

ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛИ ТИПА X18H10T ПРИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОМ ОБЛУЧЕНИИ НЕЙТРОНАМИ КАК ОСНОВНОЙ ФАКТОР УПРОЧНЕНИЯ

*В.С. Неустроев, З.Е. Островский, С.В. Белозеров
ФГУП ГНЦ РФ НИИАР, г. Димитровград Ульяновской области, 433510*

Необходимость продления назначенного срока службы реакторов ВВЭР в России и Украине, реакторов PWR в Европе, Японии и Америке привела к появлению большого количества работ, посвященных исследованиям радиационных явлений в аустенитных сталях, облученных при условиях, близких к условиям эксплуатации внутрикорпусных устройств этих реакторов. Данная статья посвящена анализу экспериментальных результатов упрочнения и изменения характеристик микроструктуры стали X18H10T, облученной в реакторе ВВЭР-1000 при относительно низких температурах (285...320 °С)

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время 13% электроэнергии, вырабатываемой в Российской Федерации, приходится на долю атомной энергетики. Большая часть реакторов эксплуатируемых в РФ, – реакторы ВВЭР. Возраст значительной части этих реакторов, построенных в 70-80-е годы прошлого столетия, подходит к назначенному сроку службы – 30 лет, установленному в те годы на основе ограниченной базы данных по свойствам материалов после облучения.

В решении этой глобальной задачи важной частью считается обоснование работоспособности таких ответственных элементов конструкций, как внутрикорпусные устройства (выгородка, корзина, шахта реактора и др.), в течение всего срока службы реактора и возможного продления ресурса элементов ВКУ реакторов ВВЭР исходя из требований безопасной эксплуатации реакторов.

Нейтронно-физические расчеты, проведенные в ОКБ «Гидропресс», показывают, что максимальная нейтронная повреждающая доза, выражаемая в смещениях на атом (сна), на отдельных участках выгородки через 30 лет эксплуатации достигнет примерно 75 сна, а при планируемом увеличении срока службы реактора до 60 лет – 100 сна и более.

Образование таких радиационных дефектов, как дислокационные петли, поры, радиационно-индуцированные выделения вторых фаз приводит к значительным изменениям физико-механических свойств материала. Учитывая уже известные данные о поведении сталей аустенитного класса после облучения [1-5], целью работы является изучение дозовых изменений микроструктуры и механических свойств стали 06X18H10T после облучения непосредственно в реакторе ВВЭР-1000 и их взаимосвязи.

ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ МЕТОДЫ

Так как сталь X18H10T является не только материалом выгородки реактора ВВЭР-1000, но также и направляющих каналов СУЗ, провели экспериментальное исследование изменения структуры и механических свойств в стали 06X18H10T – материале направляющего канала (НК), облученного в составе ТВС реактора ВВЭР-1000 Балаковской АЭС в течение пяти лет в интервале повреждающих доз от 0.2 до 15 сна при температурах около 300 °С. Направляющий канал был разделён на 9 уровней, из которых вырезались образцы для экспериментальных исследований плотности стали, радиационно-индуцированной микроструктуры стали 06X18H10T при температурах облучения 285...310 °С во всем интервале повреждающих доз, характеристик механических свойств и их связи с микроструктурой стали.

Измерение плотности проводилось методом гидростатического взвешивания. Погрешность измерения для 5 измерений с доверительной вероятностью 95% составляет $\pm 0.2\%$.

Одним из методов изучения радиационного упрочнения и низкотемпературного радиационного охрупчивания являются испытания на разрыв образцов на дистанционной машине ММ-150Д в соответствии со стандартом предприятия [6]. Испытания проводились на кольцевых образцах при скорости перемещения активного захвата 1 мм/мин в интервале температур 20...800 °С. Погрешность определения нагрузки составляет 3%, а относительного удлинения – 5%.

