

# НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ

УДК 669.295:539.89

<https://doi.org/10.18503/1995-2732-2018-16-3-120-128>

## СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, ПРОИСХОДЯЩИЕ В ПСЕВДОМОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ ЦИРКОНИИ ПРИ ТЕПЛОЙ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА

Егорова Л.Ю., Хлебникова Ю.В., Пацелов А.М., Пилюгин В.П.

Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия

### Аннотация

Постановка задачи (актуальность работы): Использование сплавов циркония и титана в атомной энергетике, космической индустрии предъявляет к свойствам данных материалов повышенные требования. Известно, что метастабильная барическая  $\omega$ -фаза, образующаяся в данных материалах при интенсивном воздействии, по сравнению со стабильной  $\alpha$ -фазой, более плотная, обладает повышенной твердостью и хрупкостью. Для того чтобы минимизировать охрупчивающее влияние  $\omega$ -фазы и предотвратить разрушение конструкций, изготовленных как из чистых металлов, так и их сплавов, после интенсивного воздействия возникает необходимость подробного исследования устойчивости метастабильной  $\omega$ -фазы. Цель работы: Исследование структурных изменений в образцах псевдомонокристаллического циркония, подвергшихся нагружению в камере Бриджмена, при повышении температуры испытаний от комнатной до 300°C. Используемые методы (эксперименты): Используя метод бестигельной электронно-лучевой зонной плавки, были получены образцы исходного йодидного псевдомонокристалла  $\alpha$ -циркония. Пластическую деформацию дисковых образцов осуществляли в твердо-сплавных наковальнях Бриджмена при давлении 8 ГПа с угловой скоростью  $\omega=1,0$  об/мин. Испытания проводили при комнатной температуре и при температурах 70, 100 и 300°C. Угол поворота наковален составлял  $\phi=1080$  град. Структурно-фазовое состояние образцов деформированного циркония исследовали электронно-микроскопически на просвет тонких фольг в микроскопе JEM-200CX и с использованием рентгеноструктурного метода на дифрактометре ДРОН-3 в монохроматизированном CuKa-излучении. Результаты: В результате испытаний нами было выявлено, что по завершении нагружения и после охлаждения испытанных образцов от температур испытания 70, 100 и 300°C до комнатной температуры  $\omega$ -фаза частично сохраняется во всех образцах, несмотря на наблюдаемые процессы динамической и постдинамической рекристаллизации. При этом впервые было показано, что температура 70°C является стабилизирующей температурой для метастабильной  $\omega$ -фазы. Практическая значимость: Полученные результаты могут быть использованы для прогнозирования конструкционной долговечности оборудования, применяемого в аэрокосмической и атомной индустрии.

**Ключевые слова:** слова: псевдомонокристалл циркония, деформация, высокое квазигидростатическое давление,  $\alpha \leftrightarrow \omega$  фазовые переходы.

### Введение

В настоящее время для получения мелкодисперской структуры, с целью достижения высоких механических характеристик, применяются методики, использующие в своей основе интенсивные пластические деформации. Поэтому большое количество структурных исследований и изучение механических свойств выполнено на материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации, в частности в камере Бриджмена. Данный метод, сочетающий давление и сдвиг, позволяет получить наноразмерную структуру и приводит в

некоторых материалах (Pt, Fe, Pb, Hf, Ti, Zr и др.) к появлению в структуре метастабильных фаз [1–3]. Например, в цирконии и титане образуется метастабильная  $\omega$ -фаза, которая сохраняется после снятия нагрузки вплоть до температуры нагрева 100°C. В работах [3–5] представлены Р-Т фазовые диаграммы для чистого Zr (рис. 1), из которых следует, что под воздействием давления  $\omega$ -фаза остается устойчивой до весьма высоких температур.

Использование сплавов циркония и титана в атомной энергетике, космической индустрии предъявляет к свойствам данных материалов повышенные требования. Известно, что  $\omega$ -фаза, по сравнению со стабильной в чистых металлах  $\alpha$ -фазой, более плотная, обладает повышенной твердостью и хрупкостью [6–8]. При этом авторы

© Егорова Л.Ю., Хлебникова Ю.В., Пацелов А.М.,  
Пилюгин В.П., 2018

работы [6], выполненной на образцах циркония, делают заключение, что деформация может увеличивать не только долю омега-фазы, но также и ее термическую стабильность, а в статье [9] выявлено, что температура обратного  $\omega \rightarrow \alpha$  превращения зависит от условий получения  $\omega$ -фазы и степени дисперсности, более крупной структуре соответствует более высокая температура превращения. В работе [10] установлено, что даже малое количество примесей (менее 1 ат. %) затрудняет барическое фазовое превращение.

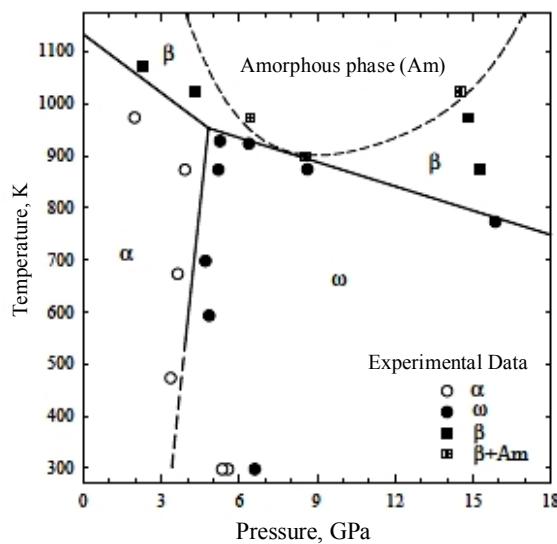


Рис 1. Р-Т фазовая диаграмма чистого циркония [5]

Нами была предпринята попытка исследовать структурные изменения в образцах псевдомонокристаллического циркония, подвергшихся нагружению в камере Бриджмена, при повышении температуры испытаний от комнатной до 300°C. Выбор температуры объясняется тем, что по калориметрическим данным, полученным нами для образцов циркония, испытанных в камере Бриджмена при комнатной температуре с углом поворота наковален на  $\phi=1080$  град., обратное фазовое  $\omega \rightarrow \alpha$  превращение происходит в интервале от 150 до 250°C, а рекристаллизация начинается при температуре 300°C (рис. 2). По справочным данным [11] температура рекристаллизации йодидного циркония — 500°C, то есть большая степень деформации приводит к существенному понижению температуры начала рекристаллизации. Кроме того, в работе [12] отмечается, что если отжиг при определенной температуре приводит к рекристаллизации, то деформация при такой температуре может считаться горячей.

