

ТЕМПЕРАТУРНО-СКОРОСТНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ ДИНАМИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ
Zr И СПЛАВА Zr-2.5%Nb

С.Н. Малюгина, Д.Н. Казаков, А.С. Майорова, С.С. Мокрушин, А.В. Павленко, С.Ю. Филатов

РФЯЦ-ВНИИТФ, Снежинск, Россия

Введение. Цирконий и сплавы на его основе являются основными конструкционными материалами в атомной энергетике. Малое сечение захвата тепловых нейтронов, жаропрочность, высокое сопротивление ползучести и радиационному росту, высокая коррозионная стойкость в сочетании с хорошей совместимостью с ядерным топливом делают их одними из лучших материалов для оболочек ТВЭЛов и других элементов тепловыделяющих сборок [1, 2].

В связи с эксплуатацией изделий из циркония и его сплавов при высоких давлениях и температурах и, учитывая необходимость прогнозирования поведения таких материалов в сложных условиях эксплуатации и возможных аварийных ситуаций, представляется важным вопрос о влиянии температуры на упругопластические и прочностные свойства данных материалов при высокоскоростной деформации. Исследования процессов упруго-вязко-пластического деформирования металлов и сплавов в ударных волнах [3] позволяют измерять температурно-скоростные зависимости сопротивления этих материалов деформированию и разрушению. Структура ударных волн в твердых телах определяется процессами их упруго-вязко-пластического деформирования, возможными фазовыми превращениями, а также кинетикой зарождения и развития разрушений [4, 5,6].

Имеющихся экспериментальных данных по динамическим свойствам сплавов циркония в области высоких скоростей деформирования недостаточно для построения широкодиапазонных моделей упруговязкопластического деформирования. Вместе с тем при скоростях деформирования более 10^4 с^{-1} во многих металлах наблюдается резкое усиление зависимости напряжений течения и разрушения от скорости деформирования вследствие смены механизма движений дислокации [3,4].

В работе представлены результаты исследования прочностных свойств чистого циркония марки Э100 и циркониевого сплава Э125 (Zr-2.5%Nb) в условиях нагружения образцов плоскими ударными волнами субмикросекундной длительности. Изучено влияние температуры на величину откольной прочности и динамического предела упругости. Построены зависимости откольной прочности от скорости деформирования в диапазоне от $10^4 - 10^6 \text{ с}^{-1}$. Приведены экспериментальные данные по релаксации динамических пределов упругости циркониевого сплава Э125.

Цирконий и циркониевый сплав исследовали в α -фазе при нормальной и повышенных температурах и в β -фазе при температуре более $900 \text{ }^\circ\text{C}$. Температуру образцов варьировали от минус 180 до $950 \text{ }^\circ\text{C}$. Установлены условия протекания фазового $\alpha \rightarrow \omega$ превращения в исследуемых материалах.

1 Материал и постановка эксперимента. Химический состав исследуемых материалов представлен в таблице 1. Для сравнения приводится состав еще двух циркониевых сплавов: Э635 и Э110, которые также активно используют в атомной энергетике.

Таблица 1. Химический состав циркония Э100 и циркониевых сплавов Э125, Э110 и Э635

Название элемента	Массовая доля элемента, %				
	Zr, %	Nb, %	Sn, %	Fe, %	O, %
Э100 (ТУ 95.166-83)	99,7	-	0,0001	<0,0001	0,003
Э125 (ТУ 95.166-98)	97,3	2,5	<0,01	<0,0001	0,04
Э635 (ТУ 95 2757-2000)	97-95,5	0,9-1,2	1,1-1,42	0,3-0,47	0,05-0,12
Э110 (ТУ 95 166-980)	98,7	0,9-1,1	0,05	0,07	0,099

Цирконии марки Э100 – чистый цирконий с содержанием примесей не более 0,3 %. В исходном состоянии состоит из α -фазы с ГПУ решеткой. Средний размер зерен α -фазы – 3 мкм. Циркониевый сплав Э125 отличается от сплавов Э635 и Э110 максимальным содержанием ниобия – 2,5 %. Остальные примеси не значительны. Сплав Э125 является двухфазным, состоит из α -фазы циркония и β -фазы циркония, обогащенной ниобием. Средний размер зерен α -фазы – 1 мкм.