Для исследования микроструктуры использовали метод просвечивающей электронной микроскопии. Вырезали образцы в виде дисков диаметром 3 мм, после механической шлифовки до толщины 0,1 мм их электролитически утоняли. Образцы исследовали на электронном микроскопе JEM-2000FXII с применением энергодисперсионного рентгеновского

спектрометра LINK для определения элементного состава матрицы и выделений вторых фаз. Погрешность в определении концентрации дислокационных петель, пор, вторых фаз оценивается в 30...35%, размеров этих структурных составляющих — в 10%, объемной доли частиц вторых фаз и пор — в 30...40%

Химический состав необлученных образцов стали определяли методом эмиссионного спектрального анализа на основе индуктивно-связанной плазмы. Доверительные границы относительной погрешности измерения массовой доли основных химических элементов, входящих в

состав стали в диапазоне 0.006...20%, при доверительной вероятности 0.95 и числе параллельных определений $n=3$ составляют не более $\pm (2.5...3.5)\%$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В таблице приведены результаты измерения химического состава стали типа 06X18H10T методом эмиссионного спектрального анализа на основе индуктивно-связанной плазмы. Дополнительно было определено содержание элементов, не являющихся основными легирующими элементами, а определяемых ГОСТ 5632-72 как неустраняемые примеси.

Химический состав стали 06X18H10T

Массовая доля элементов, %									
Cr	Ni	Ti	Mn	Cu	Si	V	W	Al	Mo
18.6	10.4	0.48	1.35	0.14	0.76	0.04	0.051	0.09	0.22

В работе [1] были проведены измерения активности радионуклидов ^{54}Mn и ^{60}Co и построено распределение повреждающей дозы по высоте изделия.

ИЗМЕРЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ОБЛУЧЕННЫХ И НЕОБЛУЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ

Согласно работе [2] при температуре облучения 308 и 310 °C были обнаружены вакансионные поры в стали 08X18H10T, облученной в реакторе ВВЭР-1000 Ровенской АЭС. Учитывая этот факт, можно предположить, что при температурах ≈ 300 °C и повреждающих дозах 5...10 сна имеется инкубационная стадия распухания (распухание, определенное на основе ТЭМ-исследований из расчёта концентрации и размера пор, составило 0,013 %). Для определения возможного распухания были проведены измерения плотности облученных (исследуемый направляющий канал) и необлученных образцов (из трубы, изготовленной из аустенизированной стали X18H10T). После проведения статистической обработки результатов

измерений облученных и необлученных образцов получили следующие результаты: среднее (по 20 измерениям) значение плотности необлученных образцов составило 7,874 г/см³, а облученных (по 9 измерениям) 7,873 г/см³. Сравнивая плотности облученных и необлученных образцов одной марки стали, можно сделать вывод, что распухания материала после нейтронного облучения при указанных условиях облучения не произошло.

ЗАВИСИМОСТИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОТ ПОВРЕЖДАЮЩЕЙ ДОЗЫ

На рис. 1 показаны экспериментальные и теоретические дозные зависимости прироста предела текучести аустенитной нержавеющей стали 06X18H10T, облученной в течение пяти лет в реакторе ВВЭР-1000 до максимальной повреждающей дозы 15 сна при различных температурах испытания, и данные из работы, посвященной исследованию направляющего канала, облученного в реакторе ВВЭР-1000 Ровенской АЭС в течение трёх лет [3].

