

Влияние параметров термомеханической обработки на фазово-структурное состояние сплава V-4Ti-4Cr

77-30569/330564

03, март 2012

Юдина Т. Ю., Базалеев Е. В., Базалеева К. О.

УДК 546.881

МГТУ им. Н.Э. Баумана
YudinaTatyana@gmail.com
Bazaleevako@mail.ru

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что одним из наиболее перспективных конструкционных материалов активной зоны ядерных реакторов на сегодняшний день считаются сплавы системы V-Ti-Cr [1-3]. Сплавы этой системы имеют ряд преимуществ, а именно, малую активируемость, хорошую теплопроводность, высокие значения прочности при температурах в интервале от 400 до 700 °С, а также достаточно высокую радиационную стойкость при нейтронном облучении.

Однако высокая химическая активность ванадия вызывает ряд проблем технологического характера. Так, при выплавке происходит обогащение сплава такими элементами внедрения, как углерод, азот и кислород. Появление крупных оксикарбонитридных частиц негативно сказывается на свойствах материала. При сравнении эксплуатационных свойств зарубежных и отечественных ванадиевых сплавов было выявлено, что при одних и тех же режимах термообработки отечественные сплавы уступают по ряду характеристик зарубежным аналогам. Такие показатели могут быть обусловлены сравнительно невысоким качеством отечественных материалов, а именно, большим количеством примесей внедрения. Существенно повысить уровень свойств отечественных сплавов можно либо путём совершенствования технологии выплавки, либо получив равномерное распределение и повысив дисперсность этих частиц путём термического воздействия. В литературе существуют данные, что, варьируя параметры термомеханической обработки, можно оказать существенное влияние на характер распределения и дисперсность этих частиц [4], это, в свою очередь, значительно повлияет на уровень механических свойств сплава.

С этой точки зрения исследование влияния степени деформации и температуры отжига на структуру сплава V-4%Ti-4%Cr представляется весьма актуальным.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектом данного исследования служили образцы сплава V-4%Ti-4%Cr (вес. %), после различной термомеханической обработки. Исследованные образцы можно разбить на две группы. Образцы первой группы подвергались отжигу при 1000 °С в течение 1 часа и последующей холодной обработке давлением (прокатке) до различных степеней деформации в интервале от 8 до 90 %. Образцы второй группы подвергали отжигу в течение 1 часа при температурах 1100 °С и 1400 °С и последующей холодной пластической деформации ($\epsilon = 90 \%$).

Фазово-структурные состояния сплава изучалось методом рентгенодифракционного анализа на приборах Дрон-4 и ДР-02 Радиан. Съемка проводилась с помощью Co K_α -излучения в интервале углов $2\theta = 20\text{--}150$ град. Со скоростью 1 град./мин. Методом рентгенодифракционного анализа также определялись параметр решетки ванадиевого твердого раствора и уширение рентгенодифракционных максимумов. Для этого проводилась съемка пиков (110), (200), (211), (220) и (310) по три раза с переустановкой образца в держателе со скоростью 0.5 град./мин, что позволило определить период решетки с точностью ± 0.0005 Å, а уширение линии с точностью ± 0.1 град. Структура сплава изучалась на аналитическом просвечивающем электронном микроскопе Tescan G² 20 Twin с ускоряющим напряжением 200 кВ и с помощью сканирующего электронного микроскопа NVision 40 с ускоряющим напряжением 20 кВ. Кроме того, измерялась микротвердость сплава после различных обработок на микротвердомерах ПТМ-3 и Shimatzu HNV-2 при нагрузках 15 г и 50 г. Измерения проводились с точностью $\pm 5 \%$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 1 представлена рентгенограмма сплава V-4%Ti-4%Cr в отожженном состоянии (температура отжига составляет 1100 °С). Подобные рентгенограммы наблюдались на всех исследованных в данной работе образцах после различных термомеханических обработок. Из рисунка видно, что на рентгенограмме присутствуют дифракционные максимумы только твердого раствора ванадия, тогда как линии фаз внедрения не зафиксированы.

