

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов  
«Прометей» имени И.В. Горынина Национального исследовательского центра  
«Курчатовский институт»

УДК 669.15–194.56:621.039.531:620.194.2

На правах рукописи

ГРНТИ 53.49.17



**ПИРОГОВА Наталья Евгеньевна**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДОМИНИРУЮЩИХ МЕХАНИЗМОВ И РАЗРАБОТКА  
МЕТОДОВ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ КОРРОЗИОННОГО  
РАСТРЕСКИВАНИЯ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ ОБЛУЧЕННЫХ  
АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ ДЛЯ  
ВКУ ВВЭР и PWR**

Специальность 05.16.09 – материаловедение (машиностроение)

Диссертация  
на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель  
д.т.н., профессор  
Б.З. Марголин

Санкт-Петербург  
2020 г.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	6
ГЛАВА 1 АНАЛИЗ УСЛОВИЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ И ПОВРЕЖДЕНИЙ ЭЛЕМЕНТОВ ВКУ ЛЕГКОВОДНЫХ РЕАКТОРОВ. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	12
1.1 Основные типы реакторов.....	12
1.2 Устройство ВКУ реакторов типа ВВЭР и PWR.....	14
1.2.1 Устройство ВКУ реакторов ВВЭР-440.....	14
1.2.2 Устройство ВКУ реакторов ВВЭР-1000.....	18
1.2.3 Устройство ВКУ реакторов PWR.....	20
1.3 Условия эксплуатации элементов ВКУ.....	21
1.3.1 Нейтронное облучение.....	21
1.3.2 Температура облучения.....	23
1.3.3 Напряженное состояние.....	23
1.3.4 Водная среда теплоносителя первого контура реакторов типа ВВЭР.....	24
1.4 Основные механизмы повреждения ВКУ.....	26
1.4.1 Эволюция микроструктуры, происходящая в материале ВКУ под действием нейтронного облучения.....	27
1.4.1.1 Эволюция дислокационной микроструктуры.....	27
1.4.1.2 Радиационно-индуцированные сегрегации.....	28
1.4.1.3 Образование преципитатов и вторичных фаз.....	31
1.4.1.4 Локализованное деформирование.....	33
1.4.2 Образование пор и радиационное распухание.....	34
1.4.3 Охрупчивание материала ВКУ.....	39
1.4.3.1 Охрупчивание, обусловленное упрочнением.....	39
1.4.3.2 Охрупчивание, обусловленное распуханием.....	43
1.4.3.3 Охрупчивание за счет $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения.....	45
1.4.4 Формоизменение элементов ВКУ. Распухание и радиационная ползучесть...	47
1.4.5 КРН и случаи повреждения ВКУ.....	48
1.5 Состояние вопроса по прогнозированию КРН материалов ВКУ.....	53
1.5.1 Закономерности КРН аустенитных нержавеющей сталей без облучения.....	53
1.5.1.1 Теория электрохимического растворения.....	55

1.5.1.2 Растрескивание и адсорбция.....	56
1.5.1.3 КРН необлученных аустенитных хромо-никелевых сталей.....	57
1.5.2 Закономерности КРН облученных аустенитных нержавеющей сталей.....	59
1.5.3 Модели инициации КРН ВКУ.....	62
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 1 .....	66
Цели и задачи диссертационной работы .....	68
ГЛАВА 2 ИССЛЕДУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	70
2.1 Исследуемые материалы.....	70
2.2 Автоклавные испытания.....	74
2.3 Испытания на ударный изгиб.....	78
2.3.1 Оборудование для испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб.....	79
2.3.2 Геометрия миниатюрных образцов.....	80
2.4 Электронная микроскопия.....	89
2.4.1 Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ).....	89
2.4.2 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).....	91
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 2.....	94
ГЛАВА 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЛЮЕНСА И ПОВРЕЖДАЮЩЕЙ ДОЗЫ НЕЙТРОНОВ В ОБЛУЧЕННОЙ СТАЛИ ДЛЯ ВКУ.....	96
3.1 Принцип расчетно-экспериментального определения параметров облучения...	96
3.2 Облучение в БОР-60.....	101
3.3 Облучение в ВВЭР-1000.....	103
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3.....	105
ГЛАВА 4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДОМИНИРУЮЩИХ МЕХАНИЗМОВ КРН.....	107
4.1 Исследование влияния обеднения границ зерен хромом.....	107
4.1.1 Имитационные испытания стали марки 08X18H10T.....	108
4.1.1.1 Исследование микроструктуры материала в состояниях «И» и «Т».....	109
4.1.1.2 Результаты испытания образцов на воздухе.....	111
4.1.1.3 Результаты автоклавных испытаний образцов в коррозионной среде.....	111
4.1.1.4 СЭМ исследования.....	113
4.1.1.5 ПЭМ исследования.....	117
4.1.1.6 Анализ условий инициации коррозионного растрескивания.....	120

4.1.1.7 Схема развития трещины по механизму коррозионного растрескивания.....	121
4.1.1.8 Анализ факторов, влияющих на коррозионное растрескивание.....	124
4.1.2 Исследование влияния радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом на КРН облученной стали марки 12X18H10T.....	128
4.2 Влияние упрочнения на склонность к КРН.....	130
4.2.1 Имитационные испытания стали марки 08X18H10T.....	131
4.2.1.1 Микроструктура и механические свойства стали в состоянии «Т+Н» при испытании на воздухе.....	131
4.2.1.2 Результаты автоклавных испытаний образцов в коррозионной среде и СЭМ исследования.....	133
4.3 Локализация деформирования, межзеренное проскальзывание и прочность границ зерен.....	136
4.3.1 Автоклавные испытания на КРН образцов из облученных аустенитных сталей.	138
4.3.1.1 Исследование сталей 08X18H10T и 12X18H10T (аналоги сталей 321 и 321H).	138
4.3.1.2 Исследование стали 304 (аналог российской стали типа X18H9).....	147
4.3.1.3 Исследование стали 316CW (аналог российских сталей типа X16H11M3)...	153
4.4 Доминирующие механизмы КРН для аустенитных сталей 321, 304 и 316.....	163
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4.....	165
ГЛАВА 5 ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ НА ПРОЧНОСТЬ ГРАНИЦ ЗЕРЕН И СВЯЗЬ С КРН.....	169
5.1 Материалы, образцы и методика исследований.....	170
5.2 Результаты испытаний на ударный изгиб.....	171
5.3. Влияние повреждающей дозы и спектра нейтронов на прочность границ зерен.	182
5.4 Связь между энергией межзеренного разрушения и сопротивлением КРН.....	186
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5.....	190
ГЛАВА 6 МОДЕЛЬ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ ДОЛГОВЕЧНОСТИ ВКУ ПО КРИТЕРИЮ КРН.....	191
6.1 Анализ механизмов, оказывающих доминирующее влияние на КРН облученных аустенитных сталей.....	191
6.2 Анализ диаграмм деформирования сталей, испытанных в автоклаве при постоянной нагрузке.....	196
6.2.1 321 сталь.....	197
6.2.2 304 сталь.....	199
6.3 Модель КРН облученных аустенитных сталей.....	202

6.3.1 Анализ условий зарождения и развития трещин при КРН.....	202
6.3.2 Низкотемпературная ползучесть облученных аустенитных сталей.....	206
6.3.3 Определяющие уравнения модели коррозионного растрескивания.....	209
6.3.4 Определение параметров в уравнениях ползучести и прогнозирование КРН...	211
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 6.....	221
ГЛАВА 7 РАЗРАБОТКА НОРМАТИВНОГО МЕТОДА ОЦЕНКИ ДОЛГОВЕЧНОСТИ ВКУ ПО КРИТЕРИЮ КРН.....	223
7.1 Анализ реализации критического события «Зарождение трещины при статическом нагружении по механизму коррозионного растрескивания».....	223
7.2 Верификация модели прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН..	229
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 7.....	231
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	232
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	235

## ВВЕДЕНИЕ

### Актуальность работы

Внутрикорпусные устройства реакторов (ВКУ) типа ВВЭР изготавливаются из хромоникелевых аустенитных нержавеющей сталей и служат для установки и закрепления активной зоны в корпусе реактора, а также для организации потока теплоносителя внутри реактора. Они, фактически, являются незаменимыми компонентами реакторной установки, и, соответственно, наряду с корпусом реактора, могут быть элементами, ограничивающими ресурс реакторной установки. Разработка реакторов ВВЭР нового поколения с более высокой мощностью и сроком эксплуатации (СЭ), а также запроектное продление СЭ уже работающих реакторов типа ВВЭР, предъявляют особые требования к обоснованию безопасной работы ВКУ в течение всего срока эксплуатации.

Вследствие высоких дозовых нагрузок, неоднородного нейтронного облучения, элементы ВКУ ВВЭР и, в частности выгородка, подвергаются радиационному распуханию, градиент которого вызывает значительные внутренние напряжения. Из-за сочетания градиентов температур и распухания, на внутренней стороне выгородки, контактирующей с теплоносителем первого контура, создаются растягивающие напряжения. Неблагоприятное сочетание следующих факторов: высокой повреждающей дозы, приводящей к снижению сопротивления коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН), высоких растягивающих напряжений и коррозионной среды теплоносителя первого контура, может привести повреждению элементов ВКУ по механизму коррозионного растрескивания, стимулированного облучением (СОКРН). Поэтому СОКРН может являться одним из механизмов, ограничивающих ресурс элементов ВКУ ВВЭР.

До момента начала работы над диссертацией отсутствовала физически обоснованная модель, учитывающая основные механизмы КРН облученных аустенитных сталей в среде теплоносителя I контура ВВЭР и PWR, позволяющая, прогнозировать долговечность ВКУ по критерию коррозионного растрескивания. В связи с изложенным, были поставлены следующие цели диссертационной работы:

### Цель работы

1. Определение доминирующих механизмов, стимулирующих КРН различных хромоникелевых аустенитных сталей марок 321 (08X18H10T), 304 (X18H9) и 316 (X16H11M3), используемых для изготовления ВКУ ВВЭР и PWR, в водной среде теплоносителя I контура реакторов типа ВВЭР.

2. Разработка физически обоснованной модели для прогнозирования долговечности ВКУ ВВЭР и PWR по критерию КРН и разработка нормативного метода оценки долговечности ВКУ ВВЭР.

3. Разработка метода экспресс-оценки склонности к КРН облученных аустенитных сталей в среде теплоносителя I контура ВВЭР и PWR.

Для достижения поставленных целей требуется решить следующие задачи.

1. Обобщение литературных данных и составление перечня механизмов, потенциально вызывающих КРН облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР.

2. Проведение автоклавных испытаний на КРН образцов из различных аустенитных сталей для ВКУ ВВЭР и PWR, облученных до различных повреждающих доз в разных спектрах нейтронов, с целью определения основных факторов, стимулирующих КРН. Анализ механических свойств, изломов и боковых поверхностей испытанных образцов и определение механизмов их разрушения.

3. Определение роли упрочнения аустенитных сталей на КРН в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР.

4. Подтверждение или исключение механизма радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом в аустенитных сталях, как доминирующего для реализации КРН в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР, с низким содержанием кислорода.

5. Разработка метода для определения прочности границ зерен по результатам испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб. Проведение испытаний на ударный изгиб миниатюрных образцов из различных облученных аустенитных сталей для ВКУ ВВЭР и PWR. Анализ изломов миниатюрных образцов при помощи СЭМ. Оценка прочности границ зерен по результатам этих испытаний.

6. Определение роли когезивной прочности границ зерен в инициации КРН облученных аустенитных сталей. Анализ влияния спектра нейтронов на прочность границ зерен и, соответственно, на сопротивление КРН хромоникелевых аустенитных сталей. Установление взаимосвязи между прочностью границ зерен и склонностью к КРН.

7. Исследование процессов ползучести при КРН в условиях постоянной нагрузки. Определение роли межзеренного проскальзывания, как одного из механизмов, стимулирующих КРН облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель первого контура ВВЭР.

8. Исследование влияния повреждающей дозы на сопротивление КРН аустенитных сталей в водной среде теплоносителя первого контура ВВЭР с низким содержанием кислорода.

Определение наиболее консервативного вида испытаний на КРН при заданной повреждающей дозе.

9. Расчетно-экспериментальное определение флюенса быстрых нейтронов и повреждающей дозы для облученной 321 стали и обоснование точности расчетного определения этих параметров использованием программного средства КАТРИН-2.5.

10. Обобщение экспериментальных данных и формулировка критерия КРН для облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР. Разработка модели, позволяющей прогнозировать зависимость порогового напряжения (ниже которого КРН не происходит) от повреждающей дозы и время инициации КРН при напряжениях, превышающих пороговое.

### **Научная новизна работы**

1. Сформулирован критерий инициации КРН облученных аустенитных сталей, и разработана физически обоснованная количественная модель, учитывающая доминирующие механизмы, стимулирующие КРН в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР и PWR. Модель позволяет прогнозировать зависимость порогового напряжения от повреждающей дозы и время до инициации КРН при немономном нагружении, когда напряжения превышают пороговые.

2. Выявлены три доминирующих механизма, стимулирующих КРН облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР и PWR. К этим механизмам относятся: радиационно-индуцированное ослабление прочности границ зерен, межзеренное проскальзывание и локализованное деформирование. Показано, что механизм радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом не является доминирующим механизмом КРН, по крайней мере, в водной среде теплоносителя I контура.

3. Показано, что существует связь между энергией межзеренного разрушения и сопротивлением КРН. Разработан метод экспресс оценки склонности к КРН на базе испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб при низкой температуре, обеспечивающей межзеренное разрушение слабых границ зерен.

4. Установлено наличие низкотемпературной неустановившейся ползучести облученных аустенитных сталей при  $T \approx 300 \div 350$  °С. Предложен механизм ползучести, заключающийся в перестройке микроструктуры, сформированной при облучении, под действием последующего механического нагружения.

5. Экспериментально доказано, что прочность границ зерен аустенитных сталей, облученных в смешанном спектре нейтронов (спектр реакторов типа ВВЭР или PWR) ниже, чем сталей, облученных в реакторах на быстрых нейтронах. Такое различие, в первую очередь,



связано с различной скоростью наработки гелия, возникающего в результате ядерных реакций при взаимодействии нейтронов с ядрами элементов, входящих в состав стали.

6. Показано, что пороговая повреждающая доза, ниже которой КРН аустенитных сталей отсутствует, существенно зависит от спектра нейтронов, которым облучается аустенитная сталь. При облучении смешанным спектром нейтронов пороговая повреждающая доза значительно ниже, чем при облучении в быстром спектре нейтронов.

### **Практическая значимость работы**

1. На основании предложенной модели и выполненного комплекса экспериментальных исследований разработаны новые разделы в руководящем документе РД ЭО 1.1.2.99.0944-2013 «Методика расчета прочности и остаточного ресурса внутрикорпусных устройств ВВЭР-1000 при продлении срока эксплуатации до 60 лет» и государственных стандартах ГОСТ «ВОДО-ВОДЯНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ РЕАКТОР. Расчёт на прочность внутрикорпусных устройств на стадии проектирования и постпроектной стадии» (шифры программы национальной стандартизации 1.2.322-1.058.19 и 1.2.322-1.059.19, соответственно) по расчету долговечности ВКУ по критерию КРН. РД и ГОСТы предназначены для оптимизации проектирования ВКУ с точки зрения обеспечения их заданного срока службы, а также для обоснования продления срока службы ВКУ эксплуатирующихся реакторов типа ВВЭР.

2. Предложена методика экспресс оценки сопротивления КРН облученных аустенитных хромо-никелевых сталей на базе испытаний миниатюрных образцов из этих сталей на ударный изгиб при низкой температуре, обеспечивающей межзеренное разрушение слабых границ зерен. Данная методика позволяет оценивать эффективность компенсирующих мероприятий (отжиг), а также ранжировать кандидатные материалы для новых ВКУ с точки зрения их стойкости к КРН.

3. Проведена оценка погрешности расчетного определения флюенса быстрых нейтронов и повреждающей дозы при использовании программного средства КАТРИН-2.5 на основе расчетно-экспериментального определения этих параметров по результатам экспериментально измеренных удельных активностей микропроб облученной 321 стали.

### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Результаты автоклавных испытаний на КРН облученных до различных повреждающих доз образцов из сталей марок 08X18H10T (321 сталь), 304 и 316, испытанных при разных режимах.

2. Доминирующие механизмы КРН облученных аустенитных сталей марок 08X18H10T (321 сталь), 304 и 316.

3. Методика определения прочности границ зерен облученных аустенитных сталей марок 08X18H10T (321 сталь), 304 и 316 по результатам испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб.

4. Влияние энергетического спектра на когезивную прочность границ зерен. Взаимосвязь между прочностью границ зерен и склонностью к КРН.

5. Критерий КРН для облученных аустенитных сталей в водной среде теплоносителя первого контура ВВЭР.

6. Модель прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН.

7. Расчетно-экспериментальная методика определения дозовых нагрузок на облученные элементы ВКУ с использованием измеренных удельных активностей микропроб, отобранных от этих элементов.

### **Достоверность результатов**

Экспериментальные исследования проводились согласно российским и международным стандартам на сертифицированном оборудовании. Расчетные методы использовали теорию статистической обработки результатов, а также математические методы решения нелинейных уравнений. Модели строились на базе методов механики повреждений и физики прочности. Достоверность результатов обусловлена соответствием полученных расчетных данных и зависимостей оригинальным экспериментальным данным, а также данным из литературных источников, полученных при сходственных условиях эксперимента.

### **Апробация работы**

Материалы, представленные в диссертации, были доложены на следующих научно-технических конференциях и семинарах:

1. Конференция молодых ученых и специалистов ЦНИИ КМ "Прометей", г. Санкт-Петербург, 2007.

2. Конференция молодых ученых и специалистов ЦНИИ КМ "Прометей", г. Санкт-Петербург, 2009.

3. Межотраслевой семинар «Физика радиационных повреждений материалов атомной техники», г. Обнинск, 2018.

4. MAI-EPRI LWR MATERIALS DEGRADATION COURSE FOR ENGINEERS IN THE NUCLEAR INDUSTRY, les Renardières, France, 2018.

5. Fontevraud 9 Symposium "Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to Light Water NPPs' Safety, Performance and Reliability", Avignon, France, 17-20 September 2018, SFEN.

6. 11<sup>ая</sup> МНТК «ОБЕСПЕЧЕНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ АЭС С ВВЭР», г. Подольск, 2019.

**Личный вклад автора заключается в следующем:**

- разработке программы экспериментальных и расчетных исследований;
- определении механизмов КРН облученных аустенитных хромо-никелевых сталей;
- разработке методики расчетно-экспериментального определения дозовых нагрузок на облученные элементы ВКУ с использованием измеренных удельных активностей микропроб, отобранных от этих элементов;
- выступлении на конференциях и семинарах с докладами и участии в дискуссиях по теме диссертации;
- обработке экспериментальных результатов автоклавных испытаний образцов на КРН;
- испытаниях образцов на ударный изгиб;
- фрактографических исследованиях образцов;
- отборе микропроб облученного металла, из которого были изготовлены образцы на КРН, проведении спектрометрических измерений удельных активностей микропроб, определения с их помощью дозовых нагрузок.

Автором, совместно с научным руководителем:

- разработана методика определения прочности границ зерен облученных аустенитных хромо-никелевых сталей по результатам испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб;
- разработана методика экспресс оценки сопротивления КРН облученных аустенитных хромо-никелевых сталей на базе испытаний миниатюрных образцов из этих сталей на ударный изгиб при низкой температуре;
- сформулирован критерий КРН для облученных аустенитных сталей в водной среде теплоносителя первого контура ВВЭР с низким содержанием кислорода; разработана модель прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН.

**Публикации**

Основные результаты диссертационной работы отражены в 10 публикациях, из них 5 статей опубликовано в журналах из Перечня рецензируемых научных изданий и 2 статьи изданы на английском языке и индексируются в БД WoS и SCOPUS.

**Объем и структура работы**

Диссертация состоит из введения, 7 глав и выводов по диссертации. Работа изложена на 248 страницах, включая 135 рисунков и 42 таблицы. Библиографический указатель состоит из 167 источников.

# ГЛАВА 1 АНАЛИЗ УСЛОВИЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ И ПОВРЕЖДЕНИЙ ЭЛЕМЕНТОВ ВКУ ЛЕГКОВОДНЫХ РЕАКТОРОВ. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАНИЯ

## 1.1 Основные типы реакторов

На сегодняшний день в мире используются атомные реакторы различных типов, отличающиеся как по используемому теплоносителю, так и по энергетическому спектру нейтронов. Если спектр нейтронов смещен в область тепловых нейтронов, находящихся в термодинамическом равновесии со средой ( $< 1$  эВ), то такие реакторы называются реакторами на тепловых нейтронах. Реакторы, в активной зоне которых нет замедлителей нейтронов и спектр нейтронов близок к энергии нейтронов деления ( $\sim 0,1$  МэВ), называются реакторами на быстрых нейтронах.

В качестве замедлителей нейтронов в реакторах на тепловых нейтронах обычно используются графит, легкая или тяжелая вода. Графит используется в российских реакторах типа РБМК с кипящей водой под давлением в качестве теплоносителя. Тяжелая вода в качестве замедлителя используется в канадских реакторах CANDU. Легкая вода используется в российских реакторах типа ВВЭР и зарубежных типа PWR и BWR. В этих реакторах легкая вода используется и в качестве замедлителя, и в качестве теплоносителя.

В качестве теплоносителя могут также использоваться газовые среды, например, углекислый газ в реакторах AGR (Великобритания).

В реакторах на быстрых нейтронах в качестве теплоносителя, в основном, используется жидкий натрий. В России в настоящее время работают два реактора на быстрых нейтронах БН-600 и БН-800, а также спроектирован реактор БН-1200. Во Франции работали реакторы на быстрых нейтронах Phenix и Superphenix.

Наибольшее распространение в мире получили реакторы на тепловых нейтронах типа ВВЭР, PWR и BWR. По-видимому, это связано с тем, что в этих реакторах в качестве замедлителя и теплоносителя используется обычная легкая вода. В реакторах типа BWR (кипящий водо-водяной реактор) пар генерируется непосредственно в активной зоне и направляется на турбину. Загрязнение турбины и конденсатора радиоактивными продуктами активации воды и продуктами коррозии сильно усложняет регламентные работы и ремонт.

В реакторах типа ВВЭР и PWR генерация пара происходит во втором контуре в парогенераторе. Парогенератор объединяет первый контур с радиоактивной водой, идущей из реактора, и второй, в котором образующийся пар поступает в паротурбинную установку, приводящую в движение турбогенератор, который вырабатывает электроэнергию.

Среди легководных реакторов наибольшее распространение получили реакторы типа ВВЭР и PWR из-за их высокой безопасности, обусловленной наличием двух контуров и герметичным ограничением реакторного отделения.

На сегодняшний день в мире эксплуатируются порядка 277 реакторов типа PWR, 80 реакторов типа BWR и около 114 реакторов типа ВВЭР, разработанных в России.

В России эксплуатируются реакторы типа ВВЭР нескольких поколений ВВЭР-440, ВВЭР-1000, ВВЭР-1200, и спроектирован ВВЭР-ТОИ.

Реактор типа ВВЭР состоит из следующих основных элементов:

- ✓ Корпус реактора;
- ✓ Верхний блок;
- ✓ Внутрикорпусные устройства (ВКУ): шахта, корзина, блок защитных труб (БЗТ), выгородка
- ✓ Активная зона;
- ✓ Механизмы управления и защиты.

Долгое время основное внимание уделялось исследованиям корпуса реактора, как основного узла, отвечающего за целостность и безопасную работу реактора. При этом ВКУ уделялось меньше внимания, несмотря на то, что из-за близости к активной зоне реактора наибольшему воздействию нейтронного и гамма-облучения подвергаются именно элементы ВКУ. По-видимому, это связано со следующими обстоятельствами. Во-первых, элементы ВКУ не удерживают давление, что обеспечивает их незначительное механическое нагружение. Во-вторых, все элементы ВКУ, как реакторов типа PWR, так и ВВЭР, изготавливаются из аустенитной стали, которая в исходном состоянии имеет высокую пластичность и трещиностойкость, высокую коррозионную стойкость в среде теплоносителя первого контура с низким содержанием кислорода, а также значительно меньшее охрупчивание под действием нейтронного облучения по сравнению с корпусными сталями бейнитного класса с ОЦК решеткой.

ВКУ служат для установки и закрепления активной зоны в корпусе реактора, а также для организации потока теплоносителя внутри реактора. Конструкция ВКУ позволяет производить извлечение всех узлов из корпуса реактора, однако из-за высокой наведенной активности ВКУ под воздействием нейтронного облучения, их замена не является экономически оправданной. В связи с чем, ВКУ, фактически, являются незаменимыми компонентами реакторной установки, и, соответственно, наряду с корпусом реактора, могут быть элементом, ограничивающим ресурс реакторной установки. Разработка реакторов ВВЭР нового поколения с более высокой мощностью и ресурсом, а также запроектное продление ресурса уже работающих реакторов

типа ВВЭР, предъявляют особые требования к обоснованию безопасной работы ВКУ в течение всего срока эксплуатации.

## 1.2 Устройство ВКУ реакторов типа ВВЭР и PWR

### 1.2.1 Устройство ВКУ реакторов ВВЭР-440

ВКУ реактора ВВЭР-440 состоит из следующих элементов: шахта внутрикорпусная, корзина и блок защитных труб (БЗТ) [1]. Все основные детали ВКУ изготовлены из проката стали марки 08Х18Н10Т (ГОСТ 5632-72), а сварные соединения частей деталей и деталей между собой выполнены различными способами сварки с использованием электродов марки ЭА-400/10Т (ТУ 965-4027-72) или проволоки марки Св-04Х19Н11М3 (ГОСТ 2246-60) с флюсом 48-ОФ-6 (ОСТ 5.9206-75).

Шахта является основным несущим элементом ВКУ, обеспечивающим установку и закрепление днища шахты, корзины с размещенными в ней кассетами, БЗТ, а также организацию потока теплоносителя и ослабление интенсивности нейтронного потока на корпус реактора. Шахта представляет собой сварной, вертикально расположенный цилиндр высотой 8059 мм, с максимальным диаметром (по фланцу) 3366 мм. Толщина стенки цилиндрической части на уровне активной зоны равна 60 мм. Общий вид шахты реактора с кольцевым уплотнителем представлен на рисунке 1.1. Шахта установлена своим фланцем на опорный бурт фланца корпуса реактора. Сверху на фланце шахты установлены шесть секторов из труб и 12 жестких упоров. Упоры предназначены для удержания шахты от перемещения вверх в аварийных ситуациях, связанных с разрывами трубопроводов первого контура. В корпусе реактора шахта закреплена в трех местах: в верхней части – посредством закрепленных на фланце шахты секторных труб, которые деформируются при уплотнении реактора и создают распорное усилие между крышкой и шахтой; в районе разделительного бурта на корпусе реактора с таким зазором между шахтой и разделительным буртом, что при разогреве теплоносителя из-за разности коэффициентов линейного расширения материала шахты и корпуса, обеспечивается посадка с натягом шахты по разделительному бурту корпуса реактора; в нижней части – восемью шпонками, приваренными к кронштейнам корпуса реактора [1].

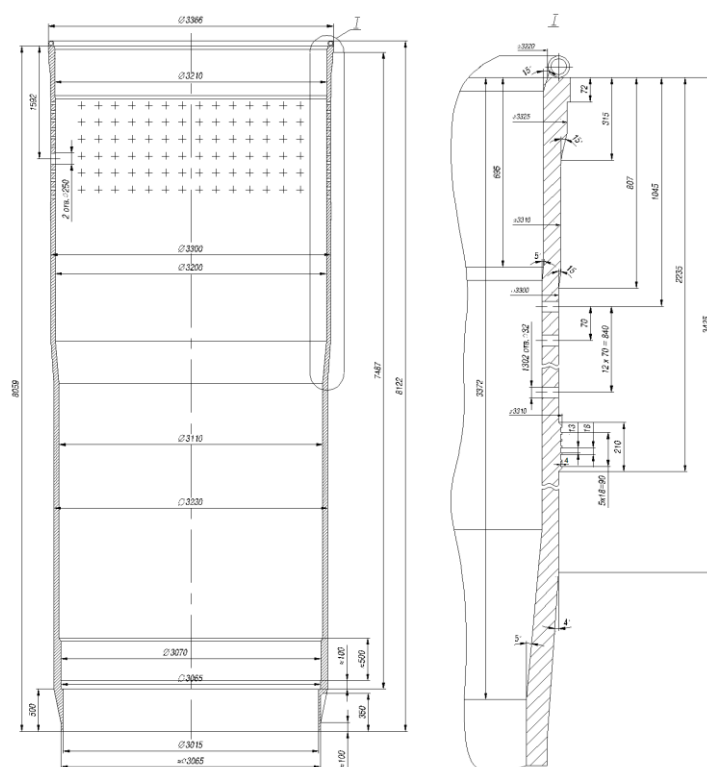


Рисунок 1.1 – Общий вид шахты реактора ВВЭР-440 с кольцевым уплотнителем

Шахта между верхним фланцем и разделительным буртом имеет перфорацию для выхода теплоносителя и для выравнивания поля его скоростей на выходе из активной зоны. Напротив верхних патрубков корпуса в шахте выполнены два отверстия, предназначенные для подачи охлаждающей воды сверху на активную зону от гидроемкостей системы аварийного охлаждения зоны (САОЗ). В верхней части шахты выполнены окна под кулачки захвата для ее извлечения, установки и транспортировки. Днище шахты является опорой корзины с активной зоной, а также служит для организации защитных каналов под выводимые из активной зоны ТВС, с целью защиты кассет АРК от воздействия потока теплоносителя и ударных перегрузок при аварийных сбросах, а также для обеспечения равномерного подвода теплоносителя к рабочим кассетам и кассетам АРК [1]. Днище шахты состоит из верхней и нижней дистанционирующих решеток, связанных между собой защитными трубами, внутри которых расположены демпферные трубы и демпферные устройства, которые снижают ударную нагрузку при аварийном падении кассет АРК, обечайки и перфорированного эллиптического днища, приваренного к обечайке. В нижней части защитных и демпферных труб имеются отверстия для подвода теплоносителя к кассетам АРК. Общий вид днища шахты представлен на рисунке 1.2

Верхняя решетка представляет собой плиту диаметром 3065 мм и толщиной 150 мм с отверстиями под защитные трубы и для прохода теплоносителя. Для извлечения и транспортировки днища шахты к верхней решетке приварены три проушины с окнами под

кулачки захвата. На верхней решетке имеется борт, которым днище шахты опирается на опорный борт шахты, и три паза под шпонки шахты, с помощью которых днище фиксируется от поворота в плане.

Нижняя решетка представляет собой плиту толщиной 50 мм, приваренную к обечайке. В ней, как и в верхней решетке, выполнены отверстия под защитные трубы и для прохода теплоносителя. Обечайка днища шахты имеет диаметр 3005 мм и толщину стенки 25 мм.

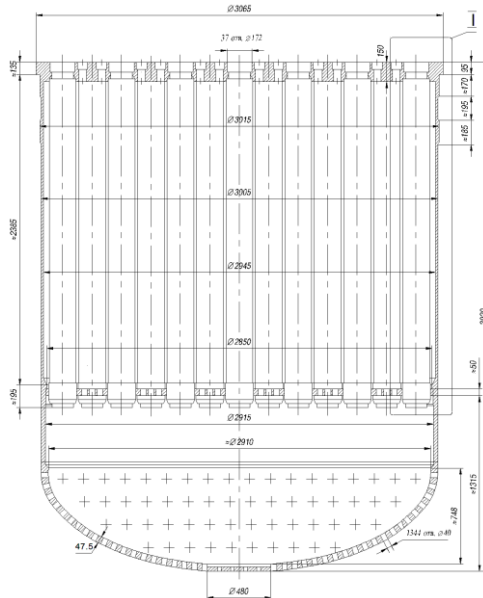


Рисунок 1.2 – Общий вид днища шахты ВВЭР-440

Еще одним элементом ВКУ РУ ВВЭР-440 является корзина, предназначенная для размещения в ней активной зоны и ослабления интенсивности нейтронного потока, падающего из активной зоны на корпус реактора. Корзина состоит из решетки, цилиндрической обечайки, выгородки и граненого пояса. Общий вид корзины реактора представлен на рисунке 1.3.

Обечайка представляет собой полый цилиндр диаметром 3080 мм, высотой 3930 мм, и толщиной стенки 35 мм, который приварен к решетке. В верхней части обечайки с внутренней стороны расположен граненый пояс, который является ограничителем положения головок периферийного ряда рабочих кассет и служит опорой для БЗТ. Ниже граненого пояса по всей высоте активной зоны размещена выгородка толщиной 8 мм, которая имеет конфигурацию периферии активной зоны. С помощью 312 винтов М12 выгородка крепится к сегментам, приваренным к обечайке. В нижней части выгородка приварена к сегментам. В сегментах выполнены отверстия для обеспечения охлаждения обечайки корзины и исключения кипения теплоносителя в зазоре между обечайкой и выгородкой. В нижней части обечайки выполнены отверстия для обеспечения охлаждения обечайки корзины с наружной стороны и для исключения кипения теплоносителя в зазоре между корзиной и шахтой. Между обечайкой и выгородкой установлены шесть приваренных к нижним сегментам труб для установки в них



блоков детектирования СКП [1]. Решетка представляет собой плиту толщиной 300 мм и диаметром 3070 мм. В решетке имеются отверстия под установку рабочих кассет и для прохода кассет АРК. На верхней поверхности решетки выполнены пазы для фиксации рабочих кассет в плане. В нижней части решетки выполнено три гнезда под штыри днища шахты, предназначенные для фиксации корзины от поворота в плане.

Для дистанционирования рабочих кассет в плане, удержания от всплытия рабочих кассет и корзины во всех условиях эксплуатации, включая возможные аварийные ситуации, для защиты кассет АРК, промежуточных штанг, штанг приводов АРК от воздействия потока теплоносителя и для организации каналов под датчики внутриреакторных измерений предназначен блок защитных труб (БЗТ).

Блок защитных труб устанавливается на граненый пояс корзины и состоит из нижней и верхней решеток, связанных между собой тридцатью семью защитными трубами, внутри которых установлены промежуточные штанги. На нижней решетке БЗТ закреплены жесткие ловители и узлы крепления направляющих каналов нейтронных измерений (КНИ) и температурного контроля (ТК). Общий вид БЗТ представлен на рисунке 1.4.

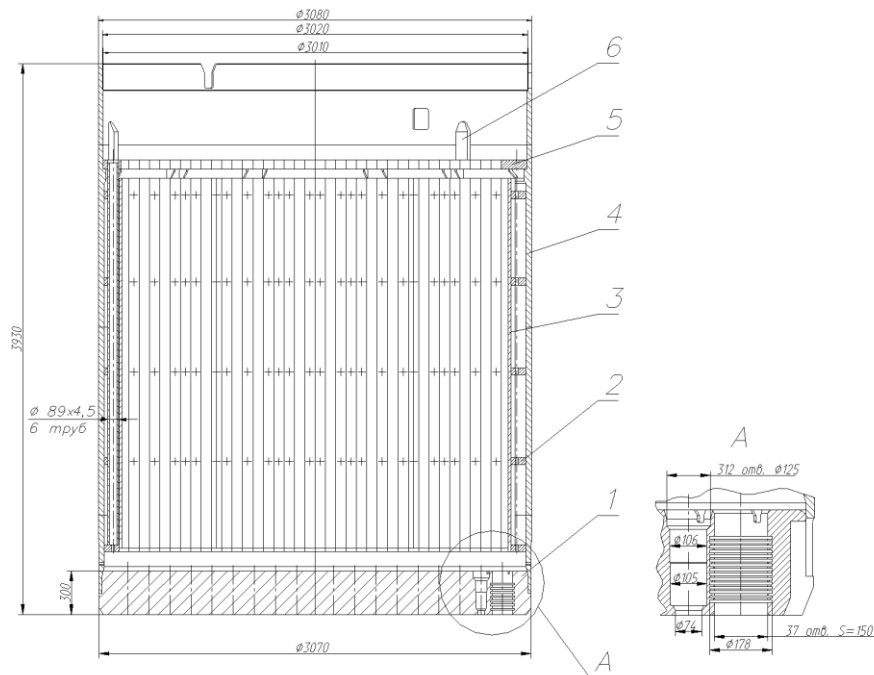


Рисунок 1.3 – Общий вид корзины реактора: 1 – решетка; 2 – сегмент; 3 – выгородка; 4 – обечайка; 5 – граненый пояс; 6 – шпонка фиксации БЗТ

Верхняя часть БЗТ состоит из решетки, обечайки и подреберного пояса. В БЗТ имеются направляющие трубы для установки в активную зону измерительных каналов системы внутриреакторных измерений нейтронного потока. Каналы ТК сгруппированы в двенадцать пучков, а каналы КНИ - в шесть пучков, каждый из которых заведен в трубную доску. Пучки каналов ТК закреплены на подреберном поясе верхней части БЗТ [1].

Отбойный щит, приваренный к верхней решетке БЗТ в месте расположения патрубков САОЗ, предназначен для организации потока теплоносителя от гидроемкости САОЗ в межтрубном пространстве БЗТ. Нижняя решетка представляет собой плиту диаметром 3010 мм и толщиной 200 мм, в которой выполнены отверстия для прохода и закрепления защитных труб, а также для прохода теплоносителя. Верхняя решетка представляет собой плиту диаметром 3180 мм и толщиной 80 мм, в которой выполнены отверстия для прохода защитных труб, направляющих КНИ и ТК, а также для прохода теплоносителя. К верхней решетке приварена нижней частью обечайка диаметром 2950 мм, высотой 1677 мм, с толщиной стенки 30 мм. Снаружи нижней части обечайки приварены 3 кольца, в которых размещены пружинные блоки, с помощью которых БЗТ удерживает от всплытия корзину с кассетами и днище шахты во всех режимах работы реактора. Пружинный блок включает в себя корпус, стакан, шток с гайкой, кольцо и пружины. Между пружинными блоками на верхнем кольце БЗТ установлены упоры, предназначенные для удержания ВКУ от перемещения вверх в аварийных режимах работы реактора [1].

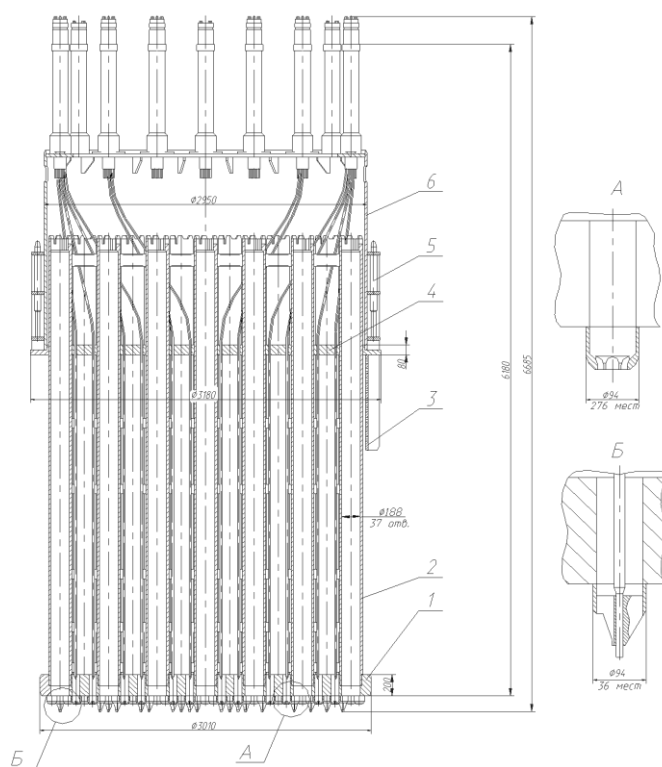


Рисунок 1.4 – Общий вид блока защитных труб: 1 – нижняя плита; 2 – труба защитная; 3 – щит отбойный; 4 – верхняя плита; 5 – пружинный блок; 6 – обечайка

### 1.2.2 Устройство ВКУ реакторов ВВЭР-1000

На рисунке 1.5 показаны основные элементы ВКУ реакторов типа ВВЭР-1000. В зависимости от типа реактора устройство ВКУ может несколько отличаться. В состав ВКУ ВВЭР-1000 входят: выгородка реактора, шахта внутрикорпусная и блок защитных труб [1, 2].

Выгородка представляет собой обечайку диаметром 3485 мм и высотой 4070 мм, состоящую из кованых колец, соединенных между собой с помощью шпилек и фиксируемых в плане друг относительно друга штифтами. Внутренняя конфигурация колец повторяет профиль, образованный гранями крайнего ряда ТВС активной зоны. В кольцах выгородки выполнены продольные каналы для прохода теплоносителя, охлаждающего металл выгородки. Выгородка предназначена для формирования активной зоны реактора, а также служит железобетонной защитой корпуса реактора от потока нейтронов и  $\gamma$ -излучения, перекрывая всю высоту активной зоны [1, 2].

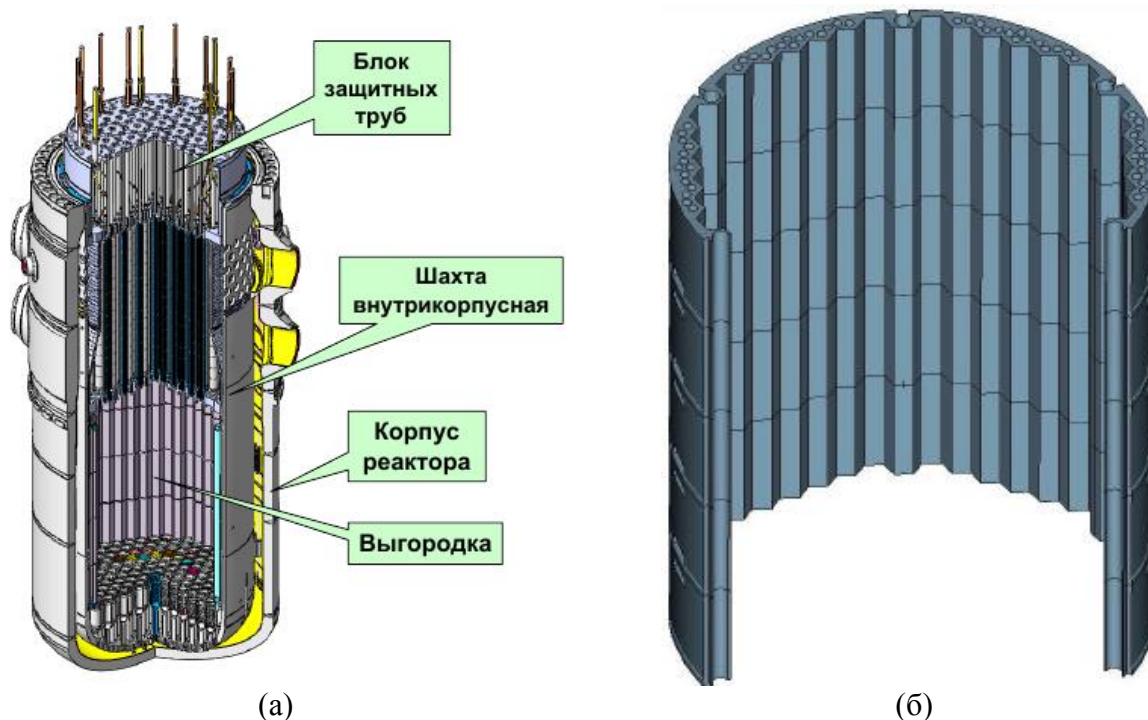


Рисунок 1.5 – Основные элементы ВКУ ВВЭР-1000 (а) и выгородка (б)

Шахта внутрикорпусная представляет собой цилиндрическую обечайку с фланцем и эллиптическим дном, в закреплены опорные трубы (стаканы). Верхние части стаканов образуют опорную плиту для установки и дистанционирования кассет активной зоны. Шахта предназначена для размещения в ней элементов активной зоны реактора, разделения входного и выходного потоков теплоносителя, а также защиты корпуса реактора от потока нейтронов и  $\gamma$ -излучения.

Блок защитных труб предназначен для фиксации и дистанционирования головок тепловыделяющих сборок (ТВС), удерживания ТВС от всплытия, защиты органов регулирования и штанг приводов системы управления и защиты реактора от воздействия теплоносителя, обеспечения разводки направляющих каналов системы внутрореакторного контроля, обеспечения равномерного выхода теплоносителя по сечению активной зоны, размещения сборок тепловых образцов-свидетелей [1, 2].

Основное отличие ВКУ ВВЭР-440 и ВВЭР-1000 заключается в конструкции выгородки. Преимуществом выгородки ВВЭР-1000 является отсутствие болтов, скрепляющих элементы выгородки, а недостатком является толщина выгородки, из-за которой затруднен теплосъем и происходит повышение температуры во внутренних слоях выгородки.

### 1.2.3 Устройство ВКУ реакторов PWR

Зарубежные аналоги реакторов типа ВВЭР – легководные реакторы под давлением типа PWR и реакторы с кипящим теплоносителем типа BWR. Основные элементы ВКУ PWR показаны на рисунке 1.6.

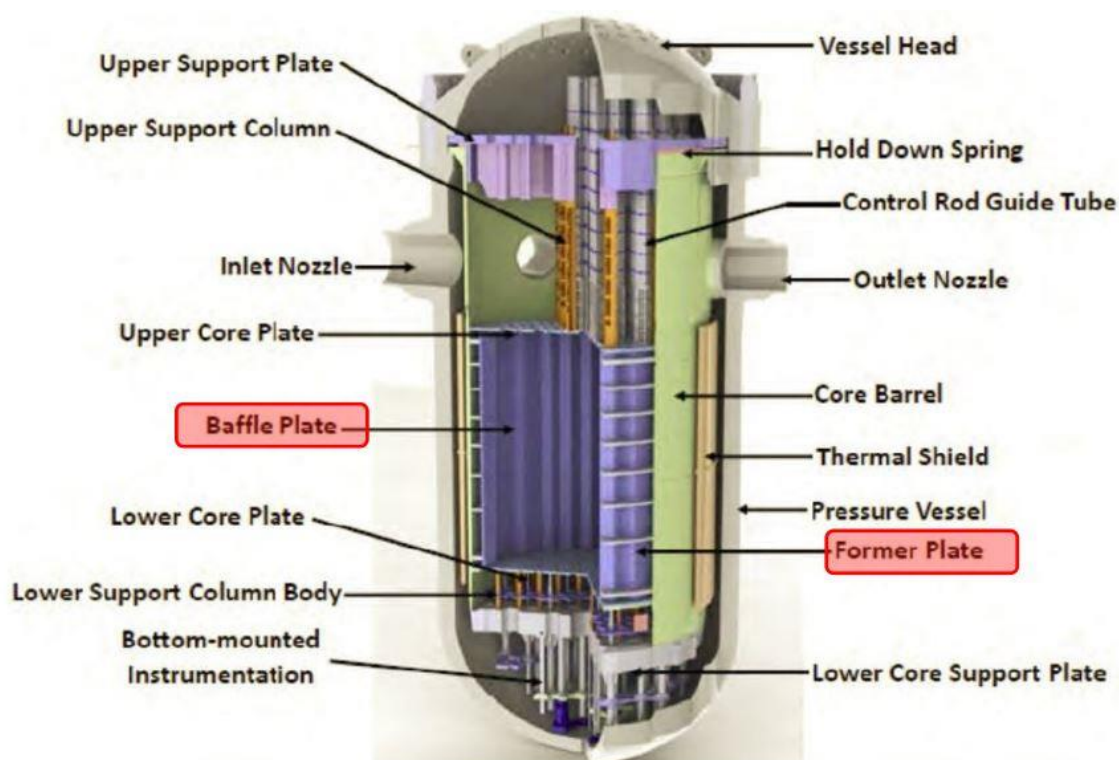


Рисунок 1.6 – Основные элементы ВКУ PWR

Элементы ВКУ PWR и BWR изготовлены из аустенитных сталей 304 (российский аналог Х18Н9) и ХД316 (российский аналог Х16Н(11÷14)М3). Для соединения элементов выгородки используются болты (рисунок 1.7), которые изготавливаются из стали ХД316. Конструкция выгородки PWR похожа на конструкцию выгородки ВВЭР-440.

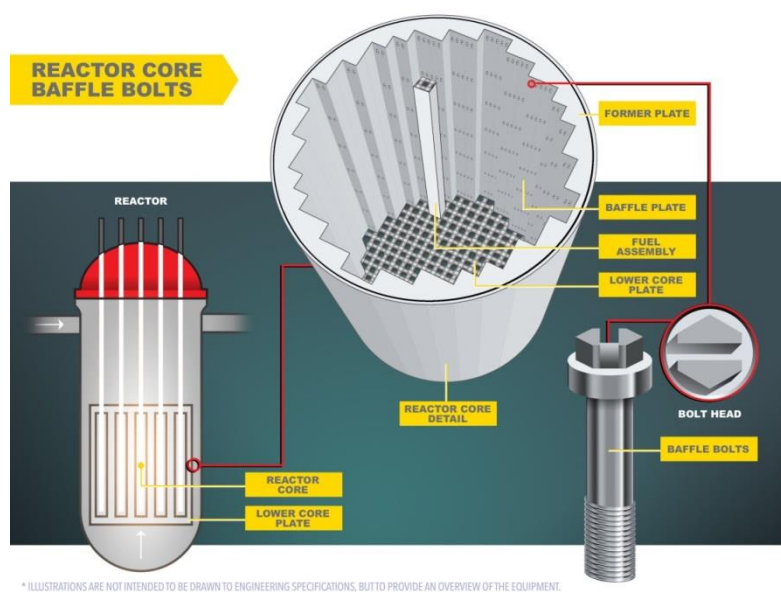


Рисунок 1.7 – Соединение элементов выгородки ВКУ PWR

### 1.3 Условия эксплуатации элементов ВКУ

В процессе работы на ВКУ воздействуют следующие факторы:

#### 1.3.1 Нейтронное облучение

Максимальная скорость набора повреждающей дозы составляет около 2 сна/год для ВВЭР-1000 (смешений на атом в год) и около 1сна/год для ВВЭР-440. Максимальные нейтронные нагрузки на ВКУ ВВЭР-440 приходятся на выгородку и сегменты корзины и составляют, согласно расчетам ОКБ «ГИДРОПРЕСС», 45 и 40 сна соответственно за 45 лет эксплуатации [3]. Для обечайки корзины и шахты внутрикорпусной эти значения гораздо ниже и составляют 16 и 6,5 сна соответственно за 45 лет эксплуатации [3]. Для продленного срока эксплуатации в 55 лет указанные значения будут почти в два раза больше.

Для ВКУ ВВЭР-1000 наиболее облучаемым элементом является выгородка, максимальная повреждающая доза для которой, согласно расчетам ОКБ «ГИДРОПРЕСС», при продленном сроке эксплуатации 60 лет превышает 120 сна (для серии В-320) [4], а для выгородки реактора ВВЭР-ТОИ – 160 сна. Скорость набора повреждающей дозы для других элементов ВКУ в разы ниже по сравнению с выгородкой.

Дозовые нагрузки на различные компоненты зарубежных легководных реакторов типа PWR и BWR приведены на рисунке 1.8 [5]. Видно, что максимальные дозовые нагрузки на ВКУ PWR сопоставимы с дозовыми нагрузками для ВКУ ВВЭР.

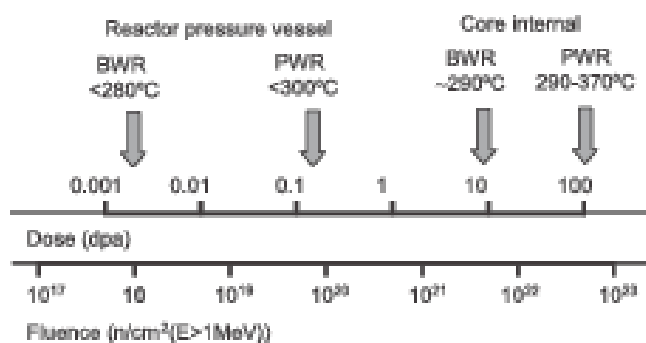


Рисунок 1.8 – Дозовые нагрузки на различные компоненты зарубежных легководных реакторов типа PWR и BWR, а также температура облучения

Также следует отметить, что элементы ВКУ реакторов типа ВВЭР и PWR облучаются в тепловом (смешанном) спектре нейтронов. Под энергетическим спектром нейтронов понимается зависимость плотности потока нейтронов от энергии нейтрона. Этот факт необходимо учитывать при переносе данных, полученных для образцов материалов ВКУ, облученных в исследовательских реакторах на быстрых нейтронах (например, БОР-60). Облучение в реакторах на быстрых нейтронах позволяет достичь повреждающих доз, соответствующих полному сроку эксплуатации за достаточно короткое время. Различия в энергетических спектрах нейтронов приводят к различиям в первичных процессах повреждения материала, а также к различиям в протекании ядерных реакций, происходящих при взаимодействии нейтронов с ядрами конструкционных материалов. Последнее особенно сказывается на уровнях наработки гелия и водорода в результате ядерных реакций. При облучении в смешанном спектре нейтронов наработка гелия и водорода в 5-10 раз выше по сравнению с быстрым спектром. Что, в свою очередь, оказывает влияние на изменение механических свойств под действием нейтронного облучения.

Под воздействием нейтронного облучения в аустенитных сталях происходит ряд микроструктурных изменений: происходит образование дислокационных петель, перераспределение легирующих и примесных элементов, образование новых фаз (G-фаза,  $\gamma'$ -фаза, карбиды и др.). Под действием нейтронного облучения в результате ядерных реакций с элементами металла происходит образование водорода и гелия, и в результате их диффузии к границам зерен происходит ослабление когезивной прочности границ зерен. Благодаря всем этим процессам, происходит увеличение предела текучести материала, снижение прочности межфазных границ, снижение деформационного упрочнения, увеличение локализации деформирования, рост скорости зарождения пор при деформировании. Все это может привести к изменениям физико-механических свойств материала и повлиять на его служебные характеристики.

### 1.3.2 Температура облучения

При номинальном режиме работы реактора ВВЭР-440 температура на входе в активную зону реактора составляет 268 °С на выходе – 297 °С [6]. В сегментах на уровне центра активной зоны температура может достигать 300 °С.

Для ВВЭР-1000 температура на входе в активную зону реактора составляет 291 °С на выходе – 321 °С. Изменение конструкции выгородки по сравнению с ВВЭР-440, привело к тому, что вследствие  $\gamma$ -разогрева, максимум температуры находится в толще выгородки и достигает, согласно расчетам, 390 °С [4].

Еще одним облучаемым элементом как для реакторов ВВЭР-440, так и для реакторов ВВЭР-1000, является шахта. Однако, вследствие значительно меньшего потока нейтронов, по сравнению с выгородкой, в шахте не происходит значимого энерговыделения и перегрева.

При указанных температурах облучения и сверхвысоких нейтронных дозах аустенитные материалы подвержены радиационному набуханию (процесс увеличения объема материала вследствие образования в нем вакансионных пор), что оказывает влияние на охрупчивание материала и на формоизменение. Эти явления будут рассмотрены более подробно ниже.

### 1.3.3 Напряженное состояние

Механические напряжения, действующие на ВКУ реакторов типа ВВЭР очень малы. Это, в основном, весовые нагрузки, поскольку ВКУ не предназначены для удержания каких-либо элементов. Механические напряжения могут возникнуть при некоторых проектных режимах, например, при землетрясениях, динамических режимах для анализа при оценке безопасной эксплуатации реактора (ударные воздействия, падение самолета в защитный колпак). Поэтому основные напряжения в процессе эксплуатации будут обусловлены градиентами температуры и набухания. Особенностью распределения внутренних напряжений является то, что температура и набухание действуют в фазе, приводя к возникновению растягивающих напряжений на внутренней поверхности выгородки, что может способствовать инициации КРН.

Элементы ВКУ подвергаются неоднородному нейтронному облучению, что обусловлено конфигурацией активной зоны, а также затуханием нейтронного потока по толщине стенки элемента (например, выгородки). Неоднородность нейтронной дозы, а также  $\gamma$ -разогрев внутренних слоев элемента ВКУ приводит к возникновению неоднородного распределения температуры и, как следствие, неоднородного набухания по элементу ВКУ, что, в свою

очередь, вызывает возникновение внутренних напряжений. Таким образом, основными нагружающими факторами, действующими в облучаемых элементах ВКУ, являются термонапряжения и напряжения, обусловленные распуханием. На рисунке 1.9 показано распределение напряжений в выгородке реактора ВВЭР-1000, рассчитанное в ОКБ «ГИДРОПРЕСС».

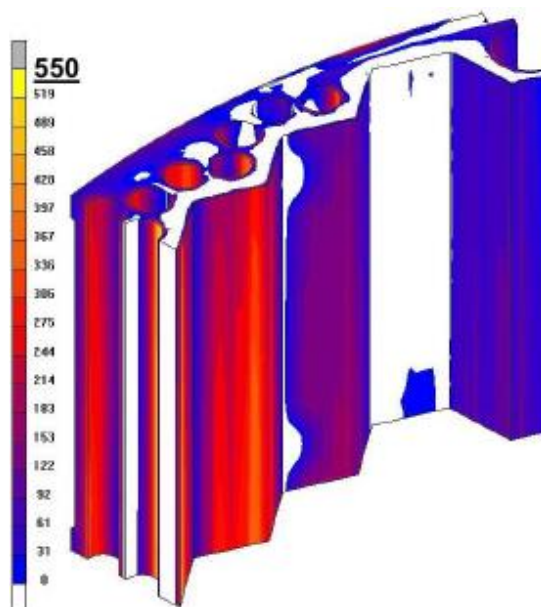


Рисунок 1.9 – Распределение главных напряжений в выгородке ВВЭР-1000. Цветом показаны области, подверженные растягивающим напряжениям, белым – сжимающим напряжениям. Максимальное напряжение – 550 МПа

#### 1.3.4 Водная среда теплоносителя первого контура реакторов типа ВВЭР

Водно-химический режим первого контура ВВЭР-1000 является коррекционным. В качестве корректирующих добавок в теплоноситель вводят борную кислоту  $H_3BO_3$ , гидроксид калия  $KOH$  либо гидроксид лития  $LiOH$  (на зарубежных реакторах PWR), аммиак, гидразин-гидрат  $N_2H_4 \cdot 2H_2O$  [7].

Борная кислота устойчива в радиационных полях, не разлагается при высоких температурах, хорошо растворима в воде, не образует шлама и накипи, в присутствии щелочей является ингибитором коррозии. Для бора характерна высокая способность к поглощению тепловых нейтронов, обусловленная реакцией  $^{10}B(n,\alpha)^7Li$ . Концентрация борной кислоты устанавливается в зависимости от реактивности активной зоны. Введение непосредственно в теплоноситель борной кислоты приводит к резкому снижению величины pH и к необходимости коррекции водного режима путем подщелачивания. Для нейтрализации борной кислоты и предотвращения возможного водородного охрупчивания сталей и циркониевых сплавов в контур циркуляции теплоносителя вводится раствор сильного основания  $KOH$  ( $LiOH$ ).



Степень нейтрализации влияния борной кислоты КОН имеет большое значение и должна строго контролироваться, так как при высокой температуре концентрация свободной щелочи может быть высокой (местное упаривание) и опасной с точки зрения щелочного охрупчивания аустенитной стали и сплавов циркония. Необходимо отметить, что в первый контур дозируется КОН, но следует учитывать поступление в теплоноситель некоторого количества других щелочных ионов:

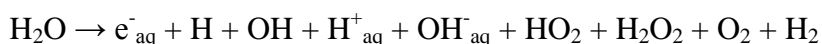
- изотоп лития  ${}^7\text{Li}^+$ , накапливается при облучении бора нейтронами  ${}^{10}\text{B} (n,\alpha) {}^7\text{Li}$
- $\text{Na}^+$ , поступающий в первый контур с подпиточной водой.

Значение рН реакторной воды устанавливается из соображений коррозионной устойчивости конструкционных материалов. Поддержание рН в пределах норм позволяет снизить скорость коррозии конструкционных материалов и уменьшить поступление продуктов коррозии в теплоноситель. Регламентирование значения рН по нижнему (6,0) пределу обуславливается увеличением сверх допустимых величин скорости коррозии металла основного оборудования и по верхнему (10,3) пределу – опасностью коррозионного растрескивания циркониевых сплавов оболочек ТВЭЛов. Фактическое значение рН лежит в диапазоне 7,0÷9,4.

Из растворенных минеральных примесей хлорид- и фторид-ионы представляют наибольшую опасность, т.к. являются сильнейшими активаторами коррозионных процессов. Они препятствуют образованию защитной пленки и увеличивают скорость коррозии почти всех металлов. В сочетании с кислородом даже небольшие концентрации хлоридов и фторидов вызывают коррозионное растрескивание аустенитных сталей и язвенную коррозию циркония. Установлено, что концентрации хлорид- и фторид-ионов  $<0,1 \text{ мг/дм}^3$  практически не влияют на стойкость конструкционных материалов. Дальнейшее повышение концентрации увеличивает пористость защитных пленок и снижение их защитных свойств.

Кислород является деполяризатором электрохимической коррозии. Поэтому концентрация кислорода в теплоносителе первого контура величина строго нормируемая. Поддержание концентрации кислорода в теплоносителе в пределах норм (не более  $0,01 \text{ мг/дм}^3$ ) обеспечивается работой деаэраторов или же связыванием избыточного кислорода, вводимым в подпиточную воду гидразин-гидратом.

Накопление свободного кислорода в теплоносителе первого контура происходит в результате радиолиза воды (с образованием коррозионно-активных промежуточных радикалов  $\text{H}^\bullet$ ,  $\text{OH}^\bullet$ ,  $e_{\text{aq}}^-$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{O}_2$  и  $\text{H}_2$ ) и за счет его поступления с подпиточной водой. Взаимодействие ионизирующего излучения с водой представляет собой сложный процесс. В общем виде радиолиз воды сопровождается образованием радикалов и молекулярных продуктов по схеме:



Водород необходим в теплоносителе первого контура для подавления радиолиза воды. Содержание водорода в теплоносителе в пределах 2,2-4,5 мг/дм<sup>3</sup> практически полностью подавляет радиолиз контурной воды (верхний предел содержания водорода ограничен величиной 4,5 мг/дм<sup>3</sup> из-за водородного охрупчивания циркониевых сплавов).

Аммиак в первый контур вводится непосредственно или образуется разложением гидразина после введения в контур по реакции:



Аммиак является источником водорода в теплоносителе первого контура, поэтому равновесная концентрация аммиака в теплоносителе поддерживается на уровне, обеспечивающем безопасную концентрацию водорода.

Аустенитная нержавеющая сталь 08X18H10T в необлученном состоянии имеет высокую коррозионную стойкость в водной среде первого контура с низким содержанием кислорода.

Однако опыт эксплуатации ВКУ и лабораторные исследования показали, что нейтронное облучение может стимулировать процесс коррозионного растрескивания этих сталей даже в среде с низким содержанием кислорода.

#### 1.4 Основные механизмы повреждения ВКУ

Рассмотрим более подробно изменения в материалах ВКУ, вызванные нейтронным облучением, а также механизмы их разрушения. Схема микроструктурных процессов в аустенитных сталях при нейтронном облучении и их влияние на физико-механические свойства и служебные характеристики приведена на рисунке 1.10.



Рисунок 1.10 – Микроструктурные процессы в аустенитных сталях при нейтронном облучении и их влияние на физико-механические свойства и служебные характеристики

#### 1.4.1 Эволюция микроструктуры, происходящая в материале ВКУ под действием нейтронного облучения

##### 1.4.1.1 Эволюция дислокационной микроструктуры

Микроструктура облученных хромоникелевых нержавеющей сталей, из которых изготавливаются ВКУ легководных реакторов (08X18Н10Т, 304 и 316 стали) изучалась при помощи просвечивающей (трансмиссионной) электронной микроскопии (ПЭМ) [8-11].

Было показано, что основным элементом микроструктуры облученных нержавеющей сталей являются дислокационные петли внедрения (петли Франка). По размеру они небольшие – 5-20 нм, а их плотность составляет  $10^{22}$ - $10^{23}$  м<sup>-3</sup>. Такая дислокационная структура остается практически неизменной даже при больших повреждающих дозах  $> 70$  сна. Плотность дислокаций возрастает с повреждающей дозой и достигает насыщения при дозах 1-5 сна [5].

Помимо дислокационных петель наблюдаются так называемые «black dots», диаметр которых составляет менее 5 нм, что находится на пределе разрешающих способностей ПЭМ. Плотность насыщения «black dots» составляет  $\sim(2-4) \times 10^{23}$  м<sup>-3</sup> [12]. Считается, что «black dots» имеют вакансионную природу и являются кластерами вакансий. На рисунке 1.11 показан пример ПЭМ ХД316 стали, облученной в реакторе типа PWR до повреждающей дозы 53 сна [5].

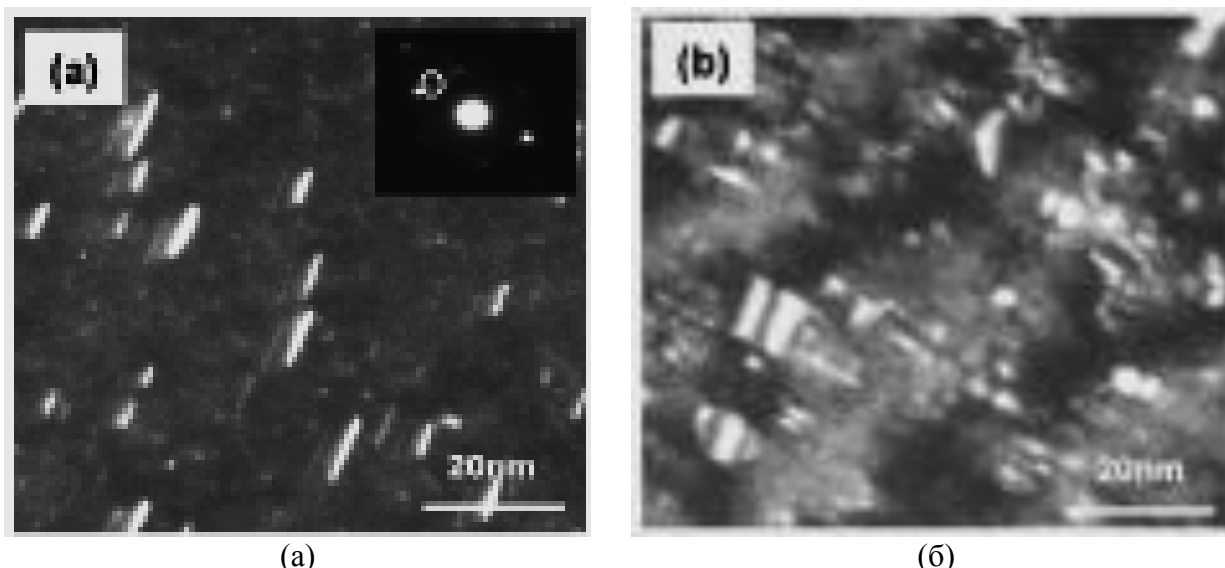


Рисунок 1.11 – ПЭМ изображение дислокационных петель Франка (а) и петель Франка вместе с «black dots» (б) в ХД316 стали, облученной в реакторе типа PWR до повреждающей дозы 53 сна [5]

Аналогичная картина наблюдается в стали 08X18H10T (AISI 321), облученной в реакторе ВВЭР-440 до повреждающей дозы 43 сна. ПЭМ изображение дислокационных петель Франка и «black dots» показано на рисунке 1.12 [11].

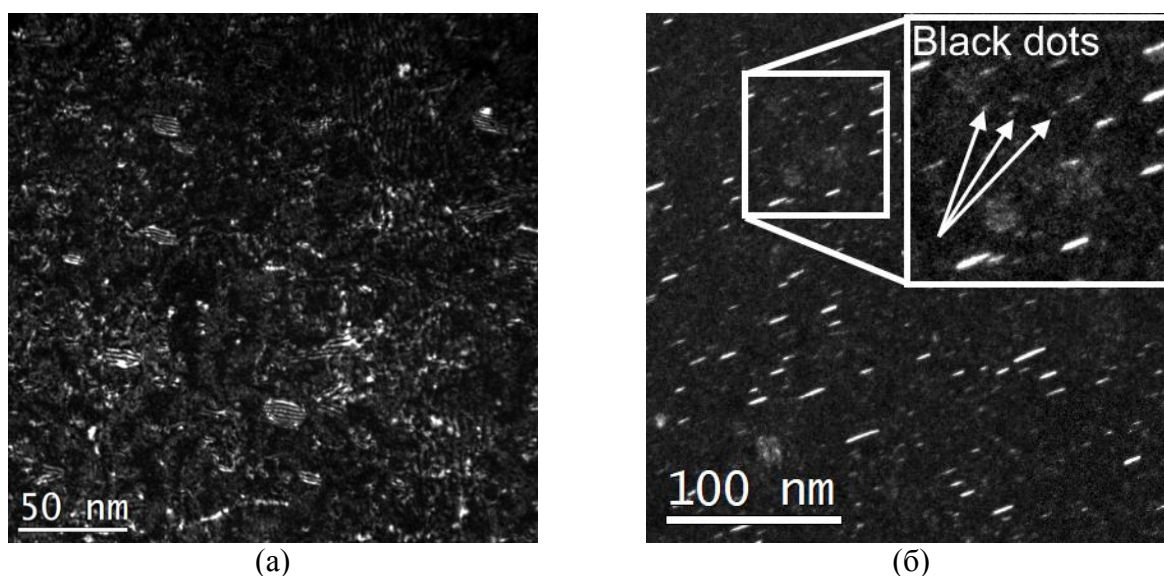


Рисунок 1.12 – ПЭМ изображение дислокационных петель Франка (а) и петель Франка вместе с «black dots» (б) в стали 08X18H10T (AISI 321), облученной в реакторе ВВЭР-440 до повреждающей дозы 43 сна [11]

#### 1.4.1.2 Радиационно-индуцированные сегрегации

Нейтронное облучение аустенитных сталей приводит к образованию потока точечных дефектов, которые обуславливают процесс неравновесного перераспределения легирующих элементов вблизи различных дефектов – дислокационных петель, дислокаций, вакансионных

пор, а также границ зерен [13-15]. Данное явление получило название радиационно-индуцированных сегрегаций (РИС) и широко исследовано применительно к аустенитным коррозионно-стойким сталям (08X18H10T, 306 и др.). Абсолютные значения РИС зависят не только от условий облучения и материала, но и от степени дефектности структурного компонента, на котором происходит процесс сегрегирования. Для границ аустенитных зерен в качестве меры дефектности выступает угол разориентации между соседними зёрнами. В [14, 16] показано, что при малых углах разориентации зерен процессы РИС не так явно выражены, вплоть до полного их отсутствия.

На рисунке 1.13 показано типичное распределение основных химических элементов для стали 08X18H10T, облученной в реакторе ВВЭР-440 до повреждающей дозы 43 снв, в направлении, перпендикулярном границе зерна.

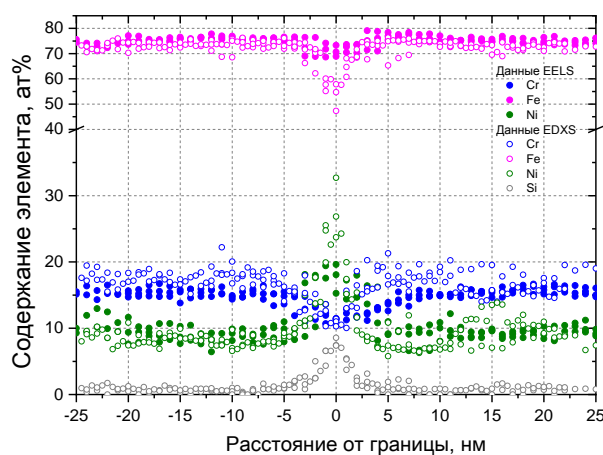


Рисунок 1.13 – Профиль распределения основных химических элементов в образце из стали 08X18H10T, облученной в реакторе ВВЭР-440 до повреждающей дозы 43 снв, в направлении, перпендикулярном границе зерна. (EELS – Electron Energy Loss Spectroscopy – метод спектроскопии энергетических потерь электронов; EDXS – Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy – энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия)

Видно, что вблизи границы зерна в зоне 3-5 нм в сторону каждого зерна происходит перераспределение легирующих элементов: снижается содержание Cr и Fe и увеличивается содержание Ni и Si.

На рисунке 1.14 показано типичное распределение основных химических элементов для ХД316 стали, облученной в реакторе PWR до повреждающей дозы 35 снв, в направлении, перпендикулярном границе зерна [5].

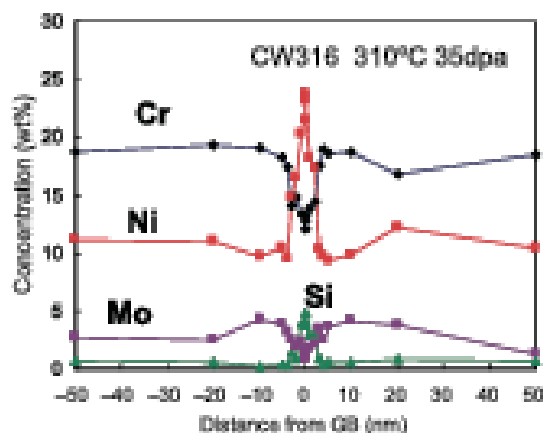


Рисунок 1.14 – Профиль распределения основных химических элементов в образце из ХД316 стали, облученной в реакторе PWR до повреждающей дозы 35 сна, в направлении, перпендикулярном границе зерна

Из рисунка 1.14 также, как и из рисунка 1.13, видно, что происходит обеднение границ зерен хромом и молибденом и обогащение никелем и кремнием.

РИС быстро эволюционируют при повреждающих дозах ниже 5-10 сна, после чего изменяются очень медленно. На рисунке 1.15 показано, как меняются концентрации Cr, Ni, Si на границе зерен в облученных нержавеющей сталях в зависимости от повреждающей дозы [5].

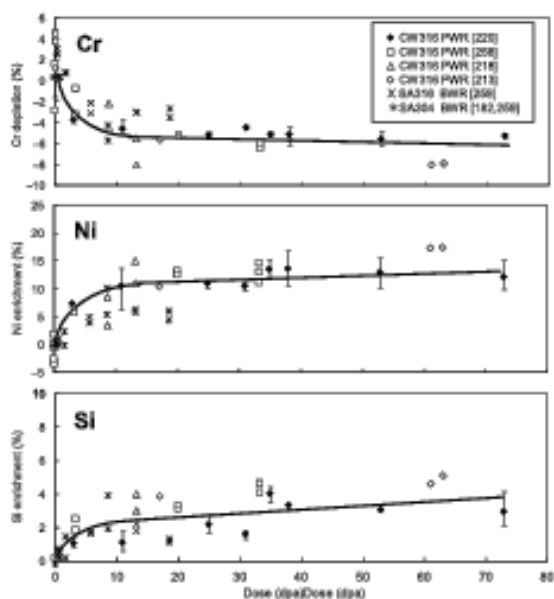


Рисунок 1.15 – Изменение концентраций Cr, Ni, Si на границе зерен в облученных нержавеющей сталях в зависимости от повреждающей дозы

При облучении возникновение РИС обусловлено взаимодействием потока точечных дефектов с междоузельными атомами и их движением к стокам, которыми являются, в том числе, границы зерен, а также радиационные дефекты – петли Франка. Это приводит к обогащению границ зерен Ni и обеднению Cr. Помимо этого, Ni также сегрегирует на стоках, перемещаясь по междоузлиям благодаря малому атомному размеру [17]. Многие исследователи

в значительной степени связывают этот процесс с обратным эффектом Киркендалла [18, 19]. Некоторые предполагали, что Ni-Si преципитаты и петли Франка сильно коррелируют между собой, поскольку петля Франка является сильным стоком для междоузлий [20]. Однако исследования методом АЗТ (атомно-зондовой томографии) нержавеющей стали 304, облученной до 24 сна при 300°C [18, 19], показали наличие радиационно-индуцированных Ni-Si преципитатов высокой объемной плотности ( $4 \times 10^{23} \text{ м}^{-3}$ ) при среднем диаметре ~10 нм. Это почти на порядок выше, чем плотность петель Франка, что свидетельствует о расположении Ni-Si преципитатов, в основном, независимо от петель Франка [11].

#### 1.4.1.3 Образование преципитатов и вторичных фаз

В аустенитных нержавеющих сталях под воздействием нейтронного облучения и повышенных температур происходит образование большого количества дефектов и РИС, в результате чего, создаются благоприятные условия для образования преципитатов и вторичных фаз [12]. Происходит образование большого количества различных фаз, таких как, феррит, карбиды, фосфиды, бориды, фазы Лавеса,  $\sigma$ -фазы,  $\chi$ -фазы, силициды ( $\gamma'$ - фазы, G-фазы,  $\eta$ -фазы). Некоторые из этих фаз, имеют ОЦК решетку ( $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$ , G-фаза,  $\eta$ -фаза) с периодом решетки 1,06-1,1 нм.

Значительные локальные изменения в составе матрицы могут быть вызваны радиационно-стимулированными сегрегациями. РИС вокруг стоков дефектов могут расти с ростом повреждающей дозы до тех пор, пока не будет превышен порог растворимости, и начнется образование новой фазы. На рисунке 1.16 показан пример образования вблизи поры G-фазы ( $M_6Ni_{16}Si_7$ ), обогащенной никелем, в стали USPCA, облученной в реакторе ORR при температуре 500 °С до повреждающей дозы 11 сна [21].

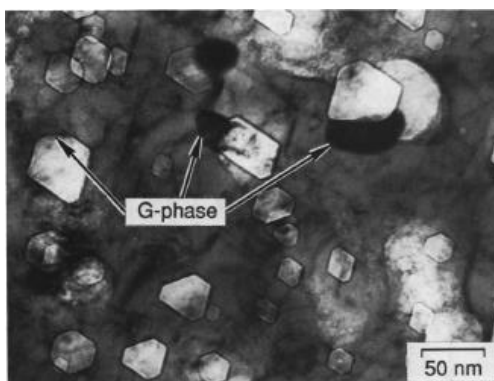


Рисунок 1.16 – Образование на поре G-фазы, обогащенной никелем, в стали USPCA, облученной в реакторе ORR при температуре 500 °С до повреждающей дозы 11 сна

В стали 08X18H10T, облученной до повреждающих доз 15-43 сна в реакторе ВВЭР-440 при температурах 285-315 °С, также было показано наличие G-фазы [11]. Средний размер G-

фазы составил 2,2-2,6 нм, а плотность  $(12-17) \times 10^{23} \text{ м}^{-3}$ . В образце, облученном до наиболее высокой температуры 315 °С также были обнаружены более крупные выделения G-фазы со средним размером 6,7 нм и плотностью  $1,3 \times 10^{23} \text{ м}^{-3}$ .

Помимо G-фазы в облученных аустенитных сталях обнаруживается также  $\gamma'$ - фаза. Так, в облученной в реакторе ВВЭР-440 до повреждающих доз 15-43сна при температурах 285-315 °С стали 08X18H10T были обнаружены кластеры на основе Ni-Si-Al-Ti-Cu (типа  $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti,Si})$ ) которые, по-видимому, являются выделениями (предвыделениями)  $\gamma'$ -фазы, которую и ранее обнаруживали в облученных нейтронами сталях ВКУ при температурах 300-400 °С [22-24]. Присутствие в выделениях  $\gamma'$ -фазы алюминия, элемента, не входящего в состав стали, не удивительно, поскольку очистка шихты, содержащей никель, от примесей алюминия требует особых затрат. Средний размер  $\gamma'$ -фазы составил 1,5-1,7 нм, а плотность  $(7-9) \times 10^{23} \text{ м}^{-3}$ .

$\gamma'$ -фаза образуется, в основном, при низких температурах облучения, тогда как при повышении температуры, она переходит в G-фазу [12].

В стали 08X18H10T, облученной до повреждающих доз 15-43 сна в реакторе ВВЭР-440 при температурах 285-315 °С, также были обнаружены карбидные и карбонитридные фазы TiC и Ti(C,N), имеющие ГЦК-решетку с параметром решетки 4.13Å [11]. Типичные изображения карбидов/карбонитридов титана представлены на рисунке 1.17.

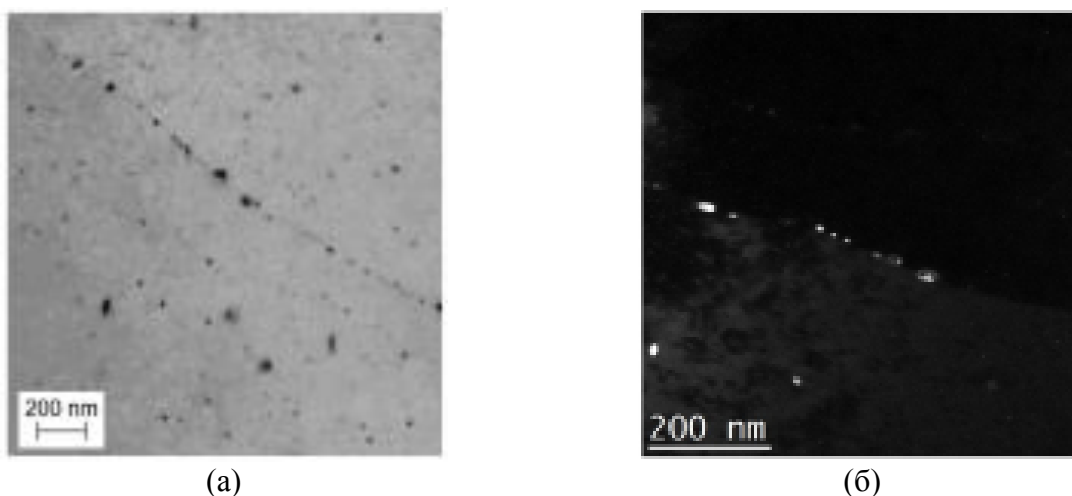


Рисунок 1.17 – Типичные изображения карбидов/карбонитридов титана на примере образца из стали 08X18H10T, облученного в реакторе ВВЭР-440 до повреждающей дозы 43 сна при температуре 285 °С :а) SEM-изображение; б) темнопольное ПЭМ изображение

Средний размер фаз типа TiC/Ti(C,N) в образцах, облученных до 14-16 сна, составил 25-30 нм, а объемная плотность –  $(2,2-2,5) \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ , тогда как для образцов, облученных до 43 сна средний размер карбидных фаз составил 11,8 нм, а объемная плотность –  $38 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ .



#### 1.4.1.4 Локализованное деформирование

Основные механизмы деформации в облученных аустенитных сталях: скольжение дислокаций при высоких температурах и образование двойников – при низких температурах. Образование линий скольжения является доминантным при температуре  $\sim 300$  °С. Мода деформации меняется с гомогенной у необлученных сталей, на гетерогенную планарную у облученных сталей. Такое изменение происходит, благодаря образованию дислокационных каналов, в которых движущаяся дислокация «перерезает» дислокационные петли Франка, являющимися слабыми барьерами для дислокаций, после чего происходит движение последующих дислокаций по этому каналу [5]. При такой деформационной моде большая часть пластической деформации концентрируется в таких каналах. Это явление получило название локализации деформирования (или канального деформирования). На рисунке 1.18 показан пример таких дислокационных каналов в ХД316 стали, облученной в реакторе PWR и медленно деформированной до 3 % при 320 °С [5]. Ширина дислокационных каналов составляет 20-100 нм, а напряжение в канале, по оценкам, может превышать 100 %.

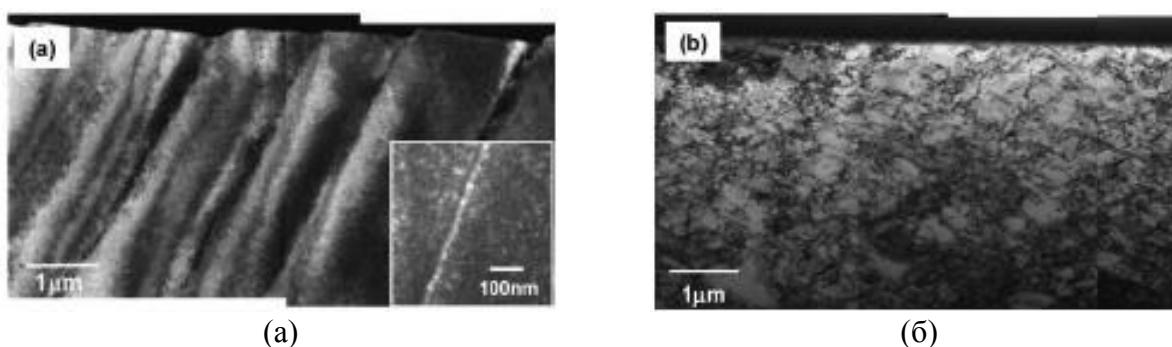


Рисунок 1.18 – Деформационная микроструктура ХД316 стали, медленно деформированной до 3 % при 320 °С [5]. (а) сталь облучена в реакторе PWR до повреждающей дозы 35 сна, видны линии скольжения и ступеньки, образовавшиеся в результате движения дислокаций; (б) необлученная сталь, видна ячеистая сеть дислокаций

Двойники деформации могут образовываться при комнатной температуре и ниже, либо при очень высоких скоростях деформации.

Дислокационные каналы заканчиваются на границах зерен или свободных поверхностях. Взаимодействие канала и границы зерна приводит к концентрации напряжений в месте пересечения дислокационного канала и границы зерна. Существует три вида взаимодействия дислокационного канала и границы зерна, которые показаны на рисунке 1.19 [5].

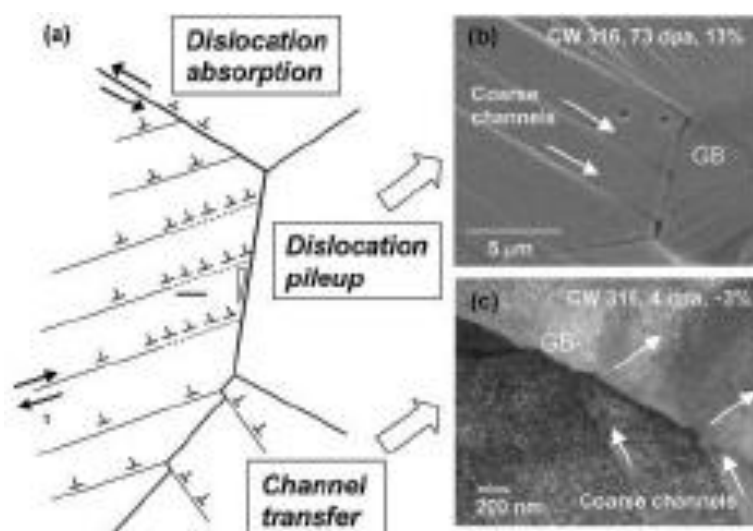


Рисунок 1.19 – Схема, иллюстрирующая три вида взаимодействия дислокационного канала и границы зерна (а); СЭМ изображение ХД316 стали после медленного деформирования до 13 % при 320 °С, демонстрирующее скопление дислокаций на границе зерна (b); ПЭМ изображение ХД316 стали после медленного деформирования до 3 % при 320 °С, демонстрирующее переход дислокации из одного зерна в другое (с)

Переход дислокации через границу из одного зерна в другое возможен, когда разориентировка между основными плоскостями скольжения в соседних зернах невелика. Такой процесс приводит к появлению ступеньки на границе зерна (рисунок 1.19 в). Поглощение дислокации границей зерна приводит к межзеренному проскальзыванию. В случае, когда невозможен переход дислокаций из одного зерна в соседнее, возникает скопление дислокаций вблизи границы (рисунок 1.19 б), что приводит к появлению высоких напряжений в месте пересечения дислокационного канала и границы зерна, что в свою очередь может привести к появлению микротрещин на границе зерен.

На деформационную моду оказывают влияние химический состав стали, условия облучения, энергия дефектов упаковки. Было показано, что чем ниже энергия дефекта упаковки в стали, тем выше степень локализации деформирования [5].

Рассмотрим теперь, каким образом все вышеперечисленные явления, происходящие в хромо-никелевых аустенитных сталях под воздействием облучения, сказываются на изменении их эксплуатационных характеристик, а также рассмотрим механизмы их повреждения.

#### 1.4.2 Образование пор и радиационное распухание

Под порами понимается трехмерный кластер вакансий, который в некоторых случаях может быть заполнен газом (водородом или гелием, образующимся в результате ядерных реакций нейтронов с ядрами элементов конструкционных материалов). Газ в газонаполненных порах создает давление, стабилизирующее пору. Поры, не содержащие газ, стабилизируются,

благодаря потоку вакансий. Под действием нейтронного облучения происходит постоянное образование вакансий и межузельных атомов, которые обладают разной подвижностью. Скорость диффузии межузельных атомов выше чем вакансий, поэтому межузельные атомы преимущественно мигрируют к существующим в материале стокам, а вакансии объединяются в кластеры и служат зародышами пор. Из-за образования в материале вакансионных пор, происходит увеличение объема материала – явление, названное радиационным распуханием.

Кинетика и величина распухания зависит от множества факторов: композиции материала, предварительной термо-механической обработкой материала, условий облучения (температура, величина повреждающей дозы и скорость ее набора), напряженно-деформированного состояния и т.д. По данным различных исследований зависимость распухания  $S$  от повреждающей дозы  $D$  имеет степенной характер вида  $S \sim D^n$ , где  $n=1 \div 2$  [25-29], при этом максимальная скорость распухания может достигать 1 %/сна [30, 31] (рисунок 1.20).

