

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА EBSD ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕХАНИЗМОВ РАЗРУШЕНИЯ СТАЛЕЙ КОРПУСОВ РЕАКТОРОВ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ФАКТОРОВ

© 2021 г. Д. А. Мальцев^{1,*}, Е. А. Кулешова^{1,2}, С. В. Федотова¹, М. А. Салтыков¹, Н. В. Степанов¹

¹ Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, Россия

² Национальный ядерный университет “МИФИ”, Москва, Россия

*E-mail: maltsev_da@nrcki.ru

Поступила в редакцию 09.06.2020 г.

После доработки 14.07.2020 г.

Принята к публикации 14.07.2020 г.

Проведены исследования и продемонстрированы возможности использования метода EBSD (electron backscatter diffraction – дифракция отраженных электронов) при анализе механизмов деградации структуры и свойств сталей корпусов водо-водяных энергетических реакторов (ВВЭР) на примере материалов корпусов реакторов ВВЭР-440 после 45 лет эксплуатации. Показано, что столь длительная эксплуатация материалов корпуса ВВЭР-440 при повышенной рабочей температуре (~270°C) приводит к появлению в изломах участков с межкристаллитным разрушением, чего не наблюдалось ранее. При этом разрушение происходит на границах первичных аустенитных зерен по межфазной границе “феррит–бейнит”.

DOI: 10.31857/S0023476121040135

ВВЕДЕНИЕ

Для ядерных водо-водяных энергетических реакторов (ВВЭР) корпус реактора (КР) является одним из основных несменяемых узлов, лимитирующих срок службы всей установки. Обоснование и продление ресурса корпуса энергоблока требуют четкого понимания механизмов деградации свойств материалов корпуса.

Корпуса ВВЭР изготавливают из теплостойких сталей с ОЦК-решеткой, для которых характерно наличие вязко-хрупкого перехода, выражающегося в резкой смене характера разрушения от вязкого к хрупкому и снижению пластических свойств при снижении температуры испытаний образцов на ударный изгиб. Температура, соответствующая переходу металла от вязкого разрушения к хрупкому, получила название критической температуры хрупкости. При этой температуре наблюдается равенство сопротивления пластической деформации (предела текучести) и напряжения отрыва.

Для сталей с ОЦК-решеткой также характерно развитие обратимой отпускной хрупкости (образование зернограницной сегрегации прежде всего фосфора) под воздействием повышенных температур с максимумом в интервале 400–500°C. Рабочая температура ВВЭР ниже этого интервала. Однако длительная (десятки лет) эксплуатация, а

также действие наряду с термически стимулированной диффузией радиационно-индуцированной диффузии в процессе облучения приводят к тому, что в процессе длительной эксплуатации сталей КР наблюдается образование зернограницной сегрегации. Образование сегрегаций приводит к снижению когезивной прочности границ зерен и, как следствие, зернограницному разрушению. Кроме того, в процессе эксплуатации материалов КР происходит смещение критической температуры хрупкости в область более высоких температур. В случае реализации проектной аварии с заливом холодной воды и одновременным накоплением зернограницной сегрегации может резко повыситься шанс хрупкого разрушения КР [1].

В связи с этим под действием эксплуатационных факторов выделяют два механизма радиационного охрупчивания сталей КР: упрочняющий и неупрочняющий [2–6]. Упрочняющий механизм обусловлен увеличением предела текучести материала вследствие образования радиационно-индуцированных элементов структуры под облучением: радиационно-индуцированных преципитатов и дислокационных петель. Неупрочняющий механизм проявляется в образовании зернограницных сегрегаций примесей, прежде всего фосфора, что приводит к снижению когезивной прочности границ зерен и, как следствие, появлению хрупкого

Таблица 1. Химический состав металла сварного шва

Сталь	Химический состав (марочный), массовая доля элементов, %								
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Cu	P
МШ	0.06–0.12	0.32–0.44	0.79–1.09	1.25–1.74	0.12–0.16	0.51–0.55	0.16–0.20	0.104–0.113	0.017–0.036

межзеренного разрушения в изломах исследованных образцов.

