



## INITIAL STAGES IN THE EVOLUTION OF THE STRUCTURE OF A ZIRCONIUM PSEUDO-SINGLE CRYSTAL DURING SHEAR DEFORMATION UNDER PRESSURE

L. Yu. Egorova\*, Yu. V. Khlebnikova, V. P. Pilyugin, E. G. Chernyshev

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,  
 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russian Federation*

\*Corresponding author. E-mail: egorova@imp.uran.ru  
 Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, Russian Federation, 620990  
 Tel.: +7 343 378 36 73

The structural-phase transformation in a pseudo-single crystal of zirconium during deformation on Bridgman anvils is studied by X-ray spectroscopy with synchrotron radiation. The angles of rotation in Bridgman anvils is varied from  $\varphi = 0^\circ$  (deformation by upsetting,  $e = 0.2$ ) to  $\varphi = 45^\circ$  ( $e = 4.6$ ). It is demonstrated that the  $\alpha$ -phase lattice is compressed at the value of true strain  $e = 4.6$ . On the contrary, the  $\omega$ -phase arising in the process of deformation under pressure shows a tendency to stretching. This behavior can probably be explained by low atomic density and strong anisotropy in terms of the atomic density of the planes and series of the  $\omega$ -phase. It has been determined that the structure of the baric  $\omega$ -phase arising during deformation under the deformation conditions ranging from  $e = 0.5$  to  $e = 4.6$  undergoes no textural changes. The formation of groups of planar defects in the  $\omega$ -phase is a mechanism for the compensation of elastic stresses during the  $\alpha \rightarrow \omega$  lattice transformation under conditions of high quasi-hydrostatic pressure.

*Keywords: pseudo-single crystal of zirconium, deformation, high quasihydrostatic pressure,  $\alpha \leftrightarrow \omega$  phase transitions.*

**DOI:** 10.17804/2410-9908.2017.5.070-079

### References

1. Adachi Nozomu, Todaka Yoshikazu, Suzukib Hiroshi and Umemotoa Minoru. Orientation relationship between  $\alpha$ -phase and high-pressure  $\omega$ -phase of pure group IV transition metals. *Scripta Materialia*, 2015, vol. 98, pp. 1–4. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.10.029
2. Fenga Biao, Levitas Valery I. Plastic flows and strain-induced alpha to omega phase transformation in zirconium during compression in a diamond anvil cell: Finite element simulations. *Materials Science & Engineering A*, 2017, vol. 680, pp. 130–140. DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.082
3. Srinivasarao B., Zhilyaev A.P., Pérez-Prado M.T. Orientation dependency of the alpha to omega plus beta transformation in commercially pure zirconium by high-pressure torsion. *Scripta Mater.*, 2011, vol. 65, no. 3, pp. 241–244. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.04.017
4. Shen X., Yu P.F., Jing Q., Yao Y., Gu L., Wang Y.G., Duan X.F., Yu R.C. and Liu R.P. Transmission electron microscopy observations of structural modulation in the phase transition from  $\alpha$ -Zr to  $\omega$ -Zr induced by shear strain. *Scripta Materialia*, 2012, vol. 67, pp. 653–656. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.07.017
5. Degtyarev M.V., Voronova L.M., Chashchukhina T.I., Vykhodets V.B., Davydova L.S., Kurennykh T.E., Patselov A.M., Pilyugin V.P. Formation and Evolution of Submicrocrystalline Structure in Pure Iron upon Shear under Pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2003, vol. 96, no. 6, pp. 642–650.
6. Ancharov A.I., Manakov A.Yu., Mezentsev N.A., Tolochko B.P., Sheromov M.A., Tsukanov V.M. New station at the 4th beamline of the VEPP-3 storage ring. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2001, vol. 470, pp. 80–83. DOI: 10.1016/S0168-9002(01)01029-4



7. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P. Influence value of deformation on the evolution of structure of monocrystal zirconium shear pressure. *Letters on materials*, 2016, vol. 6, no. 3, pp. 237–242. DOI: 10.22226/2410-3535-2016-3-237-242
8. Grigorovich V.K. *Metallicheskaya Svyaz i Struktura Metallov* [Metallic Bonding and Metal Structure]. Moscow, Nauka Publ., 1988, 296 p. (In Russian).
9. 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, vol. 61, pp. 7712–7719. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.09.009
10. Dobromyslov A.V., Taluts N.I. Mechanism of alpha-omega transformation in zirconium, titanium and alloys on their base. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1990, no. 5, pp. 108–115.
11. Alshevsky Y.L., Kulnitsky B.A., Konyaev Y.S., Usikov M.P. Structure peculiarities of omega-phase arising in titanium and zirconium under high-pressures. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1984, vol. 58, no. 4, pp. 795–803.
12. Rybin V.V. *Bolshie Plasticheskie Deformatsii i Razrushenie Metallov* [Large Plastic Deformations and Fracture of Metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986, 224 p. (In Russian).