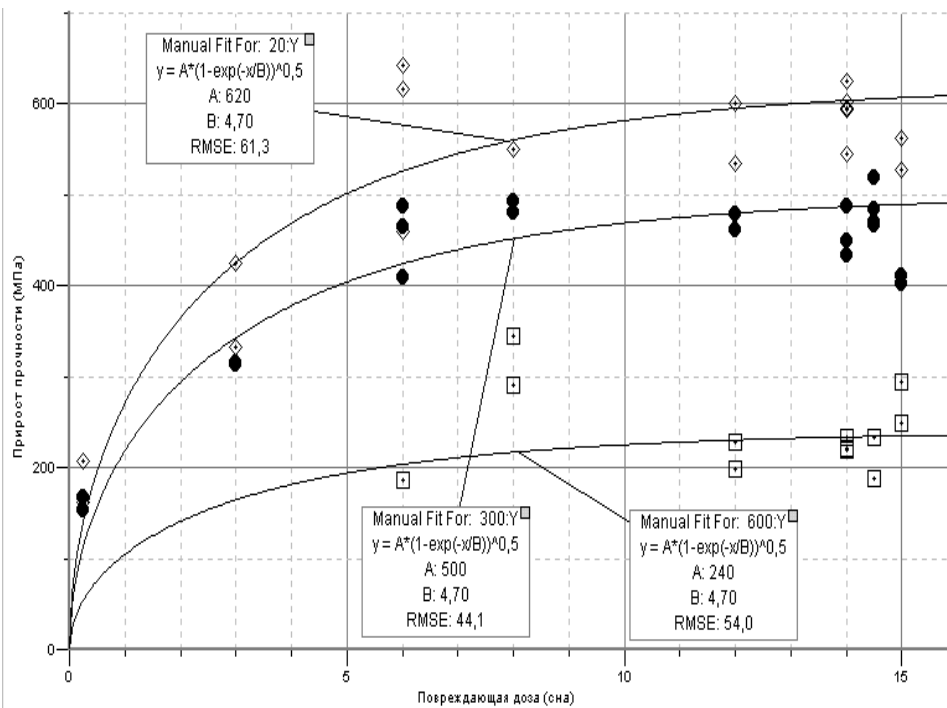


Рис. 1. Зависимость прироста предела текучести стали X18H10T от повреждающей дозы при различных температурах испытания: \diamond – 20 °C ; \bullet – 300 °C; \square – 600 °C

Экспериментальные данные аппроксимировались с использованием формулы (1) для упрочнения ($\Delta\sigma_{0.2}$) в зависимости от повреждающей дозы (Kt) в соответствии с работой [3]:

$$\Delta\sigma_{0.2} = A \sqrt{1 - e^{(-Kt/D_0)}} \quad (1)$$

Коэффициент **A**, характеризующий уровень насыщения, равен 500 МПа, а коэффициент $D_0 = 4.7$ сна имеет форму кривой (значение констант **A** и D_0 приведены для $T_{исп} = T_{обл} = 300$ °C).

При достижении повреждающей дозы порядка 5 сна и выше значения предела текучести и упрочнения выходят на насыщение. Для исследуемой стали 06X18H10T, облученной в реакторах ВВЭР-1000, увеличение предела текучести достигает 500 МПа при повреждающей дозе 15 сна. Приведённое в работе [3] математическое обоснование формулы (1) показало, что коэффициент **A** зависит от температуры и характеризует отжиг радиационных дефектов при облучении. Исследования показали, что функция **A** = **A**(**T**) имеет вид, близкий к линейному в диапазоне температур испытания от 0 до 500 °C. Очевидно, что при высоких температурах испытания радиационное упрочнение начинает уменьшаться, что связано с отжигом образовавшихся при облучении дефектов (кластеров и дислокационных петель Франка). При $T_{исп}=800$ °C прочностные характеристики облучённого материала становятся равными характеристикам необлучённого.

Резкое снижение пластичности наблюдается уже при небольших повреждающих дозах (≈ 5 сна), и далее характеристики пластичности с ростом повреждающей дозы также выходят на насыщение до уровня $\approx 1...2\%$ для равномерного

относительного удлинения. Такое снижение пластичности можно классифицировать как низкотемпературное радиационное охрупчивание. Резкое уменьшение величины равномерного относительного удлинения с увеличением дозы облучения, т.е. переход от равномерного удлинения всего образца к удлинению его в образовавшейся шейке, что видно из диаграмм растяжения, можно объяснить недостаточной способностью металла к деформационному упрочнению [5].

РЕЗУЛЬТАТЫ ТЭМ-ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ СТАЛИ 06X18H10T ДО И ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ В РЕАКТОРЕ ВВЭР-1000

Провели электронно-микроскопическое исследование структуры образцов стали 08X18H10T как в необлученном состоянии, так и после облучения на восьми образцах, вырезанных из различных уровней по высоте направляющего канала.

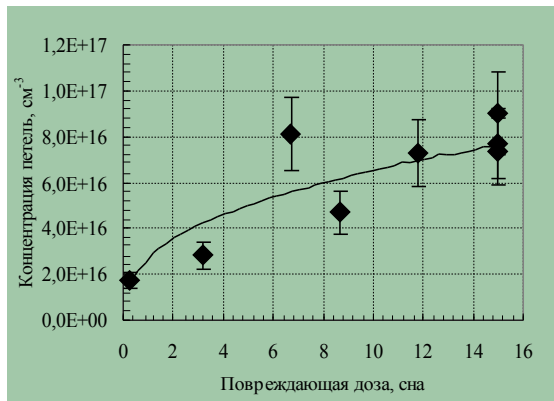
Структура стали X18H10T в необлученном состоянии характеризуется наличием внутризеренных выделений вторых фаз (карбидов титана TiC и $Me_{23}C_6$) диаметром не более 1 мкм. В структуре стали в необлученном состоянии наблюдаются скопления линейных дислокаций, плотность которых оценивается величиной $(1,0 \pm 0,3) \cdot 10^{10}$ см⁻². Увеличение плотности скоплений линейных дислокаций отмечается вокруг выделений второй фазы.