В данной работе проведены исследования и продемонстрированы возможности использования метода **EBSD** (electron backscatter diffraction—дифракция отраженных электронов) при анализе неупрочняющего механизма охрупчивания на примере материалов корпусов реакторов ВВЭР-440 после 45 лет эксплуатации.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проводили на образцах, вырезанных из металла сварного шва (**МШ**) № 6 КР энергоблока № 3 Нововоронежской АЭС. Энергоблок № 3 относится к реакторам ВВЭР-440 первого поколения с повышенным содержанием примесей (фосфора и меди) в материалах корпуса. Энергоблок был выведен из эксплуатации в 2016 г., а из его корпуса вырезаны трепаны для исследований.

Сварной шов № 6 относится к необлучаемым элементам КР и подвергается воздействию только повышенных рабочих температур (~270°C). Время воздействия составило ~293 тыс. эфф. часов. Исследуемый сварной шов характеризуется неоднородностью химического состава (табл. 1).

Исследования методом EBSD проводили на половинках разрушенных образцов после исследова-

ний изломов с помощью электронной оже-спектроскопии. Образцы для исследований представляли собой цилиндры диаметром 3.2 мм и высотой 17.5 мм с надрезом глубиной 0.6 мм. После проведения исследований методом электронной оже-спектроскопии половинки образцов извлекали из спектрометра и на их боковой поверхности изготавливали шлиф для последующих исследований методом EBSD. Шлифы изготавливали с использованием комплекса пробоподготовки, включающего в себя высокопроизводительный настольный отрезной станок Struers (Дания), автоматический пресс для горячей запрессовки образцов Struers и настольный шлифовально-полировальный станок Tegramin-30, Struers. Шлифовку образца проводили до пересечения плоскости шлифа с изломом образца, т.е. на глубину не менее 0.75 мм. На конечной стадии проводили полировку образцов с использованием суспензий StruersDiaPro и DiaProDur с размерами алмазных составляющих 3 и 1 мкм и суспензии на основе диоксида кремния. Типичное изображение образца для исследований методом EBSD представлено на рис. 1.

Исследования образцов проводили с использованием автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа в тяжелом радиоактивном исполнении Merlin (Zeiss, Германия) с системой дифракции обратно рассеянных электронов. Изображение получали в обратно рассеянных электронах при ускоряющем напряжении 20 кэВ и токе зонда ~10 нА. Исследования проводили при увеличениях 100–1500 крат. Получение и обработку картин дифракции Кикучи проводили с использованием программного комплекса Aztec. Исследования проводили на плоскости шлифа, примыкающей к излому образца, что позволило выявить структурные составляющие, по которым происходит разрушение образца при его изломе в электронном оже-спектрометре.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Накопленный в НИЦ “Курчатовский институт” опыт исследований материалов сварных швов корпусов реакторов ВВЭР-440 показал, что разрушение этих материалов при испытаниях на ударный изгиб происходит транскристаллитно, что обусловлено особенностями их микроструктуры (рис. 2).

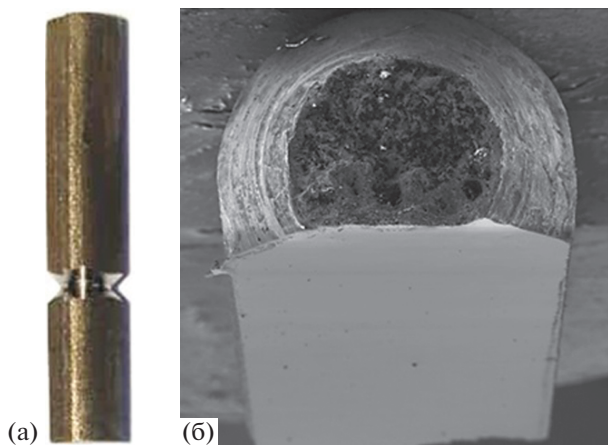


Рис. 1. Типичное изображение образца корпусной стали для исследований методом EBSD: а – для исследований методом электронной оже-спектроскопии; б – для EBSD-исследований.