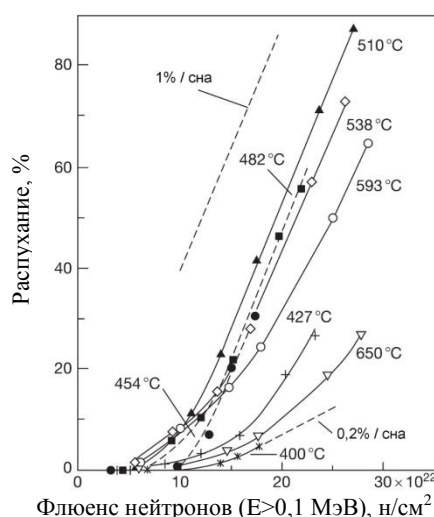


Рисунок 1.20 – Влияние дозы нейтронного облучения на радиационное распухание стали AISI CW316, облученной в реакторе EBR II при различных температурах [30, 31]

Радиационное распухание достаточно сильно зависит от температуры облучения, и эта зависимость часто имеет выраженный максимум [28, 29], а для некоторых композиций аустенитных сталей (в частности, для стали AISI 316) имеется несколько максимумов [32, 33]. Для основного материала ВКУ реакторов типа ВВЭР-440 и ВВЭР-1000, стали 08X18H10T, температура максимума радиационного распухания при условиях облучения, соответствующих условиям эксплуатации ВКУ, составляет 470 °C [28], однако значимое распухание при относительно невысоких дозах наблюдается уже при температурах 370÷400 °C [28, 29]. Как было отмечено ранее, такой уровень температур может достигаться в толстостенных элементах ВКУ за счет  $\gamma$ -разогрева.

Предварительная пластическая деформация подавляет распухание, что связано с увеличением плотности дислокаций, которые являются стоками для вакансий и межузельных атомов, образующихся в результате облучения [28].

За счет неоднородности облучения и температур в элементах ВКУ распухание также неоднородно, что приводит к возникновению напряжений. Экспериментальные исследования влияния напряжений на распухание, проводимые путем облучения газонаполненных трубок под давлением, показали ускорение распухания под действием растягивающих напряжений [32, 34-39].

В работе [29] было показано, что на распухание влияет как гидростатическая компонента напряжений ( $\sigma_m$ ), так и интенсивность напряжений ( $\sigma_{eq}$ ), то есть параметр, контролирующий касательные напряжения. Вклады этих компонентов в распухание – различны.

При распухании  $S < S^* \approx 1$  % концентрация пор возрастает, при этом средний диаметр пор практически не изменяется. Основной вклад в распухание вносит зарождение пор. Процесс зарождения пор ускоряется под действием касательных напряжений ( $\sigma_{eq}$ ). Действие касательных напряжений приводит к активации движения дислокаций и формированию дислокационных скоплений. Если дислокационное скопление локализовано у частицы второй фазы с низкой прочностью связи с матрицей, то здесь может зародиться пора вследствие разрушения этой связи. Таким образом, действие касательных напряжений приводит к увеличению концентрации пор [29].

При распухании  $S > S^* \approx 1$  % концентрация пор остается постоянной или уменьшается, при этом средний диаметр пор увеличивается. Постоянная концентрация пор связана с двумя процессами: зарождением и объединением пор. То есть, основной вклад в распухание вносит увеличение диаметра пор. Рост пор ускоряется под действием гидростатического напряжения ( $\sigma_m$ ). Зарождение пор вносит меньший вклад в распухание. Зависимости среднего размера пор и концентрации пор от распухания для стали 16Cr-15Ni-3Mo-Nb, облученной в реакторе БОР-60 при температурах 350-450 °С до различных повреждающих доз показаны на рисунке 1.21 [40].

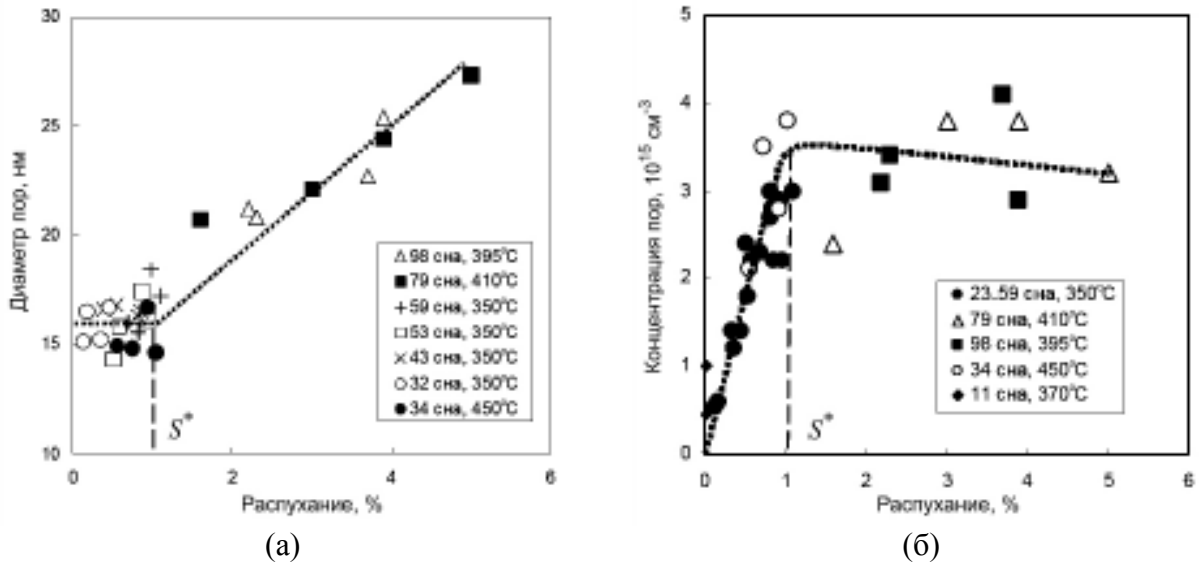


Рисунок 1.21 – Зависимость среднего размера пор (а) и концентрации пор (б) от распухания для стали 16Cr-15Ni-3Mo-Nb, облученной в реакторе БОР-60 при температурах 350-450 °С [40]

Распуханию подвержены как аустенитные стали с ГЦК решеткой, так и ферритные стали с ОЦК решеткой. Однако если для первых инкубационный период относительно невелик и не превышает 10 сна для материалов в отожженном состоянии [30, 31, 41], то распухание ферритных сталей начинается при дозах свыше 100 сна [31]. Зависимости распухания от повреждающей дозы для разных сталей, облученных в диапазоне температур 400-500 °С показаны на рисунке 1.22 [12].

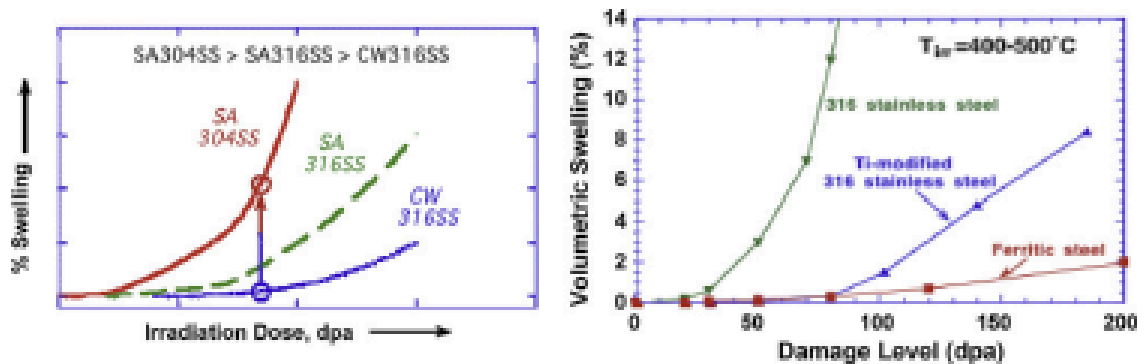


Рисунок 1.22 – Зависимости распухания от повреждающей дозы для разных сталей, облученных в диапазоне температур 400-500 °С

Из рисунка 1.22 видно, что увеличение устойчивости к распуханию растет при переходе от SA304 к SA316 и к CW316, а также при переходе от SS316 к SS316, стабилизированной титаном и к ферритной стали.

При низкой скорости накопления повреждений распухание наблюдается даже при низких температурах. Так, в [8, 42] изучалось распухание в трех различных участках по длине

болта из ХД316 стали, облученного в реакторе PWR при температурах 320-340 °С. ПЭМ изображения этих трех участков показана на рисунке 1.23.

Из рисунка 1.23 видно, что распухание сильно зависит от температуры, особенно при низких скоростях набора повреждающей дозы.

Сходные результаты были получены для стали 08X18H10T, облученной до повреждающих доз 15-43 сна в реакторе ВВЭР-440 при температурах 285-315 °С [11]. Для исследованных фрагментов также характерен относительно низкий темп накопления повреждений (менее  $10^{-7}$  сна/с). Параметры пор в исследованных фрагментах приведены в таблице 1.1, а ПЭМ-изображения пор в образцах из этих фрагментов показаны на рисунке 1.24.

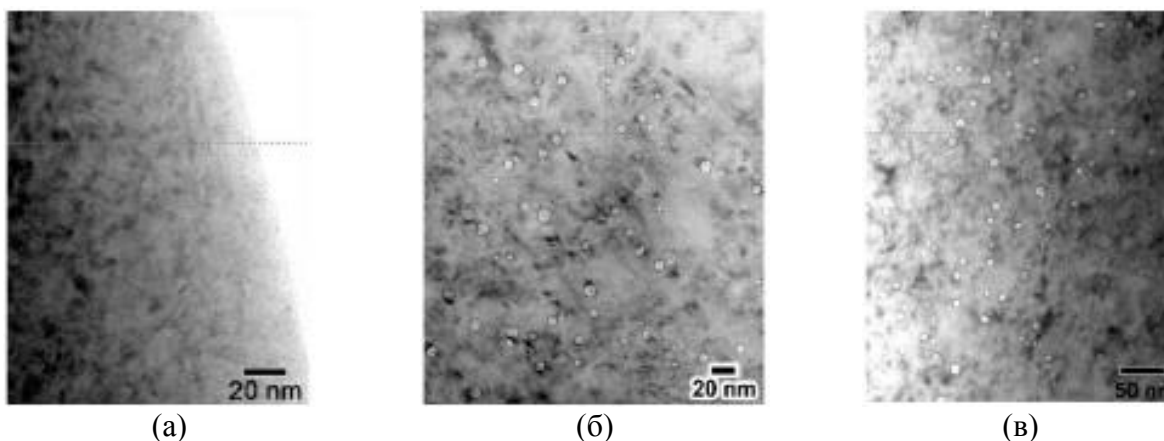
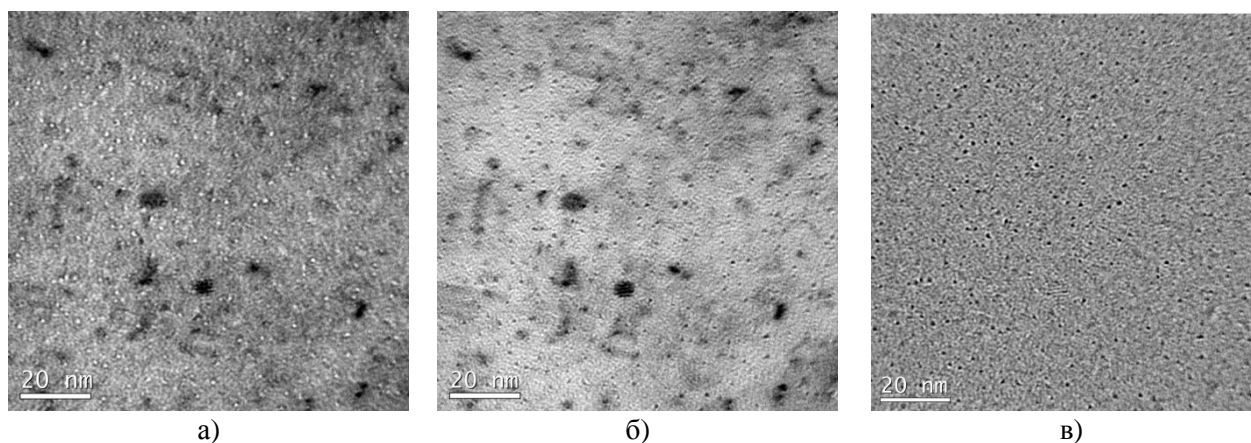


Рисунок 1.23 – ПЭМ изображения трех участков болта из ХД316 стали, облученных до повреждающей дозы 19,5 сна при 320 °С (распухание <0,01 %) (а); до повреждающей дозы 12,5 сна при 343 °С (распухание 0,2 %) (б); до повреждающей дозы 7,5 сна при 333 °С (распухание 0,2 %) (в)

Таблица 1.1 – Параметры пор в исследованных фрагментах стали 08X18H10T, облученной до повреждающих доз 15-43 сна в реакторе ВВЭР-440 при температурах 285-315 °С

№ фрагмента	$D$ , сна	$T_{обл}$ , °С	$d$ , нм	$\rho$ , $10^{23} \text{ м}^{-3}$	распухание, %
1	43,0	~ 285	$0,75 \pm 0,02$	$11 \pm 2$	$0,015 \pm 0,003$
2	14,4	~ 295	$0,79 \pm 0,02$	$6,1 \pm 1,5$	$0,014 \pm 0,004$
3	15,6	~ 315	$(1,57 \pm 0,03)^*$	$(0,37 \pm 0,07)^*$	$(0,008 \pm 0,002)^*$
3	15,6	~ 315	$(6,6 \pm 0,4)^{**}$	$(0,07 \pm 0,014)^{**}$	$(0,19 \pm 0,04)^{**}$



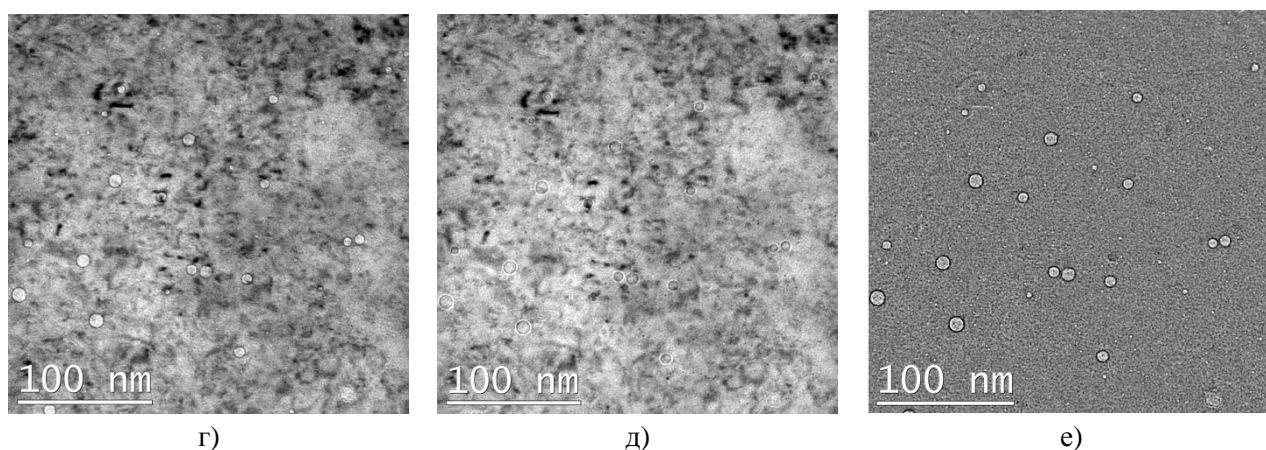


Рисунок 1.24 – ПЭМ-изображения пор в образцах из фрагментов стали 08X18H10T, облученной до повреждающих доз 15-43 сна в реакторе ВВЭР-440 при температурах 285-315 °С.: №1 (а-в) и №3 (г-е): светлопольные изображения с недофокусировкой (а, г) и перефокусировкой (б, д) а также изображения (в, е), полученные вычитанием изображений (а-б) и (г-д), соответственно, с предварительной коррекцией дрейфа с использованием кросс-коррекции [11]

Из таблицы 1.1 и рисунка 1.24 видно, что для фрагмента №3, несмотря на сравнительно малую повреждающую дозу, имеет место наличие двух систем пор разного размера, а набухание более чем на порядок выше, чем для фрагмента №2, имеющего идентичную дозу, но несколько меньшую температуру облучения.

Наличие двух систем пор для фрагмента №3 («крупных» и «мелких»), вероятно, связано со следующими обстоятельствами. При более низкой температуре увеличение набухания материала происходит преимущественно за счет увеличения концентрации пор, в то время как рост вакансионных пор практически отсутствует. Такая тенденция характерна при малых значениях набухания. При более высокой температуре и дозах свыше 15 сна, по-видимому, наступает стадия набухания материала, при которой начинается рост вакансионных пор и поэтому плотность «мелких» пор начинает уменьшаться за счет их роста и возникает популяция более «крупных» пор [11].

### 1.4.3 Охрупчивание материала ВКУ

#### 1.4.3.1 Охрупчивание, обусловленное упрочнением

Радиационно-индуцированные точечные дефекты, дислокации и дислокационные петли Франка, преципитаты, вторичные фазы, РИС, вакансионные поры и пузырьки гелия могут способствовать закреплению на них движущихся дислокаций и служить препятствиями для их движения. Все это приводит к упрочнению материала. Это означает, что происходит

увеличение предела текучести  $\sigma_{0,2}$  и предела прочности  $\sigma_B$ , а также снижение пластичности и трещиностойкости.

При температурах облучения 300-400 °С изменение предела прочности и предела текучести достигает насыщения при повреждающей дозе  $\sim 10$ сна. Зависимости приращения предела текучести и предела прочности для хромо-никелевых аустенитных сталей от повреждающей дозы (флюенса) показаны на рисунках 1.25 и 1.26 [30, 43].

На рисунке 1.27 приведена зависимость предела текучести от повреждающей дозы для стали X18H10T с различным содержанием углерода: 0,06 % и 0,11 % (обозначена на графике НС) [44].

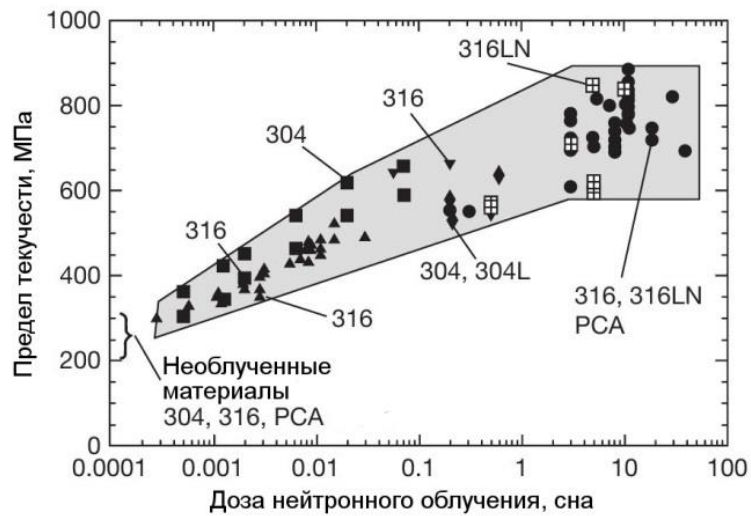


Рисунок 1.25 – Зависимость предела текучести от дозы нейтронного облучения для аустенитных сталей типа AISI 304, AISI 316 и PCA, облученных в реакторах LWR при температурах 280÷330 °С [30]

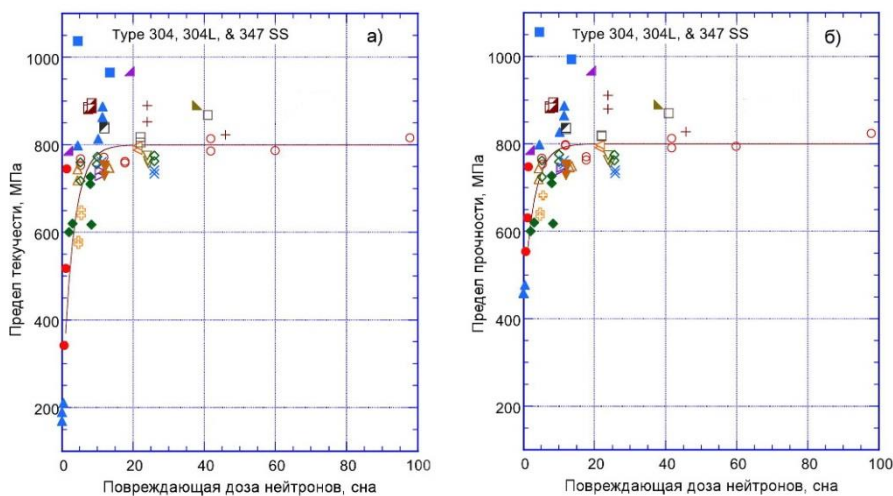


Рисунок 1.26 – Зависимость предела текучести (а) и предела прочности (б) аустенитных сталей типа AISI 304, AISI 304L (аналог стали типа X18H9) и AISI 347 от дозы нейтронного облучения при температурах 270÷380 °С [45]



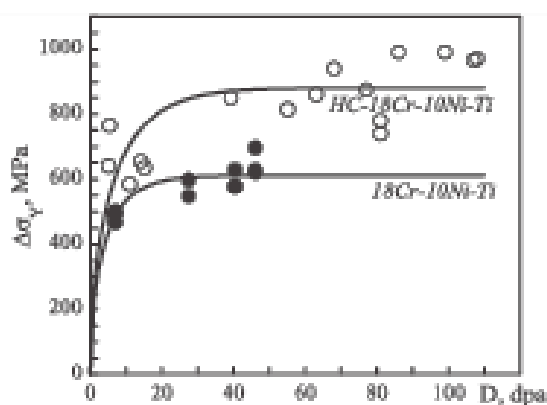


Рисунок 1.27 – Зависимость предела текучести от повреждающей дозы для стали X18Ni10T с различным содержанием углерода: 0,06 % и 0,11 % (обозначена на графике HC). Температура облучения для стали с низким содержанием углерода – 320-340 °С, температура испытаний – 290-350 °С. Температура облучения для стали с высоким содержанием углерода такая же как и температура испытаний – 320-360 °С

Зависимость приращения предела прочности от повреждающей дозы для стали X18Ni10T приведена на рисунке 1.28 [44].

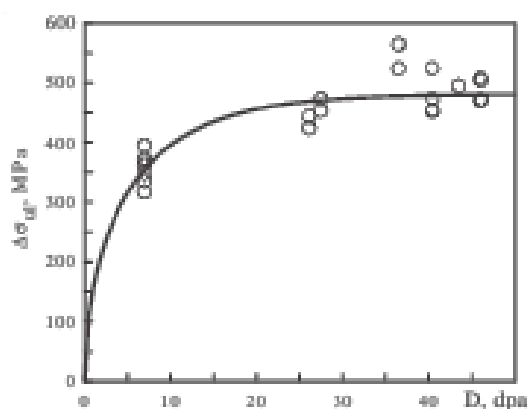


Рисунок 1.28 – Зависимость приращения предела прочности от повреждающей дозы. Температура облучения – 320-340 °С, температура испытаний – 80-350 °С

Температурные зависимости предела текучести и предела прочности для стали X18Ni10T в исходном (необлученном) состоянии и в облученном состоянии для разных повреждающих доз приведены на рисунке 1.29 [44].

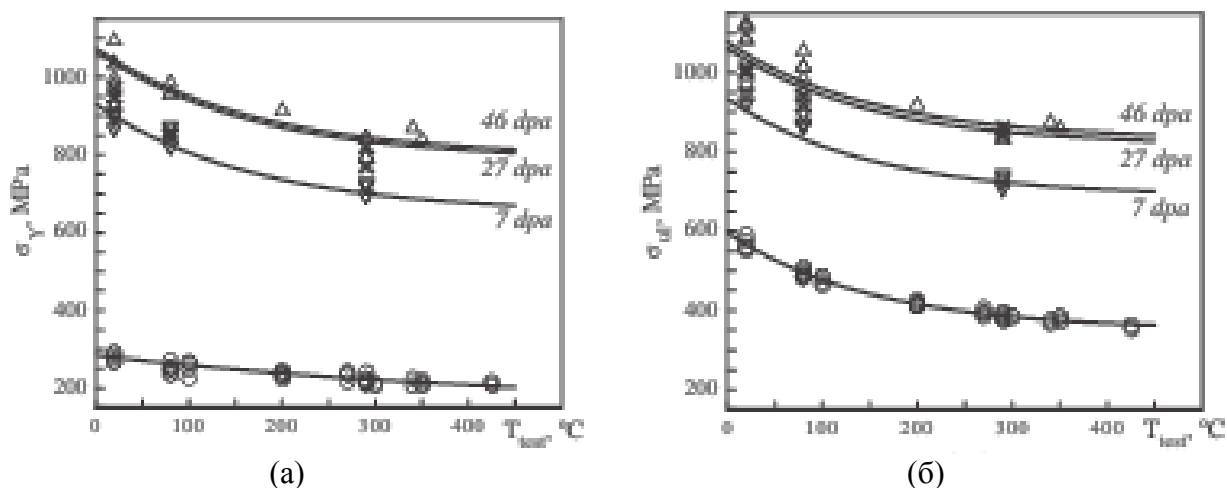


Рисунок 1.29 – Температурные зависимости предела текучести (а) и предела прочности (б) для стали X18H10T в исходном (необлученном) состоянии и в облученном состоянии для разных повреждающих доз

Таким образом, степень радиационного упрочнения аустенитных нержавеющей сталей зависит от набранной повреждающей дозы и температуры облучения.

При упрочнении происходит повышение предела текучести. Поскольку зарождение пор происходит только при наличии пластической деформации, то в облученном материале это зарождение будет происходить при более высоких напряжениях. Скорость зарождения пор зависит от темпа пластического деформирования и от напряжения [155]. Поэтому при одном и том же темпе пластической деформации в облученном материале поры будут зарождаться быстрее. Как известно, облучение приводит к падению деформационного упрочнения материала, что выражается в первую очередь в значим уменьшении  $\delta_p$  и сближении предела текучести и предела прочности [43, 44, 52, 53]. Согласно [155], чем меньше деформационное упрочнение материала и выше предел текучести, тем раньше наступает нестабильный рост пор. Таким образом, при облучении происходит быстрое зарождение пор и более ранее их объединение. В результате, деформация, соответствующая вязкому разрушению в облученном материале, становится значительно меньше, чем в необлученном. Данный механизм является основным охрупчивающим механизмом в случае, если нейтронное облучение не сопровождается набуханием.

Также происходит снижение таких характеристик как полное относительное удлинение  $\delta_5$ , сужение в шейке при разрыве образца  $\psi$ , определяемые при одноосном растяжении образцов. Происходит снижение статической трещиностойкости материала. [45, 54, 55]. Пример снижения статической трещиностойкости облученных аустенитных сталей [45, 54, 55] приведен на рис. 1.30. Зависимость снижения трещиностойкости от повреждающей дозы нейтронов в отсутствие набухания выходит на насыщение уже при  $5 \div 10$  сна, при этом трещиностойкость снижается относительно исходного необлученного состояния в  $7 \div 10$  раз [45, 54, 55].

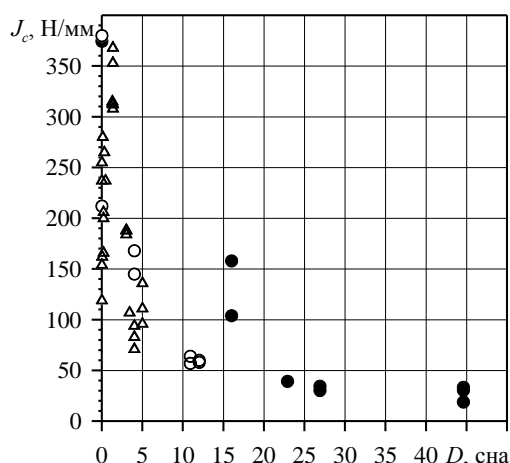


Рисунок 1.30 – Влияние дозы нейтронного облучения  $D$  на трещиностойкость  $J_c$  аустенитных хромоникелевых сталей, испытанных при  $T_{исп} \approx T_{обл} \approx 350$  °С [54]: ● – данные для стали 08X18H10T; ○ – для стали X18H9; ▲ – для сталей серии AISI 300

#### 1.4.3.2 Охрупчивание, обусловленное распуханием

Для основного материала ВКУ реакторов типа ВВЭР, стали 08X18H10T, температура максимума радиационного распухания при условиях облучения, соответствующих условиям эксплуатации ВКУ, составляет 470 °С [28], однако значимое распухание при относительно невысоких дозах наблюдается уже при температурах 370÷400 °С [28]. Такой уровень температур может достигаться в толстостенных элементах ВКУ за счет  $\gamma$ -разогрева. Распухание для материала ВКУ реакторов типа PWR, 304 и 316 сталей достигает максимума при температуре облучения 420-470 °С [28, 45, 50, 51].

Известно, что облучение аустенитных сталей в температурном диапазоне максимума радиационного распухания приводит к их сильному охрупчиванию [43], то есть снижению характеристик пластичности и трещиностойкости.

На рисунке 1.31 показано, как распухание влияет на трещиностойкость облученной стали X18H10T [56]. В этой работе изучаются сборка бокового экрана БМ-7, облученная в реакторе БОР-60 до повреждающих доз 30-46 сна при температурах 320-450 °С, а также сборка бокового экрана Э-65, облученная в реакторе БОР-60 до повреждающих доз 100-150 сна при температурах 320-370 °С.

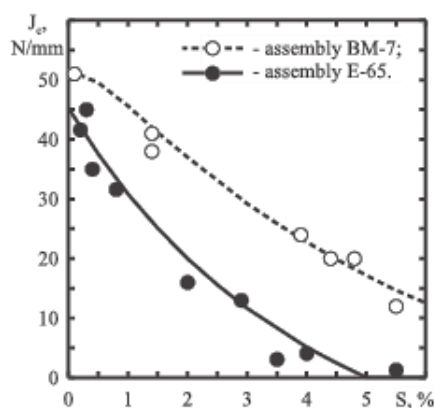


Рисунок 1.31 – Зависимость трещиностойкости от распухания для стали X18H10T, облученной в реакторе БОР-60 (BM-7 30-45 сна при 320-450 °С, Э-65 100-150 сна при 320-370 °С)

Влияние распухания на пластичность (деформацию разрушения  $\varepsilon_f = -\ln(1-\psi)$ ) для гладких образцов на растяжение и для образцов на растяжение с кольцевым надрезом, изготовленных из материала сборки БМ-7 и Э-65, приведено на рисунке 1.32.

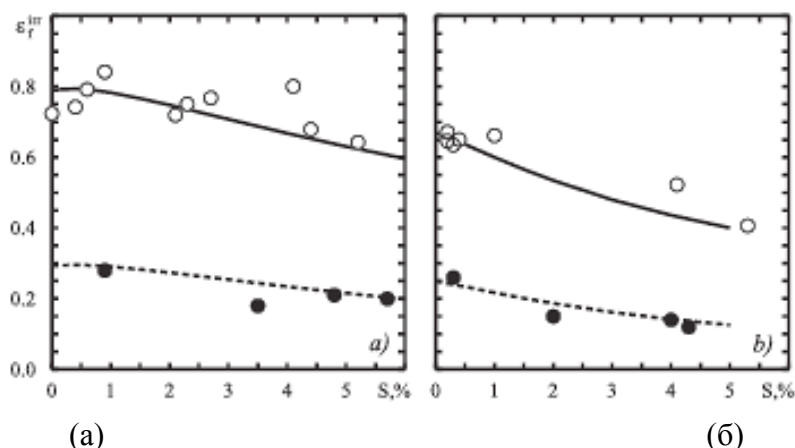


Рисунок 1.32 – Зависимость деформации разрушения от распухания для гладких образцов на растяжение (○) и для образцов на растяжение с кольцевым надрезом (●). (а) – БМ-7, ○ – 30-46 сна; ● – 35-46 сна; (б) – материал сборки Э-65, ○ – 110-150 сна; ● – 90-145 сна

В работе [56] было показано, что радиационное распухание приводит к уменьшению деформации разрушения, а также к уменьшению вязкости разрушения  $J_c$ . Вязкость разрушения снижается значительно сильнее по сравнению с деформацией разрушения. Например, для распухания  $S=5\%$  деформация разрушения уменьшается менее чем в два раза, тогда как вязкость разрушения уменьшается почти в 30 раз.

Влияние распухания на деформацию разрушения связано с вкладом вакансионных пор в процесс разрушения и зависит от скорости роста вакансионных пор в процессе пластической деформации, что определяется характером пластического течения (гомогенным или локализованным), а также трехосностью напряженного состояния. Влияние распухания на вязкость разрушения определяется как уменьшением деформации разрушения у вершины трещины, за счет роста вакансионных пор, так и уменьшением размера зоны процесса  $r_f$ .

Физическая причина уменьшения размера зоны процесса  $r_f$  с увеличением распухания заключается в изменении механизма разрушения и переходе от классического вязкого механизма (когда разрушение происходит за счет объединения и зарождения пор на включениях) к разрушению по механизму объединения вакансионных пор.

Когда распухание мало, вязкое разрушение исследуемой аустенитной стали, облученной до 150 сна, происходит по классическому механизму зарождения, роста и объединения деформационных пор. Для такого случая размер зоны процесса  $r_f$  определяется расстоянием между деформационными порами, то есть расстоянием между включениями, на которых формируются эти поры.

Для высоких уровней распухания, когда разрушение полностью контролируется ростом и объединением вакансионных пор, поверхность разрушения представляет собой нанопористый излом, и размер зоны процесса  $r_f$  достигает наименьшего значения, определяемого расстоянием между вакансионными порами.

#### 1.4.3.3 Охрупчивание за счет $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения

Как уже было сказано выше, в облученных аустенитных сталях происходит образование новых радиационно-индуцированных фаз, при этом матрица с ГЦК решеткой может оказаться нестабильной и частично трансформироваться в  $\alpha$ -феррит с ОЦК решеткой.

В [21] было показано, что  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение происходит в 304L и 316 сталях, облученных в реакторе EBR-II. Также подобное превращение происходит в стали Fe-12Cr-15Ni, облученной в реакторе EBR-II при температурах 400-650 °С. ПЭМ изображения  $\gamma \rightarrow \alpha$  перехода в этой стали показано на рисунке 1.33.

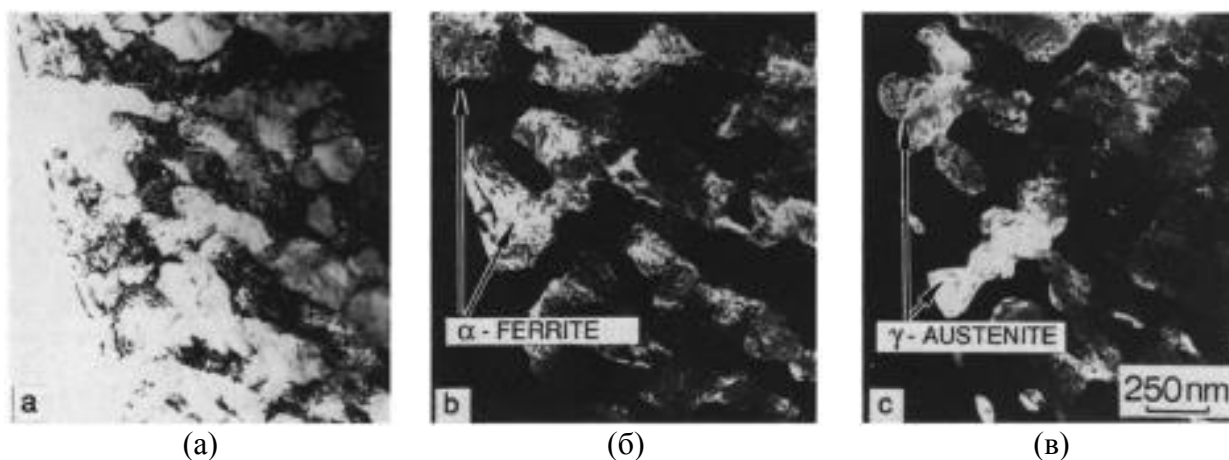


Рисунок 1.33 – ПЭМ изображения  $\gamma \rightarrow \alpha$  перехода в стали Fe-12Cr-15Ni (содержащей 0,95 % Si), облученной в реакторе EBR-II при температуре 575 °С: (а) – светлопольное изображение; (б) –  $\alpha$ -феррит, темнопольное изображение; (в) –  $\gamma$ -аустенит, темнопольное изображение

$\gamma \rightarrow \alpha$  превращение чувствительно к химическому составу стали, предварительной обработке стали и условиям облучения.  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение с большей вероятностью происходит в аустенизированных, а не в холоднодеформированных сталях. В аустенизированной стали Fe-12Cr-15Ni доля  $\gamma \rightarrow \alpha$  перехода возрастает с увеличением содержания в стали Si и/или Ti [21]. В этой стали с 0,95 % Si при температуре облучения 600-650 °C  $\alpha$ -фаза образует узкие прослойки вдоль границ зерен, а при температуре облучения 575 °C и ниже в матрице образуются чередующиеся области  $\gamma$ - и  $\alpha$ -фаз (рисунок 1.33).

Как уже было сказано выше, под действием облучения может происходить обеднение аустенитной матрицы  $\gamma$ -стабилизаторами, такими как C и Ni, вследствие образования карбидов и сегрегации Ni к границам зерен и вакансионным порам, обуславливающим распухание. Из-за малого содержания C в материале, основной причиной  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в матрице является именно ее обеднение никелем. На рисунке 1.34 показано, что  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращение могут претерпевать целые зерна аустенитного материала, при этом  $\gamma$ -фаза, обогащенная никелем, остается только в виде небольших оболочек вокруг вакансионных пор [57, 58].

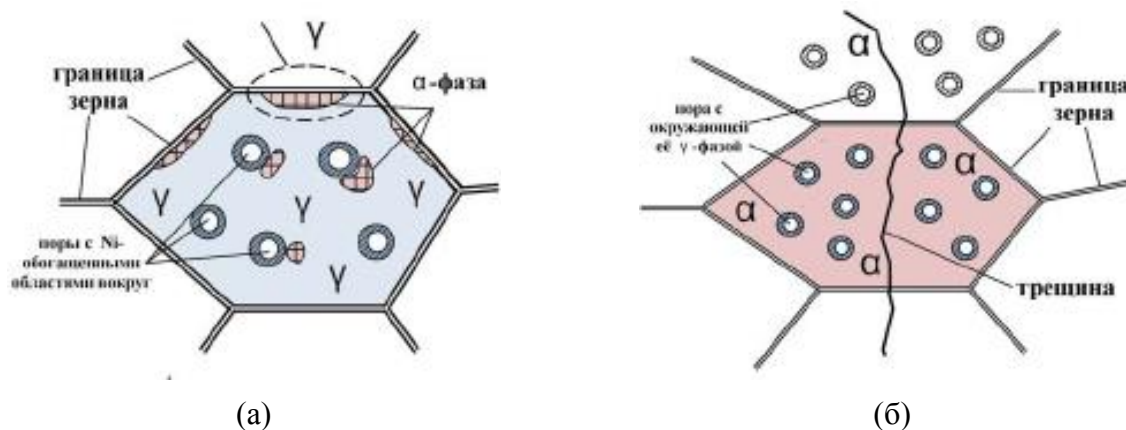


Рисунок 1.34 –  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение в зерне. (а) – частичное; (б) – полное

Образованная  $\alpha$ -фаза, ввиду своей потенциальной способности разрушаться хрупко, может достаточно сильно влиять на охрупчивание облученного аустенитного материала вплоть до реализации в нем хрупко-вязкого перехода как в ОЦК материалах.

Таким образом, были проанализированы основные процессы, происходящие в хромо-никелевых аустенитных нержавеющей сталях под действием облучения. В дальнейшем будет показано, что деградация материала под действием нейтронного облучения приводит к повышению чувствительности аустенитных сталей в водной среде теплоносителя первого контура реакторов ВВЭР. Рассмотрим основные закономерности КРН аустенитных нержавеющей сталей.

#### 1.4.4 Формоизменение элементов ВКУ. Распухание и радиационная ползучесть

В [59-62] показано, что в облучаемых аустенитных сталях происходят процессы радиационной ползучести.

Явление ползучести материала (деформация материала, возникающая под действием постоянных напряжений ниже предела текучести) обычно наблюдается при повышенных температурах порядка 40-80 % от температуры плавления материала. Физический механизм ползучести, особенно при высоких температурах, имеет преимущественно диффузионную природу [63]. Всё многообразие элементарных процессов необратимой пластической деформации, приводящих к ползучести, можно условно разделить на процессы, осуществляемые движением дислокаций, и процессы, обусловленные диффузией.

Под действием облучения ползучесть материала может протекать при более низких температурах, чем у необлученных материалов. Это связано с тем, что при облучении происходит постоянное образование вакансий и межузельных атомов, и происходит взаимодействие движущихся дислокаций с потоком точечных дефектов. Радиационная ползучесть подобна диффузионной, она обусловлена направленным движением вакансий и межузельных атомов.

Явление радиационной ползучести напрямую связано с межзеренным проскальзыванием. В процессе диффузии атомов и вакансий происходит аккомодация изменений формы зерна [64]. Соответственно, происходит межзеренное проскальзывание, приводящее к возникновению таких зернограничных повреждений как образование линзообразных диффузионных пор и клиновидных трещин на тройных стыках зерен [59, 65]. Таким образом, наличие межзеренного проскальзывания может привести к появлению межзеренных микротрещин.

Радиационная ползучесть, реализующаяся в выгородке, способствует частичной релаксации возникающих напряжений, и как результат, вместе с радиационным распуханием может приводить к значительному формоизменению колец выгородки [66].

До недавнего времени отсутствовали какие-либо экспериментальные исследования процесса радиационного распухания выгородки ВКУ ВВЭР-1000. В 2012 году в рамках научно-исследовательских работ по обоснованию продления срока службы ВКУ ВВЭР-1000 до 60 лет по заданию ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» в ОАО «Диаконт» была разработана уникальная установка, позволяющая проводить измерение геометрии внутренней поверхности выгородки на действующем реакторе ВВЭР-1000 [66]. По результатам первых измерений, проведенных на 3-м блоке Балаковской АЭС, было установлено значимое изменение геометрических размеров колец выгородки, расположенных напротив центра активной зоны по сравнению с проектными

размерами и размерами нижнего и верхнего колец выгородки, интенсивность нейтронного облучения которых гораздо слабее. Более того, проведенные измерения качественно и количественно подтвердили результаты расчета изменения геометрии выгородки, проведенного ОКБ «ГИДРОПРЕСС» с использованием зависимостей для прогнозирования радиационного распухания и радиационной ползучести, разработанных ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» и представленных в РД ЭО 1.1.2.99.0944-2013 (рисунок 1.35) [29, 67]. Исходя из этих расчетов, радиационное распухание выгородки может привести к нарушению нормальной эксплуатации реактора вследствие выборки зазора между внутренней поверхностью выгородки и тепловыделяющими сборками через 55 лет после эксплуатации [66].

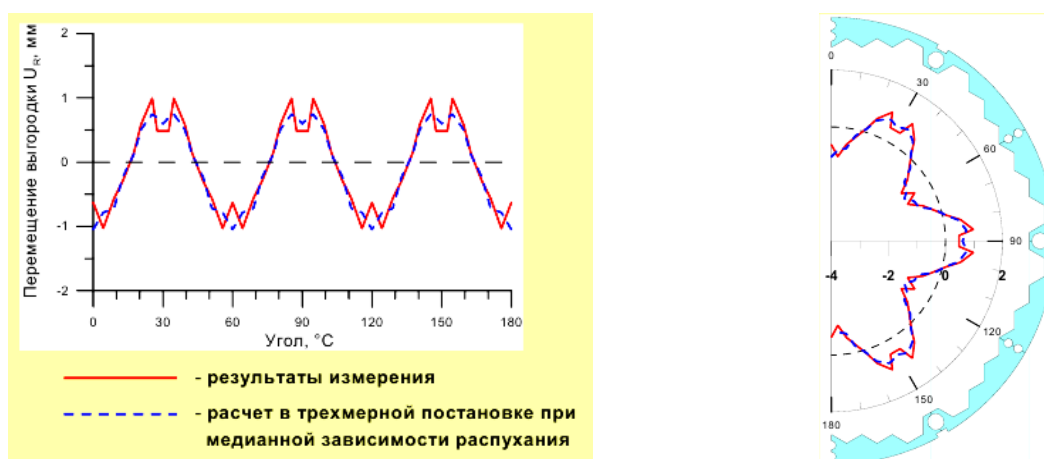


Рисунок 1.35 – Сопоставление расчета и измерения формоизменения выгородки за счет радиационного распухания и ползучести

#### 1.4.5 КРН и случаи повреждения ВКУ

Экспериментальные исследования [5, 68-73] показывают, что под воздействием нейтронного облучения аустенитные стали в водной среде ВВЭР становятся склонными к межкристаллитному коррозионному растрескиванию (МККР). Это явление получило название коррозионного растрескивания под напряжением, стимулированного облучением (СОКРН, irradiation assisted stress corrosion cracking – IASCC).

Основным известным повреждением ВКУ PWR в процессе эксплуатации является повреждение болтов, скрепляющих различные элементы ВКУ, например, выгородку и сегменты, образующие выгородку (в зарубежных реакторах под давлением – PWR) или корзину и экран (в ВВЭР-440). В основном, все случаи повреждения ВКУ относятся к зарубежным реакторам типа PWR. Для реакторов типа ВВЭР-440 был найден единственный пример подобного повреждения.

В работе [74, 75] было показано, что через 31 год эксплуатации реактора ВВЭР-440 (Ловиса) после проведения неразрушающего контроля (ультразвукового) было заменено



несколько болтов, скрепляющих корзину и экран. Болты М12х29 мм были изготовлены из стали 08Х18Н10Т после аустенизации. Для того чтобы они не откручивались в процессе эксплуатации, их головки закрепляли с помощью сварки. Один из болтов, данные для которого приводятся ниже, по-видимому, был приварен не под прямым углом к корзине. Остаточные напряжения, возникшие в результате сварки, также внесли вклад в последующее разрушение болтов. Схема крепления показана на рисунке 1.36.

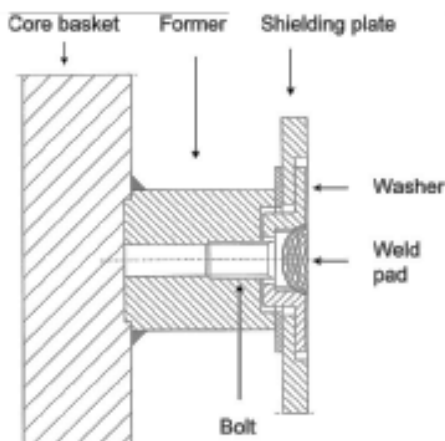


Рисунок 1.36 – Схема крепления корзины и экрана при помощи болтов М12х29 мм

На рисунке 1.37 показано разрушение болта в нескольких местах, которое произошло по хрупкому межзеренному механизму в результате СОКРН [74, 75]. Болт был облучен до повреждающей дозы 2,9 сна ( $1,9 \times 10^{21}$  н/см<sup>2</sup>) в течение 31 года и находился в теплоносителе первого контура реактора ВВЭР-440.

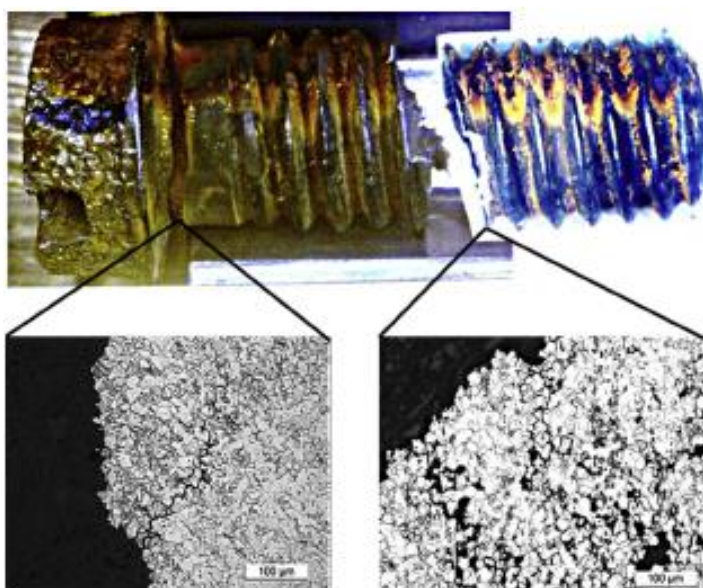


Рисунок 1.37 – Оптическая фотография хрупкого межзеренного разрушения болта, скрепляющего корзину и экран, и облученного до повреждающей дозы 2,9 сна в теплоносителе первого контура реактора ВВЭР-440 в течение 31 года

В процессе исследований авторы [74, 75] предположили, что причиной разрушения болта стало сочетание нескольких факторов. Во-первых, это напряжения, действовавшие на болт, в результате закручивания, в процессе эксплуатации и остаточные напряжения после сварки; во-вторых, это перераспределение элементов на границах зерен – произошло обеднение границ зерен хромом и обогащение кремнием и фосфором; в третьих, произошло упрочнение материала болта за счет образования дислокационных петель под действием облучения. Все эти факторы в сочетании с действием водной среды первого контура, привели к разрушению болта по механизму СОКРН. По нашему мнению неправильно выполненная сварка привела к изгибу болта и возникновению дополнительных напряжений. Также свой вклад могло внести распухание, неравномерное по длине болта. В дальнейшем будет показано, что обеднение границ зерен хромом в облученной стали 08X18H10T не приводит к КРН в среде теплоносителя первого контура с низким содержанием кислорода.

Известно гораздо больше случаев повреждения болтов крепления выгородки к сегментам, формирующим выгородку, в американских и европейских реакторах типа PWR. Схема крепления выгородки (baffle) к корзине (core barrel) реактора типа PWR показана на рисунке 1.38 [76].

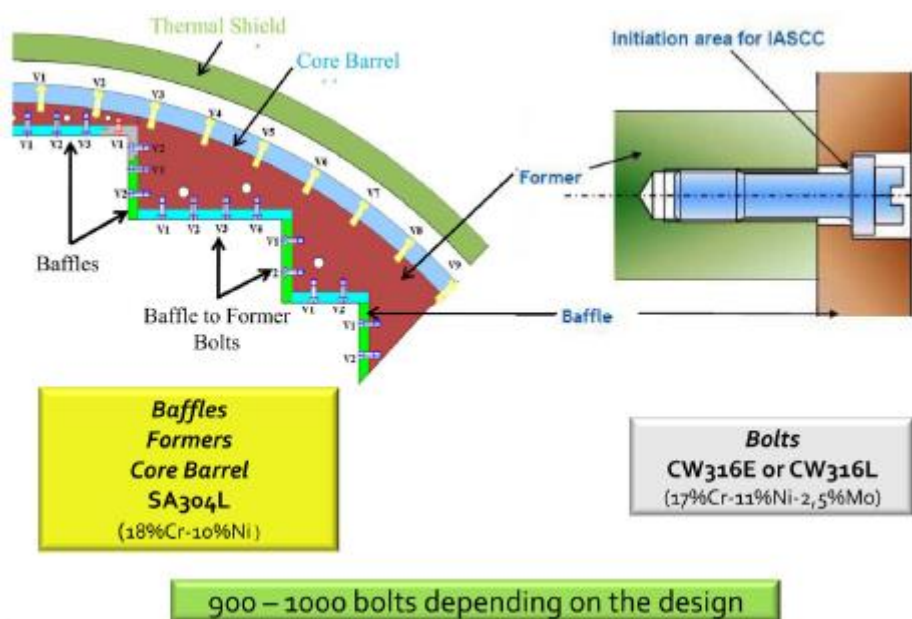


Рисунок 1.38 – Схема крепления выгородки (baffle) к корзине (core barrel) реактора типа PWR

Болты в реакторах PWR конструкции Westinghouse и схожих с ней изготавливаются из стали AISI CW316 (ХД316, зарубежный аналог стали X16H11M3 с 20 % предварительной пластической деформации), а выгородка, шахта и сегменты крепления – из AISI SA304L (зарубежный аналог стали X18H9 в аустенизированном состоянии). Также в некоторых американских реакторах в качестве материала для болтов использовались 304 и 347 стали.

На рисунке 1.39 показаны болты, используемые на американских реакторах типа PWR, а также способ их крепления при помощи сварки.



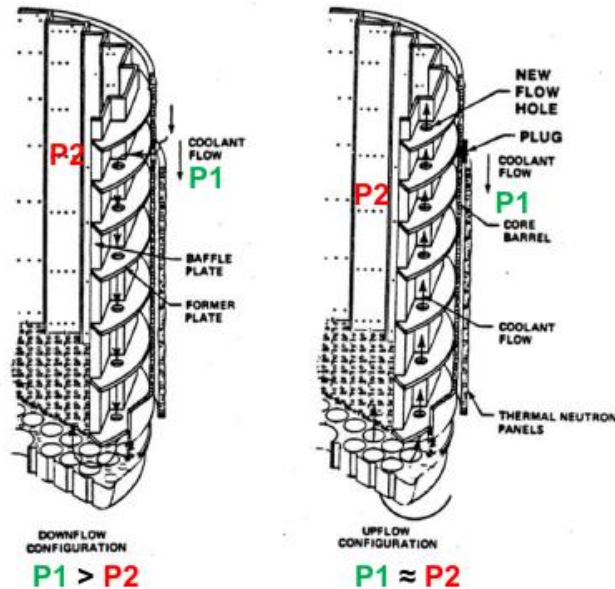
(a)



(б)

Рисунок 1.39 – общий вид болтов, скрепляющих выгородку с сегментами (а); крепление болта с помощью сварки (б)

Было отмечено, что более вероятно разрушение болта у головки в случае меньшего радиуса перехода от головки болта к хвостовику. Также на вероятность разрушения болтов оказывала влияние схема подачи теплоносителя (рисунок 1.40). Способ подачи теплоносителя, показанный на рисунке 1.40 (а), приводил к возникновению более высоких напряжений в местах крепления болтов и к более вероятному повреждению болтов, чем схема на рисунке 1.40 (б). В результате, была изменена конструкция болтов – увеличен радиус перехода от головки к хвостовику, а также на некоторых блоках была изменена схема подачи теплоносителя на вариант, показанный на рисунке 1.40 (б).



(a)

(б)

Рисунок 1.40 – Способ подачи теплоносителя вдоль выгородки: сверху вниз (а); и снизу вверх (б)

Разрушение болтов может привести к тому, что сегменты выгородки могут сместиться и повредить периферические топливные сборки, что в свою очередь приведет к повреждению

оболочек ТВЭЛов и утечке топлива в теплоноситель. Аналогичным образом могут быть повреждены периферические стержни управления и защиты. Полное разрушение болтов может привести к попаданию их фрагментов в теплоноситель. Эти фрагменты могут повредить топливные сборки, что также приведет к утечке топлива в теплоноситель.

Впервые разрушение болтов было зафиксировано на французских АЭС (900 МВт CPO plants) в конце 1980-х. Было обнаружено, что на шести таких АЭС произошло повреждение от 1 до 11 % болтов.

На бельгийской АЭС Framatome 900 МВт за период с 1991 по 2014 годы произошло повреждение 74 болтов.

Данные неразрушающего контроля болтов на американских АЭС с реакторами типа PWR за 2016-2019 годы приведены в таблице 1.2 [77].

Таблица 1.2 – Данные неразрушающего контроля болтов на американских АЭС с реакторами типа PWR за 2016-2019 годы

Plant Type	Tier	Outage	Visual Indications	UT Indications (UT Untestable)	BFBs Replaced	BFBs Removed in 2 Pieces
4-Loop downflow	1	10/2010	18	No UT performed	52	42
4-Loop downflow	1	3/2016	31	182 (14)	278	107
4-Loop downflow	1	4/2016	18	139 (25)	189	141
3-loop downflow ^	3	9/2016	0	3 (7) ^	0	0
4-Loop downflow	1	11/2016	4	170 (9)	201	55*
4-Loop downflow	1	3/2017	0	257 (3)	270	37
4-Loop downflow	1	4/2017	0	9 (0)	129 proactive	0
4-Loop downflow	1	5/2017	0	1 (0)	61 proactive	0
4-Loop downflow	1	9/2017	0	48 (4)	212	11
3-Loop downflow	2	10/2017	0	2 (34)	0	0
4-Loop downflow ^	1, now 3'	3/2018	0	3 (1)	210 proactive^	0
4-Loop downflow	1	4/2018	0	13 (0)	0	0
4-Loop downflow	1	4/2018	0	7 (6)	0	0
3-Loop downflow	2	10/2018	0	1 (1)	0	0
4-Loop downflow	1	11/2018	0	3 (2)	0	0
3-Loop downflow	2	3/2019	0	13 (6)	0	0
4-Loop downflow	1	3/2019	0	13 (0)	0	0
4-Loop downflow ^	1, now 3'	3/2019	0	13 (0)	188 proactive^	1
4-Loop downflow	1	4/2019	31	194 (3)	Planning 272+	Work on-going

^also, several units were converted to "upflow" (now Tier 3)

Было показано, что разрушение болтов происходило по механизму СОКРН. Пример хрупкого межзеренного разрушения болтов крепления выгородки реактора PWR по механизму СОКРН показан на рисунке 1.41.

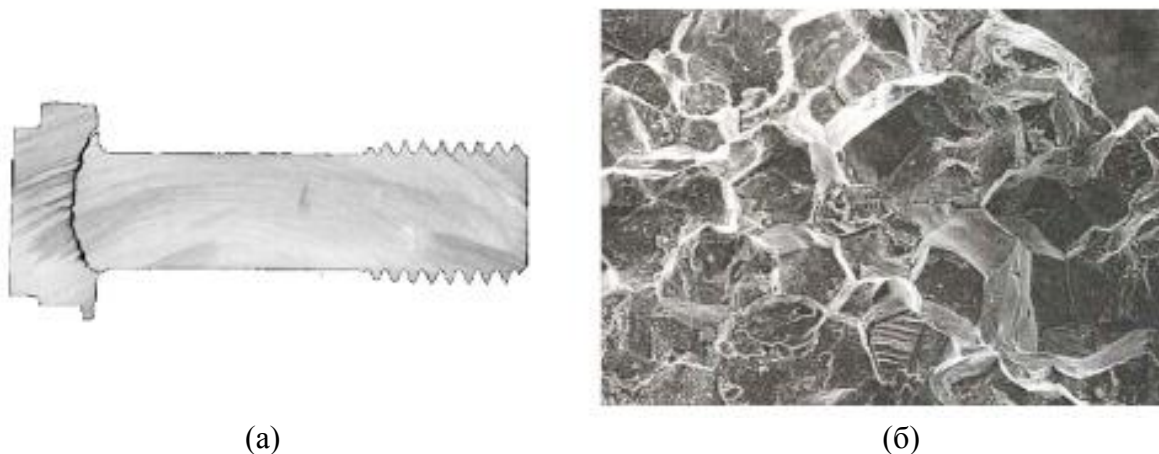


Рисунок 1.41 – Типичный случай разрушения болтов крепления выгородки реактора PWR:  
 а – поперечное сечение болта с трещиной; б – вид поверхности разрушения материала болта [76]

В качестве причин разрушения болтов можно указать следующие: слишком сильное затягивание болта, остаточные напряжения после сварки, различный уровень распухания в материале болтов и материале выгородки (в том случае, когда они изготовлены из разных материалов, например, болты – из ХД 316 стали, а выгородка – из 304 стали). В процессе эксплуатации происходит увеличение распухания, причем в различной степени для 316 и 304 сталей, фактически болты оказываются в условиях медленно меняющегося деформирования. В случае, когда выгородка и болты изготовлены из одного материала, распухание все равно требуется учитывать, поскольку происходит изменение геометрических размеров болта в процессе эксплуатации, и болты оказываются в условиях действия постоянной нагрузки. Наличие коррозионной среды теплоносителя первого контура в сочетании с напряжениями, действующими на болты, могут привести к возможному повреждению болтов по механизму СОКРН.

В связи с большим количеством повреждений болтов в новом европейском водородном реакторе под давлением третьего поколения EPR-1600 используется конструкция выгородки, схожая с выгородкой реактора ВВЭР-1000.

## 1.5 Состояние вопроса по прогнозированию КРН материалов ВКУ

### 1.5.1 Закономерности КРН аустенитных нержавеющей сталей без облучения

Высокая коррозионная стойкость нержавеющей сталей в нейтральных средах обусловлена тем, что при стационарном потенциале как в насыщенных воздухом, так и

деаэрированных средах стали находятся в пассивном состоянии. Это обусловлено легированием сталей хромом.

На поверхности аустенитных сталей, находящихся в коррозионной среде, образуется пленка. В зависимости от среды (хлориды, нитраты, кислоты, щелочи кислородосодержащие водные среды, водный пар, сероводород и т.д.) могут образовываться пленки различного типа, представляющие пассивирующие, разлегированные или окисленные слои. Во многих случаях такие пленки снижают скорость общей (равномерной) коррозии в среде. Пассивная пленка названа так потому, что она служит барьерным слоем, затрудняющим диффузию, изолирующим металл от окружающей среды и замедляющим скорость реакций. В качестве такой пленки могут служить, например, оксиды металлов. Пленка стабилизируется длительной выдержкой в пассивирующей среде.

Некоторые металлы, например, хром пассивны на воздухе в отличие от железа или меди. Было показано, что пассивные свойства хрома присущи и железо-хромистым сплавам, содержащим 12 % хрома или более (нержавеющие стали). Скорость коррозии сплава Fe-Cr, периодически смачиваемого водой при комнатной температуре, в зависимости от содержания хрома, показана на рисунке 1.42. С увеличением содержания хрома пассивная пленка становится более устойчивой.

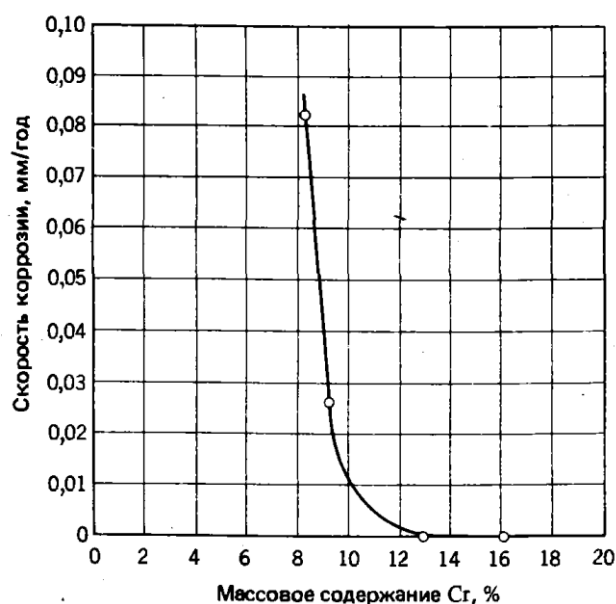


Рисунок 1.42 – Скорость коррозии сплава Fe-Cr, периодически смачиваемого водой при комнатной температуре, в зависимости от содержания хрома [78]

Разрушение сталей вследствие развития коррозии под напряжением обусловлено совместным воздействием механических напряжений и коррозионной среды. Разрушения при одновременном воздействии коррозионной среды и статических растягивающих напряжений – коррозионное растрескивание под напряжением (КРН). Разрушение под действием

коррозионной среды и циклически изменяющихся нагрузок – коррозионная усталость (КУ) [78].

Для инициации КРН необходимо разрушить пассивирующую пленку на поверхности металла. Разрыв пленки может происходить как в результате электро-химических процессов под действием кислорода или ионов хлора, так и в результате деформирования под действием напряжений. В среде теплоносителя I контура ВВЭР с низким содержанием кислорода в качестве необходимого условия для разрушения пассивирующей пленки является воздействие механического фактора.

Освобожденный от пленки металл является анодной фазой по отношению к покрытым пленкой катодным участкам, и у таких участков начинается быстрое электрохимическое раждение, и происходит зарождение трещины.

Существуют механическая и электрохимическая теории КРН, однако, скорее всего, происходит периодическое чередование электрохимического и механического этапов механизма распространения КРН [78, 80, 83]. По мере проникновения трещины в металл концентраторы напряжений у вершины трещины начинают выполнять роль спускового крючка, приводящего в действие механическое разрушения. Механическое разрушение сопровождается пластической деформацией впереди вершины трещины. По мере раскрытия трещин пластическое деформирование требует все большей энергии. В начале распространения трещины фактическое разрушение быстро приостанавливается. Дальнейшее ее распространение происходит под действием электрохимических процессов, пока вновь не создадутся условия, при которых достигнутое энергетическое состояние опять приведет в действие механическое разрушение. Наконец скачкообразно протекающее разрушение доводит металл до такого состояния, когда накопленного запаса энергии хватает для создания непрерывной пластической деформации, приводящей к полному разрушению [83].

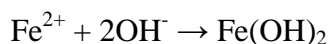
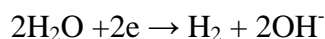
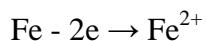
Последовательность развития событий при КРН обычно включает в себя три стадии: иницирование трещины, стабильный рост трещины, окончательное разрушение.

Примеры теорий КРН приведены в двух следующих разделах.

#### 1.5.1.1 Теория электрохимического растворения

Между металлом и анодными включениями (например, такими, как интерметаллидные фазы, примеси, РИС), выпадающими по границам зерен и вдоль плоскостей скольжения, возникают гальванические элементы. Когда сплав, подвергнутый растягивающему напряжению, погружен в коррозионную среду, локальное электрохимическое растворение металла приводит к образованию трещин. К тому же растягивающее напряжение разрывает

хрупкие оксидные пленки на краях трещины, облегчая таким образом доступ коррозионной среды к новым анодным поверхностям. В подтверждение этого механизма был измерен потенциал на границе зерна металла, который оказался более отрицательным или более активным по сравнению с потенциалом тела зерна. Более того, катодная поляризация эффективно препятствует КРН [78]. Пример электрохимических реакций, протекающих вблизи поверхности металла, подверженного анодному растворению, приведен ниже.



Следует отметить, что в результате этих реакций на границах среда-металл при коррозионном растрескивании образуется водород [79-82].

Таким образом, коррозионное растрескивание в некоторых комбинациях материал/среда может быть обусловлено субкритическим ростом трещины, индуцированным водородом. Так как анодная реакция должна иметь соответствующую катодную реакцию, и поскольку восстановление водорода часто является катодной реакцией, индуцированный водородом субкритический рост трещины может быть доминирующим процессом роста коррозионной трещины в некоторых материалах. Поры, включения, вакансии, границы зерен и межфазные границы, а также дислокации могут служить ловушками для газообразного водорода, образующегося при молизации атомарного водорода, растворенного в кристаллической решетке. Одна из гипотез, объясняющих водородное охрупчивание сталей, связывает растрескивание с развитием внутреннего давления газообразного водорода [78]. Согласно другой гипотезе, водородное растрескивание происходит вследствие диффузии и адсорбции водорода на дефектах в вершине трещины, что снижает поверхностную энергию атомов напряженного металла [78].

Кроме этого, согласно [79, 82-84], образующийся водород способствует локализации деформирования. Поэтому в приповерхностных зернах материала возможно усиление локализации деформирования за счет электрохимических процессов. Эта локализация в свою очередь приводит к усилению коррозионного растрескивания.

#### 1.5.1.2 Растрескивание и адсорбция

В основе механизма КРН лежит ослабление когезионных связей между поверхностными атомами металла вследствие адсорбции компонентов среды. Так как хемосорбция специфична, разрушающие компоненты среды также обладают специфичностью. С уменьшением



поверхностной энергии металла увеличивается тенденция к образованию трещин при растягивающих напряжениях. Следовательно, этот механизм соответствует критерию Гриффитса, согласно которому энергия деформации напряженного твердого тела должна превышать энергию общей увеличивающейся поверхности, образованной зарождающейся трещиной. Любая адсорбция, снижающая поверхностную энергию, должна способствовать образованию трещин [78].

### 1.5.1.3 КРН необлученных аустенитных хромо-никелевых сталей

КРН может происходить как по хрупкому транскристаллитному механизму, так и по хрупкому межзеренному механизму. Это будет зависеть от того, какие факторы будут играть доминирующую роль в процессах КРН. Развитию КРН по межзеренному механизму, может способствовать сенсбилизация аустенитных нержавеющей сталей, то есть обеднение границ зерен хромом в результате образования при отпуске карбидов на границах зерен. Замедленная по сравнению с диффузией углерода, диффузия хрома в аустените при температуре сенсбилизации приводит к тому, что в участках твердого раствора, непосредственно примыкающих к частицам новой фазы, содержание хрома становится ниже, чем в объеме зерна. При уменьшении содержания хрома твердый раствор труднее пассивируется, и в ряде сред создаются условия для преимущественного разрушения по границам зерен [80]. Также уменьшение стойкости границ зерен может происходить в результате возникновения высоких напряжений в районе выделения новых фаз (карбидов, мартенсита и др.). Напряжения могут возникать из-за объемного эффекта и из-за структурного несоответствия выделяющейся фазы и аустенитной матрицы [80]. КРН может происходить по транскристаллитному механизму при растворении плоскостей скольжения. КРН, инициированное растворением плоскостей скольжения, встречается в основном в материалах с низкой энергией упаковки [85, 86]. Более подробно механизмы КРН будут рассмотрены в следующих разделах.

КРН хромо-никелевых аустенитных сталей происходит по межзеренному механизму преимущественно в коррозионных средах, содержащих хлориды, а также в растворах кислот (серной, азотной и др.) [80]. Влияние среды заключается в том, что от ее состава, температуры и концентрации зависит характер анодной и катодной поляризации металла в центре и на границах зерен. Разрушение несенсбилизированных аустенитных сталей в кислородосодержащей водной среде при температурах ниже 340 °С происходит по транскристаллитному механизму [79, 80]. КРН по межзеренному механизму у необлученных аустенитных сталей может происходить в кислородосодержащей водной среде

околокритических параметров (360°, 200 атм.), тогда как при более низких температурах межзеренного разрушения не наблюдается [80].

Зарождение трещин по механизму КРН может происходить на различных поверхностных дефектах: царапинах или заусенцах, образованных в процессе обработки поверхности; наружных дефектах сварных швов. Коррозионные трещины могут инициироваться в питтингах, которые образуются непосредственно при агрессивном воздействии коррозионной среды, или заранее, во время предшествующих операций травления нержавеющей стали. Образование питтингов может происходить на неметаллических включениях, которые располагаются на поверхности, или в результате разрушения защитной пленки. КРН может происходить при межкристаллитной коррозии (в отсутствие питтинговой коррозии). Для межкристаллитного КРН требуется, чтобы локальная зернограничная химия отличалась от химии в объеме зерна металла. Это условие возникает в сенсibilизированных аустенитных нержавеющих сталях или при наличии сегрегаций примесей, таких как фосфор, сера или кремний в различных материалах. Схематически, участки инициирования КРН в нержавеющих аустенитных сталях показаны на рисунке 1.43.

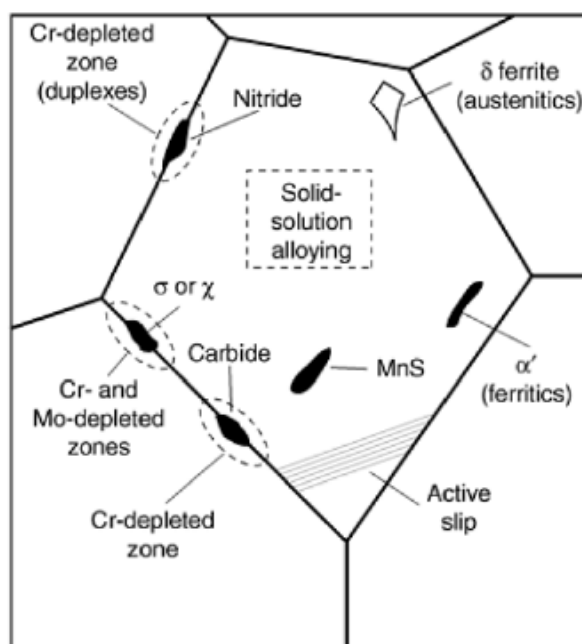


Рисунок 1.43 – Участки инициирования КРН в нержавеющих аустенитных сталях [85, 86]

В общем случае помимо состава коррозионной среды, на КРН могут оказывать влияние такие факторы как температура, давление, pH, вязкость раствора, перемешивание.

Также на склонность к КРН оказывают влияние факторы, относящиеся к материалу [80, 83, 85,86]:

- Электрохимический потенциал;

- Величина приложенного напряжения или коэффициент интенсивности напряжений;
- Тип напряженного состояния;
- Вид нагружения в вершине трещины;
- Прочность сплава;
- Состав сплава, в т.ч.: (1) номинальный состав, (2) точный состав (все составляющие) и (3) содержание примесей;
- Металлургическое качество сплава, в т.ч.: (1) уровень прочности, (2) наличие вторых фаз в матрице и на границах зерен, (3) фазовый состав, (4) размер зерна, (5) наличие сегрегаций по границам зерен и (6) остаточных напряжений;
- Геометрия трещины, в т.ч.: (1) длина, ширина и их соотношение, и (2) открытие и закрытие вершины трещины.

#### 1.5.2 Закономерности КРН облученных аустенитных нержавеющей сталей

Известно, что в исходном состоянии аустенитные хромоникелевые стали не склонны к коррозионному растрескиванию в среде обескислороженного теплоносителя I контура реакторов типа ВВЭР и PWR. Однако опыт эксплуатации ВКУ и лабораторные исследования показали, что нейтронное облучение может стимулировать процесс коррозионного растрескивания этих сталей даже в обескислороженной среде. Экспериментальные исследования [5, 68-73] показывают, что под воздействием нейтронного облучения аустенитные стали в водной среде ВВЭР становятся склонными к межкристаллитному коррозионному растрескиванию (МККР). Это явление получило название коррозионного растрескивания, стимулированного облучением (СОКРН или irradiation assisted stress corrosion cracking – IASCC).

СОКРН может являться одним из факторов, ограничивающих ресурс элементов ВКУ ВВЭР. Элементы ВКУ ВВЭР изготавливаются из хромоникелевой аустенитной стали 08X18H10T. В исходном состоянии эта сталь не проявляет склонности к коррозионному растрескиванию в обескислороженной водной среде I контура реактора [80].

В то же время, исследования, выполненные в Институте Ядерных исследований (Чехия) [87], а также в ЦНИИ КМ «Прометей», показали, что облученная сталь 08X18H10T проявляет склонность к коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН).

Подобная тенденция наблюдается также для аустенитных сталей 304 и 316, используемых в качестве материала ВКУ для зарубежных реакторов типа PWR (pressurized water reactor) [14, 88, 89]. Несмотря на достаточно большое количество работ, посвященных

КРН облученных аустенитных сталей, доминирующие механизмы, вызывающие инициацию и развитие трещин, до сих пор не достаточно ясно определены. В настоящее время существует несколько гипотез КРН аустенитных облученных сталей.

Одной из первых гипотез коррозионного растрескивания аустенитных сталей, индуцированного облучением, является гипотеза о доминирующем влиянии обеднения границ зерен хромом, происходящего при облучении [5, 14, 90-95].

Не вызывает сомнения сильное влияние обеднения границ зерен хромом на сопротивление коррозионному растрескиванию в кислородосодержащих и хлорсодержащих средах [80, 83, 96]. В то же время, при малом содержании кислорода и отсутствии хлоридов в воде обеднение границ зерен хромом не обязательно приводит к снижению сопротивления коррозионному растрескиванию. Такое заключение следует из анализа работ, рассматривающих коррозионное растрескивание в водных средах, имитирующих теплоноситель I контура реакторов PWR (содержание кислорода менее 0,01 мг/л) и/или в теплоносителе I контура кипящих реакторов типа BWR (boiling water reactor) (содержание кислорода <0,1 мг/л) [97, 98].

В работах [81, 99] на поверхностях разрушения образцов из нержавеющей стали типа 316 и X18H10T обнаружены продукты коррозии ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  – на наружной стороне пассивирующей пленки и  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  – на внутренней стороне), указывающие на активное анодное растворение металла. Делается вывод, что такой процесс может происходить только при сильном повреждении пассивирующей пленки, что возможно при обеднении металла (границ зерен) хромом.

В работах [97, 98] показано, что обеднение границ зерен хромом не сказывается на сопротивлении коррозионному растрескиванию. В качестве доказательства в статье [97] приводятся данные о резком повышении сопротивления коррозионному растрескиванию облученной 316 стали после её отжига при практически неизменной, пониженной после облучения концентрации хрома на границах зерен.

Таким образом, данные о влиянии обеднения хромом на сопротивление коррозионному растрескиванию достаточно противоречивы. Хотя во многих работах показано отсутствие такого влияния [97, 98, 100, 101], следует отметить, что практически все работы, исследующие влияние обеднения границ зерен хромом, выполнены применительно к сталям 304 и 316. Учитывая, что ВКУ ВВЭР изготовлены из стали марки 08X18H10T (зарубежный аналог – сталь 321), вопрос о влиянии обеднения границ зерен хромом на сопротивление коррозионному растрескиванию 321 стали, стабилизированной титаном, в среде I контура ВВЭР является открытым и, соответственно, актуальным.

Другой гипотезой коррозионного растрескивания облученных аустенитных сталей является сильное упрочнение материала под влиянием облучения.

В общем случае упрочнение материала может влиять на коррозионное растрескивание материала по различным механизмам. Наиболее общий механизм для многих сталей – это увеличение неоднородности химического потенциала с ростом упрочнения материала, что облегчает образование питтингов [80, 83]. Другим возможным процессом, снижающим сопротивление коррозионному растрескиванию, является межзеренное проскальзывание [102-105]. Дело в том, что с упрочнением тела зерна, уменьшается вклад внутриверенного деформирования и увеличивается вклад межзеренного проскальзывания в общее деформирование материала [102, 106]. Межзеренное проскальзывание усиливает процессы межзеренного разрушения [106], а также разрушение пассивирующей пленки на поверхности образца.

Третьим процессом, связанным с радиационным упрочнением материала и снижающим сопротивление коррозионному растрескиванию, является так называемое локализованное деформирование материала, при котором вся деформация сосредотачивается в узких каналах. Каналы параллельны друг другу и пересекаются только с границами зерен [97, 104, 105, 107]. Поэтому в месте пересечения канала с границей зерна возникают высокие напряжения, если деформирование в канале не переходит в соседнее зерно [104]. Нейтронное облучение приводит к формированию микроструктуры материала, способствующей реализации локализованного деформирования. В первую очередь это связано с формированием при нейтронном облучении дислокационных петель. Дислокационные петли являются барьерами для скольжения дислокаций, но эти барьеры достаточно слабые. Поэтому в такой структуре образуется канал, в котором головная скользящая дислокация, благоприятно ориентированная, перерезает дислокационные петли и «расчищает» путь для последующих дислокаций. Через такие каналы «прокачивается» вся деформация материала [108].

Учитывая, что формирование дислокационных петель приводит к упрочнению материала, можно считать, что локализованное деформирование связано с упрочнением материала, по крайней мере, для случаев, когда это упрочнение обусловлено увеличением концентрации дислокационных петель. Следует отметить, что локализованное деформирование реализуется не только в облученных материалах, но и в материалах с низкой энергией дефекта упаковки, в которых поперечное скольжение дислокаций затруднено [107, 109].

Как уже было замечено выше, к усилению локализованного деформирования может приводить взаимодействие водорода с элементами микроструктуры облученной стали. Водород может уменьшать взаимодействия между движущимися дислокациями, облегчая их движение, а также снижать энергию дефектов упаковки и вероятность поперечного скольжения [5].

Источниками водорода могут служить разные процессы: электрохимические (катодный процесс), радиолиз воды, а также ядерные реакции нейтронов с ядрами конструктивных элементов.

Сталь 08X18H10T в отличие от сталей 304 и 316 легирована титаном – сильным карбидообразующим элементом. Поэтому микроструктура стали 08X18H10T в состоянии поставки (после гомогенизирующего отжига при 1050 °С) содержит внутризеренные карбиды TiC, которые не диссоциируют при температуре отжига. В процессе облучения плотность карбидов TiC увеличивается. Карбиды TiC являются сильными барьерами для дислокаций [108, 110], и поэтому в этой стали локализованное деформирование подавлено по сравнению со сталями 304 и 316 [108].

Учитывая изложенное, возникает вопрос – насколько важно локализованное деформирование с точки зрения сопротивления коррозионному растрескиванию стали 08X18H10T.

Ещё одним фактором, значительно влияющим на сопротивление коррозионному растрескиванию, является ослабление прочности границ зерен за счет диффузии гелия, образующегося при ядерных реакциях, происходящих при взаимодействии нейтронов с ядрами некоторых легирующих и примесных элементов.

Значимость данного фактора подтверждается существенным различием сопротивления коррозионному растрескиванию одного и того же материала, облученного до одной и той же дозы в реакторах PWR и FBR (Fast Breeder Reactor), что связано с ядерными реакциями, инициируемыми тепловыми нейтронами. Поскольку плотность потока (флак) тепловых нейтронов в несколько раз выше в реакторах PWR, чем в FBR и, следовательно, генерация гелия выше в PWR, то сопротивление коррозионному растрескиванию материала, облученного в PWR, ниже, чем этого же материала, облученного в FBR. [88, 111].

### 1.5.3 Модели инициации КРН ВКУ

В ряде работ показано, что существует пороговая повреждающая доза облучения, ниже которой не обнаруживается склонность металла к КРН под облучением, а также существует пороговое напряжение, ниже которого инициация зарождения трещины по механизму КРН не происходит [92, 93, 112-114]. На рисунке 1.44 приведены данные по КРН, полученные в результате наших исследований и из открытых источников [115-119] для облученных аустенитных сталей. Понятно, что для прогнозирования долговечности элементов ВКУ по критерию КРН необходимо разработать модель инициации КРН. Модель должна

прогнозировать зависимость порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}$  (ниже которого КРН не происходит при любом времени испытаний) от нейтронной дозы, а также позволять рассчитывать время инициации КРН при напряжениях превышающих  $\sigma_{th}^{IASCC}$ .

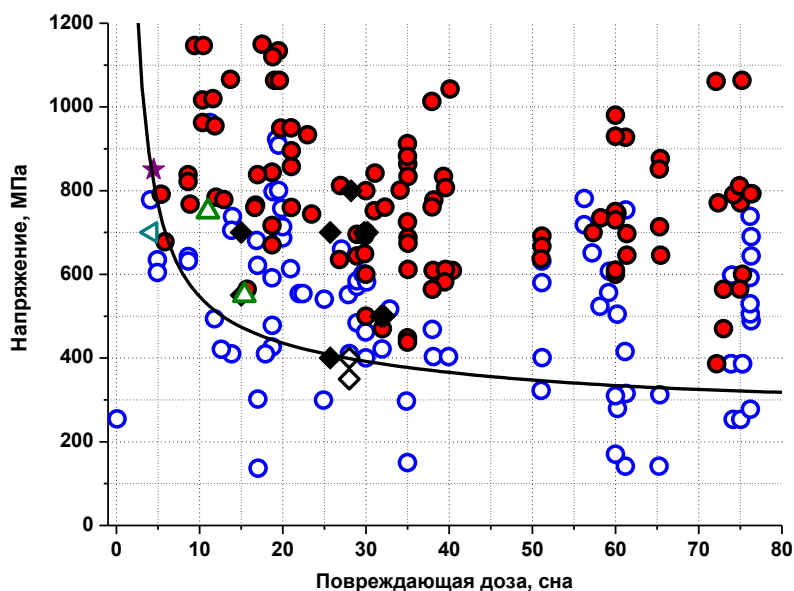


Рисунок 1.44 – Имеющихся экспериментальные данные по КРН облученных аустенитных сталей. Закрашенные значки обозначают образцы, в которых наблюдалась инициация КРН, пустые значки обозначают образцы без КРН

- ☆, ☆ 316 сталь, облученная в исследовательском реакторе СМ-3;
- ▲, △ 321 сталь, облученная в реакторе ВВЭР-1000;
- ◀, ▶ 304 сталь, облученная в исследовательском реакторе СМ-3
- , ○ [115-119];
- ◆, ◇ 304 сталь, ВКУ реактора Chooz A

В работе [120] предложена модель, прогнозирующая напряжения, при которых происходит инициация КРН в зависимости от повреждающей дозы и учитывающая скорость набора повреждающей дозы, температуру облучения, композицию материала и поверхностное упрочнение материала. Модель была разработана для ХД316 стали болтов с предварительной пластической деформацией 20 % (17,5Cr–12,5Ni–0,5Si–2,25Mo), используемых в реакторах типа PWR.

Модель предполагает, что пороговое напряжение, необходимое для инициации КРН, определяется эффективным пределом текучести, учитывающим радиационно-индуцированное упрочнение и поверхностное упрочнение образца, а также концентрацию хрома на границах зерен, учитывающую как начальную концентрацию хрома, так и концентрацию, достигнутую в результате РИС. Радиационно-индуцированное упрочнение и РИС определялись при помощи моделей дислокационных петель и РИС, которые учитывают условия облучения, а именно,

температуру облучения и скорость набора повреждающей дозы, а также состояние материала – химический состав и начальную плотность дислокаций. Обе модели основаны на уравнениях для скоростей реакций, описывающих миграцию точечных дефектов, кластеров дефектов и легирующих элементов.

В результате пороговое напряжение рассчитывается как произведение двух эмпирически подобранных множителей. Первый учитывает эффективный предел текучести, второй – концентрацию хрома на границах зерен.

На рисунке 1.45 показаны зависимости порогового напряжения, при котором происходит инициация КРН, в зависимости от повреждающей дозы для разных условий облучения.

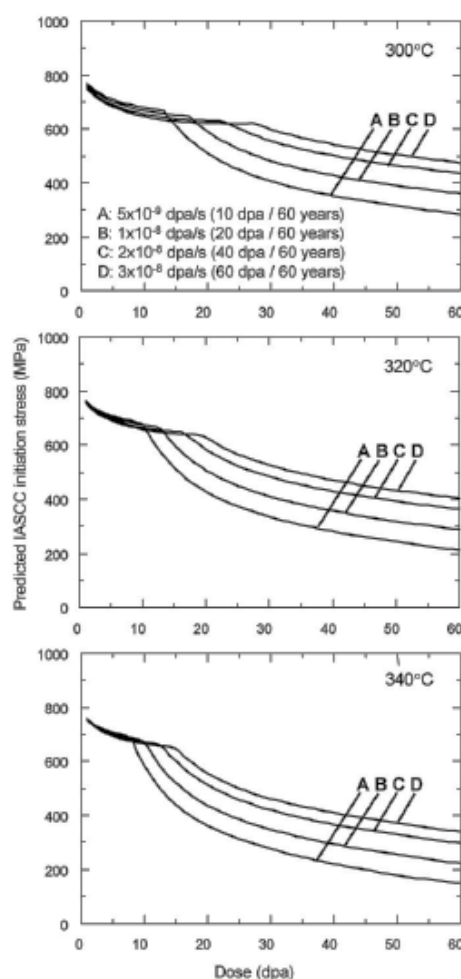


Рисунок 1.45 – Пороговое напряжение, при котором происходит инициация КРН для различных условий облучения

В [120] было показано, что, пороговое напряжение, при котором происходит инициация КРН, будет понижаться с увеличением температуры облучения и снижением скорости набора повреждающей дозы.

Модель, предложенная в [120] является эмпирической, она относится только к ХД316 стали и нескольким наборам различных условий облучения. В данной модели отсутствует



механизм прогнозирования долговечности ВКУ. К тому же, в данной модели в качестве определяющих факторов, влияющих на пороговое напряжение, необходимое для инициации КРН, рассматриваются концентрация хрома на границах зерен, достигнутая в результате РИС, а также радиационно-индуцированное упрочнение. В ряде работ [97], в том числе и наших исследованиях, приведенных ниже, показано, что радиационно-индуцированное обеднение границ зерен хромом не оказывает влияния на склонность к КРН аустенитных сталей в обезкислороженной среде первого контура. В работе [79, 97] также говорится, что упрочнение не является доминирующим фактором, приводящим к инициации коррозионного растрескивания.

Таким образом, существует противоречия в понимании доминирующих механизмов, стимулирующих КРН. Поэтому одной из задач данной работы является определение доминирующих механизмов, стимулирующих КРН облученных аустенитных сталей.

В работе [121] дозовая зависимость порогового напряжения, выше которого происходит инициация КРН, представлена билинейной функцией (голубой пунктир на рисунке 1.47). Тогда как в работе [122] предлагается считать, что пороговое напряжение, выше которого происходит инициация КРН, можно принять равным 40 % от предела текучести облученного материала, независимо от повреждающей дозы (черный пунктир на рисунке 1.47). Фактически авторами предложены эмпирические зависимости порогового напряжения от дозы. Из рисунка 1.46 видно, что одни исследователи считают дозовую зависимость порогового напряжения убывающей функцией, другие – константой. То есть вопрос о виде дозовой зависимости порогового напряжения остается открытым.

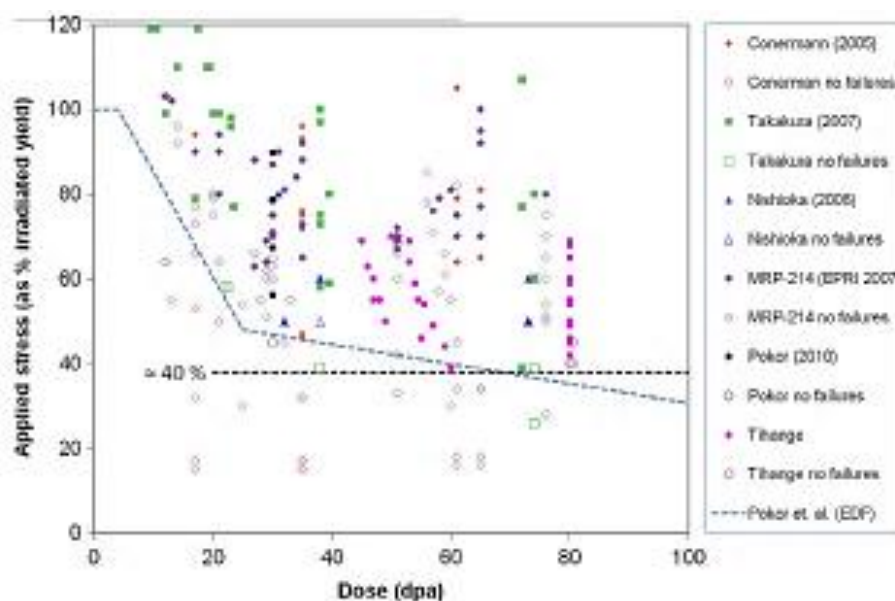


Рисунок 1.46 – Экспериментальные данные по КРН облученных аустенитных сталей из работы [121]. Закрашенные значки обозначают образцы, в которых наблюдалась инициация КРН, пустые значки обозначают образцы без КРН

Таким образом, из анализа литературных данных следует, что до сих пор не предложено модели, позволяющей предсказывать и зависимость порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}$  от нейтронной дозы для различных аустенитных сталей, облученных в разных условиях. И, самое главное, не было разработано модели, позволяющей предсказывать время инициации КРН при напряжениях превышающих  $\sigma_{th}^{IASCC}$ , что является определяющим при прогнозировании долговечности ВКУ. Таким образом, разработка модели для прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН является актуальной задачей.