Подана в журнал: 30.10.2017  
УДК 669.295:539.89  
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.070-079

## НАЧАЛЬНЫЕ ЭТАПЫ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ ПСЕВДОМОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ЦИРКОНИЯ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Л. Ю. Егорова\*, Ю. В. Хлебникова, В. П. Пилюгин, Е. Г. Чернышев

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов  
им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,  
ул. С. Ковалевской, 18, 620137, Екатеринбург, Российская Федерация*

\*Ответственный автор. Электронная почта: [egorova@imp.uran.ru](mailto:egorova@imp.uran.ru)  
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620990, Российская Федерация  
Тел.: +7 (343) 378-36-73

Проведено исследование начальных этапов эволюции структуры псевдомонокристаллического циркония при деформации на наковальнях Бриджмена с использованием метода рентгеновской дифрактометрии в синхротронном излучении на просвет. Углы поворота наковальни варьировали от  $\varphi = 0^\circ$  (деформация осадкой,  $e = 0,2$ ) до  $\varphi = 45^\circ$  ( $e = 2,7$ ). Установлено, что при величине истинной деформации  $e = 2,7$  параметры кристаллической решетки  $\alpha$ -фазы уменьшаются. В то же время параметры решетки барической  $\omega$ -фазы, наоборот, незначительно увеличиваются. Такое поведение, вероятно, можно объяснить небольшой атомной плотностью и сильной анизотропией по атомной плотности плоскостей и рядов  $\omega$ -фазы. Определено, что структура возникающей в процессе деформации барической  $\omega$ -фазы в условиях деформирования от  $e = 0,3$  до  $e = 2,7$  не претерпевает текстурных изменений. Образование групп планарных дефектов в  $\omega$ -фазе представляет собой механизм компенсации упругих напряжений при трансформации кристаллической решетки  $\alpha \rightarrow \omega$  в условиях высокого квазигидростатического давления.

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

### 1. Введение

Применение титана и циркония, а также их сплавов в условиях экстремальных воздействий в авиа- и космической отраслях, в качестве радиационноустойчивых материалов в атомной энергетике порождает интерес к исследованию структурных превращений, которые возможны в этих металлах в разных термобарических условиях. В литературе можно встретить работы, посвященные обсуждению  $\alpha \rightarrow \omega$  и  $\omega \rightarrow \alpha$  превращений [1–4]. Так, в работе [1] обсуждается вероятность диффузионной природы обратного  $\omega \rightarrow \alpha$  превращения, авторы работы [2] отмечают, что при  $\alpha \rightarrow \omega$  превращении в центре испытуемого образца наблюдается значительный локальный рост давления в связи с более высоким пределом текучести  $\omega$ -фазы. В [4] наблюдали искажения кристаллической структуры под воздействием сдвиговой деформации, что привело к возникновению модулированной структуры  $\alpha$ -фазы.

На сегодняшний день детально не выяснен вопрос о начальных этапах образования и последующей эволюции метастабильной барической  $\omega$ -фазы, образующейся в данных металлах при сдвиге под давлением.

С этой целью в настоящей работе при использовании метода рентгеновской спектроскопии с синхротронным излучением на просвет, исследованы образцы псевдомонокристалла циркония, подвергнутых нагружению в наковальнях Бриджмена с малыми углами сдвига



от  $\varphi = 0^\circ$  до  $\varphi = 45^\circ$ . Исследование позволит получить новые сведения о механизме образования барической  $\omega$ -фазы и спрогнозировать дальнейшую эволюцию структуры при увеличении степени деформации. Кроме того, немаловажным фактором для изучения эволюционных процессов, происходящих в цирконии и титане при деформации и механизме образования  $\omega$ -фазы, может быть использование в эксперименте исходного материала в виде псевдомоннокристалла, что исключает влияние исходных границ зерен на картину эволюции деформируемой структуры.

