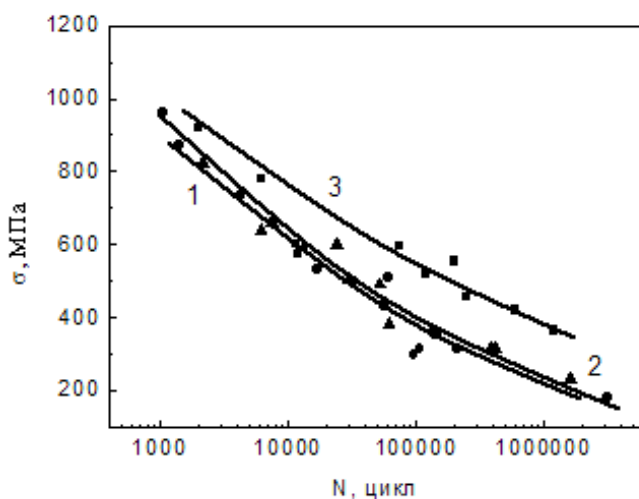


Рис.1. Кривые усталости гафния марки ГФЭ-1 при испытаниях на знакопеременный консольный изгиб при различных температурах: 650 К (1), 300 К (2) и 77 К (3).

Обращает на себя внимание весьма слабое отличие усталостной прочности гафния при комнатной температуре и T=650 К, тогда как при понижении температуры до 77 К наблюдается заметный прирост разрушающего напряжения во всем исследованном интервале циклов нагружения.

Если сравнивать кривые Веллера, полученные для гафния, с данными для циркония [1], соответствующие комнатной температуре, то видно, что в интервале числа циклов нагрузки $10^4 \leq N \leq 10^6$ усталостная прочность гафния марки ГФЭ-1 приблизительно в три раза превышает прочность для циркония электронно-лучевой плавки.

Кроме этого, у циркония при T = 77 К в интервале $N \approx 10^4 \dots 5 \cdot 10^4$ наблюдается “аномальное” снижение напряжения разрушения по сравнению с комнатной температурой, что авторы [1] связывают с активизацией двойниковой моды пластической деформации и появлением существенно неоднородных мест в кристалле вблизи границ двойников.

В гафнии подобная “аномалия” при понижении температуры испытаний от 300 К до 77 К отсутствует, как и отсутствуют двойники в структуре деформированных образцов. Типичная структура поверхности вблизи места усталостного разрушения образцов показана на рис. 2.

Из рисунка видно, что на поверхности большинства зерен возникают устойчивые полосы скольжения (рис.2.б), в которых зарождаются усталостные трещины (отмеченные стрелками). Рост этих трещин может продолжаться как по границам соседних зерен, так и транскристаллитным разрушением соседних зерен (рис.2.а).

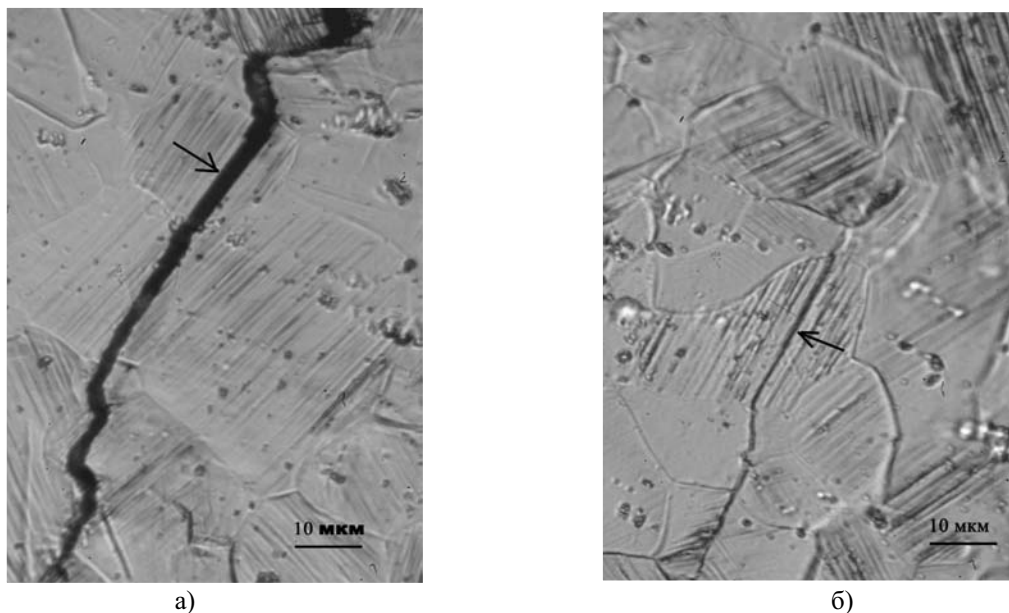


Рис.2. Структура поверхности гафния вблизи от места усталостного разрушения:
а-транскристаллитная трещина, б- возникновение трещины на полосах устойчивого скольжения