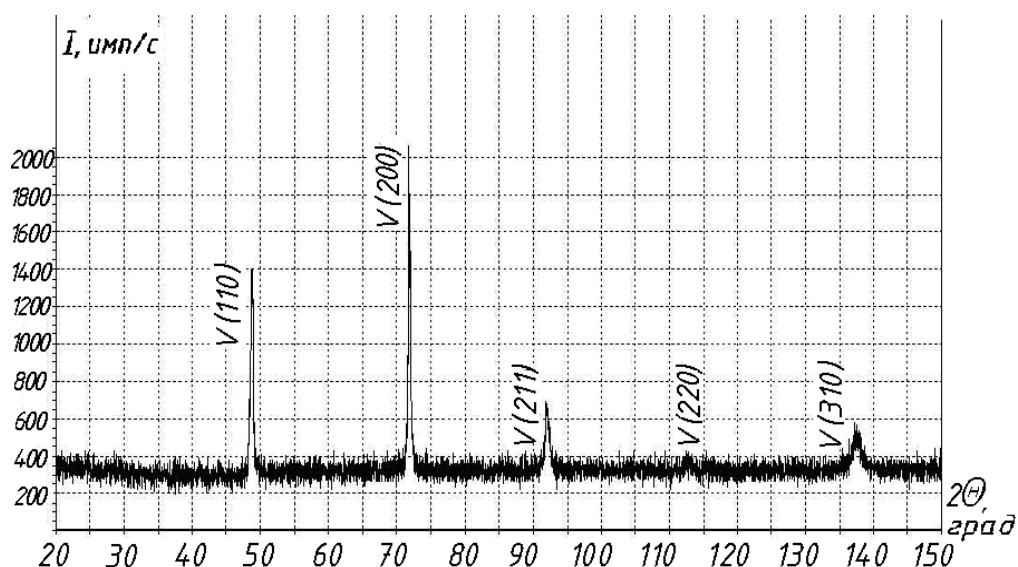


Рис. 1. Дифрактограмма сплава V-4%Ti-4%Cr в исходном состоянии

На рис. 2. представлена структура сплава в отожженном состоянии, полученная методами просвечивающей (см. рис. 2 а) и растровой (см. рис. 2 б) электронной микроскопии. Из данных рисунков следует, что в микроструктуре исследуемого сплава присутствуют частицы размером порядка 100 нм. Предположительно, эти частицы и являются оксикарбонитридами, сформировавшимися в процессе выплавки сплава на основе ванадия. Нечувствительность рентгendifракционного метода к присутствию этих частиц может быть связана с их малым размером.

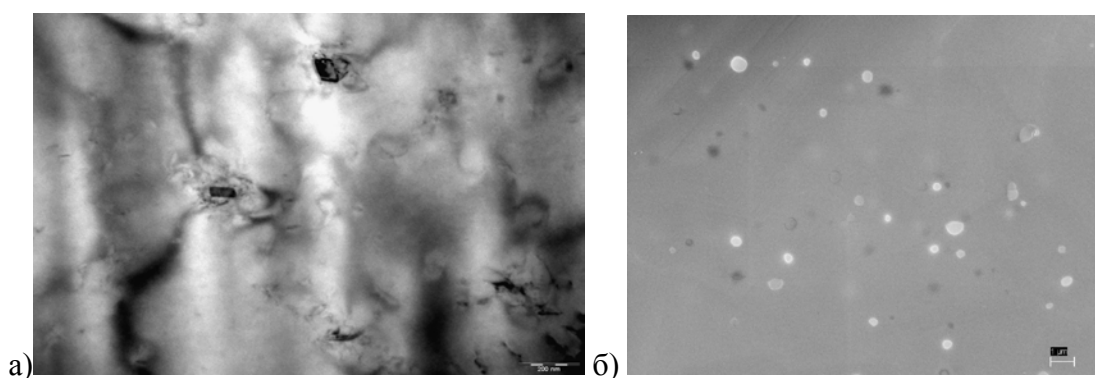


Рис. 2. Микроструктура: а – просвечивающая электронная микроскопия; б – растровая электронная микроскопия

Далее, методом рентгendifракционного анализа были определены межплоскостные расстояния для всех исследуемых образцов и по ним рассчитаны периоды решетки ванадиевого твердого раствора после различных термомеханических обработок. На рис. 3. представлена зависимость периода решетки твердого раствора V от степени деформации.