### 3. Материал и методика эксперимента

Для решения поставленных задач методом бестигельной электронно-лучевой зонной плавки были получены образцы исходного иодидного псевдомоннокристалла  $\alpha$ -циркония чистотой 99,9 %. Выполненные ранее [5] электронно-микроскопические исследования позволили определить, что образовались пакеты  $\alpha$ -реек шести возможных вариантов кристаллографической ориентации  $\{0001\}_\alpha$ . Пластическую деформацию дисковых образцов осуществляли в твердосплавных наковальнях Бриджмена при давлении 8 ГПа с угловой скоростью  $\omega = 0,3$  об/мин, угол поворота наковальни варьировали от  $\varphi = 0^\circ$  (деформация осадкой) до  $\varphi = 45^\circ$ . Степень истинной деформации ( $e_{ист}$ ) рассчитывали по формуле [6]:

$$e_{ист} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( 1 + \left( \frac{\varphi \cdot r}{h_{кон}} \right)^2 \right)^{1/2} + \ln \frac{h_0}{h_{кон}},$$

где,  $h_0$  – исходная толщина образца, мкм;  $h_{кон}$  – толщина образца после испытаний в наковальнях Бриджмена, мкм;  $\varphi$  – угол поворота наковален, рад.;  $r$  – середина радиуса образца, мкм. Вычисления были проведены на серии образцов, начальная толщина которых варьировалась от 300 мкм до 400 мкм, конечная толщина изменялась от 190 мкм до 300 мкм, середина радиуса образца изменялась от 1250 до 2500 мкм.

Структурно-фазовое состояние образцов циркония после деформации исследовали рентгеновским методом в синхротронном излучении (СИ) на просвет [7] в пучке сечением  $0,3 \times 0,3$  мм, длиной волны  $0,3685 \text{ \AA}$ . Для регистрации дифракционной картины СИ использовали детектор Magg-345. СИ-рентгенограммы были перестроены в привычные для представления и последующей численной обработки дифрактограммы интенсивности по шкале углов  $2\theta$ . По положению пиков определяли параметры решетки.

### 4. Результаты эксперимента и их обсуждение

В работе [5] методом просвечивающей электронной микроскопии было выявлено, что при деформации осадкой псевдомоннокристалла циркония на наковальнях Бриджмена с приложенным давлением до 8 ГПа фазовое  $\alpha \rightarrow \omega$  превращение происходит не во всем объеме материала, а только в областях ранее появившихся в  $\alpha$ -фазе деформационных двойников. Было определено, что барическая  $\omega$ -фаза зарождается путем сдвига кристаллической решетки  $\alpha$ -фазы и что преимущественными местами появления новой фазы являются области, ориентированные таким образом, что в образующейся  $\omega$ -фазе плоскости залегания планарных дефектов соответствуют плоскостям двойникования  $\alpha$ -фазы.

В настоящей работе структурно-фазовые превращения, происходящие в псевдомоннокристаллическом Zr на начальных этапах деформации в наковальнях Бриджмена (от  $\varphi = 0^\circ$  (деформация осадкой) до  $\varphi = 45^\circ$ , где  $\varphi$  – угол поворота наковален Бриджмена при испытаниях), исследовались с применением метода рентгеновской дифрактометрии с использованием синхротронного излучения на просвет. Данный метод съемки и применение малого (в сечении) пучка позволяет оценить структурное состояние образца по всей его толщине и аттестовать состояние с более точной оценкой истинной деформации.



По полученным рентгенограммам (рис. 1) были вычислены параметры «*a*» и «*c*» (табл. 1) для решеток  $\alpha$ - и  $\omega$ -фазы. Особенностью синхротронного излучения является тот факт, что рентгеноструктурные данные получают на малых углах рассеяния, поэтому несмотря на то, что метод обладает высокой точностью полученных результатов, расчеты проведены вопреки установленным рекомендациям – на малых углах, что может вносить некоторые отклонения от истинных значений в параметрах решеток исследуемых фаз.