Ударно-волновые эксперименты по регистрации динамики деформирования образцов проведены на легкогазовой пушке калибром 44 мм [7]. Длительность нагружающего импульса составляла от 0,05 до 1,2 мкс и определялась толщиной ударника. Ударники изготавливались из того же материала, что и образцы. За исключением опытов с толщиной образцов 0,3 и 0,5 мм. Здесь генерация ударных волн осуществлялась циркониевой фольгой толщиной 100 мкм.

Проведено три серии экспериментов: при скорости соударения порядка 0,5 км/с, при скорости – 950 м/с и проведена серия экспериментов по исследованию влияния температуры на упруго-пластические свойства материалов при динамической нагрузке.

Температуру варьировали от -180 до 950 градусов Цельсия. Охлаждение осуществляли жидким азотом, нагрев проводили с использованием резистивного или индукционного нагревателей.

Скорость соударения контролировалась электроконтактной методикой, которая также позволяет контролировать неплоскость соударения ударника и образца. Погрешность данной методики составляет 0,2 %.

В экспериментах осуществлялась непрерывная регистрация скорости движения свободной поверхности образца лазерными доплеровскими интерферометрами VISAR [8] и PDV [9]. Временное разрешение интерферометра VISAR не хуже 2 нс, разрешение по скорости не более 1 % в исследуемом диапазоне скоростей. Амплитудное разрешение интерферометра PDV не более 1 %, временное разрешение не хуже 4 нс. Интерферометрические данные PDV обрабатывали методом Гильберта.

2. Экспериментальный результат. Первая серия экспериментов проведена при скорости соударения ~500 м/с, что соответствует амплитуде ударного сжатия образцов порядка 6 ГПа (рисунок 1). При таком уровне нагрузки материал находится в α -фазе.

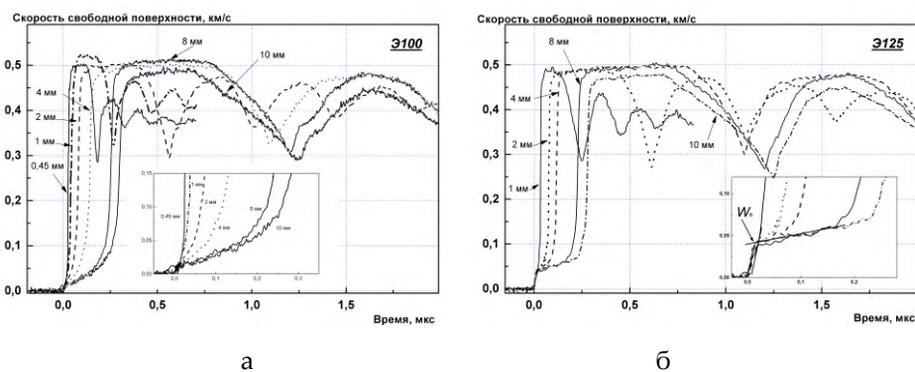


Рисунок 1. Профили скорости свободной поверхности в образцах циркония Э100 (а) и циркониевого сплава Э125 (б) при амплитуде нагружения ~6ГПа

На волновых профилях, полученных при исследовании циркониевого сплава Э125 (рисунок 1б), регистрируется двухволновая конфигурация - ударная волна расщепляется на упругий предвестник с напряжением сжатия за фронтом, равным динамическому пределу упругости, и пластическую волну. В вырезках показана область упругого предвестника. На профилях фиксируется четко выраженный упругий предвестник, амплитуда которого практически не зависит от толщины образца и находится на уровне 37-44 м/с. По амплитуде упругого предвестника определяется динамический предел упругости, как:

$$\sigma_{\tau} = \frac{3}{2} \sigma_h \left(1 - \frac{c_0^2}{c_1^2} \right).$$

Для циркониевого сплава динамический предел упругости имеет значение $\sigma_{\text{н}} = (0,56-0,65)$ ГПа.