Исходя из сказанного выше, для того чтобы минимизировать охрупчивающее влияние  $\omega$ -фазы, требуется подробное исследование устойчивости

данной метастабильной фазы, образовавшейся в деформированных образцах циркония в разных температурных условиях.

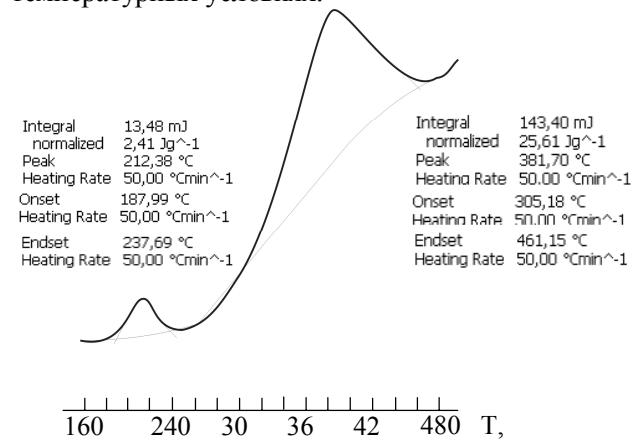


Рис. 2. Кривая ДСК псевдомонокристаллического циркония, деформированного в камере Бриджмена при комнатной температуре на  $\phi=1080$  град

### Материал и методика эксперимента

Для решения поставленных задач методом быстрых электронно-лучевой зонной плавки были получены образцы исходного йодидного псевдомонокристалла  $\alpha$ -циркония чистотой 99,9%. Пластическую деформацию дисковых образцов осуществляли в твердосплавных наковальнях Бриджмена при давлении 8 ГПа с угловой скоростью  $\omega=1,0$  об/мин. Испытания проводили при комнатной температуре, а также при температурах 70, 100 и 300°C. Угол поворота наковален составлял  $\phi=1080$  град. Блок наковален и помещенный между ними образец нагревали с помощью специальной печи сопротивления после установки на пресс. Температуру измеряли термопарой, присоединенной к неподвижной наковальнем. Деформирование осуществляли по достижении заданной температуры. Время от окончания деформации до извлечения образца на воздух составляло не более 120 с.

Структурно-фазовое состояние образцов циркония после деформации исследовали электронно-микроскопически на просвет тонких фольг в микроскопе JEM-200CX и рентгеновским методом с использованием дифрактометра ДРОН-3 в монохроматизированном CuKa-излучении.

### Результаты исследований и их обсуждение

В наших предыдущих работах [13] было показано, что исследуемый в данной работе цирконий имел псевдомонокристаллическое структур-

ное состояние (рис. 3), полученное при  $\beta \rightarrow \alpha$ -полиморфном превращении в процессе зонной плавки. Электронно-микроскопические исследования позволили определить, что в результате этого превращения образовались пакеты  $\alpha$ -реек шести возможных вариантов кристаллографической ориентации при соблюдении ориентационных соотношений Бюргерса  $\{110\}_{\beta} \parallel \{0001\}_{\alpha}$ . При этом каждая рейка, в свою очередь, состояла из набора субреек толщиной несколько десятых микрон. Отметим, что в условиях зонного переплава происходит очистка металла от примесей, поэтому выращенные псевдомонокристаллы содержали не более 0,02% примесей.

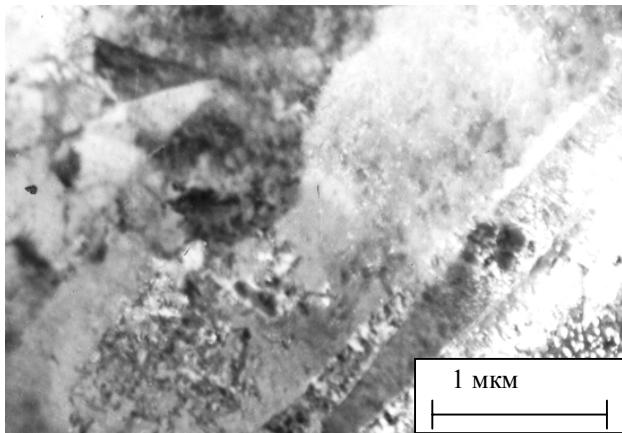
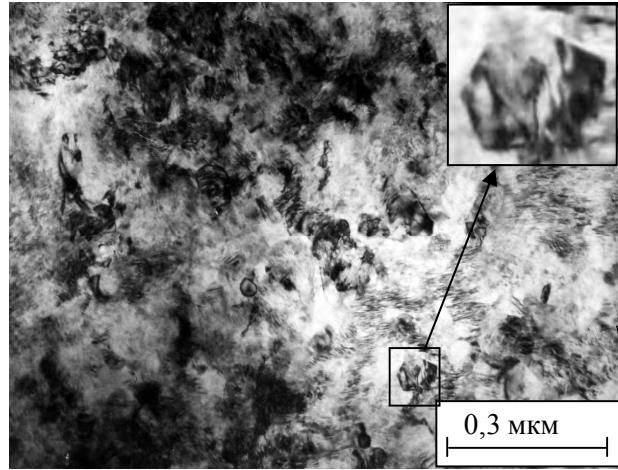