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 1

1. Проанализированы условия эксплуатации элементов ВКУ легководных водородных реакторов типа ВВЭР и PWR. Показано, что элементы ВКУ подвергаются нейтронному облучению до высоких повреждающих доз (>100 сна за срок эксплуатации). Скорость набора повреждающей дозы для выгородки ВВЭР-1000, подвергающейся самому сильному нейтронному облучению, составляет порядка 2 сна в год.

2. Температура для толстостенных элементов ВКУ ВВЭР-1000, в частности выгородки, меняется по толщине выгородки от 290 до 390 °С за счет  $\gamma$ -разогрева, что приводит к появлению внутренних напряжений, обусловленных градиентом температуры.

3. Благодаря высоким дозовым нагрузкам и температурам, элементы ВКУ ВВЭР и, в частности выгородка, подвергаются радиационному распуханию, градиент которого вызывает значительные внутренние напряжения. Из-за сочетания градиентов температур и распухания, на внутренней стороне выгородки, контактирующей с теплоносителем первого контура, создаются растягивающие напряжения.

4. Проанализирован состав коррозионной среды теплоносителя первого контура, в которой эксплуатируются ВКУ водородных реакторов, а также процесс радиолитического распада, проходящий в теплоносителе под действием ионизирующего облучения.

5. Приведен анализ литературных данных о случаях повреждения элементов ВКУ водородных реакторов. Показано, что в основном, разрушению подвергаются болты из 304 и ХД316 сталей, скрепляющие элементы выгородки PWR 900 МВт (СРО, Framatome и др.). Для стали 08X18N10T найден только один подобный случай повреждения для ВКУ реактора ВВЭР-440 на АЭС Ловийса (Финляндия). Разрушение болтов во всех случаях происходило по механизму СОКРН.

6. Приведен анализ литературных данных по влиянию нейтронного облучения на хромо-никелевые аустенитные нержавеющие стали. Показано, что под действием облучения происходит образование дислокационных петель Франка, вакансионных пор, РИС, образование

преципитатов и вторичных фаз, в том числе хрупкой  $\alpha$ -фазы с ОЦК решеткой. Показано, что под действием нейтронного облучения происходит упрочнение материала и его охрупчивание, а также локализация деформирования при его нагружении. Все эти процессы могут повысить склонность к КРН облученных аустенитных сталей, однако роль и степень влияния каждого из этих механизмов остается до конца не выясненной.

7. Анализ условий эксплуатации ВКУ ВВЭР-1000, 1200 и ВВЭР-ТОИ показал, что выгородка является наиболее нагруженным элементом. Работоспособность выгородки определяется двумя факторами: формоизменением, что может привести к контакту выгородки с периферийными ТВС, а также возможным коррозионным растрескиванием материала выгородки. КРН материала выгородки обусловлено неблагоприятным сочетанием следующих факторов: высокой повреждающей дозой, приводящей к снижению сопротивления КРН, высокими растягивающими напряжениями и коррозионной средой теплоносителя первого контура.

8. Проанализированы литературные данные по КРН аустенитных нержавеющей сталей без облучения. В обескислороженной среде теплоносителя первого контура аустенитные стали имеют высокую стойкость к КРН.

9. Проанализированы основные закономерности КРН аустенитных нержавеющей сталей под действием нейтронного облучения. Показано, что облученные стали, даже несенсибилизированные, проявляют склонность к КРН. На сегодняшний день механизмы КРН облученных аустенитных сталей, используемых для ВКУ ВВЭР и PWR, до конца не ясны. Особенно мало данных по КРН облученной стали X18H10T, из которой сделаны ВКУ российских реакторов типа ВВЭР.

10. Одним из важных факторов, контролирующих сопротивление КРН, является когезивная прочность границ зерен. Есть только косвенные данные о влиянии гелия и водорода, образующихся за счет ядерных реакций нейтронов с ядрами конструкционных материалов, на прочность границ зерен и сопротивление КРН.

11. Анализ литературы показал, что существуют только эмпирические модели по прогнозированию КРН и отсутствует физически обоснованная модель, учитывающая основные механизмы КРН, для прогнозирования долговечности ВКУ по критерию коррозионного растрескивания.

12. На основании выполненного анализа условий эксплуатации ВКУ и существующего состояния вопроса по теме диссертации, сформулированы цели и задачи, которые необходимо решить для определения доминирующих механизмов КРН облученных аустенитных сталей для ВКУ, а также для создания модели прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН.

## Цели и задачи диссертационной работы

В связи с изложенным в главе 1 были сформулированы цели и задачи диссертационной работы.

Цели работы.

1. Определение доминирующих механизмов, стимулирующих КРН различных хромоникелевых аустенитных сталей марок 321 (08X18H10T), 304 (X18H9) и 316 (X16H11M3), используемых для изготовления ВКУ ВВЭР и PWR, в водной среде теплоносителя I контура реакторов типа ВВЭР.

2. Разработка физически обоснованной модели для прогнозирования долговечности ВКУ ВВЭР и PWR по критерию КРН и разработка нормативного метода оценки долговечности ВКУ ВВЭР.

3. Разработка метода экспресс-оценки склонности к КРН облученных аустенитных сталей в среде теплоносителя I контура ВВЭР и PWR.

Для достижения поставленных целей требуется решить следующие задачи.

1. Обобщение литературных данных и составление перечня механизмов, потенциально вызывающих КРН облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР.

2. Проведение автоклавных испытаний на КРН образцов из различных аустенитных сталей для ВКУ ВВЭР и PWR, облученных до различных повреждающих доз в разных спектрах нейтронов, с целью определения основных факторов, стимулирующих КРН. Анализ механических свойств, изломов и боковых поверхностей испытанных образцов и определение механизмов их разрушения.

3. Определение роли упрочнения аустенитных сталей на КРН в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР.

4. Подтверждение или исключение механизма радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом в аустенитных сталях, как доминирующего для реализации КРН в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР, с низким содержанием кислорода.

5. Разработка метода для определения прочности границ зерен по результатам испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб. Проведение испытаний на ударный изгиб миниатюрных образцов из различных облученных аустенитных сталей для ВКУ ВВЭР и PWR. Анализ изломов миниатюрных образцов при помощи СЭМ. Оценка прочности границ зерен по результатам этих испытаний.

6. Определение роли когезивной прочности границ зерен в инициации КРН облученных аустенитных сталей. Анализ влияния спектра нейтронов на прочность границ зерен и, соответственно, на сопротивление КРН хромоникелевых аустенитных сталей. Установление взаимосвязи между прочностью границ зерен и склонностью к КРН.

7. Исследование процессов ползучести при КРН в условиях постоянной нагрузки. Определение роли межзеренного проскальзывания, как одного из механизмов, стимулирующих КРН облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель первого контура ВВЭР.

8. Исследование влияния повреждающей дозы на сопротивление КРН аустенитных сталей в водной среде теплоносителя первого контура ВВЭР с низким содержанием кислорода. Определение наиболее консервативного вида испытаний на КРН при заданной повреждающей дозе.

9. Расчетно-экспериментальное определение флюенса быстрых нейтронов и повреждающей дозы для облученной 321 стали и обоснование точности расчетного определения этих параметров использованием программного средства КАТРИН-2.5.

10. Обобщение экспериментальных данных и формулировка критерия КРН для облученных аустенитных сталей в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР. Разработка модели, позволяющей прогнозировать зависимость порогового напряжения (ниже которого КРН не происходит) от повреждающей дозы и время инициации КРН при напряжениях, превышающих пороговое.

## ГЛАВА 2 ИССЛЕДУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1 Исследуемые материалы

Для экспериментальных исследований сопротивления коррозионному растрескиванию облученных аустенитных сталей были использованы следующие материалы.

➤ Для экспериментальных исследований сопротивления коррозионному растрескиванию облученной стали марки X18H10T (321 сталь) был использован металл чехлов каналов нейтронной индикации (КНИ) после эксплуатации в течение трех топливных кампаний (1334 эффективных суток) в составе реактора ВВЭР-1000 2-ого блока Балаковской АЭС.

КНИ предназначены для внутрореакторного контроля распределения энерговыделения и плотности нейтронного потока по высоте и радиусу активной зоны. В области топливной части тепловыделяющей сборки (ТВС) чехол КНИ представляет собой трубку 7,5x0,9 мм из стали X18H10T. Химический состав стали 08X18H10T согласно ГОСТ 5632-72 представлен в таблице 2.1. К сожалению, химический состав исследованного облученного металла чехла КНИ в состоянии поставки отсутствует.

Таблица 2.1 – Химический состав стали X18H10T согласно ГОСТ 5632-72

Содержание элементов, масс. %							
C	Si	Mn	Cr	Ni	Ti	S	P
<0,08	<0,8	<2,0	17,0-19,0	9,0-11,0	5·С -0,7	<0,020	<0,035

За время эксплуатации максимальная повреждающая доза металла чехлов КНИ составила ~ 11 сна. Диапазон температур нейтронного облучения составил 320÷340 °С.

➤ Также для испытаний на КРН использовались образцы из аустенитной стали X18H10T (321 сталь), облученной в реакторе на быстрых нейтронах БОР-60 до повреждающих доз от 5 до 100 сна.

Образцы были изготовлены из горячекатаной плиты (плавка 192031), изготовленной в промышленных условиях на производственном объединении "Ижорский завод". Плита подвергалась аустенитизации при температуре 1050 °С в течение 2 часов.

В таблице 2.2 приведены данные по химическому составу для плавки 192031 согласно сертификату на данную плавку.

Таблица 2.2 – Химический состав стали X18H10T (плавка 192031) согласно сертификату на сталь

X18H10T	Химический состав, вес. %							
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Ti	S	P
Пл. 192031	0,06	0,31	1,17	17,89	9,06	0,60	0,010	0,009

В таблице 2.3 приведены стандартные механические характеристики исследуемой плавки стали в исходном состоянии поставки по данным ЦНИИ КМ "Прометей". Стандартные образцы на одноосное растяжение рабочим диаметром 3 мм и рабочей длиной 13,6 мм были вырезаны в двух направлениях – вдоль направления проката и поперек.

В таблице 2.3 использованы следующие обозначения:  $\sigma_{0,2}$  – предел текучести при допуске на пластическую деформацию 0.2 %;  $\sigma_B$  – предел прочности;  $\delta$  - относительное общее удлинение и  $\psi$  - относительное сужение при разрыве образца.

Таблица 2.3 – Стандартные механические характеристики стали X18H10T (плавка 192031) в состоянии поставки

$T_{\text{исп}}, ^\circ\text{C}$	Направление вырезки образца	$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	$\sigma_B, \text{МПа}$	$\delta, \%$	$\psi, \%$
20	Поперек проката	283	578	65,4	75,2
290		240	387	32,7	70,1
350		214	379	33,2	70,4
20	Вдоль проката	286	575	61,5	74,4
290		235	388	33,7	71,2
350		210	378	30,0	-

Для исследуемого материала был также выполнен металлографический анализ структуры в исходном состоянии. Поверхности шлифов для анализа были ориентированы в двух перпендикулярно расположенных направлениях, то есть параллельно (шлиф А) и перпендикулярно направлению прокатки (шлиф В), как показано на рис. 2.1а. Микроструктуру материала исследовали после электромеханической полировки и травления 10 % водным раствором щавелевой кислоты. Типичные фотографии микроструктуры исследуемого материала в исходном (необлуженном) состоянии приведены на рис. 2.1б и в.

Сталь 08X18H10T имеет аустенитную матрицу с небольшим количеством  $\delta$ -феррита (0,3-0,4 %). Выделения  $\delta$ -феррита представляют собой вытянутые волнообразные области. Микроструктура матрицы состоит из аустенитных зерен с многочисленными двойниками и включениями, которые в основном представлены нитридами и карбонитридами титана различного размера. Встречаются достаточно протяженные строчечные включения (см. рис. 2.1а). Аустенитные зерна имеют размер порядка 35-40 мкм.

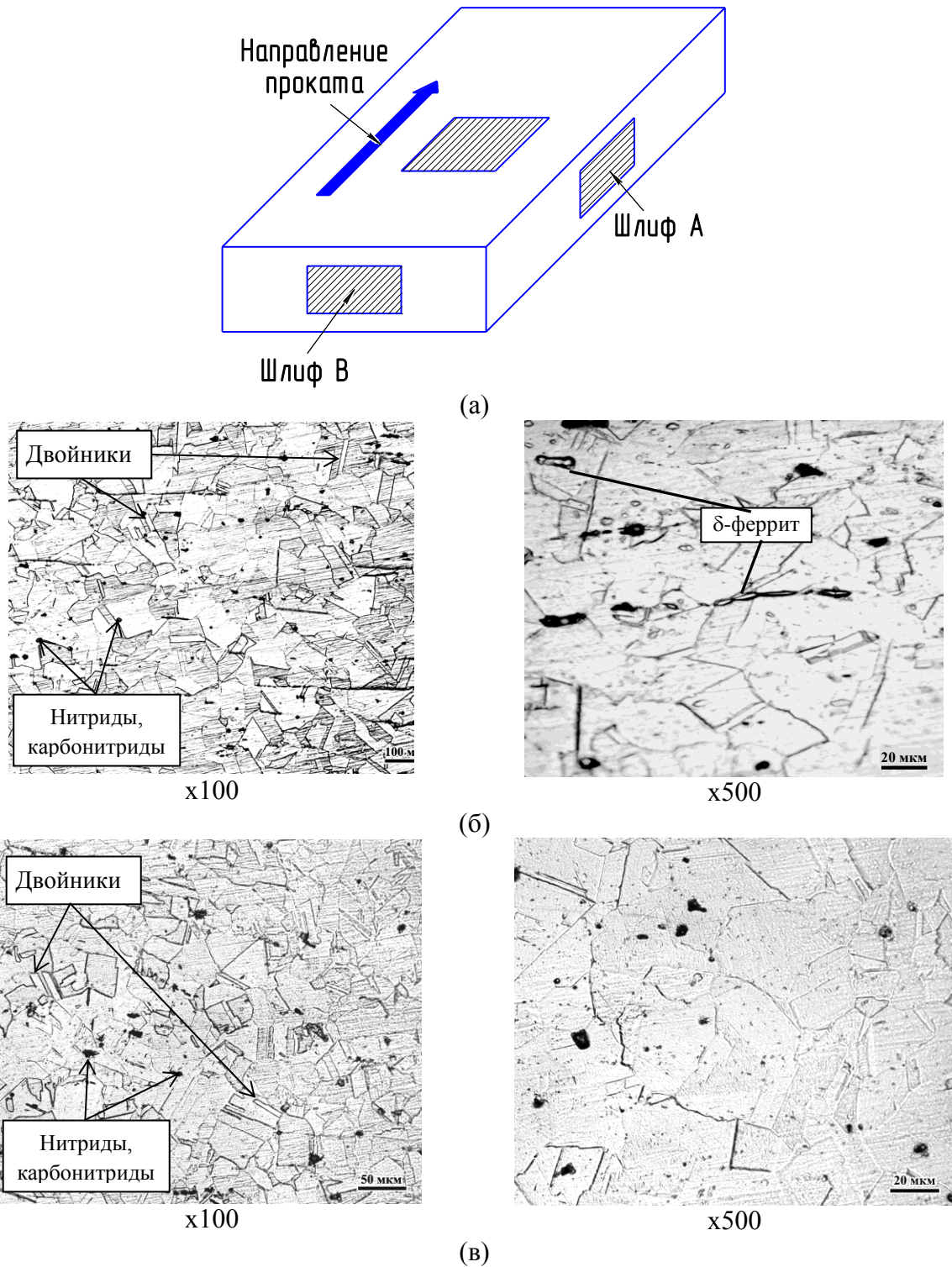


Рисунок – 2.1. Расположение металлографических шлифов относительно направления прокатки (а) и микроструктура стали 08X18N10T (плавка 192031): б - в направлении прокатки (шлиф А), в - в перпендикулярном направлении (шлиф В)

➤ Также в рамках настоящей работы исследовался металл экранных сборок Э-65 и БМ-7 бокового отражателя реактора БОР-60. Экранные сборки реактора БОР-60 представляют собой шестигранные чехлы, в которых размещены либо семь стержней одинакового диаметра (один в центре, шесть - вокруг него), либо сплошной сердечник со спиралью на поверхности



для уменьшения турбулентности теплоносителя. Для исследований были отобраны элементы экранных сборок БМ-7 (стержни диаметром 14,7 мм) и Э-65 (сердечник диаметром 26 мм).

Стальная экранная сборка Э-65, выполненная из стали 12Х18Н10Т, эксплуатировалась в реакторе БОР-60 в 9-м ряду от центра активной зоны с октября 1971 г. по май 2012 г. За время эксплуатации повреждающая доза для сборки Э-65 составила 100- 150 сна в зависимости от расстояния по высоте от центра активной зоны. Диапазон температур облучений сердечника сборки Э-65 составил 320-370 °С [56].

Экранная сборка БМ-7, также выполненная из стали 12Х18Н10Т, эксплуатировалась в реакторе БОР-60 в 9-м ряду от центра активной зоны с декабря 1996г. по октябрь 2011 г. За время эксплуатации повреждающая доза для сборки БМ-7 составила 30-46 сна в зависимости от расстояния по высоте от центра активной зоны. Диапазон температур облучений сердечника сборки БМ-7 составил 320-450 °С [56].

Ввиду высоких повреждающих доз и максимальных температур облучения, а также градиента этих параметров по высоте экранных сборок, металл обеих сборок имеет градиент радиационного распухания от 0,2 до ~5 %.

➤ Для изучения коррозионной стойкости 304 стали (аналог российской стали типа Х18Н9) были испытаны образцы, облученные в исследовательском водо-водяном реакторе СМ-3 (АО «ГНЦ НИИАР», г. Димитровград) до повреждающих доз 3,8-4,2 сна. Энергетический спектр нейтронов в реакторе СМ-3 аналогичен энергетическому спектру реакторов типа ВВЭР и PWR. В дальнейшем, для краткости, мы будем называть его «смешанным». Часть образцов облучалась за гафниевыми экранами для имитации облучения «быстрым» энергетическим спектром нейтронов.  $^{77}\text{Nf}$  является сильным поглотителем тепловых нейтронов. В процессе облучения происходит «выгорание» гафния, из-за чего степень экранирования от тепловых нейтронов снижается. Поэтому вокруг образцов размещался дополнительный стальной экран. Благодаря этому экрану, уменьшается количество замедлителя (воды) вблизи образца и, соответственно, снижалась степень «термализации» энергетического спектра нейтронов (в энергетическом спектре нейтронов уменьшается доля тепловых нейтронов). Условия облучения подбирались таким образом, чтобы повреждающие дозы для образцов, облученных в разных спектрах, были приблизительно одинаковыми.

Аустенизированная (отоженная) сталь 304L используется в качестве материала пластин выгородки (baffle plates) зарубежных реакторов типа PWR. Химический состав металла исследуемых образцов из стали 304L приведен в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Химический состав металла исследуемых образцов из стали 304L (аналог стали типа X18H9), вес. %

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Cu	Co	Mo	N	S	P
304L	0,022	0,36	1,79	9,86	18,61	0,25	0,064	–	0,061	0,007	0,032

В необлученном состоянии размер зерен аустенизированной стали 304L после рекристаллизации составляет ~ 40 мкм, анализ микроструктуры показывает наличие феррита (< 1 %) [123].

➤ Для изучения коррозионной стойкости 316CW (аналог российских сталей типа X16H11M3) были испытаны образцы, облученные в исследовательском водо-водяном реакторе СМ-3 до повреждающих доз 4,5-13,1 сна, а также образцы, облученные в исследовательском реакторе на быстрых нейтронах БОР-60 до повреждающих доз 10-125,4 сна. Оба реактора находятся в АО «ГНЦ НИИАР», г. Димитровград.

Холоднодеформированная сталь 316 используется в качестве материала болтов, скрепляющих выгородку (baffle bolts) зарубежных реакторов типа PWR. Химический состав металла исследованных образцов из стали 316CW приведен в таблице 2.5.

Таблица 2.5 – Химический состав металла исследуемых образцов из стали 316CW (аналог сталей типа X16H(11÷14)M3), вес. %

	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Co	N	S	P
316CW	0,054	0,68	1,12	10,6	16,60	2,25	0,24	0,120	0,023	0,022	0,027

В необлученном состоянии холоднодеформированная (до 15 %) 316 сталь имеет структуру аустенита с размером зерна ~ 30-40 мкм. Наблюдаются множественные дислокационные сетки и двойники деформации [123].

## 2.2 Автоклавные испытания

Автоклавные испытания на растяжение при постоянной нагрузке (ПН), при медленном деформировании (МСД) и циклическом деформировании с медленной скоростью (ЦДМС) были проведены на специальной установке, расположенной в «горячей» лаборатории. Эта установка была сконструирована и изготовлена в ЦНИИ КМ «Прометей».

Автоклавные испытания проводились в водной среде, имитирующей теплоноситель первого конура ВВЭР, в инертном газе (аргон) и в водной среде, обогащенной кислородом (8 мг/л). Водная среда, имитирующая теплоноситель первого конура, содержала 4000 мг/кг  $H_3BO_3$ , 14 мг/кг  $KOH$ , 20 мг/кг  $NH_3$  и 4,5 мг/кг  $H_2$ . Содержание растворенного кислорода было менее 0,01 мг/кг. Водородный показатель раствора pH при комнатной температуре составлял от 6,9 до 7,3. (Для краткости ниже данный водный раствор обозначен как «вода ВВЭР».)

Большинство испытаний проводили при температурах 290-315 °С. Точность поддержания и измерения температуры составляла  $\pm 1$  °С.

В процессе эксперимента в цифровом виде на ПК записывались зависимости нагрузки и текущего удлинения образцов от времени испытаний (для испытаний с МСД и ЦДМС) и зависимость перемещения захвата от времени (для испытаний при ПН). Погрешности при измерении этих параметров не превышали 1 % от измеряемых величин.

По результатам испытаний при МСД строилась кривая деформирования и определялись следующие характеристики: условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$ , предел прочности  $\sigma_b$ , истинное напряжение разрушения  $\sigma_f$ , равномерное удлинение  $\delta_p$  и полное удлинение  $\delta$ , относительное сужение  $\psi$ .

Установка для проведения автоклавных испытаний (рисунок 2.2) состоит из высокотемпературного автоклава высокого давления с механизмами нагружения и загрузки образца и рециркуляционной петли с контурами высокого и низкого давления.

Автоклав размещается в горячей камере и подкамерном пространстве. В подкамерном пространстве камеры смонтирована специальная рама с фундаментом, позволяющая установить оборудование так, чтобы автоклав был в зоне доступа ручных манипуляторов.

Установка управляется РС через контроллер uPAC 7186EXD с подключенными измерительными и управляющими модулями ICP DAS. Данные измерений регистрируются в энергонезависимой памяти контроллера. РС с блоком контроллеров размещен в операторской возле горячей камеры с автоклавом.

Для дистанционной установки в автоклав облученных образцов с помощью ручного манипулятора разработаны, изготовлены и смонтированы следующие приспособления.

1. Разработаны и изготовлены верхняя (1) и нижняя (2) тяги, конструкция захватов которых позволяет дистанционно ручным манипулятором устанавливать в эти захваты образец и извлекать обломки после испытаний.

2. На нижней тяге (подвижной штанге), непосредственно ниже захвата, укреплен специальный поддон дисковой формы с бортиками, который перекрывает внутреннее сечение автоклава и препятствует попаданию образца или его обломков вглубь автоклава. Т.е. при выпадении образца или его обломков из захватов они попадают на поддон. Описанной ниже процедурой дистанционной установки образца нижняя тяга с укрепленным на ней поддоном перемещается вверх до выхода поддона из полости автоклава. Таким образом, образец или его обломки оказываются в зоне доступа и их можно извлечь ручным манипулятором.

3. Для дистанционной установки и уплотнения крышки автоклава в горячей камере к основанию установки прикреплен Г-образная рама, на которой на тросике (3) через шкивы подвешена крышка автоклава. На другом конце тросика укреплен балансировочный груз (4).

Система сбалансирована таким образом, что в исходном положении крышка поднята верх до упоров. Для повышения скорости перемещения нижнего захвата (подвижного штока) установка снабжена отдельным двигателем загрузки (ЗД) и механизмом переключения привода штока (5) (муфтой). После подъема нижнего захвата (подвижного штока) в верхнее положение и установки в захваты образца нижний захват перемещается вниз, что приводит к перемещению крышки автоклава вниз. Перемещаясь вниз по смонтированным на автоклаве направляющим, крышка автоклава устанавливается точно в нужную позицию, позволяющую затянуть уплотнительные болты (6). Через специальный удлинитель, используя динамометрический ключ, за местной защитой оператор вручную затягивает эти уплотнительные болты.

4. Величина скорости деформации при испытании на медленное деформирование задаётся управляющим РС изменением задающей частоты шагового двигателя и для стандартных цилиндрических (гагаринских) образцов составляет от  $10^{-8} \text{ с}^{-1}$  до  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ , также испытания могут быть проведены при постоянной нагрузке и при циклическом нагружении с медленной скоростью деформирования.

5. Усилие и деформация при испытаниях измеряются датчиком силы (ДС) UM-1 на 10 KN и пинцетным датчиком раскрытия (экстензометр SANDNER EXR10). Измеренные данные регистрируются на РС.

6. Температура образца при испытаниях в воде на медленное деформирование и при постоянной нагрузке задается контроллером ТК в диапазоне до  $320 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , а при испытаниях в аргоне до  $350 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , и измеряется на уровне испытываемого образца термопарой ТП, вставленной в измерительную трубку в крышке автоклава. Значения температуры регистрируются на РС.

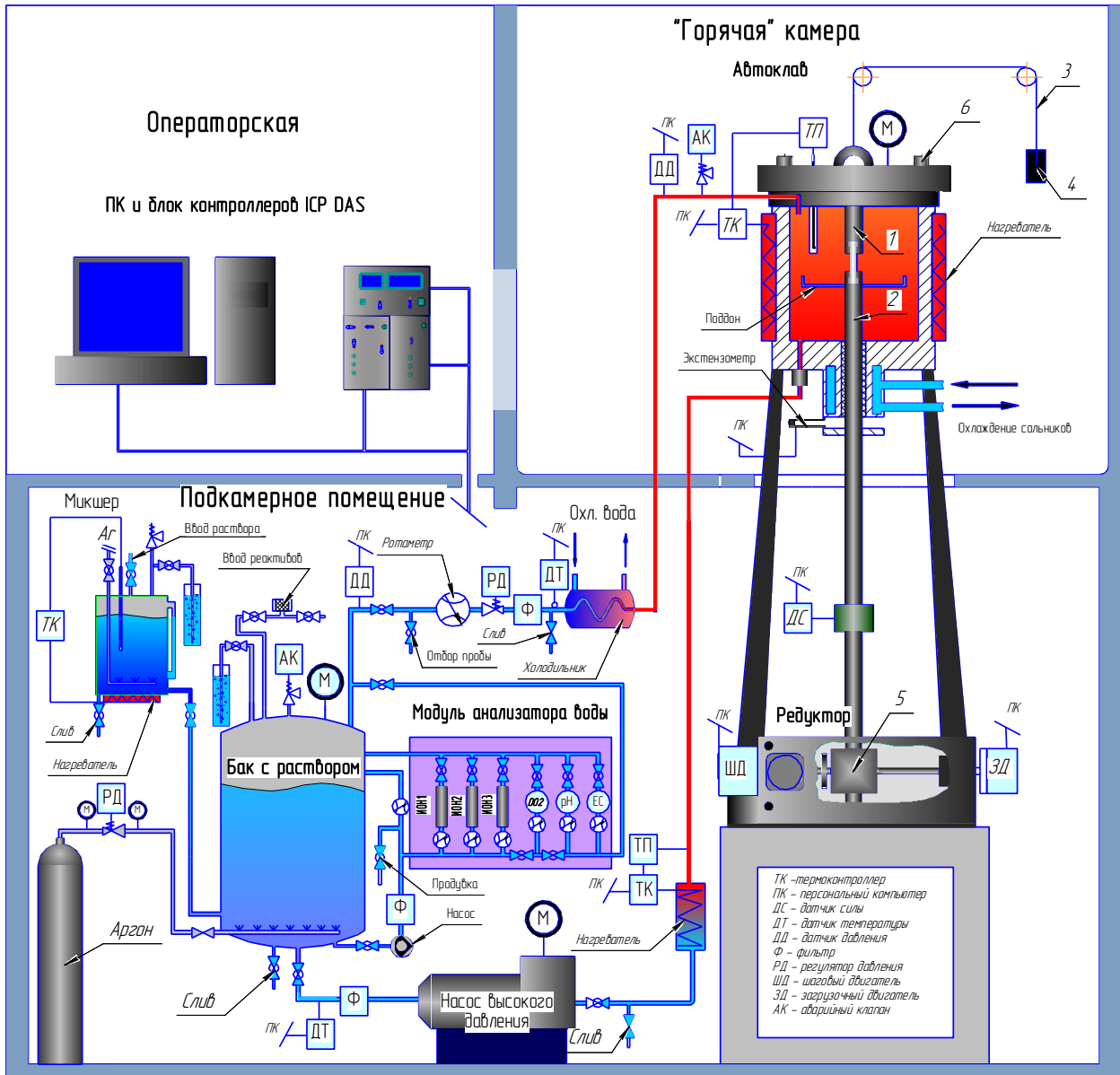


Рисунок 2.2 – Общая схема установки для испытаний на растяжение при постоянной нагрузке, циклическом нагружении и медленном деформировании: 1 – верхняя тяга; 2 – нижняя тяга; 3 – трос; 4 – балансировочный груз; 5 – механизмом переключения привода штока; 6 – уплотнительные болты

Рециркуляционная петля состоит из контуров высокого и низкого давления.

Контур высокого давления включает:

1. насос высокого давления ( $P_{\max} = 150$  бар);
2. подогреватель с температурным контроллером (ТК);
3. емкость автоклава ( $V = 1$  л) с датчиком давления (ДД);
4. холодильник;
5. узел понижения давления (Ф, ДТ, РД) и регулирования скорости потока раствора (ротаметр).

Контур низкого давления включает:

- 1 смесительный бак ( $V=20$  л) (микшер) с нагревателем и температурным контроллером ТК;
- 2 бак с рабочим раствором ( $V=80$  л);
- 3 узел подачи газов с баллоном и регулятором давления (РД);
- 4 узел фильтрации рабочего раствора (Ф, ДТ).
- 5 узел фильтрации и измерения параметров рабочего раствора с набором фильтров и сенсоров.

### 2.3 Испытания на ударный изгиб

Для определения когезивной прочности границ зерен, влияющей на КРН в облученных аустенитных сталях в среде теплоносителя I контура реакторов ВВЭР, требовалось разработать методику. Для этого была разработана методика испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб (ударную вязкость) при температуре «минус»  $180$  °С.

В первую очередь такая методика ориентирована на оценку прочности границ зерен облученных аустенитных сталей, когда в распоряжении исследователя находятся малые объемы материала, например, обломки ранее испытанных образцов или/и исследуемые облученные элементы являются тонкостенными (например, оболочки каналов нейтронных измерений, оболочки ТВЭЛов и т.п.). С учетом указанных ограничений наиболее предпочтительно испытывать миниатюрные образцы.

Основным критерием для выбора условий испытаний миниатюрных образцов является реализация межзеренного разрушения. Вероятность межзеренного разрушения увеличивается при упрочнении тела зерна. Во многих случаях при деформировании аустенитных сталей при низких температурах возникает мартенситное превращение [124, 125], приводящее к значительному упрочнению тела зерна, поэтому температура испытаний миниатюрных образцов должна быть, по возможности, достаточно низкой.

Скорость деформирования образца оказывает существенное влияние на предел текучести материала. С ростом скорости деформирования предел текучести увеличивается [126]. Таким образом, дополнительно увеличить упрочнение тела зерна можно посредством проведения испытаний при высоких скоростях деформирования. Наиболее простым способом проведения испытаний при высоких скоростях деформирования является проведение испытаний на ударный изгиб.

Таким образом, для получения межзеренного разрушения целесообразно проводить испытания миниатюрных образцов на ударный изгиб при низкой температуре.

### 2.3.1 Оборудование для испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб

Для испытания миниатюрных образцов на трёхточечный ударный изгиб использовался копер марки ТСМК-5 с номинальным значением потенциальной энергии 1 Дж. Рекомендуемый диапазон измерения энергии при использовании этого копра лежит в пределах 0,1-0,8 Дж. Допускаемая абсолютная погрешность измерения энергии составляет  $\pm 0,01$  Дж. Копёр соответствует требованиям ГОСТ 10708-82 и предназначен для испытаний образцов из металлов и сплавов на трёхточечный ударный изгиб в соответствии с ГОСТ 4647-80.

Копры серии "ТСМК" оснащены датчиком углового перемещения с высоким разрешением для точного измерения угла положения молота. Угол положения молота определяется с помощью фотодиодов. Свет проходит от группы светодиодов к группе фотодиодов через прозрачный диск с нанесенными метками.

Скорость маятника в момент удара образца равна  $2,9 \pm 0,05$  м/с. Минимальное расстояние между опорами копра – 16 мм, толщина бойка 8 мм и радиус закругления бойка маятника 2 ... 2,5 мм. Длина образца должна быть 22 мм (при минимальном расстоянии между опорами копра 16 мм).

Для получения стабильной низкой температуры испытаний мини-копер ТКСМ-5 был оснащён системой охлаждения: жидкий азот подается непосредственно на испытуемый образец. Термометрирование контрольных миниатюрных образцов показало, что при фиксированном расходе жидкого азота можно обеспечить стабильную температуру испытаний миниатюрных образцов различного типа, равную «минус»  $180 \pm 2$  °С. Общий вид мини-копра для испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб показан на рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – Общий вид мини-копра для испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб

### 2.3.2 Геометрия миниатюрных образцов

При разработке миниатюрных образцов учитывались следующие требования:

а) Изготовление миниатюрных образцов должно быть возможным из обломков различных типов образцов. В частности, из обломков стандартных образцов Шарпи, испытанных на ударную вязкость, из обломков цилиндрических образцов на растяжение, которые могут также быть предварительно испытаны на коррозионное растрескивание в автоклавах (см. рисунок 2.4), а также из фрагментов с поперечным сечением в виде дуги, которые были сохранены после изготовления из трубчатых КНИ (каналы нейтронных индикаций) специальных образцов для испытаний на коррозионное растрескивание (см. рисунок 2.5);

б) разрушение миниатюрных образцов различных типов преимущественно должно происходить по межзёренному механизму;

в) испытание различных типов миниатюрных образцов на ударный изгиб из одного и того же материала должно обеспечивать приблизительно одинаковую величину удельной энергии разрушения (энергии, отнесенной к единице площади поперечного сечения в надрезе);

г) желательно, чтобы энергия разрушения миниатюрных образцов находилась в диапазоне от 0,1 до 0,8 Дж, что соответствует наибольшей точности измерения при испытании на копре с максимально потенциальной энергией 1 Дж;

д) разрушение должно быть однозначно локализовано в центре образца.

Для обеспечения однозначной локализации разрушения в центре образца на всех типах образцов были введены двусторонние надрезы или осесимметричные надрезы (для цилиндрических образцов), формирующие минимальное сечение образца (см. рисунок 2.6). Радиусы надрезов были выбраны сопоставимыми с размерами нетто-сечения образцов, чтобы минимизировать концентрацию напряжений и обеспечить относительно высокое значение энергии разрушения, которое можно надежно измерить.

Для обеспечения одной и той же энергии разрушения при испытании миниатюрных образцов различного типа нетто сечение этих образцов выбиралось таким образом, чтобы обеспечить один и тот же момент сопротивления на изгиб для всех разработанных образцов. При таком условии максимальная деформация и максимальное напряжение в момент разрушения будут примерно одинаковыми для миниатюрных образцов различного типа, что приближенно обеспечит одну и ту же энергию разрушения для этих образцов.



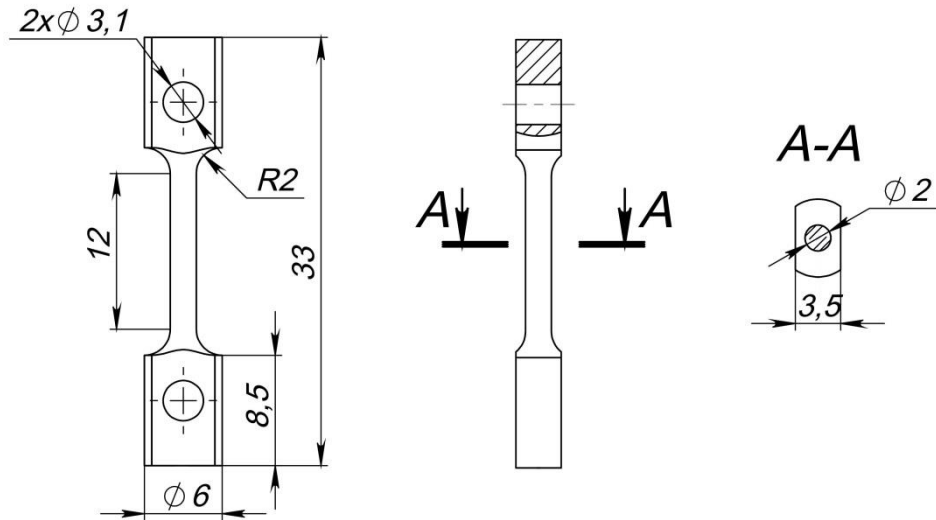


Рисунок 2.4 – Образец для автоклавных испытаний на коррозионное растрескивание под напряжением

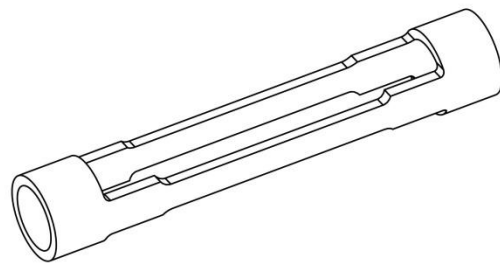
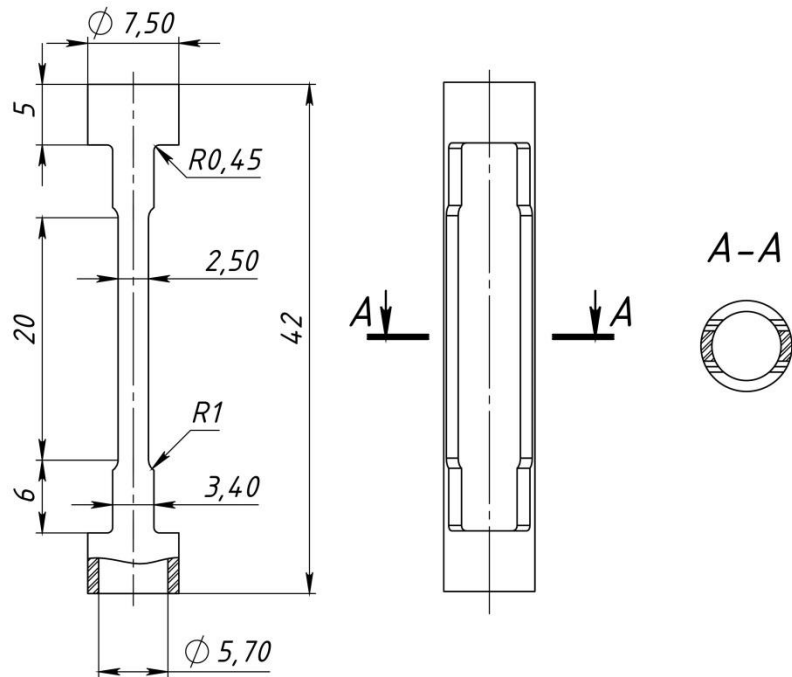


Рисунок 2.5 – Образец из чехла КНИ для автоклавных испытаний на коррозионное растрескивание под напряжением

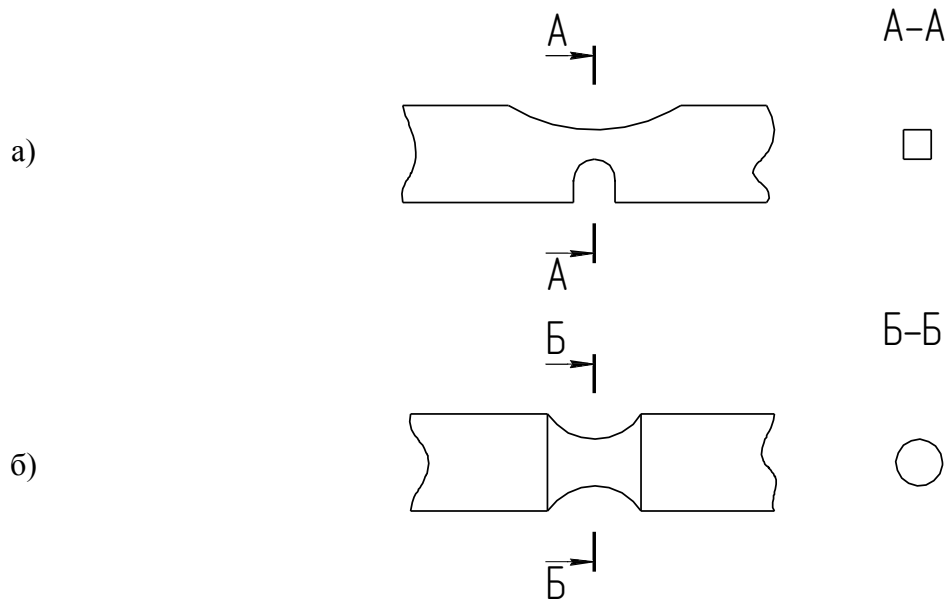


Рисунок 2.6 – Вид надрезов на миниатюрных образцах: а) двусторонний надрез; б) осесимметричный надрез

Таким образом, на основании сформулированных требований были разработаны миниатюрные образцы, эскизы которых представлены на рисунках 2.7-2.9.

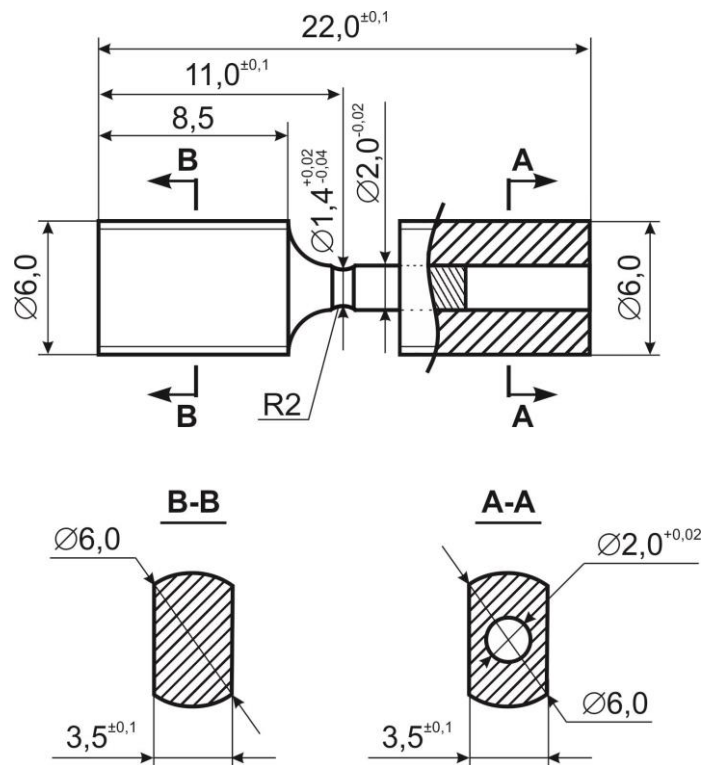


Рисунок 2.7 – Составной образец в сборе для испытаний на ударный изгиб, изготовленный из испытанного образца для автоклавных испытаний на рисунке 2.4

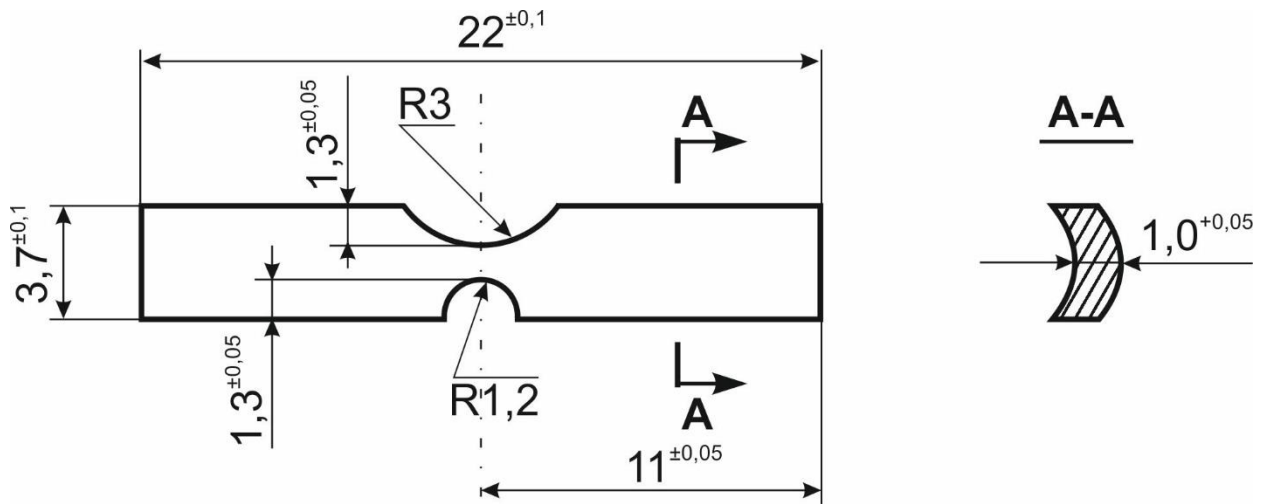


Рисунок 2.8 – Образец для испытаний на ударный изгиб, изготовленный из испытанного образца для автоклавных испытаний на рисунке 2.5

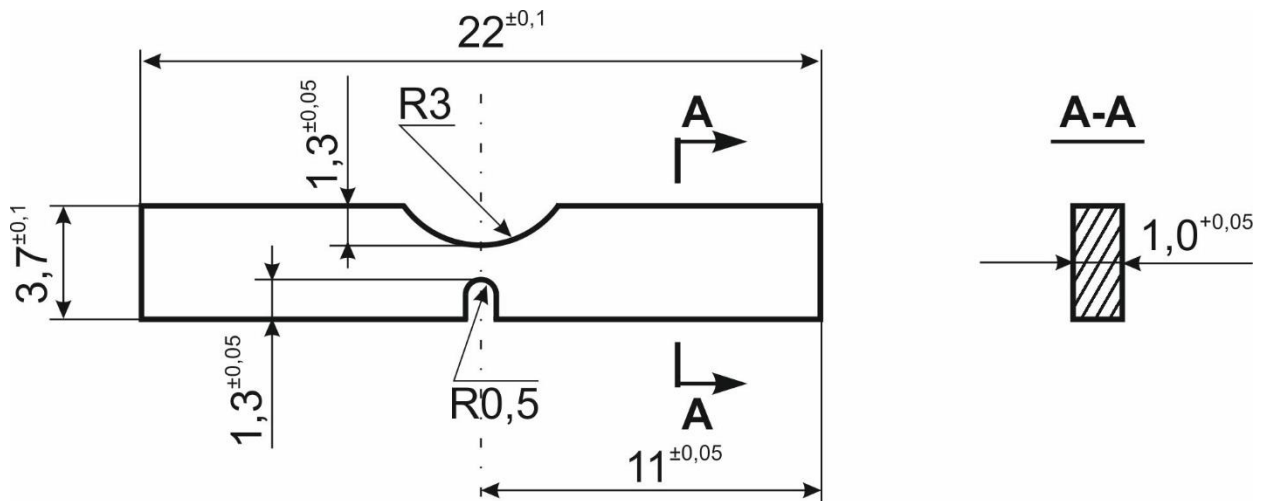


Рисунок 2.9 – Образец для испытаний на ударный изгиб, изготовленный из половинки стандартного образца Шарпи

Радиусы надрезов образцов были определены на основании следующих соображений и выполненных экспериментов.

В качестве базового миниатюрного образца на ударный изгиб был выбран образец, изготавливаемый из половинок разрушенного цилиндрического образца на растяжение с диаметром рабочей части 2 мм. Дело в том, что из этих половинок наиболее тяжело изготовить образец на ударный изгиб. Учитывая, что миниатюрный образец может быть составным, а сориентировать надрез в образце определенным образом относительно маятника тяжело, было принято решение сделать осесимметричный надрез. Глубина и радиус надреза должны были обеспечить стабильность изготовления образца из облученного материала электроискровым методом. Геометрия базового образца представлена на рисунке 2.7. Радиус кругового надреза базового образца был принят равным 2 мм, а диаметр образца в надрезе – 1,4 мм.

Образцы с различной геометрией были изготовлены из состаренной аустенитной стали 10X18H9, склонной к межзеренному разрушению при испытаниях в области низких температур [127]. Эта сталь была использована для изготовления трубной доски промежуточного теплообменника реактора БН-600. Трубная доска эксплуатировалась при температурах 515÷550 °С в течение 170 000 часов. Химический состав стали приведен в таблице 2.6.

Таблица 2.6 – Химический состав модельного материала

Содержание элементов, % масс								
C	Si	S	P	Mn	Cr	Ni	Ti	Mo
0,09	0,63	0,008	0,010	1,36	17,75	8,9	1,05	0,19

Фазовый анализ показал, что основной вторичной фазой, образовавшейся в данной стали при старении, является карбид типа  $Cr_{23}C_6$ . Выделения этой фазы приводят к ослаблению границ зёрен [127]. По результатам испытания четырёх базовых образцов (см. рисунок 2.7) было определено значение удельной работы разрушения в диапазоне  $0,31 \pm 0,07$  Дж/мм<sup>2</sup>.

Для выбора радиуса надреза на образцах двух других типов (с прямоугольным и дугообразным поперечным сечением) была проведена серия испытаний миниатюрных образцов из той же стали (состаренная сталь 10X18H9) при варьировании радиуса меньшего надреза (радиус надреза со стороны сжимаемой поверхности образца при изгибе  $R=3$  мм не варьировался). На рисунке 2.10 представлена зависимость удельной энергии разрушения от радиуса надреза для миниатюрных образцов различного типа. На плоских образцах радиус надреза варьировали в пределах от 0,5 до 2,0 мм, а на образцах с сечением в виде дуги – от 0,1 до 2,0 мм. Судя по данным, представленным на рисунке 2.10 для двух типов образцов, значение удельной энергии разрушения, близкое к  $0,3$  Дж/мм<sup>2</sup>, может быть получено путём выбора радиуса надреза для соответствующего типа образца. Для образцов прямоугольного профиля радиус надреза равен 0,5 мм, а на образцах с дугообразным сечением – 1,2 мм.

В результате испытания образцов трёх разных типов с выбранными радиусами надрезов были получены значения удельной энергии разрушения, приведенные в таблице 2.7. В этой же таблице показана доля полученного межзёренного разрушения по результатам исследования изломов на сканирующем электронном микроскопе марки VEGA3 TESCAN.

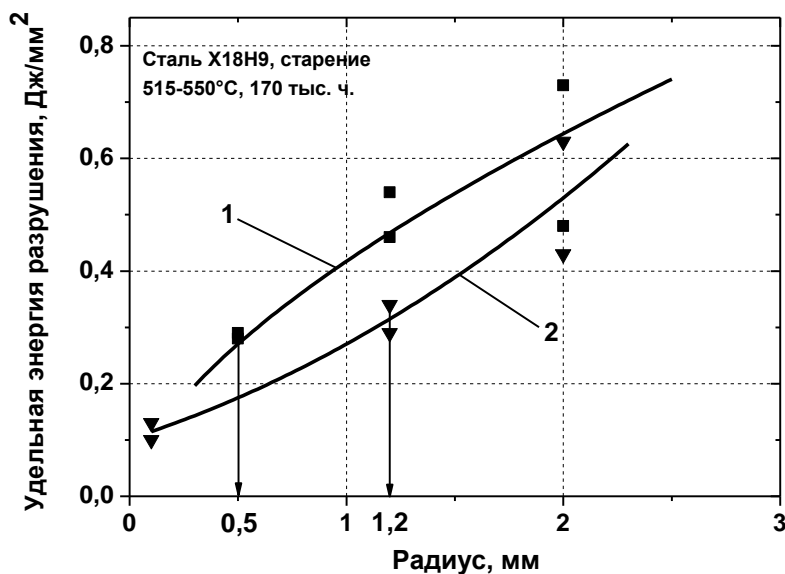


Рисунок 2.10 – Зависимость удельной энергии разрушения от радиуса надреза образцов различного типа: 1 – прямоугольное сечение образца размерами  $\sim 1,1 \times 3,7$  мм; 2 – дугообразное сечение образца размерами  $\sim 1,1 \times 3,7$  мм

Таблица 2.7 – Удельная энергия и доля межзеренного разрушения при испытании на ударный изгиб при температуре  $T_{\text{исп}} = \text{«минус»}$   $(180 \pm 2)$  °С миниатюрных образцов различного типа, изготовленных из состаренной стали 10X18H9

Состояние материала	Среднее значение удельной энергии разрушения, Дж/мм <sup>2</sup>			Доля межзеренного облучения, %
	Образцы с круглым сечением	Образцы с дугообразным сечением	Образцы с прямоугольным сечением	
Старение при 515-550 °С, 170 000 часов	$0,31 \pm 0,07$	$0,32 \pm 0,02$	$0,29 \pm 0,02$	$90 \pm 5$

Данные, приведенные в таблице 2.7, подтверждают корректность выбора радиусов надрезов для различных типов миниатюрных образцов, размеры которых представлены на рисунках 2.7-2.9.

Результаты фрактографических исследований трех типов образцов, испытанных на ударный изгиб при температуре «минус» 180 °С, показаны на рисунках 2.11-2.13.

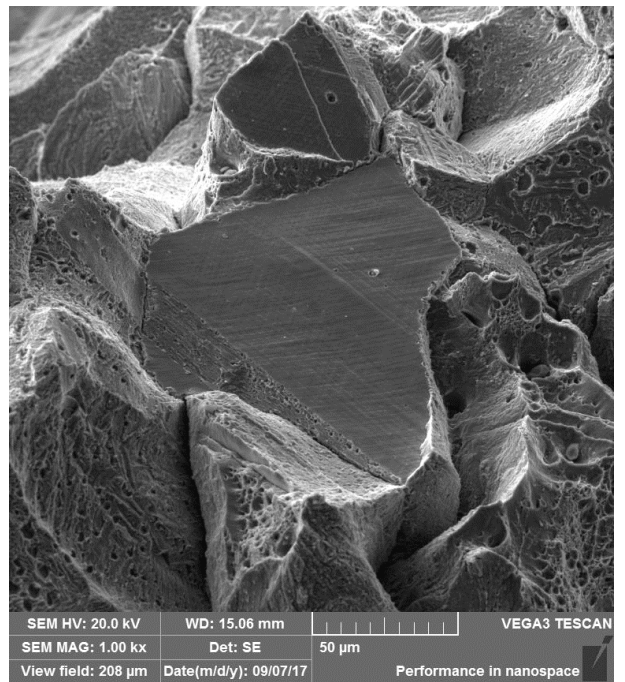
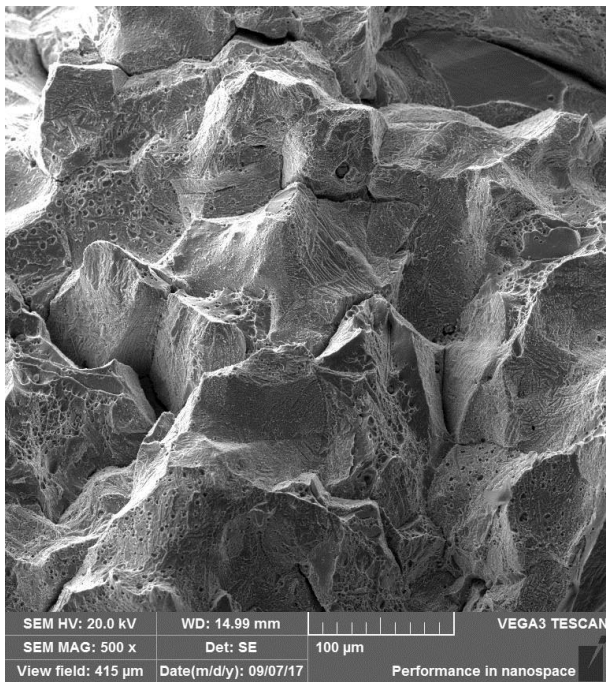
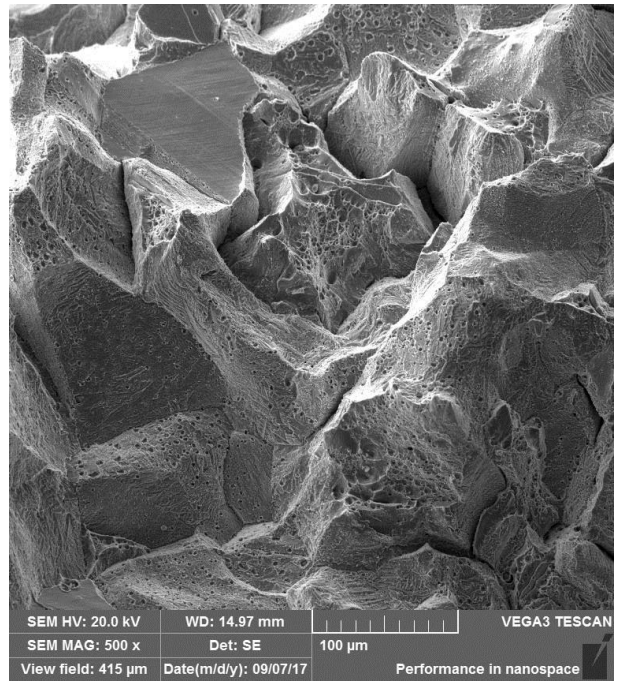
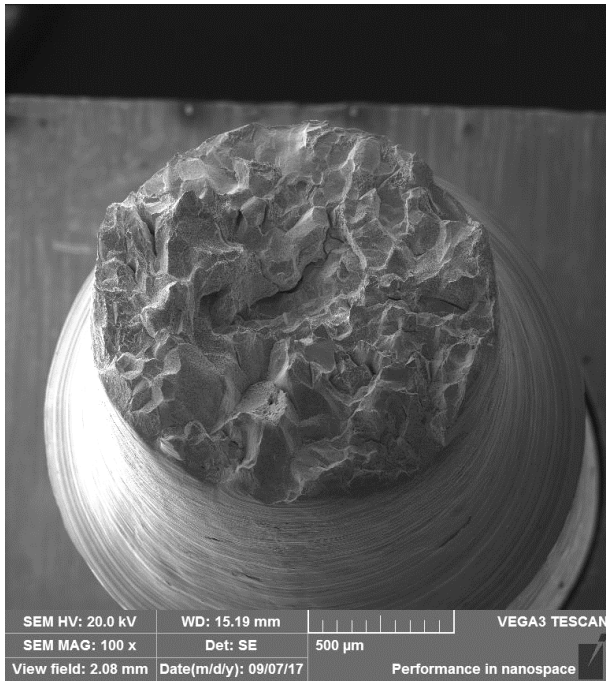


Рисунок 2.11 – Поверхность разрушения миниатюрного образца с круглым сечением (см. рисунок 2.7), испытанного на ударную вязкость при  $T = \text{«минус» } 180^{\circ}\text{C}$

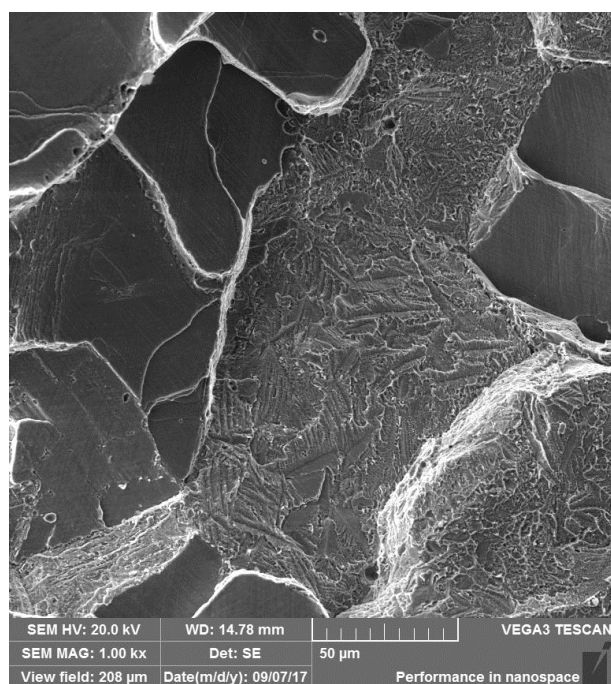
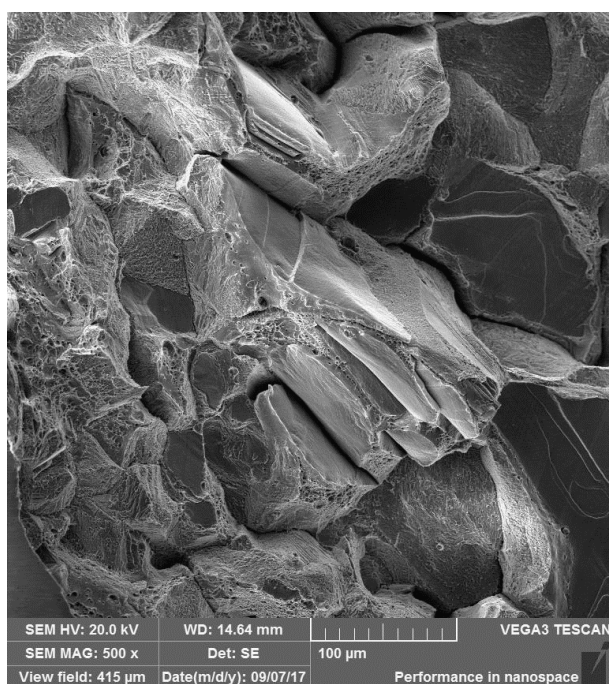
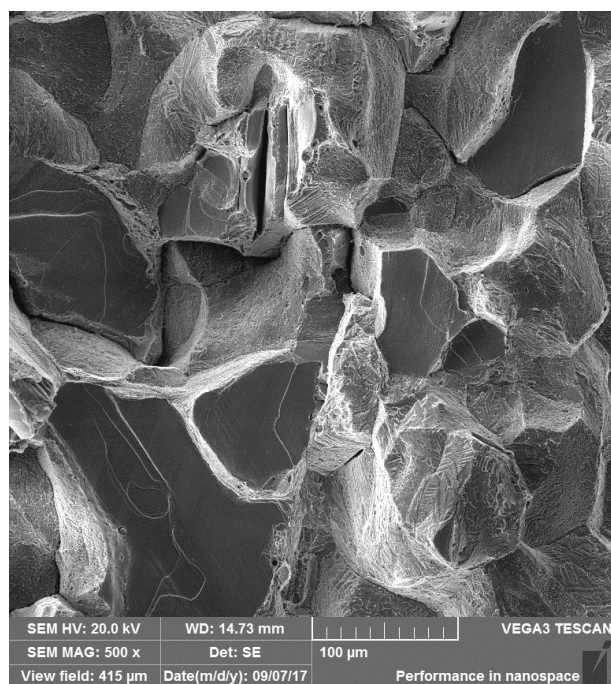
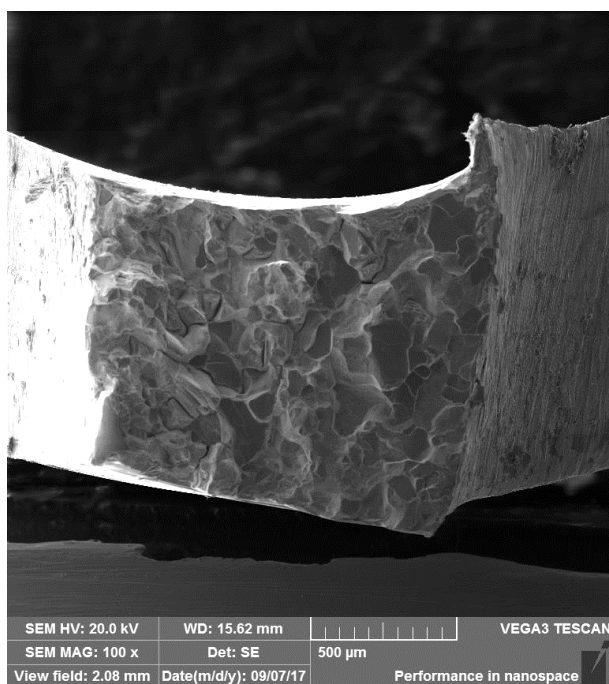


Рисунок 2.12 – Поверхность разрушения миниатюрного образца с дугообразным сечением (см. рисунок 2.8), испытанного на ударную вязкость при  $T = \text{«минус» } 180^{\circ}\text{C}$

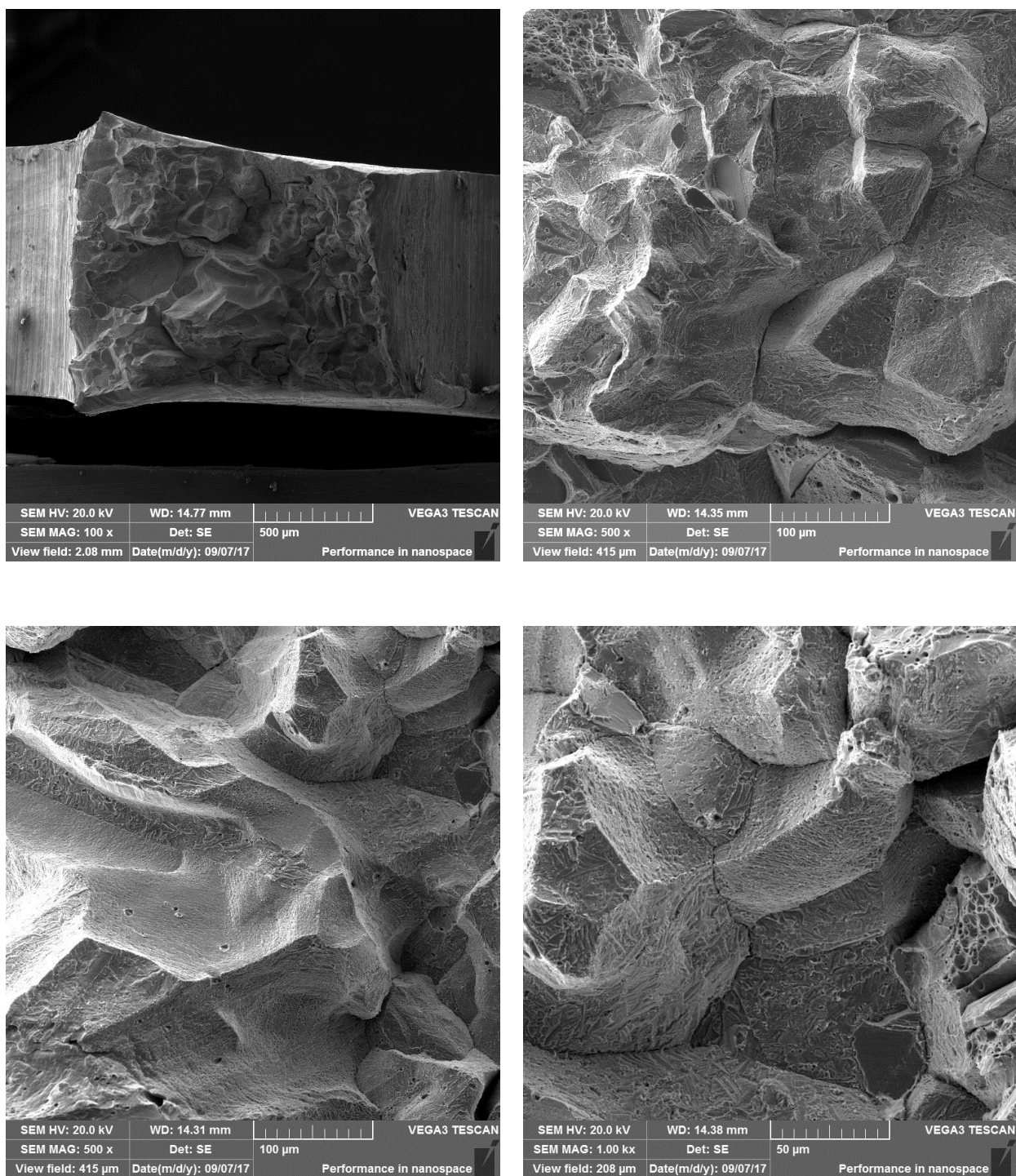


Рисунок 2.13 – Поверхность разрушения миниатюрного образца с прямоугольным сечением (см. рисунок 2.9), испытанного на ударную вязкость при  $T = \text{«минус» } 180^{\circ}\text{C}$

Таким образом, для исследования прочности границ зерен охрупченных аустенитных хромоникелевых сталей была разработана методика испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб при пониженной температуре ( $\sim \text{«минус» } 180 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ), которая в дальнейшем будет применяться для исследования влияния нейтронного облучения на ослабление прочности границ зерен аустенитных хромоникелевых сталей.



## 2.4 Сканирующая электронная микроскопия. Просвечивающая электронная микроскопия

### 2.4.1 Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ)

Растровая или сканирующая электронная микроскопия (РЭМ или СЭМ) предназначена для исследования поверхности образцов материалов. Метод растровой электронной микроскопии использует энергетическое и пространственное распределение электронов, эмитированных из приповерхностного слоя материала образца под воздействием сфокусированного электронного пучка. Для создания изображения структуры поверхности в растровом электронном микроскопе (РЭМ) регистрируются отраженные электроны (BSE – back scattered electrons) первичного пучка и вторичные электроны (SE – secondary electrons).

Принципиальная схема растрового электронного микроскопа представлена на рисунке 2.14. Основой растрового электронного микроскопа является оптическая колонна, которая состоит из источника электронов, системы ускорения, блока конденсорных линз (в современных микроскопах применяют одну магнитную линзу), отклоняющей системы, объективной (зондоформирующей) линзы, столика управления образцом (допускает перемещение по всем трем осям), детектора вторичных электронов [128].

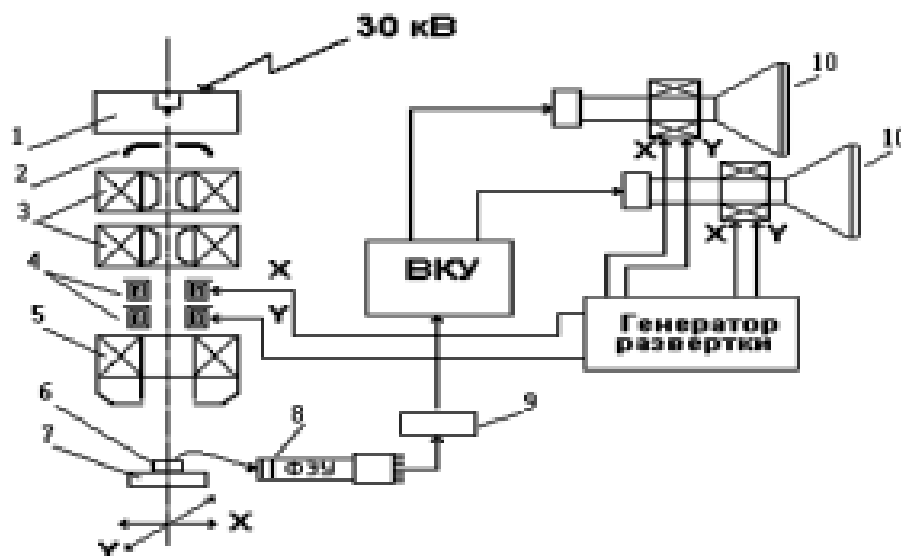


Рисунок 2.14 – Принципиальная схема растрового электронного микроскопа: 1 – электронная пушка, 2 – анод, 3 – блок конденсорных линз, 4 – отклоняющие катушки по X и Y, 5 – объективная (зондоформирующая) линза, 6 – образец, 7 – предметный столик, 8 – фотоэлектронный умножитель с электронфотонным преобразователем и световодом, 9 – предусилитель, 10 – электронно-оптические преобразователи (мониторы), ВКУ – блок видеоконтрольного усиления, генератор развертки по X и Y

Кроме того в состав элементов конструкции РЭМ входят блоки усиления сигнала вторичных электронов, системы управления сканированием электронного луча (каналы X и Y)

в оптической колонне по образцу и в электронно-лучевой трубке по люминесцирующему или жидкокристаллическому экрану. Изображение в РЭМ формируется в результате синхронной развертки электронного луча в электронно-лучевой трубке (мониторе) и перемещения луча первичных электронов по поверхности образца. Электронный луч последовательно проходит выбранный участок поверхности, а эмитируемые и рассеянные от поверхности электроны попадают в коллектор электронов. В результате взаимодействия эмитированных электронов с материалом сцинтиллятора образуются световые вспышки, которые с помощью фотоэлектронного умножителя преобразуются в электрический сигнал. Этот сигнал усиливается предусилителем (ПУ), видеоконтрольным устройством (ВКУ) и поступает на вход управления яркостью электронно-лучевой трубки. В результате изменения яркости поверхности экрана трубки формируется изображение сканируемой поверхности образца (материала).

Источником ускоренных электронов является катод. Наиболее распространены и просты в употреблении термоэмиссионные катоды, которые бывают вольфрамовыми (W) и гексаборид-лантановыми ( $\text{LaB}_6$ ). Через катод пропускается ток, который нагревает острие и приводит к эмиссии электронного тока.

Топографический контраст обусловлен формированием выхода вторичных электронов за счет рельефа поверхности, так как меняется угол наклона как облучения первичным пучком, так и эмиссии вторичных электронов. Так, при угле наклона поверхности в  $65^\circ$  изменение его на  $1 - 2^\circ$  приводит к изменению яркости более, чем на 10 %. Характерной чертой топографического контраста является повышение яркости изображения острых вершин, который связан с условиями более эффективного улавливания вторичных электронов от них на детекторе.

Композиционный контраст обусловлен сложным фазовым и атомным составом мишени. При наличии сильно отличающихся по составу участков поверхности можно получить информацию о распределении элементов и так как более тяжелые элементы отражают эффективнее первичные электроны, то они выглядят на экране более светлыми. Применение режима получения изображения в отраженных электронах снижает разрешение, однако, подбирая оптимальные условия наблюдения (ток и энергия электронов, угол облучения и наблюдения, напряжения на сетках детектора и т.п.), можно уверенно получать разрешение на уровне 10 – 20 нм на различных материалах. Чаще на практике реализуется смешанный режим наблюдения, т.е. яркостной сигнал одновременно формируется истинно вторичными электронами и отраженными электронами. В этом случае вторичные электроны создают контраст, а отраженные – засветку (световой фон). Применение смешанного режима работы позволяет выявить более сложные состояния на поверхности при больших увеличениях.

Элементный анализ в аналитическом растровом микроскопе чаще всего проводят с помощью метода рентгеновского микроанализа. Генерация рентгеновского излучения является результатом неупругого взаимодействия между электронами и образцом. Рентгеновское излучение появляется в результате двух главных процессов эмиссии характеристического излучения и эмиссии фонового, или тормозного излучения. Когда электрон высокой энергии взаимодействует с атомом, он может выбить один из электронов внутренней оболочки. В результате атом перейдет в ионизированное, или возбужденное состояние, с вакансией в оболочке. Переход в нормальное состояние происходит, когда один из электронов внешней оболочки заполняет данную вакансию, что сопровождается изменением его энергии, а величина изменения определяется уникальной для каждого химического элемента электронной структурой атома.

Количественный рентгеноспектральный микроанализ – это относительный метод, основанный на сравнении измеренной интенсивности рентгеновских линий, генерируемых в образце, с интенсивностями соответствующих линий в надлежащем стандартном образце известного состава, при одинаковых токах зонда и идентичных прочих аналитических условиях (одинаковое ускоряющее напряжение, одинаковая геометрия установки образца и стандарта, одинаковое состояние поверхности и др.). Содержание элемента рассчитывается из отношения интенсивностей на образце и стандарте с известной концентрацией определяемого элемента в последнем.

Для определения механизма разрушения после испытаний изломы и боковые поверхности всех образцов исследовали с помощью растрового электронного микроскопа “Hitachi TM 3000”, установленного в «горячей камере», с использованием дистанционного оборудования. Изломы и боковые поверхности необлученных образцов исследовались с помощью растрового электронного микроскопа VEGA 3 TESCAN. Оба микроскопа оснащены рентгеновским энергодисперсионным спектрометром для проведения количественного рентгеноспектрального микроанализа.

Подготовка изломов образцов, испытанных на воздухе, в аргоне и водной среде, для исследований на РЭМ заключалась в ультразвуковой очистке поверхностей разрушения в растворе ацетона и спирта (50 % на 50 %).

#### 2.4.2 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) предназначен для исследования структуры образцов [129].

Формирование изображения в электронных микроскопах основано на взаимодействии излучения (электронного пучка) с периодически расположенными структурами (атомами). При этом важным параметром является когерентность волнового излучения. В данном случае когерентность излучения определяется как мера совершенства волнового излучения в пространстве и времени. Рассеяние электронного пучка на периодическом объекте можно условно разделить на отдельные самостоятельные пучки, между которыми возникают определенные фазовые соотношения, если они когерентны. Эти соотношения фаз определяются геометрией осветительной системы и оптическим расстоянием между источниками излучения и освещаемой точкой объекта. Если размеры характеристических свойств объекта изменяются и существенно больше длины волны, то электронные лучи на них поглощаются, рассеиваются и дифрагируют. Лучи исходящие из объекта (или из его различных точек), как правило, отклонены от исходного направления за счет рассеяния и дифракции и благодаря своей когерентности могут интерферировать. Таким образом, в результате взаимодействия электронного пучка с периодической структурой объекта за ним возникает модифицированное волновое поле, которое содержит всю информацию об объекте. Распределение энергии излучения, обусловленное дифракцией и интерференцией, регистрируется соответствующим приёмником, расположенным перпендикулярно к пучку. Полученное изображение называется дифракционной картиной объекта.

Описание закономерностей формирования изображения объекта в прошедших (рассеянных) электронах основывается на теории Аббе. Одним из основных постулатов теории формирования изображения является предположение о соответствии получаемого изображения с реальным объектом, т.е. если оптическая система формирует изображение без искажений и улавливает весь дифрагированный пучок электронов, то изображение правильно передает распределение амплитуд и фаз излучения, рассеянного в объеме объекта. Таким образом, получение изображения объекта связано с формированием дифракционной картины в задней фокальной плоскости линзы.

Схема оптической колонны просвечивающего электронного микроскопа включает следующие основные элементы: осветитель на основе тетродной схемы (трех-электродная электронная пушка с термоэмиссионным катодом, конденсорные линзы и ограничивающие диафрагмы), исследуемый образец, объективную, промежуточную и проекционную линзы и люминесцентный экран. Для получения высококачественного изображения оптическая колонна оснащена дополнительными элементами: электромагнитными призмами для управления перемещением пучка, столиком перемещения образца, стигматорами объективной и промежуточной линз, селекторной диафрагмой.

Когда объект освещается параллельным пучком электронов, то после прохождения объекта пучок будет содержать электроны, двигающиеся параллельно оптической оси, и электроны, рассеянные на различные углы. Если при отсутствии aberrаций все прошедшие электроны достигают поверхности люминесцентного экрана, то изображение будет представлять собой однородное светлое пятно. Причиной формирования такой картины является точное сопряжение плоскостей «предметов» и плоскостей «изображений», т.е. разность фаз отсутствует. При достаточно большой толщине объекта часть электронов, двигающаяся вблизи поля ядра атомов объекта, отдаст некоторую долю своей энергии. В итоге на люминесцентном экране появятся области с меньшей яркостью, которая соответствует участкам в объеме объекта с повышенной потерей энергии проходящих электронов, например, за счет присутствия атомов большой массы. Формирование контраста изображения за счет различной атомной массы материал мишени называется атомным контрастом (или амплитудным контрастом).

В ряде случаев, для получения более полной информации о структуре объекта применяют режим темнопольного изображения, который заключается в исключении из формирования изображения электронов, идущих под углом равного или меньше апертурного.

Для этого применяют наклон осветителя на углы до  $1-2^\circ$ , введение кольцевой диафрагмы между электронной пушкой и конденсорным блоком или смещение апертурной диафрагмы объективной линзы. Как правило, контраст в режиме темнопольного изображения выше, поэтому этот режим применяют для изучения сложных по составу препаратов, содержащих разные фазы. В режиме дифракции темнопольный режим позволяет выделить отдельные кристаллографические направления, соответствующие разным фазам, что существенно облегчает идентификацию электронограмм.

Исследования микроструктуры образцов для данной работы проводились в ЦИК ЦНИИ КМ «Прометей» и в НИЦ «Курчатовский институт».

Анализ дислокационной субструктуры выполнялся на просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai G<sup>2</sup> 30 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Исследования микро- и наноструктуры образцов проводились методами просвечивающей электронной микроскопии с использованием с использованием высокоразрешающего микроскопа Titan 80-300 (FEI, США), оснащенного приставками для EDX (Energy-Dispersive X-ray) и EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) анализа, а также растровой электронной микроскопии с использованием высокоразрешающего автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа Merlin (Zeiss, Германия) в тяжелом радиоактивном исполнении, оснащенного приставками для энерго- и волнового дисперсионного анализа, а также системой дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD) Oxford Instruments.

Образцы для исследований изготавливались методом двусторонней электрохимической полировки. Предварительное утонение проводилось в растворе 50 %  $\text{HClO}_4$  и 50 %  $\text{CH}_3\text{COOH}$  при напряжении порядка 8 В. Окончательное утонение проводилось с использованием установки Struers Tenipol 5 в 10 % растворе  $\text{HClO}_4$  в метаноле при температуре ниже минус 50 °С и напряжениях порядка 20 В.

При помощи ПЭМ можно анализировать дислокационную структуру облученного и необлученного материала: определять объемную плотность и средний размер дислокационных петель. Также можно анализировать вторичные фазы, определять их химический состав, объемную плотность и средний размер. Существует возможность определять размеры и объемную плотность пор, образовавшихся в результате облучения.

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 2

1 Приведены характеристики материалов для исследований на склонность к КРН. Планируется испытывать образцы из сталей марок 08X18H10T, 12X18H10T, 304 (аналог российской стали типа X18H9) и 316 (аналог российских сталей типа X16H11M3), которые были облучены до различных повреждающих доз в разных спектрах нейтронов.

2 Рассмотрено устройство петлевого автоклава, разработанного и сконструированного в ЦНИИ КМ «Прометей». Автоклав расположен в «горячей» камере и предназначен для испытаний на растяжение при постоянной нагрузке (ПН), при медленном деформировании (МСД) и циклическом деформировании с медленной скоростью (ЦДМС) облученных образцов. Испытания на КРН можно проводить в различных коррозионных, а также инертных газовых средах.

3 Для исследования прочности границ зерен охрупченных аустенитных хромоникелевых сталей была разработана методика испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб при пониженной температуре (~ «минус»  $180 \pm 2$  °С).

4 Были разработаны миниатюрные образцы разных типов для проведения испытаний на ударный изгиб, благодаря чему существует возможность их изготовления из обломков облученных образцов различных типов.

5 Рассмотрены основные принципы сканирующей электронной микроскопии, которая позволяет проанализировать характер поверхности разрушения образца и используется для анализа механизмов разрушения исследуемых облученных и необлученных образцов. Также рассмотрены основные принципы рентгено-спектрального анализа, позволяющего определять локальный химический состав материала.

6 Рассмотрены основные принципы просвечивающей электронной микроскопии, которая используется для анализа микроструктуры (объемная плотность и размеры дислокационных петель, вторичных фаз, пор и т.д.) изучаемых материалов.

### ГЛАВА 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЛЮЕНСА И ПОВРЕЖДАЮЩЕЙ ДОЗЫ НЕЙТРОНОВ В ОБЛУЧЕННОЙ СТАЛИ ДЛЯ ВКУ

Прогнозирование изменения свойств материала ВКУ в процессе эксплуатации неразрывно связано с расчетной оценкой параметров облучения ВКУ: флюенса быстрых нейтронов, повреждающей дозы нейтронного облучения в единицах смещения на атом (сна), а также радиационного энерговыделения, определяющего дополнительное увеличение температуры элементов ВКУ. При известных температурно-дозовых зависимостях механических и служебных свойств для материала ВКУ точность оценки параметров облучения конкретного элемента ВКУ конкретного энергоблока во многом определяет точность оценки деградации свойств материала этого элемента.

Для определения повреждающей дозы, набранной изучаемым материалом, используется расчетно-экспериментальный метод. В качестве материала могут использоваться образцы изучаемой стали либо непосредственно элементы ВКУ, от которых осуществляется отбор микропроб. Затем измеряется активность микропроб, которая в дальнейшем используется для определения таких характеристик как плотность потока, флюенс нейтронов и повреждающая доза в смещениях на атом. Принцип метода изложен ниже.

#### 3.1 Принцип расчетно-экспериментального определения параметров облучения

Расчетно-экспериментальный метод основан на определении наведенной активности радиоактивных изотопов, образовавшихся в материале в результате ядерных реакций, и последующем расчёте характеристик нейтронного поля с использованием справочных и расчетных данных о ядерной реакции.

Обычно, в качестве величин, характеризующих дозовые нагрузки на элементы ВКУ, используются следующие величины: плотность потока и флюенс быстрых нейтронов (с энергией больше 0,1 МэВ или 0,5 МэВ) и повреждающая доза в единицах смещения на атом.

От облученных элементов ВКУ или от образцов исследуемой стали при помощи фрезерного станка, расположенного в «горячей» камере, осуществляется отбор микропроб с массами около 1 мг. Все микропробы взвешиваются на микровесах МХА-5, производства RADWAG (Польша) с погрешностью взвешивания 8 мкг.

Типичный  $\gamma$ -спектр микропробы, облученной стали 08X18H10T, приведен на рисунке 3.1. Из рисунка 3.1 видно, что для определения активности и дальнейшего расчета плотности потока нейтронов можно использовать следующие пороговые ядерные реакции:

${}_{26}^{54}\text{Fe} + {}_0^1\text{n} \rightarrow {}_{25}^{54}\text{Mn} + {}_1^1\text{p}$  и  ${}_{28}^{58}\text{Ni} + {}_0^1\text{n} \rightarrow {}_{27}^{58}\text{Co} + {}_1^1\text{p}$ , которые происходят при взаимодействии нейтронов с



ядрами конструкционных материалов и приводят к появлению новых радиоактивных изотопов  $^{54}\text{Mn}$  и  $^{58}\text{Co}$ . Реакция образования изотопа марганца  $^{54}\text{Mn}$  из изотопа железа  $^{54}\text{Fe}$  имеет пороговую энергию ( $E_n$ ) 3,0 МэВ, реакция образования изотопа кобальта  $^{58}\text{Co}$  из изотопа никеля  $^{58}\text{Ni}$  имеет пороговую энергию 2,3 МэВ, то есть данные реакции происходят, если энергия нейтрона выше пороговой энергии  $E_n$ . Образовавшийся в результате ядерной реакции радиоактивный изотоп  $^{54}\text{Mn}$  ( $^{58}\text{Co}$ ) распадается в стабильный изотоп  $^{54}\text{Cr}$  ( $^{58}\text{Fe}$ ). При этом испускаются  $\gamma$ -кванты с энергией 834,9 кэВ (810,8 кэВ), которые регистрируются при помощи полупроводникового детектора. Экспериментально измеряется  $\gamma$ -спектр микропробы облученного материала – зависимость числа  $\gamma$ -квантов от их энергии (рис. 3.1). В измеренном  $\gamma$ -спектре микропробы находится интересующий нас пик с энергией 834,9 кэВ (810,8 кэВ) – пик полного поглощения, который объединяет импульсы, возникающие в результате фотоэлектрических взаимодействий с полной потерей энергии в детектирующей среде. Ширина этого пика определяется, в основном, статистическими флуктуациями величины заряда, образованного этими взаимодействиями, а также вкладом от электроники обработки импульсов. Центроида пика соответствует энергии  $\gamma$ -кванта 834,9 кэВ (810,8 кэВ). По площади этого пика, отнесенного ко времени измерения, можно определить активность (число распадов в единицу времени) изотопа  $^{54}\text{Mn}$  ( $^{58}\text{Co}$ ). Экспериментально измеряемая активность образующегося изотопа связана с количеством нейтронов, взаимодействовавших с ядром-мишенью  $^{54}\text{Fe}$  ( $^{58}\text{Ni}$ ) в облучаемом материале: чем больше нейтронов провзаимодействовало с ядром-мишенью, тем выше будет активность. То есть, зная активность изотопа  $^{54}\text{Mn}$  ( $^{58}\text{Co}$ ) и сечение ядерной реакции, можно рассчитать количество нейтронов в единицу времени, то есть плотность потока нейтронов с энергией выше пороговой. Смысл величины сечения ядерной реакции заключается в том, что эта величина служит количественной мерой относительной вероятности, с которой происходит ядерная реакция. Фактически сечение – это площадь мишени, «предоставляемая» ядром для налетающих на мишень нейтронов, при попадании в которую происходит ядерная реакция. Сечение ядерной реакции зависит от энергии нейтронов и является справочной величиной.