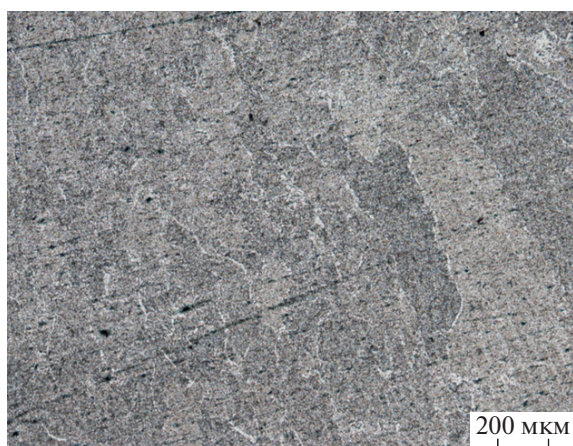


Рис. 2. Типичное изображение микроструктуры сварного шва корпуса реактора ВВЭР-440.

Микроструктура корпусных сталей представляет собой бейнит, образовавшийся после отпуска закаленного аустенита. В МШ наследственная зеренная структура представлена столбчатыми зернами, расположенными веерообразно вдоль направления теплоотвода при сварке, а также мелкими равноосными зернами, расположенными по периферии столбчатых. Особенностью МШ корпусов ВВЭР-440 является наличие избыточного легированного α -феррита по границам наследственных первичных аустенитных зерен, характеризующегося крайне низкой растворимостью фосфора. Предполагалось, что сегрегации фосфора по границам первичных аустенитных зерен при наличии избыточного α -феррита практически отсутствуют, и разрушение при ударных испытаниях происходит транскристаллитно.

Отметим, что вся база данных исследований материалов корпусов ВВЭР-440 первого поколения с повышенным содержанием примесей построена на основе результатов исследований тепловых – узких пластин, вырезанных с внутренней поверхности КР. В этой связи ввиду ограниченности материала испытания образцов на ударный изгиб проводили на образцах МШ мини-Шарпи размером $5 \times 5 \times 27$ мм, что ограничивало исследование развития в них сегрегационных процессов методами электронной оже-спектроскопии. Кроме того, исследования материалов КР ВВЭР-440 со столь длительными временами эксплуатации (45 лет) ранее не проводились.

Впервые прямые исследования зернограницных сегрегаций в материалах МШ корпусов ВВЭР-440 проведены на образцах КР третьего энергоблока Нововоронежской АЭС, которые показали в изломе присутствие фасеток со значительной концентрацией фосфора. Для выяснения типа разрушения, соответствующего этим фасеткам, были проведены исследования методом EBSD. Результаты EBSD-анализа МШ представлены на рис. 3.

Из рис. 3 видно, что микроструктура исследованного МШ состоит из разориентированных пакетов, соответствующих бейниту отпуска. При переходе вдоль линии (l) от одного пакета бейнитных пластин к другому ориентация (ϕ) меняется на углы $\sim 60^\circ$, т.е. границы между пакетами бейнита, как и границы зерен, являются большеугловыми и отображаются на EBSD-картах углов Эйлера разными цветами. По границам первичных аустенитных зерен расположены области избыточного α -феррита. Границы между пакетами внутри избыточного феррита являются малоугловыми, поскольку их разориентация не превы-