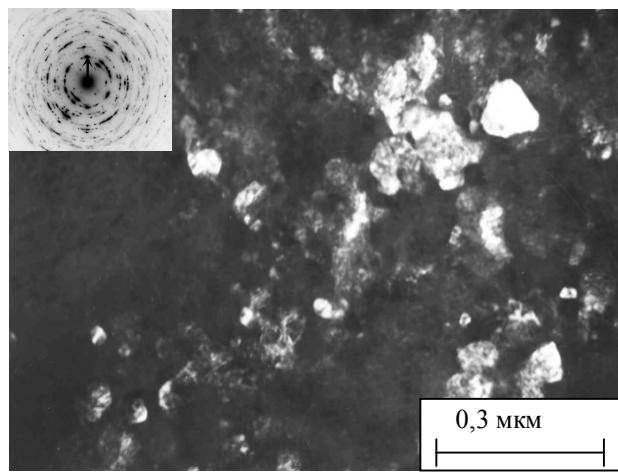
Рис. 3. Микроструктура исходного Zr

При испытаниях в камере Бриджмена при комнатной температуре в процессе деформации на  $\phi=1080$  град происходит переход от исходной речной структуры к фрагментированной, мелкодисперсной структуре с сохранившимися, в некоторых случаях, элементами речной структуры. Фрагменты, чаще всего, не имеют оформленных границ, а представляют собой кристаллиты неправильной формы с рыхлыми границами, не претерпевшие рекристаллизации и сохранившие субструктуру деформированного материала (рис. 4). Средний размер элементов структуры изменяется от 0,01 до 0,1 мкм. Как было показано в нашей предыдущей работе с помощью электронно-микроскопического анализа [14], области с фрагментированной структурой практически полностью состоят из  $\omega$ -фазы. Отдельные структурные фрагменты (рис. 4, а, во вкладке) являются свидетельством прошедшей в образце циркония динамической рекристаллизации. Частично сохранившаяся в деформированном образце речная струк-

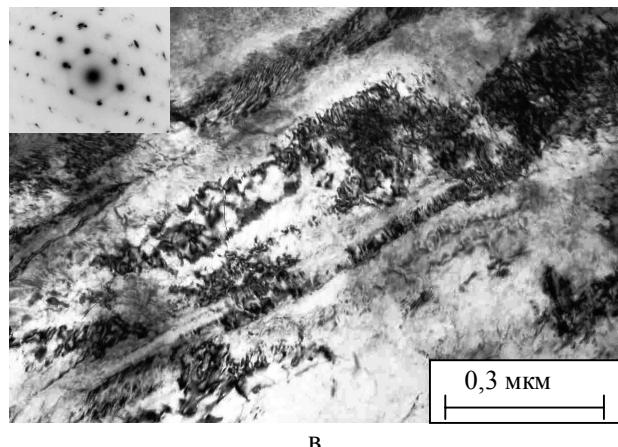
тура состоит в основном из  $\alpha$ -Zr (рис. 4, в).



а



б



в

Рис. 4. Микроструктура Zr, деформированного на  $\phi=1080$  град при комнатной температуре:  
а – светлопольное изображение участка типичной структуры; б – темнопольное изображение в  $g_{\omega}=110$  оси зоны  $[1-10]\omega$ ; в – светлопольное изображение участка с речной структурой [14]

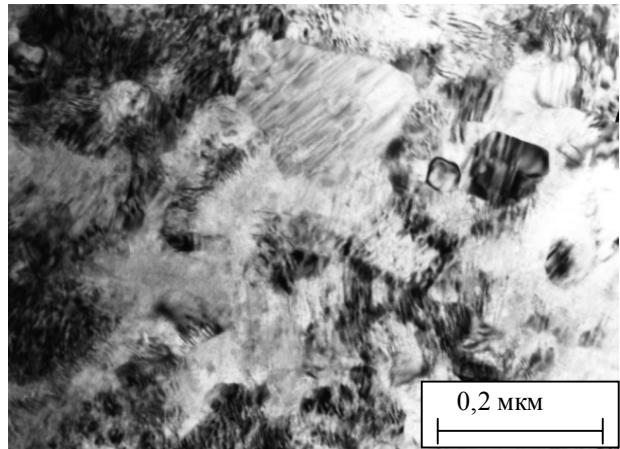
На рис. 5 представлена структура циркония после деформации на  $\varphi=1080$  град при температуре  $70^{\circ}\text{C}$ . Испытания при данной температуре приводят к появлению в большом количестве, наряду с неоформившимися структурными элементами, зерен с четкими большеугловыми границами, размер фрагментированной структуры варьируется от 0,05 до 0,2 мкм. На темнопольном изображении, полученном в рефлексе  $(001)_{\omega_1}$  (рис. 5, б), мы наблюдаем, что вокруг отдельного зерна с осью зоны (О.З.)  $[31-1]_{\omega_2}$  с четкими ровными границами и с небольшим количеством деформационных дефектов – такая структура может свидетельствовать о прошедшей динамической рекристаллизации, располагаются малоразориентированные, с большим количеством дефектов и рыхлыми границами (вследствие накопления в процессе деформации дислокаций на границах) области  $\omega$ -фазы. Данным кристаллитам соответствует ось зоны  $[010]_{\omega_1}$ , отражения от плоскостей  $(001)_{\omega_1}$  образуют кольцевую электронограмму, это означает, что имеется разориентировка относительно оси  $[010]_{\omega_1}$ . Тот факт (рис. 5, в), что плоскости типа  $\{100\}_{\omega_1}$  совпадают с плоскостями типа  $\{1-21\}_{\omega_2}$ , может свидетельствовать о том, что в процессе динамической рекристаллизации при деформации с нагревом перестройка решетки  $\omega_1$ -фазы в решетку  $\omega_2$ -фазы была спровоцирована стандартным скольжением дислокаций по наиболее плотноупакованным призматическим плоскостям  $\{100\}_{\omega_1}$  с переходом, под влиянием сдвига, давления и температуры, в пирамидальные плоскости  $\{1-21\}_{\omega_2}$  [15]. Вероятно, небольшое повышение температуры испытания, приложении давления, способствует тому, что такие термоактивируемые процессы, как переползание и поперечное скольжение дислокаций [16, 17], которые и без того облегчены у металлов с высокой ЭДУ (у Zr ЭДУ=220 мДж/м<sup>2</sup> [18]), приводят к ускоренной фрагментации и образованию кристаллитов с тонкими межзеренными границами. Это добавляет стабильности  $\omega$ -фазе, которая сохраняется после разгрузки в большем объеме, так как создаются энергетически устойчивые образования.