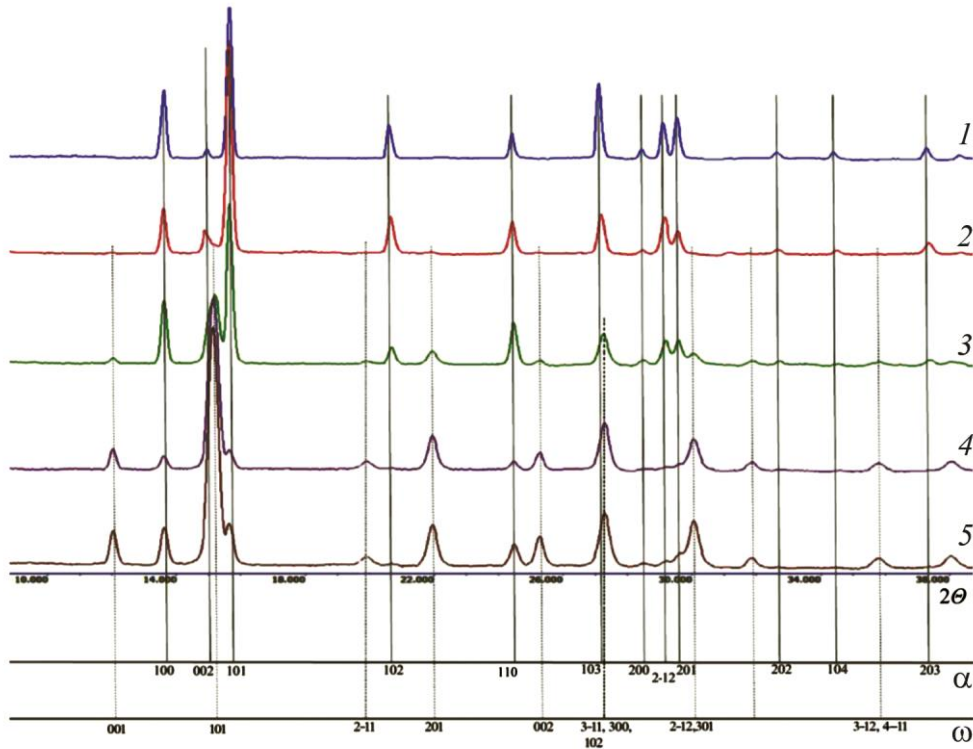


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы после разной истинной деформации (*e*) псевдомонокристаллического циркония при 293 К, где 1 – *e*=0; 2 – *e*=0,2; 3 – *e*=0,3; 4 – *e* = 0,8; 5 – *e* = 2,7

Таблица 1 – Расчетные значения: истинной деформации (*e*); параметров решеток  $\alpha$ - и  $\omega$ -фаз

Угол поворота, °	$e_{\text{ист}}$	$\alpha$		$\omega$	
		<i>a</i> , Å	<i>c</i> , Å	<i>a</i> , Å	<i>c</i> , Å
исх.	0	3,2234	5,0949	–	–
0	0,2	3,2220	5,0656	–	–
5	0,3	3,2181	5,0473	5,0170	3,1165
15	0,8	3,2150	4,8430	5,0170	3,1200
45	2,7	3,2165	4,8262	5,0170	3,1209

Из расчетов было определено, что при исследуемых деформациях кристаллическая решетка  $\alpha$ -фазы сжимается: параметр «*a*» уменьшается незначительно, в пределах 0,2 % (от *a* = 3,2234 Å для исходного состояния (*e* = 0) до *a* = 3,2165 Å для *e* = 2,7), в то время как более длинная сторона элементарной ячейки «*c*» уменьшается на 5,3 % (от *c* = 5,0949 Å для исходного состояния (*e* = 0) до *c* = 4,8262 Å при *e* = 2,7). Такое значительное изменение параметра «*c*» решетки  $\alpha$ -фазы противоречит известным представлениям и требует



дальнейших подробных исследований. Кроме того, полученный результат может быть связан с методикой проводимых расчетов – для расчета была выбрана не базисная плоскость  $\alpha$ -фазы, а пирамидальная  $(21-1)\alpha$ , ввиду того, что на полученных рентгенограммах отражение от базисной плоскости  $(002)\alpha$  совпадает с отражением от плоскости  $(101)\omega$ .

В возникающей при деформации сдвигом под давлением  $\omega$ -фазе наблюдается более сложная картина, параметр « $a$ » практически не изменяется (уменьшение составило 0,0003 % от  $a = 5,01698 \text{ \AA}$  при  $e = 0,3$  до  $a = 5,01696$  при  $e = 2,7$ ), в то время как параметр « $c$ » не уменьшается, а увеличивается с увеличением степени деформации на 0,14 % (от  $c = 3,1165 \text{ \AA}$  при  $e = 0,3$  до  $c = 3,1209$  при  $e = 2,7$ ). Увеличение параметра решетки  $\omega$ -фазы может свидетельствовать о совокупном влиянии растягивающих напряжений при деформационном воздействии и фазовом  $\alpha \rightarrow \omega$  превращении. Изменение параметров решетки в процессе деформации отражается на смещении дифракционных пиков по шкале  $2\theta$  в сторону больших углов для  $\alpha$ -фазы, что свидетельствует об уменьшении параметра элементарной ячейки и в сторону меньших углов для линий  $\omega$ -фазы, особенно это смещение становится заметным для дальних пиков на рентгенограмме (рис. 1).