Таким образом, зная активность изотопа  $^{54}\text{Mn}$  ( $^{58}\text{Co}$ ), можно восстановить плотность потока нейтронов с энергией выше пороговой в том месте, где облучалась измеряемая микропроба металла. В качестве такой микропробы может использоваться непосредственно металл элемента ВКУ, либо специально размещаемые в реакторе мониторы – тонкие фольги с известным количеством изотопов-мишеней. Для того чтобы рассчитать плотности потока быстрых нейтронов с энергиями отличными от пороговых (0,1; 0,5 или 1 МэВ), используются расчетные энергетические спектры нейтронов (зависимости плотности потока от энергии нейтрона). Спектры нейтронов рассчитываются с помощью специальных программных средств

(ПС), предназначенных для проведения нейтронно-физических расчетов, например ПС КАТРИН-2.5.

В более строгом математическом виде расчетно-экспериментальный метод определения плотности потока и флюенса быстрых нейтронов изложен ниже.

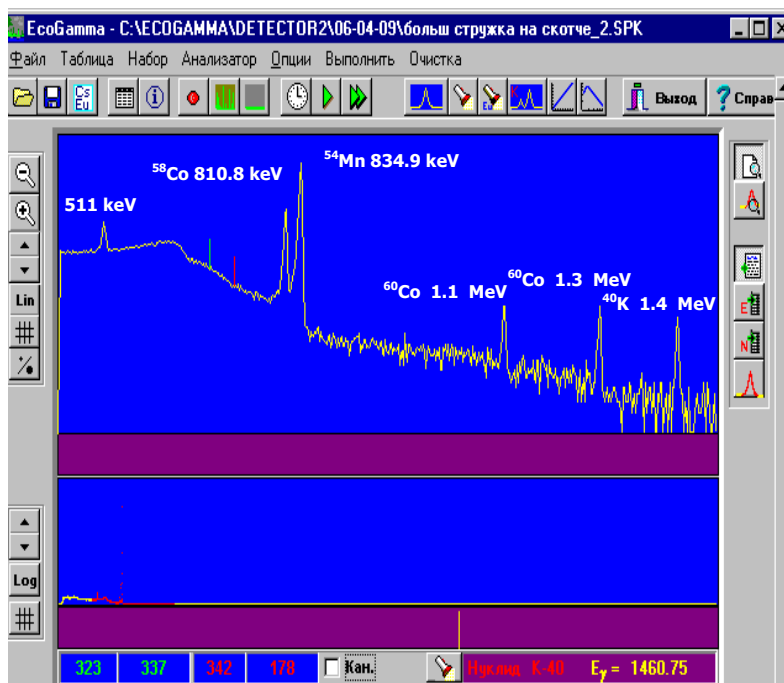


Рисунок 3.1 – Пример  $\gamma$ -спектра микропробы, облученной стали 08X18H10T, полученного в программе ESOGamma

Измерение  $\gamma$ -спектров микропроб осуществлялось с помощью полупроводникового  $\gamma$ -спектрометра, состоящего из Ge(Li) детектора коаксиального типа с чувствительным объемом  $80 \text{ см}^3$  и разрешением 2,8 кэВ на  $\gamma$ -линии 1,33 МэВ  $^{60}\text{Co}$ , усилительного тракта и амплитудного анализатора, разработанных в ООО «НПО Спектр». В качестве эталонов активности использовались точечные  $\gamma$ -источники  $^{54}\text{Mn}$  и  $^{152}\text{Eu}$  (из комплекта стандартных  $\gamma$ -источников ОСГИ №5176, №6823). Обработка  $\gamma$ -спектров и оценка экспериментально измеренной удельной активности изотопов  $^{54}\text{Mn}$  и  $^{58}\text{Co}$  производилась разработанной ООО «НПО Спектр» программой ESOGamma, основанной на представлении пиков полного поглощения в виде кривых Гаусса на линейно-изменяющемся фоне. В итоге, на основе измеренного  $\gamma$ -спектра, экспериментально измерялась удельная активность ( $A_{y0}$ )<sup>9</sup> изотопов  $^{54}\text{Mn}$  и  $^{58}\text{Co}$  (активность, отнесенная к массе микропробы в г). Полученные значения ( $A_{y0}$ )<sup>9</sup> усреднялись по всем отобранным микропробам для каждой позиции отбора. Измеренную активность изотопов пересчитывали на момент окончания облучения с учетом периода полураспада, поскольку измерения активности проводились спустя некоторое время после окончания облучения. Погрешность измерения удельной активности составляла 5 %.

Расчетно-экспериментальное значение плотности потока нейтронов с энергией  $E > 3,0$  МэВ, усредненное за время облучения, рассчитывается по формуле [130]:

$$\overline{(\Phi_{E>3,0}^{\text{Mn}})^{\circ}} = \frac{(A_m^{\text{Mn}})^{\circ} \cdot M_{\text{Fe}}}{\sigma_{3,0} \cdot c_{\text{Fe}} \cdot N_A \cdot \sum_k P_k \cdot (1 - \exp(-\lambda_{\text{Mn}} \cdot \Delta t_k)) \cdot \exp(-\lambda_{\text{Mn}} \cdot (t_{\text{обл}} - t_k))}, \quad (3.1)$$

где  $(A_m^{\text{Mn}})^{\circ}$  – экспериментально измеренная удельная активность изотопа  $^{54}\text{Mn}$  на момент окончания облучения  $t_{\text{обл}}$ , Бк/г;

$M_{\text{Fe}}$  – молярная масса изотопа  $^{54}\text{Fe}$ , равная 54 г/моль;

$\sigma_{3,0}$  – эффективное сечение реакции (в упрощенной записи  $^{54}\text{Fe}(n,p)^{54}\text{Mn}$ ), см<sup>2</sup>;

$c_{\text{Fe}}$  – массовая доля изотопа  $^{54}\text{Fe}$  в стали марки 08X18H10T;

$\lambda_{\text{Mn}}$  – постоянная распада изотопа  $^{54}\text{Mn}$ , с<sup>-1</sup>;

$P_k$  – отношение тепловой мощности реактора в интервале времени  $\Delta t_k$  к номинальной мощности реактора;

$\Delta t_k$  – продолжительность работы на рассматриваемом интервале времени;

$t_k$  – время окончания интервала времени  $\Delta t_k$ , с.

Расчетно-экспериментальное значение плотности потока нейтронов с энергией  $E > 2,3$  МэВ, усредненное за время облучения, рассчитывается по формуле [130]:

$$\overline{(\Phi_{E>2,3}^{\text{Co}})^{\circ}} = \frac{(A_m^{\text{Co}})^{\circ} \cdot M_{\text{Ni}}}{\sigma_{2,3} \cdot c_{\text{Ni}} \cdot N_A \cdot \sum_k P_k \cdot (1 - \exp(-\lambda_{\text{Co}} \cdot \Delta t_k)) \cdot \exp(-\lambda_{\text{Co}} \cdot (t_{\text{обл}} - t_k))}, \quad (3.2)$$

где  $(A_m^{\text{Co}})^{\circ}$  – экспериментально измеренная удельная активность изотопа  $^{58}\text{Co}$  на момент окончания облучения  $t_{\text{обл}}$ , Бк/г;

$M_{\text{Ni}}$  – молярная масса изотопа  $^{58}\text{Ni}$ , равная 58 г/моль;

$\sigma_{2,3}$  – эффективное сечение реакции (в упрощенной записи  $^{58}\text{Ni}(n,p)^{58}\text{Co}$ ), см<sup>2</sup>;

$c_{\text{Ni}}$  – массовая доля изотопа  $^{58}\text{Ni}$  в стали марки 08X18H10T;

$\lambda_{\text{Co}}$  – постоянная распада изотопа  $^{58}\text{Co}$ , с<sup>-1</sup>.

Эффективные сечения пороговых ядерных реакций  $\sigma_{3,0}$  и  $\sigma_{2,3}$  были рассчитаны по формуле (3.3) с использованием энергетических спектров нейтронов  $\phi(E)$ , рассчитанных при помощи специальных программ для нейтронно-физических расчетов (например, ПС КАТРИН-2.5 [131]) и энергетических зависимостей сечений ядерных реакций  $\sigma(E)$  из файла irdf2002 ([132] <https://www-nds.iaea.org/irdf2002/index.htmlx>).

$$\sigma_{E_n} = \frac{\int_0^{\infty} \sigma(E) \cdot \phi(E) \cdot dE}{\int_{E_n}^{\infty} \phi(E) \cdot dE}. \quad (3.3)$$

Расчетно-экспериментальные значения плотности потока быстрых нейтронов с энергией  $E$  выше 0,1 МэВ (такая пороговая энергия выбирается исходя из того что, именно эти нейтроны

создают >95 % повреждений), усредненные по периоду облучения, рассчитывались по формуле (3.4)

$$\overline{(\Phi_{E>0,1}^{\text{Mn}})^3} = \overline{(\Phi_{E>3,0}^{\text{Mn}})^3} \cdot SI(0,1/3,0), \quad (3.4)$$

$$\overline{(\Phi_{E>0,1}^{\text{Co}})^3} = \overline{(\Phi_{E>2,3}^{\text{Co}})^3} \cdot SI(0,1/2,3), \quad (3.5)$$

где  $SI(0,1/2,3)$  и  $SI(0,1/3,0)$  – расчетные спектральные индексы, то есть отношения плотности потока нейтронов с энергией выше 0,1 МэВ к плотности потоков нейтронов с энергией выше 2,3 и 3,0 МэВ, соответственно.

Набранный за время облучения флюенс нейтронов с энергией  $E > 0,1$  МэВ рассчитывается следующим образом

$$F_{E>0,1}^{\text{Mn}} = \sum_k \overline{(\Phi_{E>0,1}^{\text{Mn}})^3} \cdot P_k \cdot \Delta t_k, \quad (3.6)$$

$$F_{E>0,1}^{\text{Co}} = \sum_k \overline{(\Phi_{E>0,1}^{\text{Co}})^3} \cdot P_k \cdot \Delta t_k. \quad (3.7)$$

Аналогично рассчитывается флюенс нейтронов с энергией  $E > 3,0$  МэВ ( $F_{E>3,0}$ ).

Флюенс нейтронов всех энергий ( $F_{E>0}$ ) определяется по формуле:

$$F_{E>0} = F_{E>E_n} \cdot SI(0/E_n), \quad (3.8)$$

где  $SI(0/E_n)$  – отношение плотности потока нейтронов всех энергий к плотности потоков нейтронов с энергией выше  $E_n$  (3,0 МэВ или 2,3 МэВ).

Спектральные индексы для каждой кампании рассчитываются с помощью специальных программ с использованием расчетных спектров нейтронов в местах облучения микропроб.

Расчет повреждающей дозы при облучении нейтронами проводился по формуле [133]:

$$D = \int_0^{\infty} \sigma_{DPA}(E) \cdot F(E) \cdot dE = \overline{\sigma_{DPA}} \cdot F_{E>0}, \quad (3.9)$$

где  $F(E)$  – флюенс нейтронов с энергией  $E$ ,  $\text{см}^{-2}$  (спектр флюенса);

$\sigma_{DPA}(E)$  – энергетическая зависимость нейтронного сечения смещения для стали марки 08X18H10T,  $\text{см}^2$ ;

$F_{E>0}$  – флюенс нейтронов всех энергий (формула 3.8),  $\text{см}^{-2}$ ;

$\overline{\sigma_{DPA}}$  – усредненное по энергетическому спектру нейтронов нейтронное сечение смещения для стали марки 08X18H10T,  $\text{см}^2$ .

Величина  $\overline{\sigma_{DPA}}$  рассчитывалась по формуле:

$$\overline{\sigma_{DPA}} = \frac{\int_0^{\infty} \sigma_{DPA}(E) \cdot \varphi(E) \cdot dE}{(\overline{\Phi_{E>0}})^p}. \quad (3.10)$$

где  $\overline{\Phi_{E>0}}^p$  – плотность потока нейтронов всех энергий (с  $E > 0$  МэВ), полученная расчетным путем с использованием специальных программ для нейтронно-физических расчетов ( $\text{см}^2 \cdot \text{с}$ )<sup>-1</sup>;

$\varphi(E)$  – расчетный энергетический спектр нейтронного потока, усредненный за время облучения,  $(\text{см}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{МэВ})^{-1}$ ;

сечения  $\sigma_{DPA}(E)$ ,  $(\text{см}^2)$ , принимались по данным библиотеки [132].

Погрешности расчетно-экспериментального определения флюенса быстрых нейтронов и повреждающей дозы оценивается в 20 %.

### 3.2 Облучение в БОР-60

Одним из изучаемых материалов является сталь 08X18H10T (плавка 192031), о которой было рассказано в главе 2. Образцы для автоклавных испытаний из этой стали облучались в нескольких материаловедческих сборках в исследовательском реакторе на быстрых нейтронах БОР-60 (ОАО ГНЦ НИИАР, г. Димитровград) до повреждающих доз  $5 \div 100$  сна. Данные по повреждающим дозам для этих образцов были предоставлены ОАО ГНЦ НИИАР, г. Димитровград. Для того, чтобы экспериментально подтвердить эти данные, были выбраны образцы, облучавшиеся в материаловедческой сборке МП-138(2) в ячейке А-43 (3 ряд ТВС А3) с 21.12.2006 по 30.03.2008 (микрокампании: МК 84 - МК 86А). История облучения, предоставленная НИИАР г. Димитровград, приведена в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – История облучения материаловедческой сборки МП-138(2), облученной в ячейке активной зоны А43 реактора БОР-60

№ МК	Начало МК	Конец МК	Длительность МК, сут.	Длительность ППР*, сут.	Средняя тепловая мощность реактора, МВт
84	20.12.06	21.01.07	31.6	10	48.9
84А	30.01.07	11.03.07	39.5	10	49.2
84Б	21.03.07	11.05.07	51.0	40	50.5
85	20.06.07	05.08.07	45.6	13	46.9
85А	18.08.07	28.10.07	70.9	36	48.0
86	03.12.07	13.01.08	40.8	11	48.2
86А	24.01.08	30.03.08	65.8	42	50.4

\*ППР – планово-профилактический ремонт.

Для расчета повреждающей дозы в единицах смещения на атом (сна) из материаловедческой сборки МП-138(2) были выбраны три облученных образца на вязкость разрушения (основной металл) с размерами 10x10x55 мм. Образцы с маркировками 010 и 014 облучались на 2-ом этаже сборки, на 6 см ниже центральной плоскости активной зоны (А3), образец с маркировкой 07 облучался на 3-ем этаже сборки, в центральной плоскости А3. На фрезерном станке, расположенном в «горячей» камере с каждого образца было отобрано по десять микропроб, которые затем были взвешены на специальных микровесах.

ОАО ГНЦ НИИАР, г. Димитровград был предоставлен расчетный энергетический спектр нейтронов  $\phi(E)$  (рисунок 3.2) в месте облучения материаловедческой сборки в активной зоне реактора БОР60. Спектр представлен в групповой шкале SAND-II (640 групп).

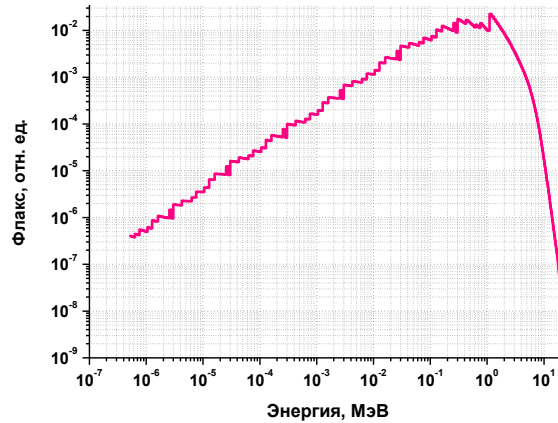


Рисунок 3.2 – Расчетный энергетический спектр нейтронного потока в АЗ БОР 60 в групповой шкале SAND-II

В таблице 3.2 приведены экспериментально измеренные удельные активности микропроб на момент окончания облучения 30.03.2008 (усредненные по десяти микропробам, отобранным от каждого образца).

Таблица 3.2 – Экспериментально измеренные удельные активности микропроб на момент окончания облучения

Маркировка образца	07		010		014	
	<sup>54</sup> Mn	<sup>58</sup> Co	<sup>54</sup> Mn	<sup>58</sup> Co	<sup>54</sup> Mn	<sup>58</sup> Co
Удельная активность, Бк/г	7.40E9	2.60E10	7.80E9	2.73E10	7.57E9	2.64E10

Плотности потока нейтронов, соответствующие номинальной мощности реактора 55 МВт, и флюенсы нейтронов с энергиями больше 3 МэВ и 2,3 МэВ, набранные исследуемыми образцами за все время облучения, были рассчитаны по формулам 3.1, 3.2, 3.4, 3.5. Полученные значения приведены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 – Плотности потока нейтронов, соответствующие номинальной мощности реактора 55 МВт, и флюенсы нейтронов с энергиями больше 3 МэВ и 2,3 МэВ

Маркировка образца	07		010		014	
	E>3,0	E>2,3	E>3,0	E>2,3	E>3,0	E>2,3
Плотность потока, см <sup>-2</sup> *с <sup>-1</sup>	9.73E+13	1.78E+14	1.03E+14	1.87E+14	9.96E+13	1.81E+14
Флюенс, см <sup>-2</sup>	2.58E+21	4.72E+21	2.72E+21	4.97E+21	2.64E+21	4.81E+21

Значения флюенсов всех энергий (средние по двум пороговым реакциям), рассчитанные по формуле 3.8, приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Флюенсы нейтронов всех энергий ( $E>0$ )

Маркировка образца	07	010	014
Флюенс ( $E>0$ ), $\text{см}^{-2}$	5,78E22	6,10E22	5,90E22

Повреждающие дозы в единицах смещения на атом для образцов из стали марки 08X18N10T, облучавшихся в материаловедческой сборке МП-138(2), рассчитанные по формуле 3.9, приведены в таблице 3.5. В этой же таблице приведены повреждающие дозы, рассчитанные в ОАО ГНЦ НИИАР.

Таблица 3.5 – Повреждающая доза в единицах смещения на атом

Маркировка образца	07	010	014
Повреждающая доза, рассчитанная с использованием измеренной активности проб металла, сна	23.9	25.2	24.4
Повреждающая доза (ОАО ГНЦ НИИАР), рассчитанная с использованием измеренной активности мониторов, сна	26.9	27.4	27.4

Из таблицы 3.5 видно, что повреждающие дозы, рассчитанные с использованием экспериментально измеренной удельной активности микропроб, совпадают в пределах погрешности с повреждающими дозами, рассчитанными в ОАО ГНЦ НИИАР.

### 3.3 Облучение в ВВЭР-1000

Еще одним из изучаемых материалов является сталь 08X18N10T-У (содержание кобальта должно быть не выше 0,025 %) чехла канала для нейтронных измерений (КНИ), из которого были сделаны образцы для автоклавных испытаний на КРН.

Чехол КНИ размещался в измерительном канале ТВС №8 (координаты 14-23) в течение 17, 18, 19 топливных загрузок энергоблока №2 Балаковской АЭС. На рисунке 3.3 показано расположение и нумерация ТВС в активной зоне. На этом рисунке отмечена ТВС, содержащая КНИ, для которого проводится расчетно-экспериментальное определение повреждающей дозы. История облучения чехла КНИ, предоставленная Балаковской АЭС, приведена в таблице 3.6.

Таблица 3.6 – История облучения чехла КНИ

Параметр	Значение
Тепловая мощность реактора в топливных загрузках 17,18,19 ( $104\% N_{\text{ном}}$ ), МВт;	3120
Эффективная длительность топливных загрузок, эфф. суток:	
-17 загрузка (26.08.08 – 05.09.09)	372,1
-18 загрузка (11.10.09 – 08.01.11)	461,1
-19 загрузка (26.02.11 – 09.07.12)	500,8

Фрагмент чехла КНИ длиной ~140 см (110-250 см от низа выгородки) был разрезан на две равные части и привезен в лабораторию радиационного материаловедения ФГУП «ЦНИИ

КМ «Прометей». В «горячей камере» при помощи фрезерного станка с обеих частей чехла КНИ были сняты микропробы. Было отобрано десять микропроб с массами от 0,5 до 1 мг. Микропробы были взвешены на микровесах МХА-5, производства RADWAG (Польша) с погрешностью взвешивания 8 мкг.

Среднее значение удельной активности  $^{54}\text{Mn}$  для десяти образцов стружки (с обеих фрагментов чехла КНИ) составило  $2,75 \times 10^9$  Бк/г. Измеренные удельные активности  $^{54}\text{Mn}$  образцов стружек отличаются от среднего значения не более, чем на 5 %. Погрешность измерения удельной активности составляет 4 %. Активность изотопа  $^{58}\text{Co}$  измерить не удалось, так как на момент проведения измерений изотоп  $^{58}\text{Co}$ , имеющий малый период полураспада (70,86 суток), практически полностью распался.

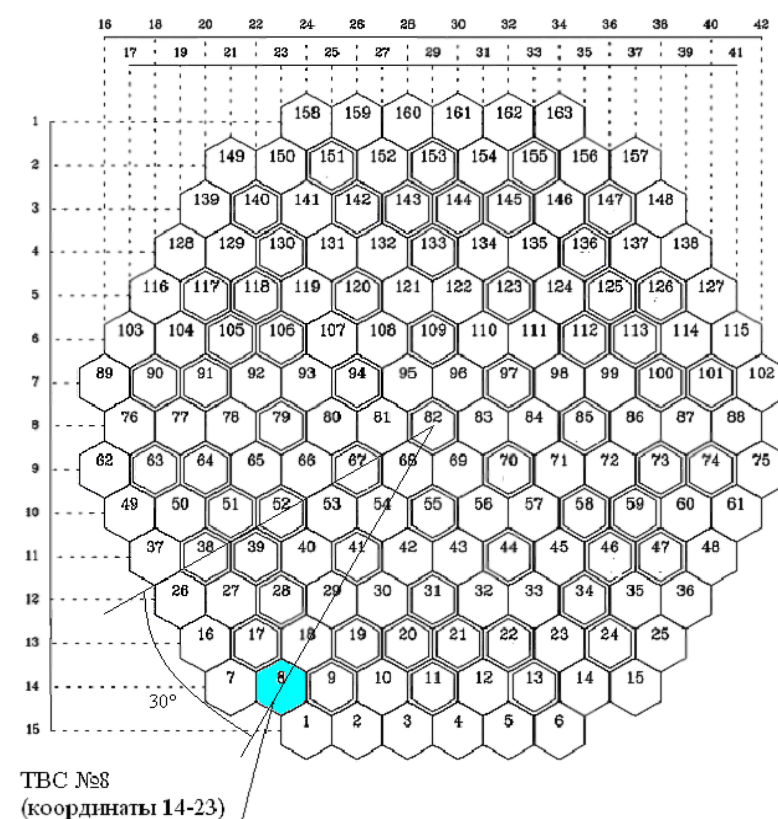


Рисунок 3.3 – Расположение и нумерация ТВС в активной зоне и положение ТВС №8, содержащей рассматриваемый КНИ

Плотности потоков и флюенсы нейтронов с  $E > 3$  МэВ и  $E > 0,1$  МэВ и  $E > 0$  МэВ для каждой кампании, рассчитанные по формулам 3.1, 3.2, 3.4-3.8 с использованием экспериментально измеренной удельной активности микропроб, приведены в таблице 3.7. Погрешности определения флюенсов составляют 20 %.



Таблица 3.7 – Расчетно-экспериментальные значения плотности потоков и флюенсы нейтронов с  $E > 3$  МэВ,  $E > 0,1$  МэВ и  $E > 0$  МэВ

№ кампании	$\Phi (E > 3),$ $\text{см}^{-2}\cdot\text{с}^{-1}$	$\Phi (E > 0,1),$ $\text{см}^{-2}\cdot\text{с}^{-1}$	$\Phi (E > 0),$ $\text{см}^{-2}\cdot\text{с}^{-1}$	$F(E > 3),$ $\text{см}^{-2}$	$F(E > 0,1),$ $\text{см}^{-2}$	$F(E > 0),$ $\text{см}^{-2}$
17	$1,93 \times 10^{13}$	$1,49 \times 10^{14}$	$3,13 \times 10^{14}$	$6,19 \times 10^{20}$	$4,77 \times 10^{21}$	$1,00 \times 10^{22}$
18	$2,05 \times 10^{13}$	$1,57 \times 10^{14}$	$3,29 \times 10^{14}$	$8,18 \times 10^{20}$	$6,25 \times 10^{21}$	$1,31 \times 10^{22}$
19	$1,53 \times 10^{13}$	$1,18 \times 10^{14}$	$2,52 \times 10^{14}$	$6,65 \times 10^{20}$	$5,12 \times 10^{21}$	$1,10 \times 10^{22}$
За три кампании				$2,10 \times 10^{21}$	$1,61 \times 10^{22}$	$3,41 \times 10^{22}$

Повреждающие дозы для чехла КНИ из стали 08X18H10T, рассчитанные по формуле 3.9, приведены в таблице 3.8. Погрешность расчетно-экспериментального определения повреждающей дозы оценивается в 20 %.

Таблица 3.8 – Повреждающие дозы для чехла КНИ

№ кампании	17	18	19	За три кампании:
D, сна	3,31	4,34	3,55	11,20

Расчетное значение повреждающей дозы для чехла КНИ (180 см от низа выгородки), полученное ОКБ «Гидропресс» составляет 11 сна (рисунок 3.4). Погрешность расчета оценивается в 20 %.

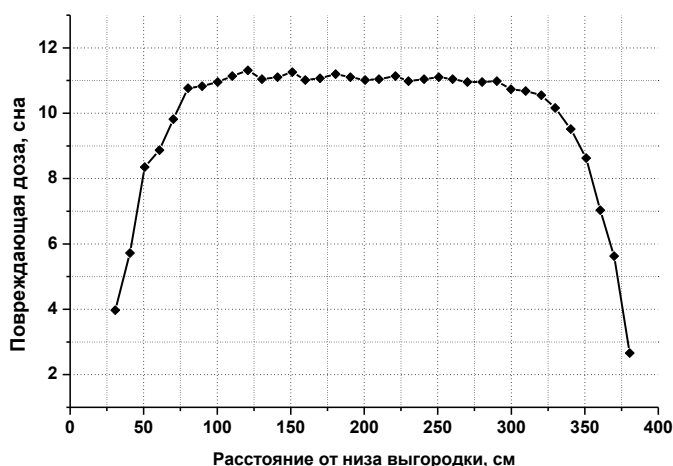


Рисунок 3.4 – Аксиальное распределение повреждающей дозы за 17, 18 и 19 кампании в чехле КНИТ (сталь 08X18H10T-У), полученное в ОКБ «ГИДРОПРЕСС» расчетным путем

Таким образом, из таблицы 3.8 и рисунка 3.4 видно, что величина повреждающей дозы для чехла КНИ, полученная расчетно-экспериментальным методом с использованием измеренной удельной активности микропроб чехла КНИ, хорошо совпала с расчетной величиной повреждающей дозы, полученной в ОКБ «ГИДРОПРЕСС».

### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3

1. Сформулирована сущность расчетно-экспериментального метода определения плотности потока, флюенса нейтронов и повреждающей дозы в единицах смещения на атом с

использованием экспериментально измеренной активности микропроб облученного материала. Микропробы отбираются как с облученных образцов, так и с эксплуатирующихся элементов ВКУ реакторов типа ВВЭР.

2. Выполнен отбор микропроб от образцов для испытаний на КРН, изготовленных из стали 08X18H10T (плавка 192031) и облучавшихся в исследовательском реакторе на быстрых нейтронах БОР-60. Экспериментально измерена их удельная активность, и при помощи расчетно-экспериментального метода рассчитаны плотности потока, флюенсы нейтронов различных энергий и повреждающая доза в единицах сна. Проведено сопоставление повреждающих доз, полученных использованием измеренной активности проб металла и с использованием измеренной активности мониторов (ОАО ГНЦ НИИАР). Различие между полученными результатами не превышает 10 %.

3. Выполнен отбор микропроб от чехла канала для нейтронных измерений (КНИ), из которого были сделаны образцы для автоклавных испытаний на КРН. Чехол КНИ облучался в ВВЭР-1000 энергоблока №2 Балаковской АЭС в течение трех кампаний. Экспериментально измерена удельная активность микропроб, и при помощи расчетно-экспериментального метода рассчитаны плотности потока, флюенсы нейтронов различных энергий и повреждающая доза в единицах сна.

4. Сравнение плотности потока, флюенса быстрых нейтронов и повреждающей дозы, полученных расчетно-экспериментальным путем с использованием экспериментально измеренных удельных активностей микропроб КНИ со значениями, рассчитанными по ПС КАТРИН-2.5 в ОКБ «ГИДРОПРЕСС», показало, что различие между ними не превышает 2 %.

## ГЛАВА 4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДОМИНИРУЮЩИХ МЕХАНИЗМОВ КРН

## 4.1 Исследование влияния обеднения границ зерен хромом

Одной из первых гипотез коррозионного растрескивания аустенитных сталей, индуцированного облучением, является гипотеза о доминирующем влиянии обеднения границ зерен хромом, происходящего при облучении [5, 14, 90-95].

Не вызывает сомнения сильное влияние обеднения границ зерен хромом на сопротивление коррозионному растрескиванию в кислородосодержащих и хлорсодержащих средах [80, 83, 96]. В то же время, при малом содержании кислорода и отсутствии хлоридов в воде обеднение границ зерен хромом не обязательно приводит к снижению сопротивления коррозионному растрескиванию. Такое заключение следует из анализа работ, рассматривающих коррозионное растрескивание в водных средах, имитирующих теплоноситель I контура реакторов PWR (содержание кислорода менее 0,01 мг/л) и/или в теплоносителе I контура кипящих реакторов типа BWR (boiling water reactor) (содержание кислорода <0,1 мг/л) [97, 98].

В работах [81, 134] на поверхностях разрушения образцов из нержавеющей стали типа 316 и X18H10T обнаружены продукты коррозии ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  – на наружной стороне пассивирующей пленки и  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  – на внутренней стороне), указывающие на активное анодное растворение металла. Делается вывод, что такой процесс может происходить только при сильном повреждении пассивирующей пленки, что возможно при обеднении металла (границ зерен) хромом.

В работах [97, 98] показано, что обеднение границ зерен хромом не сказывается на сопротивлении коррозионному растрескиванию. В качестве доказательства в статье [97] приводятся данные о резком повышении сопротивления коррозионному растрескиванию облученной 316 стали после её отжига при практически неизменной, пониженной после облучения концентрации хрома на границах зерен.

Таким образом, данные о влиянии обеднения хромом на сопротивление коррозионному растрескиванию достаточно противоречивы. Хотя во многих работах показано отсутствие такого влияния [97, 98, 100, 101], следует отметить, что практически все работы, исследующие влияние обеднения границ зерен хромом, выполнены применительно к сталям 304 и 316. Учитывая, что ВКУ ВВЭР изготовлены из стали марки 08X18H10T (зарубежный аналог – сталь 321), вопрос о влиянии обеднения границ зерен хромом на сопротивление коррозионному растрескиванию 321 стали, стабилизированной титаном, в среде I контура ВВЭР является открытым и, соответственно, актуальным.

## 4.1.1 Имитационные испытания стали марки 08X18H10T

Для изучения влияния обеднения границ зерен хромом на склонность к КРН стали марки 08X18H10T в водной среде теплоносителя первого контура с низким содержанием кислорода (<0,01 мг/л) были проведены испытания необлученной стали, подвергнутой специальной термической обработке, в результате которой имитируется состояние материала, образующееся в результате облучения нейтронами [79].

В качестве исследуемого материала использовалась необлученная сталь, прошедшая аустенизирующий отжиг. Такая термообработка соответствует термообработке материала в состоянии поставки для изготовления элементов ВКУ ВВЭР. Сталь в исходном состоянии была использована в качестве референтного материала для сравнения с другими состояниями, имитирующими различные особенности влияния нейтронного облучения. Для этого состояния характерно наличие внутризеренных карбидов, частично препятствующих реализации локализованного деформирования [108]. Данное состояние материала в дальнейшем будем обозначать, как состояние «И». Химический состав исследованного металла (сталь марки 08X18H10T) представлен в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Химический состав стали 08X18H10T

Марка стали	Содержание элементов, вес, %									
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	S	P	Ti	Mo
08X18H10T	0,06	0,31	1,17	17,9	9,06	-	0,01	0,009	0,6	-

Для имитации обеднения границ зерен хромом в результате нейтронного облучения проводилась следующая термическая обработка: нагрев до температуры 1250 °С и выдержка при этой температуре в течение 30 минут, затем закалка в воде и провоцирующий отжиг при температуре 650 °С в течение 25 часов. Нагрев до 1250 °С приводит к диссоциации карбидов TiC, и последующая закалка препятствует образованию этих карбидов при охлаждении. Провоцирующий отжиг при 650 °С соответствует температуре активного формирования зернограничных карбидов хрома типа Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Такая термообработка приводит к созданию микроструктуры, в целом понижающей сопротивление коррозионному растрескиванию. Дело в том, что карбиды TiC препятствуют локализованному деформированию [108], и, следовательно, диссоциация внутризеренных карбидов TiC увеличивает склонность материала к такому деформированию, а образование зернограничных карбидов хрома Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> приводит к резкому обеднению границ зерен «свободным» хромом. Данное состояние материала в дальнейшем будем обозначать, как состояние «Т».

## 4.1.1.1 Исследование микроструктуры материала в состояниях «И» и «Т»

Результаты микроструктурных исследований металла, полученные с помощью оптической металлографии, представлены на рисунке 4.1 (а, б – состояние «И»; в, г – состояние «Т»).

Из рисунка 4.1 (а, б) видно, что материал в состоянии «И» имеет типичную микроструктуру деформированного аустенита со средним диаметром зерен  $d_g \approx 20$  мкм со строчечными выделениями  $\delta$ -феррита, ориентированными вдоль направления прокатки и внутризеренными карбидами и нитридами (TiC и TiN).

Как видно на рисунке 4.1 (в, г), в результате проведённой термообработки в структуре металла в состоянии «Т» по сравнению с состоянием «И» увеличился не только размер аустенитных зерен (до  $d_g \approx 100$  мкм), но и количество  $\delta$ -феррита. Как и предполагалось, в результате термообработки произошла диссоциация карбидов титана (TiC) и частичная диссоциация нитридов TiN, а также повысилась травимость границ зерна, связанная, по-видимому, с выделением по границам аустенитных зерен дисперсных карбидов хрома ( $Cr_{23}C_6$ ) (рисунок 4.2 (а, б)). Данные процессы привели к «очистке» зерен от достаточно сильных барьеров для скользящих дислокаций и обеднению границ зерен хромом. С помощью методики сканирующей просвечивающей микроскопии (СПЭМ) поперёк границы зерна в области расположения частицы (рисунок 4.2 (в)) был построен профиль распределения химических элементов (рисунок 4.2 (г)). Длина линии снятого профиля 500 нм, разрешение при сканировании 15 нм. Видно, что рядом с границей раздела «матрица – частица» имеется зона шириной около 50 нм с пониженным содержанием хрома в матрице.

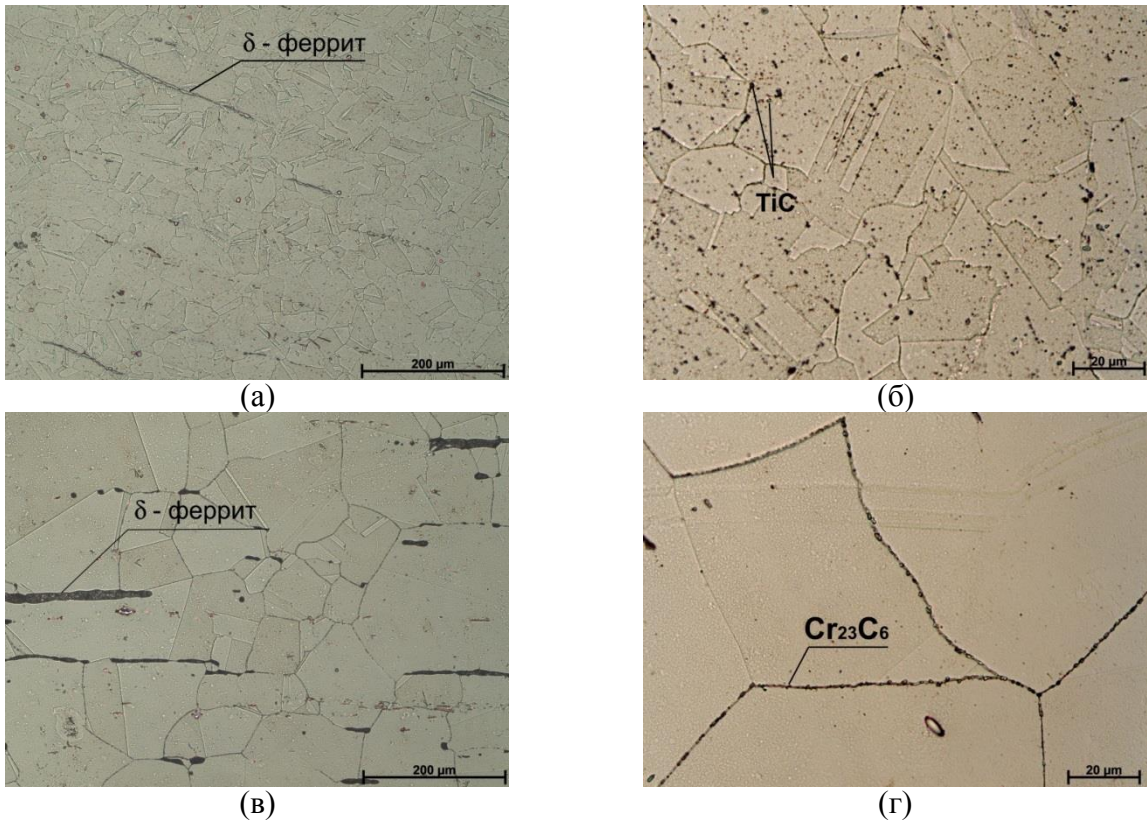


Рисунок 4.1 – Структура исследуемой стали 08X18N10Т в двух состояниях: а, б – состояние «И» (× 200, × 1000); в, г – состояние «Т» (× 200, × 1000)

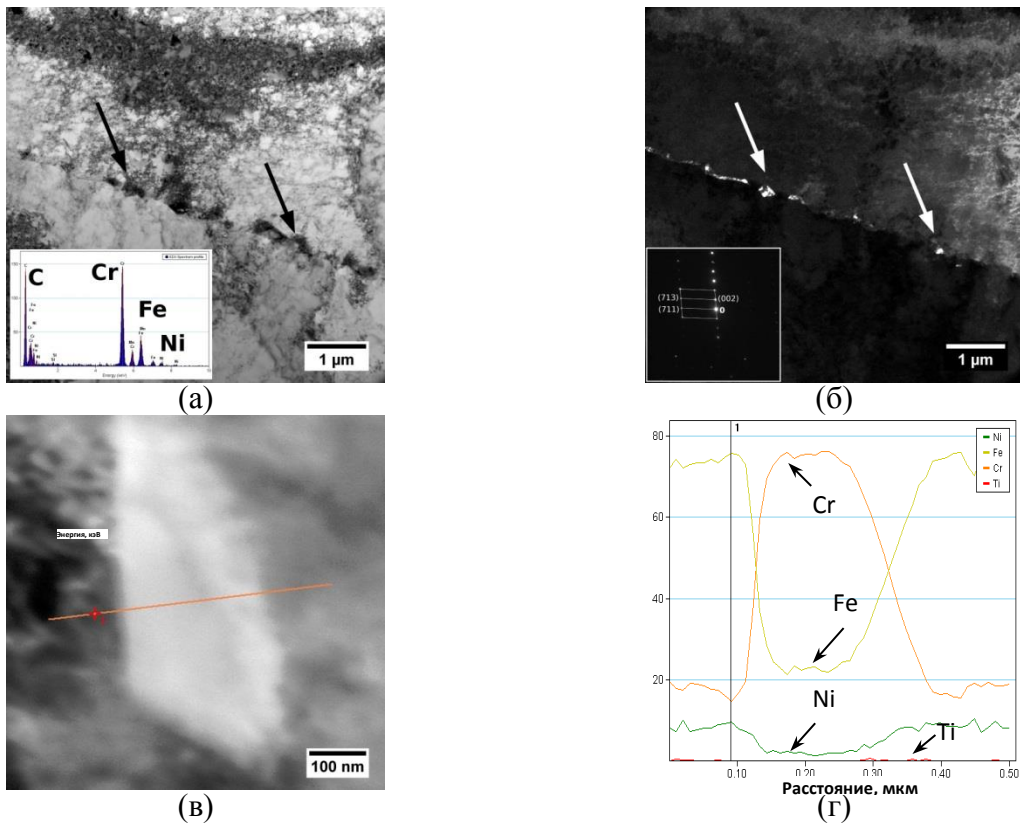


Рисунок 4.2 – Зернограничные выделения карбида хрома  $Cr_{23}C_6$  в стали 08X18N10Т в состоянии «Т»: (а) – светлопольное изображение участка границы зерна; (б) – темнопольное изображение зернограничных карбидов в рефлексе (006); (в) – изображение зернограничной частицы; (г) – профиль распределения химических элементов поперёк границы зерна в области частицы

## 4.1.1.2 Результаты испытания образцов на воздухе

Для оценки влияния водной среды на механические свойства стали, кроме испытания в водных средах были проведены стандартные испытания на растяжение идентичных образцов на воздухе при  $\dot{\delta} = 3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при температурах 20 °С и 290 °С.

Стандартные механические свойства (предел текучести  $\sigma_{0,2}$ , предел прочности  $\sigma_B$ , относительное сужение  $\Psi$  и относительное удлинение  $\delta$  при разрыве образца, равномерное относительное удлинение  $\delta_p$ ) для трех состояний исследуемой стали приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Механические свойства стали 08X18H10T в исследуемых трех состояниях при испытании на воздухе

Состояние	$T_{\text{исп.}}, \text{ } ^\circ\text{C}$	$\sigma_{0,2}, \text{ МПа}$	$\sigma_B, \text{ МПа}$	$\Psi, \%$	$\delta, \%$	$\delta_p, \%$
«И» (исходное)	20	319	594	73,6	61,4	43,6
	290	258	399	64,4	32,3	21,9
«Т» (после термообработки)	20	334	594	67,1	65,7	53,5
	290	263	431	48,6	28,5	21,8

Фрактографические исследования разрушенных образцов показали, что во всех исследованных состояниях и температурах испытаний наблюдается внутризеренное вязкое разрушение образцов по механизму зарождения, роста и объединения пор. Поверхность разрушения представляет собой во всех случаях вязкий чашечный излом.

Как видно из таблицы 4.2, прочностные характеристики ( $\sigma_{0,2}$ ,  $\sigma_B$ ) для состояний «Т» и «И» различаются незначительно. Пластичность в состоянии «Т» несколько ниже, чем в состоянии «И», что, по-видимому, связано с большим размером зерен в состоянии «Т», а не с образованием карбидов  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ .

## 4.1.1.3 Результаты автоклавных испытаний образцов в коррозионной среде

Автоклавные испытания образцов на КРН проводились в соответствии с методикой, приведенной в главе 2. В качестве коррозионных сред использовались среда БКР (5 г/л  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 10 мг/л  $\text{K}^+$ , 20 мг/л  $\text{NH}_3$  и 4,5 мг/л  $\text{H}_2$ , с содержанием растворенного кислорода не превышающим 0,01 мг/л,  $\text{pH}_{25^\circ\text{C}} = 6,9 \div 7,3$ ), по составу соответствующая теплоносителю первого контура реакторов типа ВВЭР, и дистиллированная вода, насыщенная кислородом до концентрации 8 мг/л. Как известно, обеднение границ зерен хромом приводит к межкристаллитному коррозионному растрескиванию материала при его деформировании в кислородсодержащих водных средах [80, 101, 135, 136].

Механические свойства испытанных в автоклаве образцов в условиях медленного деформирования представлены в таблице 4.3.

Для оценки влияния качества поверхности образца на сопротивление коррозионному растрескиванию были исследованы образцы после токарной обработки (грубая поверхность с рисками) и после электрополировки, удаляющей поверхностный слой металла, поврежденный токарной обработкой.

Как видно из таблицы 4.3, при испытании образцов в среде первого контура равномерная деформация достигала величины порядка 20÷23 % для материала в состоянии «И» и в состоянии «Т». Это означает, что деформирование любой зоны образца происходит с одной и той же скоростью деформации, равной  $\dot{\delta}$ , по крайней мере, до  $\varepsilon \approx 20$  %. Это означает, что образцы в состояниях «И» и «Т» подвергались примерно одинаковому воздействию коррозионной среды.

Как видно из таблицы 4.3, пластичность материала в терминах  $\psi$  при отсутствии предварительного наклепа однозначно контролируется степенью коррозионного растрескивания. Наибольшее значение  $\psi = 55\%$  соответствует испытанию стали 08X18H10T в состоянии «И» в среде первого контура. В этом случае боковые транскристаллитные трещины практически отсутствовали, и разрушение было полностью вязким, что говорит о полном отсутствии коррозионного повреждения.

Таблица 4.3 – Механические свойства стали 08X18H10T в исследуемых двух состояниях, испытанной в автоклаве\*

Состояние	Условия испытания			$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\Psi$ , %	$\delta$ , %	$\delta_p$ , %	Излом		
	Среда	$T_{исп.}$ , °C	$\dot{\delta}$						Вязкий, %	Хрупкий, %	
										TG	IG
Состояние «И»	дистиллированная вода, насыщенная кислородом	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	215	398	32	23,1	16,0	65	35	0
	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$ (8 суток)+ доллом при $3 \times 10^{-6} \text{ c}^{-1}$	248	416	55	27,6	20,7	100	0	0
Состояние «Т»	дистиллированная вода, насыщенная кислородом	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	201	293	12	6,4	3,9	5	25	70
	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	242	417	40	29,9	23,6	65	35	0
	газ Ar	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	246	480	50	36,0	30,9	100	0	0



\* Все результаты, представленные в этой таблице, получены на образцах с грубой поверхностью (после механической обработки на токарном станке без электрополировки).

Наименьшая пластичность  $\psi = 12 \%$  соответствует испытанию стали 08X18H10T в состоянии «Г» в кислородосодержащей водной среде.

Промежуточную пластичность  $\psi = 32 \div 40 \%$  имеет сталь в состоянии «И», испытанная в кислородосодержащей среде, а также сталь в состоянии «Г», испытанная в среде первого контура.

#### 4.1.1.4 СЭМ исследования

Результаты электронномикроскопических исследований поверхности разрушения образцов и их боковой поверхности показали следующее.

В состоянии «И» сталь 08X18H10T не проявляет склонности к коррозионному растрескиванию в водной среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора ВВЭР (в обескислороженной среде). Проведенные нами исследования показывают, что разрушение образцов происходит по вязкому внутризеренному механизму за исключением локальных поверхностных очагов в местах залегания  $\delta$ -феррита. Типичная фрактограмма излома образца, испытанного в обескислороженной среде, представлена на рисунке 4.3.

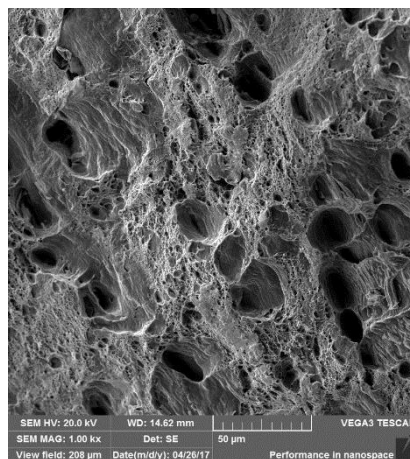


Рисунок 4.3 – Поверхность разрушения образца из стали 08X18H10T в состоянии «И», испытанного в среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора ВВЭР (обескислороженная среда)

В обогащенной кислородом среде на поверхности разрушения образцов из стали 08X18H10T в состоянии «И» обнаружено несколько квазихрупких транскристаллитных трещин, развивающихся от боковой поверхности образца на глубину до 300 мкм (рисунок 4.4 а, б). Доля разрушения за счет коррозионного растрескивания составляет  $\sim 35 \%$ . Исследование боковой поверхности показало высокую плотность поверхностных транскристаллитных трещин (рисунок 4.4 в).

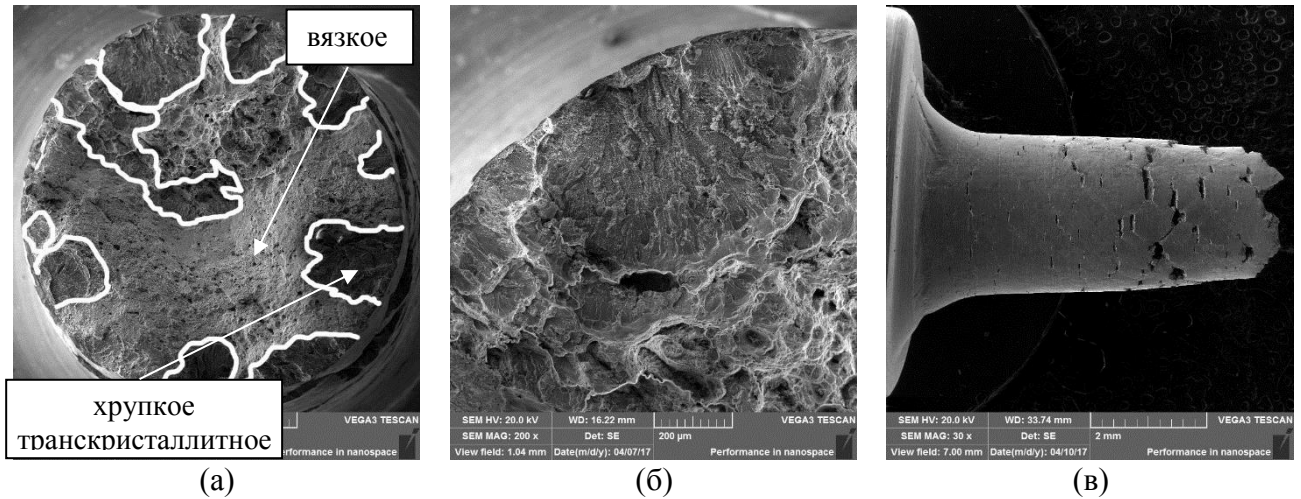


Рисунок 4.4 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из стали 08X18H10T в исходном состоянии, испытанного в насыщенной кислородом среде (а – общий вид излома; б – хрупкая транскристаллитная трещина, инициированная от боковой поверхности образца; в – боковая поверхность)

Разрушение образцов из стали 08X18H10T в состоянии «Т» в кислородосодержащей среде происходило хрупко, в основном, по межзеренному механизму (рисунок 4.5). Доля разрушения за счет коррозионного растрескивания составила ~ 95 %. Трещины на боковой поверхности практически отсутствовали. Данный результат подтверждает, что степень обеднения границ хромом, полученная в результате термообработки, достаточна для реализации межкристаллитного коррозионного растрескивания

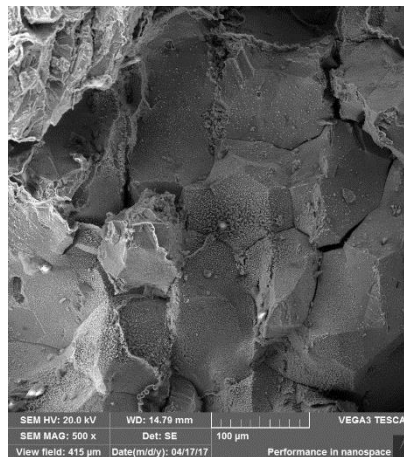


Рисунок 4.5 – Поверхность разрушения образца из стали 08X18H10T в состоянии «Т», испытанного в насыщенной кислородом среде

В отличие от испытаний образцов в кислородосодержащей среде, на поверхности разрушения образцов, испытанных в обескислороженной среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора ВВЭР, на образцах из материала в состоянии «Т» полностью отсутствовали признаки хрупкого межзеренного разрушения, но наблюдались хрупкие транскристаллитные трещины, развивающиеся от поверхности образца (рисунок 4.6 а, б). Доля разрушения за счет

коррозионного растрескивания составила  $\sim 35\%$ . Остальная поверхность излома соответствовала внутризеренному вязкому чашечному разрушению (рисунок 4.6 в). Исследование боковой поверхности показало высокую плотность поверхностных транскристаллитных трещин (рисунок 4.6 г).

В основном все поверхностные трещины развивались от рисок, возникших при механической обработке образца на токарном станке. С целью выяснения влияния рисок на коррозионное растрескивание образцов в состоянии «Т», было проведено дополнительное испытание образца в среде I контура при  $\dot{\delta} = 3 \times 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  после его электрополировки. Электрополировка образца проводилась до тех пор, пока риски на поверхности образца не исчезли.

Результаты испытания показали, что в отличие от неполированного образца, коррозионное растрескивание полированного образца в обескислороженной среде I контура отсутствовало. На рисунке 4.7 представлены фотографии боковой поверхности и поверхности разрушения полированного образца.

Таким образом, обработка поверхности может существенно влиять на коррозионное растрескивание образца.

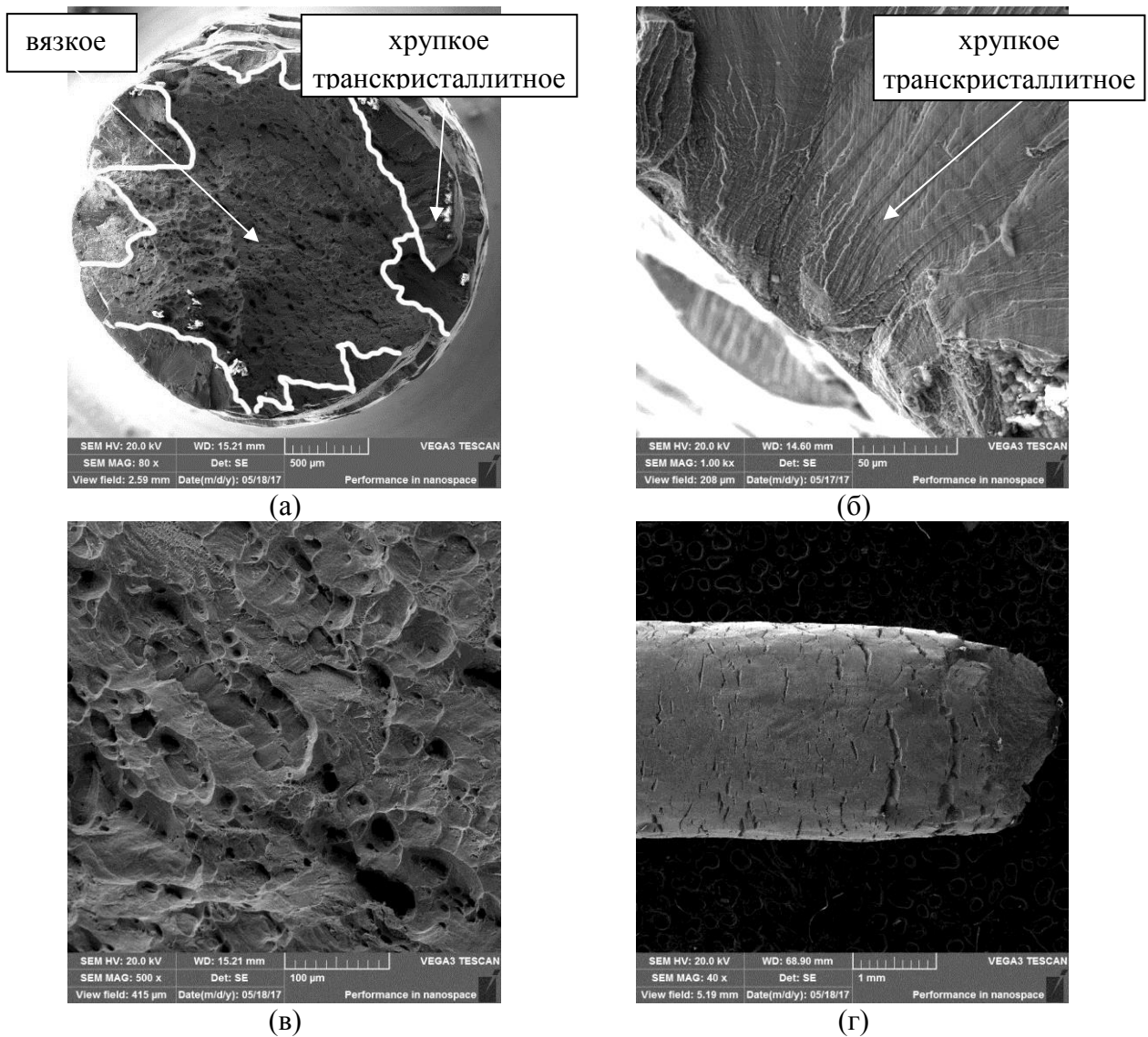


Рисунок 4.6 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из стали 08X18N10T в состоянии «Г», испытанного в среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора ВВЭР (а – общий вид излома; б – квазихрупкая транскристаллитная трещина, инициированная от боковой поверхности образца; в – вязкий чашечный излом (в середине образца), г – боковая поверхность)

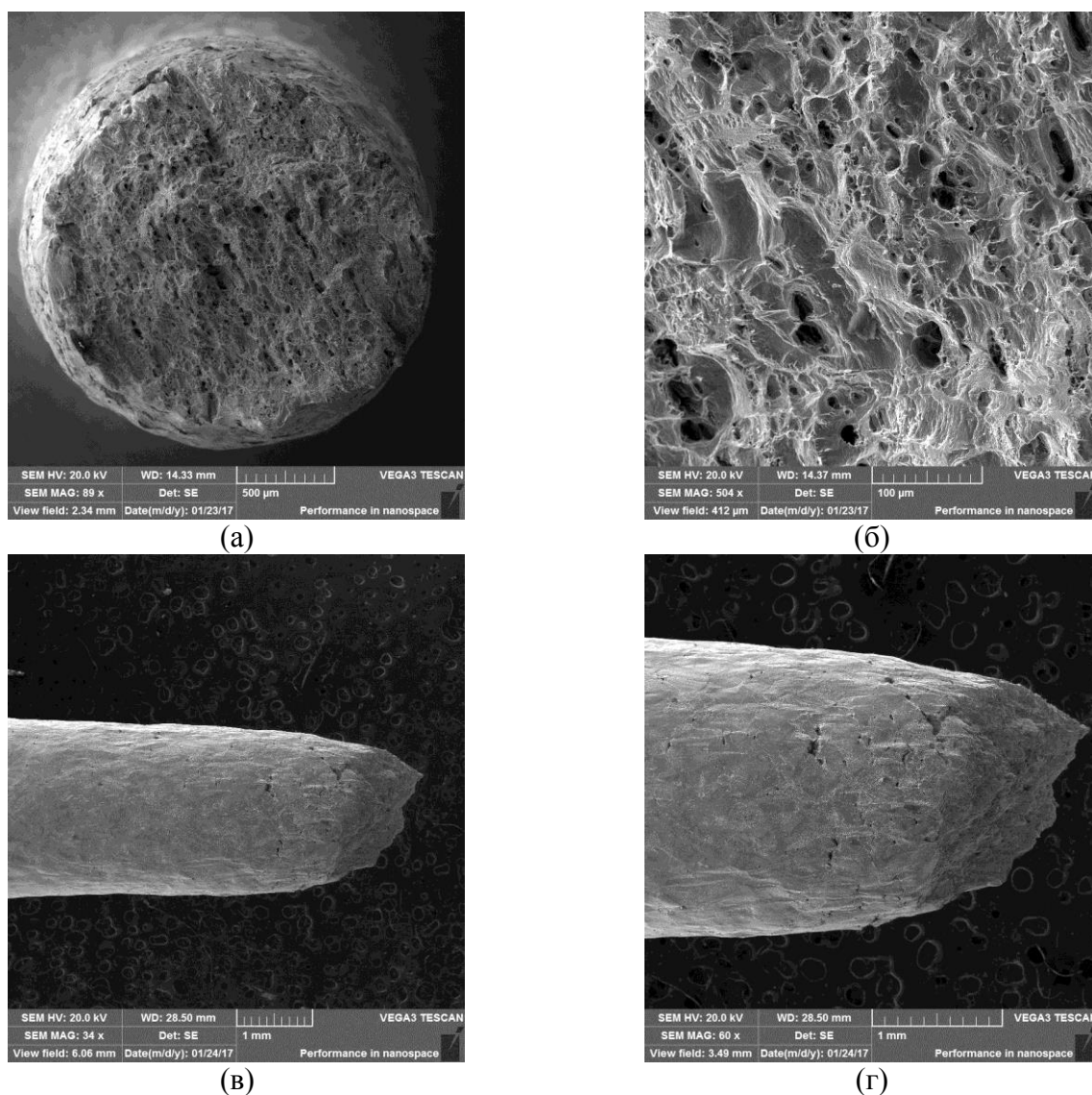


Рисунок 4.7 – Поверхность разрушения и боковая поверхность полированного образца из стали 08X18N10T в состоянии «Т», испытанного в среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора ВВЭР (а – общий вид излома; б – вязкий чашечный излом (в середине образца); в, г – боковая поверхность)

#### 4.1.1.5 ПЭМ исследования

На рисунке 4.8 представлена тонкая структура стали 08X18N10T в состоянии «И» и состоянии «Т» при пластической деформации  $\varepsilon^P \approx 20\%$ . На рисунке 4.8 (а) показан основной тип деформированной структуры стали в состоянии «И» – ячеистая дислокационная структура. Размер ячеек здесь составляет 290 нм. Ширина дислокационных границ 76 нм. Разориентировка между ячейками находится в пределах  $0,5^\circ$ .

На рисунке 4.8 (б, в, г) приведена деформированная структура стали состояния «Т». Как и в случае с деформированным состоянием «И», основным микроструктурным типом является

ячеистая дислокационная структура (рисунок 4.8 (б)). Размер ячеек и ширина дислокационных границ здесь 210 нм и 110 нм соответственно. Кроме ячеистой дислокационной структуры в деформированном состоянии «Т» присутствуют области локализованного пластического деформирования в виде каналов деформации (рисунок 4.8 (в)). Схематическое изображение полос деформационного сдвига приведено на рисунке 4.8 (г). Следует подчеркнуть, что каналы деформации в состоянии «И» не обнаружены.

Кроме ячеистой дислокационной структуры в состояниях «И» и «Т», деформированных на 20 %, встречаются двойники деформации и участки деформационного мартенсита.

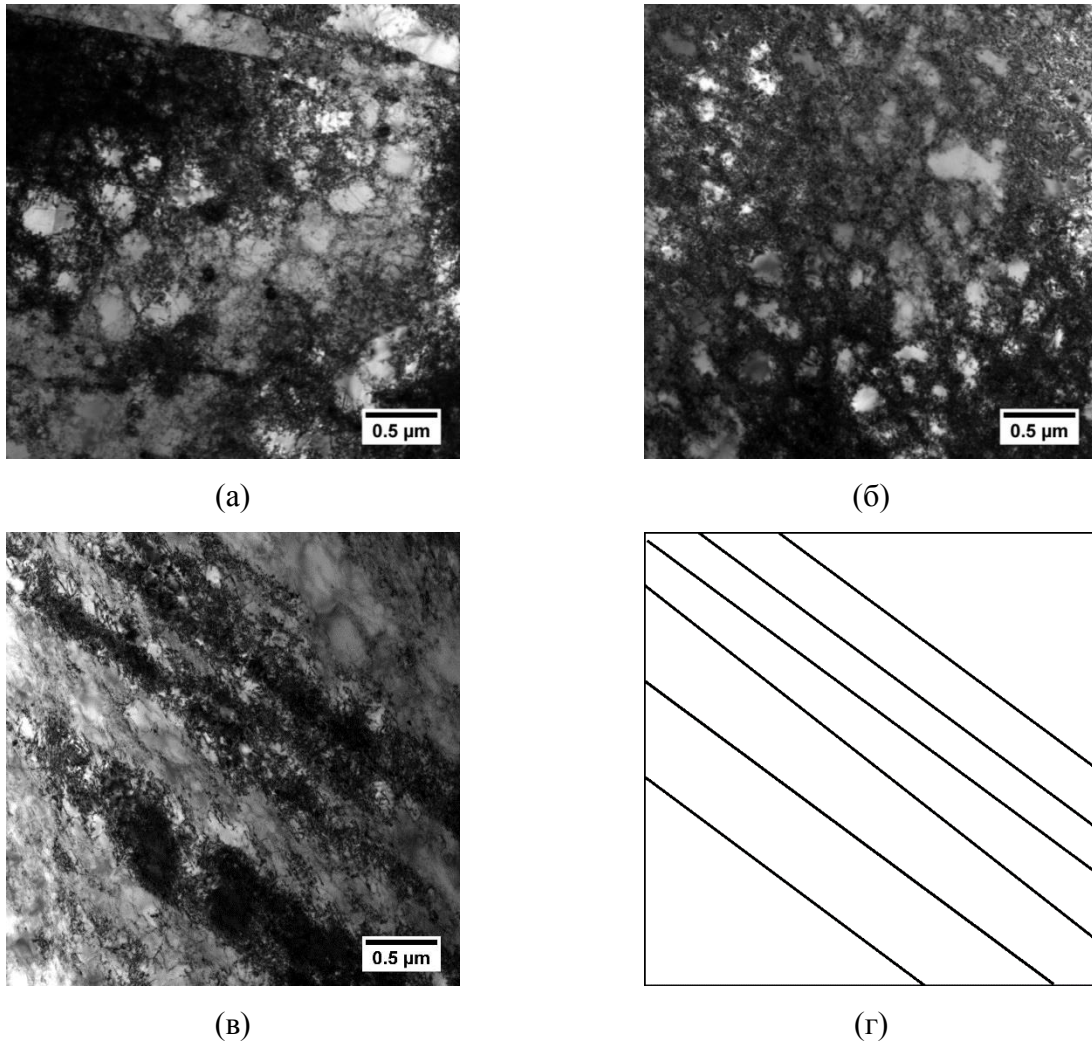


Рисунок 4.8 – Характерные типы деформационных структур в стали 08X18N10T: (а) – ячеистая дислокационная структура в состоянии «И»; (б) – ячеистая дислокационная структура в состоянии «Т»; (в) – полосы сдвига (локализованной пластической деформации в состоянии) «Т»; (г) – схематическое изображение полос сдвига

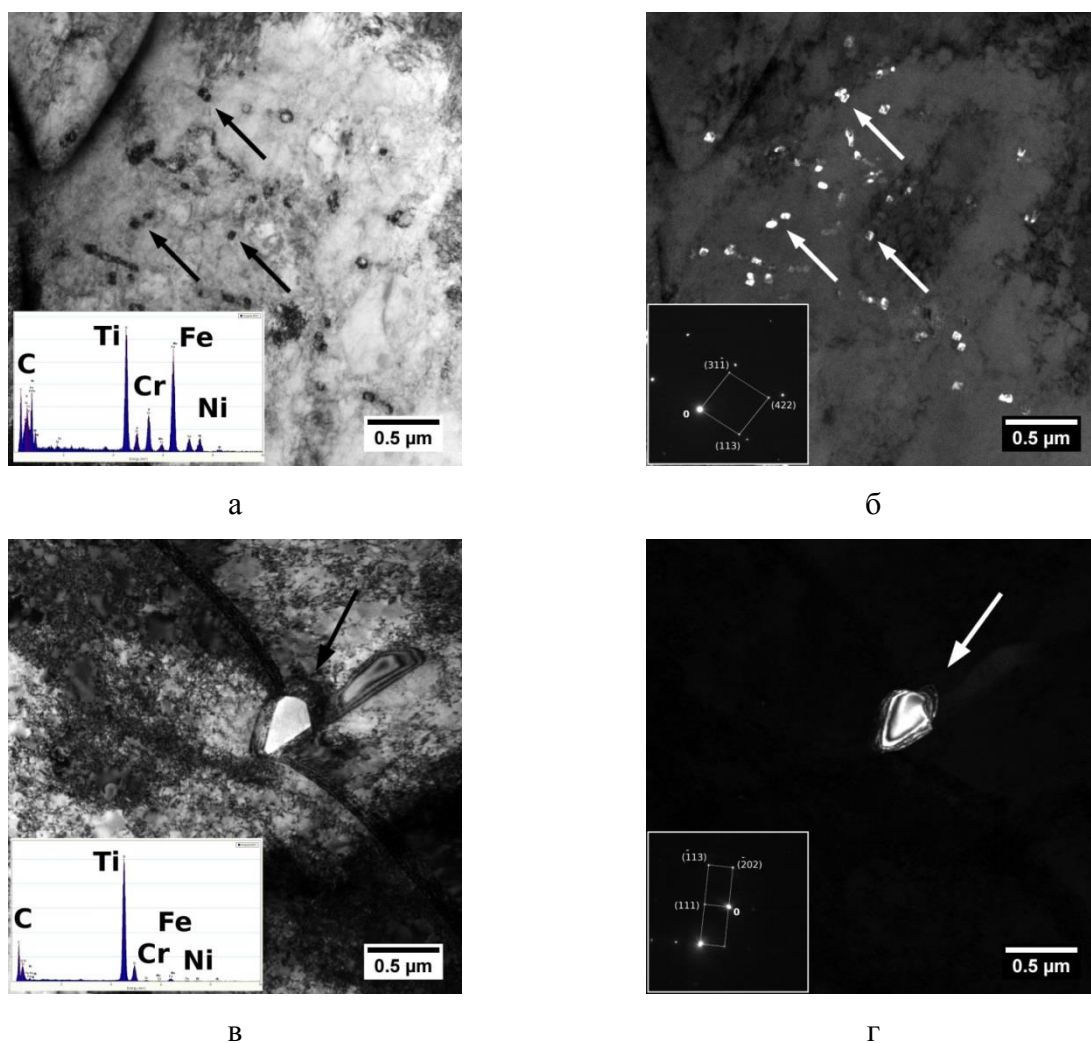


Рисунок 4.9 – Карбиды титана в деформированном на 20 % образце стали 08X18H10T состояния «И»: (а) – равномерно распределённые дисперсные частицы внутри зёрен; (б) – темнопольное изображение дисперсных частиц в рефлексе (113); (в) – крупные частицы по границам зёрен; (г) – темнопольное изображение зернограничных частиц в рефлексе (111)

В теле зерна в состоянии «И» выявлены равномерно распределённые карбиды титана размером 57 нм (рисунок 4.9 (а, б)). Объёмная плотность распределения этих частиц составляет  $0,8 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$ . По границам зёрен в этом состоянии обнаружены отдельные карбиды и карбонитриды титана размером 470 нм (рисунок 4.9 (в, г)).

В состоянии «Г» внутризёренных карбидов титана не обнаружено. На границах зёрен здесь выявлены карбиды хрома типа  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  размером 360 нм (рисунок 4.2 (а, б)), отсутствующие в исходном состоянии «И». В окрестности зернограничных карбидов хрома обнаружены области шириной около 50 нм с пониженным содержанием хрома ((рисунок 4.2 (в, г)).

## 4.1.1.6 Анализ условий инициации коррозионного растрескивания

О склонности к коррозионному растрескиванию исследованной стали можно судить по снижению пластичности материала относительно стандартных испытаний на воздухе, по доле хрупкого транскристаллитного и (или) хрупкого межзеренного разрушения, а также по наличию квазихрупких трещин на боковой поверхности образца.

В таблице 4.4 приведены сводные результаты по характеру разрушения испытанных образцов в водной среде при медленном деформировании.

Сравнивая результаты стандартных механических и автоклавных испытаний, а также данные представленные в таблице 4.4, можно сделать следующее заключение.

Наименьшее сопротивление к коррозионному растрескиванию имеет сталь 08X18H10T в состоянии «Т» при ее испытании в кислородосодержащей водной среде. Отсутствие трещин на боковой поверхности, обусловлено тем обстоятельством, что доминантное межзеренное разрушение инициируется при незначительной деформации образца. Развитие магистральной трещины по межзеренному механизму приводит к отсутствию деформирования образца, кроме места разрушения. Поэтому образование и развитие вторичных трещин – трещин на боковой поверхности образца практически не происходит.

Таблица 4.4 – Характер разрушения испытанных образцов

Состояние стали 08X18H10T	Среда	Доли различных мод разрушения, %			Состояние боковой поверхности образца
		вязкое	хрупкое		
			TG	IG	
«И»	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	100	0	0	Трещины отсутствуют
«И»	дистиллированная вода, <b>насыщенная кислородом</b>	65	35	0	Большая концентрация трещин
«Т»	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	65	35	0	Большая концентрация трещин
«Т»* электрополированный образец	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	100	0	0	Трещины отсутствуют
«Т»	дистиллированная вода, <b>насыщенная кислородом</b>	5	25	70	Трещины практически отсутствуют

\*Все образцы, кроме указанного в этой строке, не подвергались электрополировке после механической обработки на токарном станке.



Сталь 08X18H10T в состоянии «И» при испытании в воде, имитирующей среду I контура ВВЭР, не проявила склонности к коррозионному растрескиванию. Сталь 08X18H10T в состоянии «И» в кислородосодержащей водной среде и состоянии «Т» в воде I контура проявила склонность к коррозионному растрескиванию. Для этих случаев происходило множественное зарождение и развитие квазихрупких транскристаллитных трещин. Следует отметить, что полированный образец в состоянии «Т» так же не проявил чувствительности к коррозионному растрескиванию в среде, имитирующей теплоноситель I контура. Исходя из представленных результатов, можно предложить следующую схему коррозионного растрескивания стали 08X18H10T в среде I контура. В первую очередь рассмотрим роль состояния поверхности образцов.

Отсутствие коррозионного растрескивания неполированных образцов из стали 08X18H10T в состоянии «И» говорит о том, что наличие рисок на боковой поверхности образца не является достаточным условием для реализации коррозионного растрескивания. Учитывая, что риски по сути являются микроконцентраторами напряжений и деформации, можно утверждать, – таких концентраторов не достаточно для разрушения пассивирующей пленки, если деформирование материала не является достаточно локализованным.

Отсутствие коррозионного растрескивания полированных образцов из стали 08X18H10T в состоянии «Т» говорит о том, что наличие локализованных зон деформирования, характерных для этого состояния, также не достаточно для разрушения пассивирующей пленки и реализации коррозионного растрескивания.

Коррозионное растрескивание неполированных образцов из стали 08X18H10T в состоянии «Т» дает основание утверждать, что необходимым и достаточным условием для разрыва пассивирующей пленки и инициации коррозионного растрескивания являются: микроконцентрация напряжений и деформаций от рисков на поверхности образца и локализованное деформирование в каналах, примыкающих к рискам.

#### 4.1.1.7 Схема развития трещины по механизму коррозионного растрескивания

Развитие коррозионной трещины в условиях медленного деформирования образца зависит от скорости деформирования и времени репассивации. Под временем репассивации будем понимать время, за которое формируется пассивирующая пленка на «свежей» поверхности материала, обеспечивающая полное прекращение доступа среды к металлу и, собственно, прекращение коррозионного процесса. За время образования пассивирующей пленки образуется некоторое количество продуктов коррозии (см. рисунок 4.10).

Мерой времени репассивации может служить отношение  $\frac{L_c}{l_{\text{film}}}$ , где  $l_{\text{film}}$  – толщина пассивирующей пленки,  $L_c$  – величина очередного коррозионного подроста трещины за время формирования пассивирующей пленки с момента её разрыва. При малом времени репассивации  $\frac{L_c}{l_{\text{film}}} \approx 1$ . С увеличением времени репассивации увеличивается параметр  $\frac{L_c}{l_{\text{film}}}$ . Кроме времени репассивации важным параметром является скорость коррозионного растрескивания  $\frac{dL_c}{dt}$ .

В случае, если  $\frac{L_c}{l_{\text{film}}} \approx 1$ , коррозионное растрескивание практически отсутствует. Докажем это положение. Размер  $l_{\text{film}}$  достаточно мал и обычно не превышает (5÷20) нм [137]. Величину  $\varepsilon_f^{\text{film}}$  можно консервативно оценить как деформацию при достижении предела текучести материала, так как до достижения предела текучести микротрещины на поверхности испытанных образцов не обнаружены. Согласно таблице 4.2 наименьшее значение  $\sigma_{0,2} \approx 200$  МПа. Принимая  $\varepsilon_f^{\text{film}} = \frac{\sigma_{0,2}}{E}$  и модуль Юнга  $E = 2 \times 10^5$  МПа, получим  $\varepsilon_f^{\text{film}} = 0,001$ . Величина  $\varepsilon_f^{\text{duct}}$  для аустенитных сталей может быть оценена по значениям  $\Psi$  из таблицы 4.2 для случаев со 100 % вязким изломом. Учитывая формулу

$$\varepsilon_f = \ln \frac{1}{1 - \Psi},$$

где  $\delta$ ,  $\psi$  и  $\varepsilon_f$  – относительное удлинение, относительное сужение и деформация в шейке в момент разрушения образца, для  $\Psi = 50\%$  получим  $\varepsilon_f^{\text{duct}} = 0,69$ . Следовательно, до момента вязкого разрушения образца пассивирующая пленка может быть разрушена и образована новая

пленка  $\frac{\varepsilon_f^{\text{duct}}}{\varepsilon_f^{\text{film}}} = 690$  раз.

Принимая толщину пассивирующей пленки 20 нм, коррозионный подрост трещины составит  $\approx 14$  мкм, что пренебрежимо мало по сравнению с размером образца.

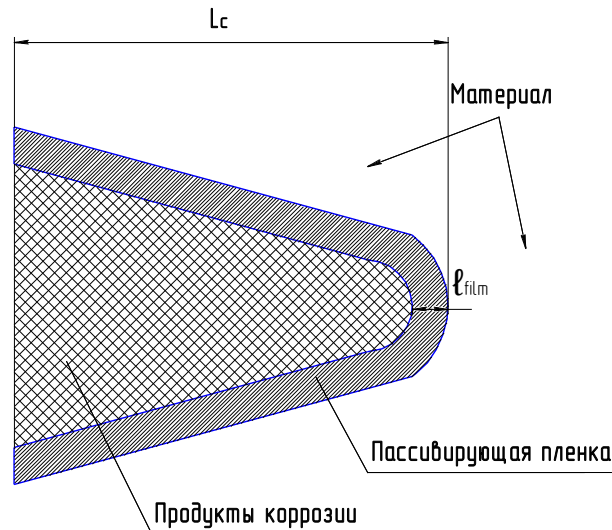


Рисунок 4.10 – Структура вершины развивающейся трещины

Таким образом, при  $\frac{L_c}{l_{\text{film}}} \approx 1$  коррозионное растрескивание практически отсутствует в широком диапазоне скоростей деформирования в коррозионной среде, при этом критическая деформация  $\varepsilon_f^{\text{enw}} = \varepsilon_f^{\text{duct}}$ .

В случае, если  $\frac{L_c}{l_{\text{film}}} > 1$ , процесс коррозионного растрескивания зависит от  $\dot{\delta}$ . Если выполняется условие  $\frac{D_{\text{sp}}}{dL_c/dt} \gg \frac{\varepsilon_f^{\text{duct}}}{\dot{\varepsilon}}$ , ( $D_{\text{sp}}$  – диаметр поперечного сечения образца) то за время разрыва образца по механизму вязкого разрушения, подрост коррозионной трещины будет пренебрежимо мал. Таким образом, коррозионное растрескивание в этом случае будет практически отсутствовать.

В случае если  $\frac{D_{\text{sp}}}{dL_c/dt} \ll \frac{\varepsilon_f^{\text{duct}}}{\dot{\varepsilon}}$ , разрушение образца будет происходить по механизму коррозионного растрескивания.

В случае если  $\frac{D_{\text{sp}}}{dL_c/dt} \cong \frac{\varepsilon_f^{\text{duct}}}{\dot{\varepsilon}}$ , то будет реализовываться смешанный механизм разрушения образца: с поверхности будет развиваться коррозионное повреждение, а внутренняя часть образца будет разрушаться по вязкому механизму. Именно такой случай реализуется для материала в состоянии «И» в кислородосодержащей среде и в состоянии «Т» в обескислороженной среде.

Распространение транскристаллитной трещины сопровождается множественными остановками, которые возникают в результате скопления коррозионных отложений,

препятствующих доступу коррозионной среды к металлу образца. Развитие трещины после остановки происходит при реализации двух условий: а) разрушение пассивирующей пленки, непосредственно примыкающей к металлу у вершины трещины; б) разрушение продуктов окисления, накапливающихся в полости трещины (рисунок 4.10).

Разрушение пленки обнажает «свежую» поверхность металла, которая сразу окисляется при наличии коррозионной среды. Разрушение продуктов коррозии приводит к доступу среды к вершине трещины. Первое условие обеспечивается за счет локального деформирования металла у вершины трещины, а второе – за счет нагружения образца, приводящего к непрерывному раскрытию трещины. Если одно из указанных условий или оба условия вместе не выполняются, трещина останавливается до тех пор, пока оба условия не будут выполнены.

Исходя из концепции, предложенной в работе [82], на рисунке 4.11 приведена схема поэтапного разрушения пассивирующей пленки у вершины трещины, образования «свежей» поверхности металла, развития коррозионного повреждения (окисления) и образования новой пассивирующей пленки, обеспечивающей полное прекращение доступа среды к металлу (репассивация). По-видимому, «метки» на рисунке 4.6 (б) соответствуют остановкам трещины после быстрого окисления «свежего» металла у линии скольжения и репассивации. Следует отметить, что дислокации усиливают коррозию металла, так как энергия связи атомов в дислокационной структуре ниже, чем в идеальной кристаллической решетке.

На рисунке 4.6 (б) можно наблюдать описанную схему развития трещины в металле состояния «Т», при которой происходит периодические продвижения фронта трещины с остановками.

#### 4.1.1.8 Анализ факторов, влияющих на коррозионное растрескивание

Полученные данные по коррозионному растрескиванию стали 08X18H10T в различных состояниях могут быть интерпретированы следующим образом. Прежде всего следует отметить, что обеднение границ зерен хромом (состояние «Т») не привело к реализации межзеренного коррозионного растрескивания в воде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР. Судя по данным испытаний в кислородосодержащей водной среде, степень обеднения границ зерен хромом была достаточно высокой, так как в данном случае доминировало межзеренное разрушение, типичное для данного вида испытаний сенсibilизированной аустенитной стали.

Таким образом, можно заключить, что обеднение границ зерен хромом, происходящее в том числе при нейтронном облучении, не является основной причиной коррозионного межзеренного разрушения стали 08X18H10T в среде теплоносителя первого контура ВВЭР.

Отсутствие в проведенных экспериментах коррозионного межзеренного разрушения, наблюдаемого при автоклавных испытаниях, облученных аустенитных сталей в среде I контура PWR и ВВЭР [87, 88], по-видимому, связано со следующими обстоятельствами. В отличие от исследованных состояний стали, в стали после нейтронного облучения происходит снижение прочности границ зерен за счет локализации в них гелия и радиационно-индуцированной сегрегации фосфора. Кроме того, радиационное упрочнение материала за счет формирования дислокационных петель обеспечивает большую локализацию деформаций, чем при деформировании стали 08X18H10T в состоянии «Г». В результате ослабления границ зерен и сильной локализации деформаций возможно зарождение межзеренных трещин, объединение которых приводит к инициации и развитию межзеренного разрушения.

Транскристаллитное коррозионное растрескивание в среде I контура реализуется только в случае локализованного деформирования в материале. В стали 08X18H10T в состоянии «Г» такое деформирование реализуется за счет снижения объемной плотности дисперсных карбидов титана TiC, препятствующих реализации деформирования и являющихся сильными барьерами для движения дислокаций. Локализованное деформирование материала в состоянии «Г» было обнаружено при исследовании микроструктуры методом ПЭМ (см. рис 4.8 б, в)

Кроме того, значительно больший размер зерен стали 08X18H10T в состоянии «Г» ( $d_g \approx 100$  мкм) по сравнению с состоянием «И» ( $d_g \approx 20$  мкм) приводит к более высоким напряжениям в голове дислокационного скопления у пассивирующей пленки, так как эти напряжения пропорциональны длине канала деформации  $L_{ch}$ , а  $L_{ch}$  при локализованном деформировании равен  $d_g$  [138].

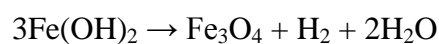
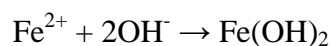
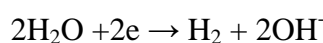
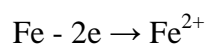
При отсутствии локализованного деформирования сталь 08X18H10T не склонна к коррозионному растрескиванию в среде первого контура (рис. 4.3). Локализованное деформирование меньше выражено в состоянии «И», чем в состоянии «Г» (рис. 4.8). В состоянии «И» реализации канального деформирования препятствуют карбиды TiC.

Таким образом, при отсутствии межзеренного проскальзывания, для реализации коррозионного растрескивания в обескислороженной среде ВВЭР необходимо и достаточно иметь грубую поверхность с микроконцентраторами и локализованное (канальное) деформирование, что обеспечивает механическое разрушение пассивирующей пленки. Разрушение пленки обеспечивает доступ среды в металл и развитие коррозионных процессов [82, 83]. Снижение концентрации хрома в пленке на границах зерен не снижает ее защитных свойств в обескислороженной водной среде, имитирующей теплоноситель I контура.

Поведение стали в водной среде, обогащенной кислородом, принципиально отличается от поведения в среде первого контура ВВЭР. Из таблицы 4.3 видно, что даже при незначительной локализации деформирования наблюдается транскристаллитное квазихрупкое

разрушение для состояния «И». Данный результат говорит о том, что смещение электрохимического потенциала образца в положительную область (за счет наличия кислорода) приводит к активизации электрохимических процессов, приводящих к повреждению пассивирующей пленки даже при незначительной локализации деформирования материала. Обеднение хромом приводит к еще большему повреждению пассивирующей пленки, что отражается в доминировании межзеренного квазихрупкого разрушения в материале состояния «Т».

Следует отметить, что в результате следующих химических реакций [80-82] на границах среда-металл при коррозионном растрескивании образуется водород.



Согласно [82-84], образующийся водород способствует локализации деформирования. Поэтому в приповерхностных зернах материала возможно усиление локализации деформирования за счет электрохимических процессов. Эта локализация в свою очередь приводит к усилению коррозионного растрескивания. Таким образом, кислородосодержащая среда не только электрохимически повреждает пленку, но и стимулирует реализацию локализованного деформирования.

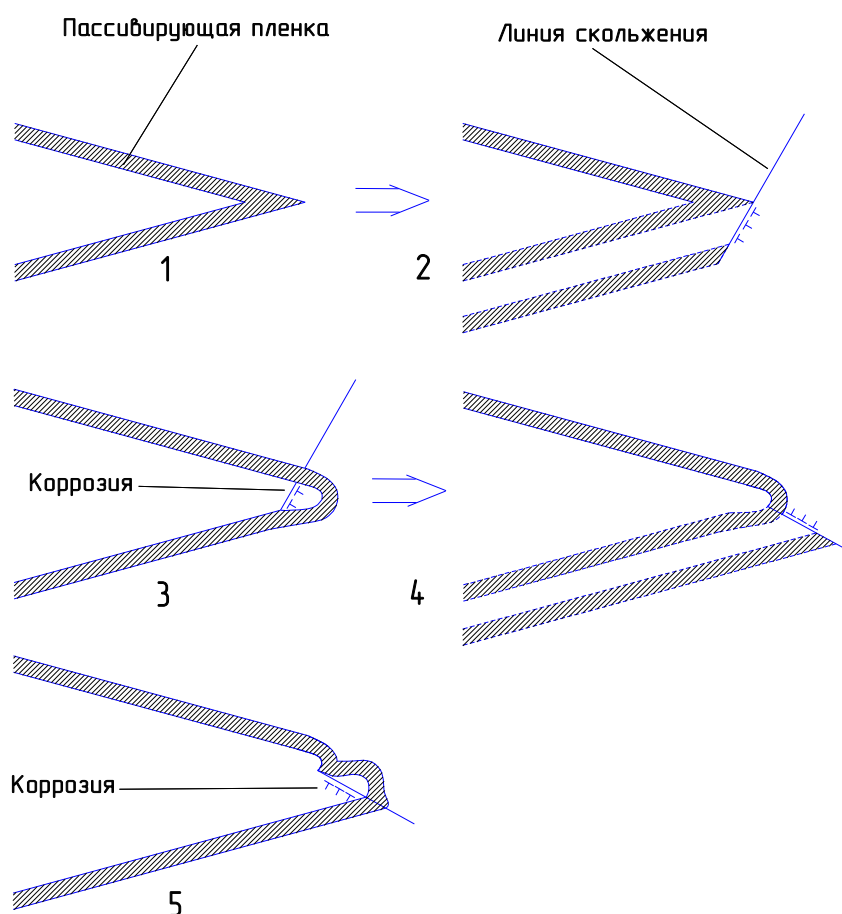


Рисунок 4.11 – Схема развития трещины по механизму коррозионного растрескивания: разрыв пленки (2) => коррозия и репассивация (3) => очередной разрыв пленки за счет локализованного деформирования (4) => коррозия и репассивация (5)

Зарождение трещин по всей боковой поверхности образца (рисунок 4.6 г), а не локализованное в одном месте, связано с низкой скоростью развития этих трещин. Дело в том, что зарождение и медленное развитие трещины в одном месте образца не приводит к локализации деформации только в этом месте, и к отсутствию деформирования в других местах образца. Поэтому при дальнейшем деформировании образца трещины могли зародиться и развиваться в других местах образца.

Ввиду медленного (относительно скорости деформирования образца) развития трещин, процесс потери несущей способности образца наступает значительно раньше, чем происходит разрушение образца за счет объединения этих трещин. После потери несущей способности, приводящей к шейкообразованию, скорость деформирования образца резко возрастает в месте наиболее развитых коррозионных трещин (рис.4.6 а). При дальнейшем деформировании разрушение происходит по вязкому механизму, так как за время достижения критической деформации вязкого разрушения трещины практически не успевают подрасти по механизму коррозионного растрескивания.

#### 4.1.2 Исследование влияния радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом на КРН облученной стали марки 12X18H10T

Для исследования влияния радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом на склонность к КРН использовались образцы на одноосное растяжение из стали 12X18H10T. Эскиз образца приведен на рисунке 4.12.

