

На правах рукописи



БУБЯКИН Сергей Александрович

**ВЛИЯНИЕ ДЛИТЕЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ВЫДЕРЖЕК
И ОБЛУЧЕНИЯ НА МЕХАНИЗМЫ ЗАРОЖДЕНИЯ
ХРУПКОЙ ТРЕЩИНЫ И НАПРЯЖЕНИЕ ОТРЫВА СТАЛЕЙ
КОРПУСОВ РЕАКТОРОВ ВВЭР-1000**

Специальность: 05.14.03 – Ядерные энергетические установки,
включая проектирование, эксплуатацию и вывод из эксплуатации

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2017

Работа выполнена в Национальном исследовательском центре «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт»)

Научный руководитель: *Кулешова Евгения Анатольевна*
доктор технических наук, доцент
Главный научный сотрудник
Курчатовского ядерно-технологического
комплекса НИЦ «Курчатовский институт»

**Официальные
оппоненты:** *Никулин Сергей Анатольевич,*
доктор технических наук, профессор
Заведующий кафедрой НИТУ «МИСиС»
Бакиров Мурат Баязитович,
доктор технических наук
Генеральный директор ООО «НСУЦ
«ЦМиР»

Ведущая организация: АО ОКБ «Гидропресс»

Защита диссертации состоится «26» декабря 2017 г. в 14 ч. 00 мин. на заседании диссертационного совета Д 520.009.06 на базе Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

по адресу: 123182, г. Москва, пл. Курчатова, д.1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» и на сайте www.nrcki.ru

Автореферат разослан «__» _____ 2017 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
кандидат физико-математических наук



А.С. Колокол

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

В настоящее время одним из приоритетных направлений модернизации российской экономики является развитие атомной энергетики, которое предусматривает не только строительство новых АЭС, но и продление срока эксплуатации действующих энергоблоков. Для реакторных установок типа ВВЭР-1000 рассматривается возможность продления срока службы до 60 лет и более. Задача по продлению срока эксплуатации сводится к обоснованию недостижимости максимально допустимого уровня изменения свойств материалов конкретного корпуса реактора (КР), как несменяемого элемента ядерной энергетической установки, при его эксплуатации за пределами проектного срока службы. Для обоснования безопасной эксплуатации необходимо получение адекватного прогноза изменения свойств материалов КР в процессе эксплуатации.

В инженерные расчеты хрупкой прочности сталей КР входят данные по сдвигу кривой трещиностойкости, полученной по результатам испытаний образцов на вязкость разрушения. Большая часть базы данных по вязкости разрушения (K_{Jc}) для действующих корпусов реакторов ВВЭР получена в рамках программ ОС при испытаниях на трехточечный изгиб образцов типа Шарпи с трещиной, которые дают завышенные значения, имеют большой разброс, а также могут содержать большее количество некорректных значений и большой разброс, а диапазон температур испытаний, в котором значения K_{Jc} корректны для образцов типа SE(B) значительно уже, чем для образцов типа СТ. Всё это может привести к неконсервативным оценкам при расчете на сопротивление хрупкому разрушению КР. Поэтому оптимальным вариантом для расширения базы данных по вязкости разрушения является испытания реконструированных образцов типа СТ, которые позволяют получить корректные данные по вязкости разрушения с использованием половинок испытанных образцов типа Шарпи и SE(B), что особенно важно для облученных материалов, количество которых сильно ограничено. Однако для обоснования возможности использования реконструированных образцов типа СТ необходима проверка идентичности механизмов зарождения хрупкой трещины в стандартных и реконструированных образцах с точки зрения механических характеристик, а также влияния процедуры реконструкции на структуру материала.

Поэтому работа, посвященная обоснованию возможности получения корректных экспериментальных данных с применением методики реконструкции образцов типа СТ и использованию полученных результатов для оценки возможности продления ресурса материалов корпусов реакторов ВВЭР-1000 до

60 лет, а также уточнению особенностей механизмов хрупкого разрушения корпусных сталей является актуальной.

Также важной задачей является проведение исследований поверхностей разрушения образцов в различных состояниях и после различных механических испытаний, которые позволяют выявить механизмы, ответственные за охрупчивание материалов КР в зависимости от эксплуатационных факторов, определив слабое звено – источник зарождения хрупкой трещины («лидер»). Для понимания механизма зарождения хрупкой трещины необходимо определение величины локального напряжения отрыва, связанного с определенным типом «лидера», что реализуется при проведении испытаний цилиндрических образцов с кольцевым надрезом на одноосное статическое растяжение в различных состояниях.

Цель диссертационной работы

Целью работы является усовершенствование базы данных по трещиностойкости сталей КР ВВЭР-1000 за счет расширения экспериментальной базы данных с использованием реконструированных образцов типа СТ и использованием её для оценки возможности продления ресурса материалов корпусов реакторов ВВЭР-1000 до 60 лет и более, а также уточнение особенностей механизмов хрупкого разрушения корпусных сталей, в частности, установление влияния воздействия длительных температурных выдержек при рабочей температуре КР на локальное напряжение отрыва.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

- Выполнить расчетное обоснование возможности реконструкции с применением электронно-лучевой сварки образцов типа СТ из испытанных половинок образцов типа Шарпи и SE(B), обеспечивающей минимальную толщину сварных швов, минимальные остаточные сварочные напряжения и отсутствие перегрева центральной вставки из исследуемого материала;
- Экспериментально подобрать режим электронно-лучевой сварки для изготовления цельного образца типа СТ при сохранении структурных параметров и механических свойств центральной вставки из исследуемого материала КР ВВЭР-1000;
- Экспериментально подтвердить идентичность механизмов зарождения хрупкой трещины при испытаниях на трещиностойкость стандартных и реконструированных образцов основного металла (ОМ) и металла сварного шва (МШ) типа СТ в различных состояниях;

- Определить с использованием фрактографического анализа возможные типы источников зарождения хрупкой трещины («лидеров») в стандартных и реконструированных образцах типа СТ, а также провести сравнительные исследования влияния эксплуатационных факторов на связь параметров трещиностойкости со структурными параметрами изломов стандартных и реконструированных образцов ОМ и МШ типа СТ в исходном и охрупченном состояниях;
- Определить локальное напряжение отрыва на образцах с кольцевым надрезом в охрупченном и отожженном состояниях, испытанных на одноосное статическое растяжение, с использованием фрактографического анализа и расчетно-экспериментального метода определения напряженно – деформированного состояния;
- Провести анализ полученных данных и найти взаимосвязь между источником зарождения хрупкой трещины и соответствующим ему локальным напряжением отрыва для понимания механизмов охрупчивания материала после длительного воздействия рабочей температуры на примере цилиндрических образцов с кольцевым надрезом, испытанных на одноосное статическое растяжение.