Как и в образце, нагруженном при комнатной температуре, в образце, испытанном при температуре  $70^{\circ}\text{C}$ , обнаруживаются участки с реечной структурой. Вероятно, вследствие того, что по-

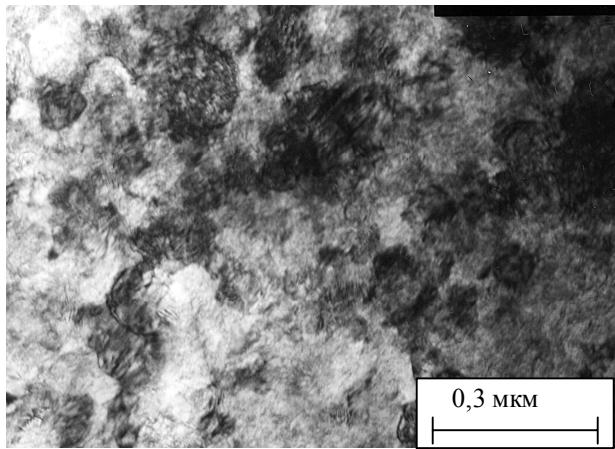
вышение температуры испытания до  $70^{\circ}\text{C}$  ( $0,04T_{\text{пл}}$ ) недостаточно для прохождения процессов полигонизации с последующей фрагментацией во всем объеме образца. При этом в отличие от структуры, образованной при комнатной температуре, на дифракции, полученной с участка с реечной структурой, присутствуют, как рефлексы от  $\alpha$ -фазы с осью зоны  $[101]_{\alpha}$ , так и от  $\omega$ -фазы с осью зоны  $[120]_{\omega}$  (показаны схемой на рис. 5, в), которые находятся в ориентационном соотношении [19]. Данный факт позволяет предположить, что даже при незначительном повышении температуры до  $0,04T_{\text{пл}}$  именно в реечной структуре возникают дополнительные термодинамические факторы, способствующие повышению стабильности  $\omega$ -фазы и препятствующие обратному  $\omega \rightarrow \alpha$  превращению при разгрузке.

На электронной дифракции от участка с реечной структурой (во вставке на рис. 5, в) наблюдаются тяжи, параллельные  $[2-10]_{\omega}$  и  $[-111]_{\alpha}$ , появление которых можно интерпретировать и как возникновение предвыделений второй фазы и/или появление в субструктуре имеющихся фаз дефектов кристаллического строения [20].

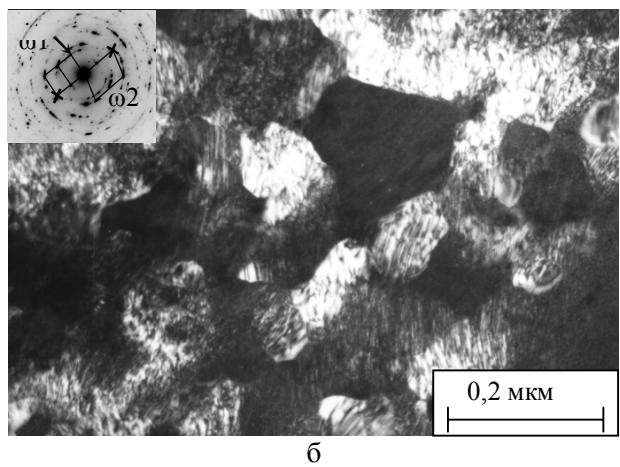
Структура циркония, деформированного на  $\varphi=1080$  град при  $100^{\circ}\text{C}$ , показана на рис. 6. Деформация при  $100^{\circ}\text{C}$  привела к фрагментированию структуры, образованию кристаллитов с большеугловыми границами (рис. 6, б). На электронно-дифракционных снимках наблюдаются как рефлексы от  $\alpha$ -, так и от  $\omega$ -фаз. На рис. 6, в, полученном в темном поле от совмещенных рефлексов типа  $(103)\alpha$  (О.З.  $[1-31]\alpha$ ) и типа  $(100)\omega$  (О.З.  $[001]\omega$ ), можно видеть, что в отражающем положении находятся как зерна  $\omega$ -фазы с характерным полосчатым контрастом, так и крупное зерно  $\alpha$ -фазы без видимых деформационных, в виде скопления дислокаций, дефектов. Четкие границы и отсутствие деформационных дефектов говорит о рекристаллизационной природе зерна  $\alpha$ -фазы, а наличие субзеренной структуры в виде планарных дефектов и ориентационной связи между  $\omega$ - и  $\alpha$ -фазами может свидетельствовать о структурном наследовании элементов субструктуры в цирконии при фазовом превращении. Размер структурных элементов изменяется от 0,02 до 0,2 мкм. Исходя из анализа электронно-микроскопических изображений, преобладающей фазой после данной обработки является  $\omega$ -фаза.