Известно, что пластическая деформация металлов происходит путем сдвигов наиболее прочных плотноупакованных плоскостей в направлении наиболее прочных плотноупакованных рядов, в случае гексагональной решетки это направление  $\langle 110 \rangle$ . Скольжение вдоль плотноупакованных рядов отвечает наименьшему перемещению атомов в акте единичного сдвига [8]. Используя вычисленные по рентгеноструктурным данным значения параметров « $a$ » и « $c$ » для обеих фаз, сосуществующих в структуре циркония после испытаний в наковальнях Бриджмена, были определены значения атомной плотности и расстояние между плоскостями исследованных фаз, рассчитанные по формулам (1) (табл. 2).

$\rho(001) = \frac{2}{(a^2 \cdot \sqrt{3})}$ ;  $\rho(100) = \frac{2}{a \cdot c}$ ;  $\rho(101) = \frac{4}{a \sqrt{3a^2 + 4c^2}}$  – атомная плотность по кристаллографическим плоскостям;

$r(001) = \frac{c}{2}$ ;  $r(100) = \frac{a}{\sqrt{3/2}}$ ;  $r(101) = \frac{ac \cdot \sqrt{3}}{\sqrt{3a^2 + 4c^2}}$  – расстояние между плоскостями.

(1)

Из полученных расчетов видно, что  $\omega$ -фаза обладает сильной анизотропией по атомной плотности плоскостей и рядов, в то время как атомная плотность  $\alpha$ -фазы более равномерно распределена по основным плоскостям и рядам. Так, атомная плотность семейства призматических плоскостей  $\{100\}$   $\omega$ -фазы выше плотности базисных плоскостей  $\{001\}$  в 2,8 раза, а пирамидальных  $\{101\}$  в 1,7 раз в отличие от  $\alpha$ -фазы, в которой эти соотношения равны – примерно 1,2 в обоих случаях. Самые плотноупакованные и наиболее прочные плоскости  $\{100\}$  – самые отдаленные друг от друга для обеих фаз. В  $\omega$ -фазе данное расстояние в разы больше, в отличие от других направлений. Из табл. 2 следует, что в  $\alpha$ -фазе значения плотности атомов на плоскостях увеличиваются с увеличением степени деформации: для плоскостей  $(001)$  на 0,4 %, для  $\{100\}$  – на 6 % и для плоскостей  $\{101\}$  – на 4,5 %. Расстояния между базисными  $(001)$ , призматическими  $\{100\}$  и пирамидальными  $\{100\}$  плоскостями при этом уменьшаются: между плоскостями  $(001)$  – на 5,3 %, между  $\{100\}$  – на 0,2 % и между  $\{100\}$  – на 1,4 %. Эти же значения в  $\omega$ -фазе остаются практически неизменными с увеличением степени деформации.



Таблица 2 – Расчетные значения атомной плотности основных плоскостей и расстояния между ними

Сдвиг $\varphi, ^\circ$	$e_{\text{ист}}$	$\alpha$					
		Атомная плотность, $\rho$			Расстояние между плоскостями, $r$		
		(001)	{100}	{101}	(001)	{100}	{101}
Исх.	0	0,1111	0,1218	0,1068	2,5474	2,6319	2,4481
0	0,2	0,1112	0,1225	0,1073	2,5328	2,6308	2,4441
5	0,3	0,1115	0,1231	0,1078	2,5237	2,6275	2,4397
15	0,8	0,1117	0,1285	0,1114	2,4215	2,6250	2,4138
45	2,7	0,1116	0,1288	0,1116	2,4131	2,6262	2,4125
Сдвиг $\varphi, ^\circ$	$e_{\text{ист}}$	$\omega$					
		Атомная плотность, $\rho$			Расстояние между плоскостями, $r$		
		(001)	{100}	{101}	(001)	{100}	{101}
Исх.	0	–	–	–	–	–	–
0	0,2	–	–	–	–	–	–
5	0,3	0,0459	0,1279	0,0746	1,5582	4,0963	2,5324
15	0,8	0,0459	0,1278	0,0745	1,5600	4,0963	2,5343
45	2,7	0,0459	0,1277	0,0745	1,5605	4,0963	2,5348