Общий вид структуры стали 06X18H10T в облученном состоянии для всех исследованных образцов практически одинаков. Размер выделений второй фазы (TiC) не имеет существенных отличий в сравнении с необлученным состоянием.

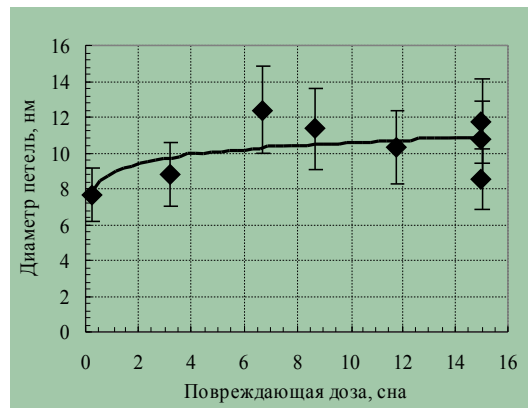
Дислокационная структура всех исследованных образцов представляет собой скопления радиационных дефектов в виде мелкодисперсных черных и черно-белых точек и дислокационных петель, размер и концентрация которых зависят от повреждающей дозы. Вакансионные поры не были обнаружены ни в одном из исследованных образцов.

Средний диаметр петель меняется с дозой облучения (рис. 2,а), а максимальный диаметр

отдельных петель достигает 25 нм. Концентрация петель растет с увеличением повреждающей дозы и находится в диапазоне $(2...9) \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ (см. рис. 2,б). Так как концентрация петель с большим диаметром (>15 нм) мала, то основной вклад в упрочнение дают петли малого размера [5], образовавшиеся при низких дозах облучения (до 4 сна), это и определяет выход на насыщение прочностных характеристик.



а



б

Рис. 2. Дозные зависимости параметров микроструктуры: а – средний диаметр; б – концентрация петель Франка

ОЦЕНКА УПРОЧНЕНИЯ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ТЭМ-ИССЛЕДОВАНИЙ

Используя данные, полученные из электронно-микроскопических исследований облученных образцов, было рассчитано радиационное упрочнение по формуле (2):

$$\Delta\sigma = \alpha M G b \sqrt{N d}, \quad (2)$$

где α – коэффициент упрочнения, зависящий от типа радиационных дефектов ($\alpha_{\text{петель}} = 0,25$); $M = 3,1$ – фактор Тейлора; $G = 84 \text{ ГПа}$ – модуль сдвига; b – вектор Бюргера; N и d концентрация и диаметр барьеров. Согласно результатам ТЭМ-исследований было обнаружено, что основные радиационные дефекты, образующиеся при данных условиях облучения – дислокационные петли. На рис. 3 приведено сравнение экспериментальных и расчётных данных для радиационного упрочнения стали 06X18H10T (температура облучения и испытания образцов $T_{\text{исп}} = T_{\text{обл}} \approx 300 \text{ }^\circ\text{C}$).

Из сравнения видно, что расчётные данные хорошо согласуются с экспериментом. И, следовательно, подтверждается положение о том, что радиационное упрочнение обусловлено в основном обнаруженными дислокационными петлями и мелкими скоплениями радиационных дефектов.

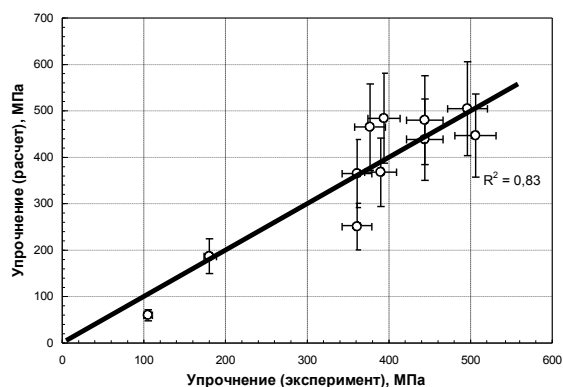


Рис. 3. Сравнение упрочнения стали 06X18H10T, полученного экспериментально и на основе расчета