Научная новизна и практическая значимость работы

- Проведено расчётно-экспериментальное обоснование возможности и оптимального варианта реконструкции образцов типа СТ из половинок испытанных образцов Шарпи или SE(B) и определены оптимальные параметры, позволяющие получать корректные данные по вязкости разрушения на реконструированных образцах;
- Экспериментально установлены корреляции между параметрами трещиностойкости и структурными параметрами поверхностей разрушения стандартных и реконструированных образцов типа СТ из сталей КР ВВЭР-1000 и подтверждена их идентичность;
- Впервые предложена расчетно-экспериментальная методика оценки значений локального напряжения отрыва для образцов из стали-прототипа КР ВВЭР-1000 в отожженном и охрупченном состояниях после длительного воздействия рабочей температуры на примере образцов с кольцевым надрезом, испытанных на одноосное статическое растяжение;
- Впервые разработана методика реконструкции образцов типа СТ и получен патент «Способ изготовления сварного составного образца типа СТ для испытаний на трещиностойкость облученного металла» из половинок испытанных образцов на ударный и трехточечный изгиб и показана идентичность

свойств и механизмов зарождения хрупкой трещины в стандартных и реконструированных образцах типа СТ;

- Результаты, полученные в настоящей работе, обосновывают возможность получения более представительных экспериментальных данных по вязкости разрушения в рамках реализации программ образцов-свидетелей, что позволяет повысить достоверность прогнозов изменения свойств материалов КР ВВЭР-1000 при продлении срока службы до 60 лет и более.

Степень обоснованности и достоверности полученных научных результатов

Сформулированные в диссертационном исследовании положения и выводы обоснованы полученными экспериментальными результатами механических испытаний и подтверждены фрактографическими исследованиями.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту

- Методика реконструкции образцов типа СТ из половинок испытанных образцов типа Шарпи и SE(B) применительно к сталям КР ВВЭР;
- Корреляция между параметрами трещиностойкости и структурными параметрами поверхностей разрушения стандартных и реконструированных образцов-свидетелей из основного металла и металла сварного шва типа СТ и SE(B) в исходном и охрупченном состояниях;
- Типы источников зарождения хрупкой трещины, характерные для стандартных и реконструированных образцов-свидетелей из основного металла и металла сварного шва КР ВВЭР-1000, испытанных на вязкость разрушения, а также для образцов с кольцевым надрезом, испытанных на одноосное статическое растяжение в исходном и охрупченном состояниях;
- Методика определения локального напряжения отрыва для образцов с кольцевым надрезом сталей КР ВВЭР-1000, испытанных на одноосное статическое растяжение, с использованием фрактографического анализа и расчетно-экспериментального метода определения напряженно – деформированного состояния;
- Оценка влияния длительных термических выдержек при рабочих температурах на механизмы охрупчивания сталей КР ВВЭР-1000 и их связь со структурными параметрами поверхностей разрушения образцов с кольцевым надрезом, испытанных на одноосное статическое растяжение.

Личный вклад автора

- Автор принимал непосредственное активное участие в постановке задач экспериментальных исследований, выборе методов их решения и анализе полученных результатов;
- Автор лично принимал участие в разработке методики реконструкции образцов типа СТ из половинок испытанных образцов типа Шарпи и SE(B) сталей КР;
- Автор лично производил выбор параметров электронно-лучевой сварки и разработку специальной оснастки для выполнения сварных швов при реконструкции образцов типа СТ;
- Автор лично проводил механические испытания при разработке и обосновании методики реконструкции образцов типа СТ;
- Автор принимал непосредственное участие в проведении сравнительных фрактографических исследований стандартных и реконструированных образцов типа СТ и SE(B), а также образцов с кольцевым надрезом из стали-прототипа КР ВВЭР-1000 в следующих состояниях: после длительной температурной выдержки при рабочей температуре и после отжига по режиму 680°C/50 ч;
- Автор принимал непосредственное участие в проведении сравнительных структурных исследований при разработке методики реконструкции и определении локального напряжения отрыва;
- Автором лично выполнено обобщение и анализ результатов механических испытаний, а также он принимал непосредственное участие в проведении сравнительных структурных исследований при разработке методики реконструкции и определении локального напряжения отрыва.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и списка литературы из 107 наименований, содержит 144 страниц, 30 таблиц и 68 рисунков.

Апробация работы

Результаты диссертации опубликованы в 15 статьях и докладах, из них 5 публикаций в ведущих рецензируемых изданиях, рекомендованных в действующем перечне ВАК. Зарегистрирован 1 патент о результате интеллектуальной деятельности. Выпущена и введена в действие методика в АО «Концерн Росэнергоатом». Материалы докладывались и обсуждались на 6 международных и всероссийских конференциях.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель работы и решаемые задачи, научная новизна и практическая значимость, изложены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе «Литературный обзор. Охрупчивание материалов корпусов реакторов ВВЭР-1000» проведен анализ литературных данных по хрупкому разрушению сталей корпусов реакторов, в которых были рассмотрены методы определения трещиностойкости материалов, влияние эксплуатационных факторов на хрупкое разрушение, а также физико-механические модели хрупкого разрушения при кратковременном статическом нагружении и локальный критерий хрупкого разрушения сталей.

Показано, что данные по трещиностойкости материалов в большинстве своём получены на образцах типа SE(B). Однако данные, полученные по результатам испытаний малоразмерных образцов типа SE(B)-10 имеют завышенные значения вязкости разрушения, по сравнению с образцами типа CT и не могут быть использованы для прогнозирования реальной формы кривой трещиностойкости. Поэтому для получения корректных данных по вязкости разрушения необходимо расширять базу данных по трещиностойкости материалов за счет разработки и применения метода реконструкции имеющихся образцов-свидетелей.

Показано, что источниками зарождения хрупкой трещины являются «лидеры» различного типа. Однако не определены данные по взаимосвязи состояния материала и типа «лидера» от которого происходит разрушение. Поэтому методами фрактографического анализа необходимо было выявить источники зарождения хрупкого разрушения и определить локальные критические напряжения отрыва в них. Указанные проблемы явились основой для представленной диссертационной работы, успешное выполнение которой будет способствовать лучшему пониманию физических механизмов хрупкого разрушения сталей корпусов реакторов типа ВВЭР, подвергавшихся воздействию эксплуатационных факторов, и, следовательно, повысит надежность прогноза их радиационной стойкости на продлённый период срока службы.

Во второй главе «Материалы и методы исследования» приведен химический состав исследуемых материалов (стали-прототипа КР ВВЭР-1000 и сталей КР ВВЭР-1000 промышленных плавок) и описание методик исследований, использованных в работе. Химический состав образцов исследованных сталей (основного металла (ОМ) и металла сварного шва (МШ)) приведен в таблице 1. В таблице обозначены: * – основной металл-прототип стали ВВЭР-1000 после 20

лет эксплуатации в сильно охрупченном состоянии (материал крышки исследовательского реактора-прототипа «Стенд 27»), который эксплуатировался в течение 30 лет при температуре 275 °С и с дозой облучения $F \leq 1 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-2}$; ** – материал после облучения в течение 1 топливной кампании; *** – данные не определялись.