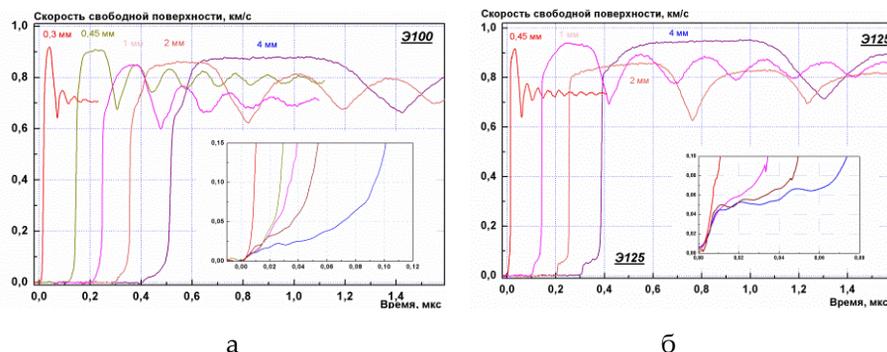
Из профилей скорости свободной поверхности, полученных в экспериментах с образцами циркония Э100 видно, что чистый цирконий демонстрирует высокие пластические свойства: регистрируемый предел упругости при ударном сжатии оказался мал и как следствие на профилях не наблюдается формирование двухволновой структуры.

Откольную прочность (сопротивление разрушению при ударном сжатии) рассчитывали из результатов измерения спада скорости свободной поверхности при разгрузке из ударно-сжатого состояния с учетом поправки на искажение профиля скорости вследствие различия скоростей распространения откольного импульса и пластической волны в области разгрузки. В линейном (акустическом) приближении величина откольной прочности определяется как:

$$\sigma_{sp} = \frac{\rho_0 c_0 (\Delta W + \delta)}{2}$$

где δ – поправка на искажение профиля вследствие различия скоростей фронта откольного импульса, движущегося со скоростью близкой к c_l , и скорости пластической части падающей волны разгрузки перед ним, распространяющейся с объемной скоростью звука c_0 .

На рисунке 2 представлены результаты экспериментов при скорости соударения 950 м/с, что соответствует амплитуде ударного сжатия образцов порядка 12 ГПа. Профили имеют трехволновую конфигурацию. При таком уровне нагрузки цирконий и циркониевый сплав претерпевает $\alpha \rightarrow \omega$ превращение. На профилях это проявляется появлением фазового предвестника.



а

б

Рисунок 2. Профили скорости свободной поверхности в образцах циркония Э100 (а) и циркониевого сплава Э125 (б) при амплитуде нагружения 12 ГПа

Амплитуда упругого предвестника при повышенном уровне нагружения осталась на том же уровне. Обращает внимание значение амплитуды упругого предвестника для образца толщиной 0,45 мм. Динамический предел упругости возрос до 1,05 ГПа.

В цирконии и сплаве Э125 регистрируется релаксация фазового предвестника при распространении ударной волны по толщине образца (рисунок 3). В циркониевом сплаве Э125 при толщине образца 0,45 мм амплитуда фазового предвестника соответствует давлению 11,6 ГПа, а в образцах толщиной 1, 2 и 4 мм амплитуда фазового предвестника снижается до 11 ГПа. В цирконии Э100 в образцах толщиной от 1 до 4 мм фазовый переход начинается при амплитуде 8,5 ГПа, с уменьшением толщины образца до 0,3 мм амплитуда фазового предвестника соответствует 10,6 ГПа.

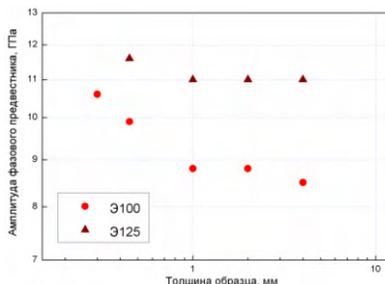


Рисунок 3. Затухание упругого предвестника в циркониевых сплавах Э100 и Э635

На рисунке 4 суммированы результаты измерения откольной прочности исследуемых материалов. Они представлены в виде зависимости откольной прочности от скорости деформирования.