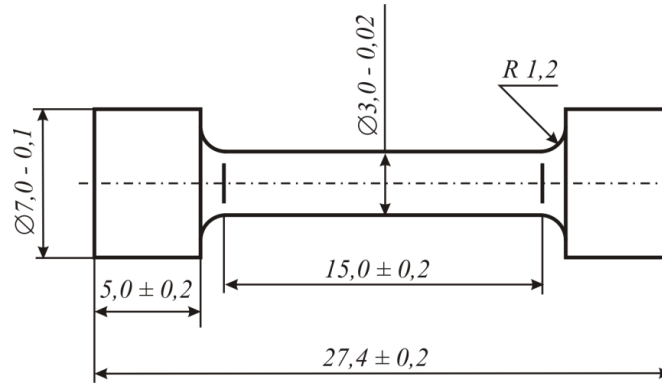


Рисунок 4.12 – Эскиз образца для испытаний на растяжение при медленном деформировании

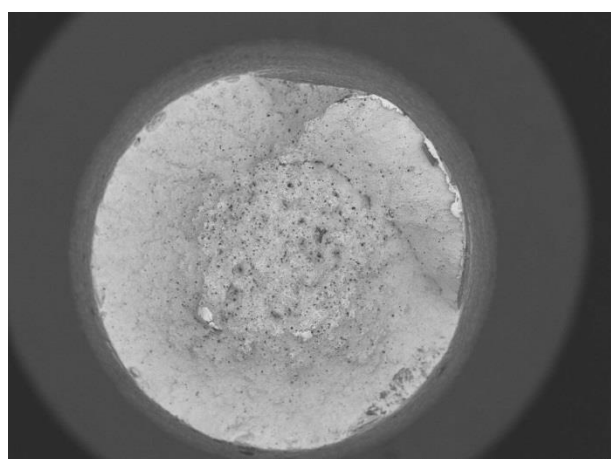
Образцы были вырезаны методом электроэрозионной резки из сердечника экранной сборки Э-65. Стальная экранная сборка Э-65, изготовленная из стали 12X18H10T, эксплуатировалась в реакторе БОР-60 в течение 41 года. За время эксплуатации максимальный флюенс нейтронов для сборки Э-65 составил  $3,9 \cdot 10^{23}$  н/см<sup>2</sup> ( $E > 0,1$  МэВ), что соответствует повреждающей дозе 150 сна. Температура облучения сердечника варьировалась в диапазоне 320-370 °С.

В работе [139] было показано, что радиационно-индуцированное обеднение границ зерен хромом в материале экранной сборки Э-65 составило в среднем 4,5 ат. %.

Для анализа влияния радиационно-индуцированного обеднения границ зерен хромом на КРН два образца, вырезанные из экранной сборки Э-65 (повреждающая доза 150 сна), были испытаны в водной среде с различным содержанием кислорода. Один образец был испытан в среде, имитирующей теплоноситель I контура реакторов типа ВВЭР, второй – в водной среде, обогащенной кислородом до 8 мг/кг. Оба образца испытывались на растяжение с МСД.

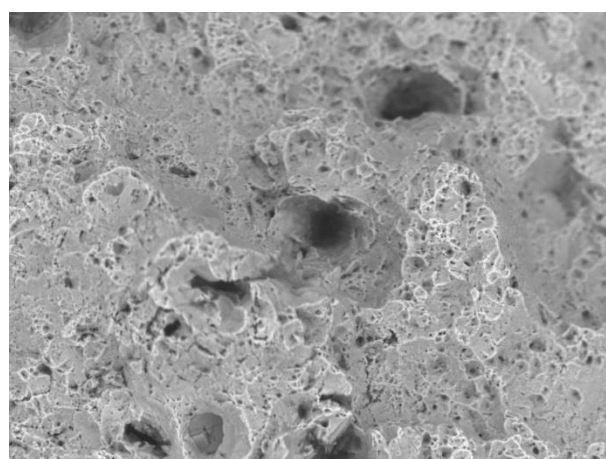
Результаты фрактографических исследований указанных образцов представлены на рисунке 4.13.





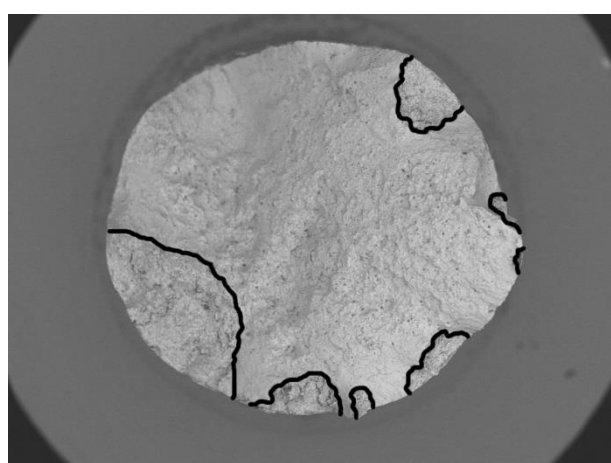
G2-4-etc0001 2017.09.13 13:46 N D4,6 x50 2 mm  
D=130 dpa-water- 290C

(a)



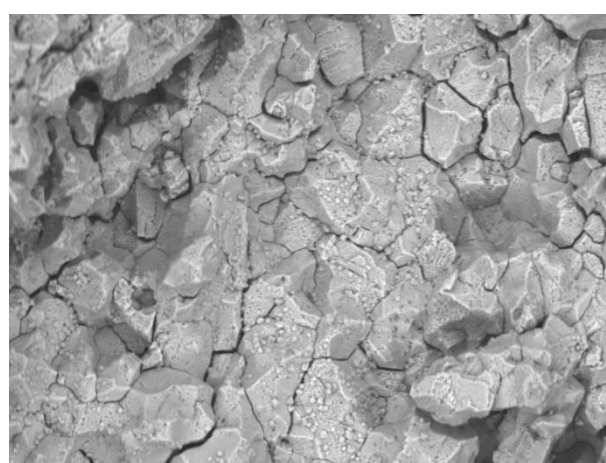
G2-4-etc0003 2017.09.13 13:50 N D4,6 x2,0k 30 um  
D=130 dpa-water- 290C

(б)



C3-4-etc0001 2017.10.23 12:27 N D5,1 x40 2 mm  
D=130 dpa water- 290C

(в)



C3-4-etc0010 2017.10.23 12:50 N D4,7 x2,0k 30 um  
D=130 dpa water- 290C

(г)

Рисунок 4.13 – Поверхность разрушения образцов, изготовленных из экранной сборки Э65 и испытанных в среде, имитирующей теплоноситель I контура (а, б) и в воде, обогащенной кислородом (в, г) при 290° с МСД: (а) - общий вид излома; (б) - ямочный рельеф с разной степенью развития ямок (в) - общий вид излома с выделенными участками межзеренного разрушения; (г) - участок межзеренного разрушения при большем увеличении

Образец из экранной сборки Э65, облученный до повреждающей дозы 150 сна и испытанный в воде ВВЭР при 290 °С по режиму МСД, разрушился по вязкому ямочному механизму образования и роста пор. Образец, испытанный в тех же условиях в среде, обогащенной кислородом, разрушился по механизму КРН. Как видно из рисунка 4.13, инициация межзеренного коррозионного растрескивания происходила у боковой поверхности и межзеренные трещины развивались вглубь перпендикулярно к оси нагружения на глубину около 650 мкм. В центральной части излома наблюдается вязкое ямочное разрушение, соответствующее долому образца.

В таблице 4.5 представлены результаты испытаний образцов из стали 12Х18Н10Т, вырезанных из экранной сборки Э-65.

Таблица 4.5 – Результаты испытаний образцов из стали 12Х18Н10Т при МСД при 290°С

Доза	Спектр	Среда	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_B$	$\delta_p$	$\delta_f$	$\Psi$	Механизм разрушения
			МПа	МПа	%	%	%	
150	быстрый	Вода ВВЭР	1042	1075	0,6	7,3	53,3	Вязкий
150	быстрый	Вода ВВЭР+O <sub>2</sub>	1018	1038	0,5	3,6	18,6	25 % МЗ

Из таблицы 4.5 видно, что пластичность образца, испытанного в водной среде, содержащей кислород, значительно ниже, чем пластичность образца, испытанного в воде ВВЭР. Как показали фрактографические исследования изломов образцов из экранной сборки Э-65, такое резкое снижение пластичности обусловлено изменением механизма разрушения. В водной среде ВВЭР излом образца был вязким. В тоже время в среде с кислородом наблюдалось множественное зарождение и развитие межзеренных трещин, что и привело к падению пластичности. Известно, что сенсibilизированный аустенитный материал в высокотемпературной водной среде, содержащей кислород, подвержен межзеренному разрушению [80, 101], что и наблюдалось в нашем случае. В тоже время выполненные эксперименты показывают, что сенсibilизация металла не оказывает влияние на склонность к КРН при испытаниях в обескислороженной водной среде, какой является теплоноситель I контура ВВЭР.

#### 4.2 Влияние упрочнения на склонность к КРН

Еще одной гипотезой коррозионного растрескивания облученных аустенитных сталей является сильное упрочнение материала под влиянием облучения.

В общем случае упрочнение материала может влиять на коррозионное растрескивание материала по различным механизмам. Наиболее общий механизм для многих сталей – это увеличение неоднородности химического потенциала с ростом упрочнения материала, что облегчает образование питтингов [80, 83]. Другим возможным процессом, снижающим сопротивление коррозионному растрескиванию, является межзеренное проскальзывание [103-105, 113]. Дело в том, что с упрочнением тела зерна, уменьшается вклад внутризеренного деформирования и увеличивается вклад межзеренного проскальзывания в общее деформирование материала [113, 140]. Межзеренное проскальзывание усиливает процессы межзеренного разрушения [140], а также разрушение пассивирующей пленки на поверхности образца.

#### 4.2.1 Имитационные испытания стали марки 08X18H10T

Для имитации упрочнения стали 08X18H10T, характерного для неё после нейтронного облучения, эта сталь была подвергнута специальной термической обработке и наклепу.

Для имитации упрочнения материала в процессе облучения сталь в состоянии «Т» (см. п. 4.1.1) была дополнительно наклепана по схеме, представленной на рисунке 4.14. Данное состояние материала будем обозначать, как состояние «Т+Н».

Для обеспечения при наклепе предварительной растягивающей деформации в направлении нагружения темплет подвергался сжатию до деформации  $\approx 63,0$  %. Продеформированный сжатием темплет разрезался на заготовки для изготовления образцов на растяжение. Заготовки вырезались таким образом, чтобы образцы имели предварительную деформацию растяжения, равную половине деформации сжатия  $\approx 31,5$  % (рисунок 4.14) в направлении последующего деформирования.

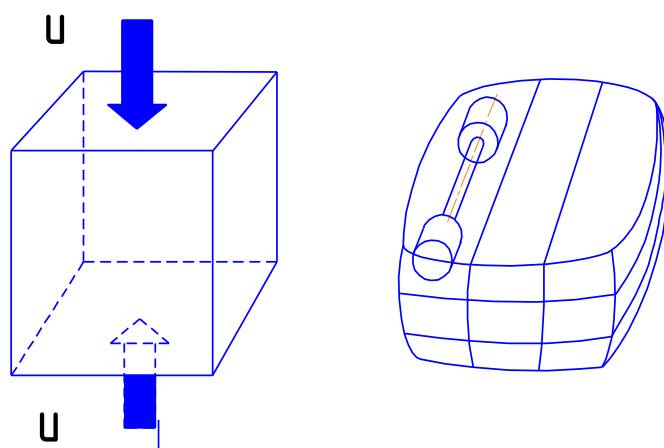


Рисунок 4.14 – Схема деформирования заготовки и вырезки из нее образцов. Стрелками указано направление перемещения при деформировании заготовки

##### 4.2.1.1 Микроструктура и механические свойства стали в состоянии «Т+Н» при испытании на воздухе

На рис. 4.15 (а, б) представлена структура стали 08X18H10T в состоянии «Т+Н». В структуре металла этого состояния обнаружено значительное количество зерен, в теле которых наблюдались пакеты изогнутых тонких пластин, характерных для структуры мартенсита деформации. Измерения ферритной фазы до и после наклепа подтверждают микроструктурные исследования: ферритная фаза изменяется с 0,5 % на 3 %. Выделения на границах зерен идентичны выделениям для стали 08X18H10T в состоянии «Т».

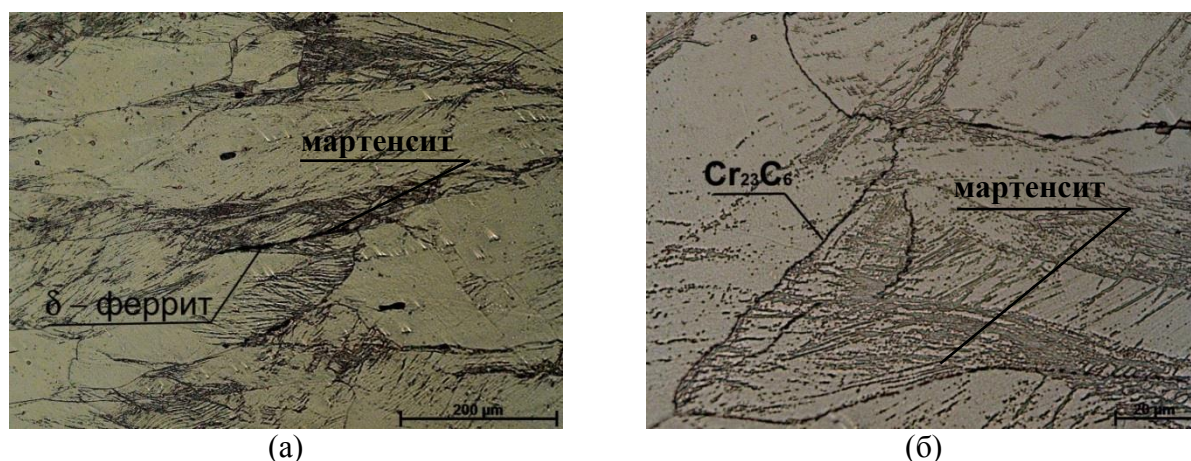


Рисунок 4.15 – Структура исследуемой стали 08X18N10T состояния «Т+Н»: а, б – микроструктура при разном увеличении ( $\times 200$ ,  $\times 1000$ )

Для оценки влияния коррозионной среды были проведены механические испытания образцов на воздухе. Результаты испытаний образцов в состоянии «Т+Н» приведены в таблице 4.6. Для сравнения в эту таблицу включены также результаты испытаний образцов в состояниях «И» и «Т» (см. п. 4.1.1).

Таблица 4.6 – Механические свойства стали 08X18N10T в исследуемых трех состояниях при испытании на воздухе

Состояние	$T_{\text{исп.}}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	$\sigma_B, \text{МПа}$	$\Psi, \%$	$\delta, \%$	$\delta_p, \%$
«И» (исходное)	20	319	594	73,6	61,4	43,6
	290	258	399	64,4	32,3	21,9
«Т» (т/о)	20	334	594	67,1	65,7	53,5
	290	263	431	48,6	28,5	21,8
«Т+Н» (т/о+наклеп)	20	872	985	58,6	15,2	1,8
	290	788	851	34,4	6,7	0,9

Фрактографические исследования разрушенных образцов показали, что во всех исследованных состояниях и температурах испытаний наблюдается внутризеренное вязкое разрушение образцов по механизму зарождения, роста и объединения пор. Поверхность разрушения представляет собой во всех случаях вязкий чашечный излом.

Прочностные характеристики для состояния «Т+Н» значительно превышают соответствующие характеристики в исходном состоянии и приближаются к характеристикам, соответствующим максимальному упрочнению аустенитных сталей при нейтронном облучении [43, 52]. Пластичность стали в состоянии «Т+Н» ниже, чем в других состояниях, что связано с частичным исчерпанием пластичности при наклепе.

4.2.1.2 Результаты автоклавных испытаний образцов в коррозионной среде и СЭМ исследования

Автоклавные испытания образцов на КРН проводились в соответствии с методикой, приведенной в главе 2. В качестве коррозионной среды использовались среда БКР (5 г/л  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 10 мг/л  $\text{K}^+$ , 20 мг/л  $\text{NH}_3$  и 4,5 мг/л  $\text{H}_2$ , с содержанием растворенного кислорода не превышающим 0,01 мг/л,  $\text{pH}_{25^\circ\text{C}} = 6,9 \div 7,3$ ), по составу соответствующая теплоносителю первого контура реакторов типа ВВЭР. Результаты автоклавных испытаний приведены в таблице 4.7. Для сравнения в эту таблицу включены также результаты испытаний образцов в состояниях «И» и «Т» (см. п. 4.1.1).

Таблица 4.7 – Механические свойства стали 08X18H10T в исследуемых состояниях, испытанной в автоклаве\*

Состояние	Условия испытания			$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\Psi$ , %	$\delta$ , %	$\delta_p$ , %	Излом		
	Среда	$T_{\text{исп.}}$ , °C	$\dot{\delta}$						Вязкий, %	Хрупкий, %	
										TG	IG
Состояние «И»	дистиллированная вода, насыщенная кислородом	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	215	398	32	23,1	16,0	65	35	0
	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$ (8 суток)+ доллом при $3 \times 10^{-6} \text{ c}^{-1}$	248	416	55	27,6	20,7	100	0	0
Состояние «Т»	дистиллированная вода, насыщенная кислородом	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	201	293	12	6,4	3,9	5	25	70
	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	242	417	40	29,9	23,6	65	35	0
	газ Ar	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	246	480	50	36,0	30,9	100	0	0
Состояние «Т+Н»	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	290	$3 \times 10^{-7} \text{ c}^{-1}$	543	746	33	7,4	2,5	100	0	0
	вода, имитирующая среду I контура реактора ВВЭР	290	$3,7 \times 10^{-8} \text{ c}^{-1}$ (10 суток)+ доллом при $3 \times 10^{-6} \text{ c}^{-1}$	796	905	25	5,3	1,7	100	0	0

\* Все результаты, представленные в этой таблице, получены на образцах с грубой поверхностью (после механической обработки на токарном станке без электрополировки).

Испытание первого образца в состоянии «Т+Н» при  $\dot{\delta} = 3 \times 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  показало следующее. Равномерная деформация этого образца составила 2,5 %, что примерно в 8-9 раз ниже, чем у материала в состоянии «И» и в состоянии «Т». Таким образом, при достижении деформации 2,5 % в этом образце образовалась шейка и, следовательно, значительно возростала скорость деформации. Это могло привести к уменьшению влияния коррозионной среды.

Для обеспечения подобия коррозионного воздействия для различных образцов средняя скорость деформирования в шейке образца из материала «Т+Н» должна была быть примерно равной скорости деформирования  $\dot{\varepsilon}$  при деформировании образцов из материала «И» или «Т» на стадии равномерного удлинения. Чтобы удовлетворить данному условию, скорость нагружения  $\dot{\delta}$  для образцов из материала «Т+Н» назначалась исходя из следующего соотношения:

$$\dot{\delta} = 3 \cdot 10^{-7} \cdot \frac{\delta}{\varepsilon_f} = 6 \cdot 10^{-8} \text{ с}^{-1},$$

$$\varepsilon_f = \ln \frac{1}{1 - \psi},$$

где  $\delta$ ,  $\psi$  и  $\varepsilon_f$  – относительное удлинение, относительное сужение и деформация в шейке в момент разрушения первого образца из материала в состоянии «Т+Н» соответственно.

Несмотря на даже большее снижение  $\dot{\delta}$  до  $3,7 \times 10^{-8} \text{ с}^{-1}$  инициация коррозионного растрескивания в образцах из материала «Т+Н» отсутствовала. Данный результат полностью согласуется с [80]. В работе показано, что сопротивление коррозионному растрескиванию хромо-никелевых сталей с нестабильным аустенитом увеличивалось с ростом предварительной холодной при  $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$  деформации. Это увеличение хорошо коррелирует с долей мартенсита деформации. Если предварительная деформация проведена при температуре  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ , когда мартенсит не образуется, сопротивление коррозионному растрескиванию уменьшается со степенью предварительной деформации [80].

Следует отметить, что оценка влияния коррозионного растрескивания посредством сравнения пластичности стали в состоянии «Т+Н» и стали в состояниях «И» и «Т» не корректна, так как пластичность стали в состоянии «Т+Н» изначально ниже, чем в других состояниях (см. таблицу 4.6). Снижение пластичности стали в состоянии «Т+Н» обусловлено частичным ее исчерпанием при наклепе.

Отличия в упрочнении между двумя образцами в состоянии «Т+Н» скорее связано с неравномерностью наклепа исходной заготовки и вырезки образцов из зон с разной остаточной деформацией, нежели с влиянием среды и скорости деформирования.

Разрушение образцов из стали 08X18H10T в состоянии «Т+Н» в обескислороженной среде происходило по классическому вязкому механизму с образованием чашечного излома (рисунок 4.16). На поверхности разрушения образцов из металла в состоянии «Т+Н» не обнаружено признаков хрупкого межзеренного и транскристаллитного коррозионного разрушения.

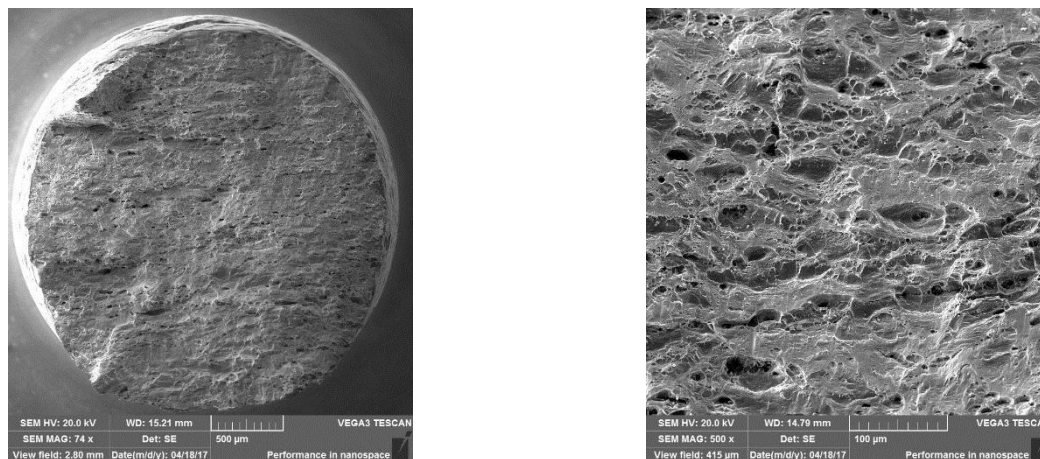


Рисунок 4.16 – Поверхность разрушения образца из стали 08X18H10T в состоянии «Т+Н», испытанного в среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора ВВЭР

Таким образом, сталь 08X18H10T в состоянии «Т+Н», имитирующем радиационно-индуцированное упрочнение, при испытании в воде, имитирующей среду I контура ВВЭР, не проявила склонности к коррозионному растрескиванию.

В состоянии «Т+Н» не происходит локализации деформирования. По-видимому, в состоянии «Т+Н» реализации канального деформирования препятствует мартенситная фаза, тогда как в состоянии «И» – препятствуют внутризеренные карбиды TiC.

Следует отметить, что межзеренное проскальзывание, стимулирующее межзеренное разрушение, по-видимому, также не происходит при медленном деформировании стали 08X18H10T в состоянии «Т+Н», несмотря на большое упрочнение тела зерна. Дело в том, что выпадение зернограничных карбидов хрома подавляет возможность межзеренного проскальзывания [141, 142]. Это может объяснить отсутствие межзеренного коррозионного растрескивания стали 08X18H10T в состоянии «Т+Н».

Таким образом, выполненные эксперименты показали, что само по себе упрочнение может не приводить к увеличению склонности к КРН.

#### 4.3 Локализация деформирования, межзеренное проскальзывание и прочность границ зерен

Еще одним процессом, связанным с радиационным упрочнением материала и снижающим сопротивление коррозионному растрескиванию, является так называемое локализованное деформирование материала, при котором вся деформация сосредоточивается в узких каналах. Каналы параллельны друг другу и пересекаются только с границами зерен [97, 104, 105, 107]. Поэтому в месте пересечения канала с границей зерна возникают высокие напряжения, если деформирование в канале не переходит в соседнее зерно [104]. Нейтронное облучение приводит к формированию микроструктуры материала, способствующей реализации локализованного деформирования. В первую очередь это связано с формированием при нейтронном облучении дислокационных петель. Дислокационные петли являются барьерами для скольжения дислокаций, но эти барьеры достаточно слабые. Поэтому в такой структуре образуется канал, в котором головная скользящая дислокация, благоприятно ориентированная, перерезает дислокационные петли и «расчищает» путь для последующих дислокаций. Через такие каналы «прокачивается» вся деформация материала [108].

Учитывая, что формирование дислокационных петель приводит к упрочнению материала, можно считать, что локализованное деформирование связано с упрочнением материала, по крайней мере, для случаев, когда это упрочнение обусловлено увеличением концентрации дислокационных петель. Следует отметить, что локализованное деформирование реализуется не только в облученных материалах, но и в материалах с низкой энергией дефекта упаковки, в которых поперечное скольжение дислокаций затруднено [108, 109].

Сталь 08X18H10T в отличие от сталей 304 и 316 легирована титаном – сильным карбидообразующим элементом. Поэтому микроструктура стали 08X18H10T в состоянии поставки (после гомогенизирующего отжига при 1050 °С) содержит внутризеренные карбиды TiC, которые не диссоциируют при температуре отжига. В процессе облучения плотность карбидов TiC увеличивается. Карбиды TiC являются сильными барьерами для дислокаций [108, 143], и поэтому в этой стали локализованное деформирование подавлено по сравнению со сталями 304 и 316 [108].

В обескислороженной водной среде, свободной от ионов хлора, механическое повреждение пассивирующей пленки, по-видимому, играет ключевую роль в процессе КРН.

Доказательством данного тезиса может служить процесс деформирования облученного материала при его испытании на КРН при постоянной нагрузке, то есть процесс ползучести. Если же КРН происходит без непрерывного деформирования образца, то для повреждения пассивирующей пленки достаточно химического воздействия коррозионной среды.



Ещё одним фактором, значительно влияющим на сопротивление коррозионному растрескиванию, является ослабление прочности границ зерен за счет диффузии гелия, образующегося при ядерных реакциях, происходящих при взаимодействии нейтронов с ядрами некоторых легирующих и примесных элементов.

Значимость данного фактора подтверждается существенным различием сопротивления коррозионному растрескиванию одного и того же материала, облученного до одной и той же дозы в реакторах PWR и FBR (Fast Breeder Reactor), что связано с ядерными реакциями, инициируемыми тепловыми нейтронами. Поскольку плотность потока (флак) тепловых нейтронов в несколько раз выше в реакторах PWR, чем в FBR и, следовательно, генерация гелия выше в PWR, то сопротивление коррозионному растрескиванию материала, облученного в PWR, ниже, чем этого же материала, облученного в FBR. [88, 111]

Чтобы оценить роль каждого из перечисленных механизмов, требуется провести автоклавные испытания на КРН образцов из аустенитных сталей, облученных до различных повреждающих доз в различных энергетических спектрах нейтронов.

Согласно [144], если КРН в основном происходит по межзеренному механизму, то доминирующими механизмами являются межзеренное проскальзывание и ослабление прочности границ зерен за счет генерации и диффузии к границам зерен гелия, образующегося в результате ядерных реакций в процессе облучения.

В случае если КРН, в основном происходит по транскристаллитному механизму, тогда доминирующим механизмом является локализованное деформирование (channel deformation). Дело в том, что локализованное деформирование является внутризеренным процессом. Поэтому локализованное деформирование в поверхностных зернах материала, контактирующих с коррозионной средой, будет приводить к повреждению пассивирующей пленки вне границ зерен. В результате инициация КРН в основном будет происходить по транскристаллитному механизму [144].

В случае ослабленных границ зерен локализованное деформирование может приводить к зарождению микротрещин на границах зерен и стимулировать межзеренное разрушение [144]. В этом случае поверхностные микротрещины должны быть обнаружены как при испытании образцов в водной среде, так и в инертной среде, например, в аргоне. Если при испытаниях в аргоне поверхностные межзеренные трещины отсутствуют, то локализованное деформирование не может привести к КРН по межзеренному механизму без «помощи» другого механизма – межзеренного проскальзывания.

Таким образом, если КРН в водной среде происходит как по межзеренному, так и по транскристаллитному механизму, а в аргоне межзеренное разрушение отсутствует, то в этом случае доминирующими механизмами являются локализованное деформирование и

межзеренное проскальзывание. Ясно, что ослабление границ зерен гелием облегчает процесс КРН по межзеренному механизму.

#### 4.3.1 Автоклавные испытания на КРН образцов из облученных аустенитных сталей

Проанализируем результаты автоклавных испытаний образцов из аустенитных сталей для ВКУ ВВЭР и PWR, облученных до различных повреждающих доз в разных энергетических спектрах нейтронов. Испытания на КРН проводились по разным режимам, как описано в главе 2.

Обычно исследование КРН проводят при одном из двух режимов нагружения: в условиях непрерывного растяжения с медленной скоростью деформирования (МСД) или при постоянной нагрузке (ПН). Ясно, что МСД не характерен при нагружении материала в условиях эксплуатации ВКУ, так как проектирование любых элементов конструкций ведется таким образом, чтобы напряжения не превышали предела текучести материала. Поэтому режим МСД может рассматриваться как экспресс-режим, провоцирующий КРН, и может использоваться только для сравнения материалов. Режимом, близким к реальным условиям нагружения ВКУ, является режим нагружения при постоянной нагрузке, а также режим циклического нагружения, моделирующий переходные процессы в реакторе (переход с одной мощности на другую, а также останов и выход на мощность реактора).

Для оценки ресурса ВКУ по критерию исключения КРН необходимо проводить испытания по наиболее повреждающему режиму, который может реализовываться при эксплуатации ВКУ. Для выявления наиболее повреждающего режима, сравниваются два режима: режим постоянной нагрузки и режим циклического нагружения с медленной скоростью деформирования (ЦДМС).

##### 4.3.1.1 Исследование сталей 08X18H10T и 12X18H10T (аналоги сталей 321 и 321H)

Для изучения коррозионной стойкости нержавеющей стали 08X18H10T, являющейся аналогом зарубежной 321 стали, были испытаны образцы двух типов. Образцы первого типа изготавливались из металла чехла каналов нейтронных измерений (КНИ), облучавшихся в течение трех топливных загрузок в активной зоне реактора ВВЭР-1000 2-ого блока Балаковской АЭС в смешанном энергетическом спектре нейтронов. Повреждающая доза, набранная образцами, составила 11 сна. Эскиз образца приведен на рисунке 4.17.

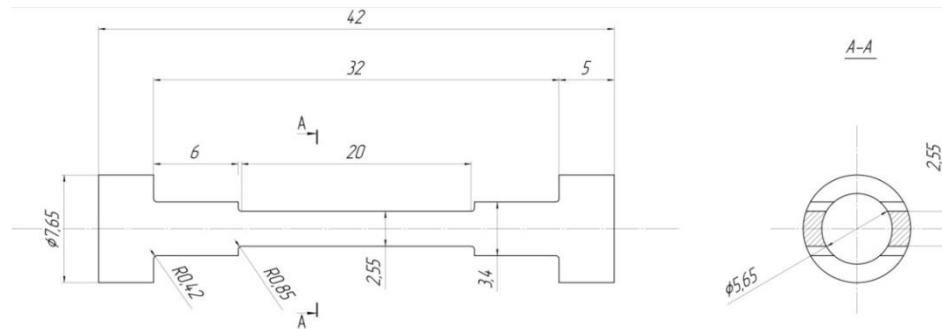


Рисунок 4.17 – Эскиз образца для автоклавных испытаний на КРН при медленном деформировании и при постоянной нагрузке из металла чехла КНИ

В качестве образцов второго типа использовались стандартные образцы на одноосное растяжение с диаметром рабочей части 3 мм и длиной рабочей части 15 мм. Образцы были вырезаны из горячекатаной плиты (плавка 192031), изготовленной в промышленных условиях. Эскиз образца приведен на рисунке 4.18. Описание материалов приведено в главе 2.

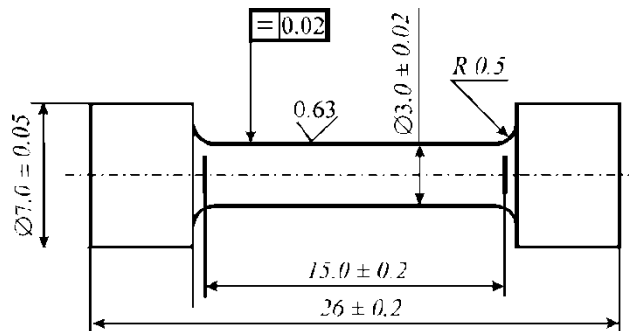


Рисунок 4.18. Эскиз цилиндрического образца из плавки 192031

Образцы облучались в активной зоне исследовательского реактора на быстрых нейтронах БОР-60 (ОАО ГНЦ НИИАР, г. Димитровград) до повреждающих доз  $5 \div 100$  сна в быстром энергетическом спектре нейтронов.

Условия облучения металла чехла каналов и образцов из стали марки 08X18H10T приведены в таблице 4.8.

Таблица 4.8 – Условия облучения образцов металла чехла каналов и образцов из стали марки 08X18H10T

Тип образцов	Повреждающая доза, сна	Реактор	Спектр
Трубчатые образцы на растяжение из чехлов КНИ	11	ВВЭР-1000	смешанный
Стандартные образцы на одноосное растяжение	5	БОР-60	быстрый
	51		
	96		
	102		

Автоклавные испытания на растяжение при постоянной нагрузке (ПН) и при медленном деформировании (МСД) были проведены на специальной установке, расположенной в «горячей» лаборатории ЦНИИ КМ «Прометей». Испытания проводились в

среде, имитирующей теплоноситель первого контура реакторов типа ВВЭР, а также в инертной среде аргона. Водная среда, имитирующая теплоноситель первого контура, содержала 4000 мг/кг  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 14 мг/кг  $\text{KOH}$ , 20 мг/кг  $\text{NH}_3$  и 4,5 мг/кг  $\text{H}_2$ . Содержание растворенного кислорода было менее 0,01 мг/кг. Водородный показатель раствора pH при комнатной температуре составлял от 6,9 до 7,3. В дальнейшем, для краткости, мы будем называть эту среду «вода ВВЭР».

Испытания с медленной скоростью деформирования проводились со скоростью  $\dot{\delta} = 3 \cdot 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  ( $\delta$  – относительное удлинение образца). По диаграмме деформирования образца (load-displacement diagram), получаемой при испытаниях с МСД определялись следующие параметры:  $\sigma_{0,2}$  – предел текучести,  $\sigma_b$  – предел прочности,  $\delta_p$  – равномерное относительное удлинение,  $\delta_f$  – относительное удлинение при разрушении. После испытаний проводилось измерение сечения образца в месте разрушения. Замеры сужения образца проводились только на стандартных цилиндрических образцах.

Условия испытаний приведены в таблице 4.9.

Таблица 4.9 – Условия автоклавных испытаний образцов из 321 стали

Повреждающая доза, сна	Режим нагружения	$\sigma_{\text{исп.}}$ , МПа	$\sigma_{\text{исп.}}/\sigma_{0,2}$	Среда испытаний	Температура, °С
11	МСД	–	–	Аргон	290
	МСД	–	–	Вода ВВЭР	
5	МСД	–	–	Вода ВВЭР	290
51	МСД	–	–	Вода ВВЭР	290
96	ПН	800	0,95	Вода ВВЭР	290
102	МСД	–	–	Аргон	290
	МСД	–	–	Вода ВВЭР	

В исходном (необлученном) состоянии при автоклавных испытаниях по режиму с МСД сталь типа 08X18H10T не проявила склонности к КРН: разрушение образцов происходило по вязкому внутризеренному механизму зарождения и объединения пор.

При испытаниях в аргоне разрушение образцов, облученных до повреждающих доз от 5 до 102 сна и испытанных по режиму с МСД, также происходило по вязкому внутризеренному механизму. Зарождения микротрещин на боковой поверхности не наблюдалось. Следовательно, для зарождения трещин при таком типе испытаний обязательно требуется воздействие среды.

Результаты испытаний образцов по режиму с МСД приведены в таблице 4.10.

Таблица 4.10 – Результаты испытаний образцов из стали 08X18H10T в исходном и в облученном состоянии при МСД в различных средах при 290°C

Доза	Спектр	Среда	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_b$	$\delta_p$	$\delta_f$	$\Psi$	Механизм разрушения
			МПа	МПа	%	%	%	
0	–	Вода ВВЭР	247	492	23,3	26,6	–	Вязкий
11	смешанный	аргон	887	951	0,63	2,27	–	Вязкий
11	смешанный	Вода ВВЭР	882	884	0,22	0,44	–	40 % МЗ*
0	–	Вода ВВЭР	265	477	25	31,3	62,4	Вязкий
5	быстрый	Вода ВВЭР	769	769	0,2	7,1	52,8	Вязкий
5	быстрый	Вода ВВЭР	709	709	0,2	7,3	49,1	Вязкий
51	быстрый	Вода ВВЭР	802	812	0,33	7,4	47,7	Вязкий
51	быстрый	Вода ВВЭР	856	865	0,28	7,3	51,0	Вязкий
102	быстрый	Аргон	830	838	0,40	8,8	55,1	Вязкий
102	быстрый	Вода ВВЭР	816	828	0,4	2,7	17,2	25 % МЗ**
102	быстрый	Вода ВВЭР	830	854	0,6	3,6	23,1	20 % МЗ**

\*МЗ – хрупкое межзеренное разрушение.

\*\*На изломах этих образцов наряду с зонами хрупкого межзеренного разрушения наблюдались также незначительные участки (< 1-2 %) транскристаллитного разрушения.

Как видно из таблицы 4.10, нейтронное облучение приводит к резкому увеличению прочностных характеристик: предела текучести  $\sigma_{0,2}$ , предела прочности  $\sigma_b$ , а также к снижению пластичности: равномерного относительного удлинения  $\delta_p$  и относительного удлинения при разрушении  $\delta_f$  по сравнению с этими же характеристиками необлученного материала.

Коррозионная среда приводит к снижению пластичности материала, что ясно видно из сопоставления  $\delta_f$  и  $\Psi$  для образцов, испытанных в аргоне, и образцов, испытанных в среде, имитирующей теплоноситель I контура. Кроме того, из таблицы 4.10 видно, что увеличение дозы облучения с 51 до 102 сна практически не влияет на прочностные характеристики облученной стали: для повреждающих доз 51 и 102 сна значения предела текучести  $\sigma_{0,2}$  и предела прочности  $\sigma_b$  находятся в одной полосе разброса, что свидетельствует о насыщении процесса упрочнения.

Фрактограммы образца из чехла КНИ, облученного до 11 сна, после испытания в воде ВВЭР при 290 °C с МСД приведены на рисунке 4.19. Как видно на рисунке 4.19а, инициация межзеренного коррозионного растрескивания происходила у боковой поверхности и межзеренные трещины развивались вглубь перпендикулярно к оси нагружения на глубину около 500 мкм. В центральной части излома наблюдается вязкое ямочное разрушение.

На рисунке 4.20 приведена диаграмма «напряжение – относительное удлинение» для данного образца, облученного до 11 сна в смешанном спектре и испытанного при МСД. Локальный скачок напряжений при  $\sigma \approx 850$  МПа обусловлен деформационным старением материала.

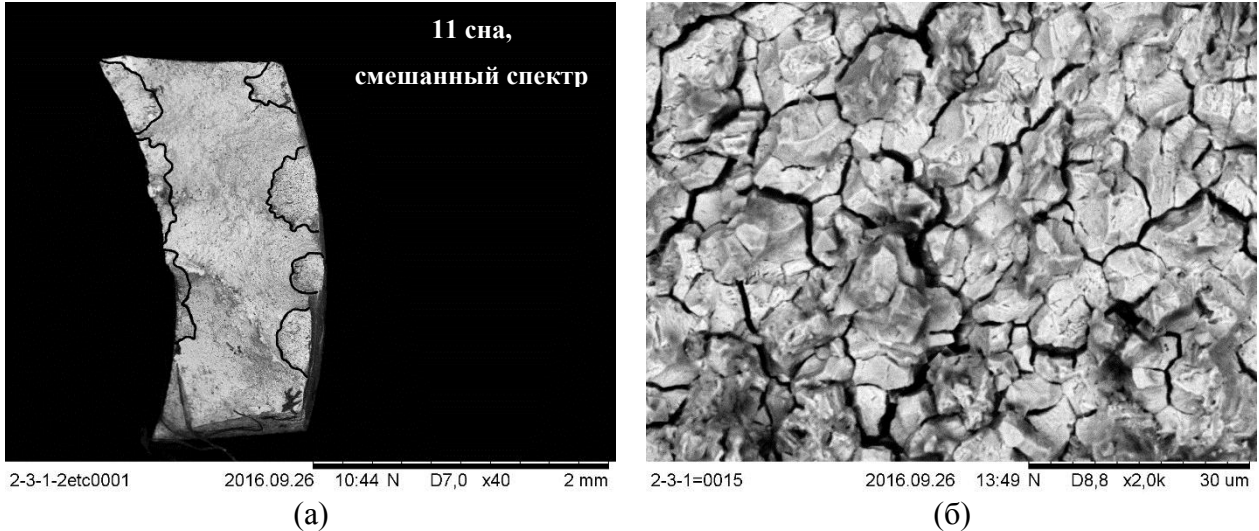


Рисунок 4.19 – Поверхность разрушения образца изготовленного из чехла КНИ и испытанного в воде ВВЭР при 290° с МСД: (а) – общий вид излома с выделенными участками межзеренного разрушения; (б) – участок межзеренного разрушения при большем увеличении

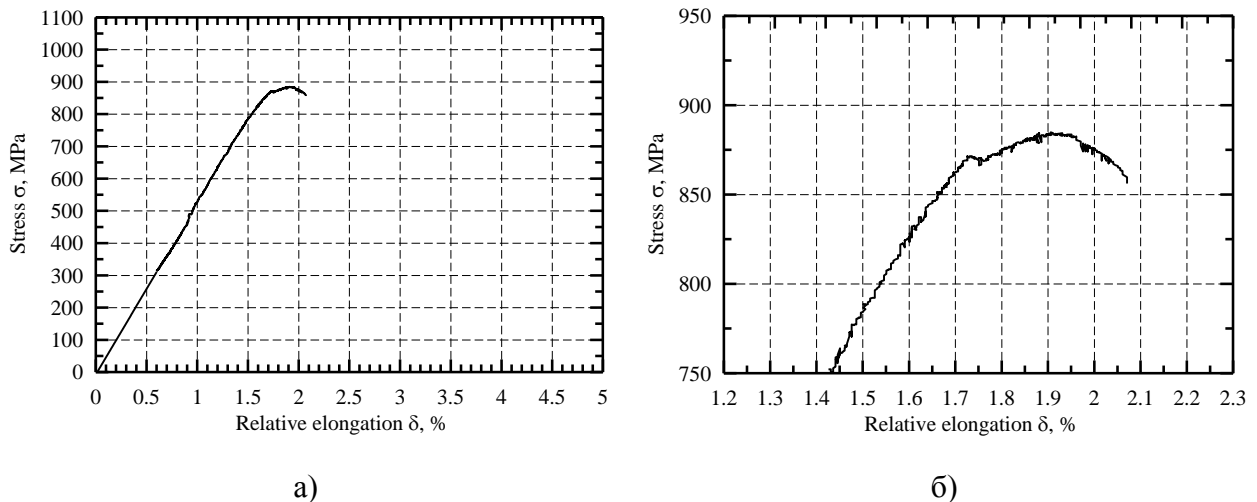
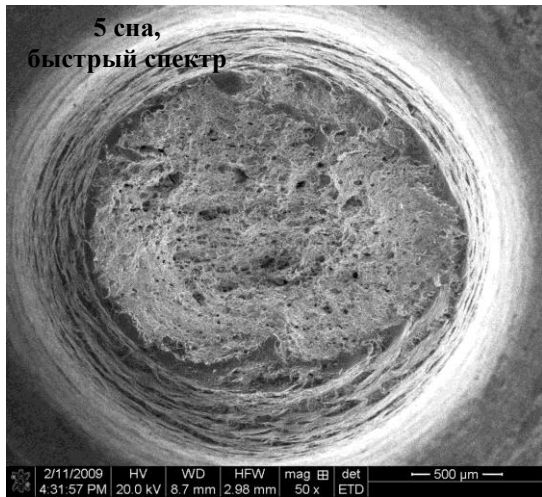


Рисунок 4.20 – Кривая «напряжение - относительное удлинение» (а) и ее фрагмент (б) с участком немонотонного роста напряжений для образца, изготовленного из чехла КНИ и испытанного в воде ВВЭР при 290° с МСД при  $\dot{\delta} = 3 \cdot 10^{-7} \text{ c}^{-1}$

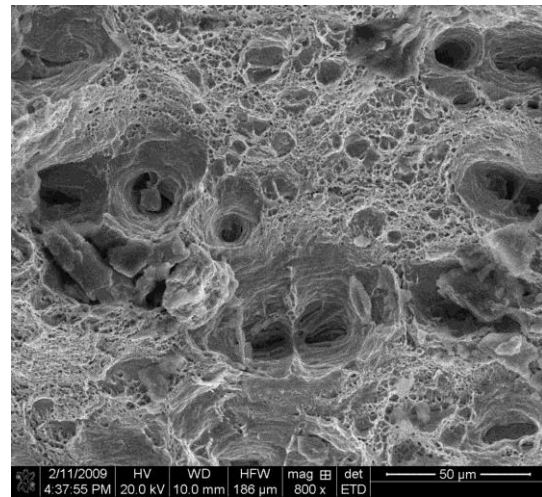
Фрактограммы образцов, облученных до 5, 51 и 102 сна и испытанных в воде ВВЭР при 290 °С по режиму с МСД, приведены на рисунке 4.21. Из рисунка 4.21 видно, что образцы, облученные до повреждающих доз 5 и 51 сна, оказались устойчивы к СОКРН, и их разрушение произошло по вязкому механизму зарождения и объединения пор. Образцы, облученные до 102 сна, разрушились по механизму коррозионного растрескивания, и на их изломах наблюдались

участки хрупкого межзеренного разрушения, развивающиеся от боковой поверхности вглубь перпендикулярно к оси нагружения на глубину около 700 мкм.

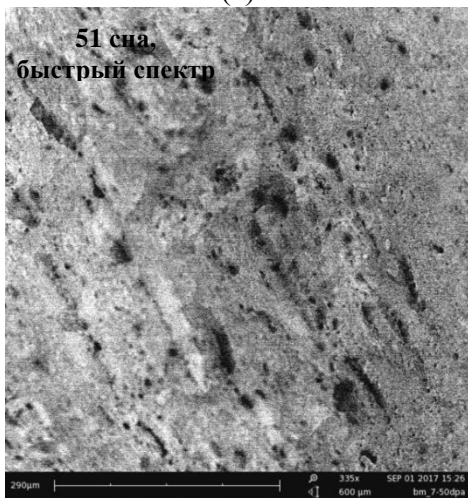
В качестве примера на рисунке 4.22 приведена диаграмма «напряжение – относительное удлинение» для данного образца, облученного до 102 сна в быстром спектре и испытанного при МСД.



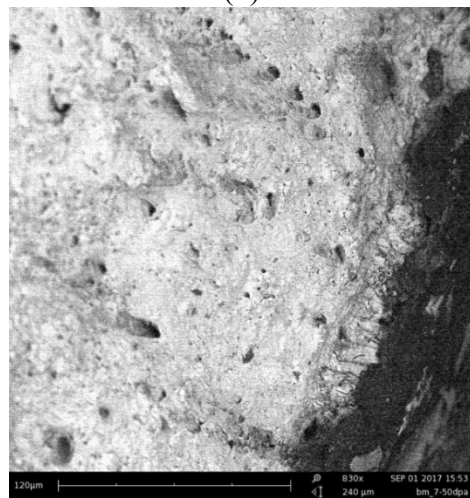
(а)



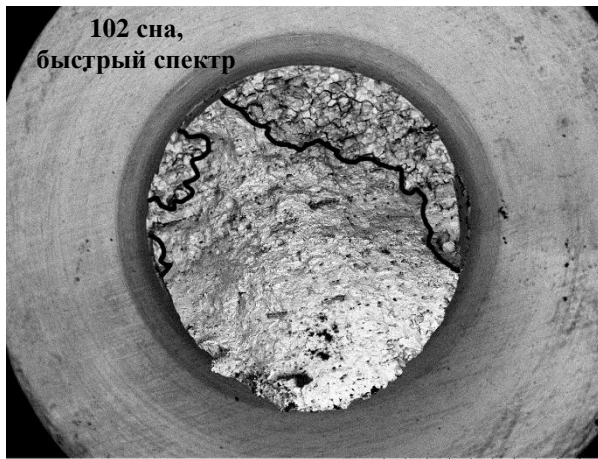
(б)



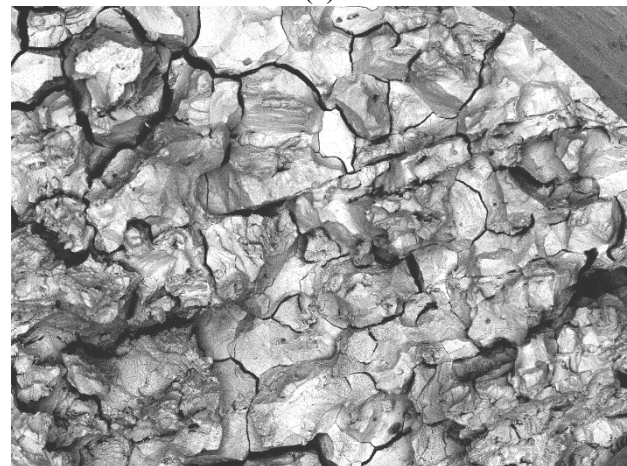
(в)



(г)



(д)



(е)

Рисунок 4.21 – Поверхности разрушения образцов, изготовленных из стали марки 08X18N10T (плавка 192031) и испытанных в воде ВВЭР при 290° с МСД: (а), (б) – общий вид и ямочный рельеф в центральной части излома образца, облученного до 5 сна; (в), (г) – ямочный рельеф в центральной части излома и вблизи боковой поверхности (с элементами транскристаллитного разрушения) образца, облученного до 51 сна; (д), (е) – общий вид излома с выделенными участками межзеренного разрушения и участок межзеренного разрушения при большем увеличении для образца, облученного до 102 сна



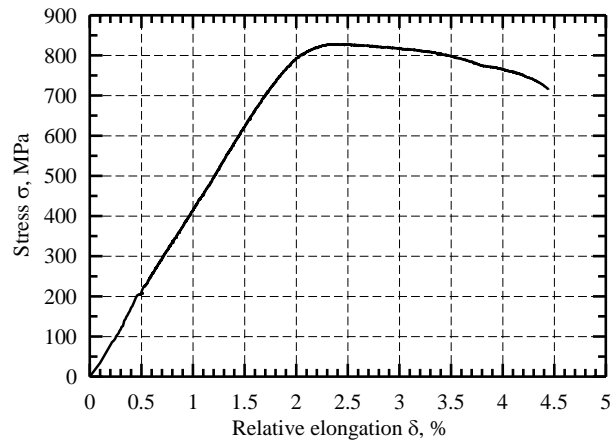


Рисунок 4.22 – Кривая «напряжение - относительное удлинение» для образца, облученного до 102 сна и испытанного при  $\dot{\delta} = 3 \cdot 10^{-7} \text{ c}^{-1}$  и температуре 290 °С в водной среде, имитирующей среду первого контура реактора ВВЭР

Фактографический анализ испытанных образцов показывает, что пластичность образцов, испытанных в водной среде, однозначно коррелирует с реализацией коррозионного межзеренного разрушения для этих образцов. С увеличением доли межзеренного разрушения пластичность образцов уменьшается. Этот вывод подтверждают результаты испытаний образцов из КНИ, а также образцов, облученных до дозы 102 сна, в аргоне и воде ВВЭР.

Величины относительного сужения  $\psi$  для образцов, облученных до 5 и 51 сна, в которых разрушение происходило по классическому вязкому внутризеренному механизму, очень близки и практически не зависят от повреждающей дозы.

Как видно из представленных данных, воздействие высокотемпературной водной среды практически не сказывается на прочностных характеристиках металла. Данные по пределу текучести и пределу прочности в аргоне и в водной среде лежат в одной полосе разброса.

Один из образцов, изготовленных из чехла КНИ, испытывался при ПН 750 МПа в среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР, при  $T=290 \text{ }^\circ\text{C}$ . После 400 часов испытания скорость ползучести уменьшилась практически до нуля. При увеличении температуры от  $T=290 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $315 \text{ }^\circ\text{C}$  процесс ползучести возобновился и соответствовал неустановившейся стадии. В диапазоне времен от 520 часов до 700 часов скорость ползучести снизилась с  $\sim 10^{-9} \text{ c}^{-1}$  до  $\sim 10^{-10} \text{ c}^{-1}$ . Для выявления возможных коррозионных повреждений, которые могли возникнуть при испытании в воде ВВЭР при постоянном напряжении, образец был доведен до разрушения при скорости деформирования  $\dot{\epsilon} = 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  в воде ВВЭР при температуре  $315 \text{ }^\circ\text{C}$ . Разрушение образца произошло по классическому механизму вязкого внутризеренного разрушения, коррозионных повреждений, которые могли возникнуть при предварительном нагружении в воде, не обнаружено. Отсутствие коррозионных повреждений в образцах, испытанных при постоянной

нагрузке, по-видимому, говорит о недостаточной продолжительности и температуре испытаний. Пороговое напряжение, при котором наблюдается ползучесть 321 стали при 290 °С, по-видимому, близко к величине 700-750 МПа.

Образец, облученный до 96 сна, был испытан при ПН в среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР, при  $T=290$  °С. Результаты испытания в виде диаграммы «удлинение – время» представлены на рисунке 4.23.

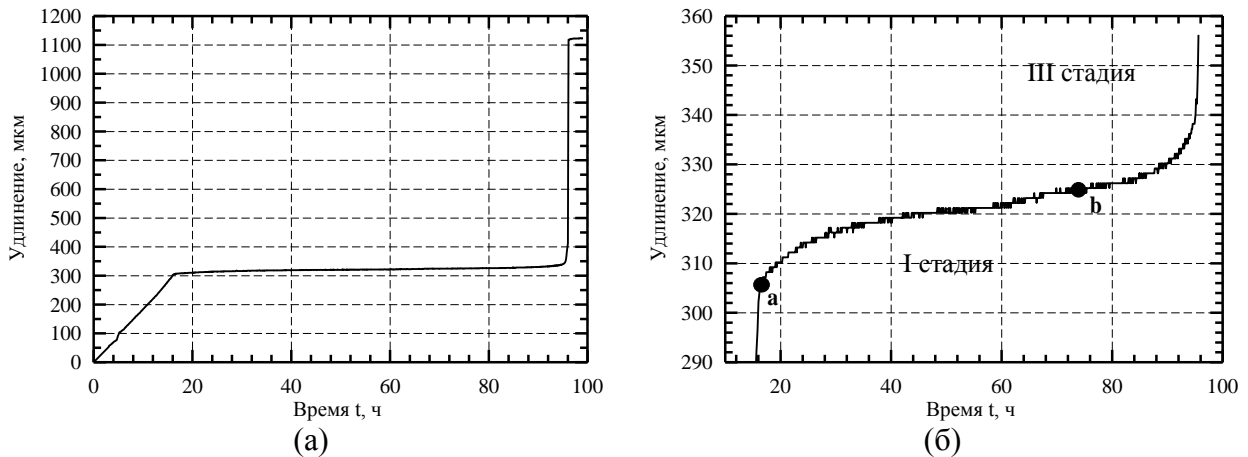


Рисунок 4.23 – Диаграмма «удлинение-время» (а) и её увеличенный участок, соответствующий стадии ползучести (б), для образца из стали 08X18N10T, облученного до дозы 96 сна и испытанного при постоянной нагрузке 800 МПа при температуре  $T=290$  °С в воде ВВЭР

Проведенные фрактографические исследования испытанного образца показали, что КРН происходит по межзеренному механизму (см. рисунок 4.24). Межзеренное разрушение (27 % от поверхности излома) приводит к потере несущей способности образца, в результате чего происходит его быстрое деформирование и долом по механизму вязкого разрушения.

Из рисунка 4.23 видно, что процесс деформирования и разрушения образца в водной среде при постоянной нагрузке подобен процессу при ползучести, причем вторая – стационарная стадия ползучести практически отсутствует. Переход от I к III стадии ползучести, по-видимому, соответствует деформации разрыва пассивирующей пленки. После разрыва пленки происходит активное развитие коррозионных трещин, что уменьшает сечение образца, увеличивает действующие напряжения и, как следствие, еще больше увеличивает скорость ползучести материала.

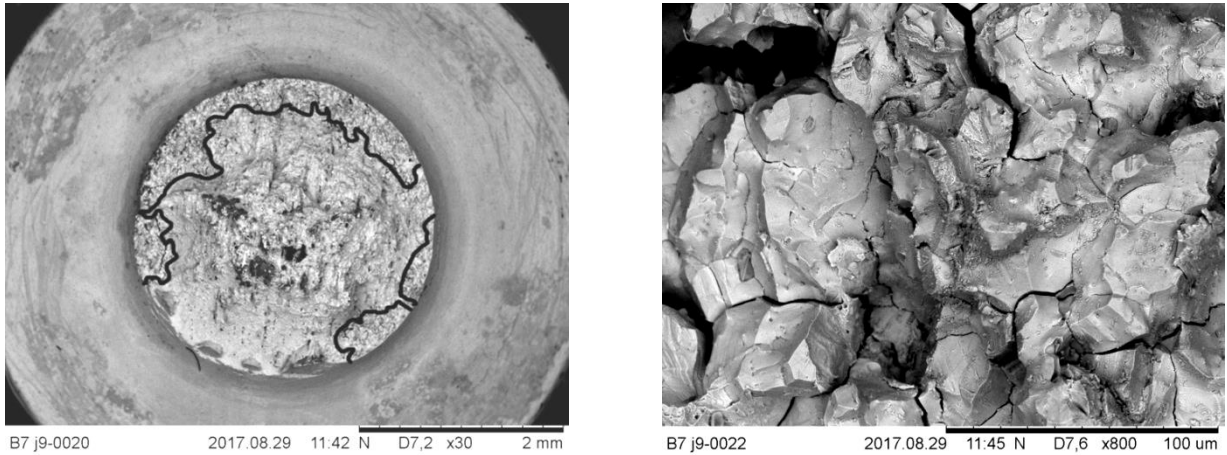


Рисунок 4.24 – Поверхность разрушения образца из стали 08X18H10T, облученного до дозы 96 сна и испытанного при постоянной нагрузке 800 МПа в среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР, при температуре 290 °С

#### 4.3.1.2 Исследование стали 304 (аналог российской стали типа X18H9)

Для изучения коррозионной стойкости 304 стали (аналог российской стали типа X18H9) были испытаны образцы, облученные в исследовательском водо-водяном реакторе СМ-3 (АО «ГНЦ НИИАР», г. Димитровград) до повреждающих доз 3,8-4,2 сна. Энергетический спектр нейтронов в реакторе СМ-3 аналогичен энергетическому спектру реакторов типа ВВЭР и PWR. В дальнейшем, для краткости, мы будем называть его «смешанным». Часть образцов облучалась за гафниевыми экранами для имитации облучения «быстрым» энергетическим спектром нейтронов, как было описано в главе 2.

Для автоклавных испытаний использовались гладкие цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 2 мм и длиной рабочей 12 мм. Эскиз образцов представлен на рисунке 4.25. Описание материала дано в главе 2.

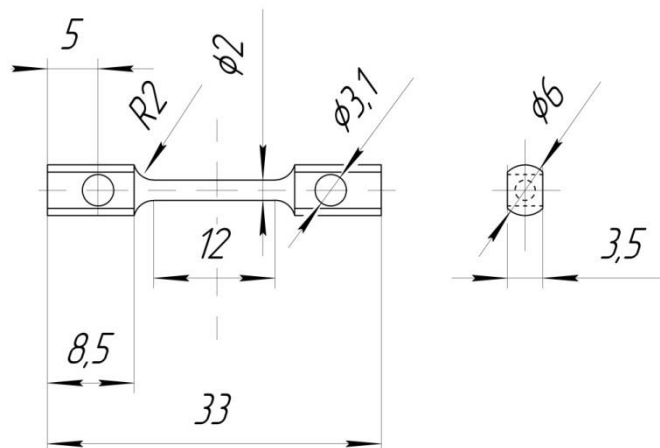


Рисунок 4.25 – Образец для автоклавных испытаний на коррозионное растрескивание под напряжением из стали 304L и 316CW

Условия облучения и условия испытаний приведены в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Условия облучения в реакторе СМ-3 и последующих автоклавных испытаний образцов из стали 304L

Повреждающая доза, сна	Спектр	Режим нагружения	$\sigma_{\text{исп.}}$ , МПа	$\sigma_{\text{исп.}}/\sigma_{0,2}$	Среда испытаний	Температура испытаний, °С
4,2	смешанный	ПН	700	0,98	Вода ВВЭР	315
		ЦДМС-1*	700	0,98	Вода ВВЭР	
3,8-4,0	быстрый (Hf экран)	ПН	700	0,98	Вода ВВЭР	315
		ЦДМС-1	700	0,98	Вода ВВЭР	

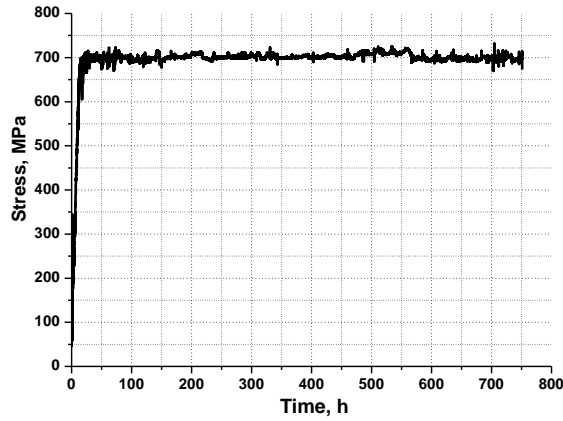
В таблице 4.11 режим нагружения ЦДМС-1 соответствует циклическому нагружению с медленной скоростью деформирования при заданном максимальном  $\sigma_{\text{max}}$  и минимальном  $\sigma_{\text{min}}$  напряжении в цикле; коэффициент асимметрии  $R = \sigma_{\text{min}}/\sigma_{\text{max}} = 0,7$ . Значение  $\sigma_{\text{исп.}}$  в режиме ЦДМС-1 равно  $\sigma_{\text{max}}$ . Скорость деформирования в режиме ЦДМС-1 задавалась равной  $3 \times 10^{-7} \text{ с}^{-1}$ , как и в режиме МСД.

Результаты испытаний облученных образцов из 304L стали при постоянной нагрузке в воде ВВЭР при 315 °С приведены в таблице 4.12. При отсутствии разрушения за время испытаний проводился анализ боковой поверхности образца при помощи сканирующего электронного микроскопа. Результаты анализа боковой поверхности образца также приведены в таблице 4.12. Время испытаний было ограничено (600÷800) часами.

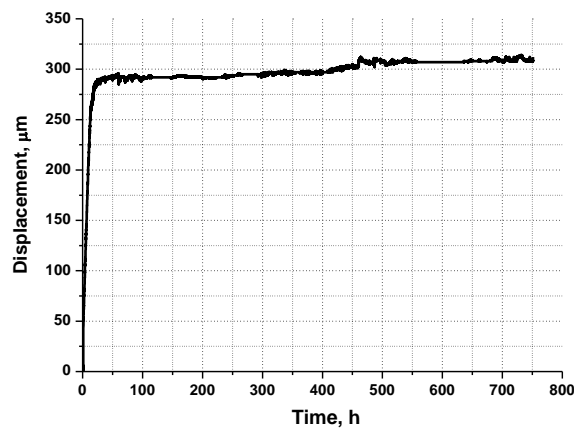
Таблица 4.12 – Результаты испытаний образцов из стали 304L в облученном состоянии при ПН в воде ВВЭР при 315°С

Повреждающая доза, сна	Спектр	Длительность испытания, ч	Разрушение в процессе испытаний	Механизм разрушения	Анализ боковой поверхности
4,2	смешанный	751	Нет	-	Коррозионные трещины отсутствуют
3,8	быстрый (Hf экран)	46*	Да	1 % ТК	МЗ и ТК микротрещины

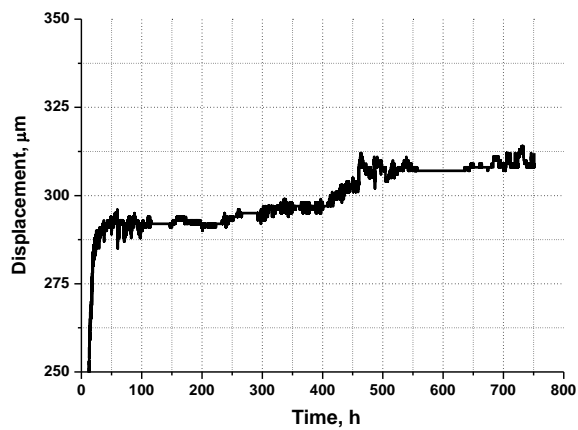
В качестве примера на рисунке 4.26 приведены зависимости напряжения и перемещения от времени для неразрушившегося образца, облученного до 4,2 сна в смешанном спектре и испытанного с ПН. Из рисунка 4.26 видно, что в процессе испытания скорость ползучести образца снижается до нуля. Накопленная деформация ползучести за время испытания, по-видимому, недостаточна для разрыва пассивирующей пленки. Поэтому инициация коррозионного разрушения данного образца отсутствует.



(a)



(б)

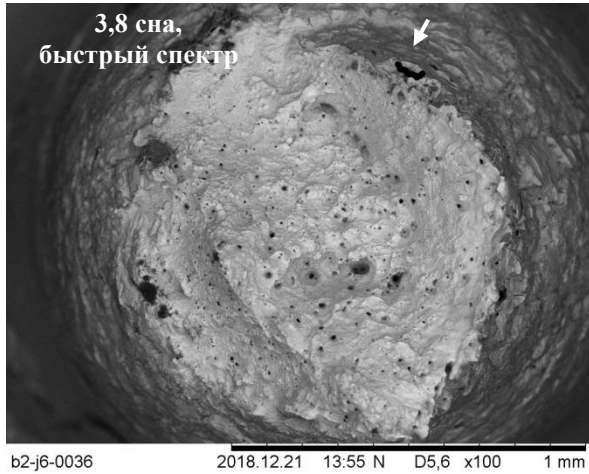


(в)

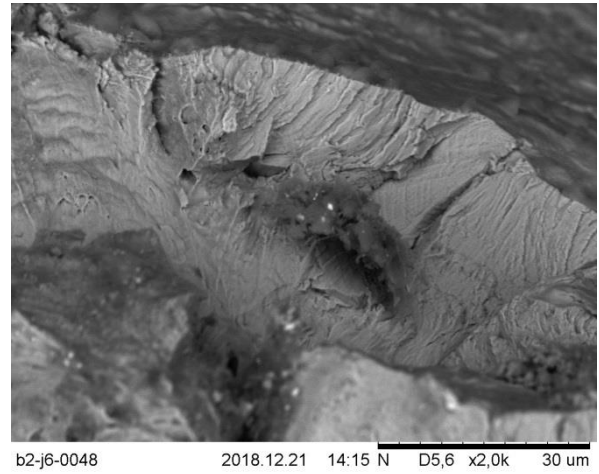
Рисунок 4.26 – Зависимость напряжения (а) и удлинения образца, облученного до 4.2 сн в смешанном спектре, показанное в разных масштабах (б) и (в)) от времени; образец испытывался в воде, имитирующей теплоноситель I-го контура, при постоянном напряжении  $\sigma=700$  МПа и температуре 315 °С; длительность испытания 751 ч

Результаты фрактографических исследований для разрушившегося образца и вид боковой поверхности приведены на рисунке 4.27.

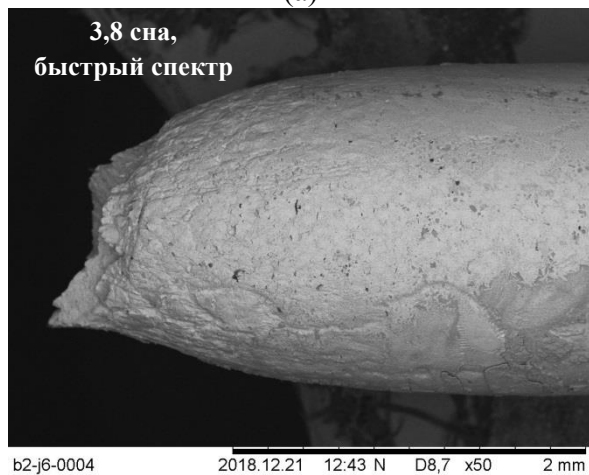
Результаты испытаний облученных образцов из 304L стали (аналог российской стали типа Х18Н9) по режиму ЦДМС-1 в воде ВВЭР при 315 °С приведены в таблице 4.13. Также как и для режима ПН, при отсутствии разрушения за время испытаний ~700 часов проводился анализ боковой поверхности образца при помощи сканирующего электронного микроскопа.



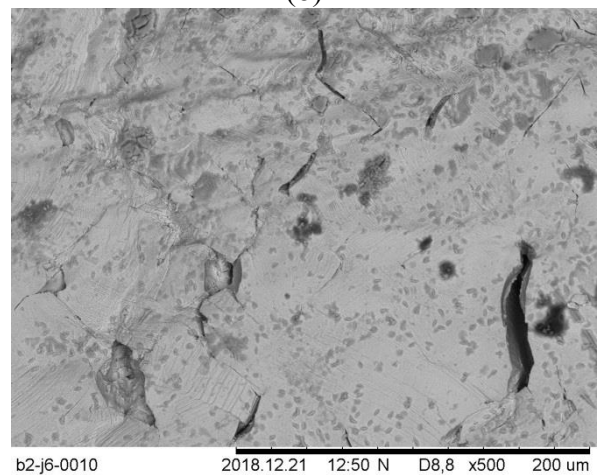
(а)



(б)



(в)



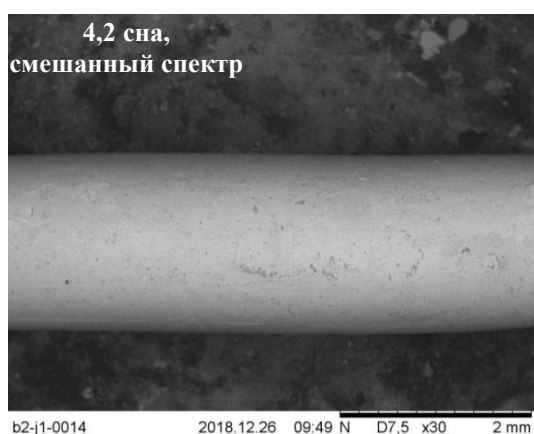
(г)

Рисунок 4.27 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из 304 стали, облученного до 3,8 сна в быстром спектре и испытанного при постоянной нагрузке 700 МПа в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – общий вид чашечного, вязкого излома с выделенным участком хрупкого транскристаллитного разрушения; (б) – участок хрупкого транскристаллитного разрушения при большем увеличении; (в) – общий вид боковой поверхности вблизи излома; (г) – транскристаллитные и межзеренные микротрещины на боковой поверхности вблизи излома

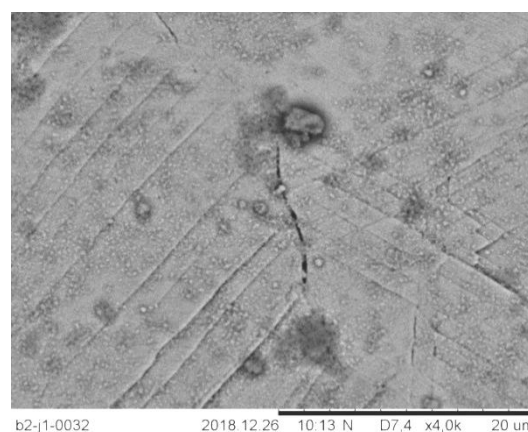
Таблица 4.13 – Результаты испытаний образцов из стали 304L в облученном состоянии по режиму ЦДМС в воде ВВЭР при 315 °С

Доза	Спектр	Длительность испытаний, ч	Разрушение в процессе испытаний	Анализ боковой поверхности
4,2	смешанный	601	нет	МЗ микротрещины
4,0	быстрый (Hf экран)	701	нет	МЗ микротрещины

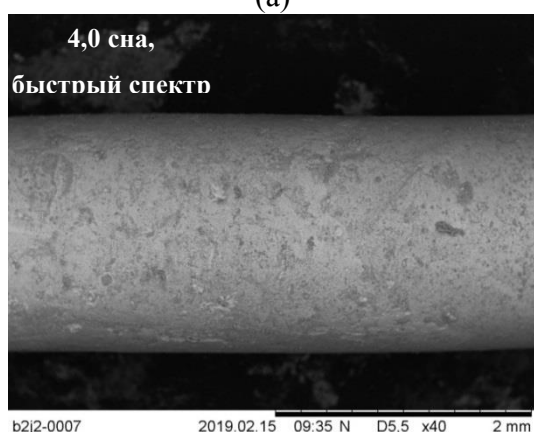
Боковая поверхность этих образцов показана на рисунке 4.28.



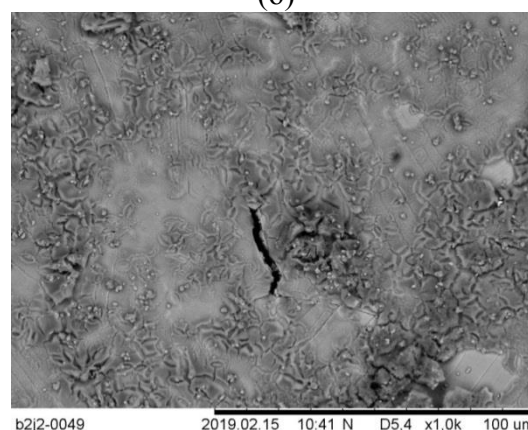
(a)



(б)



(в)



(г)

Рисунок 4.28 – Боковая поверхность образцов из 304 стали, испытанных по режиму ЦДМС в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – вид боковой поверхности; (б) – зарождение межзеренных микротрещин на боковой поверхности; (в) – вид боковой поверхности; (г) – зарождение межзеренных микротрещин на боковой поверхности (а), (б) – для образца, облученного до 4,2 сна в смешанном спектре; (в), (г) – для образца, облученного до 4,0 сна в быстром спектре

В качестве примера на рисунке 4.29 для образца, облученного до 4,2 сна в смешанном спектре и испытанного при ЦДМС, приведены кривые «напряжение - относительное удлинение» (а), «напряжение - время» (б) и «перемещение-время» (в) и (г). Образец в процессе испытаний не разрушился.

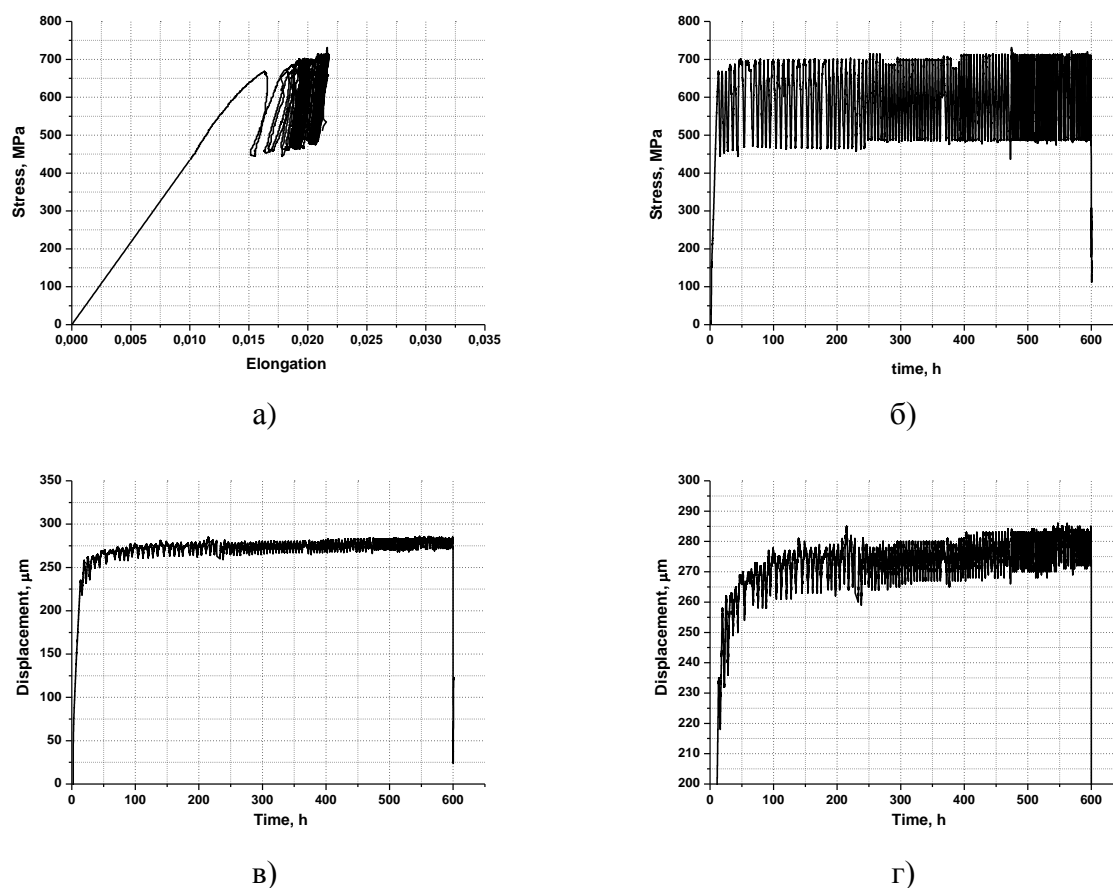


Рисунок 4.29 – Кривые «напряжение - относительное удлинение» (а), «напряжение - время» (б) и «перемещение-время» (в) и (г) для образца, облученного до 4,2 сна в смешанном спектре и испытанного при  $T=315\text{ }^{\circ}\text{C}$  в водной среде, имитирующей среду первого контура реактора ВВЭР, при ЦДМС-1

Как видно из таблиц 4.12 и 4.13, повреждающая доза  $\approx 4$  сна, по-видимому, является пороговой при рассматриваемых условиях облучения и коррозионной среды. Действительно, один образец не разрушился за 751 час, и при этом на боковой поверхности этого образца коррозионные трещины отсутствовали. Два образца также не разрушились за  $\approx (600\div 700)$  часов, но на их поверхностях обнаружены одиночные межзеренные микротрещины. Образец, разрушившийся за короткое время – 46 часов, по-видимому, оказался перегружен, так как по достижении нагрузки, соответствующей 700 МПа сразу начался процесс шейкообразования и разрушения образца произошло за счет потери его несущей способности. Данный вывод подтверждается вязким характером разрушения образца (смотри рис. 4.27а).

Ранее образцы, изготовленные из того же материала, что и образцы, рассматриваемые в настоящем разделе, и облученные по идентичным режимам в реакторе СМ-3, были исследованы на чувствительность к КРН в работе [23]. Результаты, взятые из работ [123], представлены в таблице 4.14.



Таблица 4.14 – Результаты испытаний образцов из стали 304L в исходном и в облученном состоянии при МСД в воде PWR при 320°C [123]

Доза	Спектр	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_b$	$\delta_p$	$\delta_f$	$\Psi$	Механизм разрушения
		МПа	МПа	%	%	%	
0	–	223	490	33,9	39,8	88	Вязкий
4,5	смешанный	650	670	0,5	5,4	47	33 % (МЗ+ТК) (ТК>МЗ)*
4,6	быстрый (Hf экран)	709	709	0,4	4,8	34	71 % (МЗ+ТК) (МЗ>ТК)*

\*МЗ – хрупкое межзеренное разрушение, ТК – хрупкое транскристаллитное разрушение.

Как следует из сравнения результатов, приведенных в таблицах 4.12÷4.14, значение пороговой дозы  $D_{th}$ , для рассматриваемых условий облучения действительно не превышает 4 сна, так как при  $D = (4,5 \div 4,6)$  сна наблюдается разрушение образцов при МСД с 30÷70 % долей поверхности излома, соответствующей механизмам КРН.

Следует отметить, что данные, представленные в таблице 4.14, имеют некоторый аномальный характер. Доля хрупкого (МЗ+ТК) разрушения выше, а пластичность ниже для образца, облученного в быстром спектре, чем для образца, облученного до такой же повреждающей дозы в смешанном спектре. По-видимому, этот результат связан со спецификой получения быстрого спектра в реакторе со смешанным спектром нейтронов. Данный вопрос будет рассмотрен после анализа результатов, полученных для 316 стали, где часть образцов также облучалась в реакторе СМ-3 с гафниевым экраном, моделирующим облучение в быстром спектре.

Анализ таблицы 4.14 показывает, что образование гелия в результате ядерных реакций не приводит к какому-либо существенному увеличению предела текучести материала. Предел текучести для образца, облученного в смешанном спектре, где наработка гелия больше, даже несколько ниже предела текучести образца, облученного в быстром спектре.

#### 4.3.1.3 Исследование стали 316CW (аналог российских сталей типа X16N11M3)

Для изучения коррозионной стойкости 316CW (аналог российских сталей типа X16N11M3) были испытаны образцы, облученные в исследовательском водо-водяном реакторе СМ-3 до повреждающих доз 4,5-13,1 сна, а также образцы, облученные в исследовательском реакторе на быстрых нейтронах БОР-60 до повреждающих доз 10-125,4 сна. Оба реактора находятся в АО «ГНЦ НИИАР», г. Димитровград.

Холоднодеформированная сталь 316 используется в качестве материала болтов, скрепляющих выгородку (baffle bolts) зарубежных реакторов типа PWR. Подробное описание материала приведено в главе 2. Эскиз образцов приведен на рисунке 4.25 предыдущего раздела.

Условия облучения и условия автоклавных испытаний приведены в таблице 4.15.

В таблице 4.15 режим нагружения ЦДМС-2 аналогичен режиму нагружения ЦДМС-1, но коэффициент асимметрии вместо 0,7 равен 0,05.

Результаты испытаний облученных образцов из стали 316CW при постоянной нагрузке в воде ВВЭР при 315 °С приведены в таблице 4.16.

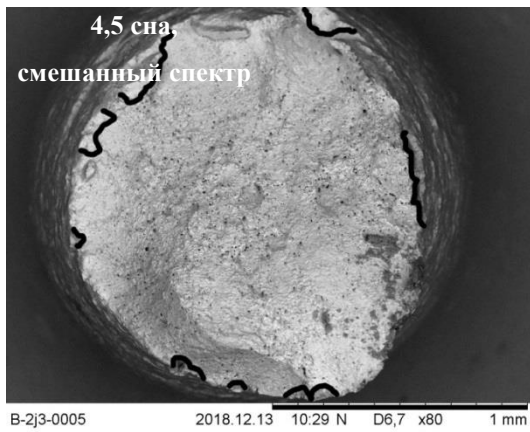
Таблица 4.15 – Условия облучения и последующих автоклавных испытаний образцов из стали 316CW в среде ВВЭР

Реактор	Спектр	Повреждающая доза, сна	Режим нагружения	$\sigma_{исп.}$ , МПа	$\sigma_{исп.}/\sigma_{0,2}$	Температура испытаний, °С
СМ-3	смешанный	4,5	ПН	850	0,96	315
	быстрый					
	смешанный	ЦДМС-1*	850	0,96		
	быстрый	4,6	ЦДМС-1	850	0,96	315
	смешанный	4,7	ЦДМС-2	850	0,96	315
	смешанный	13,1	ЦДМС-1	850	0,94	315
БОР-60	быстрый	10	МСД	–	–	315
		93,4	ПН	850	0,94	315
			ЦДМС-1	850	0,94	
		125,4	ПН	850	0,94	315

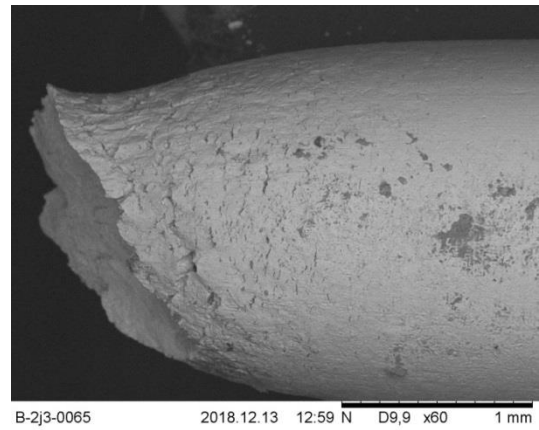
Таблица 4.16 – Результаты испытаний образцов из стали 316CW в облученном состоянии при ПН в воде ВВЭР при 315°С

Доза	Спектр	Длительность испытаний, ч	Разрушение в процессе испытаний	Механизм разрушения	Анализ боковой поверхности
4,5	смешанный	207,5	Да	7 % ТК	ТК микротрещины
4,5	быстрый (Hf экран)	96	Да	17 % МЗ+1 % ТК	МЗ микротрещины
93,4	быстрый	807	Нет	Не разрушился	Коррозионные трещины отсутствуют
125,4	быстрый	1084	Да	23 % МЗ+1 % ТК	МЗ микротрещины

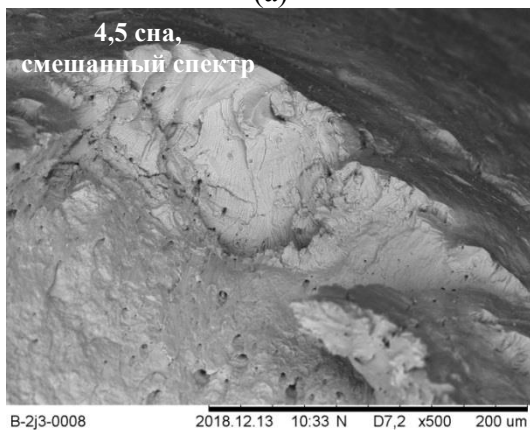
Результаты фрактографических исследований изломов и вид боковой поверхности для этих образцов приведены на рисунках 4.30, 4.31 и 4.33.



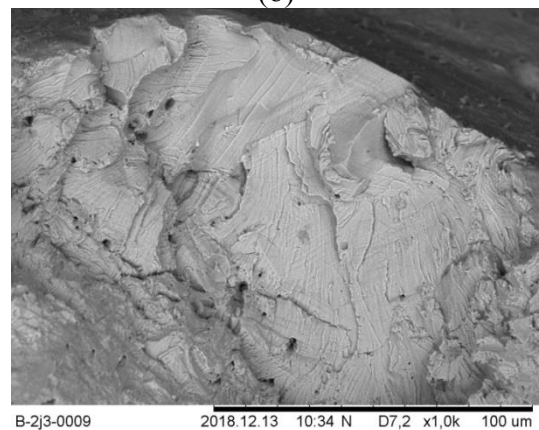
(a)



(б)



(в)

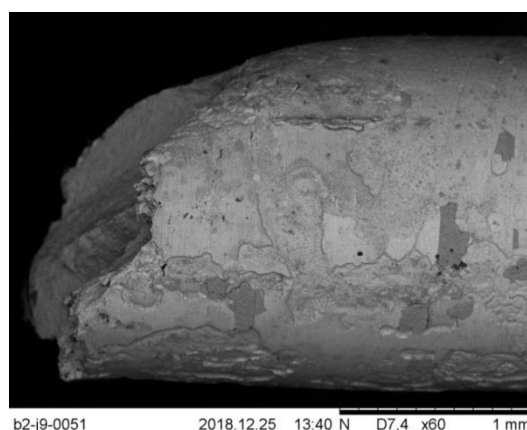


(г)

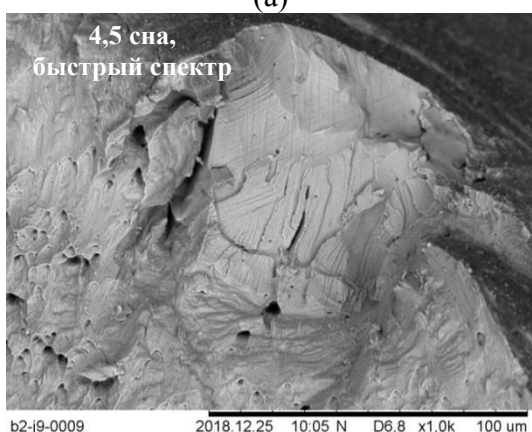
Рисунок – 4.30. Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из 316 стали, облученного в смешанном спектре до 4,5 сна и испытанного при постоянной нагрузке 850 МПа в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – общий вид излома с выделенными участками транскристаллитного разрушения; (б) – общий вид боковой поверхности вблизи излома; (в) и (г) – участок хрупкого транскристаллитного разрушения при разном увеличении



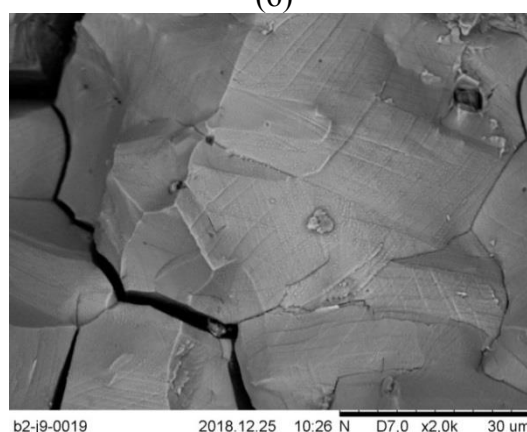
(a)



(б)



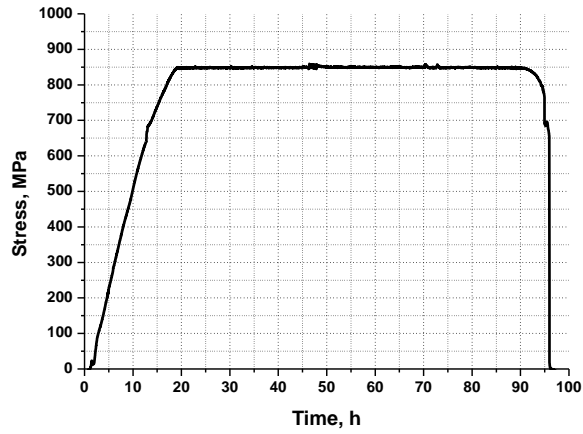
(в)



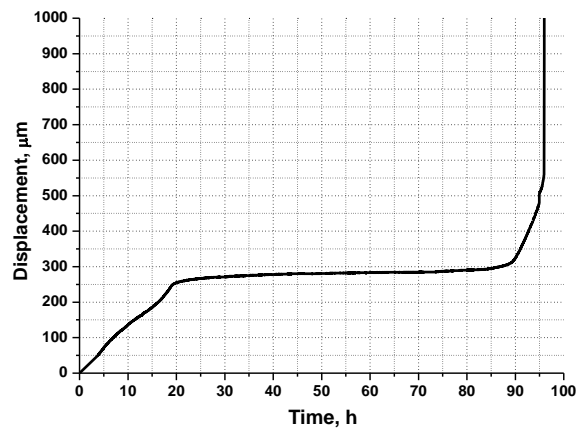
(г)

Рисунок 4.31 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из 316 стали, облученного в быстром спектре до 4,5 сна и испытанного при постоянной нагрузке 850 МПа в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – общий вид излома с выделенными участками межзеренного и транскристаллитного разрушения; (б) – общий вид боковой поверхности вблизи излома; (в) – участок хрупкого транскристаллитного разрушения при большем увеличении; (г) – участок хрупкого межзеренного разрушения при большем увеличении

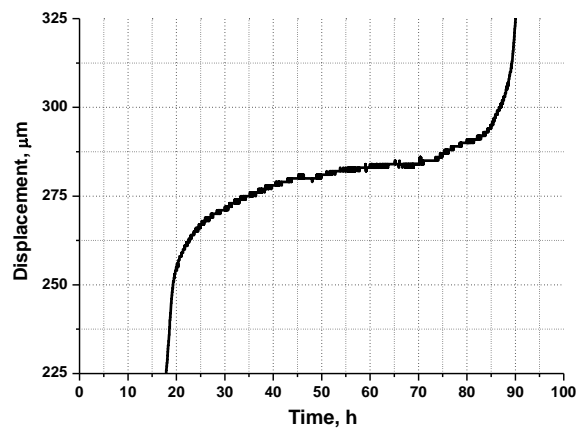
В качестве примера на рисунке 4.32 приведены зависимости напряжения и перемещения от времени для образца, облученного до 4,5 сна в быстром спектре и разрушившегося через 96 часов. Рисунок 4.32 отражает реализацию ползучести образца. Первая стадия ползучести переходит в третью, вторая, стационарная, стадия отсутствует.