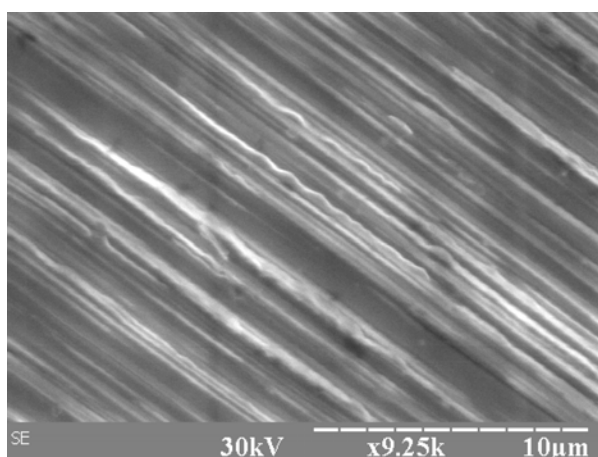


Рис. 3 Структура стойких полос скольжения

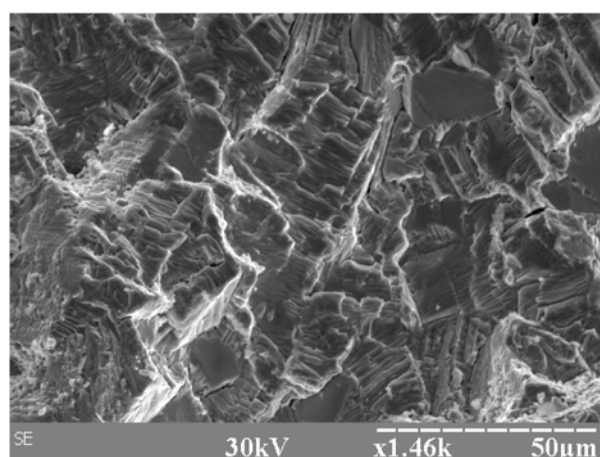


Рис. 4 Фотография структуры излома гафния после усталостного разрушения

Следует отметить, что устойчивые полосы скольжения в некоторых зернах отсутствуют, что связано с их кристаллографической ориентацией по отношению к сдвиговому напряжению, которое возникает при знакопеременной деформации. Структура устойчивых полос скольжения представлена на рис. 3.

Видно, что они состоят из множества отдельных полос скольжения, которые содержат экструзии и интрузии, где могут зарождаться усталостные трещины.

Согласно данным, полученным при исследовании дислокационной структуры циркония после знакопеременной деформации [4], в нем проявляется типичная структура с дислокационными стенками, расположенными параллельно следам призматических плоскостей, которые разделены длинными прямыми винтовыми дислокациями, перпендикулярными стенкам. В Zr пирамидальное скольжение реализуется при температуре около 673 К, а базисное при 873 К [5].

При испытаниях поликристаллического гафния на усталость в достаточно широком диапазоне амплитуд нагрузки при всех температурах испытаний местами зарождения трещин являются полосы устойчивого скольжения, а характер их распространения (растрескивание) определяется особенностями и интенсивностью процессов самоорганизации дефектных структур, зависящих от уровня термической активации. Так, при повышении температуры испытаний от 77 К до комнатной при максимальном напряжении наряду с межкристаллитным наблюдается транскристаллитное распространение трещин с остановкой их в теле зерен. Это свидетельствует об изменении механизма релаксации внутренних напряжений, возникающих в процессе деформации.

Для низких гомологических температур характерна ярко выраженная локализация пластического течения, которое развивается в пограничных областях, с интенсивным накоплением дислокаций. На этапах предразрушения, одновременно с плотным ансамблем равномерно распределенных дислокаций и их диполей,

характерным является скопление одноименных дислокаций и оборванных границ, которые примыкают к границам зерен и их стыков. Релаксация возникшего пикового напряжения путем зарождения несплошностей, распространения их вдоль границ, объединение в магистральную трещину происходит с высокой скоростью и сопровождается поглощением дислокаций (стокам их на края трещины), то есть высвобождением избытка внутренней свободной энергии. Макроразрушение носит вязко-хрупкий характер.