Определенное выше увеличение параметров решетки  $\omega$ -фазы при деформации в наковальнях Бриджмена связано, по-видимому, с тем, что атомные плотности основных плоскостей в  $\omega$ -фазе значительно ниже, чем в  $\alpha$ -фазе, а расстояния между рядами плоскостей  $\{100\}\omega$  в 1,5 раза выше, чем в  $\alpha$ -фазе, т.е. металлические связи-перекрытия значительно слабее, что позволяет решетке, в процессе сжимающих нагрузок испытать растягивающие искажения [8] (табл. 2).

Ранее в работе [5] нами было показано, что стимулом к образованию  $\omega$ -фазы на начальных этапах деформации циркония является наличие двойников в  $\alpha$ -фазе, плоскости двойникования которых соответствуют плоскостям залегания планарных дефектов в образующейся  $\omega$ -фазе. Наличие плоских (планарных) дефектов характерно для  $\omega$ -фазы, что отмечалось ранее в работах [9, 10, 11], но связь планарных дефектов с наличием двойников в исходной  $\alpha$ -фазе этими авторами не анализировалась. Вероятно, в процессе деформации под давлением и фазовом превращении, в результате сдвигов плоскостей  $\{100\}\omega$  в направлении  $[001]\omega$  возникает периодичность, отличная от стандартной в гексагональной решетке, соответствующая расстоянию между плоскостями  $\{100\}\omega$ .

Из рис. 1 видно, что при увеличении степени деформации сдвигом под давлением происходит перераспределение относительной интенсивности рентгеновских линий  $\alpha$ -фазы. Можно наблюдать, что линия  $(100)\alpha$  имеет провал интенсивности при осадке ( $e = 0,2$ ), а при деформации на  $\varphi = 5^\circ$  ( $e = 0,3$ ) интенсивность вновь возрастает. Заметное уменьшение интенсивности всех основных линий  $\alpha$ -фазы наблюдается при  $\varphi = 15^\circ$  ( $e = 0,8$ ), но при деформации на  $\varphi = 45^\circ$  ( $e = 2,7$ ) интенсивность основных линий  $\alpha$ -фазы вновь возрастает. Можно предположить, что при величине деформации выше  $e = 1,5$  происходит смена деформационного механизма: в процесс активно начинают включаться ротационные составляющие [12], что приводит к возникновению текстуры деформации и возрастанию пиков на рентгенограммах.

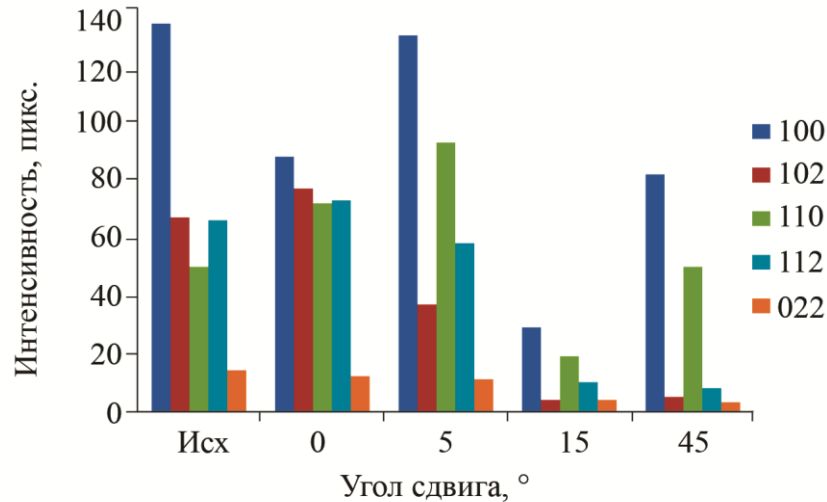


Рис. 2. Зависимость относительной интенсивности дифракционных максимумов отдельных линий  $\alpha$ -фазы от деформации

Изменения, обусловленные текстурой деформации, наблюдали в работе [6]. Исследуя поведение структуры  $\alpha$ -железа (ОЦК решетка) после испытаний на наковальнях Бриджмена, авторы отмечали, что повышение степени деформации на стадии ячеистой структуры сопровождается усилением относительной интенсивности линии (110) $\alpha$ . Наибольшая относительная интенсивность этой линии и, соответственно, наименьшая интенсивность всех остальных отражений соответствует стадии смешанной структуры – ячеистой и сверхмелкозернистой (СМК). На стадии СМК структуры при увеличении степени деформации относительные интенсивности линий изменяются в обратной последовательности, приближаясь к значениям, характерным для бестекстурного поликристаллического железа. Авторы [6] сделали вывод, что на стадии СМК-структуры изменяется взаимная разориентировка микрокристаллитов.