Таблица 1 - Химический состав исследуемых материалов ОМ и МШ

Материал	Содержание хим. элемента, % масс.								
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	S	P	Cu
ОМ-1	0,18	0,34	0,51	2,12	1,17	0,56	-***	-***	0,02
ОМ-2*	0,25	0,31	0,47	3,30	1,07	0,37	0,040	0,018	0,10
ОМ-3**	0,13	0,26	0,49	2,02	1,20	0,48	0,012	0,009	0,05
МШ-1	0,07	0,36	0,93	1,71	1,22	0,64	-***	0,007	0,04
ОМ-4**	0,13	0,26	0,49	2,02	1,20	0,48	0,012	0,009	0,05

Для оценки механических свойств и структурного состояния стали использовали следующие методы:

- **Испытания на вязкость разрушения** образцов проводили на машине Rumul Microtron. Управляющий модуль испытательной машины оснащен ПК и соответствующим программным обеспечением, позволяющим проводить работы в режиме автоматизированного контроля. Для создания необходимой температуры испытания установка снабжена термокриокамерой, которая установлена на нагружающей раме машины. Отклонение температуры образца в сечении с трещиной от заданной не превышало 2°С. Контроль температуры осуществлялся с помощью поверенных термопар типа ”хромель - алюмель” и цифрового термометра. На всех образцах перед испытанием на внецентренное растяжение и трёхточечный изгиб выращивали исходную усталостную трещину.
- **Испытание на одноосное статическое растяжение** проводили на установке Zwick/Roell Z030. Для испытаний использовали пятикратные образцы с диаметром рабочей части 3 мм. Результаты испытаний на одноосное растяжение проводили и обсчитывали в соответствии с ГОСТ.
- **Фрактографические исследования** проводили с использованием растрового электронного микроскопа Merlin Zeiss с аналитической приставкой для энергодисперсионного спектрального анализа (ЭДС) для определения источника зарождения хрупкой трещины – «лидера».
- **Оже-электронная спектроскопия (ОЭС)** с использованием сканирующего оже-нанозонда Physical Electronics PHI 700 для определения уровня зернограницных сегрегаций примесей в материале. Обработку оже-спектров проводили с

помощью программы MultiPack (PHI-Ulvac). Первичные спектры дифференцировали со сглаживанием по 9 точкам и сравнивали с эталонными спектрами;

- **Экспериментально-расчетное определение напряженно-деформированного состояния (НДС)** в изломах образцов с кольцевым надрезом, испытанных на одноосное статическое растяжение выполняли с использованием диаграммы нагружения образца и расчета НДС, выполненного с использованием метода конечных элементов.

В третьей главе «Разработка методики реконструкции образцов типа СТ» описывается решение задачи разработки оптимальных режимов технологии реконструкции образцов применительно к существующему современному оборудованию для электронно-лучевой сварки из имеющихся в наличии половинок испытанных образцов-свидетелей типа Шарпи или SE(B) с размерами $10 \times 10 \times 10$ мм и $10 \times 10 \times 20$ мм.

При этом были решены следующие задачи:

1) Определены оптимальные варианты изготовления реконструированных СТ образцов¹, в которых остаточные сварочные напряжения и их градиент в центре металла вставки были минимальными.

2) Определены границы допустимых различий в механических свойствах (пределах текучести) между материалами вставки и обоймы для получения НДС у вершины трещины в реконструированном образце типа СТ, близкого к НДС в стандартном образце типа СТ.

3) Верифицированы оптимальные варианты реконструкции с учетом условий по п.п. 1 и 2 путем проведения трехмерных численных расчетов методом конечных элементов (МКЭ) с использованием вероятностной модели хрупкого разрушения и экспериментальных исследований по определению вязкости разрушения на реконструированных образцах.

При практической отработке методики реконструкции образцов типа СТ были решены следующие задачи:

1) Установлен оптимальный режим электронно-лучевой сварки (ЭЛС) образцов типа СТ из половинок испытанных образцов типа Шарпи и SE(B) (напряжение $U=40$ кВ и ток сварки $I = 35$ мА), предотвращающий перегрев центральной вставки свыше 270 °С и изменение фазового состава материала.

2) Сформулирован критерий выбора материала для оправки при реконструкции образцов типа СТ: определен диапазон допустимых значений предела текучести обоймы $\sigma_{0,2}^{\text{обоймы}}$ в зависимости от значения предела текучести

¹ Работы по расчетному обоснованию проведены под руководством д.т.н., проф. Б.З. Марголина

вставки $\sigma_{0,2}^{\text{вставки}}$: при $\sigma_{0,2}^{\text{вставки}}=1000$ МПа максимальное значение $\sigma_{0,2}^{\text{обоймы}}=1600$ МПа.

3) Минимизированы остаточные сварочные напряжения и зона термического влияния (~1,5 мм в обе стороны от сварного шва) в свариваемых заготовках путем двухсторонней сварки.

Далее, для обоснования возможности применения методики реконструкции были проведены пробные реконструкции и испытания образцов типа СТ, а также исследования методом микротвёрдости ширины зоны термического влияния, подтвердившие выполнимость условий сварки и ширины зоны термовлияния.

В четвертой главе «Сравнительные исследования структуры и свойств стандартных и реконструированных образцов типа СТ» для установления идентичности механических характеристик и структурного состояния стандартных и реконструированных образцов были проведены испытания изготовленных образцов из материалов ОМ и МШ (см. таблицу 1) на вязкость разрушения, а также выполнены исследования поверхностей разрушения испытанных образцов. Также для определения параметров трещиностойкости были получены температурные зависимости предела текучести при испытаниях на одноосное статическое растяжение для всех исследуемых материалов по формуле:

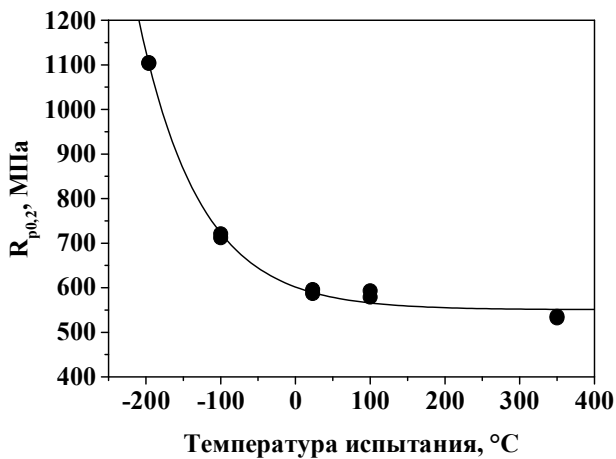
$$\sigma_{YS} = \sigma_{YG}^{\circ} + \beta * \exp[-h(T + 273)], \quad (1)$$

где σ_{YG}° – температурно-независимая часть предела текучести материала в исходном состоянии, МПа; T – температура, °С; σ_{YG}° , β , h – константы материала, независимые от температуры.

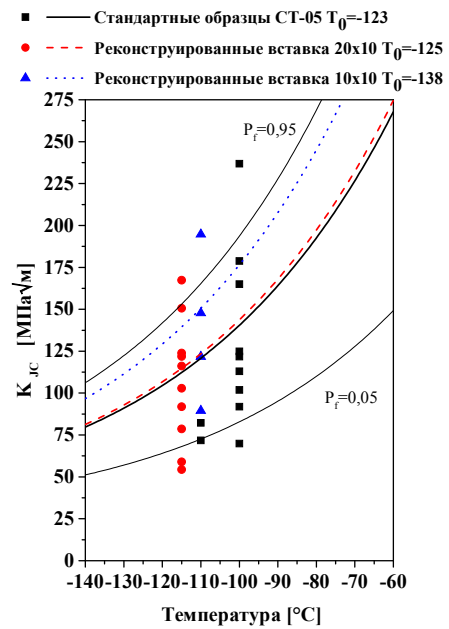
В таблице 2 представлены рассчитанные константы σ_{YG}° , β , h . Типичный вид температурной зависимости предела текучести, а также трещиностойкости стандартных и реконструированных образцов на примере ОМ-1 представлены на рисунке 1