Из рисунка видно, что увеличение степени деформации до 40 % приводит к существенному увеличению параметра решетки ванадиевого твердого раствора, при дальнейшем росте степени деформации увеличение периода решетки замедляется, и, наконец, его значение выходит на некоторый стационарный уровень.

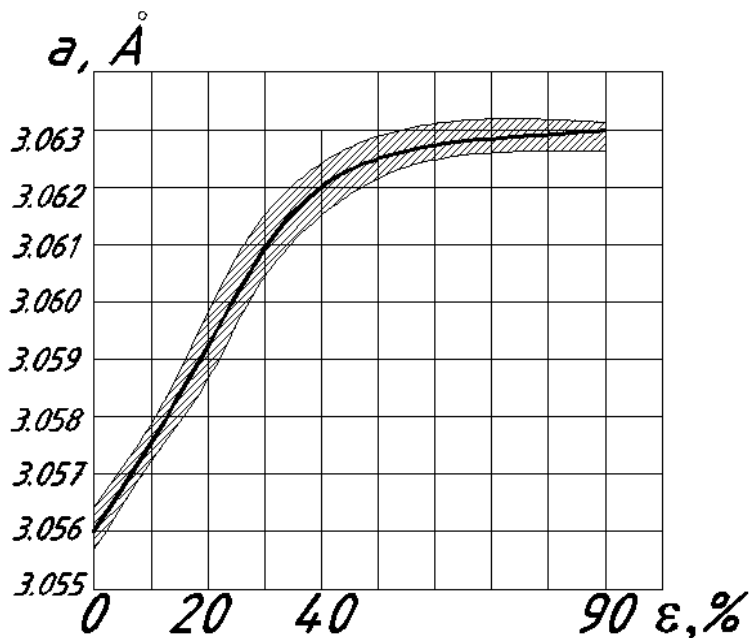


Рис. 3. Период кристаллической решетки в зависимости от степени деформации

Предположительно, в данном случае увеличение периода решетки V связано с растворением под влиянием деформационного воздействия в твердом растворе оксикарбонитридных частиц ванадия. Подобный результат описан в работе [7], где при пластической деформации наблюдаются частичное или полное растворение грубодисперсных оксикарбонитридных частиц, которые возникают в сплаве при выплавке и не успевают раствориться в процессе гомогенизационного отжига. Авторы этой статьи предполагают, что деформация ванадиевых сплавов приводит к формированию высокоэнергетичной дислокационной субструктуры (подобной ячеистой структуре), в которой идут ускорено процессы диффузии. Этот факт может являться причиной как более быстрого растворения крупных первичных включений, так и более интенсивного дисперсионного распада пересыщенного твердого раствора. В данной работе также получены структуры подобные ячеистой после холодной пластической деформации со степенями 20 и 40 % (рис. 4).

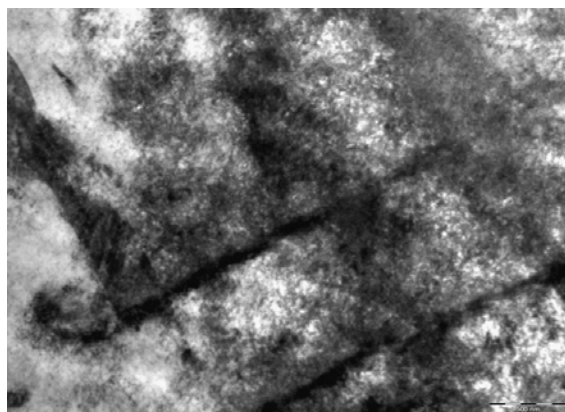


Рис. 4. Структура сплава, деформированного до 20 %

Далее в работе проводился анализ изменения ширины рентгеновской линии с увеличением степени деформации образцов. Уширение дифракционных пиков связано с искажениями внутреннего строения кристаллов, которое может быть вызвано, как пластической деформацией, так и вариацией химического состава. В качестве характеристики ширины дифракционного пика использовали ширину линии на середине высоты. Зависимость изменения ширины линий от степени деформации приведены на рис. 5.