Закономерности текстурных и структурных преобразований при увеличении степени деформации для каждой из сосуществующих фаз, как показали наши наблюдения, могут отличаться. В отличие от  $\alpha$ -фазы, интенсивность дифракционных пиков, полученных от  $\omega$ -фазы циркония, с возрастанием степени деформации монотонно увеличивается (рис. 3), вероятно, это происходит вследствие увеличения массовой доли барической  $\omega$ -фазы. Текстурное перераспределение интенсивностей линий  $\omega$ -фазы не наблюдается. Из этих наблюдений может следовать вывод, что появляющаяся в результате приложенного давления барическая  $\omega$ -фаза при испытаниях на наковальнях Бриджмена с углом поворота наковален от  $\varphi = 5^\circ$  до  $\varphi = 45^\circ$  не претерпевает заметных текстурных изменений и до степени деформации  $e = 2,7$  ( $\varphi = 45^\circ$ ) сохраняется в исходном состоянии, в независимости от направления приложенной нагрузки. Этот факт еще раз свидетельствует о том, что  $\omega$ -фаза возникает только при определенных кристаллографических условиях. Таким образом, при анализе результатов, полученных на псевдомонокристаллических образцах циркония, следует учитывать тот факт, что начиная с появления первых зародышей  $\omega$ -фазы деформации подвергается двухфазная структура.



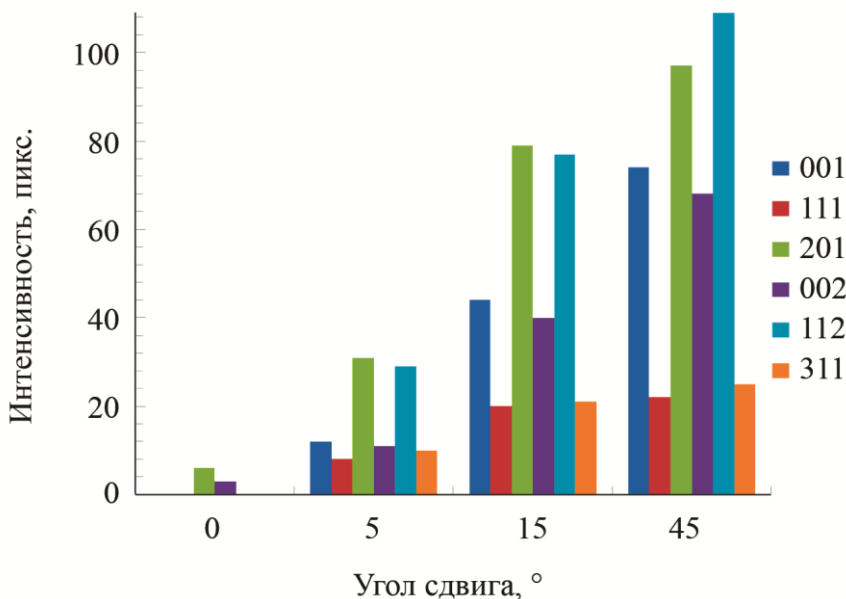


Рис. 3. Зависимость относительной интенсивности дифракционных максимумов отдельных линий  $\omega$ -фазы от деформации

## 5. Заключение

Исследования образцов псевдомонокристаллического циркония рентгеновским методом в синхротронном излучении на просвет показали, что в процессе деформации на накопальных Бриджмена с приложенным давлением 8 ГПа и величиной истинной деформации  $e = 2,7$  происходит сжатие кристаллической решетки  $\alpha$ -фазы, при этом параметр « $a$ » уменьшается на 0,2 %, а параметр « $c$ » на 5,3 %. Такое значительное изменение параметра « $c$ » решетки  $\alpha$ -фазы противоречит известным представлениям и требует дальнейших подробных исследований. Кристаллическая решетка, возникающая при сдвиге под давлением  $\omega$ -фазы, в реализуемом интервале деформаций, показала склонность к растягиванию, если параметр « $a$ » решетки данной фазы практически не меняется при увеличении степени деформации, то параметр « $c$ » незначительно (на 0,14 %) увеличивается. Этот факт, вероятно, можно объяснить небольшой атомной плотностью и сильной анизотропией по атомной плотности плоскостей и рядов  $\omega$ -фазы. При этом структура  $\omega$ -фазы в исследованных условиях деформирования (от  $e = 0,3$  до  $e = 2,7$ ) не претерпевает текстурных изменений, а образование групп планарных дефектов в  $\omega$ -фазе представляет собой механизм компенсации упругих напряжений при трансформации кристаллической решетки  $\alpha \rightarrow \omega$  в условиях высокого квазигидростатического давления.