Таблица 2 – Рассчитанные константы σ_{YG}° , β , h для ОМ и МШ

Материал	σ_{YG}°	β	h
	МПа	МПа	1/К
ОМ-1	511.7	1227.8	$1,181 \times 10^{-2}$
ОМ-2	550,7	1407.1	$1,215 \times 10^{-2}$
ОМ-3	507,6	1206,4	$1,144 * 10^{-2}$
МШ-1	564.1	1078.8	$1,073 \times 10^{-2}$
ОМ-4	529,9	1209,6	$1,101 * 10^{-2}$



а



б

Рисунок 1 – Температурная зависимость предела текучести (а) и трещиностойкости стандартных и реконструированных образцов для ОМ-1 (б)

Результаты механических испытаний на вязкость разрушения, полученные на стандартных и реконструированных образцах типа СТ для материалов ОМ-1, ОМ-2, МШ-1 представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Значения температуры T_0 для стандартных и реконструированных материалов ОМ-1, ОМ-2, МШ-1

Материал	Температура T_0 , °C		
	Стандартные образцы	Реконструированные образцы	
		Вставка 10×10	Вставка 20×10
ОМ-1	-123	-138	-125
ОМ-2	-84	-86	-94
МШ-1	-26	-24	-32

Результаты испытаний реконструированных образцов типа СТ и SE(B) из материалов ОМ-3 и ОМ-4 показали хорошую сходимость значений вязкости разрушения, полученных на реконструированных образцах типа СТ и SE(B) материалов ОМ-3 и ОМ-4 в пределах стандартного разброса значений T_0 для данного класса сталей.

Для оценки идентичности механизмов разрушения стандартных и реконструированных образцов были также проведены фрактографические исследования образцов СТ и SE(B) в исследуемых состояниях. Поскольку для сталей с о.ц.к.-решеткой, к которым относятся стали корпусов реакторов, характерна температурная зависимость предела текучести и модуля упругости, то для возможности сравнения структурных параметров изломов образцов,

испытанных на трещиностойкость при различных температурах, необходимо было за основу брать параметр трещиностойкости, нормированный на предел текучести для конкретных образцов. В качестве такого параметра трещиностойкости было выбрано критическое раскрытие вершины усталостной трещины - crack tip open displacement (CTOD), вычисленное по формуле:

$$CTOD = \frac{K_{Jc}^2}{2 * E(T) * R_{p0.2}(T)} * (1 - \nu^2) \quad (2),$$

где K_{Jc} – критический коэффициент интенсивности напряжений, МПа $\sqrt{м}$; $E(T)$ – модуль упругости, ГПа; $R_{p0.2}(T)$ – предел текучести, МПа; ν – коэффициент Пуассона.

Для определения источников зарождения хрупкой трещины – «лидеров» различного типа, а также корреляции между параметрами трещиностойкости (CTOD) и расстоянием от вершины выращенной усталостной трещины до «лидера» (CID – cleavage initiation distance) использовали методику, изложенную ниже. На панорамном растровом изображении поверхности хрупкого излома по шевронному рельефу поверхности разрушения образца, который характеризует направление распространения трещины в образце, определяли очаговую зону хрупкого разрушения. При наличии двух или более зон инициирования разрушения, выбирали ту, от которой трещина распространилась на большее расстояние. Это свидетельствует о более раннем зарождении трещины. Затем при средних увеличениях $\sim \times 500 - \times 7000$ и больших увеличениях $\sim \times 10000 - \times 50000$ по ручьистому узору транскристаллитного разрушения определяли очаговую зону с выраженным источником хрупкого разрушения образца – «лидером».

В исследованных образцах было выявлено 2 типа «лидеров»: неметаллические включения (НВ) и структурные границы (СГ) – межзеренная или субзеренная граница (см. рисунок 2).

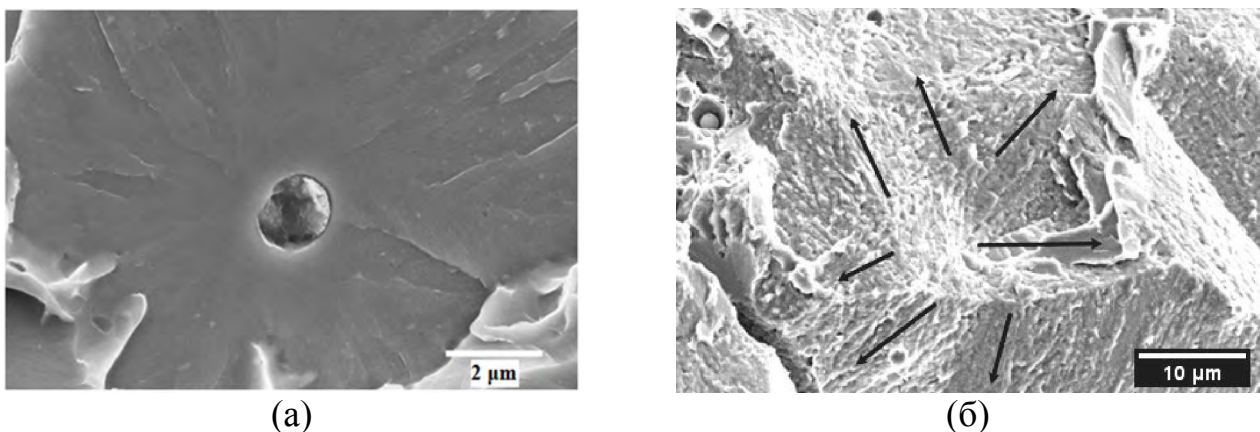


Рисунок 2 – Типичные изображения «лидеров», обнаруженные в образцах:
а – неметаллическое включение; б – структурная граница

Для всех стандартных и реконструированных образцов типа СТ были определены «лидеры» разного типа. На рисунке 3 представлены диаграммы, иллюстрирующие соотношение долей «лидеров» разного типа в поверхностях разрушения данных образцов.

Для построения аналитических зависимостей, связывающих структурные параметры изломов с параметрами трещиностойкости испытанных образцов, по уравнению (2) были рассчитаны значения СТOD для каждого испытанного образца и типа «лидера».

Показано, что процентное соотношение источников зарождения хрупкой трещины для стандартных и реконструированных образцов практически не изменилось.