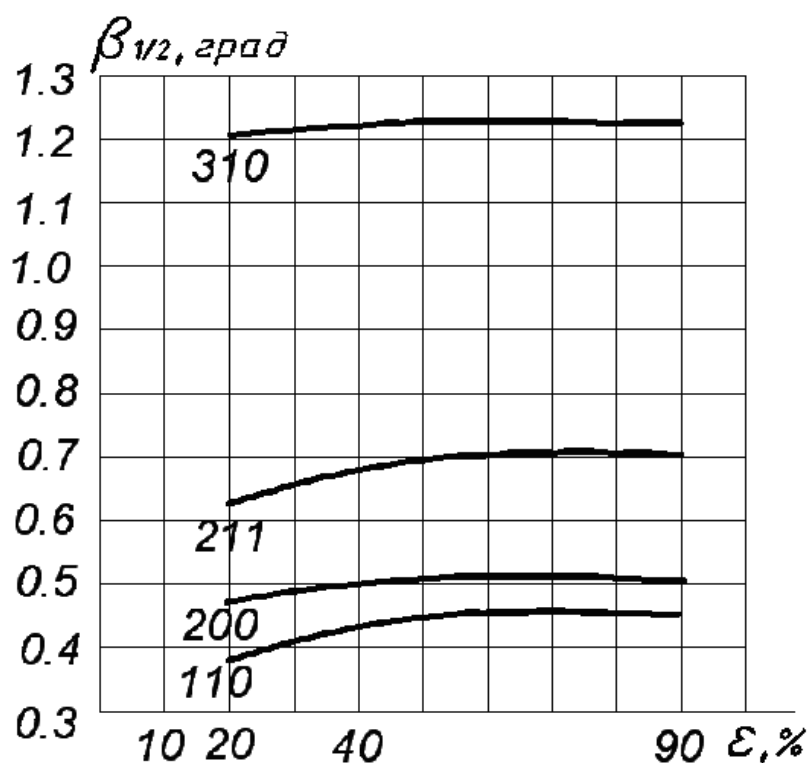


Рис. 5. Зависимость уширения рентгеновской линии от степени деформации

Из рисунка видно, что увеличение степени деформации приводит к некоторому уширению рентгеновских линий. Этот результат согласуется с изменением периода кристаллической решетки твердого раствора V. Так как увеличение периода решетки твердого раствора с ростом степени деформации мы связывали с процессом растворения фаз внедрения и с ростом концентрации примесных атомов в решетке ванадия, то и уширение рентгеновских линий также может является следствием растворения фаз внедрения в твердом растворе. Кроме того, уширение дифракционных пиков может быть вызвано увеличением количества дефектов вследствие пластической деформации.

Начиная с определенной степени деформации (40-50 %) уширение рентгеновских линий замедляется или вовсе прекращается. Интересно, что примерно при этих же степенях деформации принципиально меняется микроструктура сплава (рис. 6.). В структуре наблюдается контраст подобный тому, что появляется при формировании в структуре двойников. Этот результат подтверждает предположение, что в сплаве V-4%Ti-4%Cr возможен двойниковый механизм деформации [7].

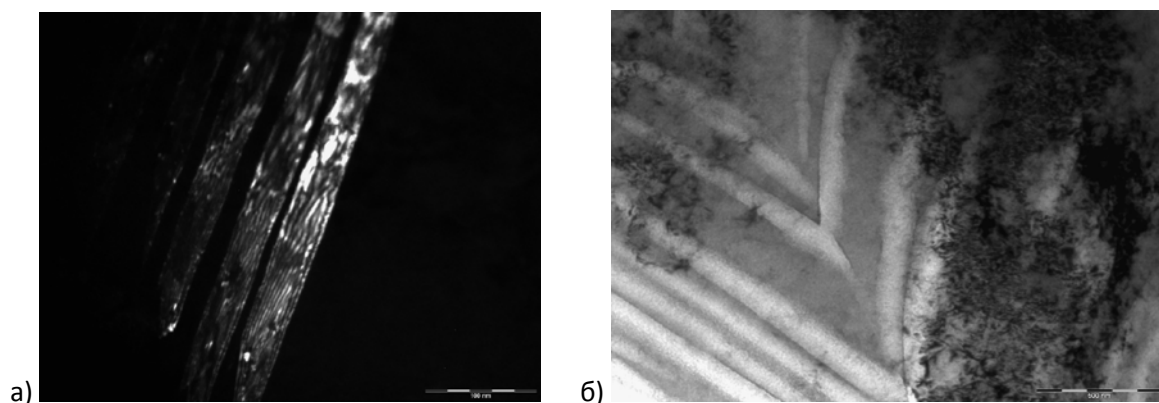


Рис. 6. Микроструктура сплава: а – темное поле; б – светлое поле

На рис. 7 представлен график зависимости микротвердости сплава V-4Ti-4Cr от степени деформации. Полученная зависимость также коррелирует с изменениями периода решетки и ширины рентгеновских линий с ростом степени деформации.