(a)

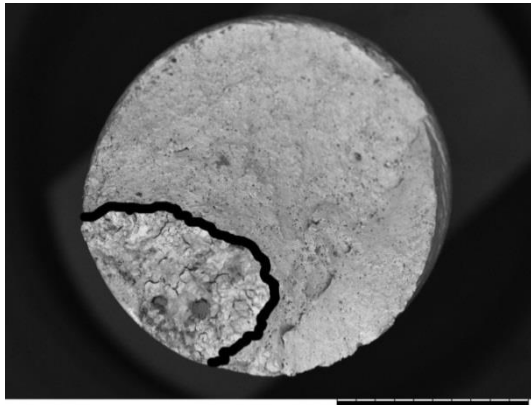


(б)



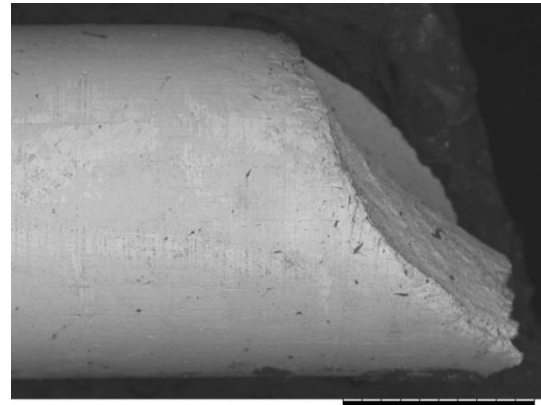
(в)

Рисунок 4.32 – Зависимость напряжения (а) и удлинения образца, облученного до 4,5 снв в быстром спектре (показанное в разных масштабах (б) и (в)) от времени; образец испытывался в воде, имитирующей теплоноситель I-го контура, при постоянном напряжении  $\sigma=850$  МПа и температуре 315 °С до разрушения через 96 ч



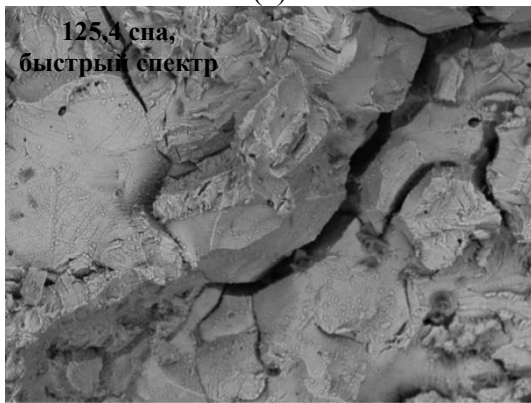
Kb2j7-0001 2019.06.21 12:52 N D4,9 x60 1 mm

(a)



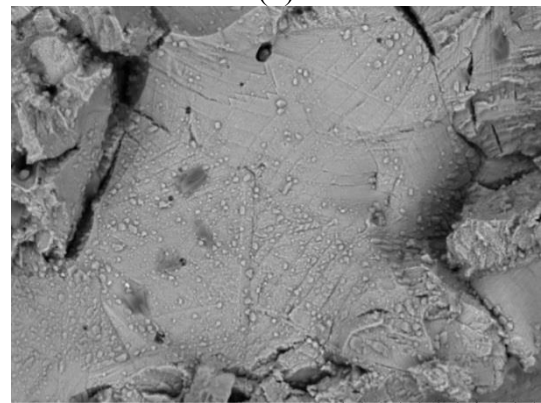
Kb2j7-0038 2019.06.24 09:28 N D6,3 x60 1 mm

(б)



Kb2j7-0016 2019.06.21 13:21 N D4,6 x1,0k 100 um

(в)

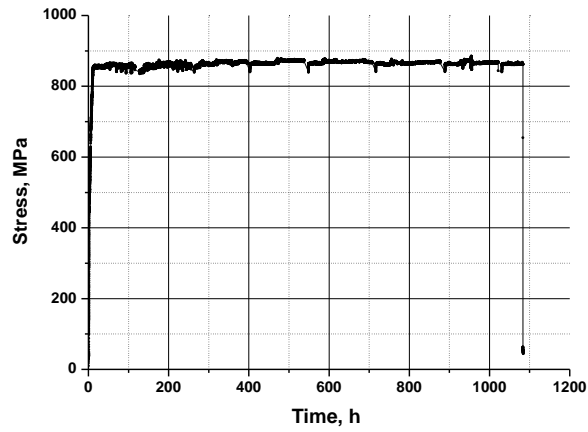


Kb2j7-0017 2019.06.21 13:23 N D4,6 x2,0k 30 um

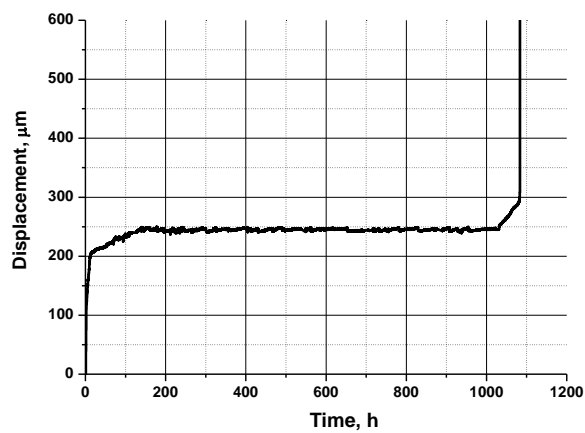
(г)

Рисунок 4.33 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из 316 стали, облученного в быстром спектре до 125,4 сна и испытанного при постоянной нагрузке 850 МПа в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – общий вид излома с выделенным участком смешанного (МЗ+ТК) разрушения; (б) – общий вид боковой поверхности вблизи излома; (в) и (г) – участок смешанного (МЗ+ТК) разрушения при разном увеличении

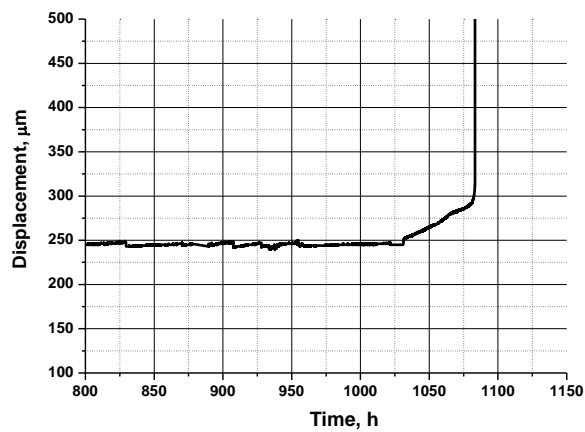
В качестве примера на рисунке 4.34 приведена зависимость перемещения от времени для образца, облученного до 125,4 сна в быстром спектре и разрушившегося через 1084 часа. Рисунок 4.34 отражает реализацию ползучести образца. Первая стадия ползучести переходит в третью, вторая, стационарная, стадия отсутствует.



(a)



(б)



(в)

Рисунок 4.34 – Зависимость напряжения (а) и удлинения образца, облученного до 125,4 сн в быстром спектре (показанное в разных масштабах (б) и (в)) от времени; образец испытывался в воде, имитирующей теплоноситель I-го контура, при постоянном напряжении  $\sigma=850$  МПа и температуре 315 °С до разрушения за время 1084 ч

Результаты испытания образца, облученного до повреждающей дозы 10 сн в реакторе БОР-60 и испытанного по режиму с МСД, представлены в таблице 4.17.

Таблица 4.17 – Результаты испытаний образца из стали 316CW, облученного до повреждающей дозы 10 сна, при МСД в воде ВВЭР при 315-320°C

Доза	Спектр	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_B$	$\delta_p$	$\delta_f$	$\Psi$	Механизм разрушения
		МПа	МПа	%	%	%	
10,0	быстрый	900	1007	0,7	8,5	64,6	Вязкий

Кривая «напряжение – относительное удлинение» для образца, облученного до 10 сна в быстром спектре и испытанного при МСД, представлена на рисунке 4.35.

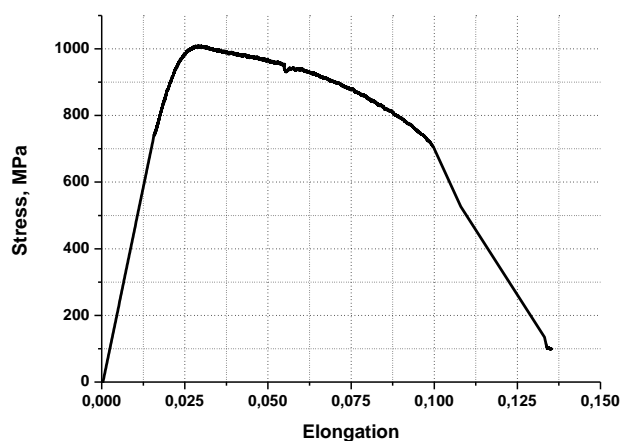


Рисунок 4.35 – Кривая «напряжение – относительное удлинение» для образца, облученного до 10 сна в быстром спектре и испытанного при  $\dot{\delta} = 3,5 \cdot 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  в водной среде ВВЭР при 315 °C

Результаты испытаний облученных образцов из стали 316CW по режиму ЦДМС-1 и ЦДМС-2 в воде ВВЭР при 315 °C приведены в таблице 4.18.

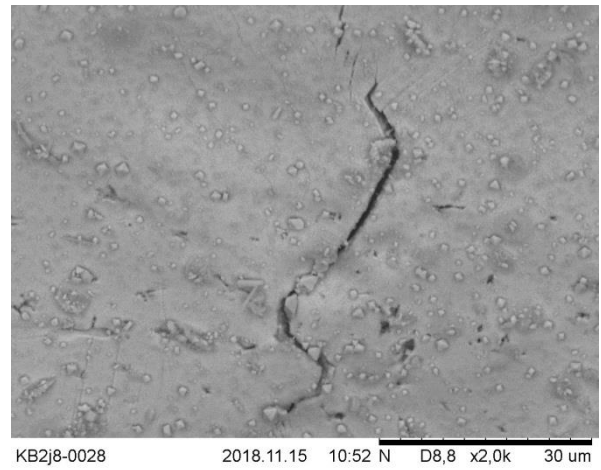
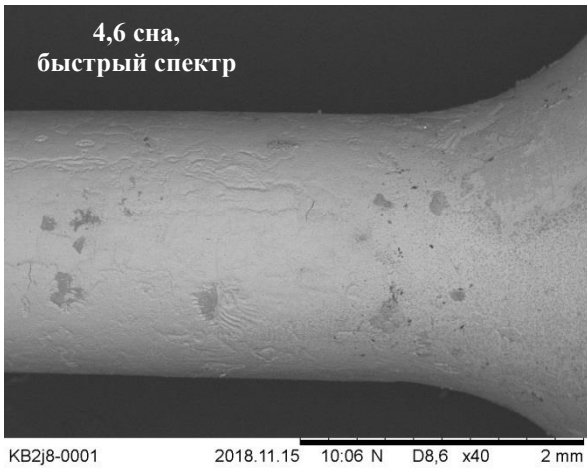
Таблица 4.18 – Результаты испытаний образцов из стали 316 CW в облученном состоянии по режимам ЦДМС-1 и ЦДМС-2 в воде ВВЭР при 315°C

Доза	Спектр	Длительность испытания, ч	Разрушение в процессе испытаний	Механизм разрушения	Анализ боковой поверхности
4,5	смешанный	470	нет	-	Коррозионные трещины отсутствуют
4,6	быстрый (Hf экран)	517	нет	-	МЗ микротрещины
4,7	смешанный	780	нет	-	Коррозионные трещины отсутствуют
13,1	смешанный	32*	да	100 % МЗ	МЗ микротрещины
93,4	быстрый	716	нет	-	Коррозионные трещины отсутствуют

\*В процессе деформирования образец искривился.

Результаты фрактографических исследований изломов и вид боковой поверхности для этих образцов приведены на рисунках 4.36 и 4.37.

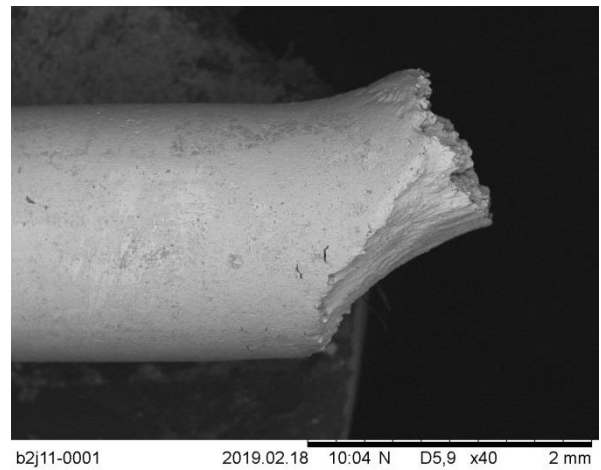
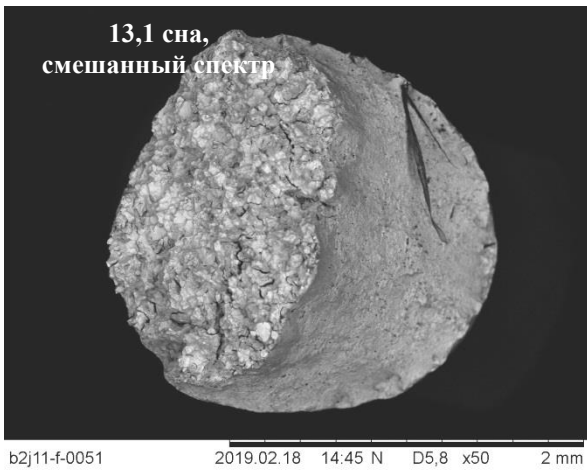




(а)

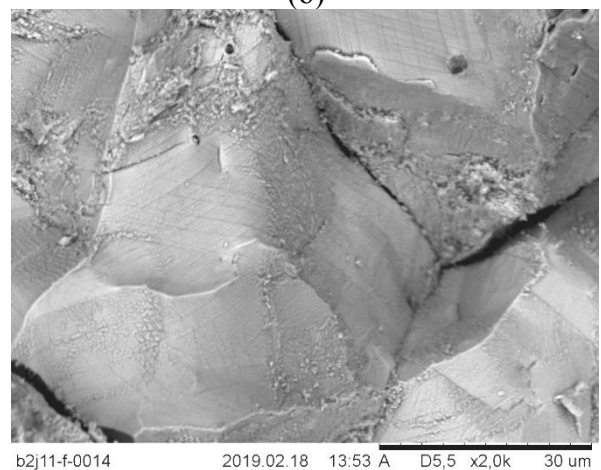
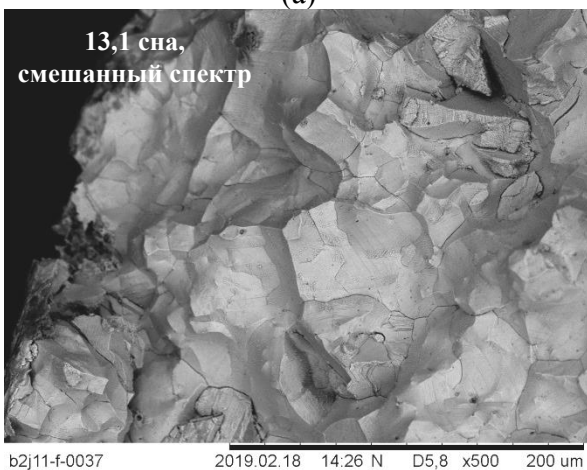
(б)

Рисунок 4.36 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из 316 стали, облученного в быстром спектре до повреждающей дозы 4,6 сна и испытанных по режиму ЦДМС-1 в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – вид боковой поверхности; (б) – зарождение межзеренных микротрещин на боковой поверхности



(а)

(б)



(в)

(г)

Рисунок 4.37 – Поверхность разрушения и боковая поверхность образца из 316 стали, облученного в смешанном спектре до повреждающей дозы 13,1 сна и испытанных по режиму ЦДМС-1 в водной среде ВВЭР при 315 °С: (а) – общий вид излома с участком межзеренного разрушения; (б) – общий вид боковой поверхности вблизи излома; (в), (г) – участок хрупкого межзеренного разрушения при разных увеличениях

Как видно из полученных результатов, при сравнении склонности к КРН образцов из 316 стали, облученных до повреждающих доз  $4,5 \div 4,7$  сна в реакторе СМ-3 в смешанном спектре и в быстром спектре (за гафниевым экраном), как и для 304 стали, наблюдается аномальная тенденция. Склонность к КРН образцов, облученных в быстром спектре выше, чем склонность образцов, облученных в смешанном спектре нейтронов. Аналогичная аномальная тенденция для малых повреждающих доз была получена в работах [88, 123].

Следует отметить, что образцы, исследованные в настоящей работе и в [88, 123], были взяты из одной и той же партии. Результаты испытаний, взятые из работ [88, 123], представлены в таблице 4.19.

Таблица 4.19 – Результаты испытаний образцов из стали 316CW в исходном и в облученном состоянии (реактор СМ-3) при МСД в воде PWR при 315-320°C [88, 123]

Доза	Спектр	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_b$	$\delta_p$	$\delta_f$	$\Psi$	Механизм разрушения
		МПа	МПа	%	%	%	
0	–	223	490	33,9	39,8	88	Вязкий
5,4	смешанный	895	949	0,4	3,4	32	38 % (МЗ+ТК) (ТК=МЗ)
5,6	быстрый (HF экран)	880	946	0,4	3,5	11	51 % (МЗ+ТК) (МЗ>ТК)
14,3	смешанный	936	979	0,6	3,2	21	33,4 % (МЗ+ТК) (МЗ>ТК)
14,8	быстрый (HF экран)	992	1041	0,6	6,6	34	16,5 % (МЗ+ТК) (ТК>МЗ)

Как видно из таблицы 4.19, для  $D \approx 5,4 \div 5,6$  сна образцы, облученные в быстром спектре, имеют меньшую пластичность и большую долю поверхности излома, типичную при КРН. При дозе  $D \approx 14,3 \div 14,8$  сна аномальный эффект исчезает: при облучении в смешанном спектре склонность к КРН выше, чем в быстром. В то же время влияние повреждающей дозы на КРН образцов с гафниевым экраном имеет также аномальную тенденцию: с ростом повреждающей дозы доля МЗ и ТК разрушения уменьшается, и растет пластичность. По-видимому, эти аномальные эффекты связаны с использованием гафниевого экрана для получения быстрого спектра в реакторе СМ-3 и требует отдельного изучения. Можно предположить, что аномальное поведение сталей 316 и 304, облученных в быстром спектре (искусственно созданном в тепловом реакторе СМ-3), обусловлено следующими причинами.

а) При облучении и поглощении тепловых нейтронов гафниевый экран сильно разогревается и может нагревать облучаемый образец.

б) Между гафниевым экраном в виде втулки и образцом, по-видимому, находится вода, которая не перемещается с потоком теплоносителя. Радиолиз этой воды может привести к повышению локального содержания кислорода и водорода вблизи поверхности образца.

Анализ таблицы 4.19 показывает, что образование гелия в результате ядерных реакций не приводит к какому-либо существенному увеличению предела текучести материала, так же

как и в случае 304 стали (таблица 4.14). Из чего можно сделать вывод о том, что основной вклад в упрочнение аустенитных сталей вносят дислокационные петли и радиационно-стимулированные фазы (РИФы) – карбиды и G-фаза.

#### 4.4 Доминирующие механизмы КРН для аустенитных сталей 321, 304 и 316

Проведенные эксперименты применительно к стали 12X18H10T (материал сердечника экранной сборки Э-65) показали, что это материал не склонен к КРН в воде ВВЭР, но имеет сильную склонность к межзеренному коррозионному растрескиванию в кислородосодержащей воде. Согласно выполненным микроструктурным исследованиям, в этом материале наблюдается сильное радиационно-индуцированное обеднение границ зерен хромом: с 18 до 10 % [139]. Таким образом, обеднение границ зерен хромом не является основной причиной коррозионного растрескивания облученных аустенитных сталей в обезкислороженной среде теплоносителя I контура реакторов типа ВВЭР или PWR. Этот вывод также подтверждается результатами автоклавных испытаний сенсibilизированной стали 08X18H10T [79], а также исследованиями, представленными в разделе 4.1 и в работах [97, 101].

Проведенные электронномикроскопические исследования образцов после их испытаний в автоклаве показали, что КРН стали 08X18H10T в воде ВВЭР происходит практически полностью по хрупкому межзеренному (не транскристаллитному) механизму, независимо от режима нагружения образцов. Практически полное отсутствие хрупкого транскристаллитного разрушения при испытаниях стали 08X18H10T, говорит о незначительном вкладе локализованного деформирования в КРН этого материала. При испытаниях стали 08X18H10T в среде аргона зарождения хрупких межзеренных или транскристаллитных трещин не выявлено, что также доказывает малый вклад локализованного деформирования в КРН. Следовательно, доминирующими механизмами, стимулирующими КРН в водной среде ВВЭР, являются ослабление границ зерен и межзеренное проскальзывание.

Незначительный вклад локализованного деформирования, по-видимому, связан с подавлением этого механизма за счет процессов формирования радиационно-индуцированных карбидов титана [108] и G-фазы [139]. Эти выделения являются сильными барьерами для скользящих дислокаций и, поэтому, стимулируют поперечное скольжение дислокаций и подавляют локализацию деформирования.

Исследования образцов из 304 и 316 сталей показали, что КРН этих материалов происходит по двум механизмам: хрупкому межзеренному и хрупкому транскристаллитному, в случае, если испытания образцов были проведены по режиму МСД. При испытаниях по режимам ПН, ЦДМС-1 и ЦДМС-2 КРН 316 и 304 сталей происходит, в основном, по хрупкому

межзеренному механизму. Полученные результаты говорят о различном вкладе механизма локализованного деформирования в зависимости от режима нагружения образцов. При нагружении по режиму с МСД локализованное деформирование оказывает существенное влияние на склонность к КРН, так как наблюдается значительная доля хрупкого транскристаллитного разрушения. Большой вклад локализованного деформирования, по-видимому, связан с тем, что в этом режиме наряду с деформацией ползучести происходит активное пластическое деформирование материала при напряжениях, превышающих предел текучести. При таком нагружении материала механизм локализованного деформирования реализуется в гораздо большей степени, чем в условиях ползучести при нагружении по режиму с ПН или ЦДМС-1,-2. Поэтому в режимах ПН, ЦДМС-1,-2 КРН по механизму хрупкого транскристаллитного разрушения практически не наблюдается. Тем не менее, локализованное деформирование облегчает зарождение межзеренных микротрещин и, как следствие, активизирует КРН по межзеренному механизму [144].

Таким образом, КРН в 316 и 304 сталях в основном обусловлено тремя механизмами: ослаблением границ зерен, локализованным деформированием и межзеренным проскальзыванием. В отличие от стали 08X18N10T, в 316 и 304 сталях локализованное деформирование не подавляется радиационно-индуцированными преципитатами. Поэтому отсутствие хрупкого транскристаллитного разрушения в 316 и 304 сталях при испытании образцов по режимам с ПН, ЦДМС-1,2 скорее связано не с подавлением локализованного деформирования, а с меньшей интенсивностью этого механизма по сравнению с режимом нагружения с МСД. При ПН, ЦДМС-1,2 локализованное деформирование способно облегчить зарождение межзеренных микротрещин, но не способно разорвать пассивирующую пленку для реализации транскристаллитного КРН.

Согласно выполненным исследованиям, энергетический спектр нейтронов оказывает существенное влияние на склонность облученных аустенитных сталей к КРН в водной среде теплоносителя I контура реакторов типа ВВЭР или PWR. Облучение в смешанном спектре нейтронов увеличивает склонность материала к КРН. В частности, образцы из стали 08X18N10T, облученные в смешанном спектре реактора ВВЭР-1000 до 11 сна, показали склонность к КРН, а образцы из этой же марки стали, облученные до 51 сна в быстром спектре реактора БОР-60, не показали склонности к КРН.

Аналогичный результат получен и для 316 стали: образец, облученный в смешанном спектре реактора СМ-3 до 13,1 сна, разрушился полностью по механизму хрупкого межзеренного разрушения, а образцы, облученные в быстром спектре реактора БОР-60 до 93,4 сна, не разрушились при испытаниях на КРН, при этом коррозионные трещины на их боковых поверхностях не были обнаружены.

Аномальный результат по влиянию спектра нейтронов был получен только для малых повреждающих доз ( $4\div 5$ ) сна, когда быстрый спектр нейтронов был создан экранированием теплового спектра нейтронов с помощью гафниевых втулок, надетых на образцы. В связи с этим, требуется дополнительное изучение гафниевого экрана на увеличение склонности к коррозионному растрескиванию аустенитных сталей.

Рассмотрим влияние повреждающей дозы на склонность к КРН 316 стали и стали 08X18H10T, облученных в реакторе БОР-60. Согласно проведенным нами исследованиям, сталь 08X18H10T, облученная до  $D \approx 51$  сна, не склонна к КРН. Склонность к КРН стали 08X18H10T начинает проявляться только при  $D \approx (96\div 102)$  сна. Аналогичный вывод следует из результатов испытаний 316 стали: при  $D \approx 93,4$  сна склонность к КРН отсутствует и начинает проявляться только  $D \approx 125$  сна. Данный результат говорит о том, что сопротивление аустенитных сталей к КРН изменяется в диапазоне от 51 до 125 сна. Это означает, что зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , характеризующая сопротивление стали, не выходит на насыщение при  $D \geq 30$  сна, как считают некоторые исследователи [121], а продолжает снижаться.

В режиме с ПН нет внешнего активного деформирования материала, обеспечивающего разрыв пассивирующей пленки на поверхности образца. Анализ испытанных образцов показал, что при ПН непрерывное деформирование образца обеспечивается за счет процесса ползучести материала (смотри рисунок 4.23). При отсутствии ползучести или уменьшении скорости ползучести до нуля до момента зарождения коррозионной трещины, КРН материала в водной среде теплоносителя I контура не происходит [121].

Сравнивая режимы ПН и ЦДМС при одном и том же уровне максимальных напряжений можно заключить, что режим ПН является более консервативным по сравнению с режимом ЦДМС. Это связано с тем, что деформация ползучести, а не пластическая деформация приводит к появлению межзеренных микротрещин. Только в процессе ползучести зарождаются межзеренные микротрещины, поскольку скопление дислокаций у границы зерна не аккомодируется пластической деформацией [144].

#### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4

1. Выполнен комплекс экспериментальных исследований, нацеленных на выявление доминирующих механизмов КРН облученных аустенитных сталей в среде теплоносителя I контура ВВЭР и PWR. Проведена имитация облучения аустенитных сталей, приводящая к обеднению границ зерен хромом и упрочнению материала. Данная имитация проведена посредством термической обработки и наклепа необлученной стали 08X18H10T. Выполнены обширные исследования КРН в среде теплоносителя I контура аустенитных сталей, облученных

до различных повреждающих доз в различных энергетических спектрах нейтронов. Кроме автоклавных испытаний исследуемых материалов на КРН проведены их микроструктурные исследования методами ПЭМ, а также исследованы механизмы разрушения этих сталей методами СЭМ.

2. Показано, что обеднение границ зерен хромом не приводит к увеличению склонности стали X18H10T к межзеренному коррозионному растрескиванию в среде теплоносителя I контура, но значительно увеличивает склонность к межзеренному КРН в кислородосодержащей среде. Доказательством данного вывода являются следующие выполненные эксперименты.

3. Показано, что необлученная сталь 08X18H10T после специальной термообработки, приводящей к обеднению границ зерен хромом (выпадению карбидов хрома на границах зерен), не разрушается по межзеренному механизму в среде теплоносителя I контура, в то время как в кислородосодержащей среде разрушение этой стали происходит по межзеренному механизму. Показано, что облученная сталь 12X18H10T с радиационно-индуцированным обеднением границ зерен хромом в среде теплоносителя I контура также не разрушается по межзеренному механизму, а в кислородосодержащей среде разрушение этой стали происходит по межзеренному механизму.

4. Упрочнение само по себе напрямую, не влияет на КРН аустенитных сталей в среде теплоносителя I контура. Показано, что сталь после специальной термообработки и наклепа не проявила склонности к межзеренному КРН, несмотря на то, что предел текучести стали увеличился почти в 3 раза.

5. Показано, что механизм ослабления прочности границ зерен оказывает доминирующее влияние на снижение склонности к КРН. Данный вывод следует из экспериментов по исследованию КРН сталей, облученных в различных спектрах. Выявлено, что стали, облученные в смешанном спектре, приводящем к большей наработке гелия и, как следствие, большему снижению прочности границ зерен (доказательства см. в главе 5), проявляют более высокую склонность к КРН по сравнению со сталями, облученными в быстром спектре, где наработка гелия примерно в 10 раз меньше. Доказательством данного механизма является также снижение склонности к КРН с увеличением повреждающей дозы для случаев, когда доза превышает некоторое значение, соответствующее насыщению механических свойств стали. Показано, что при превышении указанной дозы продолжается монотонное снижение сопротивления к КРН, что обусловлено дальнейшим снижением прочности границ зерен за счет наработки гелия и, возможно, РИС.

6. Показано, что локализация деформирования в облученных аустенитных сталях является доминирующим механизмом, приводящим к снижению сопротивления к КРН.

Доказательством этого служат результаты экспериментов для облученных аустенитных сталей, а также для стали 08X18H10T после имитационной термической обработки. В сталях, где подавлено локализованное деформирование, КРН происходит либо по межзеренному механизму, либо отсутствует. Так, в стали после специальной термической обработки, приводящей к диссоциации внутризеренных карбидов титана, препятствующих локализации деформирования, коррозионное разрушение в среде теплоносителя I контура происходит по хрупкому транскристаллитному механизму, а в стали в исходном состоянии КРН отсутствует. В облученной стали 08X18H10T, где локализованное деформирование подавлено радиационно-индуцированными карбидами титана, КРН происходит преимущественно по межзеренному механизму за счет ослабления прочности границ зерен и межзеренного проскальзывания. В сталях 304 и 316 отсутствуют значимые радиационно-индуцированные элементы микроструктуры, подавляющие локализованное деформирование, при этом наблюдается КРН этих сталей по смешанному механизму – как хрупкому транскристаллитному так и межзеренному.

7. Показано, что межзеренное проскальзывание является одним из доминирующих механизмов, снижающих сопротивление КРН. Доказательством этому служат эксперименты на КРН при постоянной нагрузке. Показано, что только в случае наличия ползучести в облученной стали 08X18H10T наблюдается КРН по межзеренному механизму в среде теплоносителя I контура. Учитывая, что для стали 08X18H10T транскристаллитное локализованное деформирование подавлено, основным механизмом деформирования этой упрочненной (предел текучести возрастает до 900 МПа) стали является межзеренное проскальзывание, приводящее к повреждению пассивирующей пленки, образованной на границах зерен.

8. Экспериментально доказано, что сопротивление КРН снижается в диапазоне повреждающих доз от 51 до 125 сна. Данный результат означает, что в отличие от насыщения механических свойств при  $D > 10 \div 20$  сна, сопротивление КРН не имеет такой тенденции.

9. Определены доминирующие механизмы, стимулирующие КРН, для облученных сталей – как для стали 08X18H10T, так и для сталей 316CW и 304L.

Показано, что КРН стали 08X18H10T происходит по хрупкому межзеренному механизму. Основными доминантными механизмами являются радиационно-индуцированное ослабление прочности границ зерен и межзеренное проскальзывание. Локализованное деформирование для данной стали значительно подавлено за счет радиационно-индуцированных выделений карбидов титана и G-фазы.

Основными доминирующими механизмами для КРН 316 и 304 сталей являются: локализованное деформирование, ослабление границ зерен и межзеренное проскальзывание.

10. Исследовано влияние следующих режимов нагружения на КРН: режима нагружения с медленной скоростью деформирования (МСД), режима с постоянной нагрузкой (ПН), циклического нагружения с медленной скоростью деформирования (ЦДМС). При режиме МСД разрушение материала, склонного к локализации деформирования, происходит по смешанному механизму (хрупкому транскристаллитному и межзеренному). К таким материалам относятся стали 304 и 316. Разрушение материала, не склонного к локализации деформирования, происходит по межзеренному механизму, либо КРН отсутствует. К таким материалам относится сталь 08X18H10T. При режимах ПН и ЦДМС стали, как склонные, так и не склонные к локализации деформирования, разрушаются по межзеренному механизму. В данном случае доминирующую роль играет межзеренное проскальзывание, которое напрямую приводит к разрушению пассивирующей пленки в зоне границ зерен, а также способствует зарождению межзеренных микротрещин при наличии транскристаллитного локализованного деформирования (подробнее описание механизма см. в главе 6).

11. Различие механизмов КРН при режимах ПН, ЦДМС и МСД обусловлено различной интенсивностью локализации деформирования в данных режимах. В режиме МСД интенсивность локализованного деформирования значительно выше, чем в режимах ПН или ЦДМС. Локализованное деформирование приводит к образованию хрупких транскристаллитных коррозионных трещин при нагружении по режиму МСД. При нагружении по режимам ПН или ЦДМС локализованное деформирование способно привести только к зарождению межзеренных микротрещин, ускоряющих межзеренное коррозионное растрескивание материала.

12. Выполнено сравнение режимов нагружения при постоянной нагрузке и при циклическом нагружении с медленной скоростью деформирования. Показано, что при одном и том же уровне максимальных напряжений режим ПН является более консервативным, чем ЦДМС.

13. Анализ имеющихся экспериментов, подобных проведенным в настоящей работе, показывает, что образование гелия в результате ядерных реакций не приводит к какому-либо существенному увеличению предела текучести материала. Основной вклад в упрочнение аустенитных сталей вносят дислокационные петли и радиационно-стимулированные фазы (РИФы) – карбиды и G-фаза.



## ГЛАВА 5 ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ НА ПРОЧНОСТЬ ГРАНИЦ ЗЕРЕН И ЕЁ СВЯЗЬ С КРН

Как было показано в главе 4, снижение прочности границ зерен в результате нейтронного облучения, по-видимому, является одним из ключевых факторов, определяющим сопротивление КРН аустенитных сталей марок 08X18H10T, 304 и 316, по крайней мере, для случаев, когда доминирует межзеренное разрушение. Дело в том, что локализованное деформирование является внутризеренным процессом. Следовательно, в первую очередь, локализованное деформирование будет разрушать пассивирующую пленку, непосредственно примыкающую к телу поверхностных зерен, что приведет к транскристаллитному коррозионному растрескиванию [144]. Локализованное деформирование может привести и к межзеренному коррозионному растрескиванию в случае, если оно создаст высокую концентрацию напряжений у ослабленной при облучении границы зерна, что приведет к зарождению межзеренной микротрещины. Высокая концентрация межзеренных микротрещин, во-первых, облегчает образование межзеренной трещины. Такая межзеренная трещина, локализованная у поверхности образца, может привести к разрушению пассивирующей пленки вдоль границы зерна и стимулировать межзеренное коррозионное растрескивание [144]. Во-вторых, образование межзеренных микротрещин облегчает межзеренное проскальзывание и, следовательно, также стимулирует межзеренное коррозионное растрескивание.

КРН облученных аустенитных сталей в среде теплоносителя I контура в большинстве случаев происходит либо по хрупкому межзеренному механизму, либо по смешанному – как межзеренному, так и хрупкому транскристаллитному механизму. Учитывая данное обстоятельство, и анализ, представленный выше, можно сделать вывод, что, по-видимому, существует связь между прочностью границ зерен и сопротивлением КРН облученных аустенитных сталей.

В главе 2 была описана методика испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб (ударную вязкость) при температуре «минус» 180 °С, позволяющая оценивать прочность границ зерен.

В связи с изложенным, целями настоящей главы являются:

– определение прочности границ зерен облученных сталей марок 321, 316 и 304 на основе испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб; выявление влияния энергетического спектра нейтронов (типичного для реакторов на тепловых нейтронах типа ВВЭР и PWR, а также для реакторов на быстрых нейтронах) и величины повреждающей дозы на прочность границ зерен.

– установление связи между сопротивлением КРН и прочностью границ зерен облученных сталей 321, 316 и 304.

### 5.1 Материалы, образцы и методика исследований

В качестве исследованных материалов использовались стали марок 08X18H10T (321 сталь), 316 и 304, облученные в различных энергетических спектрах нейтронов до различных повреждающих доз в диапазоне от 4 до 125 сна. Краткое описание условий облучения исследуемых сталей приведено в таблице 5.1. Подробное описание материалов и условий облучения приведено в главе 2.

Таблица 5.1 – Условия облучения

Сталь	Условия облучения			
	Реактор	Тобл., °С	Спектр нейтронов	Повреждающая доза, сна
321	ВВЭР-1000	320-340	смешанный	11
	БОР-60	320-340	быстрый	5÷92
316	СМ-3	300	смешанный	4,5÷13,1
		300	быстрый (экран из Hf)	4,5÷4,6
	БОР-60	320-340	быстрый	10÷125,4
304	СМ-3	300	смешанный	4,2
		300	быстрый (экран из Hf)	3,8÷4,0

Образцы из этих сталей ранее были испытаны в автоклавах в среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР. Испытания проводились по различным режимам: растяжение с медленной скоростью деформирование (МСД), при постоянной нагрузке (ПН), при циклическом деформировании с медленной скоростью деформирования (ЦДМС). Описание результатов автоклавных испытаний приведено в главе 4.

На КРН испытывались различные типы образцов, эскизы которых приведены на рисунках 4.17, 4.18 и 4.23 в главе 4.

Миниатюрные образцы на ударную вязкость были разработаны таким образом, чтобы они могли быть изготовлены из обломков образцов, испытанных в автоклавах, или из обломков образцов типа Шарпи, изготовленных из исследуемых сталей и испытанных на ударную вязкость. Эскизы миниатюрных образцов представлены на рисунках 2.7-2.9 в главе 2.

Геометрические размеры и радиусы надрезов были выбраны таким образом, чтобы результаты испытаний трех типов образцов, изготовленных из одного и того же материала, были близки друг к другу, как было описано в главе 2 [145]. Ясно, что только в этом случае величины энергии разрушения, полученные на различных типах образцов, можно сравнивать друг с другом.

Следует отметить, что равенство энергий разрушения при испытаниях различных типов образцов из одного и того же материала выполняется при доминирующей доле межзеренного разрушения. Для обеспечения межзеренного разрушения испытания миниатюрных образцов проводятся при температуре  $T = \text{«минус» } 180 \text{ } ^\circ\text{C}$ .

Миниатюрные образцы двух типов использовались для испытания образцов из 321 стали. Образцы на рисунке 2.8 (глава 2) использовались для испытания материала чехлов КНИ. Образцы на рисунке 2.9 использовались для испытания образцов из 321 стали, облученной в реакторе БОР-60. Эти образцы изготавливались из обломков образцов типа Шарпи, облученных в той же ампульной сборке, что и образцы, испытанные в автоклаве.

Миниатюрные образцы на рисунке 2.7 использовались для испытаний 304 и 316 сталей. Эти образцы были изготовлены из обломков образцов, испытанных в автоклавах.

Для испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб использовался маятниковый копер марки ТСКМ-5. Для испытаний был использован маятник копра с запасом энергии 1 Дж. Подробное описание методики испытаний приведено в главе 2 [145]. В результате испытаний определялась удельная энергия (энергия, отнесенная к единице площади поверхности) разрушения образца. В том случае, если для разрушения образца требовалась энергия больше 1 Дж, образец не разрушался.

Поверхность разрушения испытанных образцов изучалась на сканирующем электронном микроскопе Hitachi TM 3000. Определялась доля межзеренного разрушения на поверхности излома.

Для оценки удельной энергии межзеренного разрушения материала использовалась зависимость вида:

$$A_f = \eta \cdot A_f^{IF} + (1 - \eta)A_f^{DF} \quad (5.1)$$

где  $A_f$  – удельная энергия разрушения образца,  $A_f^{IF}$  – удельная энергия межзеренного разрушения,  $A_f^{DF}$  – удельная энергия вязкого разрушения,  $\eta$  – доля межзеренного разрушения.

Величина  $A_f^{IF}$  использовалась в качестве величины, характеризующей прочность границ зерен.

## 5.2 Результаты испытаний на ударный изгиб

В соответствии с методикой, представленной в предыдущем разделе, были проведены испытания миниатюрных образцов на ударный изгиб и методом наименьших квадратов определены значения  $A_f^{IF}$  и  $A_f^{DF}$ , используя зависимость (5.1). В качестве входной

информации для определения  $A_f^{IF}$  и  $A_f^{DF}$  использовались значения  $A_{fi}$  и  $\eta_i$ , где  $A_{fi}$  и  $\eta_i$  – значение удельной энергии разрушения  $i$ -ого образца и доля межзеренного разрушения в  $i$ -ом образце соответственно,  $i$  – номер образца в серии испытанных образцов, изготовленных из одного и того же материала.

Результаты испытаний и обработка экспериментальных данных по зависимости (5.1) представлены в таблице 5.1 и на рисунке 5.1. Электронномикроскопические исследования изломов образцов (по одному для каждого материала и дозы) показаны на рисунках 5.2-5.5.9.

Таблица 5.1 – Прочность границ зерен облученных сталей марок 08X18H10T (321 сталь), 316, 304 и их чувствительность к КРН в среде, имитирующей теплоноситель I контура реакторов типа ВВЭР и РWR

Сталь	Условия облучения			Тип образца	Номер образца	Параметры испытаний		IF A <sub>f</sub> , Дж/мм <sup>2</sup>	DF A <sub>f</sub> , Дж/мм <sup>2</sup>	
	Реактор	Спектр нейтронов	Повреждающая доза, сна			Удельная энергия разрушения, Дж/мм <sup>2</sup>	Доля МЗ/Доля вязкого			
321	ВВЭР-1000	смешанный	11	2	1	0,22	0,95/0,05	0,163	1,246	
					2	0,70	0,70/0,30			
					3	0,31	0,85/0,15			
					4	0,24	0,93/0,07			
					5	0,37	0,82/0,18			
	БОР-60	быстрый	92	3	5	1÷3	> 0,83*	–	–	
					45	1÷2	> 0,83*	–	–	
					3	1	0,28	0,52/0,48	0,037	0,545
						2	0,11	0,85/0,15		
						3	0,20	0,69/0,31		
4	0,31	0,46/0,54								
316	СМ-3	смешанный	4,5-4,7	1	1	0,15	0,95/0,05	0,126	1,040	
					2	0,13	0,95/0,05			
					3	0,57	0,53/0,47			
					4	0,161	1/0			
					5	0,177	0,97/0,03			
	БОР-60	быстрый (Hf)	93,4-125,4	1	13,1	1	0,10	0,95/0,05	0,048	1,040
					4,5-4,6	1	1÷3	> 0,67*	–	–
					10,0	1	1	> 0,67*	–	–
					1	1	0,187	0,90/0,10	0,152	0,561
						2	0,292	0,75/0,25		
3	0,195	0,79/0,21								
4	0,171	0,97/0,03								
304	СМ-3	смешанный	4,2	1	1	0,184	0,98/0,02	0,183	–**	
					2	0,109	0,99/0,01			
					3	0,190	0,99/0,01			
					4	0,276	0,99/0,01			
		быстрый (Hf)	3,8-4,0	1	1	0,205	0,98/0,02	0,190	–**	
					2	0,161	0,97/0,03			

Примечание: -\* – образцы при испытаниях на ударный изгиб не разрушились

-\*\* – для 304 стали доля МЗ разрушения была близка к 100 %, поэтому величина A<sub>f</sub><sup>DF</sup> не определялась.

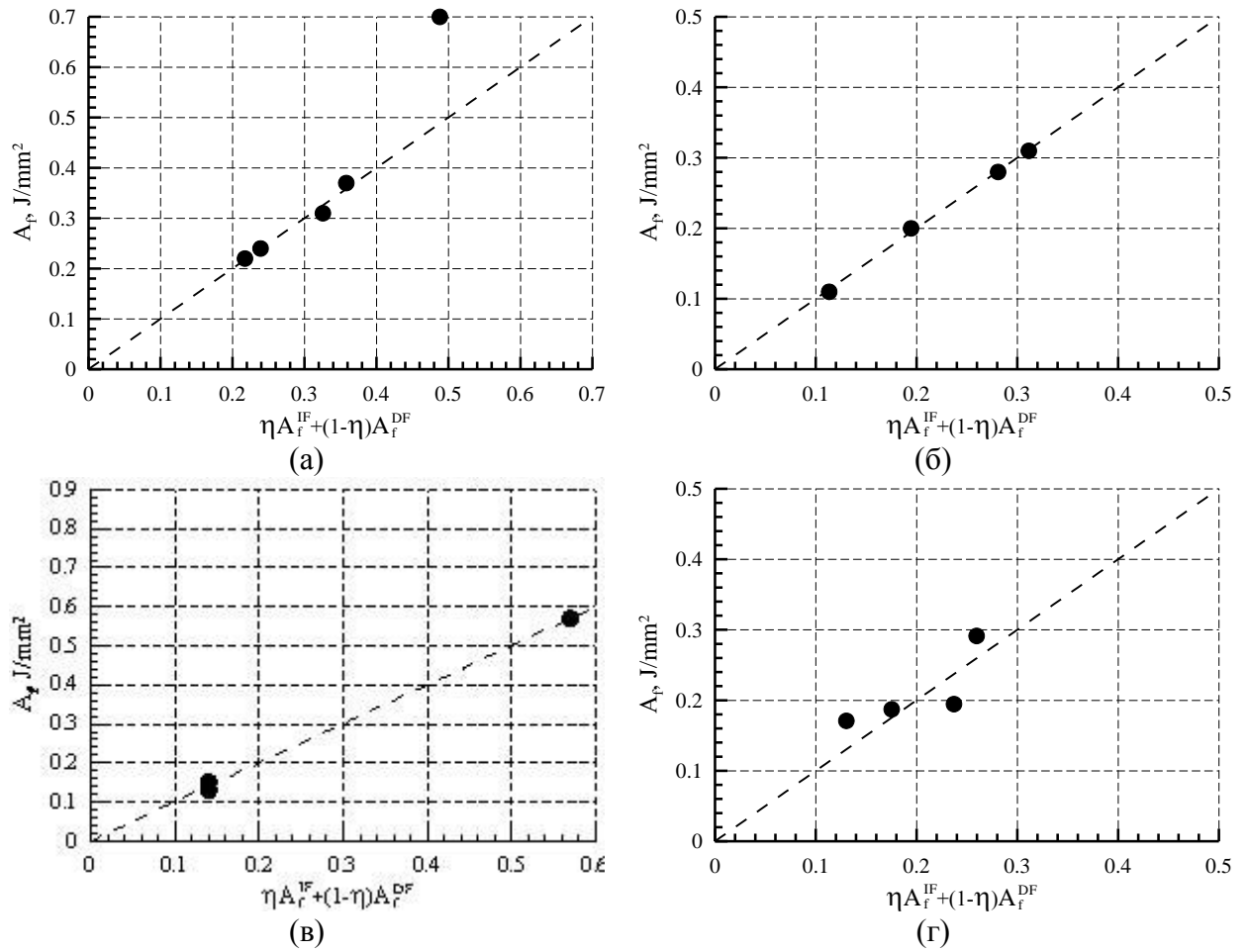
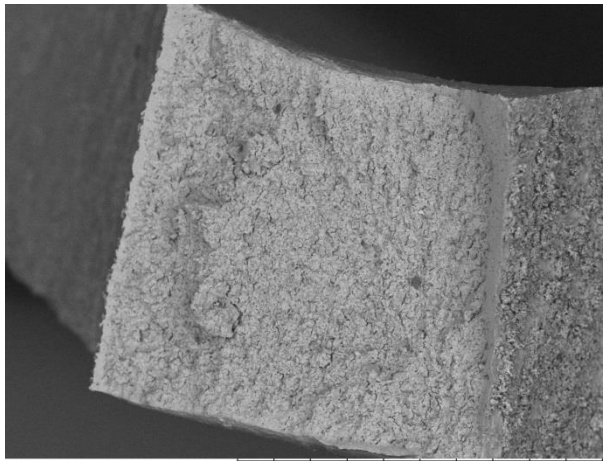


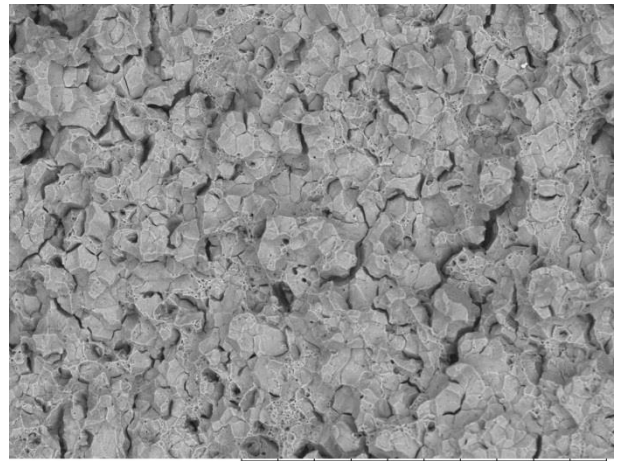
Рисунок 5.1 – Зависимость  $A_f$  от параметра  $(\eta \cdot A_f^{IF} + (1-\eta)A_f^{DF})$ : (а) – сталь 321, облученная до 11 сна в ВВЭР-1000; (б) – сталь 321, облученная до 92 сна в БОР-60; (в) – сталь 316, облученная до 4,5-4,7 сна в СМ-3; (г) – 316 сталь, облученная до 93,4-125,4 сна в БОР-60

● – экспериментальные данные; --- – расчет по зависимости (5.1)



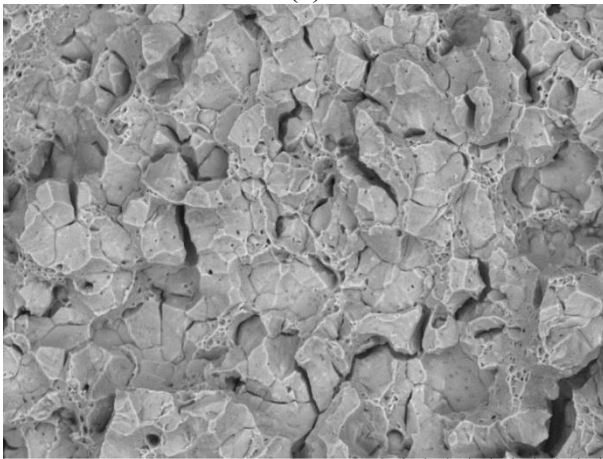
#1arc-0022 2018.03.16 13:05 N D5,3 x100 1 mm

(a)



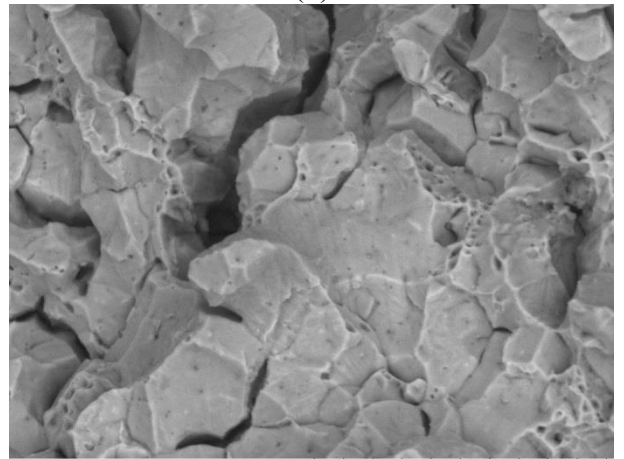
#1arc-0013 2018.03.16 12:47 N D5,4 x1,0k 100 um

(б)



#1arc-0014 2018.03.16 12:48 N D5,4 x2,0k 30 um

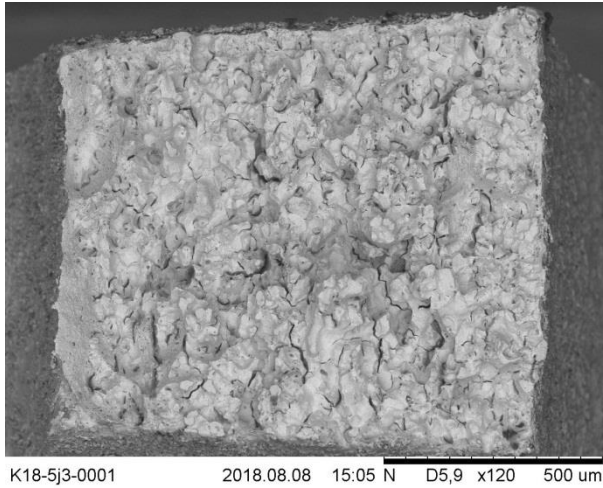
(в)



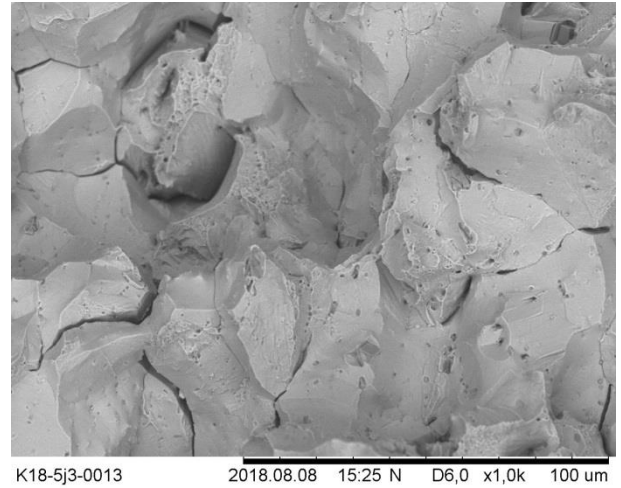
#1arc-0015 2018.03.16 12:50 N D5,4 x4,0k 20 um

(г)

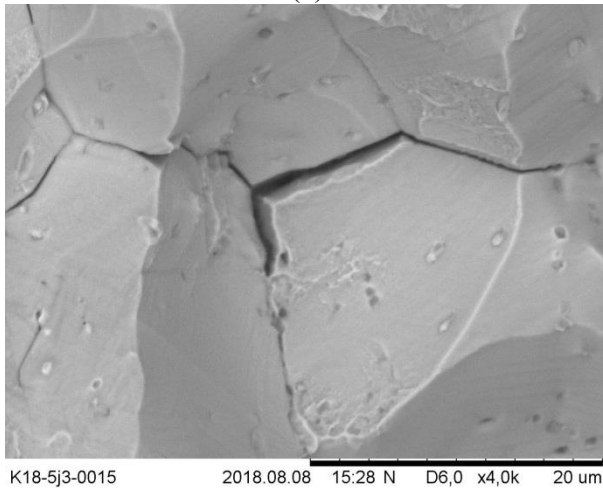
Рисунок 5.2 – Поверхность разрушения образца №1 из 321 стали, облученного до 11 сна в реакторе ВВЭР-1000 и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) - общий вид излома; (б)-(г) – вид участка межзеренного разрушения при разных увеличениях



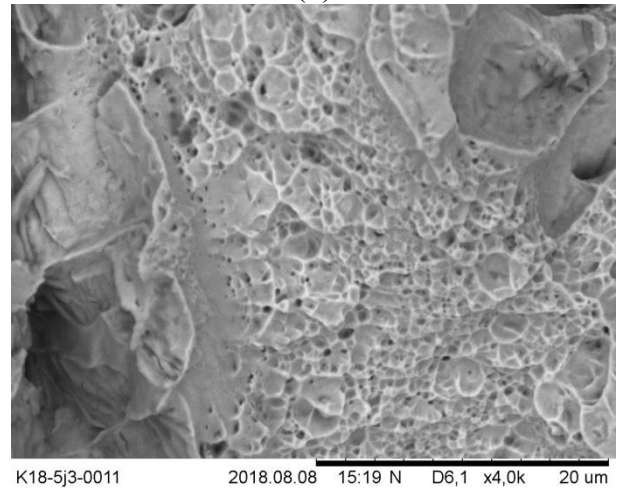
(a)



(б)



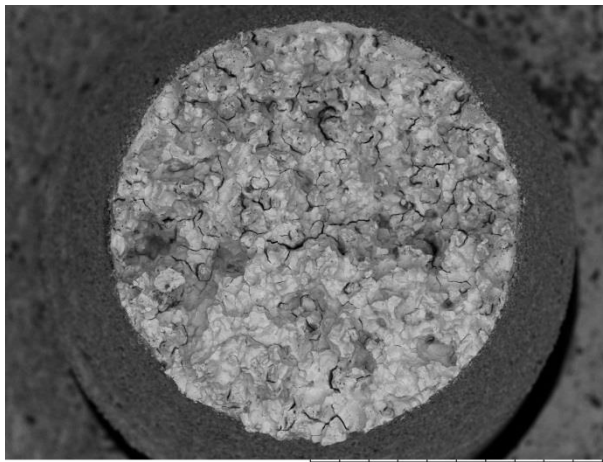
(в)



(г)

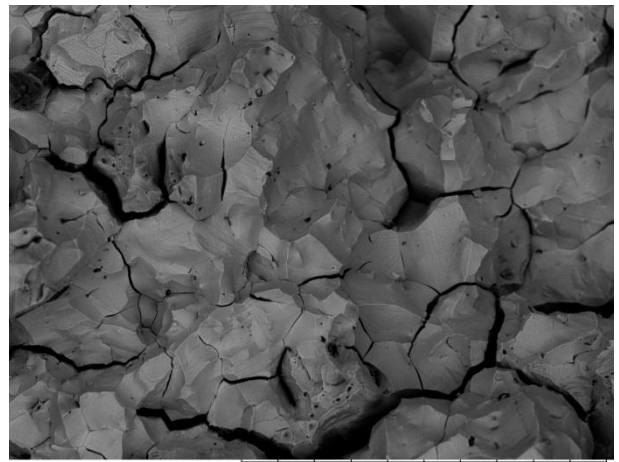
Рисунок 5.3 – Поверхность разрушения образца №3 из 321 стали, облученного до 92 сна в реакторе БОР-60 и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) – общий вид излома; (б)-(в) – вид участка межзеренного разрушения при разных увеличениях; (г) – участок вязкого разрушения





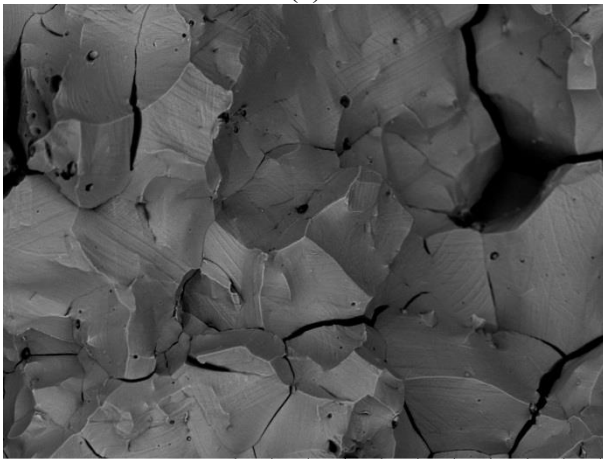
K18-2j10-0001 2019.02.28 12:21 N D5,2 x80 1 mm

(a)



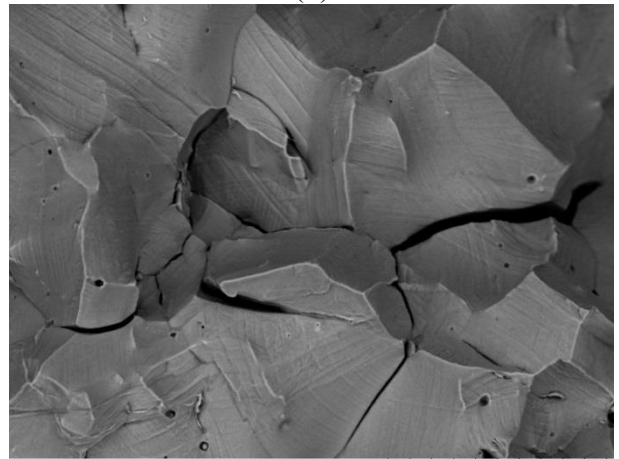
K18-2j10-0014 2019.02.28 12:44 N D5,3 x500 200 um

(б)



K18-2j10-0015 2019.02.28 12:46 N D5,3 x1,0k 100 um

(в)



K18-2j10-0016 2019.02.28 12:48 N D5,2 x2,0k 30 um

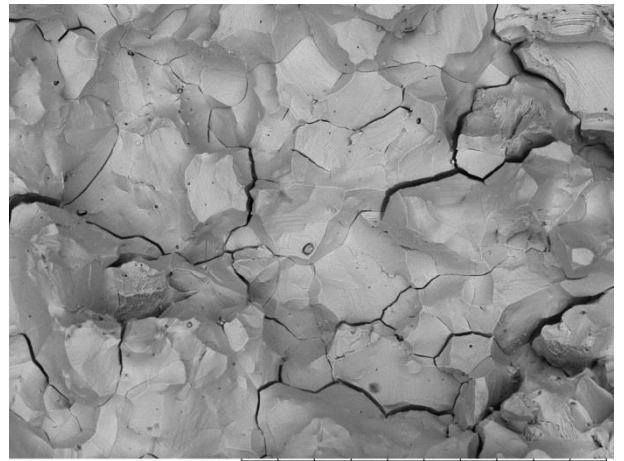
(г)

Рисунок 5.4 – Поверхность разрушения образца №1 из 316 стали, облученного до 4,5 сна в СМ-3 (смешанный спектр) и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С:  
 (а) – общий вид излома; (б)-(г) – вид участков межзеренного разрушения при разном увеличении



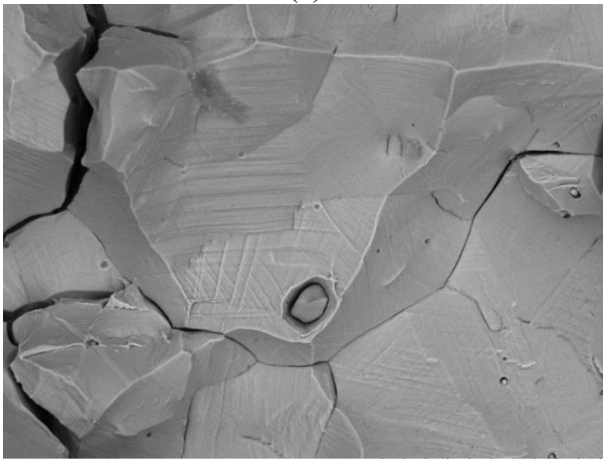
Kb2-j11-0004 2019.05.17 09:54 N D7,0 x80 1 mm

(a)



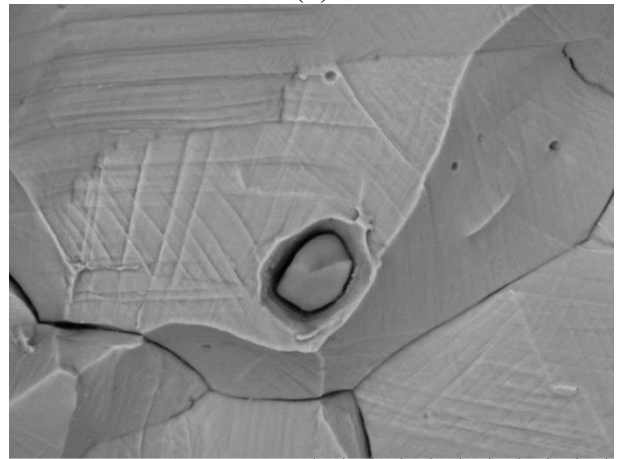
Kb2-j11-0014 2019.05.17 10:12 N D7,0 x500 200 μm

(б)



Kb2-j11-0016 2019.05.17 10:16 N D7,0 x2,0k 30 μm

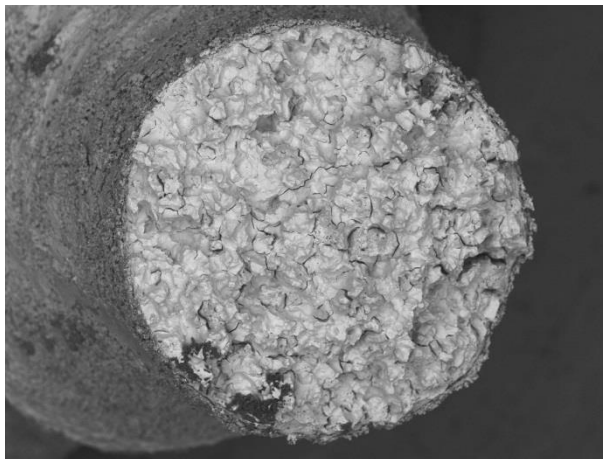
(в)



Kb2-j11-0017 2019.05.17 10:17 N D7,0 x4,0k 20 μm

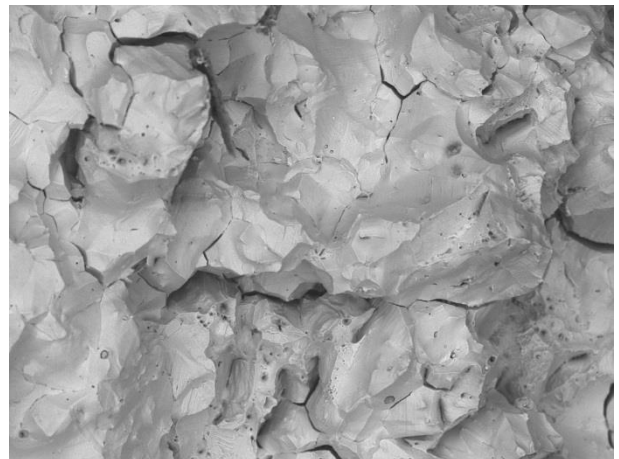
(г)

Рисунок 5.5 – Поверхность разрушения образца №1 из 316 стали, облученного до 13,1 сна в реакторе СМ-3 (смешанный спектр) и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) – общий вид излома; (б)-(г) – вид участков межзеренного разрушения при разных увеличениях



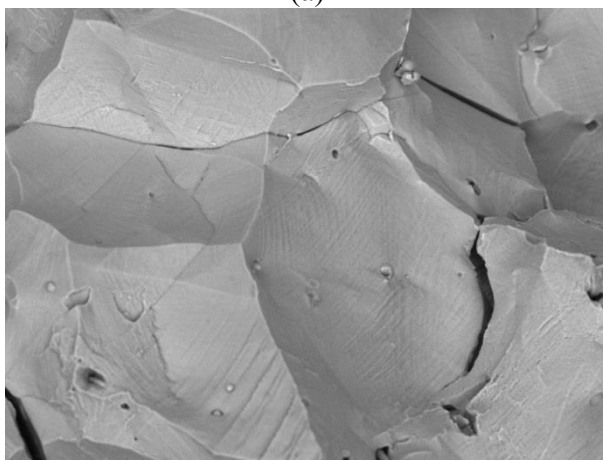
K18-2j23-0001 2019.07.11 12:47 N D6,7 x80 1 mm

(а)



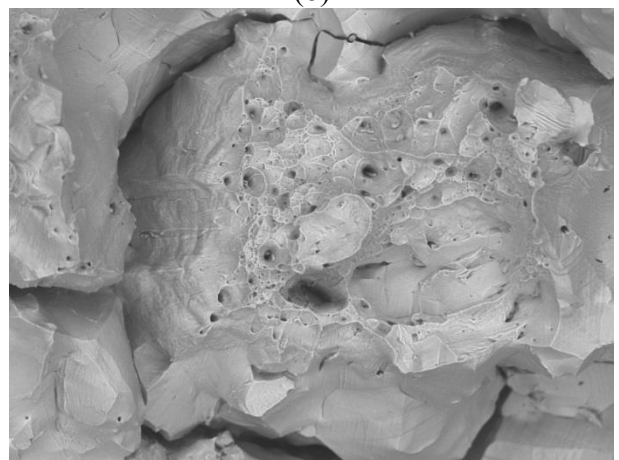
K18-2j23-0023 2019.07.11 13:46 N D6,8 x500 200 μm

(б)



K18-2j23-0017 2019.07.11 13:35 N D6,7 x2,0k 30 μm

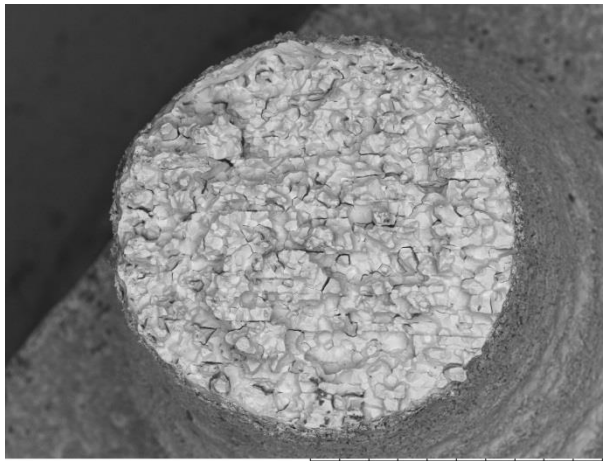
(в)



K18-2j23-0012 2019.07.11 13:27 N D6,7 x1,0k 100 μm

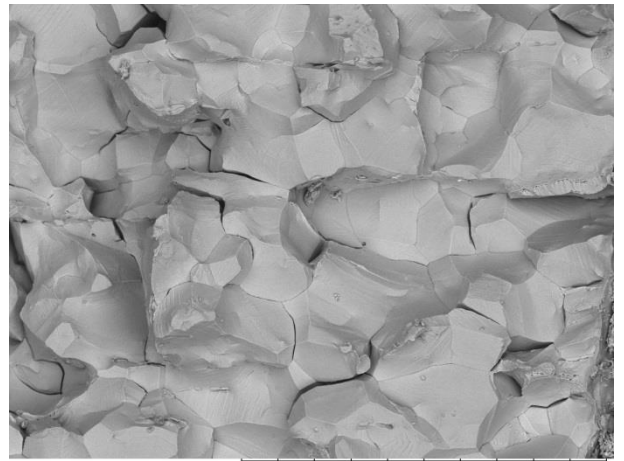
(г)

Рисунок 5.6 – Поверхность разрушения образца №1 из 316 стали, облученного до 93,4 сна в реакторе БОР-60 и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) – общий вид излома; (б) – вид участков межзеренного и вязкого разрушения; (в) – участок межзеренного разрушения при большем увеличении; (г) – участок вязкого разрушения при большем увеличении



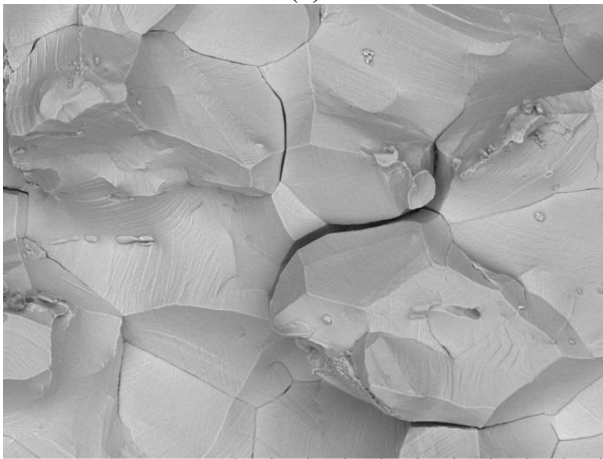
K18-2j26-0004 2019.07.17 13:50 N D7,3 x80 1 mm

(a)



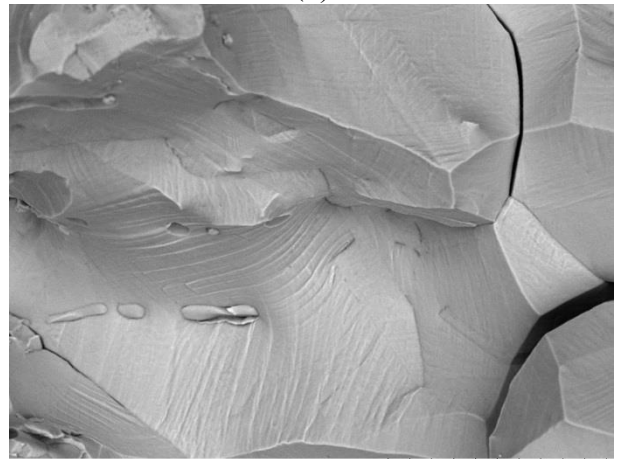
K18-2j26-0021 2019.07.17 14:22 N D7,3 x500 200 μm

(б)



K18-2j26-0022 2019.07.17 14:24 N D7,2 x1,0k 100 μm

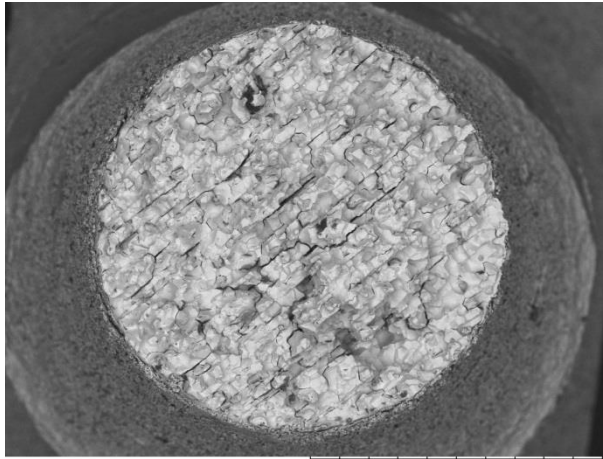
(в)



K18-2j26-0023 2019.07.17 14:26 N D7,2 x2,0k 30 μm

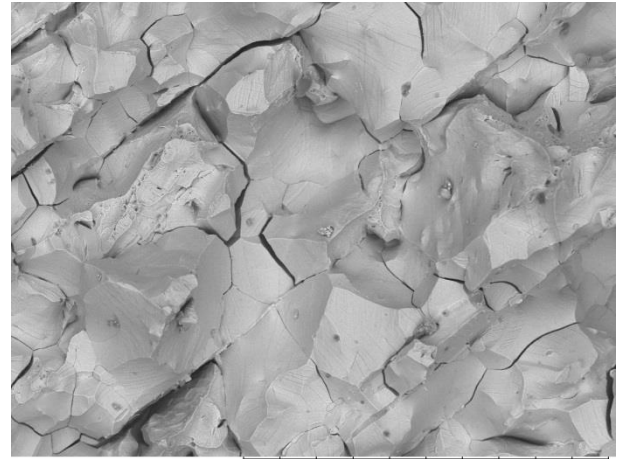
(г)

Рисунок 5.7 – Поверхность разрушения образца №4 из 316 стали, облученного до 125,4 сна в реакторе БОР-60 и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) – общий вид излома; (б)-(г) – вид участков межзеренного разрушения при различных увеличениях



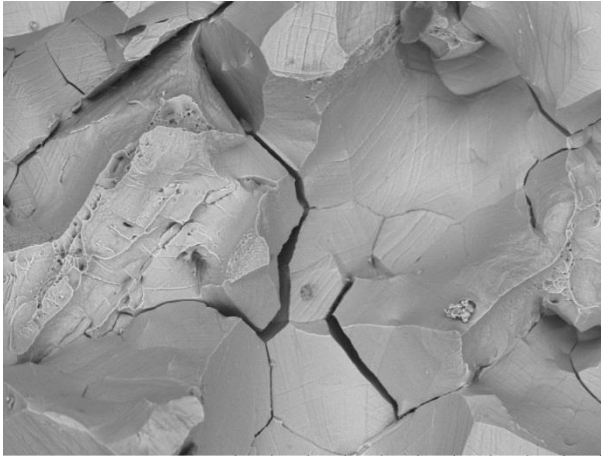
K18-2j16-0004 2019.07.11 14:44 N D6,3 x80 1 mm

(a)



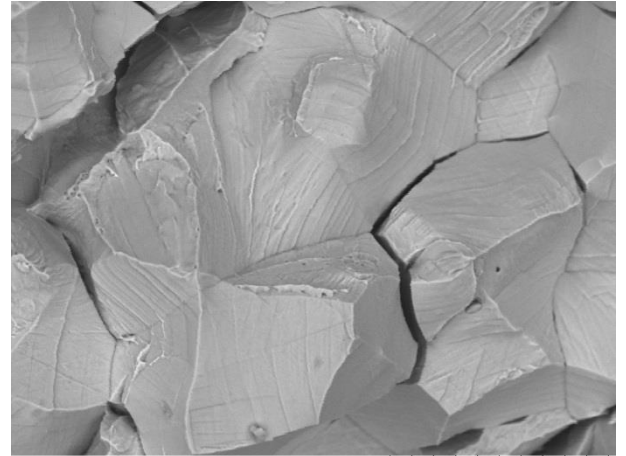
K18-2j16-0011 2019.07.11 14:54 N D6,4 x500 200 μm

(б)



K18-2j16-0012 2019.07.11 14:55 N D6,4 x1,0k 100 μm

(в)



K18-2j16-0014 2019.07.11 15:00 N D6,3 x2,0k 30 μm

(г)

Рисунок 5.8 – Поверхность разрушения образца №2 из 304 стали, облученный до 4,2 сна в реакторе СМ-3 (смешанный спектр) и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) – общий вид излома; (б)-(г) – вид участков межзеренного разрушения при различных увеличениях

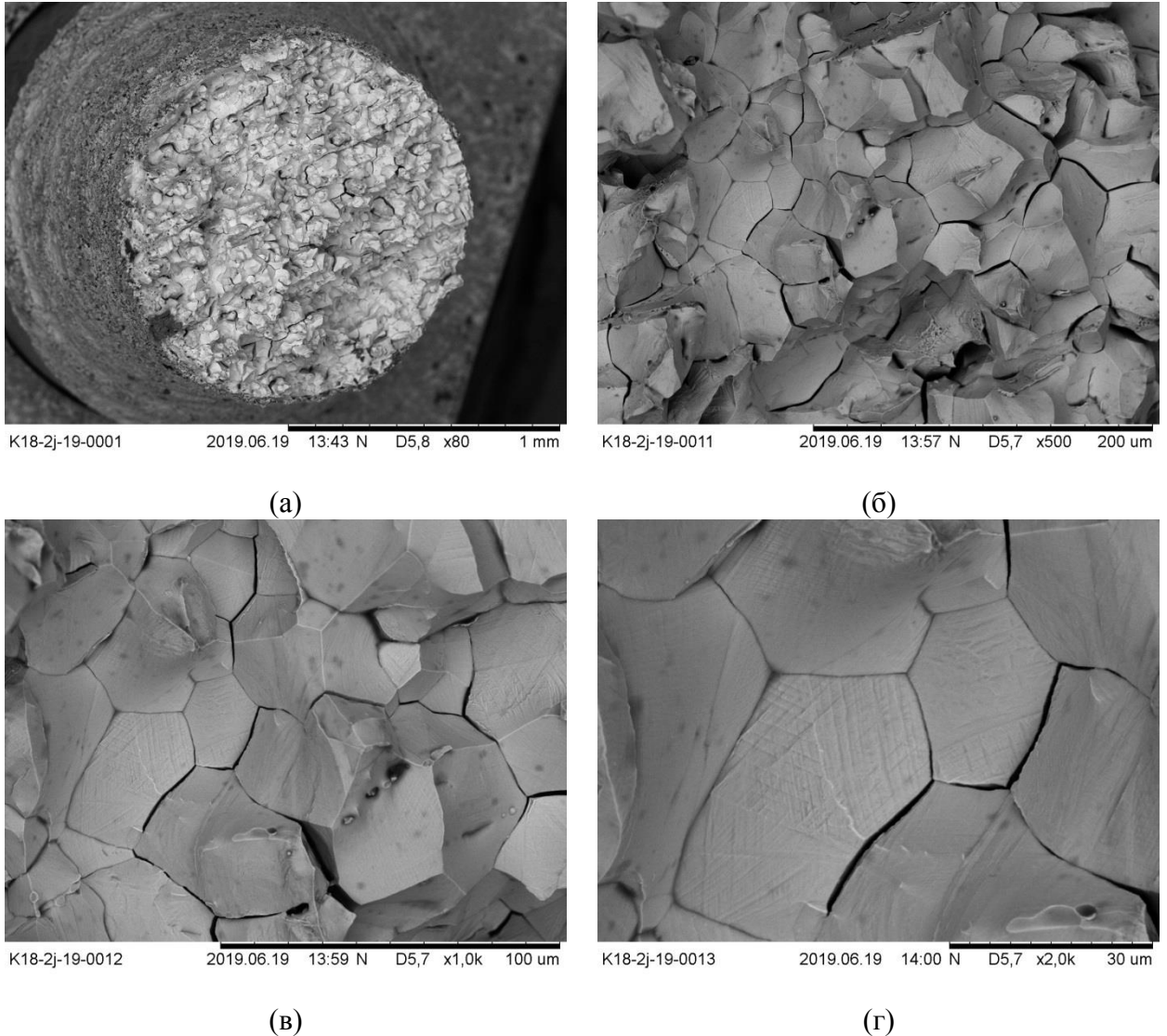


Рисунок 5.9 – Поверхность разрушения образца №10 из 304 стали, облученной до 3,8 сна, в реакторе СМ-3 (быстрый спектр) и испытанного на ударный изгиб при «минус» 180 °С: (а) – общий вид излома; (б)-(г) – вид участков межзеренного разрушения при различных увеличениях

### 5.3. Влияние повреждающей дозы и спектра нейтронов на прочность границ зерен

Из данных, приведенных в таблице 5.1 для стали 316 видно, что при увеличении повреждающей дозы с 4,5 до 13 сна при облучении в смешанном спектре нейтронов происходит почти трехкратное снижение энергии межзеренного разрушения (с 0,126 Дж/мм<sup>2</sup> до 0,048 Дж/мм<sup>2</sup>), что говорит о значительном снижении прочности границ зерен с ростом повреждающей дозы. Аналогичный результат был получен при получении

зависимости ударной вязкости от повреждающей дозы для материала чехла КНИ (316 сталь), облучаемого в смешанном спектре реактора PWR [146].

При облучении аустенитной стали в быстром спектре также происходит снижение прочности границ зерен. Так, для 316 стали увеличение повреждающей дозы с 4,5 до  $\approx 100$  сна (смотри таблицу 2) приводит к снижению энергии межзеренного разрушения с величин, больших  $\approx 0,7$  до  $0,152$  Дж/мм<sup>2</sup>. Подобная тенденция наблюдается и для стали 08X18H10T (321 сталь), облученной в быстром спектре. При увеличении повреждающей дозы с 5 до 92 сна также происходит значительное снижение энергии межзеренного разрушения, определяющей прочность границ зерен. Согласно таблице 2, эта энергия снижается с величин, превышающих  $0,8$  Дж/мм<sup>2</sup>, до  $0,037$  Дж/мм<sup>2</sup>.

Учитывая данные по  $A_f^{DF}$ , определенные для 316 и 321 сталей при повреждающих дозах 92 сна и  $\sim 100$  сна соответственно, можно оценить минимальное значение  $A_f^{IF}$  для повреждающих доз, когда ударные образцы не были разрушены, в частности при  $D = 45$  сна для 321 стали и при  $D = 10$  сна для 316 стали.

Согласно [44], что разрушающая деформация при вязком разрушении практически не изменяется с ростом повреждающей дозы при  $D \geq D^*$ , в случае если нейтронное облучение не сопровождается радиационным распуханием.

Величина  $D^*$  соответствует повреждающей дозе, при которой механические свойства выходят на насыщение. Для аустенитных сталей  $D^* \approx (10 \div 15)$  сна. Исходя из данной тенденции, вполне допустимо принять, что  $A_f^{DF} \approx \text{const}$  при  $D \geq D^*$ .

Согласно таблице 2, для 316 стали при  $D \approx 100$  сна  $A_f^{DF} = 0,56$  Дж/мм<sup>2</sup>, а при  $D = 10$  сна  $A_f \geq 0,67$  Дж/мм<sup>2</sup>. Принимая, что  $A_f^{DF} = 0,56$  Дж/мм<sup>2</sup> и  $\eta = 0,5$ , из зависимости (1) получим  $A_f^{IF} \geq 0,78$  Дж/мм<sup>2</sup> при  $D = 10$  сна.

Исходя из сделанных оценок, условие  $A_f^{IF} = A_f^{DF}$  будет выполнено при  $D > 10$  сна.

Аналогичная оценка может быть сделана для 321 стали. Принимая при  $D = 45$  сна  $A_f^{DF} = 0,545$  Дж/мм<sup>2</sup> и  $\eta = 0,5$  и учитывая, что  $A_f \geq 0,8$  Дж/мм<sup>2</sup>, из зависимости (1) получим  $A_f^{IF} \geq 1,055$  Дж/мм<sup>2</sup> при  $D = 45$  сна.

Следует отметить, что сделанные оценки  $A_f^{IF}$  являются весьма приблизительными. Тем не менее, эти оценки показывают, что существует повреждающая доза  $D = D_{\text{trans}}$ , при

которой выполняется условие  $A_f^{IF} = A_f^{DF}$ , причем при  $D < D_{trans}$   $A_f^{IF} > A_f^{DF}$ , а при  $D > D_{trans}$ ,  $A_f^{IF} < A_f^{DF}$ .

Как следует из представленных выше результатов,  $A_f^{IF}$  уменьшается с ростом повреждающей дозы, по крайней мере, вплоть до  $D \approx 100$  сна, несмотря на то, что механические свойства выходят на насыщение при  $D \geq (10 \div 15)$  сна [44].

Снижение  $A_f^{IF}$  при дозах, превышающих  $(10 \div 15)$  сна, по-видимому, может быть связано с двумя процессами, не имеющими насыщения. Один из них – это РИС, в частности, обогащение Ni, Si и обеднение Cr. В настоящее время нет прямого доказательства влияния РИС на прочность границ зерен.

Другой процесс, который может привести к снижению прочности границ, – это процесс накопления в границах зерен гелия [147] и водорода. Образование гелия и водорода под воздействием быстрых нейтронов происходит за счет пороговых ядерных реакций  $(n, \alpha)$ ,  $(n, p)$ ,  $(n, d)$ ,  $(n, t)$ ,  $(n, {}^3\text{He})$ . При облучении в смешанном спектре основными источниками гелия и водорода являются двухстадийные реакции  ${}^{58}\text{Ni}(n, \gamma){}^{59}\text{Ni}(n, \alpha){}^{56}\text{Fe}$  – для гелия и  ${}^{58}\text{Ni}(n, \gamma){}^{59}\text{Ni}(n, p){}^{59}\text{Co}$  – для водорода. Из-за различий в энергетическом спектре нейтронов наработка гелия и водорода в реакторах типа ВВЭР и PWR со смешанным энергетическим спектром в  $5 \div 10$  раз выше, чем в реакторах с быстрым спектром нейтронов [148-152].

Образование гелия и водорода в границах зерен (в основном, гелия, что будет показано ниже) приводит к существенному снижению прочности границ зерен. Данный вывод следует из результатов, представленных в таблице 5.1. Согласно таблице 5.1, близкие значения  $A_f^{IF}$  для 316 стали (0,126 и 0,152 Дж/мм<sup>2</sup>) соответствуют  $D \approx 4,5$  сна при облучении в смешанном спектре и  $D \approx 100$  сна при облучении в быстром спектре.

При облучении до одной и той же повреждающей дозы  $\approx 4,5$  сна 316 сталь, облученная в быстром спектре (за гафниевым экраном в реакторе СМ-3) имеет  $A_f^{IF} \geq 0,67$  Дж/мм<sup>2</sup>, в то время как эта сталь, облученная в смешанном спектре имеет  $A_f^{IF} = 0,126$  Дж/мм<sup>2</sup>. При облучении 316 стали в смешанном спектре при  $D = 13$  сна  $A_f^{IF} = 0,048$  Дж/мм<sup>2</sup>, что значительно ниже, чем  $A_f^{IF} = 0,152$  Дж/мм<sup>2</sup> при облучении до  $D \approx 100$  сна в быстром спектре.