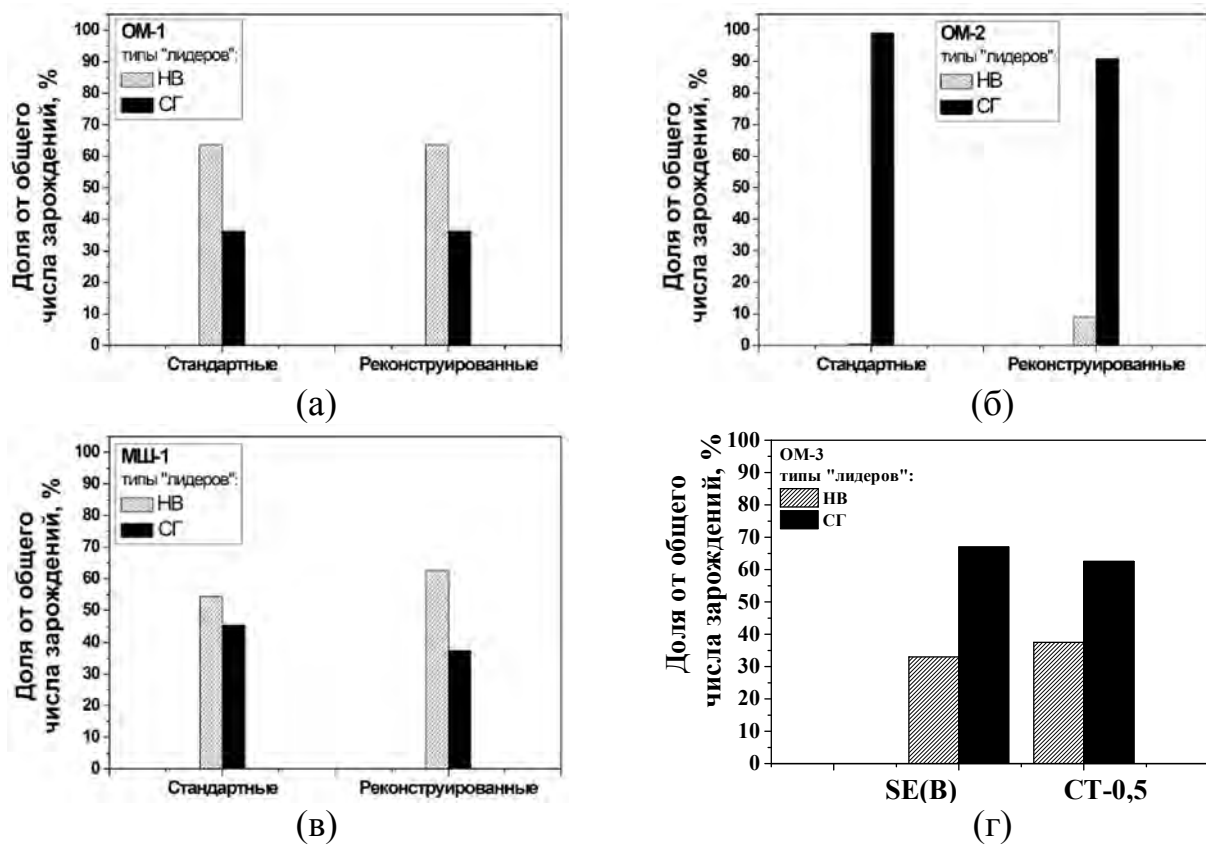
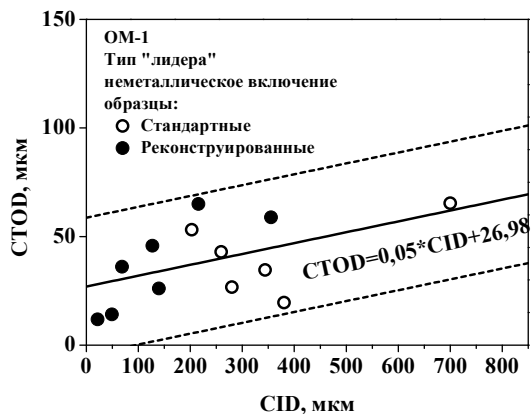


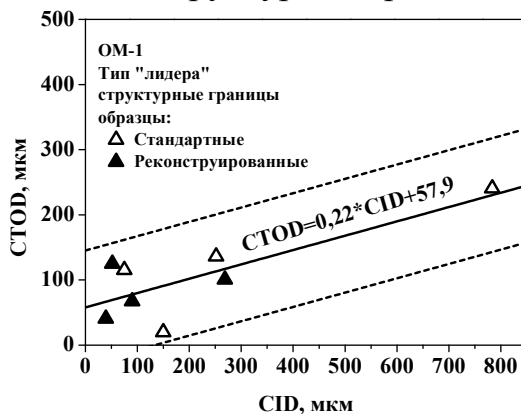
Рисунок 3 – Соотношения долей зарождения от «лидеров» различного типа для стандартных и реконструированных образцов: OM-1 (а); OM-2 (б); МШ-1 (в); OM-3 (г)

На рисунке 4 представлены полученные зависимости параметра СТOD от CID для всех исследованных образцов.

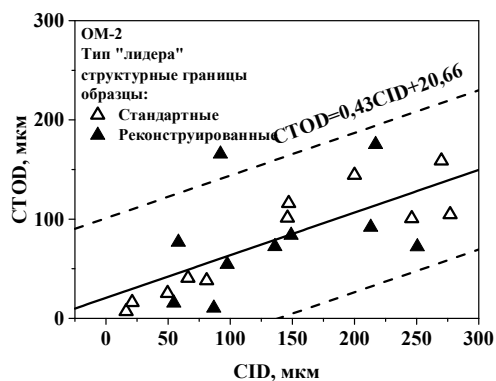
Неметаллические включения



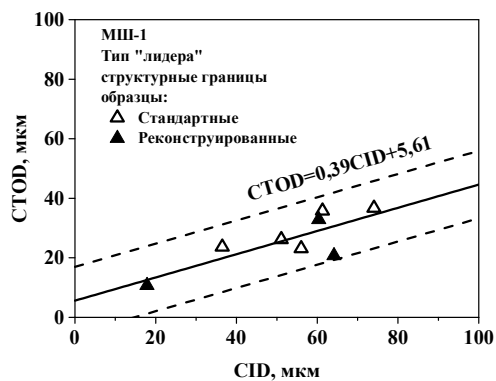
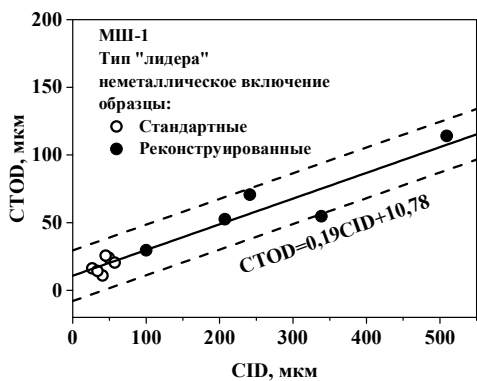
Структурные границы



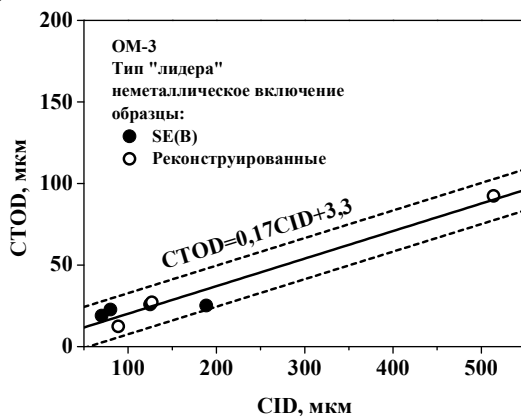
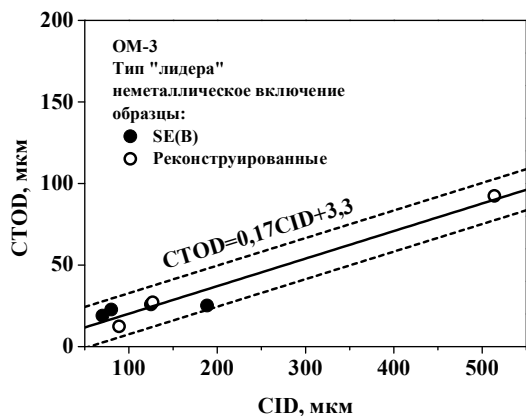
(a)



(б)