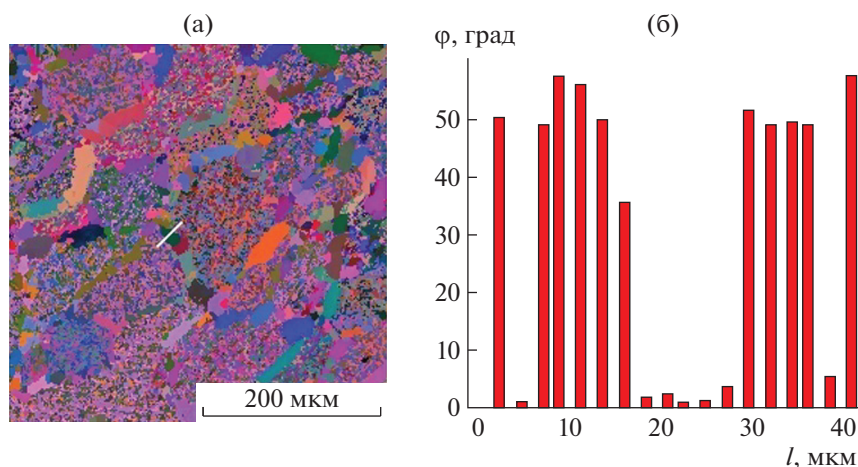


Рис. 3. Типичные результаты EBSD-анализа микроструктуры металла сварного шва корпуса ВВЭР-440 и диаграмма разориентаций структурных составляющих вдоль линии: а – цвета Эйлера; б – диаграмма разориентаций вдоль линии.

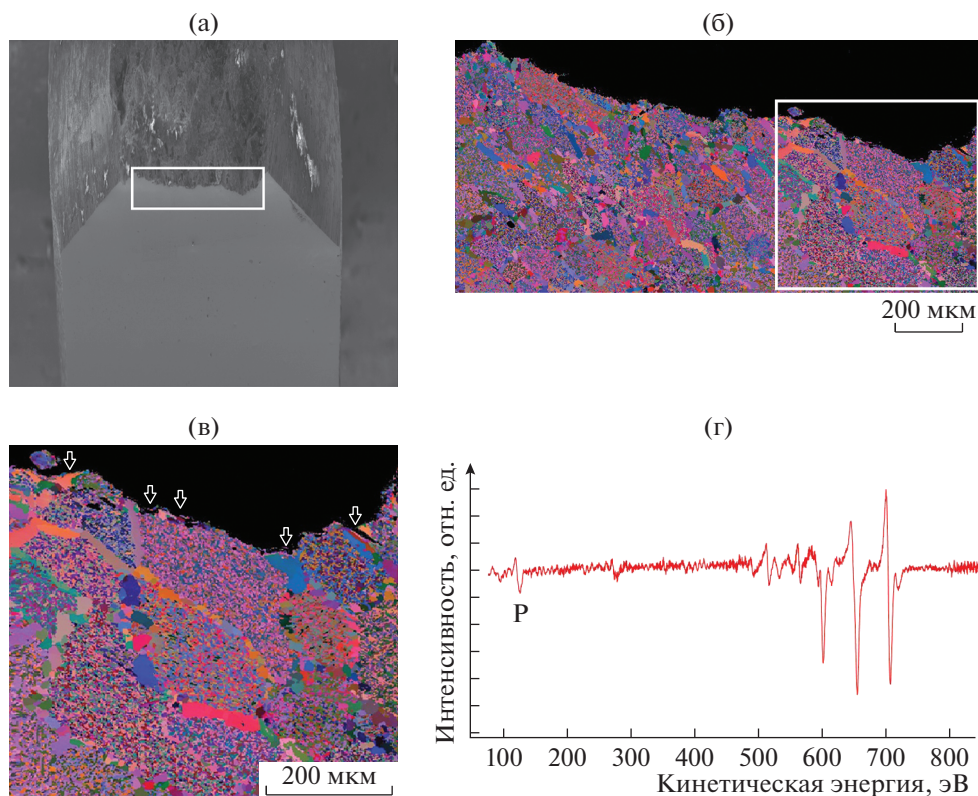


Рис. 4. Результаты EBSD-анализа области у излома разрушенного образца после исследований методом электронной оже-спектроскопии: а – электронное изображение образца; б – цвета Эйлера области шлифа вблизи излома; в – участки межкристаллитного разрушения; г – типичный оже-спектр участка межкристаллитного разрушения.