При повышении температуры испытаний локализация пластического течения охватывает большие области и характеризуется неравномерными по объему и периоду нагружения микроструктурными изменениями. В микрообъемах, прилегающих к зоне разрушения, наблюдается весь спектр деформационных структур. Это – хаотически распределенные дислокации, ячеистая структура, деформационные границы разной конфигурации и разориентации, отдельные участки «законсервированной» начальной структуры, и, так называемые, устойчивые полосы скольжения – достаточно стабильная дефектная организация. Формирование такого комплекса дефектных структур можно объяснить активизацией процессов поперечного скольжения (в Hf достаточно высокая энергия дефекта упаковки). Распространение образовавшихся трещин лимитируется эффективной мощностью границ, как барьеров, то есть углом разориентации и взаимным расположением оси нагрузки, активных плоскостей скольжения и плоскости границы. Блокировка трещины в теле зерна, в определенных случаях, может быть обусловлена взаимодействием с сильными полями напряжения стойких конфигураций деформационных границ, а в других случаях – сбросом и перераспределением напряжений в вершине трещины в результате эмиссии свежих дислокаций.

Исходя из подобия механизмов деформации циркония и гафния, можно допустить, что деформация в гафнии при отмеченных температурах исследований происходит путем скольжения дислокаций по призматическим плоскостям, а скольжение по пирамидальным и базисным плоскостям происходит при более высоких температурах. Исследование структуры поверхности при усталостном разрушении гафния показало, что на поверхности излома присутствуют многочисленные ступени, возникающие при развитии усталостных трещин. Это иллюстрирует рис. 4. Такая структура является характерной и для поверхности усталостного разрушения циркония [1].

ВЫВОДЫ

Исследована усталость при испытаниях на знакопеременный консольный изгиб гафния марки ГФЭ-1 в широком интервале амплитуд напряжения при температурах 77, 300 и 650 К. Установлено, что усталостная прочность гафния при одинаковом числе циклов нагружения при температурах 650 и 300 К различается слабо, но заметно увеличивается при T=77 К.

Показано, что в гафнии усталостные трещины зарождаются в устойчивых полосах скольжения внутри зерен и распространяются как по границам, так и по объему соседних зерен.

При знакопеременном деформировании гафния в интервале температур 77-650 К не обнаружено двойникования, которое наблюдается в цирконии, а кривые усталости с увеличением числа циклов до $2 \cdot 10^6$ не выходят на насыщение, что не позволяет установить предел усталости для гафния.

Автор выражает благодарность А.В.Мацу за помощь в проведении усталостных испытаний, В.И. Соколенко и М.П. Старолату за ценные замечания при обсуждении результатов. Работа была выполнена в рамках проекта ЯМРТ X-831.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Gindin I.A., Sokolenko V.I., Starodubov Ja.D. V'jugov P.N. Ustalost' polikristallicheskogo cirkonija v intervale temperatur 4,2293 K // FMM 1982. - T.53, vyp. 9. - S.381384.
2. O.M. Ferri, T. Ebel, R. Bormann High cycle fatigue behaviour of Ti-6Al-4V fabricated by metal injection moulding technology // Materials Science and Engineering: A. 2009. – Vol. 504, issues 1-2. - P. 107-113.
3. Young S. Kim, Albertas Grybenas Effect of load ratio and hydrogen concentration on the crack growth rate in Zr-2.5Nb tubes // Materials Science and Engineering: A. -2009. – Vol. 520, issues 1-2. - P. 147-152.
4. Lin-Xiao, Gu-Haicheng. High cycle fatigue properties and microstructure of zirconium and zircaloy-4 under reversal bending // Mat. Science & Engin. A. Struct. Mater. Propert., Microstructure and Processing. – 1998. – Vol.252 (2). – P. 166–173.
5. Xiao-L Gu-HC Dislocation-Structures in Zirconium and Zircaloy-4 Fatigued at Different Temperatures Metallurgical and Materials Transaction A-Physical Metallurgy and Materials Science. - 1997. - Vol 28, iss 4. – P. 1021-1033.
6. Gindin I.A., Starodubov Ja.D., Starolat M.P. Ustanovka dlja ustalostnyh ispytaniij pri temperaturah 1,5–300 K // Zavodskaja laboratorija. –1971. – № 4. – S.488–489.
7. Filonenko-Borodich M.M., Izjumov S.M., Kudrjavcev I.N., Olisov B.A., Mal'ginov L.I. Soprotivlenie materialov. - M: Strojizdat Narkomstroja, 1940. 560 s.