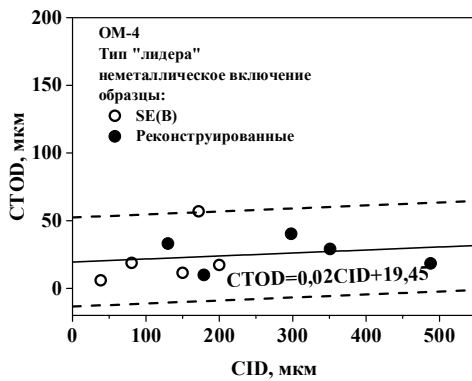


(B)

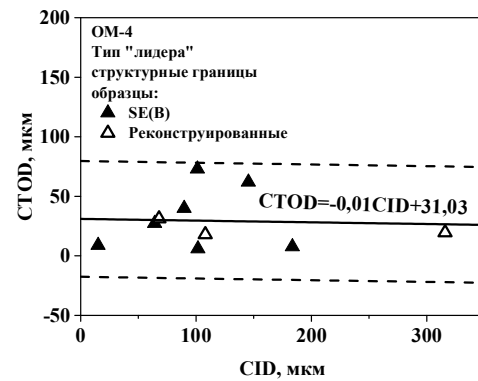


(Г)

Неметаллические включения



Структурные границы



(д)

Рисунок 4 – Зависимость $CTOD(CID)$ для различных типов «лидеров» исследованных материалов: а – ОМ-1; б – ОМ-2; в – МШ-1; г – ОМ-3; д – ОМ-4

Следует учитывать, что для разных типов «лидеров» вид установленной корреляции между критическим раскрытием вершины трещины $CTOD$ и расстоянием CID имеет разный вид.

Анализ экспериментальных данных проведенный с помощью теста Чоу показал, что в пределах разброса зависимости $CTOD(CID)$ для одинаковых типов лидеров для стандартных и реконструированных образцов СТ в исследованных материалах отличаются незначительно.

Таким образом, показано, что механизмы хрупкого разрушения стандартных и реконструированных образцов типа СТ одинаковы, что подтверждено тем, что:

а) типы источников зарождения хрупкой трещины (неметаллические включения и структурные границы) во всех исследованных стандартных и реконструированных образцах типа СТ и SE(B) одинаковы;

б) относительная доля зарождения хрупкого разрушения от «лидеров» различного типа для стандартных и реконструированных образцов типа СТ-0,5 и типа SE(B) практически не меняется для одинаковых материалов.

В пятой главе «Определение напряжения отрыва при испытаниях на растяжение образцов с кольцевым надрезом» была решена задача определения локального напряжения отрыва, которая способствует лучшему пониманию механизмов охрупчивания материалов КР при длительном воздействии на них высокой температуры.

Для решения этой задачи было предложено использовать образцы с кольцевым надрезом, испытанные на одноосное статическое растяжение. Выбор такой геометрии образца обусловлен тем, что кольцевой надрез создает максимальные нормальные напряжения отрыва в центре образца, что позволяет

корректно определить напряжение отрыва. Определение локального напряжения отрыва проводили на охрупченном материале ОМ-2 (см. таблицу 1).

Для оценки влияния воздействия термического охрупчивания на локальное напряжение отрыва необходимо были данные, полученные на материале в охрупченном состоянии, сравнить с исходным состоянием. Архивный материал для исследовательского реактора «Стенд 27» отсутствует. Так как крышка корпуса реактора «Стенд 27» подвергалась длительному воздействию рабочей температуры, а следовательно, основной фактор, который оказывал влияние на охрупчивание материала, была термически-стимулированная сегрегация фосфора, то для получения материала в исходном состоянии было предложено использовать методику высокотемпературного отжига по режиму $680^{\circ}\text{C} / 50$ часов с быстрым охлаждением в воду, т.е. при температуре выше температуры максимального проявления обратимой отпускной хрупкости и близкой к режиму итоговой термической обработки сталей КР этого класса. Охлаждение материала производилось в воде с целью предотвращения набора материалом зернограничной сегрегации фосфора в процессе прохождения образцами интервала развития обратимой отпускной хрупкости.

Для подтверждения эффективности проведённого восстановительного отжига также были проведены оже-электронные исследования материала в состояниях до и после отжига по выбранному режиму для оценки уровня зернограничной сегрегации фосфора².

На рисунке 5 представлены гистограммы распределения фосфора по границам зёрен в стали.

Из рисунка 5 видно, что отжиг по выбранному режиму $680^{\circ}\text{C} / 50\text{ч}$ снизил зернограничную концентрацию фосфора в отожженной стали до значений, характерных для сталей КР в исходном состоянии.

После испытания образцов с кольцевым надрезом, изготовленных из сталей корпусов реакторов ВВЭР и испытанных на одноосное статическое растяжение в различных состояниях, было проведено определение НДС в образцах по описанной выше методике³. Далее, определив тип источника зарождения хрупкой трещины «лидера», и сопоставив его координату в сечении образца с максимальным напряжением в этой точке, можно определить локальное напряжение отрыва для этого лидера, т.е. найти «слабое звено» в материале. Таким образом, можно установить, какой из механизмов в процессе эксплуатации корпуса реактора вносит вклад в его охрупчивание под воздействием эксплуатационных факторов.

² Работы по расчетному обоснованию проведены под руководством к.ф.-м.н. Букиной З.В.

³ Работы по расчетному обоснованию проведены под руководством д.т.н. Киселёва А.С.

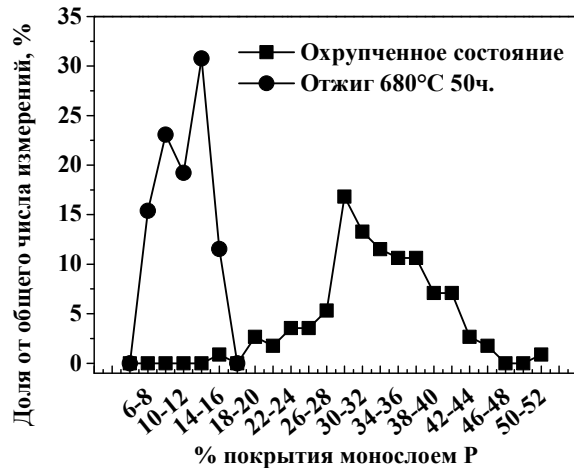


Рисунок 5 – Распределение фосфора по границам зёрен стали в охрупченном состоянии и после отжига

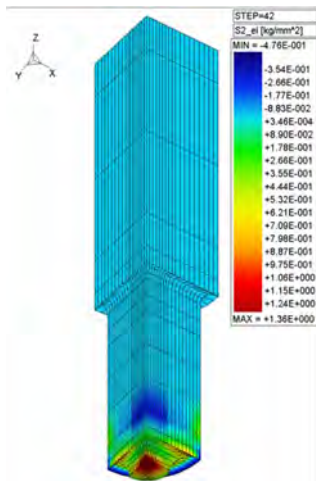
Для определения НДС были изготовлены 4 группы образцов: 2 группы стандартных пятикратных образцов на растяжение и 2 группы образцов с кольцевым надрезом в охрупченном и отожженном состояниях, соответственно.

Для расчета НДС использовались значения разрушающих нагрузок ($F_{\text{разр}}$), полученных по результатам испытаний образцов с кольцевым надрезом (см. таблицу 4).