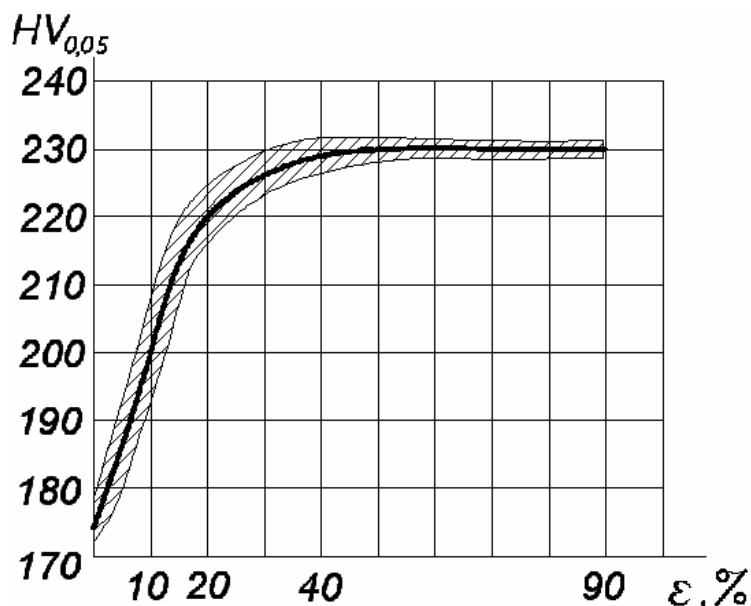


Рис. 7. Зависимость микротвердости сплава V-4Ti-4Cr от степени деформации

Из графика видно, что до определенной степени деформации (порядка 40 %) наблюдается рост значения микротвердости. Далее микротвердость практически не увеличивается с ростом степени пластической деформации. Это может свидетельствовать о смене механизма деформации. Возможно, на первой стадии деформации происходит активное скольжение дислокаций, и формируется ячеистая структура (см. рис.4). Однако при дальнейшей деформации движение дислокаций затрудняется и в сплаве начинает работать иной механизм деформации – двойниковый.

В таблице 1 представлены результаты определения периода решетки ванадиевого твердого раствора для образцов, отожженных при температурах 1100 и 1400 °С, до и после холодной пластической деформации. Из таблицы видно, что при увеличении температуры отжига период решетки увеличивается. Этот результат, по-видимому, связан с тем, что при температуре 1400 °С фазы внедрения растворяются в большей степени, чем при температуре отжига 1100 °С.

Пластическая деформация сплава, отожженного при температуре 1100 °С, приводит к увеличению периода решетки ванадиевого твердого раствора, что согласуется с результатами исследования влияния степени деформации на параметр решетки (см. рис. 3) и может быть связано с растворением оксикарбонитридных частиц в твердом растворе.

Однако, в образцах, отожженного при температуре 1400°С, наблюдается иной эффект. Здесь зафиксировано уменьшение периода решетки твердого раствора V под

действием пластической деформации. Можно предположить, что в процессе деформации происходит выделение мелкодисперсных частиц из твердого раствора ванадия.

Совокупность этих результатов, позволяет предположить, что деформация инициирует в сплаве на основе ванадия два параллельных процесса: растворение первичных фаз внедрения и выделение мелкодисперсных частиц.

Период кристаллической решетки

Обработка	Период решетки, мкм	
	$T_{отж}=1100\text{ }^{\circ}\text{C}$	$T_{отж}=1400\text{ }^{\circ}\text{C}$
Отжиг	0,3036	0,3044
Отжиг + ХПД	0,3044	0,3030

Измерения микротвердости сплава V-4Ti-4Cr, отожженного при температурах 1100 °С и 1400 °С, также проводились до и после холодной пластической деформации. Результаты измерения приведены в виде гистограммы на рис. 8. Влияние пластической деформации на микротвердость образца, отожженного при температуре 1100 °С, незначительно.