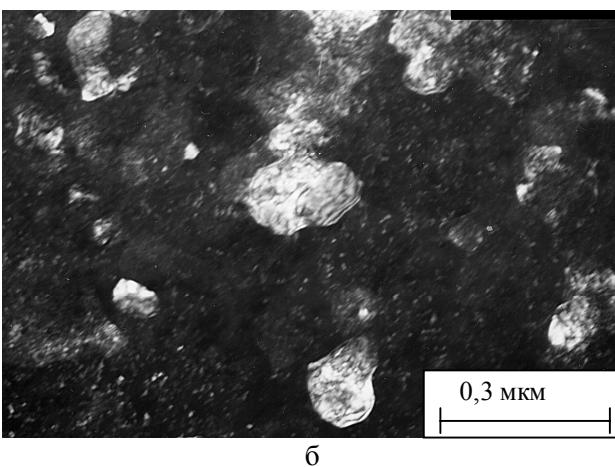
а



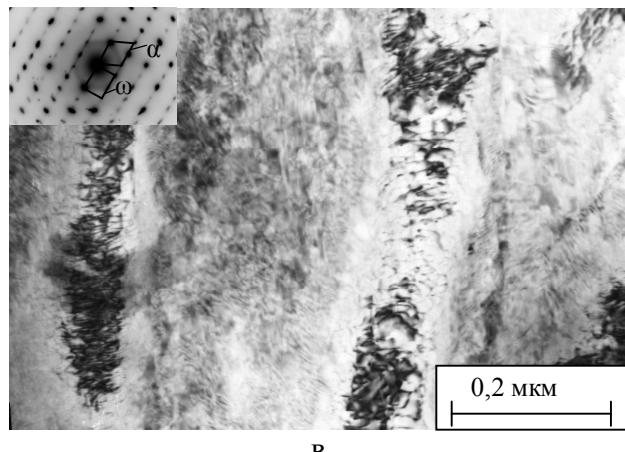
а



б

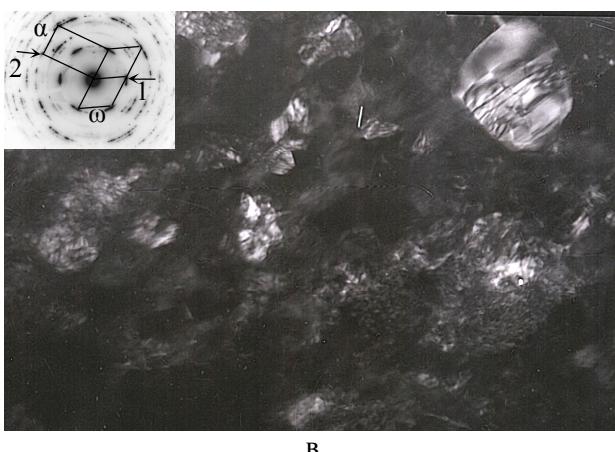


б



в

Рис. 5. Микроструктура Zr, деформированного на  $\varphi=1080$  град при  $T_{\text{исп.}}=70^{\circ}\text{C}$ : а – светлопольное изображение типичной структуры; б – темнопольное изображение в  $g_{\omega_1}=001$  оси зоны  $[010]_{\omega_1}$  (показан стрелкой); X – рефлексы от параллельных плоскостей типа  $\{100\}_{\omega_1}$  и  $\{1-21\}_{\omega_2}$ ; в – светлопольное изображение реечной структуры



в

Рис. 6. Микроструктура Zr, деформированного на  $\varphi=1080$  град при  $T_{\text{исп.}}=100^{\circ}\text{C}$ : а – светлопольное изображение; б – темнопольные изображения: б – в рефлексе 1 ( $g_\omega=110$ , ось зоны  $[001]_\omega$ ) на электронно-дифракционном изображении, в – в рефлексе 2 (совпадающем рефлексе  $g_{\text{совм.}}=(-10-3)_\omega/(300)_\omega$  ось зоны  $[1-31]_\omega$  и  $[001]_\omega$  соответственно)

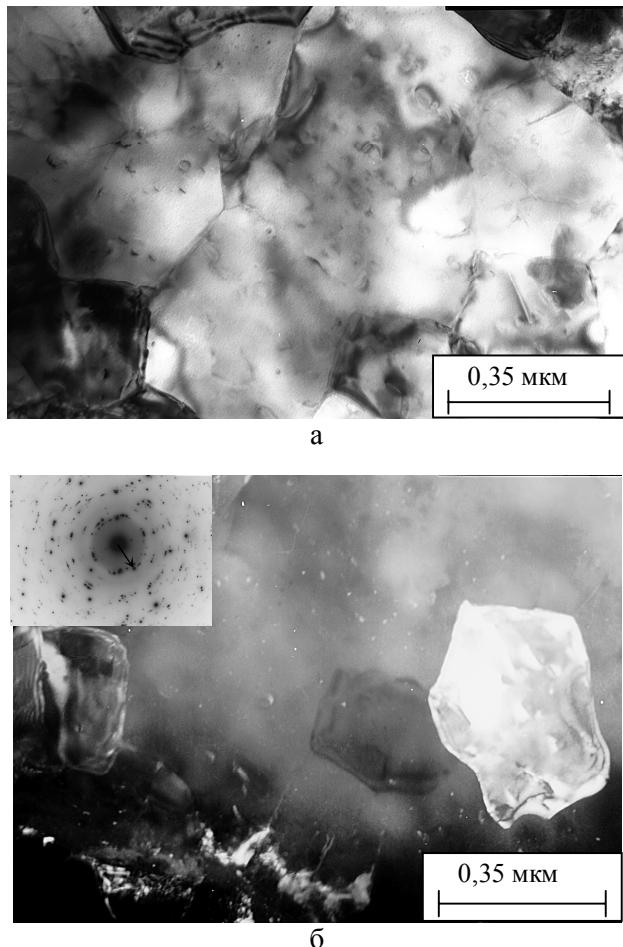


Рис. 7. Микроструктура Zr, деформированного на  $\varphi=1080$  град при  $T_{\text{исп.}}=300^{\circ}\text{C}$ :  
а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе  $g=(002)_{\alpha}$  (указан стрелкой), ось зоны  $[110]\alpha$

Испытания при  $300^{\circ}\text{C}$  приводят к образованию в образце циркония более крупных, чем при  $100^{\circ}\text{C}$ , микрокристаллитов размером 0,2–1 мкм, с тонкими межзеренными границами. Субструктура зерен свободна от деформационных дефектов. Кроме того, между зернами частично наблюдаются границы в виде тройных стыков, углы при которых близки к  $120^{\circ}$ , что свидетельствует о равновесном состоянии структуры исследуемого образца [16]. Следовательно, при температуре испытания  $300^{\circ}\text{C}$  в образце циркония успевает пройти постдинамическая рекристаллизация (рис. 7), что подтверждает мнение, высказанное в [12], о возможности считать данную температуру соответствующей температуре горячей деформации. Несмотря на это, на электронограммах, как и в предыдущих случаях, наблюдаются рефлексы как от  $\alpha$ -фазы, так и от  $\omega$ -фазы. Подтверждение существования мета-

стабильной барической  $\omega$ -фазы после испытания при  $300^{\circ}\text{C}$  мы получили и методом рентгеновской дифрактометрии. На рентгенограммах, полученных на образцах, испытанных при 70, 100 и  $300^{\circ}\text{C}$  (рис. 8) наблюдаются отчетливые пики от линии  $(110)\omega$ . При этом надо заметить, что наличие  $\omega$ -фазы после деформации при  $300^{\circ}\text{C}$  было выявлено рентгенографически сразу после завершения эксперимента. В образце, который после испытаний пролежал при комнатной температуре более года, выявить наличие  $\omega$ -фазы не удалось.