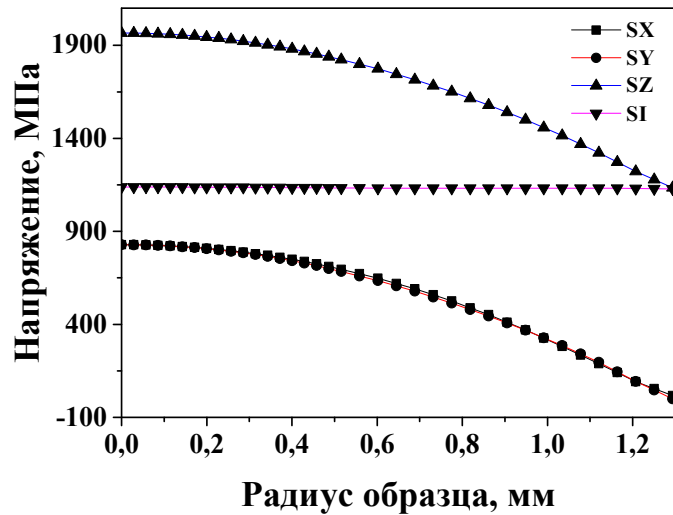
На рисунке 6 представлено характерное распределение компонент напряжений в сечении образца с надрезом (представлена 1/8 части образца) (см. Рисунок 6, а) и пример полученного распределения трех нормальных компонент напряжений (SX , SY , SZ) (см. Рисунок, б)

Таблица 4 – Разрушающая нагрузка, используемая в расчете, полученная по результатам испытаний

Состояние после отжига		Охрупченное состояние	
Температура испытания	$F_{\text{разр}}$	Температура испытания	$F_{\text{разр}}$
°С	Н	°С	Н
-145	7067	-196	9837
-145	8140	-135	8383
-145	7375	-125	8054
-145	6901	-120	8007
-157	8077	-110	7329
-165	7589	-	-
-165	7435	-	-
-196	10344	-	-
-196	10250	-	-



(а) – распределение напряжений по сечению

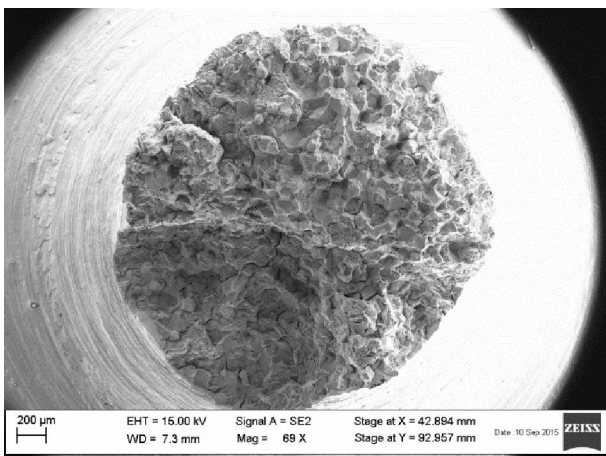


(б) – распределение трёх нормальных компонент напряжений

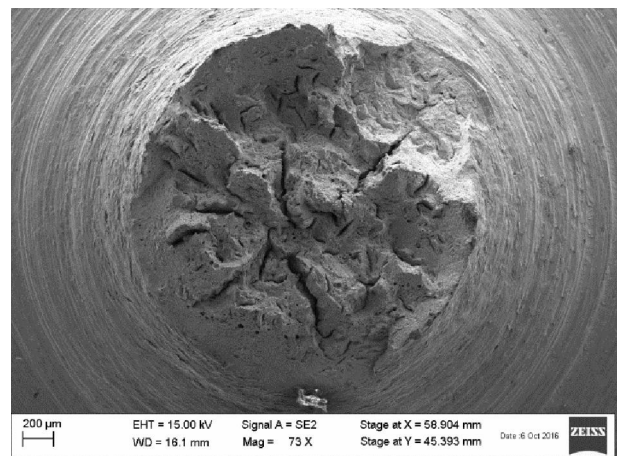
Рисунок 6 – Пример расчёта НДС для образца

Из таблицы 4 видно, что нагрузка при разрушении для образцов в охрупченном состоянии ниже, чем для отожженных образцов.

Это подтверждается данными фрактографического анализа, при котором было обнаружено, что в изломах образцов с кольцевым надрезом, испытанных при одной и той же температуре ($T = -135\text{ }^{\circ}\text{C}$), для охрупченного состояния наблюдалось полностью хрупкое разрушение (см. рисунок 7, а), в то время как в отожженном образце излом был полностью вязкий (см. рисунок 7, б).



(а)



(б)

Рисунок 7 – Растровые изображения поверхностей разрушения образцов с кольцевым надрезом ОМ-1 в охрупченном состоянии (а) и в состоянии после отжига (б)

При определении локального напряжения отрыва образцов с кольцевым надрезом в охрупченном и отожженном состояниях, испытанных на статическое

растяжение, необходимо было соотнести координату обнаруженного методом фрактографического анализа типа «лидера» с полученным распределением трех нормальных компонент напряжений (S_X , S_Y , S_Z), выбрав максимальное, тем самым определив значение напряжения отрыва на «лидере» данного типа от которого пошло разрушение.

Для нахождения источника зарождения хрупкой трещины - «лидера» были проведены фрактографические исследования испытанных образцов с кольцевым надрезом в охрупченном и отожженном состояниях.

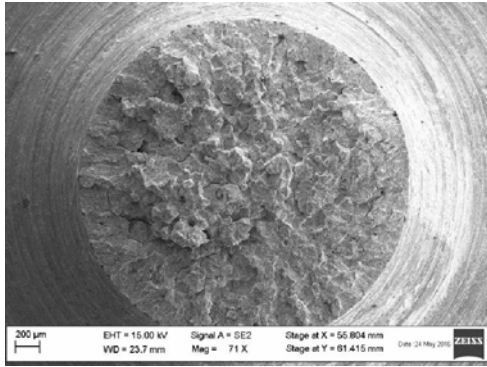
Методика определения фрактографических исследований заключалась в следующем: на поверхности излома определялся центр образца (см. рисунок 8, а). Далее, по ручьистому узору транскристаллитного разрушения на образцах при небольших увеличениях определяли источник зарождения хрупкой трещины – «лидер». После этого производили измерение расстояния CID (cleavage initiation distance) от центра образца до обнаруженного «лидера» и фиксировали это значение (см. рисунок 8, б). Были обнаружены 2 типа «лидера»: структурная граница (транскристаллитная или интеркристаллитная) (см. Рисунок 2, б) или неметаллическое включение (см. рисунок 2, а).

Для определения локального напряжения отрыва на границе обнаруженного «лидера» в данном образце проводили следующую процедуру:

- определяли координату «лидера» до центра излома образца (см. рисунок 8, б);
- на полученном из расчета НДС для конкретного образца с кольцевым надрезом распределении компонент напряжения (см. рисунок 6, б) выбирали максимальное напряжение, соответствующее координате обнаруженного «лидера».

В таблице 5 представлены результаты фрактографических исследований и определенные локальные напряжения отрыва ($S_{\text{отрыва}}$) на границе выявленного «лидера».

Из таблицы 5 видно, что, во-первых, в охрупченном состоянии источником зарождения хрупкой трещины были только интеркристаллитные структурные границы. После проведенного отжига произошла смена характера разрушения с интеркристаллитного (по границам зёрен) на транскристаллитное (по субгранице). Появился новый источник зарождения хрупкой трещины – неметаллическое включение. При этом в состоянии после отжига $680^\circ\text{C}/50$ ч. были обнаружены в малом количестве и структурные границы, но это уже были транскристаллитные структурные границы. Во-вторых, наличие неметаллических включений в качестве «лидера» в отожженном материале свидетельствует о том, что прочность границ зёрен увеличилась по сравнению с охрупченным состоянием, и более слабым звеном в материале стала граница неметаллическое включение/матрица.