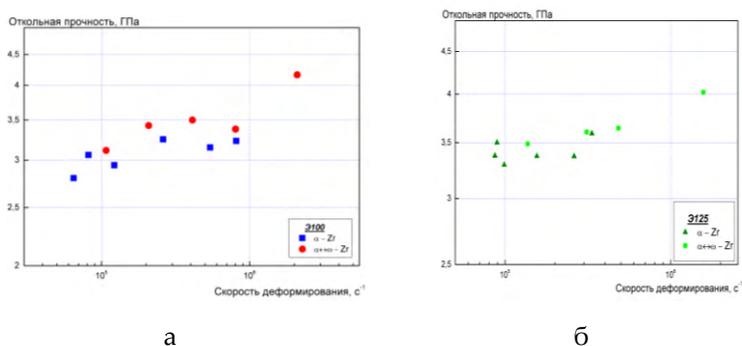


Рисунок 4. Зависимости откольной прочности образцов циркониевых сплавов Э100 (а) и Э125 (б) от скорости деформирования

Для сплава Э125 откольная прочность не сильно зависит от скорости деформирования. Зависимость приемлемо аппроксимируется эмпирическим соотношением:

$$\sigma_{sp} = 1.74 \left(\frac{\dot{\gamma}}{V} \right)^{0.057}$$

Результаты экспериментов, полученные для Э100, демонстрируют небольшое увеличение откольной прочности материала, претерпевающего $\alpha \rightarrow \omega$ превращение, на величину не более 10% по отношению к материалу, остававшемуся до откольного разрушения в α -фазе.

Полученные данные для чистого циркония марки Э100 располагаются достаточно близко к зависимости для циркониевого сплава Э635 (рисунок 5). Экспериментальные значения откольной прочности сплава Э125 располагаются выше зависимости для сплава Э635, однако с ростом скорости деформирования эта разница нивелируется.

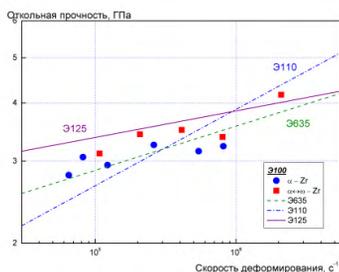


Рисунок 5. Зависимости откольной прочности образцов циркониевых сплавов Э100, Э125 и Э635 от скорости деформирования

Третья группа экспериментов проводилась с целью построения температурной зависимости откольной прочности. Материал исследовали в α -фазе при нормальной и повышенных температурах и в β -фазе при температуре более 900 °С. Экспериментальные данные были получены на образцах номинальной толщиной 4 мм.

В экспериментах с цирконием Э100 (рисунок 6) повышение температуры до 320 °С приводит к повышению давления $\alpha \rightarrow \omega$ превращения с 8,5 до 9,4 ГПа. При повышении температуры образца до 618 °С расщепление волны с выделением фазового предвестника не регистрируется. При температурах образцов 618 и 604 °С регистрируется упругий предвестник с зубом пластичности. Обращает на себя внимание появление упругого предвестника в β -фазе материала и вблизи границы $\alpha \rightarrow \beta$ превращения. Амплитудные значения скорости на фронте упругого предвестника для материала в β -фазе и ниже границы $\alpha \rightarrow \beta$ превращения совпадают. Материал в β -фазе сразу переходит в пластическое течение без снижения напряжения течения.

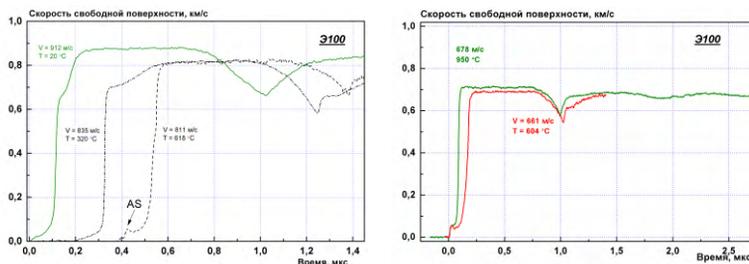


Рисунок 6. Профили скорости свободной поверхности в образцах циркония Э100 при нормальной и повышенных температурах

Сравнение профилей скорости свободной поверхности при нормальной и пониженной температурах образцов представлено на рисунке 7. При пониженной температуре образцов проведены опыты с двумя уровнями нагружения. При охлаждении образца циркония марки Э100 до минус 170 °С давление начала фазового превращения снизилось до величины 8 ГПа.

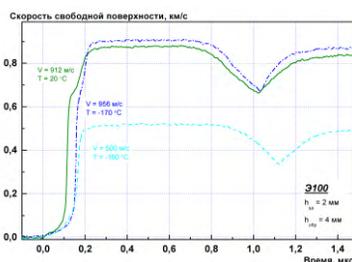


Рисунок 7. Профили скорости свободной поверхности в образцах циркония Э100 при нормальной и пониженных температурах

Изменение скоростей звука с температурой не учитывали. Из полученных результатов видно, что при пониженных температурах влияние фазового состава материала в процессе ударно-волнового нагружения и разгрузки на откольную прочность существенно и при температуре минус 170 °С превышает 15 %. При нормальной температуре и выше эта зависимость незначительна.