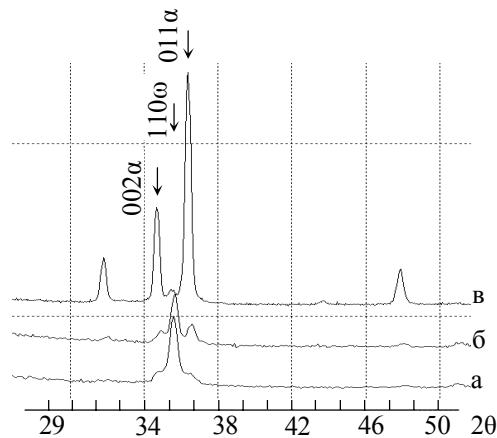


Рис. 8. Дифрактограммы деформированного на  $\varphi=1080$  град. Zr: а – при  $70^{\circ}\text{C}$ ;  
б – при  $100^{\circ}\text{C}$ ; в – при  $300^{\circ}\text{C}$

### Заключение

В результате испытаний, проведенных в камере Бриджмена, образцов псевдомонокристаллического циркония, нами было выявлено, что по завершении нагружения и после охлаждения от температур испытания 70, 100 и  $300^{\circ}\text{C}$  до комнатной температуры  $\omega$ -фаза частично сохраняется во всех образцах, несмотря на наблюдаемые процессы динамической, постдинамической рекристаллизации и перекристаллизации. При этом было показано, что температура  $70^{\circ}\text{C}$  является стабилизирующей температурой для метастабильной  $\omega$ -фазы. Деформация при  $100^{\circ}\text{C}$  привела к процессам перекристаллизации с наследованием вновь образующейся стабильной  $\alpha$ -фазой субструктурных дефектов метастабильной  $\omega$ -фазы. Электронно-микроскопически было определено, что деформация, проходящая в условиях интенсивного воздействия при температуре  $300^{\circ}\text{C}$  – соответствующая  $\sim 0,2T_{\text{пл.}}$  циркония, может считаться горячей деформацией.

Электронно-микроскопическое исследование деформированных образцов циркония проводи-

ли на микроскопе JEM-200CX в отделе электронной микроскопии ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» Института физики металлов УрО РАН.

*Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Структура» (№ АААА-А18-118020190116-6) при частичной финансовой поддержке Комплексной программы УрО РАН № 18-10-2-39.*

**Список литературы**

1. Isothermal transformation of titanium-chromium alloys / P.D. Frost, W.M. Parris, L.L. Hirsch, J.R. Doig, C.M. Schwartz // Trans. Asm. 1954. P. 231.
2. B.S. Hickman. The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review. Journal of Materials Science. June 1969, Volume 4, Issue 6, pp. 554–563.
3. K. Sikka, Y. K. Vohra and R. Chidambaram. Omega phase in materials. Progress in Materials Science. 1982. Vol. 27, pp. 245–310. DOI:10.1016/0079-6425(82)90002-0
4. Orientation Relations During the  $\alpha \rightarrow \omega$  Phase Transition of Zirconium: In Situ Texture Observations at High Pressure and Temperature / H.-R. Wenk, P. Kaercher, W. Kanitpanyacharoen, E. Zepeda-Alarcon and Y. Wang// Physical review letters. PRL 111, 195701 (2013). DOI:10.1103/PhysRevLett.111.195701
5. Experimental constraints on the phase diagram of elemental zirconium/Jianzhong Zhang, Yusheng Zhao, Cristian Pantea, Jiang Qian, Luke L. Daemen, Paulo A. Rigg, Robert S. Hixson, Carl W. Greeff, George T. Gray III, Yunpeng Yang, Liping Wang, Yanbin Wang, Takeyuki Uchid. Journal of Physics and Chemistry of Solids 66 (2005) 1213–1219. DOI: 10.1016/j.jpcs.2005.03.004
6. K. Edalati, Z. Horita, S. Yagi, E. Matsubara. Allotropic phase transformation of pure zirconium by high-pressure torsion. Materials Science and Engineering A. 523 (2009) pp. 277–281. DOI: 10.1016/j.msea.2009.07.029
7. Hongxiang Zong, Dezhen Xue, Xiangdong Ding and Turab Lookman. Phase transformations in Titanium: Anisotropic deformation of  $\omega$  phase. Journal of Physics: Conference Series. 2014. V.500. P. 112042. DOI: 10.1088/1742-6596/500/11/112042/
8. Cerreta E.K., Escobedo J.P., Rigg P.A., Trujillo C.P., Brown D.W., Sisneros T.A., Clausen B., Lopez M.F., Lookman T., Bronkhorst C.A., Addessio F.L. The influence of phase and substructural evolution during dynamic loading on subsequent mechanical properties of zirconium. Acta Materialia. 2013. V. 61. P. 7712 – 7719. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.09.009
9. Обратимое мартенситное  $\omega$   $\rightarrow$   $\alpha$ -превращение в Ti и Zr / Ю.Л. Альшевский, Б.А. Кульницкий, Ю.С. Коняев, А.Л. Ройтбурд // ДАН. 1985. Т.285. №3. С. 619–621.
10. G.T. Gray, C.E. Morris, and A.C. Lawson. Omega phase formation in titanium and titanium alloys, in Titanium '92: Science and Technology, ed. F.H. Froes and I.L. Caplan, (Warrendale, PA, Minerals Metals & Materials Society), pp. 225–232 (1993).
11. Цирконий и его сплавы: технологии производства, области применения: обзор /В.М.Ажажа, П.Н.Выгов, С.Д. Лавриненко, К.А. Линдт, А.П. Мухачев, Н.Н. Пилипенко. Харьков: ННЦ ХФТИ, 1998. 89 с.
12. Эволюция структуры никеля в ходе деформации сдвигом под высоким давлением при 150° / М.В. Дегтярев, Л.М. Воронова, Т.И. Чащухина, В.П. Пилюгин, Н.Н. Реснин // ФММ. 2017. Т. 118. № 3. С. 270–277.
13. Формирование макро- и микроструктуры при бета-альфа превращении в монокристаллах циркония / Ю.В. Хлебникова, В.А. Сазонова, Д.П. Родионов, Н.Ф. Вильданова, Л.Ю. Егорова, Ю.В. Калетина, И.Л. Солодова, В.М. Умова // ФММ. 2009. Т. 108. № 3. С. 267–275.
14. Егорова Л.Ю., Хлебникова Ю.В., Пилюгин В.П. Влияние величины деформации на эволюцию структуры монокристаллического циркония при сдвиге под давлением // Письма о материалах. 2016. V. 6. P. 237–242.
15. Черняева Т.П., Грицина В.М. Характеристики ГПУ-металлов, определяющие их поведение при механическом, термическом и радиационном воздействии // Вопросы атомной науки и техники. 2008. №2. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение (92). С 15–27.
16. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов: монография. М.: МИСиС, 2005. 432 с.
17. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов: учебник для вузов. 3-е изд. перераб. и доп. М.: МИСиС, 1998. 440 с.
18. Свойства элементов: справ. изд. /под ред. Дрица М.Е. М.: Металлургия, 1985. 672 с.
19. A. Rabinkin, M. Talianker and O. Botstein. Cristallography and amodel of the  $\alpha \rightarrow \omega$  phase transformation in zirconium. Acta Metallurgica. 1981, V. 29, pp. 691–698.
20. Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан; под ред. Л.М. Утевского. М.: Мир, 1968. 573 с.