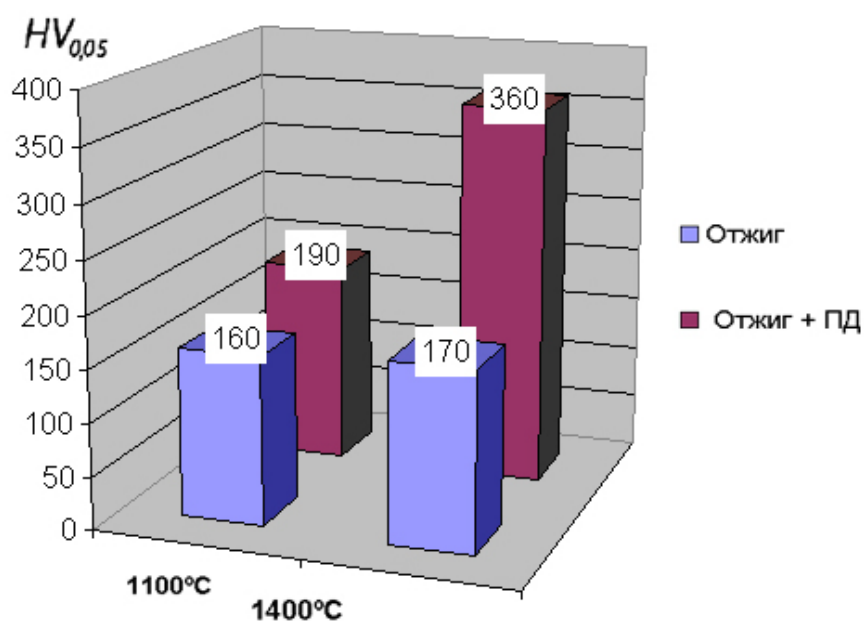


Рис. 8. Микротвердость сплава V-4Ti-4Cr

Тогда как микротвердость образца, отожженного при температуре 1400 °С, в результате холодной пластической деформации возрастает более, чем в 2 раза. Предположительно, более интенсивное деформационное упрочнение сплава, отожженного при более высокой температуре, связано с изначально большим пересыщением твердого раствора и, следовательно, большим количеством выделившихся дисперсных частиц. То есть повышение температуры отжига позволяет получать структуру с более мелкодисперсными частицами и с более однородным их распределением.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. По изменению периода кристаллической решетки сплава V–4Ti–4Cr, отожженного при 1100°С, показано, что пластическая деформация при комнатной температуре способствует растворению грубых первичных фаз внедрения.
2. Установлено, что увеличение температуры гомогенизирующего отжига до 1400 °С позволяет растворить первичные частицы фаз внедрения.
3. Впервые экспериментально показано, что пластическая деформация при комнатной температуре сплава V-4Ti-4Cr, имеющего структуру однофазного пересыщенного твердого раствора, приводит к деформационному старению.
4. Показано, что в результате деформационного старения микротвердость сплава V–4Ti–4Cr, отожженного при 1400 °С, повышается более, чем в 2 раза.
5. Методом электронной микроскопии установлено, что пластическая деформация в сплаве V–4Ti–4Cr может идти как по дислокационному, так и по двойниковому механизму.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chang H.M. et al. Semiannual Progress Report, DOE/ER-0313/14? ORNL, 1993, p.309-317.
2. Votinov S.N. et al. Development of vanadium alloys for fusion blankets. Proc. Of the IEA Workshop on Vanadium Alloys for Fusion Applications. Salem, Oregon, US, June15-17, 1994.

3. Harrot D.L., Gold R.E. Technical properties of vanadium-base alloys. Intern. Metal Review, 1980, № 4, p. 163-221.
4. Tyumentsev A. N. et al. Effect of the modes of thermomechanical treatment on the formation of the heterophase and grain structure of V–4Ti–4Cr alloys // Journal of Nuclear Materials. 2004. V. 329-333. P. 429-433.
5. Крюкова Л. М. и др. Особенности структурных изменений в процессе термообработок сплава V-4Cr-4Ti // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы. 2006. Вып. 1(66). С. 152-162.
6. Тюменцев А. Н. и др. Влияние режимов термомеханической обработки на закономерности формирования гетерофазной и зеренной структуры сплавов V-4Ti-4Cr // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы. 2004. Вып. 2(63). С. 111-122.
7. Дитенберг И.А. и др. Эволюция дефектной субструктуры при больших пластических деформациях сплава V-4Ti-4Cr // Журнал технической физики. 2011. Т. 81, Вып. 6. С. 68-74.