Электронно-микроскопическое исследование деформированных образцов титана проводили на микроскопе JEM-200CX в отделе электронной микроскопии ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» Института физики металлов УрО РАН.

## Благодарность

*Авторы выражают благодарность А. И. Анчарову за организацию рентгеновской съемки образцов деформированного циркония в синхротронном излучении.*

*Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России по теме «Структура», № 01201463331.*



## Литература

1. Orientation relationship between  $\alpha$ -phase and high-pressure  $\omega$ -phase of pure group IV transition metals / N. Adachi, Y. Todaka, H. Suzukib, M. Umemotoa // *Scripta Materialia*. – 2015. – Vol. 98. – P. 1–4. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.10.029
2. Fenga Biao, Levitas Valery I. Plastic flows and strain-induced alpha to omega phase transformation in zirconium during compression in a diamond anvil cell: Finite element simulations // *Materials Science & Engineering A*. – 2017. – Vol. 680. – P. 130–140. – DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.082
3. Srinivasarao B., Zhilyaev A. P., Pérez-Prado M. T. Orientation dependency of the alpha to omega plus beta transformation in commercially pure zirconium by high-pressure torsion // *Scripta Mater.* – 2011. – Vol. 65, no. 3. – P. 241–244. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.04.017
4. Transmission electron microscopy observations of structural modulation in the phase transition from  $\alpha$ -Zr to  $\omega$ -Zr induced by shear strain / X. Shen, P. F. Yu, Q. Jing, Y. Yao, L. Gu, Y. G. Wang, X. F. Duan, R. C. Yu, R. P. Liu // *Scripta Materialia*. – 2012. – Vol. 67. – P. 653–656. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.07.017
5. Formation and Evolution of Submicrocrystalline Structure in Pure Iron upon Shear under Pressure / M. V. Degtyarev, L. M. Voronova, T. I. Chashchukhina, V. B. Vykhodets, L. S. Davydova, T. E. Kurennykh, A. M. Patselov, V. P. Pilyugin // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2003. – Vol. 96, no. 6. – P. 642–650.
6. New station at the 4th beamline of the VEPP-3 storage ring / A. I. Ancharov, A. Yu. Manakov, N. A. Mezentsev, B. P. Tolochko, M. A. Sheromov, V. M. Tsukanov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*. – 2001. – Vol. 470. – P. 80–83. – DOI: 10.1016/S0168-9002(01)01029-4
7. Egorova L. Yu., Khlebnikova Yu. V., Pilyugin V. P. Influence value of deformation on the evolution of structure of monocrystal zirconium shear pressure // *Letters on materials*. – 2016. – Vol. 6, no. 3. – P. 237–242. (In Russian). – DOI: 10.22226/2410-3535-2016-3-237-242
8. Григорович В. К. Металлическая связь и структура металлов. – М. : Наука, 1988. – 296 с.
9. The influence of phase and substructural evolution during dynamic loading on subsequent mechanical properties of zirconium / E. K. Cerreta, J. P. Escobedo, P. A. Rigg, C. P. Trujillo, D. W. Brown, T. A. Sisneros, B. Clausen, M. F. Lopez, T. Lookman, C. A. Bronkhorst, F. L. Addessio // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61. – P. 7712–7719. – DOI: 10.1016/j.actamat.2013.09.009
10. Dobromyslov A. V., Taluts N. I. Mechanism of alpha-omega transformation in zirconium, titanium and alloys on their base // *Fizika Metallov i Metallovedenie*. – 1990. – No. 5. – P. 108–115.
11. Structure peculiarities of omega-phase arising in titanium and zirconium under high-pressures / Y. L. Alshevsky, B. A. Kulnitsky, Y. S. Konyaev, M. P. Usikov // *Fizika Metallov i Metallovedenie*. – 1984. – Vol. 58, no. 4. – P. 795–803.
12. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М. : Металлургия, 1986. – 224 с.