Поступила 26.07.18  
Принята в печать 30.08.18

## INFORMATION ABOUT THE PAPER IN ENGLISH

<https://doi.org/10.18503/1995-2732-2018-16-3-120-118>

## STRUCTURAL PHASE TRANSFORMATIONS IN ZIRCONIUM PSEUDO-SINGLE CRYSTALS SUBJECTED TO THERMAL DEFORMATION IN THE BRIDGEMAN CHAMBER

**Lada Yu. Egorova** – PhD (Eng.), Senior Researcher

Physical Metallurgy Laboratory, Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences. <https://orcid.org/0000-0002-1951-2976>

**Yulia V. Khlebnikova** – PhD (Eng.), Lead Researcher

Physical Metallurgy Laboratory, Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences. <https://orcid.org/0000-0003-2196-1647>

**Aleksandr M. Patselov** – PhD (Physics & Mathematics), Senior Researcher

High-Pressure Physics Laboratory, Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences. <https://orcid.org/0000-0001-6438-0725>

**Vitaly P. Pilyugin** – PhD (Physics & Mathematics), Lead Researcher, Head of High-Pressure Physics Laboratory, Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences. <https://orcid.org/0000-0002-5150-6605>

### Abstract

**Problem Statement (Relevance):** When zirconium and titanium alloys are used in nuclear power and space industries, it is necessary that they could perform well under heavy duty regimes. It is known that the meta-stable baric  $\omega$ -phase, which forms in the above materials under severe loading, is characterised with higher density, hardness and brittleness compared with the stable  $\alpha$ -phase. To minimize the embrittlement factor of the  $\omega$ -phase and to prevent fracture in structures made of both pure metals and Zr/Ti alloys, it is necessary to look into the stability of the meta-stable  $\omega$ -phase as observed after severe loading. **Objectives:** The objective of this study is to understand what structural transformations take place in sample zirconium pseudo-single crystals subjected to loading in the Bridgeman chamber as the temperature increases from room temperature to 300 °C. **Methods Applied (Experiments):** With the help of electron beam crucible-free zone melting, original samples of iodide pseudo-single crystal of  $\alpha$ -Zr were derived. Disk samples were subjected to plastic deformation in hard-alloy Bridgeman anvils at 8 GPa and the angular speed of  $\omega=1.0$  RPM. The tests were conducted at room temperature and at 70, 100, and 300 °C. The anvil turn angle was  $\varphi=1080$  degrees. The structural phase state of the deformed zirconium samples was analysed through electron microscopy (with a JEM-200CX microscope) and X-ray diffraction (with a DRON-3 diffractometer in the monochromatic CuK $\alpha$ -radiation). **Findings:** The tests showed that after the loading was stopped and the test samples cooled down from the 70, 100, and 300 °C to room temperature, the  $\omega$ -phase partially persisted in all the samples, despite the dynamic and post-dynamic recrystallisation processes observed. These tests were also first to prove that 70°C works as a stabilisation temperature for the metastable  $\omega$ -phase. **Practical Relevance:** The results obtained may be used to predict the structural durability of equipment used in aerospace and nuclear industries.

**Keywords:** Pseudo-single crystal of zirconium, deformation, high quasi-hydrostatic pressure,  $\alpha \rightarrow \omega$  phase transitions.

*This research was carried out under the governmental assignment on Structure No. AAAA-A18-118020190116-6 and was partially funded under the Comprehensive Programme No. 18-10-2-39 of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences.*