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Исследован направляющий канал (сталь 06X18H10T) ТВС АЗ реактора ВВЭР-1000 Балаковской АЭС, облученный в интервале температур $285...310 \text{ }^\circ\text{C}$ до максимальной повреждающей дозы 15 сна.
2. Не обнаружено изменения плотности стали 06X18H10T после облучения.
3. В результате ТЭМ-исследований были обнаружены дислокационные петли Франка, образовавшиеся в результате облучения, не было замечено каких-либо радиационно-индуцированных выделений и вакансионных пор.
4. Выявлено увеличение предела текучести свойств с выходом на насыщение на уровень

500 МПа при $T_{исп}=T_{обл}=300$ °С, начиная с повреждающих доз ≈ 5 сна;

5. Проведен расчет радиационного упрочнения за счет дислокационных петель по формуле $\Delta\sigma_{0,2} = \alpha M G b \sqrt{N d}$ и получено хорошее соответствие между экспериментальными и расчетными данными радиационного упрочнения стали 06X18H10T в аустенизированном состоянии.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.С. Неустроев, В.К. Шамардин, Г.А. Шиманский, Е.В. Боев, А.В. Захаров. Упрочнение аустенитной стали X18H10T, облученной при температуре около 300 °С в реакторах ВВЭР-1000 //Труды XIV Международного совещания «Радиационная физика твёрдого тела» (Севастополь, 5-10 июля 2004 г.) /Под ред. заслуж. деят. науки РФ, д.ф.-м.н., проф. Г.Г. Бондаренко. М.: НИИ ПМТ МГИЭМ (ТУ), 2004, с. 329–334.
2. В.С. Неустроев, В.Г. Дворецкий, З.Е. Островский, В.К. Шамардин, Г.А. Шиманский //Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение» (83). 2003, №3, с. 73–78.
3. G.M. Kalinin, B.S. Rodchenkov, V.A. Pechenkin. Specification of Stress Limits for Irradiated 316L(N)-IG Steel in ITER Structural Design Criteria //Journal of Nuclear Materials. 2004, v. 329-333, p. 567–574.
4. А.М. Паршин. Структура, прочность и радиационная повреждаемость коррозионноустойчивых сталей и сплавов. Челябинск: «Металлургия», Челябинское отделение, 1988, 656 с.
5. С.Н. Вотинков, В.И. Прохоров, З.Е. Островский. Облученные нержавеющей стали. М.: «Наука», 1987.
6. СТП 086-288-99. Оболочки облученных и необлученных твэлов. Методика выполнения измерений характеристик механических свойств при растяжении кольцевых образцов из тонкостенных труб из сталей и сплавов. Димитровград, ГНЦ РФ НИИАР. 1999.

ЕВОЛЮЦІЯ МІКРОСТРУКТУРИ СТАЛІ ТИПУ Х18Н10Т ПРИ НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНОМУ ОПРОМІНЕННІ НЕЙТРОНАМИ ЯК ОСНОВНИЙ ФАКТОР ЗМІЦНЕННЯ

В.С. Неустроєв, З.Е. Островський, С.В. Белозеров

Необхідність продовження призначеного терміну служби реакторів ВВЕР у Росії й Україні, реакторів PWR у Європі, Японії й Америці привели до появи великої кількості робіт, присвячених дослідженням радіаційних явищ в аустенітних сталях, опроміненіх при умовах, близьких до умов експлуатації внутрікорпусних пристроїв цих реакторів. Стаття присвячена аналізу експериментальних результатів зміцнення й зміни характеристик мікроструктури сталі Х18Н10Т, опроміненої в реакторі ВВЕР-1000 при відносно низьких температурах (285...320 °С).

EVOLUTION OF MICROSTRUCTURE OF THE NEUTRON IRRADIATED AT LOW TEMPERATURE Fe-18Cr-10Ni-Ti STAINLESS STEEL AS A MAIN FACTOR OF HARDENING

V.S. Neustroev, Z.Ye. Ostrovsky, S.V. Belozerov

The necessity of prolongation of operating lifetime of the WWER reactors in Russia and Ukraine, PWR reactors in Europe, Japan and America evoked a great number of examinations of radiation phenomena in austenitic steels under irradiation conditions close to those of operation of power reactor in-vessel devices. This paper is devoted to analysis of the examination results of hardening and changing of microstructure characteristic Fe-18Cr-10Ni-Ti steel irradiated in the WWER-1000 reactors at relatively low irradiation temperatures (285...320 °C).