Аналогичный результат получен и для 321 стали. Из таблицы 2 видно, что при облучении в смешанном спектре при  $D = 11$  сна  $A_f^{IF} = 0,163$  Дж/мм<sup>2</sup>, а при облучении в быстром спектре  $A_f^{IF} \geq 0,8$  Дж/мм<sup>2</sup> при  $D = 45$  сна.

Таким образом, из представленного анализа следует, что облучение в смешанном спектре нейтронов гораздо сильнее уменьшает прочность границ зерен, чем облучение в быстром спектре. Единственный результат, не согласующийся с данным заключением, относится к 304 стали, облученной до повреждающей дозы  $D \approx 4$  сна (смотри таблицу 5.1). Судя по полученным данным, возможно, между гафниевой втулкой(экраном) и образцом имелся большой зазор, заполненный водой, что привело к облучению в смешанном спектре нейтронов.

Теперь проанализируем, чей вклад, гелия или водорода, является доминантным в снижении прочности границ зерен.

В ГЦК-металлах скорость диффузии атомарного водорода на несколько порядков ниже, чем в ОЦК-металлах [152]. Кроме того, растворимость атомарного водорода в ГЦК-металлах намного превосходит растворимость в ОЦК-металлах. Такое поведение водорода в ГЦК-металлах приводит к его малой подвижности. Поэтому водородное охрупчивание аустенитных сталей происходит в значительно меньшей степени, чем в ферритных и мартенситных сталях [152]. В основном водородное охрупчивание происходит в нестабильных аустенитных сталях, где возможно  $Fe_\gamma \rightarrow Fe_\alpha$  превращение.

В процессе испытаний на ударный изгиб при  $T = \text{«минус» } 180$  °С в облученных 321, 316 и 304 сталях происходит мартенситное  $Fe_\gamma \rightarrow Fe_\alpha$  превращение, но при таком кратковременном испытании и низкой температуре водород не успевает продиффундировать из тела зерна, где возможна локализация образования мартенсита [124], к границам зерен. В какой-то степени водород может повлиять на снижение прочности границ зерен только за счет его переноса на скользящих дислокациях [152]. Поскольку при  $T = \text{«минус» } 180$  °С деформирование в значительной степени осуществляется за счет образования двойников, а не за счет движения дислокаций, то при пластическом деформировании в процессе испытаний на ударный изгиб перенос водорода к границам зерен маловероятен.

В некоторой степени перенос водорода на скользящих дислокациях может происходить в материале элементов ВКУ при эксплуатации реактора или при автоклавных испытаниях.

Таким образом, из представленного анализа следует, что снижение прочности границ зерен в основном обусловлено гелием, наработка которого при облучении в смешанном спектре в 5÷10 раз больше, чем при облучении в быстром спектре.

Следует отметить, что влияние гелия на снижение прочности границ зерен наблюдается даже при температуре испытаний, равной «минус» 180 °С. При такой температуре вряд ли можно говорить о влиянии гелия, как газа, создающего расклинивающее давление в границах зерен. Как известно, именно такой механизм влияния гелия наблюдается при высокотемпературном радиационном охрупчивании аустенитных сталей, реализующимся при  $T > 550$  °С [93, 153].

Полученные нами экспериментальные результаты, по-видимому, могут быть интерпретированы следующим образом. Гелий при низких температурах «работает» подобно фосфору, то есть «работает» как элемент, ослабляющий межатомные (металлические) связи матрицы материала, что приводит к снижению прочности границ зерен. Подобная интерпретация экспериментальных результатов представлена в [147].

#### 5.4 Связь между энергией межзеренного разрушения и сопротивлением КРН

Анализ, выполненный в настоящем разделе, базируется на результатах, представленных в разделе 5.1, а также на результатах исследований КРН облученных аустенитных сталей 08X18H10T (321 сталь), 316 и 304, представленных в главе 4 [154]. Поскольку результаты по КРН были получены при различных условиях нагружения (малой скорости деформирования (МСД), постоянной нагрузке (ПН), циклическом деформировании с медленной скоростью (ЦДМС)), для установления связи между сопротивлением КРН и энергией межзеренного разрушения ( $A_f^{\text{IF}}$ ) необходимо ввести некую обобщенную характеристику, отражающую хотя бы качественно, сопротивление материала КРН.

Примем, что сопротивление КРН подразделяется на четыре уровня:

1<sup>ый</sup> уровень сопротивления КРН соответствует наименьшему сопротивлению КРН, 4<sup>ый</sup> уровень соответствует наибольшему сопротивлению КРН. 2<sup>ой</sup> и 3<sup>ий</sup> уровни – соответствуют промежуточным уровням сопротивления КРН.

К 1<sup>ому</sup> уровню сопротивления КРН будем относить материал, образцы из которого разрушились при автоклавных испытаниях, при этом доля поверхности разрушения по механизму коррозионного растрескивания (транскристаллитное или межзеренное квазихрупкое разрушение) составляет не менее 30 %.

К 2<sup>ому</sup> уровню сопротивления КРН будем относить материал, образцы из которого разрушились при автоклавных испытаниях, и при этом доля поверхности разрушения по механизму коррозионного растрескивания составляет от 5 до 30 %.

К 3<sup>ему</sup> уровню сопротивления КРН будем относить материал, образцы из которого разрушились при автоклавных испытаниях, и при этом доля поверхности разрушения по механизму коррозионного растрескивания не превышает 5 %. К 3<sup>ему</sup> уровню сопротивления КРН также относятся случаи, когда образец не разрушился во время автоклавных испытаний при нагружении по режимам с ПН или ЦДМС за длительное время (например,  $\geq 1000$  ч.) при напряжениях, близких к пределу текучести материала, но на боковой поверхности образца обнаружены коррозионные трещины.

К 4<sup>ому</sup> уровню сопротивления КРН будем относить материал, образцы из которого разрушились при автоклавных испытаниях, но при этом доля поверхности разрушения по механизму коррозионного растрескивания близка к нулю. К 4<sup>ому</sup> уровню сопротивления КРН также относятся случаи, когда образец не разрушился при нагружении по режимам с ПН или ЦДМС за длительное время (например,  $\geq 1000$  ч.) при напряжениях, близких к пределу текучести материала, и на боковой поверхности образца коррозионных трещин не обнаружено.

В таблице 5.2 представлены значения  $A_f^{IF}$  для облученных сталей, а также уровни сопротивления КРН, определенные по результатам автоклавных испытаний этих сталей и электронномикроскопическим исследованиям, приведенным в [154]. Для каждого состояния материала представлен наименьший уровень сопротивления КРН из совокупности режимов автоклавных испытаний, проведенных для данного состояния материала.

Таблица 5.2 – Значения  $A_f^{\text{IF}}$  и уровни сопротивления КРН для сталей 08X18H10T (321 сталь), 316 и 304, облученных в различных реакторах

Сталь	Условия облучения			$A_f^{\text{IF}}$ , Дж/мм <sup>2</sup>	Режим нагружения образца при автоклавных испытаниях, соответствующий наименьшему уровню сопротивления КРН	Уровень сопротивления КРН
	Реактор	Спектр нейтронов	Повреждающая доза, сна			
321	ВВЭР-1000	смешанный	11	0,163	МСД	2
	БОР-60	быстрый	5	>0,83*	МСД	4
			45	>0,83*	МСД	4
			92	0,037	ПН	1
316	СМ-3	смешанный	4,5-4,7	0,126	ПН	2
			13,1	0,048	ЦДМС-1	1
	БОР-60	быстрый (Hf)	4,5-4,6	>0,67*	ПН	2
			10,0	>0,67*	МСД	4
			93,4-125,4	0,152	ПН	2
304	СМ-3	смешанный	4,2	0,183	ЦДМС-1	3
		быстрый (Hf)	3,8-4,0	0,190	ЦДМС-1	3

\* образцы не разрушились из-за ограничения энергии маятникового копра величиной 1 Дж.

Примечание: ЦДМС-1 – это режим нагружения ЦДМС при коэффициенте асимметрии  $\sigma_{\text{min}}/\sigma_{\text{max}} = 0,7$  [154].

Базируясь на результатах, представленных в таблице 3, можно связать уровень сопротивления КРН со значением  $A_f^{IF}$ . При установлении такой связи возникает неопределенность в определении минимальной величины  $A_f^{IF}$ , выше которой реализуется 4<sup>ый</sup> уровень сопротивления КРН. В качестве приближенной оценки минимальной величины  $A_f^{IF}$  предлагается принять  $A_f^{IF} = A_f^{DF}$ . Тогда условие реализации 4<sup>ого</sup> уровня сопротивления КРН может быть записано в виде  $A_f^{IF} > A_f^{DF}$ . При таком условии можно предположить, что границы зерен уже не являются слабым звеном в материале, и разрушение образца контролируется внутризеренными процессами: зарождением, ростом и объединением деформационных пор [155].

Значение  $A_f^{IF}$ , соответствующее границе между 1ым и 2ым, а также 2ым и 3им уровнями, могут быть приближенно определены, как средние величины между максимальным экспериментальным значением  $A_f^{IF}$  для предыдущего уровня и минимальным значением последующего уровня. Исходя из предложенных положений, связь между уровнями сопротивления КРН и значениями  $A_f^{IF}$  может быть представлена в виде схемы на рисунке 5.10.

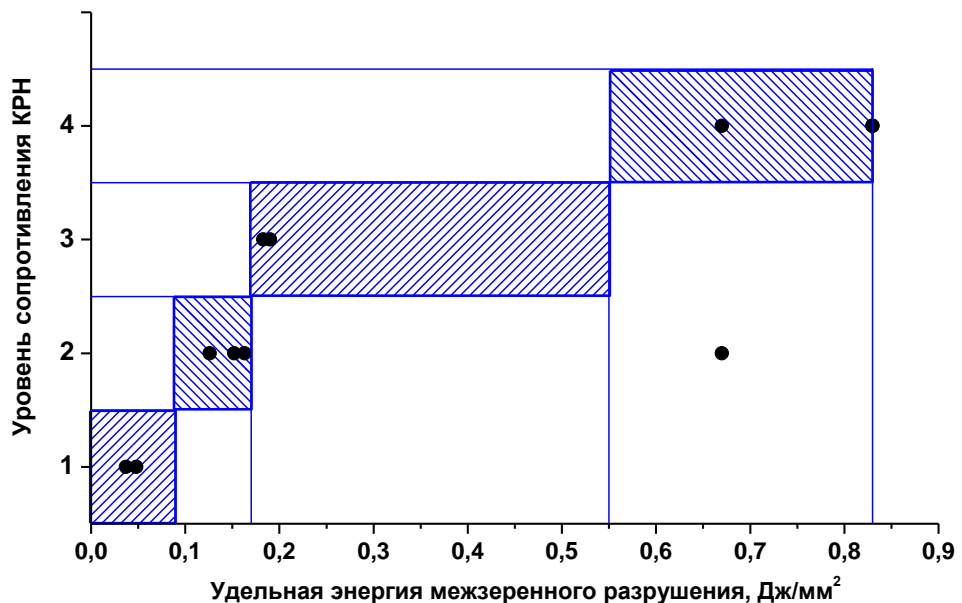


Рисунок 5.10 – Взаимосвязь между уровнями сопротивления КРН и значениями удельной энергии межзеренного разрушения  $A_f^{IF}$

Из рисунка 5.10 видно, что существует достаточно надежная корреляция между величиной  $A_f^{\text{IF}}$  и уровнем сопротивления КРН. Исключение представляет одна точка для 316 стали, облученная в быстром спектре (с гафниевым экраном) при  $D = 4,5 \div 4,6$  сна.

Следовательно, экспресс оценку сопротивления КРН можно проводить, основываясь на результатах испытаний образцов на ударный изгиб при низкой температуре, обеспечивающей межзеренное разрушение при слабых границах зерен.

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5

1. Экспериментально определена удельная энергия межзеренного разрушения, характеризующая прочность границ зерен, для сталей марок 08X18H10T (321 сталь), 316, 304, облученных до различных повреждающих доз от 4 до 125 сна в различных энергетических спектрах нейтронов.

2. Экспериментально показано, что с увеличением повреждающей дозы происходит снижение прочности границ зерен.

3. Экспериментально показано, что энергетический спектр нейтронов оказывает сильное влияние на прочность границ зерен. При одинаковых повреждающих дозах прочность границ зерен материала, облученного в смешанном спектре нейтронов, типичном для реакторов ВВЭР или PWR, ниже, чем для материала, облученного в быстром спектре, типичном для реакторов на быстрых нейтронах.

4. Влияние повреждающей дозы и энергетического спектра на прочность границ зерен в первую очередь связано с увеличением концентрации гелия в границах зерен. В то же время, не исключено, что снижение прочности границ зерен с ростом повреждающей дозы может быть обусловлено не только увеличением концентрации гелия, но и ростом зернограничных радиационно-индуцированных сегрегаций. Данная гипотеза требует специального экспериментального доказательства.

5. Экспериментально показано, что гелий ослабляет границы зерен при нагружении облученных сталей при температуре  $T = \text{«минус» } 180 \text{ } ^\circ\text{C}$ . Данное обстоятельство не позволяет считать, что гелий «работает» как газ, создающий расклинивающее давление в границах зерен. По-видимому, ослабление границ зерен гелием подобно ослаблению границ зерен фосфором, то есть гелий ослабляет межатомные связи в границах зерен.

6. Экспериментально показано, что существует связь между энергией межзеренного разрушения и сопротивлением КРН. Предложена методика экспресс оценки сопротивления КРН на базе испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб при низкой температуре, обеспечивающей межзеренное разрушение при слабых границах зерен.

## ГЛАВА 6 МОДЕЛЬ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ ДОЛГОВЕЧНОСТИ ВКУ ПО КРИТЕРИЮ КРН

В Главе 1 был проведен анализ литературных данных, который показал, что существуют только эмпирические модели по прогнозированию КРН и отсутствует физически обоснованная модель, учитывающая основные механизмы КРН, для прогнозирования долговечности ВКУ по критерию коррозионного растрескивания. В связи с этим, на основании анализа и обобщения литературных и оригинальных данных по КРН в данной главе сформулирован критерий инициации КРН. Сформулированы условия, необходимые для развития межзеренной трещины по механизму КРН. Рассмотрена природа низкотемпературной ползучести облученных аустенитных сталей и предложены уравнения, ее описывающие. На основании сформулированного критерия, математического описания зарождения зернограничных микротрещин и полученных уравнений ползучести, разработана модель инициации КРН. Модель позволяет прогнозировать зависимость порогового напряжения (ниже которого КРН не происходит при любом времени испытаний) от нейтронной дозы, а также рассчитывать время инициации КРН при напряжениях превышающих пороговое.

### 6.1 Анализ механизмов, оказывающих доминирующее влияние на КРН облученных аустенитных сталей

В Главе 4 были проанализированы основные механизмы КРН облученных аустенитных сталей в обезкислороженной среде первого контура реакторов типа ВВЭР. Было показано, что основными доминантными механизмами для КРН 321, 316 и 304 сталей являются: локализованное деформирование, ослабление границ зерен и межзеренное проскальзывание. Причем локализованное деформирование для 321 играет меньшую роль, поскольку оно подавляется за счет радиационно-индуцированных выделений карбидов титана и G-фазы.

Как показано в главе 1, КРН в водной среде реакторов типа ВВЭР и PWR реализуется только при механическом разрушении пассивирующей пленки [79, 82, 83]. Локализованное внутриверенное деформирование может приводить к разрыву пассивирующей пленки только по телу зерна. Поэтому в первую очередь локализованное деформирование приводит к КРН по транскристаллитному механизму. Для реализации КРН по межзеренному механизму необходимо разорвать пассивирующую пленку на границе зерна. Разрыв пассивирующей пленки на границе зерна при отсутствии

межзеренного проскальзывания может произойти только после объединения межзеренных микротрещин как представлено на рисунке 6.1 (см. механизм А). Следовательно, возможна ситуация, когда зарождение межзеренной трещины за счет объединения межзеренных микротрещин может происходить без какого-либо влияния среды.

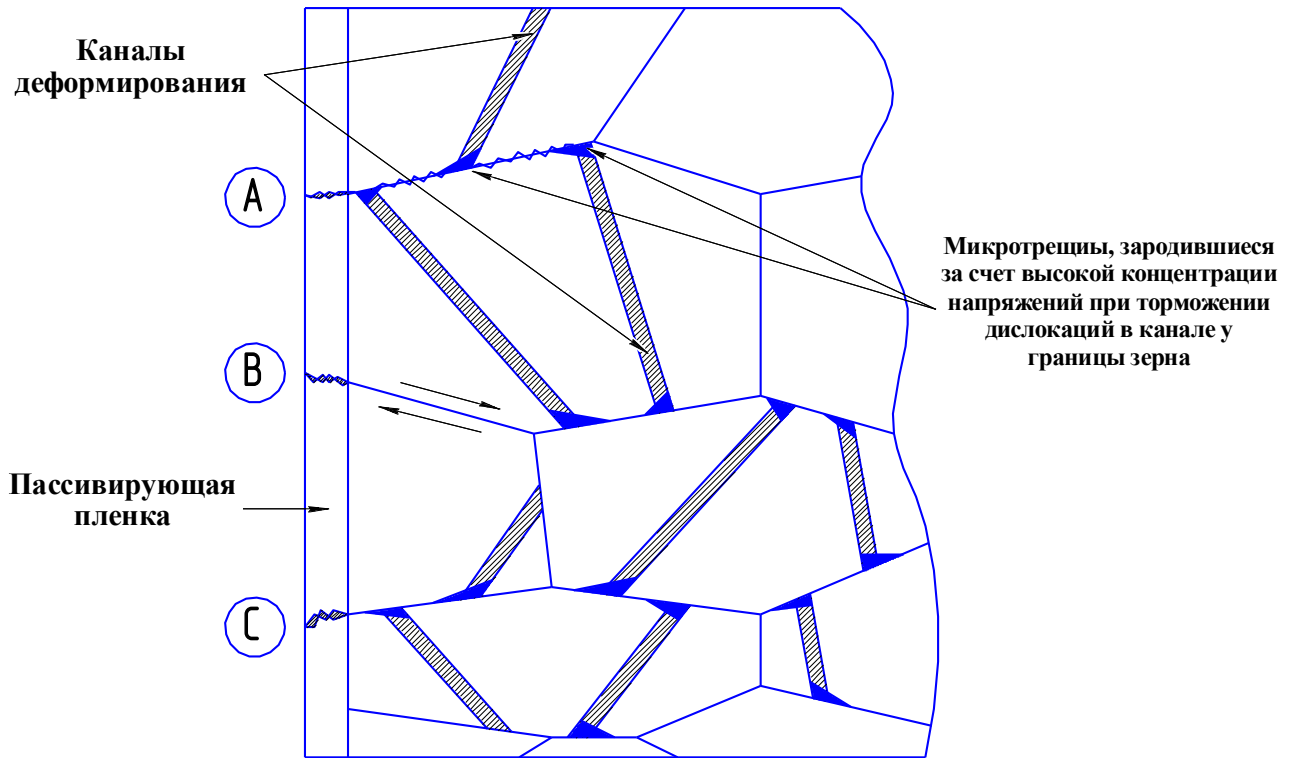


Рисунок 6.1 – Три механизма разрыва пассивирующей пленки для реализации межзеренного разрушения. А – разрыв пленки за счет объединения межзеренных микротрещин; В – разрыв пленки за счет межзеренного проскальзывания; С – разрыв пленки за счет межзеренного проскальзывания, усиленного образованием микротрещин

Данный вывод не противоречит экспериментальным данным для 304 стали, облученной в реакторах типа PWR [89, 116, 156]. Согласно [89, 116, 156], зарождение межзеренной трещины происходило в образцах из облученной 304 стали, испытанных в аргоне как при постоянной нагрузке, так и в условиях медленного деформирования. Развитие трещины происходило по вязкому механизму.

В водной среде PWR разрушение образцов из облученной 304 стали происходило за счет инициации и развития трещины преимущественно по межзеренному механизму.

Данный результат может быть интерпретирован следующим образом: коррозионная среда (вода первого контура) не оказывает влияния на зарождение трещины, а влияет только на ее развитие.

Таким образом, локализованное внутризеренное деформирование может привести к инициации межзеренного разрушения без влияния коррозионной среды, если работает механизм «А», представленный на рис. 6.1. Возникает вопрос: при каких условиях этот механизм работает? Согласно выполненным исследованиям, представленным в



упомянутой статье [116], инициация межзеренной трещины в аргоне происходила как при  $\sigma = \text{const}$ , так и при испытаниях с медленной скоростью деформирования  $\dot{\delta} = 1 \cdot 10^{-7} \text{ c}^{-1}$ , где  $\delta$  – относительное удлинение образца. При стандартных испытаниях на растяжение с  $\dot{\delta} \approx 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  при  $T_{\text{исп.}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$  разрушение 304 стали было на 100 % внутризеренным вязким. Следовательно, при  $\dot{\delta} \approx 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  механизм «А» (рис. 6.1) не работает, то есть, либо отсутствует локализованное деформирование, либо отсутствует зарождение межзеренных микротрещин при наличии локализованного деформирования.

С увеличением скорости деформации  $\dot{\delta}$  поперечное скольжение уменьшается [143, 157] и, следовательно, степень локализации деформирования повышается [105]. Применительно к аустенитным сталям, данная тенденция отмечена в работе [5, 105, 146, 158]. Следовательно, каналы деформирования при  $\dot{\delta} \approx 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  не исчезают, но межзеренные микротрещины у этих каналов (в месте пересечения этих каналов с границами зерен) не зарождаются. Возникает вопрос—почему? По-видимому, при  $\dot{\delta} \approx 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  происходит сильная аккомодация локальных напряжений в месте пересечения канала с границей зерна за счет внутризеренной пластической деформации. С понижением  $\dot{\delta}$  вклад внутризеренной пластической деформации в общую неупругую деформацию уменьшается, а вклад межзеренного проскальзывания – растет [79, 104, 158]. Аккомодация локальных напряжений в месте взаимодействия канала деформирования с границей зерна подавляется за счет зернограничного проскальзывания. Следовательно, в этом случае вероятность образования межзеренной трещины резко возрастает. Пример зарождения межзеренной трещины у границы зерна при локализованном деформировании и межзеренном проскальзывании представлен на рисунке 6.2.

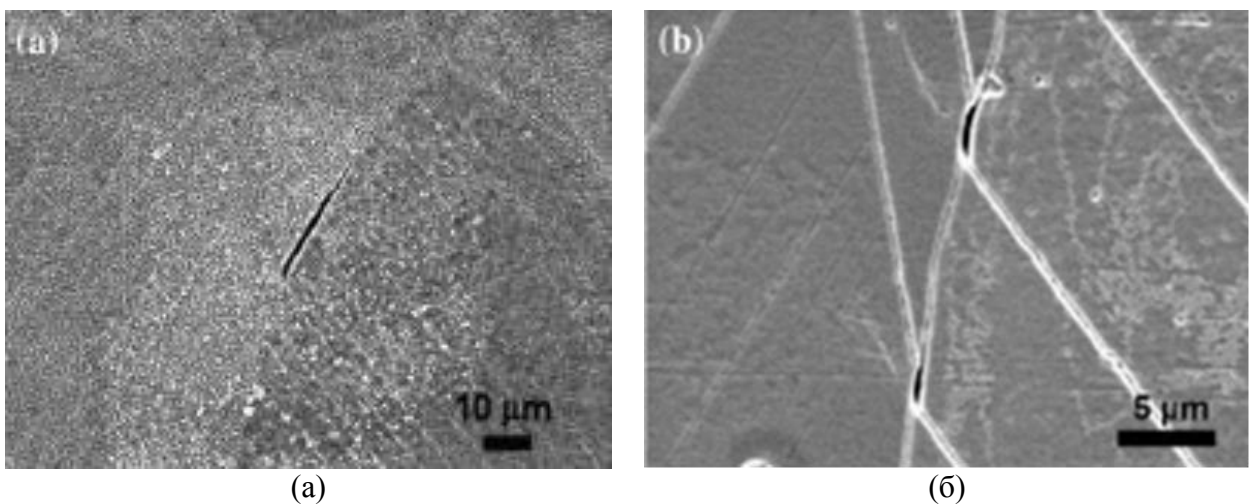


Рисунок 6.2 – Образование межзеренной микротрещины (а); образование микротрещин в месте пересечения дислокационного канала и границы зерна (б) для стали 316L, облученной протонами до повреждающей дозы 7 сна, скорость деформирования  $3\text{-}3,5 \cdot 10^{-7} \text{ c}^{-1}$  [159]

Таким образом, для реализации зарождения межзеренных микротрещин, по-видимому, необходимым условием все же является процесс межзеренного проскальзывания.

Экспериментально, процесс межзеренного проскальзывания при  $T = 290$  °С был, в частности, зафиксирован в аустенитной стали 347 в состоянии после холодной деформации [105].

Касаясь КРН 321 стали и ее аналога – стали 08X18H10T, следует отметить следующее. Согласно имеющимся экспериментальным данным, а также специально проведенным нами экспериментам (см. Главу 4), инициация квазихрупкой, как транскристаллитной, так и межзеренной трещины при испытаниях облученной стали 08X18H10T в аргоне отсутствовала. В то же время при наличии коррозионной среды (вода первого контура ВВЭР) инициация разрушения этой стали происходила только по межзеренному механизму. Данные экспериментальные результаты можно интерпретировать следующим образом. Коррозионная среда оказывает ключевое или, по крайней мере, одно из ключевых воздействий на зарождение межзеренной трещины в облученной стали 08X18H10T при ее испытании в воде первого контура ВВЭР. Отсутствие зарождения межзеренной трещины в аргоне говорит либо о высокой прочности границ зерен, при которой зарождение микротрещин по механизму А на рис. 6.1 не происходит, либо об отсутствии или незначительной локализации внутризеренного деформирования в стали 08X18H10T. Отсутствие зарождения квазихрупкой транскристаллитной трещины при испытании облученной стали 08X18H10T в коррозионной среде подтверждает отсутствие внутризеренного локализованного деформирования в облученной стали 08X18H10T. В самом деле, при наличии локализованного деформирования, КРН аустенитной стали в воде первого контура происходило бы по транскристаллитному механизму [79].

Таким образом, из вышеизложенного анализа следует, что механизм А на рис. 6.1 не реализуется, а для реализации межзеренного разрушения при коррозионном растрескивании необходим механизм межзеренного проскальзывания, так как только при межзеренном проскальзывании будет происходить разрыв пассивирующей пленки у границ зерен и, как следствие, инициация и развитие межзеренного разрушения (рис. 6.1, механизм В). Следует отметить, что отсутствие межзеренной макротрещины при испытании стали 08X18H10T в аргоне не исключает зарождения межзеренных микротрещин. Зарождение межзеренных микротрещин при наличии межзеренного проскальзывания будет способствовать ускорению коррозионного растрескивания по межзеренному механизму (см. механизм С на рис 6.1). Значительная роль межзеренного

проскальзывания в КРН стали по межзеренному механизму также следует из анализа результатов работы [105]. В этой работе представлены результаты испытаний необлученной 304 стали в водной среде PWR после предварительной пластической деформации. Результаты экспериментов показали [105], что инициация КРН в образцах с грубой боковой поверхностью (обработка наждачной бумагой (ground treatment)) происходила по внутризеренной (транскристаллитной) моде, а в образцах с полированной боковой поверхностью – по межзеренной моде. При проведении тестов на медленное растяжение в среде аргона зарождение как внутризеренных (транскристаллитных), так и межзеренных трещин отсутствовало. Следовательно, в данном случае зарождение трещин происходило благодаря водной среде PWR. Для обеспечения влияния среды необходимо разорвать пассивирующую пленку.

Грубая обработка боковой поверхности приводила к созданию различных мелких канавок – концентраторов напряжений, способствующих локализации деформирования, разрушающего пленку. В полированных образцах пассивирующая пленка не могла быть разрушена за счет концентрации деформации у мелких канавок. Разрушение пленки по механизму «А» на рис. 6.1 отсутствовало, так как не были обнаружены межзеренные трещины в результате тестов на медленное растяжение в среде аргона. Отсутствие реализации механизма «А», по-видимому, связано либо с подавлением локализованного деформирования в металле за счет предварительного деформирования (что согласуется с результатом работы [79]), либо с высокой прочностью границ зерен, неослабленных облучением.

Исходя из изложенного анализа результатов, представленных в [105], следует, что зарождение межзеренной трещины происходило под воздействием среды PWR после разрыва пассивирующей пленки за счет процесса межзеренного проскальзывания.

Отсутствие зарождения межзеренной трещины в облученной 321 стали при ее испытании в аргоне может свидетельствовать либо о меньшей степени локализации деформации в этой стали по сравнению со 304 сталью, либо о меньшей прочности границ зерен 304 стали, облученной в реакторе типа PWR.

Как уже упоминалось, наличие локализованного деформирования может приводить как к межзеренному разрушению, так и к внутризеренному разрушению при КРН облученных аустенитных сталей. КРН облученной 321 стали, происходящее исключительно по межзеренному механизму в среде первого контура [87] говорит о том, что локализация деформирования в этой стали реализуется в меньшей степени, чем в облученных 304 и 316 сталях, так как в противном случае, КРН стали 321 происходило бы не только по межзеренному механизму, но и по внутризеренному. Подавлению

локализованного деформирования способствуют карбиды титана (TiC), плотность которых возрастает со степенью нейтронного облучения [79, 108]. Поэтому КРН 321 стали в основном происходит за счет реализации межзеренного проскальзывания и ослабления прочности границ.

В общем случае, доминирование того или иного механизма может приводить к различному сопротивлению КРН стали и к различным модам ее разрушения. В случае, если сталь имеет высокую прочность границ зерен и высокое сопротивление межзеренному проскальзыванию, и при этом в ней реализуется локализованное деформирование, КРН в этой стали будет происходить в основном по внутризеренной моде.

Если в стали реализуется локализованное деформирование, и она имеет низкую прочность границ зерен (например, за счет нейтронного облучения в реакторах PWR или ВВЭР), то КРН этой стали будет происходить как по транскристаллитному, так и по межзеренному механизму. Вклад межзеренного проскальзывания в данном случае сведется к подавлению аккомодации локальных напряжений в месте пересечения канала деформации с границей зерна; такой процесс обеспечивает зарождение межзеренных микротрещин.

КРН по межзеренной моде будет происходить в стали, у которой подавлены механизмы локализованного деформирования (например, как в 321 стали). В этом случае вклад межзеренного проскальзывания достаточно высокий, так как он обеспечивает разрыв пассивирующей пленки у границы зерна.

Как видно, в зависимости от сочетаний вкладов локализованного деформирования, межзеренного проскальзывания и прочности границ зерен, доли внутризеренного (транскристаллитного) и межзеренного разрушения могут варьироваться. По-видимому, во всех практически важных случаях эти три механизма работают всегда, но в различной степени. Исходя из данного положения, будет развита модель инициации КРН аустенитных облученных сталей.

## 6.2 Анализ диаграмм деформирования сталей, испытанных в автоклаве при постоянной нагрузке

Рассмотрим диаграммы деформирования для двух типов стали, используемых в качестве материала ВКУ: стали 08X18H10T (321 сталь) и 304 стали.

## 6.2.1 321 сталь

Один из образцов на растяжение был испытан в среде, имитирующей теплоноситель I контура ВВЭР, при напряжениях, равных  $0,95 \sigma_{0.2}^{obl} = 800$  МПа, где  $\sigma_{0.2}^{obl}$  – предел текучести облученной стали 08X18H10T при  $T=290$  °С. Результаты испытания уже приводились в Главе 4, диаграмма «удлинение – время» представлена на рисунке 6.3.

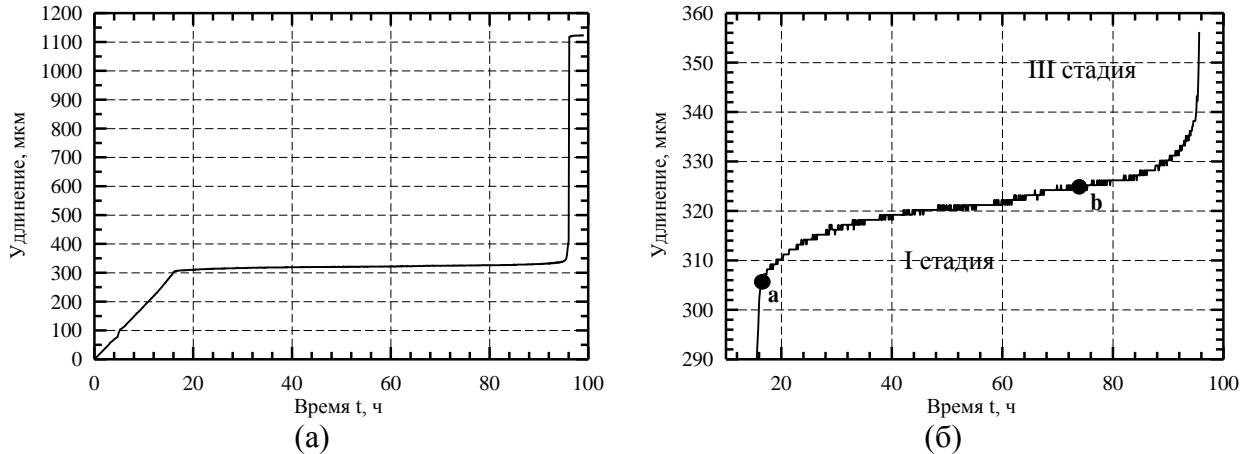


Рисунок 6.3 – Диаграмма «удлинение-время» (а) и её увеличенный участок, соответствующий стадии ползучести (б), для образца из стали 08X18H10T, облученного до дозы 96 сна и испытанного при постоянной нагрузке 800 МПа при температуре  $T=290$  °С в среде, имитирующей теплоноситель I контура реактора типа ВВЭР

Проведенные фратографические исследования испытанного образца показали, что КРН происходит по межзеренному механизму (см. Главу 4, рисунок 4.24). Межзеренное разрушение (27 % от поверхности излома) приводит к потере несущей способности образца, в результате чего происходит его быстрое деформирование и ломом по механизму вязкого разрушения.

Из рисунка 6.3б видно, что удлинение образца от момента выхода на постоянную нагрузку и начала ползучести (точка «а») до начала третьей стадии ползучести (точки «b»), составляет 18-20 мкм. При длине рабочей части образца 15 мм деформация ползучести к началу третьей стадии достигает 0,12-0,13 %.

Для подтверждения влияния среды на процесс КРН были проведены испытания двух образцов при скорости деформирования  $\dot{\delta} \approx 3 \cdot 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  в среде, имитирующей теплоноситель I контура и в аргоне.

На рисунке 6.4 приведены условные диаграммы «напряжение-относительное удлинение» двух образцов, испытанных в различных средах.

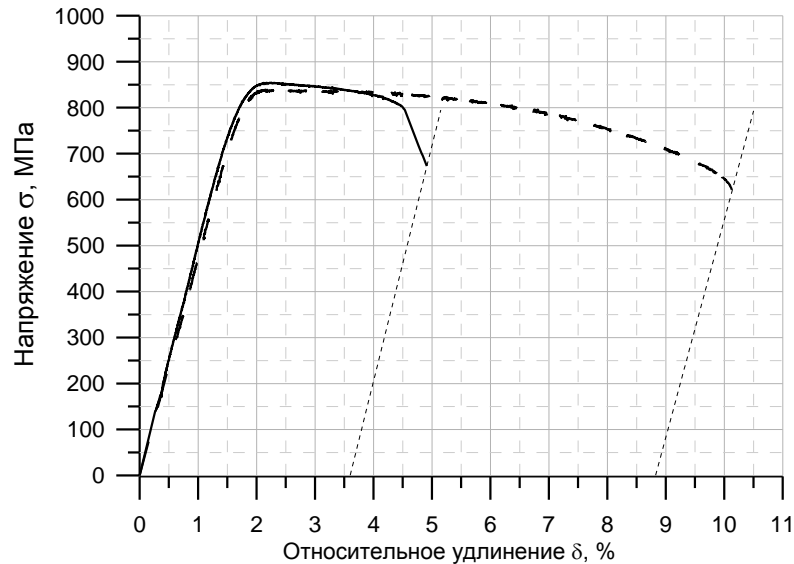


Рисунок 6.4 – Условные диаграммы «напряжение-относительное удлинение» образцов из стали 08X18N10T, облученных до дозы 102 сна и испытанных при  $\dot{\delta} \approx 3 \cdot 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  и температуре  $T=290 \text{ }^\circ\text{C}$ : сплошная кривая – образец, испытанный в среде, имитирующей теплоноситель I контура, пунктирная кривая – образец, испытанный в аргоне

Как видно из результатов испытаний, при близких прочностных характеристиках, образец, испытанный в среде, имитирующей теплоноситель I контура, показал пластичность гораздо ниже по сравнению с образцом, испытанным в аргоне. Такое различие связано с реализацией КРН в образце, испытываемом в среде теплоносителя.

Проведенные фрактографические исследования подтвердили реализацию КРН в образце, испытанном в среде теплоносителя и отсутствие оно в образце, испытанном в аргоне. На рисунках 6.5 и 6.6 представлены результаты исследования поверхности разрушения испытанных образцов методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

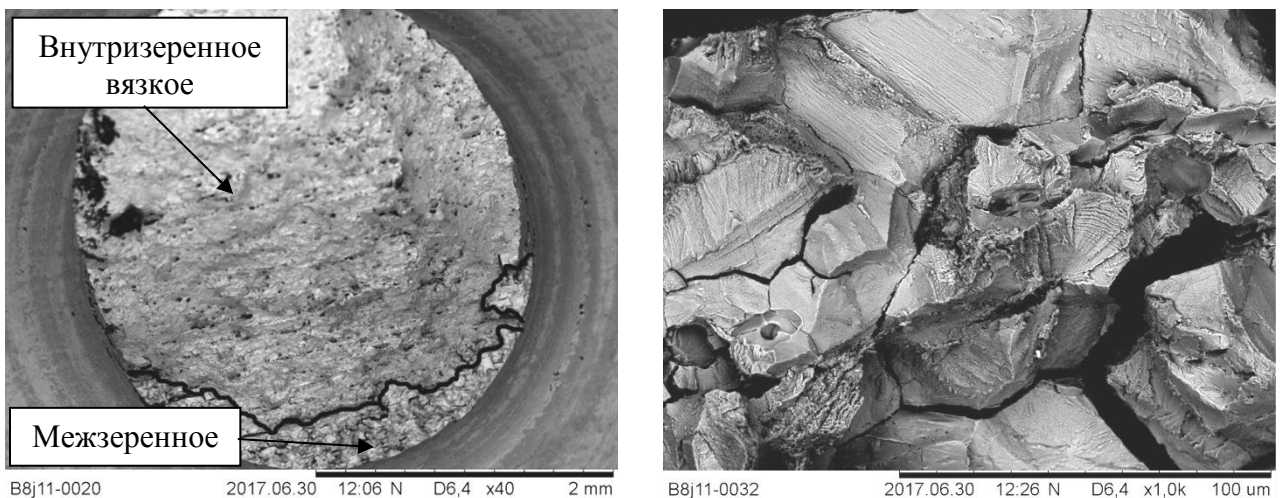


Рисунок 6.5 – Результаты исследования методами СЭМ поверхности разрушения образца из стали 08X18N10T, облученного до дозы 102 сна и испытанного в среде, имитирующей теплоноситель I контура, при  $\dot{\delta} \approx 3 \cdot 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  и  $T_{\text{исп}}=290 \text{ }^\circ\text{C}$

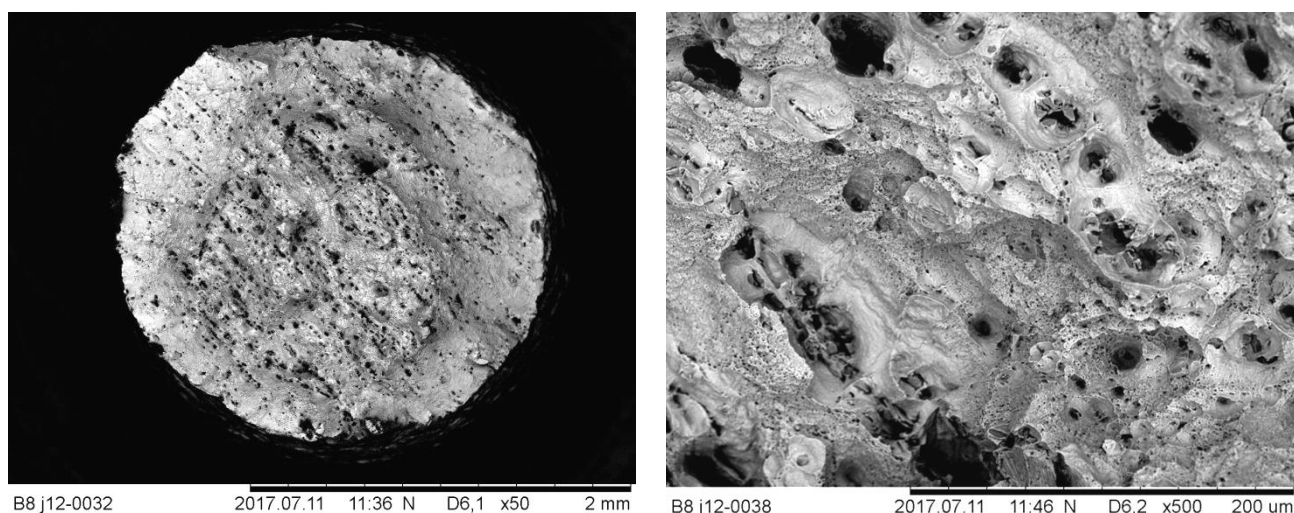


Рисунок 6.6 – Результаты исследования методами СЭМ поверхности разрушения образца из стали 08X18Н10Т, облученного до дозы 102 сна и испытанного на медленное деформирование в аргоне при  $\dot{\delta} \approx 3 \cdot 10^{-7} \text{ с}^{-1}$  и  $T_{\text{исп}}=290 \text{ }^\circ\text{C}$

Как видно из рисунков, разрушение образца, испытанного в аргоне, происходило исключительно по вязкому механизму зарождения, развития и объединения пор. Инициация разрушения образца, испытанного в среде теплоносителя, происходила по межзеренной моде (15 % поверхности излома). На фоне межзеренного разрушения наблюдается небольшая доля квазихрупкого транскристаллитного разрушения. Дальнейшее разрушение, по сути, долом образца, происходило по вязкому механизму.

Представленные результаты подтверждают особенности разрушения облученной стали 08X18Н10Т, рассмотренные в Главе 4, – КРН в этой стали происходит в основном по механизму межзеренного разрушения.

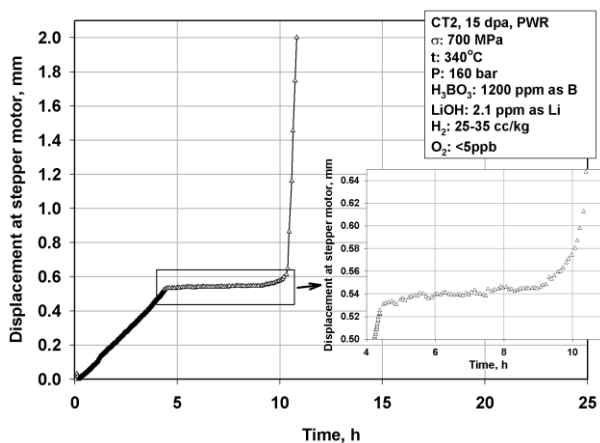
### 6.2.2 304 сталь

Для анализа условий зарождения и развития трещин при КРН 304 стали рассмотрим экспериментальные результаты, полученные в работах [89, 116, 156]. В указанной работе был исследован материал выгородки реактора Chooz PWR (Франция), выведенного из эксплуатации. Для испытаний на коррозионное растрескивание из выгородки были вырезаны цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 3 мм и длиной рабочей части 15 мм. Эти образцы испытывались при различных величинах постоянной нагрузки в среде, имитирующей теплоноситель I-го контура PWR, при температуре 340 °С.

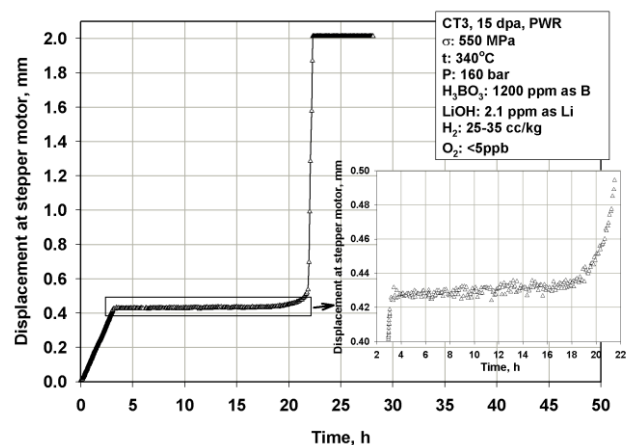
На рисунке 6.7 представлены результаты испытаний, выполненные EDF и VTT при финансовой поддержке the Materials Aging Institute (MAI). Результаты представлены в

виде диаграмм деформирования «время – перемещение». Исходя из длины рабочей части испытанных образцов, диаграммы на рисунке 6.7 были представлены в формате «деформация ползучести – время» на рисунке 6.8. Начало координат на рисунке 6.8 соответствует моменту, когда напряжение достигло заданной величины постоянной нагрузки.

Как и для стали 08X18Н10Т из рисунка 6.8 видно, что диаграмма деформирования каждого образца включает две выраженные стадии ползучести, а именно первую и третью стадию. На первой стадии, протекающей сразу после нагружения образца, скорость деформации падает до минимальной. Минимальная скорость деформации достигается при деформации ползучести  $(1,0 \div 1,1) \cdot 10^{-3}$  для образцов на рисунках 6.8б, 6.8в и 6.8г, и  $1,4 \cdot 10^{-3}$  для образца на рисунке 6.8а. Обозначим эту деформацию ползучести  $\varepsilon_1^c$ . Следует отметить, что значение  $\varepsilon_1^c$ , полученное для стали 304, очень близко к значению, полученному для стали 08X18Н10Т. Сразу после достижения минимальной скорости ползучести, скорость ползучести очень быстро возрастает, что типично для процесса ползучести на третьей стадии. Таким образом, первая стадия ползучести сразу переходит в третью, фактически минуя вторую стадию. Исследования методами СЭМ поверхности испытанных образцов показали, что поверхность разрушения типична для КРН. Доля межзеренного разрушения составляет 35-65 % в зависимости от образца, причем с увеличением повреждающей дозы доля межзеренного разрушения увеличивается. Кроме межзеренного разрушения наблюдается транскристаллитное квазихрупкое и вязкое разрушение.

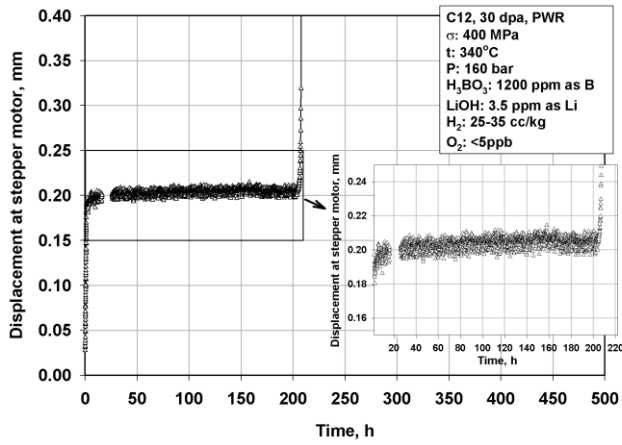


(a)

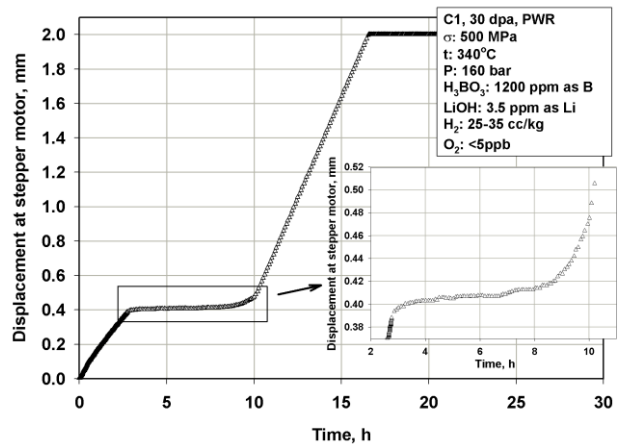


(б)



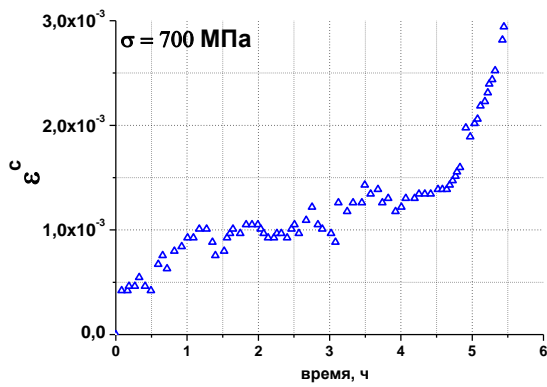


(B)

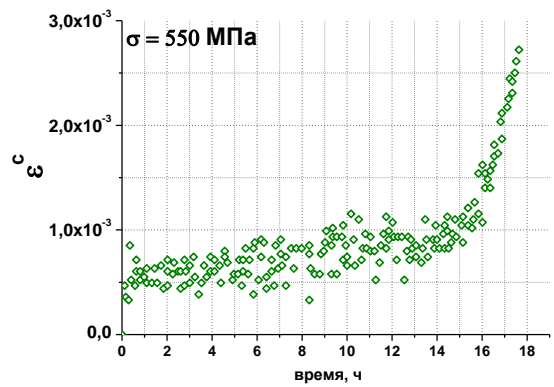


(Gamma)

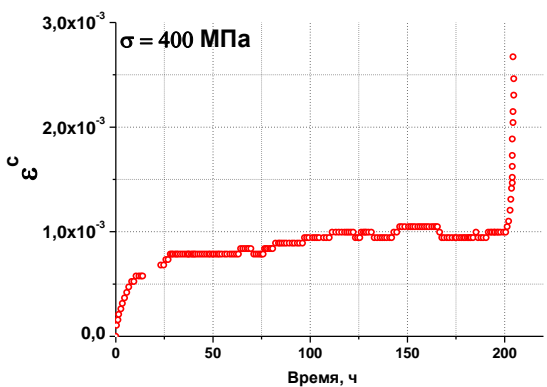
Рисунок 6.7 – Диаграммы деформирования «перемещение – время» для образцов из стали 304, облученных до различных повреждающих доз, при их испытании при постоянной нагрузке в автоклаве в среде, имитирующей теплоноситель I-го контура PWR, при T=340 °C: а) образец СТ2, D=15 сна,  $\sigma = 700$  МПа; б) образец СТ3, D=15 сна,  $\sigma = 550$  МПа; в) образец C12, D=30 сна,  $\sigma = 400$  МПа; г) образец C1, D=30 сна,  $\sigma = 500$  МПа



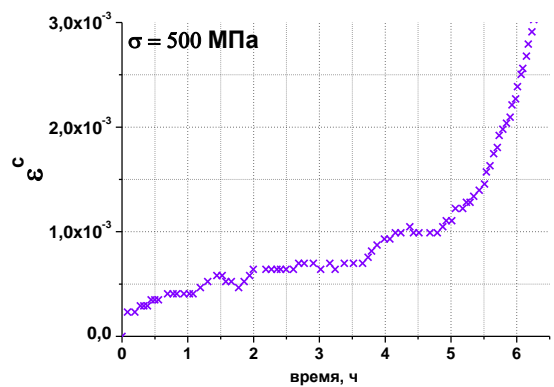
(a)



(б)



(B)



(Gamma)

Рисунок 6.8 – Диаграммы деформирования «деформация ползучести – время» для образцов из стали 304, облученных до различных повреждающих доз, при их испытании при постоянной нагрузке в автоклаве в среде, имитирующей теплоноситель I-го контура PWR, при T=340 °C: а) образец СТ2, D=15 сна,  $\sigma = 700$  МПа; б) образец СТ3, D=15 сна,  $\sigma = 550$  МПа; в) образец C12, D=30 сна,  $\sigma = 400$  МПа; г) образец C1, D=30 сна,  $\sigma = 500$  МПа. Время отсчитывается от момента нагружения образца до заданной нагрузки

## 6.3 Модель КРН облученных аустенитных сталей

## 6.3.1 Анализ условий зарождения и развития трещин при КРН

Все приведенные экспериментальные результаты при постоянной нагрузке могут быть схематизированы в виде диаграммы деформирования, представленной на рисунке 6.9.

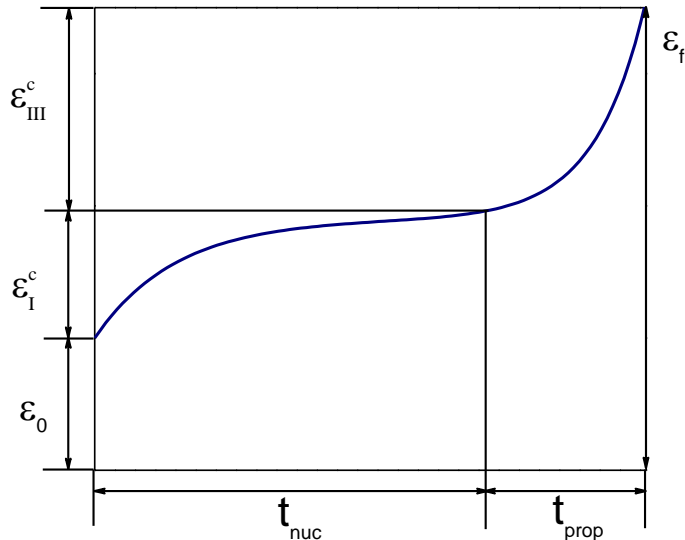


Рисунок 6.9 – Кривая ползучести:  $\epsilon_0$  – начальная деформация, соответствующая заданной нагрузке;  $\epsilon_1^c$  – деформация ползучести, накопленная за первую стадию,  $\epsilon_3^c$  – деформация ползучести, накопленная за третью стадию,  $\epsilon_f$  – деформация разрушения,  $t_{nuc}$  – время до зарождения трещины,  $t_{prop}$  – время распространения трещины

Деформирование на третьей стадии ползучести соответствует развитию коррозионного разрушения, т.е. развитию коррозионных трещин, которые инициируются с поверхности. Процессы деформирования и повреждения материала, протекающие на I стадии ползучести, подготавливают зарождение поверхностных коррозионных трещин в конце этой стадии. Судя по экспериментальным данным, представленным на рисунке 6.8, развитие КРН происходит очень быстро при скоростях деформирования  $>10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , т.е. при скоростях, когда КРН не должно наблюдаться. Данный результат можно объяснить следующим образом. На первой стадии ползучести (см. рисунок 6.9) по границам зерен за счет взаимодействия локализованного внутриверенного деформирования и межзеренного проскальзывания зарождаются и растут микротрещины (подробнее этот механизм рассмотрен в разделе 6.3.3). Распределение этих микротрещин по объему испытываемого образца практически однородно, т.к. однородно НДС в образце.

Зернограничные микротрещины приводят к локализации деформации в зонах, примыкающих к границам зерен. В частности, происходит локализация деформации в зоне А (см. рисунок 6.10), расположенной у поверхности образца. Деформация в зоне А близка к деформации пассивирующей пленки. Когда деформация в зоне А достигает величины  $\varepsilon_f^{\text{film}}$ , при которой разрушается пассивирующая пленка, начинается процесс развития коррозионного растрескивания, т.к. происходит доступ среды к «свежему» металлу. После разрушения первой перемычки между микротрещинами («зоны А» на рисунке 6.10), разрушение второй перемычки будет происходить за счет двух встречных процессов: дальнейшего развития коррозионной трещины и роста микротрещины за счет локализованного деформирования и межзеренного проскальзывания. Ясно, что по мере разрушения очередной перемычки, напряжение в последующей перемычке будет возрастать. Поэтому процесс развития КРН идет с ускорением. Описанный процесс соответствует третьей стадии ползучести. Высокая скорость КРН приводит к высокой  $\dot{\varepsilon}^c$  на третьей стадии ползучести, что наблюдается в эксперименте.

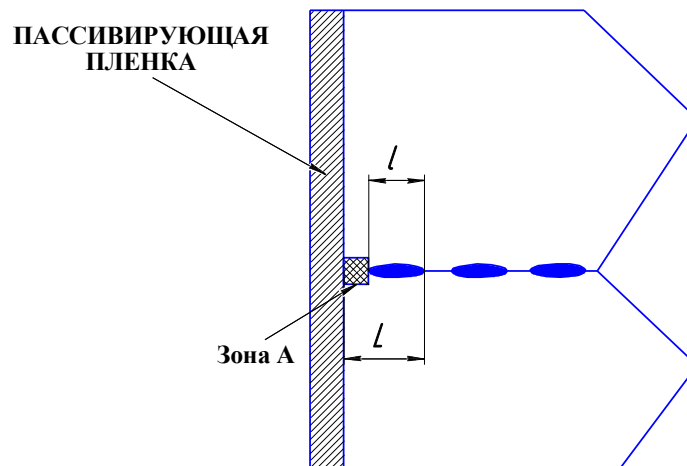


Рисунок 6.10 – Образование микротрещин на границе зерен

Следует отметить, что образующаяся в результате коррозии пассивирующая пленка состоит из двух слоев. Внутренний слой представляет собой железохромоникелевую шпинель ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ), обогащенную по хрому и обедненную по железу и никелю по сравнению с химическим составом основного металла, и магнетит ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ); внешний слой – железоникелевую шпинель с небольшим содержанием хрома ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) [81, 134]. Таким образом, образующиеся при развитии трещины продукты коррозии, имеют меньшую плотность чем матрица стали [160]. Поэтому полость трещины заполняется этими продуктами, и они препятствуют попаданию воды к вершине трещины. Следовательно, для того, чтобы процесс коррозии шел, необходимо разрушить малопрочные продукты

коррозии посредством увеличения раскрытия трещины. Эту роль выполняет деформация ползучести. Кроме того, ползучесть приводит к деформированию перемычек между микротрещинами и обеспечивает рост микротрещин. При испытании в условиях медленной скорости деформирования (SSRT) такую роль выполняет активная неупругая деформация  $\varepsilon^{\text{inel}}$ , равная сумме деформации ползучести  $\varepsilon^c$  и мгновенной пластической деформации  $\varepsilon^p$ .

Исходя из вышеизложенного, при испытании образца при постоянной нагрузке в качестве инициации КРН (зарождение трещины или трещин) и начала развития трещины (или трещин) может быть принято условие в виде

$$\varepsilon_{\text{gb}}^c = \varepsilon_f^{\text{film}}, \quad (6.1)$$

где  $\varepsilon_{\text{gb}}^c$  – локальная деформация ползучести в зоне у границы зерна, ближайшего к поверхности образца (зона А на рисунок 6.10),  $\varepsilon_f^{\text{film}}$  – критическая деформация разрушения пассивирующей плёнки.

Величина  $\varepsilon_{\text{gb}}^c$  может быть оценена, исходя из зависимости

$$\varepsilon_{\text{gb}}^c = K_{\varepsilon}^{\text{gb}} \cdot \varepsilon^c, \quad (6.2)$$

где  $K_{\varepsilon}^{\text{gb}}$  – коэффициент концентрации деформации;  $\varepsilon^c$  – деформация ползучести образца, определяемая из эксперимента.

Принимая в качестве момента инициации КРН и начала развития трещин переход от первой стадии на третью стадию ползучести, согласно уравнению (6.2) величина критической деформации пассивирующей пленки может быть оценена из уравнения

$$\varepsilon_f^{\text{film}} = K_{\varepsilon}^{\text{gb}} \cdot \varepsilon_1^c, \quad (6.3)$$

где  $\varepsilon_1^c$  может рассматриваться как критическая деформация, характеризующая разрушение пассивирующей пленки, при котором происходит инициация КРН.

Следует отметить, что  $\varepsilon_1^c$  характеризует инициацию КРН только в случае, когда КРН образца сопровождается ползучестью, включающей I<sup>yo</sup> и III<sup>yo</sup> стадии. При этом, исходя из представленных экспериментальных данных, можно принять, что величина  $\varepsilon_1^c$  не зависит от уровня напряжений и марки аустенитной стали (одна и та же для 304 стали и стали 08X18H10T), и может быть принята равной некоторой константе из экспериментально полученного диапазона (0,0010÷0,0014).

Для реализации развития межзеренных трещин по механизму КРН сразу после их зарождения необходимо выполнить следующие условия:

а) наличие непрерывного деформирования образца для разрушения продуктов коррозии в полости развивающейся трещины;

б) наличие межзеренного проскальзывания, т.к. только в этом случае образуются межзеренные микротрещины (см. раздел 6.1), приводящие к локализации деформирования по границам зерен и быстрому развитию КРН. Само по себе межзеренное проскальзывание также приводит к локализованному деформированию по границам зерен.

Таким образом, как условие «а», так и условие «б» требуют наличия постоянного деформирования образца. Для разрушения продуктов коррозии (условие «а»), скорость деформирования должна быть ненулевой. При большой скорости деформирования разрушение продуктов коррозии будет происходить сразу после их образования. При малой скорости деформирования разрушение продуктов коррозии может последовать через некоторое время после их образования и остановки трещины вследствие прекращения доступа среды к «свежему» металлу.

Межзеренное проскальзывание уменьшается по мере увеличения вклада пластической деформации в неупругое деформирование материала.

Следовательно, именно условие «б» будет ограничивать развитие КРН по межзеренному механизму. При невыполнении условия (б), т.е. при отсутствии межзеренного проскальзывания, КРН может развиваться в основном по транскристаллитному механизму за счет локализованного транскристаллитного деформирования. Такое разрушение в большей степени характерно для испытаний в условиях медленной скорости деформирования, когда неупругое деформирование, в основном, происходит за счет пластической деформации, а межзеренные микротрещины не успели зародиться в области упругого деформирования. В этом случае КРН будет развиваться, если выполняется условие

$$\left(\frac{d\ell}{dt}\right)_{\text{SCC}} > \left(\frac{d\ell}{d\varepsilon^P}\right)_{\text{duct}} \cdot \dot{\varepsilon}^P, \quad (6.4)$$

где  $\left(\frac{d\ell}{dt}\right)_{\text{SCC}}$  – скорость развития трещины по механизму КРН;

$\left(\frac{d\ell}{d\varepsilon^P}\right)_{\text{duct}}$  – скорость развития трещины по механизму транскристаллитного вязкого

разрушения. Поскольку вязкое разрушение аустенитных сталей при температуре ниже 450 °С контролируется пластической деформацией  $\varepsilon^P$ , то поперек трещины  $d\ell$  определяется только  $d\varepsilon^P$  и не зависит от времени.

Из (6.4) имеем условие при котором КРН развивается при испытаниях в условиях медленной скорости деформирования

$$\dot{\varepsilon}^P < \frac{\left(\frac{d\ell}{dt}\right)_{SCC}}{\left(\frac{d\ell}{d\varepsilon^P}\right)_{duct}}. \quad (6.5)$$

Для реализации КРН по межзеренному механизму при испытаниях в условиях медленной скорости деформирования скорость должна быть настолько низкой, чтобы могли происходить процессы ползучести и межзеренного проскальзывания.

### 6.3.2 Низкотемпературная ползучесть облученных аустенитных сталей

Испытания образцов при постоянной нагрузке (см. рисунки 6.7 и 6.8) показывают, что ползучесть облученной аустенитной стали может происходить при  $T < 350$  °С. Следует отметить, что аустенитные стали в необлученном состоянии при  $T < 350$  °С обычно не проявляют склонность к ползучести. Возникает вопрос – какова природа низкотемпературной ползучести облученных сталей. С нашей точки зрения она обусловлена перестройкой микроструктуры материала, сформированной облучением, под воздействием напряжений.

Такой вывод следует, в частности, из работы [43], где показано, что под воздействием циклических деформаций, циклический предел текучести облученной аустенитной стали 08X18H10T монотонно уменьшается.

Исходя из представленных в работе [56] закономерностей, природа низкотемпературной ползучести заключается в неупругом деформировании материала за счет уменьшения предела текучести облученного материала  $\sigma_{0.2}^{obl}$ . При снижении  $\sigma_{0.2}^{obl}$  до предела текучести материала в исходном состоянии  $\sigma_{0.2}^{исх}$  низкотемпературная ползучесть прекращается.

Исходя из описанных закономерностей, уравнение низкотемпературной ползучести может быть представлено в виде

$$\varepsilon^c = C \cdot \frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E} \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^n \cdot \left[ 1 - \exp(-\beta \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^m \cdot \sqrt{t}) \right], \quad (6.6)$$

где  $\sigma_{th}^{creep}$  – напряжение, ниже которого процесс ползучести в материале отсутствует;  $\sigma$  – действующее напряжение;  $n$ ,  $m$  и  $\beta$  – константы материала;  $t$  – время.

В общем случае в уравнении (6.6) под  $\sigma$  понимаются эквивалентные напряжения, а под  $\varepsilon^c$  – эквивалентная деформация ползучести.

Из уравнения (6.6) следует, что деформация низкотемпературной ползучести выходит на насыщение (асимптоту), причем, чем выше напряжения  $\sigma$ , тем больше деформация насыщения. Такая зависимость описывает влияние напряжений на перестройку микроструктуры материала. Чем выше напряжение, тем в большей степени происходит перестройка микроструктуры материала и, следовательно, больше величина деформации ползучести, которая может быть достигнута (величина деформации насыщения). Кроме того, с увеличением  $\sigma$  возрастает скорость изменения микроструктуры, что описывается внутриэкспоненциальным членом  $\beta \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^m$ .

Следует отметить, что максимальная деформация низкотемпературной ползучести облученного материала может быть оценена, как величина, равная  $\frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E}$ , где  $E$  – модуль Юнга.

Предложенная зависимость (6.6) справедлива, если пренебречь влиянием микротрещин, образующихся при ползучести, на саму деформацию ползучести.

Влияние микротрещин на деформацию ползучести может быть учтено подобно Качанову [161] и Работнову [162] посредством введения эффективных напряжений. Тогда уравнение (6.6) можно представить в виде

$$\varepsilon^c = \frac{C}{K_e^{gb}} \cdot \frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E} \cdot (\sigma_{eff})^n \cdot [1 - \exp(-\beta \cdot (\sigma_{eff})^m \cdot \sqrt{t})], \quad (6.7)$$

где

$$\sigma_{eff} = \frac{\sigma - \sigma_{th}^{creep}}{1 - \omega}, \quad (6.8)$$

$\omega$  – некоторая мера повреждений материала, обусловленного зарождением и развитием микротрещин.

Определим параметр  $\omega$  как

$$\omega = \left( \frac{\ell}{L} \right), \quad (6.9)$$

где  $L$  – расстояние между зернограницными микротрещинами,  $\ell$  – длина зернограницной микротрещины (см. рисунок 6.10).

Размер зернограницной микротрещины определяется двумя процессами: транскристаллитным локализованным деформированием и межзеренным проскальзыванием. Эти процессы могут протекать как параллельно, так последовательно, когда межзеренное проскальзывание происходит после транскристаллитного локализованного деформирования. Схема роста зернограницной микротрещины показана на рисунке 6.11.

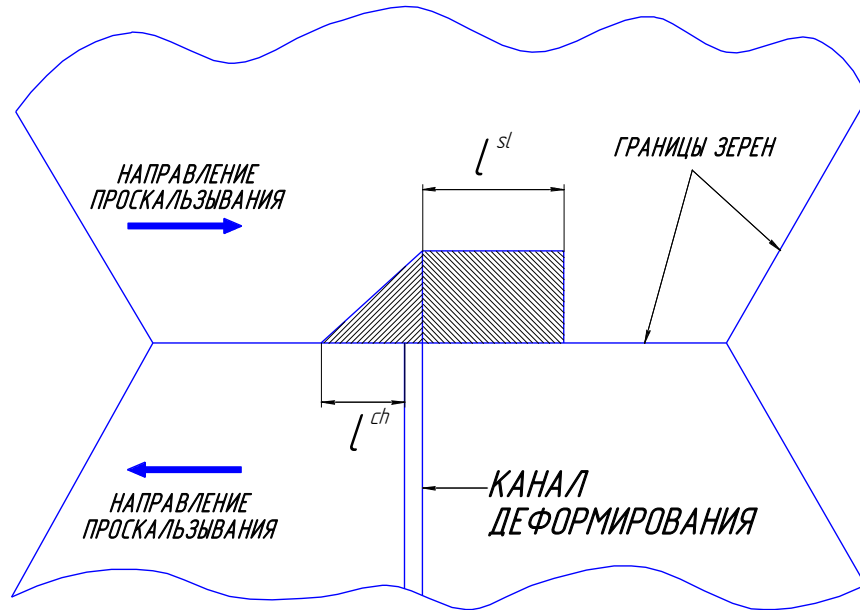


Рисунок 6.11 – Схема роста зернограничной микротрещины; транскристаллитное локальное деформирование происходит в канале деформирования

На этом рисунке  $l^{ch}$  – длина несплошности, образованной за счет концентрации напряжений у границы зерна при локализованном деформировании. Чем меньше аккомодационные процессы, тем больше  $l^{ch}$ . При полной аккомодации  $l^{ch} \approx 0$ .  $l^{sl}$  – длина несплошности, обусловленной межзеренным проскальзыванием.

Величина  $l^{ch}$  зависит от величины деформации в канале  $\varepsilon^{ch}$ . В первом приближении  $\varepsilon^{ch} \approx \frac{\varepsilon_{gr}^c}{\rho}$ , где  $\rho$  – плотность каналов, а  $\varepsilon_{gr}^c$  – внутриверенная деформация ползучести. Необходимо отметить, что плотность каналов деформирования  $\rho$  определяется микроструктурой материала и, в частности, размером зерна [163]. Учитывая, что  $\rho \sim \frac{1}{L}$ , где  $L$  – расстояние между каналами, получим  $\varepsilon^{ch} \sim \varepsilon_{gr}^c \cdot L$ . Тогда  $l^{ch} = k_1 \cdot \varepsilon_{gr}^c \cdot L$ , где  $k_1$  – коэффициент, зависящий от прочности границы зерна.

Величина  $l^{sl}$  может быть рассчитана по формуле

$$l^{sl} = k_2 \cdot \varepsilon^{sl} \cdot L, \quad (6.10)$$

где  $\varepsilon^{sl}$  – деформация, обусловленная межзеренным проскальзыванием,  $k_2$  – некоторый коэффициент.

Таким образом,

$$l = l^{ch} + l^{sl} = k_1 \cdot \varepsilon_{gr}^c \cdot L + k_2 \cdot \varepsilon^{sl} \cdot L \quad (6.11)$$



Введем  $\eta \approx \frac{\varepsilon_{gr}^c}{\varepsilon^c}$ , где  $\varepsilon^c$  – деформация ползучести. Тогда, учитывая, что  $\varepsilon^{sl} = (1 - \eta) \cdot \varepsilon^c$  уравнение (6.11) можно представить в виде:

$$\frac{\ell}{L} = k_1 \cdot \eta \cdot \varepsilon^c + k_2 \cdot (1 - \eta) \cdot \varepsilon^c = (k_1 \cdot \eta + k_2 \cdot (1 - \eta)) \cdot \varepsilon^c \quad (6.12)$$

Как уже упоминалось, в общем случае прочность границ зерен уменьшается с ростом нейтронной дозы  $D$  или с увеличением скорости генерации гелия  $\frac{dC_{He}}{dD}$ , где  $C_{He}$  – концентрация гелия, образующегося за счет ядерных реакций, в материале. Поэтому с увеличением  $D$  и (или)  $\frac{dC_{He}}{dD}$  величина  $\ell^{ch}$  увеличивается при одном и том же уровне деформации в канале. Таким образом, с ростом  $D$  и (или)  $\frac{dC_{He}}{dD}$  увеличивается коэффициент  $k_1$ .

С увеличением  $D$  увеличивается предел текучести, что приводит к уменьшению

величины  $\frac{\varepsilon_{gr}^c}{\varepsilon}$  и увеличению величины  $\frac{\varepsilon^{sl}}{\varepsilon}$ .

Поскольку вклад деформации зернограничного проскальзывания в рост микротрещины больше, чем  $\varepsilon_{gr}^c$  (т.е.  $k_2 > k_1$ ), то с увеличением повреждающей дозы  $D$  растет параметр  $(k_1 \cdot \eta + k_2 \cdot (1 - \eta))$ . В общем случае при  $\frac{dC_{He}}{dD} = \text{const}$  уравнение (6.12) можно представить в виде

$$\frac{\ell}{L} = \varepsilon^c \cdot f(D), \quad (6.13)$$

где  $f(D)$  – некоторая монотонно-возрастающая функция  $D$ .

### 6.3.3 Определяющие уравнения модели коррозионного растрескивания

Учитывая (6.2), (6.9) и (6.13), уравнение (6.7) можно записать в виде:

$$\varepsilon^c = \frac{C}{K_{\varepsilon}^{gb}} \cdot \frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E} \cdot \left( \frac{\sigma - \sigma_{th}^{creep}}{1 - f(D) \cdot \varepsilon^c} \right)^n \cdot (1 - \exp(-\beta \cdot \left( \frac{\sigma - \sigma_{th}^{creep}}{1 - f(D) \cdot \varepsilon^c} \right)^m \cdot \sqrt{t})), \quad (6.14)$$

Для развития инженерной модели инициации КРН упростим уравнение (6.14) так, чтобы зависимость  $\varepsilon^c(t, \sigma, D)$  можно было представить в явном виде.

Для этого влияние повреждающей дозы на деформацию ползучести представим в явном виде вместо неявного представления через функцию  $f(D)$ .

Тогда упрощенный вид уравнения (6.14) может быть представлен в виде

$$\varepsilon^c = \frac{C}{K_\varepsilon^{gb}} \cdot \frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E} \cdot \exp(\alpha \cdot D) \cdot (\sigma_{eq} - \sigma_{th}^{creep})^n \cdot (1 - \exp(-\beta \cdot (\sigma_{eq} - \sigma_{th}^{creep})^m \cdot \sqrt{t})), \quad (6.15)$$

В качестве критерия инициации КРН, согласно уравнениям (6.1)-(6.3) примем условие

$$\varepsilon^c = \varepsilon_I^c. \quad (6.16)$$

Уравнения (6.14) или (6.15) в сочетании с критерием в виде (6.16) принципиально позволяют определить влияние напряжения и дозы облучения на время до инициации КРН.

Для реализации такой возможности должны быть определены все неизвестные коэффициенты, параметры и функции, входящие в уравнения (6.14) и (6.15).

Представленное уравнение ползучести (6.14) в совокупности с условием инициации КРН (6.16) позволяет сформулировать уравнение, описывающее влияние нейтронного облучения на пороговое напряжение инициации КРН. Пороговое напряжение инициации КРН  $\sigma_{th}^{IASCC}$  представляет собой напряжение, ниже которого инициация КРН для заданной повреждающей дозы не происходит при любом времени испытаний.

Величина  $\sigma_{th}^{IASCC}$  для заданной дозы нейтронного облучения может быть рассчитана из уравнения (6.14) при условии выполнения критерия (6.16) при  $t \rightarrow \infty$ . В этом случае

$$\sigma_{th}^{IASCC}(D) = \left( \frac{K_\varepsilon^{gb} \cdot E}{C} \cdot \frac{\varepsilon_I^c}{\Delta\sigma_{0.2}(D)} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot (1 - f(D) \cdot \varepsilon_I^c) + \sigma_{th}^{creep}, \quad (6.17)$$

где  $\Delta\sigma_{0.2} = \sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}$  увеличение предела текучести под облучением.

Для оценки времени до разрушения  $t_f$ , отвечающего моменту выполнения условия (6.16), при напряжениях выше  $\sigma_{th}^{IASCC}$  уравнение (6.14) с учетом уравнения (6.17) можно преобразовать к виду

$$t_f = \left[ \frac{\ln \left[ 1 - \left( \frac{\sigma_{th}^{IASCC} - \sigma_{th}^{creep}}{\sigma - \sigma_{th}^{creep}} \right)^n \right]}{\beta \left( \frac{\sigma - \sigma_{th}^{creep}}{\sigma_{th}^{IASCC} - \sigma_{th}^{creep}} \right)^m \cdot \left( \frac{K_\varepsilon^{gb} \cdot E}{C} \cdot \frac{\varepsilon_I^c}{\Delta\sigma_{0.2}(D)} \right)^{\frac{m}{n}}} \right]^2 \quad (6.18)$$

Необходимо отметить, что при применении уравнений для анализа инициации КРН в условиях неодноосного напряженного состояния, под  $\sigma$  и  $\varepsilon^c$  следует понимать эквивалентное напряжение  $\sigma_{eq}$  и эквивалентную деформацию  $\varepsilon_{eq}^c$ , т.к. основными

механическими факторами, влияющими на инициацию КРН, являются сдвиговые напряжения и деформации.

Практическое использование уравнения (6.14) затруднено вследствие невозможности получить аналитическое решение относительно  $\varepsilon^c$ . Поэтому для инженерного применения модели КРН был предложен следующий упрощенный вид уравнения ползучести

$$\varepsilon^c = \frac{C}{K_\varepsilon^{gb}} \cdot \frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E} \cdot \exp(\alpha \cdot D) \cdot (\sigma_{eq} - \sigma_{th}^{creep})^n \cdot (1 - \exp(-\beta \cdot (\sigma_{eq} - \sigma_{th}^{creep})^m \cdot \sqrt{t})) \quad (6.19).$$

Аналогично использованным выше подходам, из уравнений (6.16) и (6.19) также можно вывести зависимости для определения порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}$  и времени до разрушения  $t_f$  при напряжениях, выше  $\sigma_{th}^{IASCC}$ :

$$\sigma_{th}^{IASCC}(D) = \left( \frac{K_\varepsilon^{gb} \cdot E}{C} \cdot \frac{\varepsilon_I^c}{\Delta\sigma_{0.2}(D)} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \exp\left(-\frac{\alpha}{n} \cdot D\right) + \sigma_{th}^{creep} \quad (6.20)$$

$$t_f = \left[ \frac{\ln \left[ 1 - \left( \frac{\sigma_{th}^{IASCC} - \sigma_{th}^{creep}}{\sigma - \sigma_{th}^{creep}} \right)^n \right]}{\beta (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^m} \right]^2 \quad (6.21)$$

#### 6.3.4 Определение параметров в уравнениях ползучести и прогнозирование КРН

Как видно из предыдущего раздела, зная коэффициенты в уравнениях, описывающих низкотемпературную ползучесть облученного аустенитного материала и величину, характеризующую критическую деформацию  $\varepsilon_I^c$ , можно спрогнозировать сопротивление материала КРН.

Для определения коэффициентов в уравнениях ползучести (6.14) и (6.19) воспользуемся экспериментальными данными, полученными при испытании материала выгородки выведенного из эксплуатации реактора Chooz PWR (Франция), изготовленной из стали 304 в отожженном состоянии. Испытания проводились при различных величинах постоянной нагрузки в среде, имитирующей теплоноситель I-го контура PWR, при температуре 340 °C на материале, облученном до двух повреждающих доз – 15 и 30 сна. Результаты испытаний представлены в разделе 6.2.2.

В первую очередь определим коэффициенты в уравнении ползучести (6.19).

Известно, что приращение предела текучести при повреждающих дозах свыше 15 сна выходит на насыщение и практически не изменяется с повышением повреждающей дозы [10, 111]. Модуль Юнга материала  $E$  также слабо зависит от повреждающей дозы [164]. Поэтому для всех рассматриваемых образцов допустимо принять  $\frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E} \approx const.$

Исходя из этого допущения уравнение (6.19) можно записать в следующем виде

$$\varepsilon^c = C_\sigma \cdot \exp(\alpha \cdot D) \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^n \cdot (1 - \exp(-\beta \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^m \cdot \sqrt{t})), \quad (6.22)$$

где  $C_\sigma$  – параметр, в общем случае зависящий от дозы

$$C_\sigma = \frac{C}{K_\varepsilon^{gb}} \cdot \frac{\sigma_{0.2}^{obl} - \sigma_{0.2}^{исх}}{E}, \quad (6.23)$$

Представим уравнение (6.22) в виде

$$\varepsilon^c = A \cdot (1 - \exp(-B \cdot \sqrt{t})), \quad (6.24)$$

где

$$A = C_\sigma \cdot \exp(\alpha \cdot D) \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^n, \quad (6.25)$$

$$B = \beta \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^m. \quad (6.26)$$

Согласно предлагаемой модели инициация КРН происходит при переходе от первой стадии ползучести к третьей. В связи с этим, для определения параметров, как в уравнении (6.22), так и в уравнении (6.14) будем использовать экспериментальные данные, отвечающие первой стадии ползучести образцов из материала выгородки реактора Chooz PWR.

Величину  $\sigma_{th}^{creep}$  можно оценить следующим образом. Как представлено в разделе 6.3.2, природа низкотемпературной ползучести заключается в неупругом деформировании материала за счет перестройки дислокационной структуры, созданной в процессе облучения, и восстановления исходной микроструктуры материала. При снижении  $\sigma_{0.2}^{obl}$  до предела текучести материала в исходном состоянии  $\sigma_{0.2}^{исх}$  низкотемпературная ползучесть прекратится. Аналогично подходу, использованному в работе [114], в качестве нижней оценки величины  $\sigma_{th}^{creep}$  в первом приближении примем предел текучести хромоникелевой аустенитной стали в исходном состоянии равным 217 МПа при температуре 340 °С.

На основании аппроксимации экспериментальных данных уравнением (6.24) методом наименьших квадратов были получены значения параметров  $A$  и  $B$

представленные в таблице 6.1. Сопоставление расчетных и экспериментальных данных представлено на рисунке 6.12.

Для определения коэффициентов  $\beta$  и  $m$  в уравнении (6.22) на основании данных таблицы 6.1 была построена зависимость  $B(\sigma)$ , аппроксимированная уравнением (6.26). Полученные методом наименьших квадратов значения коэффициентов равны  $\beta = 3,74 \cdot 10^{-4}$  и  $m = 1,19$  для случая, когда  $B$  имеет размерность  $\text{ч}^{-1/2}$ . Результаты аппроксимации представлены на рисунке 6.13.

Таблица 6.1 – Результаты аппроксимации экспериментальных данных уравнением (6.24)

Образец	Доза, сна	Напряжение $\sigma$ , МПа	A	B, $\text{ч}^{-1/2}$
СТ3	15	550	0.0013	0.313
СТ2	15	700	0.0018	0.592
С12	30	400	0.00105	0.218
С1	30	500	0.0018	0.309

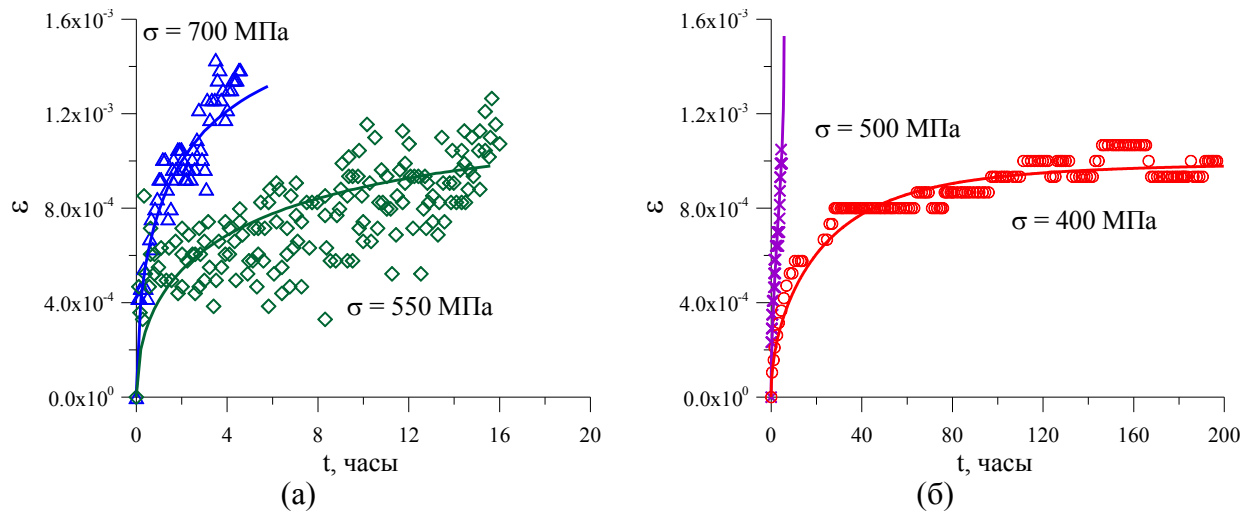


Рисунок 6.12 – Сопоставление экспериментальных данных для 15 сна (а) и 30 сна (б) и зависимостей, рассчитанных по уравнению (6.24), при значениях коэффициентов A и B, указанных в таблице 6.1:  $\triangle$  – образец с маркировкой СТ2,  $\diamond$  – образец с маркировкой СТ3,  $\circ$  – образец с маркировкой С12,  $\times$  – образец с маркировкой С1

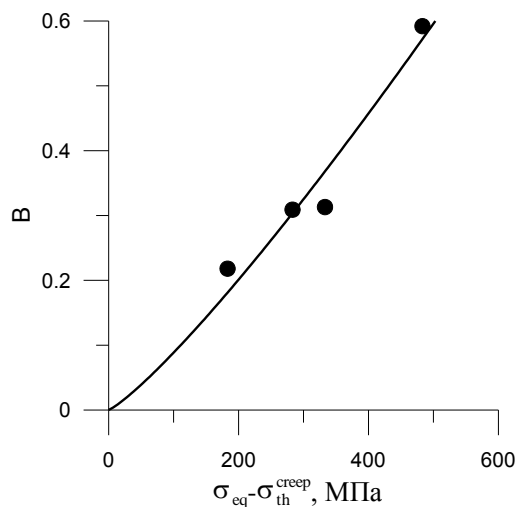


Рисунок 6.13 – Аппроксимация численных значений  $B(\sigma - \sigma_{th}^{creep})$  уравнением (6.26)

Для определения коэффициентов  $C_\sigma$ ,  $\alpha$  и  $n$  в уравнении (6.25) численные данные  $A(\sigma)$  для одной и той же величины  $D$  были аппроксимированы зависимостью вида

$$A = E \cdot (\sigma - \sigma_{th}^{creep})^n, \quad (6.27)$$

где

$$E = C_\sigma \cdot \exp(\alpha \cdot D). \quad (6.28)$$

На первом этапе два значения  $E$  были определены для двух величин  $D$ , равных 15 и 30 сна (таблица 6.2). При этом принималось, что коэффициент  $n$  не зависит от  $D$ . На втором этапе значения  $\alpha$  и  $C_\sigma$  определялись на основании двух уже определенных значений  $E$ . При этом использовалось уравнение (6.28).

Таблица 6.2 – Результаты аппроксимации зависимости  $A(\sigma)$  уравнением (6.27)

Образец	Доза $D$ , сна	$E$	$n$
СТ3 СТ2	15	$2.07 \cdot 10^{-6}$	1.1
С12 С11	30	$3.58 \cdot 10^{-6}$	1.1

В результате получены следующие значения  $\alpha = 0,037$  и  $C_\sigma = 1,19 \cdot 10^{-6}$ . Аппроксимация численных значений  $A(\sigma)$  уравнением (6.27) для двух уровней дозы приведена на рисунке 6.14.

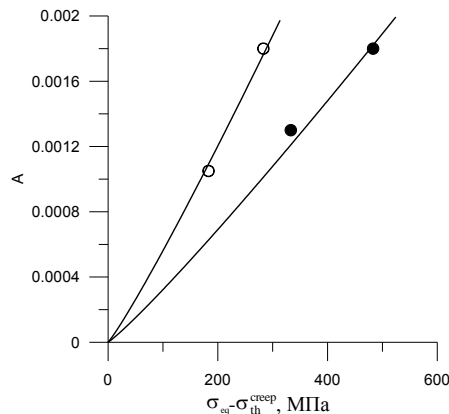


Рисунок 6.14 – Аппроксимация численных значений  $A(\sigma)$  уравнением (6.27) для двух уровней дозы  $D$ :  $\circ$  – 30 сна,  $\bullet$  – 15 сна

Таким образом, в результате обработки экспериментальных данных для стали 304, представленных в разделе 6.2.2, получены следующие значения коэффициентов в уравнении (6.22) при  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа:  $C_\sigma = 1,19 \cdot 10^{-6}$ ,  $n = 1,1$ ,  $\alpha = 0,037$ ,  $\beta = 3,74 \cdot 10^{-4}$  и  $m = 1,19$ .

Сравнение прогнозных кривых, построенных по уравнению (6.22) при значении  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа (сплошные кривые), с экспериментальными данными представлено на рисунке 6.15.

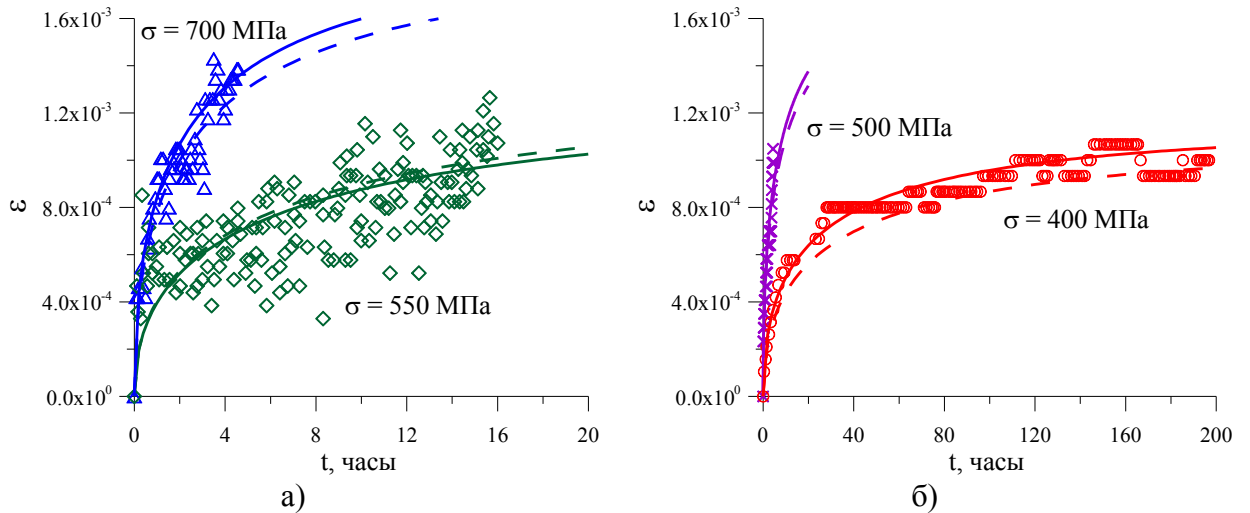


Рисунок 6.15 – Сопоставление прогнозных кривых, построенных по уравнению (6.22), с экспериментальными данными для 15 сна (а) и 30 сна (б):  $\triangle$  - СТ2,  $\diamond$  – СТ3,  $\circ$  - С12,  $\times$  - С1; ——— кривые для  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа,; - - - - кривые для  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа

Рассмотрим возможность прогнозирования инициации КРН на базе полученных параметров уравнения ползучести при помощи представленных выше уравнений (6.20) и (6.21) для расчета порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}$  и времени до разрушения  $t_f$ .