шает 5°, и отображаются на EBSD-картах углов Эйлера одним цветом.

EBSD-анализ участка, примыкающего к излому образцов, проведенный методом электронной оже-спектроскопии, показал, что в изломе образца присутствуют области, соответствующие межкристаллитному и транскристаллитному разрушению (рис. 4). Наблюдаемое межкристаллитное разрушение проходит на границах первичных аустенитных зерен в области межфазных границ типа “феррит–бейнит”. При этом результаты свидетельствуют о значительном обогащении участков межкристаллитного разрушения фосфором, концентрация которого на обнаруженных фасетках может достигать 45% покрытия монослоя.

Отметим, что сегрегации примесей на межфазных границах в корпусных сталях наблюдались и ранее. Так, в [7, 8] методами атомно-зондовой томографии показаны значительное обогащение в материалах корпусов ВВЭР-440 межфазных границ карбидов и карбонитридов фосфором, медью и кремнием, а также сегрегации этих элементов на дислокациях.

Таким образом, столь длительная эксплуатация материалов корпуса ВВЭР-440 (45 лет) при повышенной рабочей температуре приводит к

появлению в изломах участков с межкристаллитным разрушением, чего не наблюдалось ранее. В этом случае разрушение происходит на границах первичных аустенитных зерен по межфазной границе “феррит–бейнит”. Вероятно, это связано с тем, что растворимость фосфора в легированном α-феррите, расположенном по наследственным большеугловым границам аустенита, мала, что и заставляет фосфор сегрегировать на межфазную границу “феррит–бейнит”.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные исследования продемонстрировали возможности использования метода EBSD применительно к анализу механизмов разрушения материалов корпусов ядерных энергетических реакторов под действием эксплуатационных факторов. Показано, что длительная эксплуатация (до 45 лет) материалов сварных швов корпуса реактора ВВЭР-440 при повышенной рабочей температуре (~270°C) приводит к появлению в изломах образцов при ударных испытаниях участков с межкристаллитным разрушением, чего не наблюдалось ранее. При этом разрушение происходит на границах первичных аустенитных зерен по межфазной границе “феррит–бейнит”

вследствие образования сегрегаций фосфора на межфазных границах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Горынин В.И., Оленин М.И. Пути повышения хладостойкости сталей и сварных соединений. СПб.: Изд-во ФГУП ЦНИИ КМ “Прометей”, 2017. 342 с.
2. Irradiation Embrittlement of Reactor Pressure Vessels (RPVs) in Nuclear Power Plants / Ed. Soneda N. Woodhead Publishing Series in Energy, 2015. 409 p. <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-967-3.50014-3>
3. Gurovich B.A., Kuleshova E.A., Maltsev D.A. et al. // Problems At. Sci. Technol. 2013. V. 2 (84). P. 3.
4. Fukuya K. // J. Nucl. Sci. Technol. 2013. V. 50. № 3. P. 213. <https://doi.org/10.1080/00223131.2013.772448>
5. Shtrombakh Ya.I., Gurovich B.A., Kuleshova E.A. et al. // J. Nucl. Mater. 2014. V. 452. P. 348. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.05.059>
6. Kameda J., Nishiyama Y. // Mater. Sci. Eng. A. 2011. V. 528. P. 3705. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.018>
7. Fedotova S.V., Kuleshova E.A., Gurovich B.A. et al. // J. Nucl. Mater. 2018. V. 511. P. 30. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.08.046>
8. Kuleshova E.A., Gurovich B.A., Maltsev D.A. et al. // J. Nucl. Mater. 2018. V. 501. P. 261. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.01.049>