Результаты температурных экспериментов с образцами циркониевого сплава Э125 показаны на рисунке 8. Температуру варьировали от минус 185 до 930 °С.

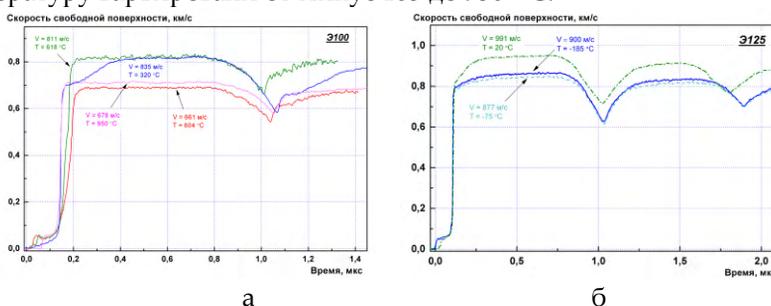


Рисунок 8. Профили скорости свободной поверхности в образцах циркония Э100 при повышенных (а) и Э125 при пониженных (б) температурах

Измерение откольной прочности циркониевого сплава Э125 было выполнено на образцах толщиной 4 мм, зависимость откольной прочности от температуры показана на рисунке 9 и описывается зависимостью

$$\sigma(T) = 3.635 - 0.002T.$$

Сопоставление данных по откольной прочности исследованных материалов показывает существенное различие в сопротивлении материала откольному разрушению. При пониженных и нормальных температурах циркониевый сплав демонстрирует более высокие значения откольной прочности. Однако при повышении температуры уже до 300 °С поведение материала существенно

изменяется, откольная прочность сплава Э125 становится практически на 20 % меньше откольной прочности чистого циркония марки Э100. Дальнейшее повышение температуры до 600 °С увеличивает это отношение до 25 %, а при температуре выше 900 °С откольная прочность циркония Э100 превышает откольную прочность сплава Э125 более чем на 40 %.

Сравнение сплава Э125 с цирконием марки Э100 (см. таблицу 1) по наиболее сильным легирующим добавкам: материалы существенно не отличаются по содержанию железа и олова, основное отличие – в содержании 2,5 % циркония. По-видимому, именно эта легирующая добавка и сказывается на снижении откольной прочности при повышенных температурах, в том числе и в β-фазе материала.



Рисунок 9. Зависимость откольной прочности от температуры для Э100 при пониженной температуре (треугольники), Э100 при повышенной температуре (кружки) и Э125 (ромбы)

Температурная зависимость откольной прочности чистого циркония марки Э100 существенно отличается. При повышенных температурах значения откольной прочности образцов Э100 лежат выше температурной зависимости откольной прочности образцов сплава Э125, а при пониженных существенно ниже. Обнаруженный эффект требует дополнительного изучения, для чего необходимы исследования с привлечением рентгеновской или электронной дифракции.

Заключение. Проведены исследования динамических свойств чистого циркония марки Э100 и циркониевого сплава Э125 с содержанием 2,5 % ниобия в широком диапазоне скоростей деформирования. Материал исследовали в α-фазе при нормальной и повышенных температурах, и β-фазе (при температуре более 900 °С).

Определены значения откольной прочности, подобраны параметры эмпирического соотношения для сплава Э125, описывающего зависимость откольной прочности от скорости деформирования:

$$\sigma_{sp} = 1,74 \left(\frac{\dot{V}}{V} \right)^{0,057} .$$

Получены экспериментальные данные о релаксации динамического предела упругости в образцах циркониевого сплава Э125 толщиной от 0,45 до 10 мм.

Проведены измерения прочностных свойств циркониевых сплавов при повышенных температурах. Измерения проводились при температурах от -180 до 950 °С.

Определены значения амплитуд ударных волн, при которых происходят фазовые $\alpha \rightarrow \omega$ превращения в исследованных материалах.