### References

1. Frost P.D., Parris W.M., Hirsch L.L., Doig J.R., Schwartz C.M. Isothermal transformation of titanium-chromium alloys / Trans. Asm. 1954. 231 p.
2. B.S. Hickman. The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review. Journal of Materials Science. June 1969, Volume 4, Issue 6, pp. 554–563.
3. K. Sikka, Y. K. Vohra and R. Chidambaram. Omega phase in materials. Progress in Materials Science. 1982. Vol. 27, pp. 245-310. DOI:10.1016/0079-6425(82)90002-0
4. Orientation Relations During the  $\alpha$ - $\omega$  Phase Transition of Zirconium: In Situ Texture Observations at High Pressure and Temperature/H.-R. Wenk, P. Kaercher, W. Kanitpanyacharoen, E. Zepeda-Alarcon and Y. Wang// Physical review letters. PRL 111, 195701 (2013). DOI:10.1103/PhysRevLett.111.195701
5. Experimental constraints on the phase diagram of elemental zirconium/Jianzhong Zhang, Yusheng Zhao, Cristian Pannea, Jiang Qian, Luke L. Daemen, Paulo A. Rigg, Robert S. Hixson, Carl W. Greeff, George T. Gray III, Yunpeng Yang, Liping Wang, Yanbin Wang, Takeyuki Uchid. Journal of Physics and Chemistry of Solids 66 (2005) 1213–1219. DOI: 10.1016/j.jpcs.2005.03.004
6. K. Edalati, Z. Horita, S. Yagi, E. Matsubara. Allotropic phase transformation of pure zirconium by high-pressure torsion. Materials Science and Engineering A. 523 (2009) pp. 277–281. DOI: 10.1016/j.msea.2009.07.029
7. Hongxiang Zong, Dezhen Xue, Xiangdong Ding and Turab

- Lookman. Phase transformations in Titanium: Anisotropic deformation of  $\omega$  phase. *Journal of Physics: Conference Series*. 2014. V.500. P. 112042. DOI: 10.1088/1742-6596/500/11/112042/
8. Cerreta E. K., Escobedo J. P., Rigg P. A., Trujillo C. P., Brown D. W., Sisneros T. A., Clausen B., Lopez M. F., Lookman T., Bronkhorst C. A., Addessio F. L. The influence of phase and substructural evolution during dynamic loading on subsequent mechanical properties of zirconium. *Acta Materialia*. 2013. V. 61. P. 7712–7719. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.09.009
9. Alshevsky Yu.L., Kulnitsky B.A., Konyaev Yu.S., Roytburd A.L. Reversible martensitic  $\omega \leftrightarrow \alpha$  transformation in Ti and Zr. *Doklady Akademii nauk* [Proceedings of the Academy of Sciences], 1985, vol. 285, no. 3, pp. 619–621. (In Russ.)
10. G. T. Gray, C. E. Morris, and A. C. Lawson. Omega phase formation in titanium and titanium alloys, in *Titanium '92: Science and Technology*, ed. F. H. Froes and I. L. Caplan (Warrendale, PA, Minerals Metals & Materials Society), pp. 225–232 (1993).
11. Azhazha V.M., Vyugov P.N., Lavrinenco S.D., Lindt K.A., Mukhachev A.P., Pilipenko N.N. *Tsirkoni i ego splavy: tekhnologii proizvodstva, oblasti primeneniya: obzor* [Zirconium and its alloys: Production & application: Review]. Kharkov: Kharkov Institute of Physics and Technology National Science Center, 1998, 89 p. (In Russ.)
12. Degtyarev M.V., Voronova L.M., Chashchukhina T.I., Pilyugin V.P., Resnina N.N. Structural evolution of nickel during high-pressure shear deformation at 150°. *FMM* [Physics of metals and metallography], 2017, vol. 118, no. 3, pp. 270–277. (In Russ.)
13. Khlebnikova Yu.V., Sazonova V.A., Rodionov D.P., Vil'danova N.F., Egorova L.Yu., Kaletina Yu.V., Solodova I.L., Umova V.M. Formation of macro- and microstructure during beta-alpha transformation in zirconium single crystals. *FMM* [Physics of metals and metallography], 2009, vol. 108, no. 3, pp. 267–275. (In Russ.)
14. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P. How the deformation ratio influences the structural evolution of zirconium single crystals under pressure shear strain. *Pisma o materialakh* [Letters on materials], 2016, vol. 6, pp. 237–242. (In Russ.)
15. Chernyaeva T.P., Gritsina V.M. Characteristics of hcp metals defining their behavior under mechanical, thermal and radiation effects. *Voprosy atomnoy nauki i tekhniki* [Problems of nuclear science and technology], 2008, No. 2, Ser. *Fizika radiatsionnykh povrezhdeniy i radiatsionnoe materialovedenie* [Series: Physics of radiation damage and radiation materials science], (92), pp. 15–27. (In Russ.)
16. Gorelik S.S., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M. *Rekristallizatsiya metallov i splavov: monografiya* [Recrystallization of metals and alloys: monograph]. Moscow: MISIS, 2005, 432 p. (In Russ.)
17. Zolotorevsky V.S. *Mekhanicheskie svoystva metallov. Uchebnik dlya vuzov. 3-e izdanie pererabotanno i dopolnennoe* [Mechanical properties of metals. Textbook for university students. 3rd revised edition]. Moscow: MISIS, 1998, 440 p. (In Russ.)
18. *Svoystva elementov: sprav. izd.* [Properties of elements: Handbook]. Ed. by M.E. Dritsa. Moscow: Metallurgiya, 1985, 672 p. (In Russ.)
19. A. Rabinkin, M. Talianker and O. Botstein. Crystallography and a model of the  $\alpha \rightarrow \omega$  phase transformation in zirconium. *Acta Metallurgica*. 1981, v. 29, pp. 691–698.
20. P.B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley, M.J. Whelan. *Elektronnaya mikroskopiya tonkikh kristallov* [Electron microscopy of thin crystals]. Ed. by L.M. Utevsky. Moscow: Mir, 1968, 573 p. (In Russ.)

Received 26/07/18

Accepted 30/08/18

---

•  
**Образец для цитирования**

Структурно-фазовые превращения, происходящие в псевдомонокристаллическом цирконии при теплой деформации в камере Бриджмена / Егорова Л.Ю., Хлебникова Ю.В., Пацелов А.М., Пилюгин В.П. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2018. Т.16. №3. С. 120–128. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2018-16-3-120-128>

**For citation**

Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Patselov A.M., Pilyugin V.P. Structural phase transformations in zirconium pseudo-single crystals subjected to thermal deformation in the bridgeman chamber. *Vestnik Magnitogorskogo Gosudarstvennogo Tekhnicheskogo Universiteta im. G.I. Nosova* [Vestnik of Nosov Magnitogorsk State Technical University]. 2018, vol. 16, no. 3, pp. 120–128. <https://doi.org/10.18503/1995-2732-2018-16-3-120-128>

---

•