Influence of thermomechanical treatment parameters on the phase-structural condition of alloy V-4Ti-4Cr

77-30569/330564

03, March 2012

Yudina T.Yu., Bazaleev E.V., Bazaleeva K.O.

Bauman Moscow State Technical University

YudinaTatyana@gmail.com

Bazaleevako@mail.ru

The authors studied the influence of annealing temperature and degree of cold plastic deformation on the phase-structural condition of alloy V-4Ti-4Cr. By the changing of the lattice period of the vanadium solid solution it was shown that the increase of the annealing temperature to 1400 °C resulted in dissolution of vanadium primary oxycarbonites. Subsequent deformation allows to raise the hardness of the alloy more than twice at the expense of stress aging. Besides, it was revealed that at the degrees of deformation more than 40%, the mechanism of deformation in alloys changes from dislocation to twin.

Publications with keywords: [thermomechanical treatment](#), [vanadium](#), [vanadium alloys](#), [disperse strengthening](#), [strengthening](#)

Publications with words: [thermomechanical treatment](#), [vanadium](#), [vanadium alloys](#), [disperse strengthening](#), [strengthening](#)

References

1. Chung H.M., Loomis B.A., Nowicki I.J., Smith I.L. Thermal creep behavior of V-5Cr-5Ti and V-10Cr-5Ti alloys. *Report DOE/ER-0313/14*, 1993, pp. 309-317.
2. Votinov S.N., Kazakov V.A., Evtikhin V.A., Lyublinski I.E., Dedurin A.I. Development of vanadium alloys for fusion blankets. *Proc. Workshop on Vanadium Alloys for Fusion Applications*. Salem, OR, June15-17, 1994.
3. Harrot D.L., Gold R.E. Mechanical properties of vanadium and vanadium-base alloys. *International Metals Reviews*, 1980, vol. 25, no. 4, p. 163-221.
4. Tyumentsev A.N., Korotaev A.D., Pinzhin Yu.P., Ditenberg I.A., Litovchenko S.V., Shuba Ya.V., Shevchenko N.V., Drobishev V.A., Potapenko M.M., Chernov V.M. Effect of the modes of thermomechanical treatment on the formation of the multiphase and grain structure of V-4Ti-4Cr alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2004, vol. 329-333, no. 1-3, pt. A, pp. 429-433. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2004.04.074.

5. Kriukova L.M., Potapenko M.M., Chernov V.M., e.a. Osobennosti strukturnykh izmenenii v protsesse termoobrabotki splava V-4Cr-4Ti [Features of structural changes during heat treatment of V-4Cr-4Ti alloy]. *Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Ser. Materialovedenie i novye materialy* [Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Materials Science and New Materials], 2006, no. 1 (66), pp. 152-162.
6. Tiumentsev A.N., Korotaev A.D., Pinzhin Iu.P., e.a. Vliianie rezhimov termomekhanicheskoi obrabotki na zakonomernosti formirovaniia geterofaznoi i zerennoi struktury spлавov V-4Ti-4Cr [Effect of thermomechanical treatment modes on the regularities of formation of a heterophase and grain structure of V-4Ti-4Cr alloys]. *Voprosy atomnoi nauki i tekhniki. Ser. Materialovedenie i novye materialy* [Problems of Atomic Science and Technology. Ser. Materials Science and New Materials], 2004, no. 2 (63), pp. 111-122.
7. Ditenberg I.A., Tiumentsev A.N., Griniaev K.V., Chernov V.M., Potapenko M.M., Korznikov A.V. Evoliutsiia defektnoi substrukturny pri bol'shikh plasticheskikh deformatsiiakh splava V-4Ti-4Cr [Evolution of the defect substructure at large plastic deformations of V-4Ti-4Cr alloy]. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2011, vol. 81, no. 6, pp. 68-74.