Список литературы

1. Г.П. Кобылянский, А.Е. Новоселов. Радиационная стойкость циркония и сплавов на его основе. Справочные материалы по реакторному материаловедению. Димитровград: ГНЦ РФ НИИАР, 1996, 176 с.
2. Займовский А.С. Никулина А.В., Решетников Н.Г. Циркониевые сплавы в ядерной энергетике. - М.: Энергоатомиздат, 1994.

3. G.I. Kanel, V.E. Fortov, S.V. Razorenov. Rus.J. UFN ("Uspekhi Fizicheskikh Nauk"- Advances in Physical Sciences), v. 177, № 8, pp. 809-830, (2007).
4. G.I. Kanel, S.V. Razorenov, A.V. Utkin, V.E. Fortov. Shock-wave phenomena in condensed media. M.: "Yanus -K", p. 408, (1996).
5. G.I. Kanel. R.J. Rus.J. PMTF (Applied Mechanics and Technical Physics), v. 42, № 2, c. 1-5, (2001).
6. G.I. Kanel, S.V. Razorenov, A.V. Utkin, V.E. Fortov. Experimental profiles of shock waves in condensed matter. M.: FIZMATLIT, (2008).
7. A.V. Pavlenko, S.I. Balabin, O.E. Kozelkov, D.N. Kazakov. Rus.J. PTE, (Instruments and experimental technique), № 4. pp. 122-124, (2013).
8. A.V. Pavlenko, S.N. Malyugina, V.V. Pereshitov, I.N. Lisitsyna. Rus.J. PTE, (Instruments and experimental technique), № 2. pp. 127-129, (2013).
9. S.S. Mokrushin, N.A. Anikin, S.N. Malyugina, A.A. Tyaktev, A.V. Pavlenko. Rus.J. PTE, (Instruments and experimental technique), № 4, pp.107-110, (2014).

**ЦИРКОНИЙ, КОММЕРЧЕСКИЕ ЦИРКОНИЕВЫЕ СПЛАВЫ Zr-1%Nb и Zr-2.5%Nb:
 $\alpha \rightarrow \omega$ ПРЕВРАЩЕНИЕ, ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ ДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ,
МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМИРОВАНИЯ И ОТКОЛЬНОГО РАЗРУШЕНИЯ**

*А.В. Павленко, С.Н. Малюгина, Д.Н. Казаков, С.С. Мокрушин, А.С. Майорова, О.Е. Козелков,
А.В. Добромислов, Н.И. Талуц, С.Ю. Филатов, А.Е. Шестаков, А.В. Седов*

РФЯЦ-ВНИИТФ, Снежинск, Россия

Введение. Поведение ГПУ материалов в ударных волнах изучено недостаточно. В ударных волнах можно охватить широкий диапазон скоростей деформации твердых тел и тем самым создать экспериментальную базу для построения определяющих соотношений, необходимых для прогнозирования поведения материалов в условиях интенсивных ударных нагрузок. Удачное сочетание физико-механических и прочностных свойств сплавов циркония, их высокая коррозионная стойкость в сочетании с хорошей совместимостью с ядерным топливом делают их одними из лучших материалов для атомной энергетики [1, 2].

В связи с эксплуатацией изделий из циркония и его сплавов при высоких давлениях и температурах и, учитывая необходимость прогнозирования поведения таких материалов в сложных условиях эксплуатации и возможных аварийных ситуаций, представляется важным вопрос о влиянии температуры на упругопластические и прочностные свойства данных материалов при высокоскоростной деформации. Исследования процессов упруго-вязко-пластического деформирования металлов и сплавов в ударных волнах [3] позволяют измерять температурно-скоростные зависимости сопротивления этих материалов деформированию и разрушению. Структура ударных волн в твердых телах определяется процессами их упруго-вязко-пластического деформирования, возможными фазовыми превращениями, а также кинетикой зарождения и развития разрушений [4, 5, 6].

В работе представлены результаты исследования прочностных свойств рафинированного циркония, чистого циркония марки Э100, циркониевых сплавов Э110 и Э635 (сплавы Zr-1%Nb), а также сплава Э125 (Zr-2.5%Nb) в условиях нагружения образцов плоскими ударными волнами субмикросекундной длительности.

Цирконий и циркониевые сплавы исследовали в α -фазе при нормальной и повышенных температурах, в β -фазе при температуре более 900 °С. Температуру образцов варьировали от