При повреждающих дозах ниже 10-15 сна, при которых еще не наступает насыщение радиационного упрочнения материала, параметр  $C_\sigma$ , согласно (6.23), является функцией дозы. Исходя из этого, для проведения количественных расчетов по формулам (6.20) и (6.21) необходимо знать зависимость приращения предела текучести от дозы нейтронного облучения  $\Delta\sigma_{0,2}(D) = \sigma_{0,2}^{obl}(D) - \sigma_{0,2}^{исх}$ .

Для рассматриваемой 304 стали в работе [45] на базе результатов испытаний образцов, облученных в реакторах различных типов, получена следующая зависимость для описания приращения предела текучести материала, облученного и испытанного при температурах 300-400 °С:

$$\Delta\sigma_{0,2} = 600 \cdot \left[ 1 - \exp\left(-\frac{D}{3,0}\right) \right]. \quad (6.29)$$

Для построения зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  по уравнению (6.20) были использованы следующие значения параметров. В разделе 6.2.2 было показано, что на базе экспериментальных данных, величина  $\varepsilon_1^c$  может быть принята равной 0,001. Значение модуля Юнга было принято равным  $E = 2 \cdot 10^5$  МПа.

Подставляя константы  $C_\sigma$ ,  $n$ ,  $\beta$  и  $m$ , определенные для уравнения (6.22), в уравнение (6.20), используя соотношение (6.23) и принимая  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа, была рассчитана зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , представленная на рисунке 6.16 (сплошная линия). На

этом же рисунке представлены имеющиеся экспериментальные данные по инициации КРН.

Как видно из рисунка, зависимость (6.20) при  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа дает вполне удовлетворительный прогноз. В то же время в области высоких повреждающих доз кривая  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  лежит значительно ниже экспериментальных данных. Из структуры уравнения (6.20) ясно, что при высоких дозах пороговое напряжение инициации КРН полностью определяется величиной  $\sigma_{th}^{creep}$ . Для большего согласования имеющихся экспериментальных данных, по-видимому, надо принять более высокое значение  $\sigma_{th}^{creep}$ , скажем, равное 300 МПа.

В связи с этим дополнительно была выполнена аппроксимация экспериментальных данных по ползучести стали 304 уравнением (6.22) принимая  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа. В результате были получены следующие коэффициенты:  $C_{\sigma} = 1,46 \cdot 10^{-5}$ ,  $n=0,73$ ,  $\alpha = 0,031$ ,  $\beta = 3,18 \cdot 10^{-3}$  и  $m = 0,86$ . Сопоставление полученных прогнозных кривых (пунктирные кривые) с экспериментальными данными приведено на рисунке 6.15.

Прогнозная зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  для величины  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа и соответствующих коэффициентов  $C_1$ ,  $n$ ,  $\beta$  и  $m$  также представлена на рисунке 6.16 (пунктирная линия).

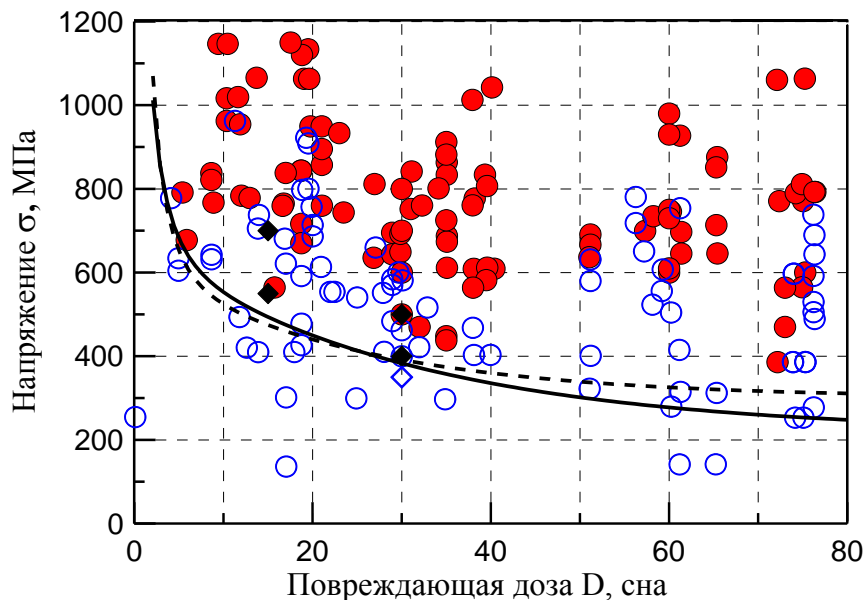


Рисунок 6.16 – Сопоставление оригинальных данных для ВКУ реактора Chooz A (◇, ◆) и имеющихся экспериментальных данных (○, ●) [115-119] с прогнозной зависимостью  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , описываемой уравнением (6.20) при различном значении  $\sigma_{th}^{creep}$  для  $\Delta\sigma_{0,2}$ , описываемого уравнением (6.29): ◇, ○ – образцы без КРН, ●, ◆ – образцы, в которых наблюдалась инициация КРН, ————  $\sigma_{th}^{creep}=217$  МПа, - - - -  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа



Сопоставление двух расчетных кривых  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  на рисунке 6.16 показывает, что при  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа расчетная кривая несколько лучше описывает экспериментальные данные в области высоких повреждающих доз, нежели при  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа. В то же время величина  $\sigma_{th}^{creep}$  практически не оказывает влияния на зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  при  $D < 30$  сна.

Расчетные зависимости времени до разрушения  $t_f$ , построенные согласно уравнению (6.21) для  $\epsilon_1^c \approx 0,001$ , и коэффициентов, определенных для уравнения (6.22), представлены на рисунке 6.17. На этом же рисунке представлены экспериментальные данные по времени разрушения образцов, вырезанных из металла выгородки реактора Chooz PWR, при КРН. Помимо четырех образцов, разрушившихся в процессе испытания и использованных для определения параметров уравнения (6.20), на рисунок добавлена точка, соответствующая образцу, облученному до 30 сна, который испытывался при постоянной нагрузке 350 МПа и не разрушился в течение 3000 ч.

Как видно из рисунка, расчетные зависимости достаточно хорошо описывают экспериментальные данные. Поскольку при  $\sigma \rightarrow \sigma_{th}^{IASCC}$  величина  $t_f \rightarrow \infty$ , образец, испытанный при нагрузке 350 МПа, не должен разрушиться, так как для дозы 30 сна величина  $\sigma_{th}^{IASCC}$  превышает 350 МПа.

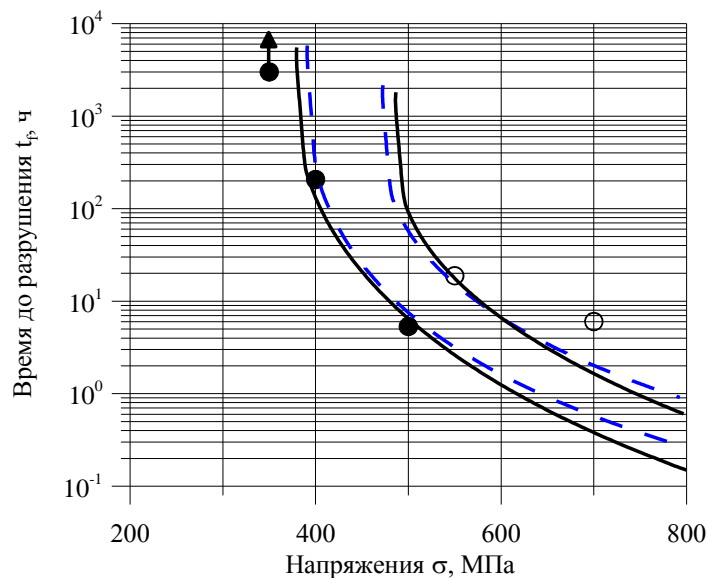


Рисунок 6.17 – Сопоставление прогнозных зависимостей времени до разрушения (6.21) с экспериментальными результатами при различном значении  $\sigma_{th}^{creep}$ : ○ – образцы, облученные до 15 сна, ● – образцы, облученные до 30 сна,  
 — -  $\sigma_{th}^{creep} = 217$  МПа, - - - -  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа

Точка, соответствующая образцу, испытанному при нагрузке 700 МПа лежит выше кривой, т.е. имеет большее время до разрушения, чем показал расчет. По-видимому, это

обусловлено тем, что для этого образца величина  $\varepsilon_1^c$  была больше, чем принята в расчете, и составляла  $1,4 \cdot 10^{-3}$  (см. данные, представленные в разделе 6.2.2).

Вернемся к общему виду уравнения низкотемпературной ползучести (6.14). Одним из неизвестных параметров в нём является функция  $f(D)$ . В то же время, из уравнения (6.17) можно определить вид функции  $f(D)$ , зная зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ . В качестве зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  целесообразно использовать зависимость (6.20), т.к. эта зависимость достаточно хорошо описывает имеющие экспериментальные данные (см. рисунок 6.16).

Тогда, приравняв друг к другу правые части уравнений (6.17) и (6.20) и сокращая общие члены зависимость  $f(D)$  может быть представлена в виде:

$$f(D) = \frac{1}{\varepsilon_1^c} \cdot \left( 1 - \exp\left(-\frac{\alpha}{n} \cdot D\right) \right). \quad (6.30)$$

В общем виде представим  $f(D)$  так:

$$f(D) = \frac{1}{\varepsilon_1^c} \cdot (1 - \exp(-\gamma \cdot D)). \quad (6.31)$$

Зная вид функции  $f(D)$  найдем параметры уравнения ползучести (6.14). Ввиду невозможности его аналитического решения относительно  $\varepsilon^c$  и разделения уравнения (6.14) на независимые уравнения (как было сделано для уравнения (6.22)) коэффициенты  $C_\sigma$ ,  $n$ ,  $\beta$ ,  $m$  и  $\gamma$  в уравнении (6.14) могут быть определены только посредством минимизации ошибки аппроксимации этим уравнением всех 4 наборов данных.

В качестве начального приближения были взяты значения этих коэффициентов  $C_\sigma$ ,  $n$ ,  $\beta$ ,  $m$  и  $\gamma$ , полученные ранее для уравнения (6.22). При этом величина  $\sigma_{th}^{creep}$  принималась равной 300 МПа. В качестве начального приближения величины  $\gamma$  в уравнении (6.31) принималось значение  $\alpha/n$ .

В результате минимизации ошибки аппроксимации всех 4 наборов данных уравнением (6.14) были получены следующие значения коэффициентов:  $C_\sigma = 8,25 \cdot 10^{-5}$ ,  $n = 0,45$ ,  $\beta = 3,5 \cdot 10^{-2}$ ,  $m = 0,455$ ,  $\gamma = 3,1 \cdot 10^{-2}$ .

Сопоставление прогнозных кривых, построенных по уравнению (6.14), с экспериментальными данными представлено на рисунке 6.18.

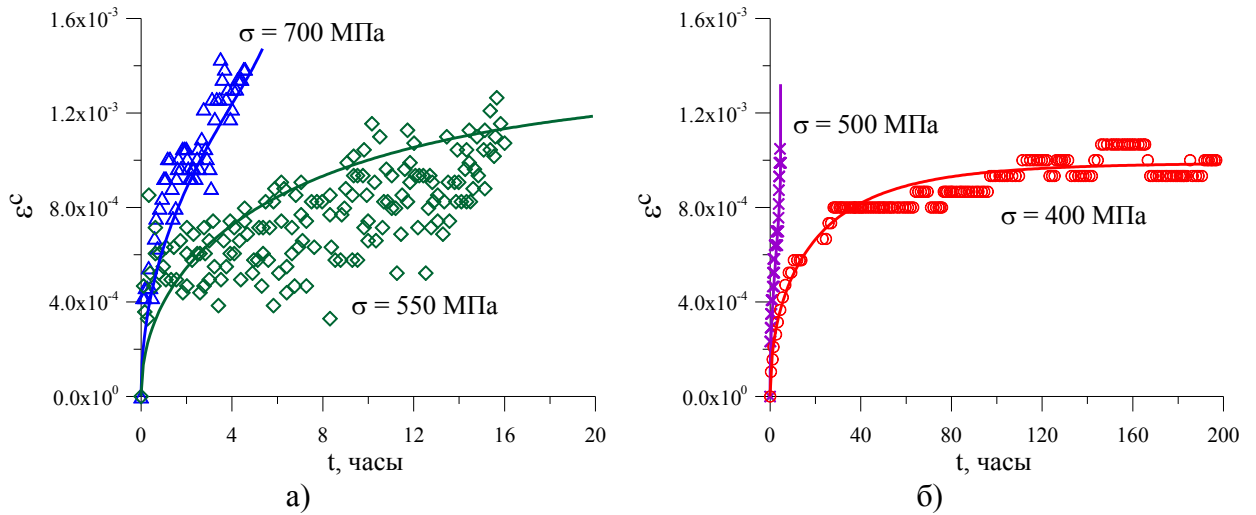


Рисунок 6.18 – Сопоставление прогнозных кривых, построенных по уравнению (6.14), с экспериментальными данными для 15 сна (а) и 30 сна (б):  $\triangle$  - СТ2,  $\diamond$  – СТ3,  $\circ$  - С12,  $\times$  - С1; — — прогнозныe кривые

На базе полученных параметров уравнения ползучести (6.14) и выведенных ранее уравнений (6.17) и (6.18) для прогнозирования инициации КРН проведем расчет зависимости порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  и времени до разрушения  $t_f$ .

Результаты расчета зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$  и её сопоставление с экспериментальными данными представлены на рисунке 6.19.

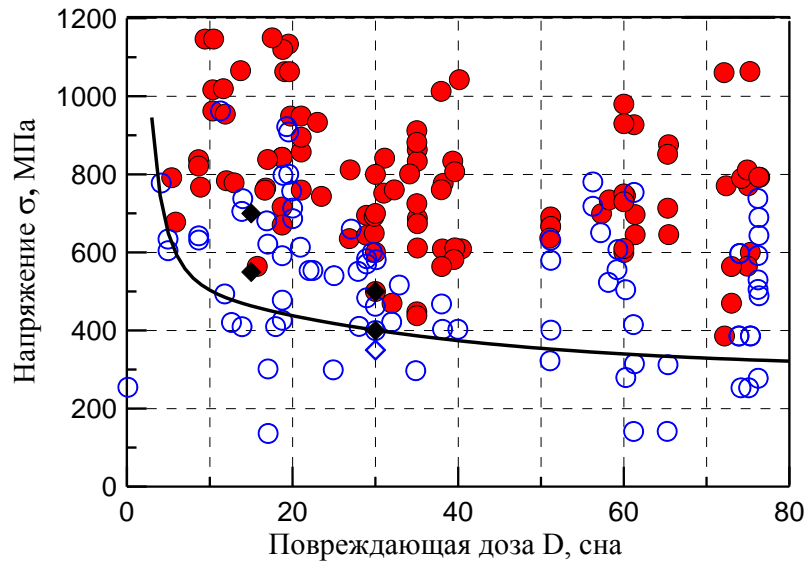


Рисунок 6.19 – Сопоставление оригинальных данных для ВКУ реактора Chooz A ( $\diamond$ ,  $\blacklozenge$ ) и имеющихся экспериментальных данных ( $\circ$ ,  $\bullet$ ) [115-119] с прогнознoй зависимoстью  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , описываемoй уравнением (6.17) при  $\sigma_{th}^{creep} = 300$  МПа:  $\diamond$ ,  $\circ$  – образцы без КРН,  $\bullet$ ,  $\blacklozenge$  – образцы, в которых наблюдалась инициация КРН

На рисунке 6.20, аналогично рисунку 6.17, представлено сопоставление экспериментальных данных с расчетными зависимостями  $t_f$ , построенными согласно уравнению (6.18) для  $\varepsilon_1^c \approx 0,001$  и коэффициентов, определенных для уравнения (6.14).

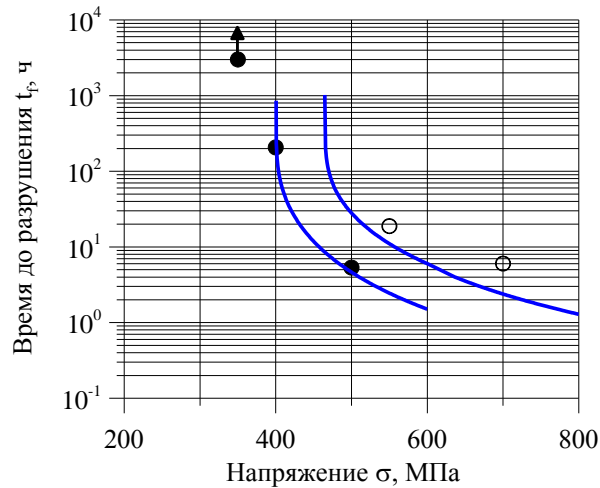


Рисунок 6.20 – Сопоставление прогнозных зависимостей времени до разрушения (6.18) с экспериментальными результатами при  $\sigma_{th}^{creep}=300$  МПа:  $\circ$  – образцы, облученные до 15 сна,  $\bullet$  – образцы, облученные до 30 сна, — - расчетные кривые

Как из рисунка 6.18, так и из рисунка 6.20 видно хорошее соответствие прогнозных зависимостей, построенных по уравнениям (6.17) и (6.18), экспериментальным данным.

Анализируя зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , представленные на рисунках 6.16 и 6.19, следует обратить внимание, что при малых дозах прогнозная величина  $\sigma_{th}^{IASCC}$  превышает предел прочности материала  $\sigma_b$  [43]. Поэтому целесообразно принять, что при  $\sigma_{th}^{IASCC} > \sigma_b$  коррозионное растрескивание под действием растягивающих напряжений не может быть достигнуто, поскольку потеря несущей способности образца происходит при  $\sigma = \sigma_b$ . В случае действия сжимающих напряжений при  $\sigma > \sigma_b$ , по-видимому, возможна инициация коррозионного растрескивания без дальнейшего развития трещины.

Оценим пороговую повреждающую дозу  $D^*$ , ниже которой инициация КРН не реализуется, а разрушение происходит за счет потери несущей способности образца. Величина  $D^*$  может быть определена из уравнения

$$\sigma_{th}^{IASCC}(D) = \sigma_b(D), \quad (6.32)$$

где  $\sigma_b(D)$  – зависимость предела прочности от дозы нейтронного облучения при температуре испытаний на КРН.

В общем виде зависимость  $\sigma_b(D)$  для заданной температуры испытаний и облучения описывается следующим уравнением [44]:

$$\sigma_b(D) = \sigma_b^{ncx} + \Delta\sigma_b(D) \quad (6.33)$$

где  $\sigma_b^{ncx}$  – предел прочности материала в необлученном состоянии,  $\Delta\sigma_b$  – приращение предела прочности под облучением.

В работе [45] для описания зависимости  $\sigma_b(D)$  для 304 стали при температурах облучения и испытания 300-400°C предложена следующая зависимость

$$\sigma_b = \sigma_b^{\text{icx}} + 350 \cdot \left[ 1 - \exp\left(-\frac{D}{3.0}\right) \right], \quad (6.34)$$

где  $\sigma_b^{\text{icx}} = 450$  МПа.

Тогда, на основании полученных зависимостей  $\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}}(D)$  и представленной зависимости  $\sigma_b(D)$ , получим пороговое значение дозы  $D^* \approx 4$  сна как для  $\sigma_{\text{th}}^{\text{creep}} = 300$  МПа, так и для  $\sigma_{\text{th}}^{\text{creep}} = 217$  МПа. Полученное значение  $D^*$  хорошо согласуется со значениями, полученным в работах [5, 122].

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 6

1. На основании анализа и обобщения литературных и оригинальных данных по КРН при постоянной нагрузке сформулирован критерий инициации КРН. В качестве такого критерия может быть принята деформация ползучести в момент перехода от I стадии к III стадии ползучести. Согласно рассмотренным экспериментам II стадия ползучести практически отсутствует.

Показано, что величина деформации ползучести в момент перехода от I стадии к III стадии не зависит от нейтронной дозы, напряжения и марки аустенитной стали (304 или 08X18N10T).

2. Рассмотрена природа низкотемпературной ползучести облученных аустенитных сталей, характерной при испытании на КРН при постоянной нагрузке. Эта ползучесть обусловлена перестройкой микроструктуры материала, сформированной облучением, под воздействием напряжений, действующих при испытании на КРН.

3. Разработана модель инициации КРН, базирующаяся на сформулированном деформационном критерии инициации трещины, анализа зарождения зернограничных микротрещин при взаимодействии стадии локализованного деформирования и межзеренного проскальзывания и полученных уравнений, описывающих низкотемпературную ползучесть облученных аустенитных сталей.

Показано, что низкотемпературная ползучесть зависит от дозы нейтронов. Такая зависимость обусловлена влиянием повреждений (микротрещин) на эффективные напряжения, контролирующие ползучесть материала.

4. Предложены упрощенная и уточненная формулировка модели. В упрощенной модели влияние облучения на скорость ползучести введено эмпирическим образом в

отличие от уточненной модели, где учитывается влияние радиационно-ускоренной эволюции микротрещин на скорость ползучести.

5. Сформулированы условия, необходимые для развития межзеренных трещин по механизму КРН. К этим условиям относятся следующие:

–непрерывное деформирование образца для разрушения продуктов коррозии в полости развивающейся трещины;

–межзеренное проскальзывание;

Зарождение межзеренных микротрещин, происходящее при межзеренном проскальзывании и локализованном внутрзеренном деформировании, ускоряет КРН по межзеренному механизму.

6. Определены численные значения параметров и коэффициентов, входящих в уравнения ползучести, а также вид и коэффициенты в функции  $f(D)$ , учитывающей влияние облучения на зарождение и рост межзеренных микротрещин.

Получено хорошее согласие кривых ползучести, рассчитанных по предложенным уравнениям, с экспериментальными данными для различных уровней напряжений и нейтронных доз.

7. Показано, что из разработанной модели вытекает существование порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}$ , ниже которого инициация КРН не происходит при сколь угодно большом времени испытаний.

8. Используя разработанную модель, получена зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}$  от нейтронной дозы. Такая зависимость построена для упрощенной и уточненной формулировок модели. Обе формулировки дают адекватные прогнозы зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ . Прогноз по упрощенной формулировке модели близок к прогнозу, выполненному для уточненной формулировки.

9. Показано, что разработанная модель позволяет дать оценки пороговой величины нейтронной дозы  $D^*$ , ниже которой КРН не происходит при любых напряжениях вплоть до предела прочности образца. Полученная оценка  $D^* = 4$  сна хорошо соответствует имеющимся экспериментальным данным для аустенитных сталей, облученных в смешанном энергетическом спектре нейтронов.

10. Показано, что разработанная модель позволяет дать адекватные прогнозы времени до инициации КРН при  $\sigma > \sigma_{th}^{IASCC}$ . Прогнозы по упрощенной формулировке модели близки к прогнозам по уточненной формулировке.

## ГЛАВА 7 РАЗРАБОТКА НОРМАТИВНОГО МЕТОДА ОЦЕНКИ ДОЛГОВЕЧНОСТИ ВКУ ПО КРИТЕРИЮ КРН

Модель прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН, описанная в Главе 6, была использована при корректировке руководящего документа РД ЭО 1.1.2.99.0944-2013 «Методика расчета прочности и остаточного ресурса внутрикорпусных устройств ВВЭР-1000 при продлении срока эксплуатации до 60 лет» [165] и при разработке государственных стандартов ГОСТ Р «ВОДО-ВОДЯНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ РЕАКТОР. Расчёт на прочность внутрикорпусных устройств на стадии проектирования и постпроектной стадии» (шифры программы национальной стандартизации 1.2.322-1.058.19 и 1.2.322-1.059.19, соответственно) [166, 167]. Стандарты предназначены для расчетного обоснования прочности элементов (компонентов) внутрикорпусных устройств водо-водяных энергетических реакторов на стадии проектирования и постпроектной стадии с учетом изменения свойств материалов этих элементов под действием эксплуатационных факторов за назначенный срок службы. Предложенная модель использовалась для анализа реализации критического события – зарождения трещины по механизму коррозионного растрескивания в элементе конструкции в процессе эксплуатации.

Проведена верификация предложенной модели прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН с использованием экспериментальных данных, имеющихся на сегодняшний момент для облученных сталей марок 304, 316 и 08X18H10T (321 сталь).

### 7.1 Анализ реализации критического события «Зарождение трещины по механизму коррозионного растрескивания»

Настоящий параграф содержит основные положения раздела 11 в ГОСТ Р «ВОДО-ВОДЯНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ РЕАКТОР. Расчёт на прочность внутрикорпусных устройств на стадии проектирования и постпроектной стадии» [166, 167].

Анализ реализации критического события «Зарождение трещины по механизму коррозионного растрескивания» должен проводиться только для областей элемента (компонента) ВКУ с повреждающей дозой на конец назначенного срока службы выше 3 сна, контактирующих со средой теплоносителя первого контура ВВЭР и не принадлежащих к зонам с предельным охрупчиванием (ЗПО).

Назначенный срок службы ВКУ разбивается на временные интервалы  $\Delta t_j$ , так что  $t_{j+1} = t_j + \Delta t_j$ ;  $j = 1 \div L$ , где  $L$  – количество временных интервалов  $\Delta t_j$ .

На каждом временном интервале  $\Delta t_j$  механические свойства материалов ВКУ должны рассчитываться соответствии с приложением В ГОСТ [166, 167] для повреждающей дозы нейтронного облучения  $F_{j+1}$ , которая соответствует времени  $t_{j+1}$  (концу временного интервала  $\Delta t_j$ ).

Для рассматриваемого периода нагружения должны быть построены зависимости  $\sigma_1(t)$ ,  $\sigma_{eq}(t)$  и  $\sigma_{th}^{IASCC}(t)$ . Зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(t)$  должна строиться на основе зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(F)$  и соотношения

$$F(t) = \int_0^t \frac{dF}{dt}(t) \cdot dt. \quad (7.1)$$

Дозовая зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(F)$  порогового напряжения коррозионного растрескивания материалов ВКУ рассчитывается по формуле.

$$\sigma_{th}^{IASCC} = \left( \frac{C_c \cdot E}{\Delta\sigma_{0,2}(F)} \right)^{\frac{1}{n_c}} \cdot \exp(-\gamma \cdot F) + \sigma_c^{\min}, \quad (7.2)$$

где  $\sigma_{th}^{IASCC}$  – пороговое напряжение коррозионного растрескивания, МПа;

$C_c$  – параметр материала;

$E$  – модуль упругости материала, МПа;

$\Delta\sigma_{0,2}$  – приращение предела текучести, МПа;

$F$  – повреждающая доза нейтронного облучения, сна;

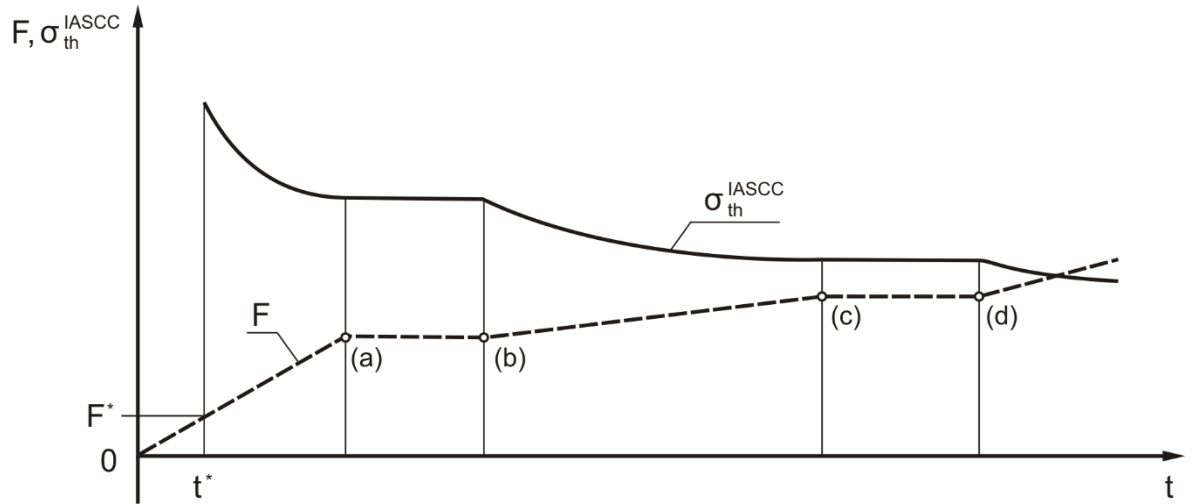
$n_c$  – параметр материала;

$\gamma$  – коэффициент материала, сна<sup>-1</sup>;

$\sigma_c^{\min}$  – минимальное напряжение, ниже которого при любой величине  $F$  коррозионное растрескивание не происходит, МПа.

Схема построения зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(t)$  показана на рисунке 7.1





(a)-(b) и (c)-(d) – участки зависимости  $F(t)$ , на которых  $dF/dt = 0$

Рисунок 7.1 – Схема построения зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(t)$

на основе зависимостей  $\sigma_{th}^{IASCC}(F)$  и  $F(t)$

Должны быть определены временные интервалы  $\Delta t_k^{calc}$ , для которых выполняются следующие условия:

$$\begin{cases} \sigma_1 > 0 \\ \sigma_{eq} > \sigma_{th}^{IASCC} \\ T > T_{th}^{IASCC} \end{cases} \quad (7.3)$$

где  $k$  – номер временного интервала;

$T_{th}^{IASCC}$  – минимальная температура, при которой происходит коррозионное растрескивание при статическом нагружении, равная  $200^\circ\text{C}$ .

Схема определения интервалов  $\Delta t_k^{calc}$  показана на рисунке 7.2.

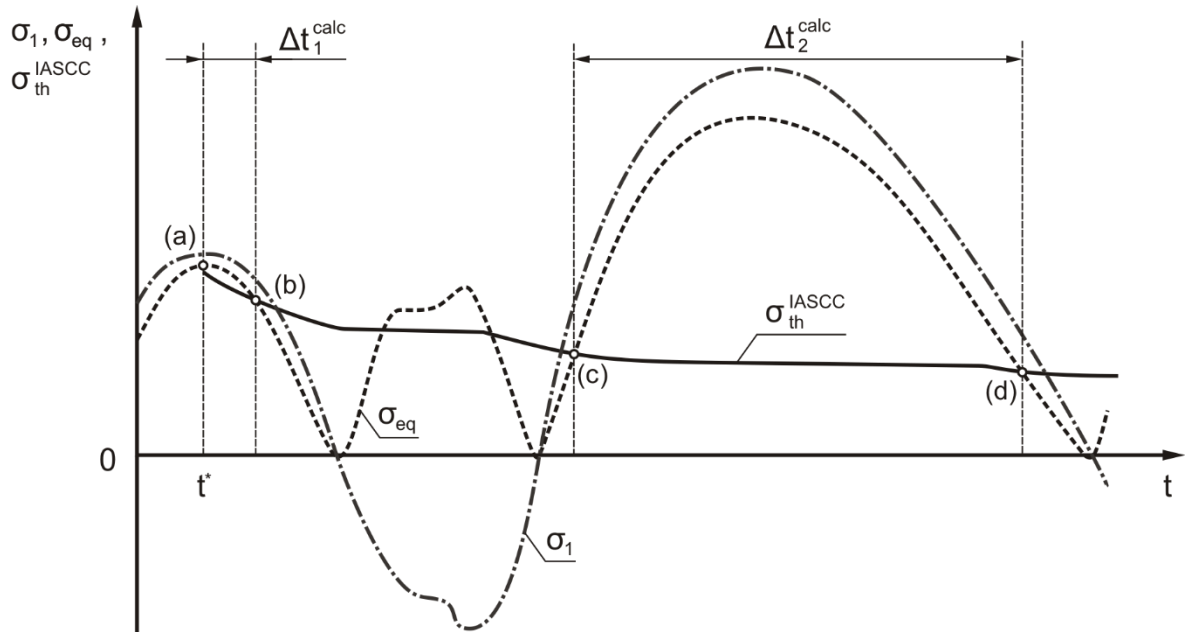


Рисунок 7.2 – Схема определения интервалов  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  при расчете повреждения материала по механизму коррозионного растрескивания. (a)-(b) и (c)-(d) – участки, на которых выполняются условия (7.3)

Каждый интервал  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  должен быть разбит на субинтервалы  $\Delta t_i^{\text{sub}}$ , при этом для интервала  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  должны быть построены зависимости  $\sigma_{\text{eq}}(t)$  и  $\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}}(t)$ , которые аппроксимируются ступенчатыми функциями таким образом, что для субинтервалов  $[t_{i-1}^{\text{sub}}, t_{i-1}^{\text{sub}} + \Delta t_i^{\text{sub}}]$  значения  $\sigma_{\text{eq}}$  и  $\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}}$  принимаются постоянными и равными

$$\sigma_{\text{eq}}^i = \max\{\sigma_{\text{eq}}(t)\}, t \in [t_{i-1}^{\text{sub}}, t_{i-1}^{\text{sub}} + \Delta t_i^{\text{sub}}], \quad (7.4)$$

$$\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}} = \min\{\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}}(t)\}, t \in [t_{i-1}^{\text{sub}}, t_{i-1}^{\text{sub}} + \Delta t_i^{\text{sub}}]. \quad (7.5)$$

Нумерация субинтервалов  $\Delta t_i^{\text{sub}}$  в каждом интервале  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  должна начинаться заново. Схема разбиения интервалов  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  на субинтервалы  $\Delta t_i^{\text{sub}}$  показана на рисунке 7.3.

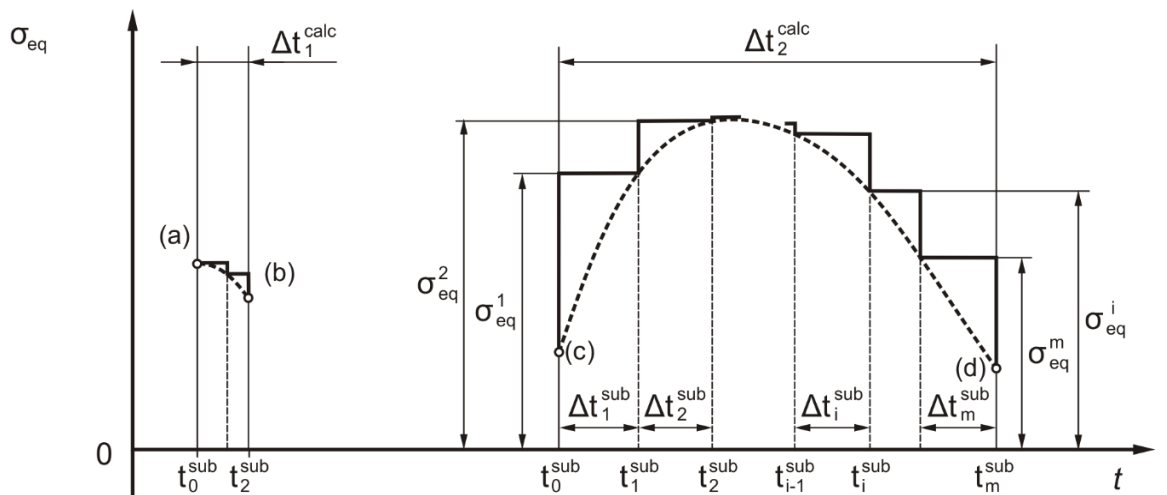


Рисунок 7.3 –Схема разбиения интервалов  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  на субинтервалы  $\Delta t_i^{\text{sub}}$

Для каждого субинтервала  $\Delta t_i^{\text{sub}}$  в каждом интервале  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  должно быть рассчитано значение времени до зарождения трещины по механизму коррозионного растрескивания  $t_f$ .

Время до зарождения трещины по механизму коррозионного растрескивания в материалах ВКУ при постоянной нагрузке выше порогового напряжения коррозионного растрескивания  $\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}}$ , рассчитывается по формуле

$$t_f = \frac{\left[ \ln \left[ 1 - \left( \frac{\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}} - \sigma_c^{\text{min}}}{\sigma_{\text{eq}} - \sigma_c^{\text{min}}} \right)^{n_c} \right] \cdot \left( \frac{\sigma_{\text{th}}^{\text{IASCC}} - \sigma_c^{\text{min}}}{\sigma_{\text{eq}} - \sigma_c^{\text{min}}} \right)^{n_c} \right]^2}{\beta \cdot \left( \frac{C_c \cdot E}{\Delta \sigma_{0,2}(F)} \right)}, \quad (7.6)$$

где  $t_f$  – время до инициации разрушения по механизму коррозионного растрескивания при постоянной нагрузке, час;

$\sigma_{\text{eq}}$  – интенсивность действующих напряжений при постоянной нагрузке, МПа;

$\beta$  – коэффициент, час<sup>-1</sup>.

Следует отметить, что формулы (7.2) и (7.6) в стандарте следуют из модели прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН, представленной в главе 6. Формула (7.2) тождественна формуле (6.20), а формула (7.6) соответствует формуле (6.18), где принято, что коэффициенты  $m$  и  $n$  равны. Данное допущение вполне оправдано, так как численные значения этих параметров, определенных для облученных аустенитных сталей, очень близки.

Значения параметров и коэффициентов в формулах (7.2) и (7.6) для этих материалов должны приниматься по таблице 7.1.

Таблица 7.1 – Значения параметров и коэффициентов для формул (7.2)-(7.6)

$C_c$	$\sigma_c^{\text{min}}$ , МПа	$n_c$	$\gamma$ , сна <sup>-1</sup>	$\beta$ , час <sup>-1</sup>
$4,1 \cdot 10^{-2}$	300	0,45	$3,2 \cdot 10^{-2}$	$3,5 \cdot 10^{-2}$

Приращение предела текучести для основного металла ВКУ должно рассчитываться по формуле

$$\Delta \sigma_{0,2}(F) = 621 \cdot \sqrt{1 - \exp(-0,126 \cdot F)}. \quad (7.7)$$

Приращение предела текучести для материалов сварных швов ВКУ должно рассчитываться по формуле

$$\Delta\sigma_{0,2}(F) = 498 \cdot \sqrt{1 - \exp(-0,3 \cdot F)}. \quad (7.8)$$

Модуль упругости  $E$  рассчитывается согласно приложению В ГОСТ [166, 167]. Для всех режимов эксплуатации ВКУ допускается принимать значение  $E$ , рассчитанное для температуры  $T=350^\circ\text{C}$ .

Повреждение материала по механизму коррозионного растрескивания для субинтервала  $\Delta t_i^{\text{sub}}$  рассчитывается по формуле

$$\Delta D_\tau = \frac{\Delta t_i^{\text{sub}}}{t_f}. \quad (7.9)$$

Повреждение материала по механизму коррозионного растрескивания для интервала  $\Delta t_k^{\text{calc}}$  рассчитывается по формуле

$$D_\tau^k = \sum_{i=1}^m \Delta D_\tau. \quad (7.10)$$

где  $m$  – количество субинтервалов  $\Delta t_i^{\text{sub}}$  разбиения интервала  $\Delta t_k^{\text{calc}}$ .

Общее повреждение материала по механизму коррозионного растрескивания в рассматриваемой области элемента (компонента) ВКУ, рассчитывается по формуле

$$D_\tau = \sum_{k=1}^M D_\tau^k. \quad (7.11)$$

где  $M$  – количество интервалов  $\Delta t_k^{\text{calc}}$ .

Критическое событие «Зарождение трещины по механизму коррозионного растрескивания» за назначенный срок службы не реализуется, если выполняется условие

$$D_\tau < 1. \quad (7.12)$$

Если на конец назначенного срока службы значение  $D_\tau$  превышает 1, то должен быть определен такой момент времени эксплуатации  $t_{\text{SCC}}$  (отсчет ведется с начала эксплуатации ВКУ), при котором значение  $D_\tau$  равно 1. Время  $t_{\text{SCC}}$  соответствует реализации критического события «Зарождение трещины по механизму коррозионного растрескивания» для рассматриваемого элемента (компонента) ВКУ.

## 7.2 Верификация модели прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН

Сопоставление имеющихся экспериментальных данных для стали 08X18H10T (AISI 321), а также для 304 и 316 сталей с зависимостью  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , рассчитанной по формуле (7.2), приведено на рисунке 7.4. На этом рисунке представлены экспериментальные данные, полученные для сталей, облученных в смешанном спектре нейтронов, который является типичным для реакторов типа ВВЭР и PWR.

Из рисунка 7.4 видно, что все точки, соответствующие образцам, в которых наблюдалась инициация КРН, лежат выше прогнозной зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ . Таким образом, зависимость порогового напряжения, ниже которого не происходит КРН, от повреждающей дозы является консервативной.

Таким образом, зависимость  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , рассчитанная по формуле (7.2), является консервативной для образцов, облученных в быстром спектре.

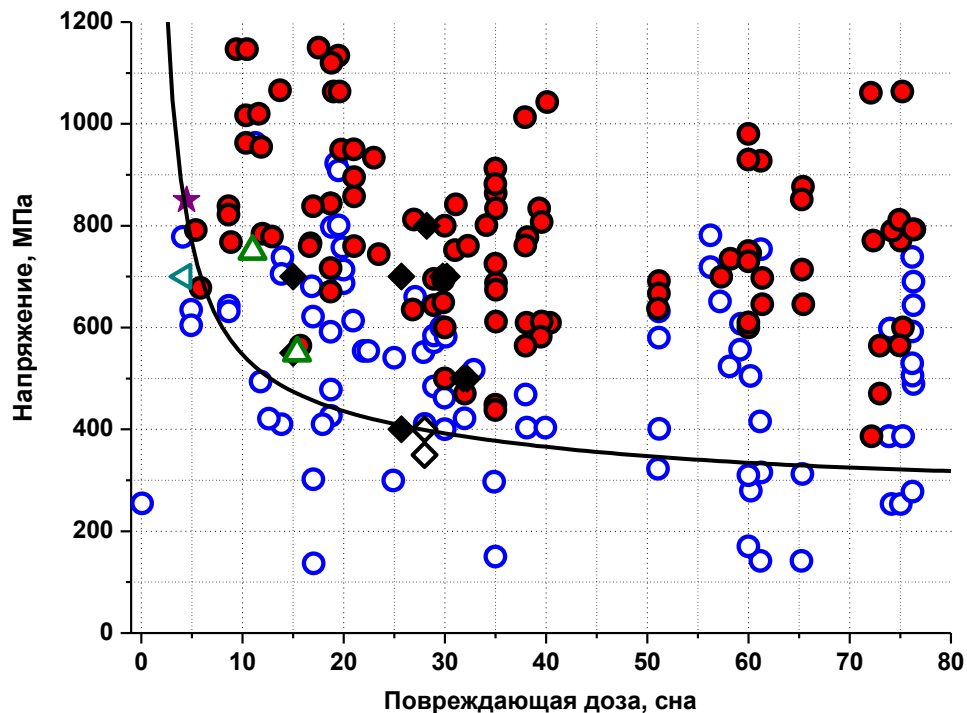


Рисунок 7.4 – Сопоставление имеющихся экспериментальных данных с прогнозной зависимостью  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , описываемой уравнением (7.2) (—):

- ☆, ☆ 316 сталь, облученная в исследовательском реакторе СМ-3;
- ▲, ▲ 321 сталь, облученная в реакторе ВВЭР-1000;
- ◀, ▶ 304 сталь, облученная в исследовательском реакторе СМ-3 [115-119];
- , ○ 304 сталь, ВКУ реактора Chooz А.

Закрашенные значки обозначают образцы, в которых наблюдалась инициация КРН, пустые значки обозначают образцы без КРН

В таблице 7.2 приведены результаты испытаний образцов из сталей 08X18H10T (321 сталь), 316 и 304 на растяжение с постоянной нагрузкой в водной среде первого контура реакторов типа ВВЭР и PWR при температурах 290-340 °С. Результаты были получены в ЦНИИ КМ «Прометей», а также в рамках совместной работы ЦНИИ КМ «Прометей» с МАИ (Material Aging Institute).

Также в таблице 7.2 приведены значения времени до разрушения по механизму КРН (в случае, если образец разрушился), полученные экспериментальным путем. В последней графе таблицы приведены значения времени до разрушения, рассчитанные по формуле 7.6. Видно, что все расчетные значения времени до разрушения меньше значений, полученных экспериментально. То есть оценка времени до разрушения по механизму КРН по формуле 7.6 является консервативной.

Таблица 7.2 – Результаты испытаний образцов из сталей 08X18H10T (321 сталь), 316 и 304 на растяжение с постоянной нагрузкой в водной среде первого контура реакторов типа ВВЭР и PWR

Доза, сна	Марка стали (реактор)	Напряжение, МПа	Время испытания/ разрушения, ч	Температура, °С	Расчетное время до разрушения, ч
11	321 (КНИ)	750	690/-	290-315	4,34
15,4	321 (ВВЭР-1000)	550	891,3/891,3	315	12,5
4,5	316 (СМ-3)	850	207,5/207,5	315	32,0
4,5	316 (СМ-3, Hf)	850	96/96	315	32,0
4,2	304 (СМ-3)	700	751/-	315	$\sigma < \sigma_{th}^{IASCC}$
32,2	304 (Chooz A)	500	5,3/5,3	340	3,62
25,7	304 (Chooz A)	400	206,4/206,4	340	$\sigma < \sigma_{th}^{IASCC}$
31,8	304 (Chooz A)	500	1068/1068	340	3,75
30,2	304 (Chooz A)	700	4,4/4,4	340	0,82
29,8	304 (Chooz A)	700	4,3/4,3	340	0,85
28,2	304 (Chooz A)	800	1,9/1,9	340	0,58
28	304 (Chooz A)	400	3000/-	340	207,0
28	304 (Chooz A)	350	5012,9/-	340	$\sigma < \sigma_{th}^{IASCC}$
25,7	304 (Chooz A)	700	19,4/19,4	340	1,16
15	304 (Chooz A)	700	6,03/6,03	340	3,30
15	304 (Chooz A)	550	18,82/18,82	340	13,40

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 7

1. На базе выполненных исследований и разработанной модели прогнозирования долговечности ВКУ по критерию КРН разработан раздел ГОСТа, регламентирующий анализ реализации критического события «Зарождение трещины по механизму коррозионного растрескивания».
2. Проведена верификация данного раздела посредством сопоставления результатов, рассчитанных по предложенным формулам, с экспериментальными данными для аустенитных сталей, облученных в смешанном спектре, типичном для облучения ВКУ реакторах типа ВВЭР и PWR.
  - 2.1. Показано, что все точки, соответствующие образцам, в которых наблюдалась инициация КРН, лежат выше прогнозной зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}(D)$ , рассчитанной с использованием предложенной модели. Таким образом, зависимость порогового напряжения, ниже которого не происходит КРН, от повреждающей дозы является консервативной.
  - 2.2. Показано, что значения времен до разрушения, рассчитанные с использованием предложенной модели, меньше значений, полученных экспериментально. Таким образом, оценка времени до разрушения по механизму КРН в предложенной модели является консервативной.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Выполнен комплекс исследований КРН аустенитных сталей марок 321, 304 и 316, облученных до различных повреждающих доз в различных спектрах нейтронов. Комплекс включает автоклавные испытания в воде высоких параметров, имитирующей теплоноситель I контура, при различных условиях нагружения: МСД (с медленной скоростью деформирования), ПН (с постоянной нагрузкой), ЦДМС (циклическом деформировании с медленной скоростью), а также электронно-микроскопические исследования поверхностей разрушения и боковых поверхностей испытанных образцов.

2. Показано, что КРН 321 стали происходит по хрупкому межзеренному механизму. Основными доминирующими механизмами являются радиационно-индуцированное ослабление прочности границ зерен и межзеренное проскальзывание. Локализованное деформирование (channel deformation) для данной стали значительно подавлено за счет радиационно-индуцированных выделений карбидов титана и G-фазы.

3. Показано, что основными доминирующими механизмами для КРН 316 и 304 сталей являются: локализованное деформирование, ослабление границ зерен и межзеренное проскальзывание. Локализованное деформирование приводит к образованию хрупких транскристаллитных коррозионных трещин при нагружении по режиму МСД. При нагружении по режимам ПН или ЦДМС КРН 316 и 304 сталей происходит, преимущественно, по хрупкому межзеренному механизму с некоторой долей хрупкого транскристаллитного (ТК).

4. Получено уравнение, описывающее низкотемпературную ползучесть как функцию повреждающей дозы, напряжения и времени.

5. Экспериментально доказано, что стойкость к КРН аустенитных сталей, облученных в смешанном спектре нейтронов (спектр реакторов типа ВВЭР или PWR) ниже, чем сталей, облученных в реакторах на быстрых нейтронах. Такое различие, в первую очередь, связано с различной скоростью наработки гелия, возникающего в результате ядерных реакций при взаимодействии нейтронов с ядрами элементов, входящих в состав стали.

6. Показано, что образование гелия в результате ядерных реакций не приводит к увеличению предела текучести материала. Основной вклад в упрочнение аустенитных сталей вносят дислокационные петли и радиационно-стимулированные фазы (РИФы) – карбиды и G-фаза.

7. Определена удельная энергия межзеренного разрушения, характеризующая прочность границ зерен, для сталей марок 321, 316, 304, облученных до различных



повреждающих доз от 4 до 125 сна в различных энергетических спектрах нейтронов. Показано, что с увеличением повреждающей дозы происходит снижение прочности границ зерен. При одинаковых повреждающих дозах прочность границ зерен материала, облученного в смешанном спектре нейтронов, типичном для реакторов ВВЭР или PWR, ниже, чем для материала, облученного в быстром спектре, типичном для реакторов на быстрых нейтронах.

8. Показано, что в качестве критерия инициации КРН облученных аустенитных сталей может быть принята деформация ползучести в момент перехода от I стадии к III стадии ползучести, соответствующая критической деформации разрыва пассивирующей пленки. Согласно рассмотренным экспериментам II стадия ползучести практически отсутствует. Показано, что критическая деформация не зависит от нейтронной дозы, напряжения и марки аустенитной стали (304 или 08X18H10T).

9. Сформулированы условия, необходимые для развития межзеренных трещин по механизму КРН. К этим условиям относятся следующие:

- непрерывное деформирование образца для разрушения продуктов коррозии в полости развивающейся трещины;

- межзеренное проскальзывание;

Зарождение межзеренных микротрещин, происходящее при межзеренном проскальзывании и локализованном внутривзеренном деформировании, ускоряет КРН по межзеренному механизму.

10. Показано, что из разработанной модели вытекает существование порогового напряжения  $\sigma_{th}^{IASCC}$ , зависящего от дозы, ниже которого инициация КРН не происходит при сколь угодно большом времени испытаний.

Кроме того, показано, что разработанная модель позволяет дать адекватные прогнозы зависимости  $\sigma_{th}^{IASCC}$  от нейтронной дозы и времени до инициации КРН при  $\sigma > \sigma_{th}^{IASCC}$ .

11. Экспериментально доказано, что сопротивление КРН снижается в диапазоне повреждающих доз от 51 до 125 сна, при этом механические свойства не изменяются, находясь на насыщении. Данный результат означает, что сопротивление КРН является монотонно убывающей функцией дозы, что обусловлено наработкой гелия.

12. Проведено сравнение режимов нагружения при постоянной нагрузке (ПН) и при циклическом нагружении с медленной скоростью деформирования (ЦДМС). Показано, что при одном и то же уровне максимальных напряжений режим ПН является более консервативным, чем ЦДМС.

13. На основании предложенной модели разработаны новые разделы в руководящем документе РД ЭО 1.1.2.99.0944-2013 «Методика расчета прочности и остаточного ресурса внутрикорпусных устройств ВВЭР-1000 при продлении срока эксплуатации до 60 лет» и государственных стандартах ГОСТ «ВОДО-ВОДЯНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ РЕАКТОР. Расчёт на прочность внутрикорпусных устройств на стадии проектирования и постпроектной стадии» (шифры программы национальной стандартизации 1.2.322-1.058.19 и 1.2.322-1.059.19, соответственно) по расчету долговечности ВКУ по критерию КРН.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Денисов В.П., Драгунов Ю.Г. Реакторные установки ВВЭР для атомных электростанций.–М.: ИздАТ, 2002, 480 с.
2. С.А. Андрушечко, А.М. Афров, Б.Ю. Васильев, В.Н. Генералов, К.Б. Косоуров, Ю.М. Семченков, В.Ф. Украинцев. АЭС с реактором типа ВВЭР-1000. От физических основ эксплуатации до эволюции проекта. – М.: Логос, 2010. – 604с.
3. Analysis of structural integrity of VVER internals. Dissemination meeting on TACIS PROJECT: R2.01/02, Podolsk, ОКВ “GIDROPRESS”, Feb. 25, 2010/
4. В. Пиминов, В. Евдокименко. Оценка прочности и ресурса ВКУ действующих и сооружаемых реакторов типа ВВЭР: реалистичный и консервативный прогнозы // РЭА.– 2015.– №2. – С. 16-19.
5. Fukuya, K., Current understanding of radiation-induced degradation in light water reactor structural materials // Journal of Nuclear Science and Technology, 2013, № 50(3), pp. 213–254.
6. Горохов А.К. Драгунов Ю.Г., Лунин Г.Л., Новиков А.Н., Цофин В.И. Обоснование нейтронно-физической и радиационной частей проектов ВВЭР. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2004. – 496 с.
7. СТО 1.1.1.02.005-2012 «Водно-химический режим первого контура энергоблоков атомных электростанций с реакторами ВВЭР-1000. Нормы качества теплоносителя и средства их обеспечения».
8. Edwards D.J., Simonen E.P., Garner F.A., Greenwood L.R., Oliver B.M., Bruemmer S.M., Influence of irradiation temperature and dose gradients on the microstructural evolution in neutron-irradiated 316SS // J Nucl Mater., 2003, № 317, pp. 32–45.
9. Fukuya K., Fujii K., Nishioka M., Kitsunai Y., Evolution of microstructure and microchemistry in cold-worked 316 stainless steels under PWR irradiation // J. Nucl. Sci. Technol., 2006, № 43, pp. 159–173.
10. Bailat C., Almazouzi A., Baluc N., Schaublin R., Groschel F., Victoria M., The effects of irradiation and testing temperature on tensile behavior of stainless steels // J. Nucl. Mater., 2000, № 283–287, pp. 446–450.
11. E.A. Kuleshova, S.V. Fedotova, B.A. Gurovich et al., Microstructure degradation of austenitic stainless steels after 45 years of operation as VVER-440 reactor internals // J. Nucl. Mater., 2020, № 533 (152124), pp. 1–14.
12. E.A. Kenik, J.T. Busby, Radiation-induced degradation of stainless steel light water reactor internals // Materials Science and Engineering R, 2012, № 73, pp. 67-83.

13. A. Etienne, B. Radiguet, N.J. Cunningham, et al., Atomic scale investigation of radiation-induced segregation in austenitic stainless steels // *J. Nucl. Mater.*, 2010, № 406 pp. 244-250.
14. S.M. Bruemmer, E.P. Simonen, P.M. Scott, et al., Radiation-induced material changes and susceptibility to intergranular failure of light-water-reactor core internals // *J. Nucl. Mater.*, 1999 № 274 pp. 299-314.
15. W. Van Renterghem, A. Al Mazouzi, S. Van Dyck, Influence of post irradiation annealing on the mechanical properties and defect structure of AISI 304 steel // *J. Nucl. Mater.*, 2011, № 413, pp. 95-102.
16. D. Chen, K. Murakami, K. Dohi, et al., First-principles investigation on the composition of Ni-Si precipitates formed in irradiated stainless steels // *J. Nucl. Mater.*, 2017, № 494 pp. 354-360.
17. L. Tan, J.T. Busby, Alloying effect of Ni and Cr on irradiated microstructural evolution of type 304 stainless steels // *J. Nucl. Mater.*, 2013, № 443 pp. 351-358.
18. T. Duh, J. Kai, F. Chen, Effects of grain boundary misorientation on solute segregation in thermally sensitized and proton-irradiated 304 stainless steel // *J. Nucl. Mater.*, 2000, № 283-287 pp. 198-204.
19. S.I. Porollo, A.M. Dvoriashin, Y.V. Konobeev, et al., Microstructure and mechanical properties of austenitic stainless steel 12X18H9T after neutron irradiation in the pressure vessel of BR-10 fast reactor at very low dose rates // *J. Nucl. Mater.*, 2006, № 359 pp. 41-49.
20. M. Mamivand, Y. Yang, J. Busby, D. Morgan, Integrated modeling of second phase precipitation in cold-worked 316 stainless steels under irradiation // *Acta Mater.*, 2017, № 130, pp. 94-110.
21. P.J. Maziasz, Formation and stability of radiation-induced phases in neutron-irradiated austenitic and ferritic steels // *Journal of Nuclear Materials*, 1989, № 169, pp. 95-115.
22. Z. Jiao, G.S. Was, Novel features of radiation-induced segregation and radiation-induced precipitation in austenitic stainless steels // *Acta Mater.*, 2011, № 59 pp. 1220-1238.
23. Z. Jiao, G.S. Was, Precipitate behavior in self-ion irradiated stainless steels at high doses // *J. Nucl. Mater.*, 2014, № 449 pp. 200-206.
24. A. Etienne, B. Radiguet, P. Pareige, et al., Tomographic atom probe characterization of the microstructure of a cold worked 316 austenitic stainless steel after neutron irradiation, // *J. Nucl. Mater.*, 2008, № 382, pp. 64-69.
25. Konobeev Yu., Subbotin A.V., Golubov S.I. The theory of void and interstitial dislocation loop growth in irradiated metals // *Radiat. Eff.*, 1973, 20, №4, p.265-271

26. Конобеев Ю.В., Печенкин В.А. О механике зарождения вакансионных пор в металлах и под облучением // *Вопр. атом. науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационного материаловедения.* – 1978. – Вып. 1. – С. 3–7.
27. Brailsford A.D., Bullough R. The rate theory of swelling due to void growth in irradiated metals // *J.Nucl.Mat.*, 1972, № 44 (2), pp. 121-135.
28. Н. К. Васина, Б. З. Марголин, А. Г. Гуленко, И. П. Курсевич. Радиационное распухание аустенитных сталей: влияние различных факторов. Обработка экспериментальных данных и формулировка определяющих уравнений // *Вопросы материаловедения.* – 2006. – № 4(48) . – С. 69–88.
29. Б.З. Марголин, А.И. Мурашова, В.С. Неустроев. Анализ влияния вида напряженного состояния на радиационное распухание и радиационную ползучесть аустенитных сталей // *Проблемы прочности.* – 2012. – № 3 – С. 5–24.
30. F.A. Garner. Radiation Damage in Austenitic Steels // *Comprehensive Nuclear Materials*, 2012, № 4, pp. 33-95.
31. F.A. Garner, M.B. Toloczko, B.H. Sencer, Comparison of swelling and irradiation creep behavior of fcc-austenitic and bcc-ferritic/martensitic alloys at high neutron exposure // *J. Nucl. Mater.*, 2000, № 276, pp. 123–142.
32. Bates J. F., Gilbert E. R. Experimental evidence for stress enhanced swelling // *J. Nucl. Mat.*, 1976, № 59, pp. 95-102.
33. Bramman J.I., Brown C. The Temperature Dependence of Void Swelling of Fast Irradiated 316 Stainless Steel // U.K.A.E.A report AERE 1978, pp. 155-160, United Kingdom, Summery-Resume-Zusammenfassun.
34. Bates F., Gilbert E. R., Effects of stress on swelling in 316 stainless steel // *J. Nucl. Mat.*, 1978, № 71, pp. 286-292.
35. Garner F. A., Gilbert E. R., Porter D. L. Stress-enhanced swelling of metals during irradiation // *ASTM STP 725.* – ASTM, 1981, pp. 680-697.
36. Неустроев В. С., Островский З. Е., Шамардин В. К. Влияние напряжений на радиационное распухание и параметры вакансионной пористости облученных нейтронами аустенитных сталей // *ФММ*, 1998, Т. 86, вып. 1, С. 115-125.
37. Ehrlich K. Irradiation creep and interrelation with swelling in austenitic stainless steels // *J. Nucl. Mat.*, 1981, №. 100 (1/3), pp. 149-166.
38. Porter D. L., Takata M. L., Wood E. L. Direct evidence for stress-enhanced swelling in type 316 stainless steel // *J. Nucl. Mat.*, 1983, № 116 (2/3), pp. 272-276.
39. Hubner R., Ehrlich K. Swelling and in-pile creep of neutron irradiated 15Cr15NiTi austenitic steels in the temperature range of 400 to 600°C // *Proc. technical*

committee “Influence of high dose irradiation on core structural and fuel materials in advanced reactors”, Obninsk, June 16-19, 1997. – IAEA: Vienna. – 1998. – IAEA-TECDOC-39, pp. 223-230.

40. V.S. Neustroev, Z.E. Ostrovsky, V.K. Shamardin, Experimental investigation of stress effect on swelling and microstructure of Fe–16Cr–15Ni–3Mo–Nb austenitic stainless steel under low-temperature irradiation up to high damage dose in the BOR-60 reactor // *J. Nucl. Mater.*, 2004, № 329-333 pp. 612-616.

41. Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов. – Киев – Наукова Думка, 2006, 376 с.

42. F.A. Garner, E.P. Simonen, B.M. Oliver, L.R. Greenwood, M.L. Grossbeck, W.G. Wolfer, P.M. Scott, Retention of hydrogen in fcc metals irradiated at temperatures leading to high densities of bubbles or voids // *Journal of Nuclear Materials* 356 (2006) 122–135.

43. Курсевич И.П., Марголин Б.З., Прокошев О.Ю., Кохонов В.И. Механические свойства аустенитных сталей при нейтронном облучении: влияние различных факторов // *Вопросы материаловедения*, 2006, № 4 (48), С. 55–68.

44. Sorokin, A.A., Margolin, B.Z., Kursevich, I.P., Minkin A.I., Neustroev V. S., Belosero S. V., Effect of neutron irradiation on tensile properties of materials for pressure vessel internals of WWER type reactors // *J. Nucl. Mater.*, 2014, № 444, pp. 373–384.

45. Degradation of LWR Core Internal Materials due to Neutron Irradiation. O.K. Chopra. NUREG/CR-7027, ANL-10/11, 2010.– 152 p.

46. G.E. Lucas, M. Billone, J. E. Pawel, M. L. Hamilton, Implications of radiation-induced reductions in ductility to the design of austenitic stainless steel structures // *J. Nucl. Mater.*, 1996, № 233–237 pp. 207–212.

47. И.П. Курсевич, А.Н. Лапин, В.А. Николаев, Радиационная повреждаемость конструкционных материалов, используемых в реакторах типа БН // *Вопросы материаловедения*, 1999, № 3(20), с. 352–374.

48. P.H. Dubuisson, J.L. Seran, P. Soulat, Irradiation Embrittlement of reactor internals materials. In AMES Report No.11, Effect of Irradiation on Water Reactor Internals, Paris, June 1997, CEA, TECNATOM, VTT.

49. J.D. Elen, P. Fenici, Fast neutron irradiation hardening of austenitic stainless steel at 250°C // *J. Nucl. Mater.*, 1992, № 191–194 pp. 766–770.

50. B.Z. Margolin, I.P. Kursevich, A.A. Sorokin, et al., Embrittlement and fracture toughness of highly irradiated austenitic steels for vessel internals of WWER type reactors. Part

1. Relation between irradiation swelling and irradiation embrittlement. Experimental results // *Strength Mater.*, 2009, № 41 (6), pp. 593-602.

51. H.M. Chung, Assessment of Void Swelling in Austenitic Stainless Steel Core Internals, NUREG/CR-6897, ANL-04/28, 2006.

52. Сорокин А.А., Марголин Б.З., Курсевич И.П., Минкин А.И., Неустроев В.С., Белозеров С.В. Влияние нейтронного облучения на механические свойства материалов внутрикорпусных устройств реакторов типа ВВЭР // *Вопросы материаловедения*, 2011, №2 (66), с. 131-152.

53. C. Pokor et al. Effect of irradiation defects on the work hardening behavior // *Scripta Materialia*, 2004, № 50 (5), pp. 597-600.

54. Минкин А.И., Марголин Б.З., Смирнов В.И., Сорокин А.А. Развитие модели для прогнозирования статической трещиностойкости аустенитных материалов в условиях нейтронного облучения // *Вопросы материаловедения*, 2013, №3(75), с.107-119.

55. Смирнов В.И., Марголин Б.З., Лапин А.Н., Кохонов В.И., Сорокин А.А. Исследование влияния нейтронного облучения на вязкость разрушения стали 08X18H10T и металла ее сварных швов // *Вопросы материаловедения*, 2011, №1(65), с.167-183.

56. B. Margolin, A. Sorokin, V. Shvetsova, The radiation swelling effect on fracture properties and fracture mechanisms of irradiated austenitic steels. Part I. Ductility and fracture toughness, *J. Nucl. Mater.*, 2016, № 480, pp. 52-68.

57. Porter D.L., Ferrite formation in neutron-irradiated type 304L stainless steel // *Journal of Nuclear Materials*, 1979, №.79 (2), pp. 406-411.

58. Porter D.L. and Wood E.L., In –Reactor Precipitation and Ferritic Transformation in Neutron-Irradiated Stainless Steels // *Journal of Nuclear Materials*, 1979, № 83, pp. 90-97.

59. Чадек Й. Ползучесть металлических материалов. – М.: Мир, 1987.–302 с.

60. Heald P. T., Speight M. V. Steady-state irradiation creep // *Phil. Mag.*, 1974, № 29, pp. 1075-1080.

61. Gittus Y. H., Theory of dislocation-creep due to the Frenkel defects or interstices produced by the bombardment with energetic particles creep // *Phil. Mag.*, 1972, № 25, pp. 345-354.

62. Wolfer W. G., Ashkin M., Boltax A. Creep and swelling deformation in structural materials during fast-neutron irradiation // ASTM STP 570: “Properties of reactor structural alloys after neutron or particle irradiation”. – Philadelphia: ASTM, 1975. – pp. 233–258.

63. Ю. Н. Работнов. Механика деформируемого твёрдого тела. – М.: Наука, 1988.– 712 с.

64. B. Burton. Diffusional creep of polycrystalline materials. Diffusion and defect, monograph series. Vol 5. Trans Tech Publications, Limited, 1977.– 119 p.
65. N.J. Grant, A.W. Mullendore. Deformation and Fracture at Elevated Temperatures. The MIT Press, Cambridge, 1965.– 211 p.
66. Determination of In-Service Change in the Geometry of WWER-1000 Core Baffle: Calculations and Measurements / B.Z. Margolin, A.Ya. Varovin, A.J. Minkin et al. // Proc. of Fontevraud 8 – International Symposium on Contribution of Materials Investigation and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability. France, Avignon, 15-18 September 2014, 143-T02.
67. РД ЭО 1.1.2.99.0944-2013. Методика расчета прочности и остаточного ресурса внутрикорпусных устройств ВВЭР-1000 при продлении срока эксплуатации до 60 лет. – 2013. – 108 с.
68. Massoud J-P., Thamboch M., Brabec P., Shamardin V.K., Prochorov V.I., Dubuisson Ph. Influence of neutron spectrum on the tensile properties of irradiated austenitic stainless steels in air and PWR environment//Proc. of TSM (The Minerals, Metal and Materials Science), 2005.
69. Kocik J., Postler M., Zamboch M., Keilova E., Burda J. Effect of Neutron Irradiation on Microstructure and Mechanical Properties of VVER-type Reactor Vessel Internals//Proc. of Intern. Symp. on Contribution of Materials Investigation to the Resolution of Problems Encountered in Pressurized Water Reactors, France, Fontevraud, 23-27 September 2002.
70. Was G.S., Bruemmer S.M. Effect of irradiation on intergranular stress corrosion cracking // Journal of Nuclear materials, 1994, № 216, pp. 326-347.
71. Peter L. Andresen a, \*, Gary S. Was, A historical perspective on understanding IASCC // J. Nucl. Mater., 2019, № 517, pp. 380–392.
72. P. Deng, Q. Peng, En-Hou Han et al, Effect of irradiation on corrosion of 304 nuclear grade stainless steel in simulated PWR primary water // Corrosion Science, 2017, № 127, pp. 91-100.
73. O.K. Chopra, A.S. Rao, A review of irradiation effects on LWR core internal materials – IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels // J. Nucl. Mater., 2011, № 409, pp. 235–256.
74. U. Ehrnstén, P. Kytömäki, O. Hietanen, Investigations on core basket bolts from a VVER 440 power plant // 15th International Conference on Environmental Degradation, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2011.



75. U. Ehrnstén, J. Pakarinen, W. Karlsen, Investigations on core basket bolts from a VVER 440 power plant // *Engineering Failure Analysis*, 2013, № 33, pp. 55-65.
76. Engineering models used for PLiM / C. Pokor // *Soteria - Training Symposium on Irradiation Effects in Structural Materials for Nuclear Reactors*, Seville, Spain, Sept. 17-21, 2012.
77. K. Amberge, Updated Baffle-Former-Bolting (BFB) Inspection Results in the United States, MRP-227-A Inspections, NRC-Industry Materials Technology Exchange Meeting May 2019.
78. Улиг Г., Ревы У. Коррозия и борьба с ней. Введение в коррозионную науку и технику. – Л.: Химия, 1989 – Пер. изд., США, 1985. – 456 с.
79. Б.З. Марголин, Н.Е. Пирогова, В.А. Потапова и др. – Исследование механизмов коррозионного растрескивания стали для ВКУ ВВЭР на основе имитационных испытаний//*Вопросы материаловедения*, 2017, №4(92), С. 193-218.
80. Погодин В. П., Богоявленский В. Л., Сентюрёв В. П. Межкристаллитная коррозия и коррозионное растрескивание нержавеющей сталей в водных средах. – М.: Атомиздат, 1970. – 422 с.
81. Characterization of surface oxides formed on irradiated stainless steels in simulated PWR primary water / K. Fukuya; H. Nishioka; K. Fujii, et. al. // *Fontevraud 8: Conference on Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability*; Avignon (France); 15–18 Sep 2014.
82. Скалли Дж. Основы учения о коррозии и защите металлов. – М.: Мир, 1978. – 223 с.
83. Логан Х. Л. Коррозия металлов под напряжением. – М.: Metallurgia, 1970. – 341.
84. Ulmer D. G., Altstetter C. J. Hydrogen-induced strain localization and failure of austenitic stainless steels at high hydrogen concentrations//*Acta Metallurgica et Materialia*, 1991, № 39 (6), pp. 1237–1248.
85. Alireza Khalifeh, *Stress Corrosion Cracking Damages*, 2019, DOI: 10.5772/intechopen.80826.
86. В.В. Герасимов. Коррозия сталей в нейтральных водных средах. М.: Metallurgia, 1981. – 192.
87. Namburi, H.K., Hojna, A., Zdenek, F., Effect of tensile strain on microstructure of irradiated core internal material, *Proc. of the 24th International Conference Nuclear Energy for New Europe*, Slovenia, Portoroz, 2015.

88. Ernestova, M., Influence of the Neutron Spectrum on the Sensitivity to IASCC and Microstructure of CW 316 Material, Proceedings of the 8th International Symposium Fontevraud 8, Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs Safety, Performance and Reliability, SFEN, 2014.
89. Pokor, C., Toivonen, A., Wintergerst, M., et al., Determination of the time to failure curve as a function of stress for a highly irradiated AISI 304 stainless steel after constant load tests in simulated PWR water environment, Proceedings of Fontevraud 7 Conference “Contribution of Materials Investigations to Improve the Safety and Performance of LWRs”, 26–30 Sept. 2010, Avignon, O3-A008-T2.
90. Arioka, K., Yamada, T., Terachi T., et al., Influence of Carbide Precipitation and Rolling Direction on Intergranular Stress Corrosion Cracking of Austenitic Stainless Steels in Hydrogenated High-Temperature Water, *Corrosion*, 2006, No 62, pp. 568–572.
91. Lozano-Perez, S., Yamada, T., Terachi, T., et al., Multi-scale characterization of stress corrosion cracking of cold-worked stainless steels and the influence of Cr content, *Acta Materialia*, 2009, No 57, pp. 5361–5381.
92. Jacobs, A.J., Wozadlo, J.P., Nakata, K., et al., Radiation effects on the stress corrosion and other selected properties of type 304 and type 316 stainless steel, Proceedings of 3rd Intern. Symp. On Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Water Reactors, 1988, pp. 673–680.
93. Scott, P., A review of irradiation assisted stress corrosion cracking, *J. Nucl. Mater.*, 1994, No 211, pp. 101–122.
94. Bruemmer, S.M., Charlot, L.A., Atterige, D.G., Sensitization development in austenitic stainless steels-measurement and prediction of thermomechanical history effects, *Corrosion*, 1987, No 44, p. 427.
95. Jacobs, A.J., Wozadlo, J.P., Nakata, K., et al., Grain boundary composition and irradiation-assisted stress corrosion cracking resistance in type 348 stainless steel, *Corrosion*, 1994, No 50, pp. 731–740.
96. Fujii, T., Tohgo, K., Kenmochi, A., et al., Experimental and numerical investigation of stress corrosion cracking of sensitized type 304 stainless steel under high-temperature and high-purity water, *Corrosion Science*, 2015, No 97, pp. 139–149.
97. Busby, J.T., Was, G.S., Kenik, E.A., Isolating the effect of radiation-induced segregation in irradiation-assisted stress corrosion cracking of austenitic stainless steels, *J. Nucl. Mater.*, 2002, No 302, pp. 20–40.

98. Chung, H.M., Ruther, W.E., Sanecki, J.E., et al., Irradiation-assisted stress corrosion cracking of austenitic stainless steels: recent progress and new approaches, *J. Nucl. Mater.*, 1996, No 239, pp. 61–79.
99. Zuyok, V.A., Rud, R.A., Petelguzov, I.A., et al., Metodologiya issledovaniya korrozionnykh plenok na nerzhaveyuschikh stalyakh [Methodology for research of oxide films on stainless steels], *Voprosy atomnoy nauki i tekhniki*, 2010, No 1(95), pp. 141–149.
100. Hanninen, H., Aho-Mantila, I., Torronen, K., Environment sensitive cracking in pressure boundary materials of light water reactors, *Journal of Pressure Vessel and Piping*, 1987, No 30, pp. 253–291.
101. Scott, P.M., Environment-assisted cracking in austenitic components, *Journal of Pressure Vessel and Piping*, 1996, No 65, pp. 255–264.
102. Margolin, B.Z., Fedorova, V.A., Filatov, V.M., Durability evaluation method for vessel internals of VVER by criterion of initialization of intergranular stress corrosion cracking of irradiated austenitic steels, *Inorganic Materials: Applied Research*, 2011, V. 2, Issue 6, pp 624–632.
103. Jiao, Z., Busby, J.T., Was, G.S., Deformation microstructure of proton-irradiated stainless steels, *J. Nucl. Mater.*, 2007, No 361, pp. 218–227.
104. Was, G.S., Farkas, D., Robertson, I.M., Micromechanics of dislocation channeling in intergranular stress corrosion crack nucleation, *Current Opinion in Solid State and Materials Science.*, 2012, No 16, pp. 134–142.
105. Karlsen, W., Diego, G., Devrient, B., Localized deformation as a key precursor to initiation of intergranular stress corrosion cracking of austenitic stainless steels employed in nuclear power plants, *J. Nucl. Mater.*, 2010, No 406, pp. 138–151.
106. Margolin, B.Z., Gulenko, A.G., Buchatsky, A.A., Nesterova E. V., Kashtanov A. D., Study of the effect of thermal aging on durability and plasticity of Kh18N9 steel, *Inorganic Materials: Applied Research*, 2011, No 2(6), pp 633–639.
107. Jiao, Z., Was, G.S., Localized deformation and IASCC initiation in austenitic stainless steels, *J. Nucl. Mater.*, 2008, No 382, pp. 203–209.
108. Little, E.A., Fracture mechanics evaluations of neutron irradiated type 321 austenitic steel, *J. Nucl. Mater.*, 1986, No 139, pp. 261–276.
109. Li, X., Almazouzi, A., Deformation and microstructure of neutron irradiated stainless steels with different stacking fault energy, *J. Nucl. Mater.*, 2009, No 385, pp. 329–333.
110. Hirth, J.P., Lothe, J., *Theory of dislocation*, 2nd ed., Krieger Publishing; 1991.

111. Chen, Y., Rao, A.S., Alexandreanu, B. et al., Slow strain rate tensile tests on irradiated austenitic stainless steels in simulated light water reactor environments, *Nuclear Engineering and Design*, 2014, No 269, pp. 38–44.
112. Garzarolli F., Alter D., Dewes P., Nelson J.L. Deformability of austenitic stainless steels and Ni-base alloys in the core of a boiling and pressurized water reactor//*Proc. of 3rd Intern. Symp. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors.* – 1988. - P. 657-664.
113. Марголин Б. З., Федорова В. А., Филатов В. М. Метод оценки долговечности внутрикорпусных устройств ВВЭР по критерию инициации межкристаллитного коррозионного растрескивания аустенитных сталей // *Вопросы материаловедения.* – 2010. – № 3(63) - С. 105-119.
114. Fedorova V.A., Margolin B.Z. Method for estimation of pressure vessel internals lifetime on IASCC criterion // *PVP 2013, Proc. ASME PVP, Paris, 2013, 97949.*
115. H. Nishioka, K. Fukuya, K. Fujii, T. Torimaru, IASCC Initiation in Highly Irradiated Stainless Steels under Uniaxial Constant Load Conditions//*Journal of Nuclear Science and Technology*, 2008, № 45(10), pp. 1072-1077.
116. A. Toivonen, P. Aaltonen, W. Karlsen , Post-irradiation SCC investigations on highly irradiated core internals component materials in *Proceedings of Fontevraud 6 Conference "Contribution of Materials Investigations to Improve the Safety and Performance of LWRs"*, 18-22 Sept. 2006, Royal Abbey, France.
117. K. Takakura, K. Nakata, N. Kubo, K. Fujimoto, K. Sakima, IASCC Evaluation Method of Irradiated Cold Worked 316SS Baffle Former Bolt in PWR Primary Water in *Proceedings of the ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference PVP 2009, Prague, Czech Republic, 2009, PVP2009-77279.*
118. J. Conermann, R. Shogan, K. Fujimoto, T. Yonezawa, Y. Tamaguchi, Irradiation effects in a highly irradiated cold worked stainless steel removed from a commercial PWR in *Proceedings of 12th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, USA, August 14-18, 2005, P. 277-287.*
119. P. Freyer, T. Mager, M. Burke, Hot cell crack initiation testing of serious heats of highly irradiated 316 stainless steel components obtained from three commercial PWRs in *Proceedings of 13th Intern. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Canada, August 19-23, 2007.*
120. K. Fukuyaa, K. Fujiia, Hiromasa Nishioka et al, A prediction model of IASCC initiation stress for bolts in PWR core internals // *Nuclear Engineering and Design*, 2010, № 240, pp. 473-481.

121. C. Pokor, G. Courtemanche, B. Tanguy, J.-P. Massaud, N. Monteil, IASCC of Core Internals of PWRs: EDF R&D and Engineering program to assess internals lifetime management, in: Fontevraud 7 Symposium – Contribution of Materials Investigations to Improve the Safety and Performance of LWRs, Avignon, France, 26–30 September 2010, Paris, France, SFEN.
122. R.W. Bosch, M. Vankeerberghen, R. Gérard, Crack initiation testing of thimble tube material under PWR conditions to determine a stress threshold for IASCC // J. Nucl. Mater., 2015, № 461, pp. 112–121.
123. J-P. Massoud, M. Zamboch, P. Brabec et al. – Influence of the Neutron Spectrum on the Tensile Properties of Irradiated Austenitic Stainless Steels, in Air and in PWR Environment//in Proceedings of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System-Water Reactors, Snowbird, UT, August 2005.
124. M. N. Gusev, O. P. Maksimkin, F. A. Garner, Peculiarities of plastic flow involving “deformation waves” observed during low-temperature tensile tests of highly irradiated 12Cr18Ni10Ti and 08Cr16Ni11Mo3 steels, J. Nucl. Mater. 403 (2010) 121–125.
125. Рубан С.В., Максимкин О.П. Изменение физико-механических свойств аустенитной хромоникелевой нержавеющей стали X18H9 (AISI 304), облученной нейтронами и деформируемой при отрицательных температурах//Вестник НЯЦ РК – 2015. – выпуск 1. – с.5-9.
126. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов, т.1 «Деформация и разрушение». М.,Машиностроение, 1974.
127. Курсевич И.П., Марголин Б.З., Прокошев О.Ю. и др. – Влияние длительного температурного воздействия на механические свойства и структуру аустенитной стали X18H9 и металла сварных швов//Вопросы материаловедения. – 2012. – № 3. – С.109-125.
128. Калинин Б.А., Волков Н.В., Польский В.И. Растровая электронная микроскопия. Лабораторная работа. М.: МИФИ, 2008. 56 с.
129. Калинин Б.А., Волков Н.В., Осипов В.В. Лабораторная работа «Просвечивающая электронная микроскопия»: Учебное пособие. – М.: МИФИ, 2007. – 48 с.
130. Пирогова Н.Е., Василевский В.Л., Марголин Б.З., Морозов А.М. и др., Определение флюенса быстрых нейтронов при облучении ампульной сборки с конструкционными материалами в исследовательском реакторе ВВР-М // Труды конференции молодых ученых и специалистов ЦНИИ КМ "Прометей" - СПб, ФГУП ЦНИИ КМ "Прометей", 2008.

131. ПС КАТРИН-2.5, паспорт аттестации № 356 от 17.04.2014.
132. International Reactor Dosimetry File 2002 (IRDF-2002). Technical reports series No.402. International Atomic Energy Agency, Vienna, 2006.
133. Авраменко В.И., Конобеев Ю.В., Строкова А.М., Нейтронные сечения для расчета повреждающей дозы в реакторных материалах. Атомная энергия, т.56, вып. 3, 1984.
134. В.А. Зуёк, Р.А. Рудь, И.А. Петельгузов и др. – Методология исследования коррозионных пленок на нержавеющей сталях//Вопросы атомной науки и техники. – 2010. – №1(95). – С. 141-149.
135. C. Bali, V. Kain, V. S. Raja. – Effect of Low-Temperature Sensitization on Intergranular Stress Corrosion Cracking Behavior of Austenitic Stainless Steels in Simulated Boiling Water Reactor Environment//Corrosion.. – 2009. – 65(11). – pp. 726-740.
136. K. Hide, T. Onchi, M. Mayuzumi et al. – Intergranular Cracking of Irradiated Thermally Sensitized Type 304 Stainless Steel in High-Temperature Water and Inert Gas//Corrosion.. – 1995. – 51(10). – pp. 757-766.
137. T. Massoud, V. Maurice, L. Klein et. al. – Nanostructure and local properties of oxide layers grown on stainless steel in simulated pressurized water reactor environment//Corrosion Science – 2014. – 84. – pp. 198–203.
138. Z. Jiao, G. Was, T. Miura. – Aspects of ion irradiations to study localized deformation in austenitic stainless steels//J. Nucl. Mater. – 2014. – 452. – pp. 328–334.
139. В.А. Гурович, Е.А. Кулешова, А.С. Фролов. Investigation of high temperature annealing effectiveness for recovery of radiation-induced structural changes and properties of 18Cr10NiTi austenitic stainless steels // J. Nucl. Mater., 2015, № 465, pp. 565–581.
140. Б.З. Марголин, А.Г. Гуленко, А.А. Бучатский, Е.В. Нестерова, А.Д. Каштанов. Исследование влияния термического старения на длительную прочность и пластичность стали X18H9 //Вопросы материаловедения, №4 (64), 2010, С. 118-127.
141. Марголин Б. З., Гуленко А. Г., Бучатский А. А. И др. – Прогнозирование скорости роста трещины в аустенитных материалах в условиях ползучести и нейтронного облучения//Вопросы материаловедения. – 2005. – № 4(44). – С. 59-68.
142. B. Alexandreanu , B. Capell, G.S. Was. – Combined effect of special grain boundaries and grain boundary carbides on IGSCC of Ni–16Cr–9Fe–xC alloys//Materials Science and Engineering A. – 2001. – 300. – pp. 94–104.
143. Дж. Хирт, И. Лоте. – Теория дислокаций. – М.: «Атомиздат», 1972. – 599.
144. Boris Margolin, Alexander Sorokin, Natalia Pirogova et. al. – Analysis of mechanisms inducing corrosion cracking of irradiated austenitic steels and development of a

model for prediction of crack initiation//Engineering Failure Analysis. – 2020. – 107 (104235) – pp. 1–20.

145. Б.З. Марголин, Н.Е. Пирогова, А.М. Морозов и др. – Методика оценки прочности границ зерен аустенитных сталей по результатам испытаний миниатюрных образцов на ударный изгиб//Вопросы материаловедения. – 2020. – № 2 (102). – С. – 164 - 173.

146. K.Fukuya, H.Nishioka, K.Fujii – Fracture behavior of austenitic stainless steels irradiated in PWR//J. Nucl. Mater. – 2008. – 378. – pp. 211–219.

147. Terumitsu Miura, Katsuhiko Fujii, Koji Fukuya. Micro-mechanical investigation for effects of helium on grain boundary fracture of austenitic stainless steel// J. Nucl. Mater. – 2015. – 457, pp. 279-290.

148. K. Fujimoto, T. Yonezawa, E. Wachi et al. – Effect of the Accelerated Irradiation and Hydrogen/Helium Gas on IASCC Characteristics for Highly Irradiated Austenitic Stainless Steels in proc. 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors, PA, 2005, pp. 299-310.

149. Boothby R.M. Radiation effects in nickel-based alloys // Comprehensive Nucl. Mater. – Vol. 4. – 2012. – pp, 123-150.

150. Judge C.D., Gauquelin N., Walters L. et al. Intergranular fracture in irradiated Inconel X-750 containing very high concentrations of helium and hydrogen // J. Nucl. Mater. – 2015. – Vol. 457. – pp. 165-172.

151. Stoller R.E., Maziasz P.J., Rowcliffe A.F., Tanaka M.P. Swelling behavior of austenitic stainless steels in a spectrally tailored reactor experiment: Implications for near-term fusion machines // J. Nucl. Mater. – 1988. – Vol. 155-157. –pp. 1328–1334.

152. Брайент К. Л., Бенерджи С. К. и др. Охрупчивание конструкционных сталей и сплавов. - М. Металлургия, 1988. – 552.

153. H.Trinka, H.Ullmaier – High temperature embrittlement of metals due to helium: is the lifetime dominated by cavity growth or crack growth?// J. Nucl. Mater. – 1994. – 212–215, Part 1, pp. 303-309.

154. Б.З. Марголин, Н.Е. Пирогова, А.А. Сорокин и др. – Исследование механизмов КРН облученных аустенитных хромо-никелевых сталей марок 08X18H10T, 304 и 316, используемых для ВКУ реакторов типа ВВЭР и PWR//Вопросы материаловедения. – 2020. – № 2 (102). – С. – 174 - 199.

155. B. Margolin, A. Sorokin, V. Smirnov et al. – Physical and mechanical modelling of neutron irradiation effect on ductile fracture. Part 1. Prediction of fracture strain and fracture toughness of austenitic steels//J. Nucl. Mater. – 2014. – 452. – pp. 595-606.

156. A. Toivonen, U. Ehrnstén, W. Karlsen et. al. – Fractographic observations on highly irradiated AISI 304 steel after constant load tests in simulated PWR water and argon and after supplementary tensile and impact tests//Proceedings of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors – Edited by T.R. Allen, P.J. King, and L. Nelson TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2005.
157. Р.У. Кан, П. Хаазен. – Физическое металловедение. – М.: «Металлургия», т.3, 1972. – 663.
158. H.Nishioka, K. Fukuya, K.Fujii – Deformation Structure in Highly Irradiated Stainless Steels//Journal of Nuclear Science and Technology. – 2008. – 45, №4. – pp. 274–287.
159. E. A. West, M. D. McMurtrey, Z. Jiao, G. S. Was– Role of Localized Deformation in Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking Initiation//Met. and. Mat. Trans. – 2012. – 43A. – pp. 136–146.
160. Ф.В. Чухров. – Минералы. Справочник. Том 2, вып.3. – М.: «Наука», 1967. – 676.
161. Качанов Л.М. О времени разрушения в условиях ползучести // известия АН СССР, ОТН.–158. – № 8. – С. 3- 10.
162. Работнов Ю.Н. Ползучесть элементов конструкций. – М: Наука, 1966.–452 с.
163. A. Patra, D.L. McDowell – Continuum modeling of localized deformation in irradiated bcc materials//J. Nucl. Mater. – 2013. – 432. – pp. 414–427.
164. M.J. Makin, F.J. Minter. – Irradiation hardening in copper and nickel//Acta Metallurgica. – 1960. – v.8. – pp. 691-699.
165. РД ЭО 1.1.2.99.0944-2013 «Методика расчета прочности и остаточного ресурса внутрикорпусных устройств ВВЭР-1000 при продлении срока эксплуатации до 60 лет».
166. ГОСТ Р «ВОДО-ВОДЯНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ РЕАКТОР. Расчёт на прочность внутрикорпусных устройств на стадии проектирования» (проходит стадию согласования в техническом комитете «Росэнергоатома»).
167. ГОСТ Р «ВОДО-ВОДЯНОЙ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ РЕАКТОР. Расчёт на прочность внутрикорпусных устройств на постпроектной стадии» (проходит стадию согласования в техническом комитете «Росэнергоатома»).