а) панорамный вид поверхности разрушения образца с кольцевым надрезом

б) измерение CID

Рисунок 8 – Методика фрактографических исследований

Таблица 5 – Результаты определения локального напряжения отрыва ($S_{\text{отрыва}}$)

Температура испытаний	$F_{\text{разр}}$	CID	$S_{\text{отрыва}}$	«Лидер»
°С	Н	мкм	МПа	
Охрупченное состояние				
-196	9837	483	2100	СГ _{интер} *
-135	8383	200	1900	СГ _{интер}
-125	8054	288	1850	СГ _{интер}
-120	8007	458	1850	СГ _{интер}
-110	7329	514	1700	СГ _{интер}
Отожженное состояние				
-145	7067	369	2050	СГ _{транс} **
-145	8140	257	1930	НВ***
-145	7375	105	2100	СГ _{транс}
-145	6901	366	2075	НВ
-157	8077	155	2100	НВ
-165	7589	49	2250	СГ _{транс}
-165	7435	322	2200	НВ
-196	10344	517	2170	НВ
-196	10250	561	2145	НВ

* СГ_{интер} – структурная граница интеркристаллитная;

** СГ_{транс} – структурная граница транкристаллитная;

*** НВ – неметаллическое включение.

На рисунке 9 представлены данные по напряжению отрыва, полученные в результате исследования, в графическом виде.

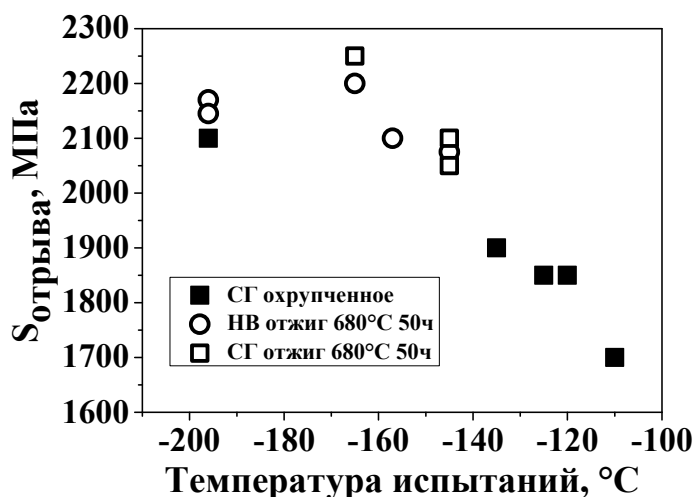


Рисунок 9 – Результаты определения напряжения отрыва ($S_{отр}$)

Статистический анализ с использованием теста Чоу показал, что полученные результаты для охрупченного и отожженного состояния при линейной аппроксимации принадлежат разным совокупностям данных. При этом показано, что для отожженного состояния значения локального напряжения отрыва по границам зерен выше (в среднем, 2110 МПа) чем для охрупченного состояния (в среднем, 1880 МПа). Кроме того, показано, что в охрупченном состоянии источником зарождения хрупкой трещины являются только структурные интеркристаллитные границы, в то время, как в отожженном состоянии происходит смена типа «лидера»: появляется новый тип – неметаллическое включение и остаётся структурная граница, однако это уже транскристаллитная структурная граница. Поскольку напряжение отрыва для отожженного состояния растёт по сравнению с охрупченным, это свидетельствует о том, что на когезивную прочность границ зёрен в охрупченном состоянии сильно оказывает влияние термически-стимулированная сегрегация фосфора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1 Для установления механизмов зарождения хрупкой трещины и определения локальных напряжений отрыва исследованы образцы из сталей КР ВВЭР-1000 в исходном и охрупченном состояниях после испытаний на вязкость разрушения (стандартных и реконструированных образцов типа СТ) и одноосное статическое растяжение (образцов с кольцевым надрезом).

2 Проведено расчётно-экспериментальное обоснование оптимального варианта реконструкции образцов типа СТ из половинок испытанных образцов Шарпи или SE(B) с размерами 10×10×10 мм и 10×10×20 мм. При этом определена последовательность выполнения сварных швов, обеспечивающая минимальные остаточные сварочные напряжения; обоснованы параметры электронно-лучевой

сварки без перегрева центральной вставки и минимизации толщины сварного шва: ускоряющее напряжение $U=40$ кВ, ток пучка $I=35$ мА, скорость сварки $v_{св}=20$ мм/сек;

3 Для подтверждения теоретически-обоснованных вариантов сварки проведена пробная сварка образцов типа СТ по выбранным схемам сварки, изготовленных из материалов КР ВВЭР-1000 в исходном состоянии и по измерениям микротвёрдости определена зона термического влияния ($\sim 1,5$ мм в обе стороны от сварного шва).

4 Проведены полномасштабные механические испытания стандартных и реконструированных образцов, которые показали сходимость получаемых характеристик трещиностойкости в пределах стандартного разброса значений T_0 для данного класса материалов.

5 Проведенные фрактографические исследования поверхностей изломов испытанных стандартных и реконструированных образцов типа СТ подтвердили идентичность механизмов зарождения хрупкой трещины в стандартных и реконструированных образцах, а именно:

- источниками зарождения хрупкого разрушения в исходном состоянии в стандартных и реконструированных образцах как в ОМ, так и в МШ являются неметаллические включения и структурные границы;

- источниками хрупкого разрушения в охрупченном состоянии в стандартных и реконструированных образцах, в основном, являются структурные границы;

- полученные зависимости CTOD(CID) для испытанных стандартных и реконструированных образцов в исходном и охрупченном состояниях практически идентичны.

6 С использованием данных, полученных в данной работе, разработана и введена в действие в АО «Концерн Росэнергоатом» «Методика реконструкции образцов типа СТ для испытаний на вязкость разрушения материалов корпусов реакторов типа ВВЭР при продлении срока эксплуатации» МТ 1.2.5.05.0974-2014.

7 Для сравнительного анализа данных по локальному напряжению отрыва проведены лабораторные отжижки стали-прототипа в охрупченном состоянии по режиму $680^{\circ}\text{C}/50\text{ч.}$, приведшего после отжига к снижению уровня зернограницной сегрегации фосфора до значений, характерных для данного класса стали в исходном состоянии.

8 Из исследуемой стали-прототипа в исходном и охрупченном состояниях изготовлены и испытаны на одноосное статическое растяжение стандартные образцы и образцы с кольцевым надрезом.

9 Расчетно-экспериментальным методом с использованием метода конечных элементов определено напряженно-деформированное состояние для всех

испытанных образцов с кольцевым надрезом и построены распределения компонент главных напряжений по сечению каждого испытанного образца.

10 В поверхностях разрушения испытанных образцов с кольцевым надрезом обнаружена смена типа источника зарождения хрупкой трещины, связанная с растворением зернограничной сегрегации фосфора в процессе отжига и, соответственно, с изменением когезивной прочности границ зёрен: в охрупченном состоянии «лидерами» являются интеркристаллитные границы; в отожженном состоянии – неметаллические включения.

11 С использованием расчетно-экспериментальных зависимостей распределений компонент напряжений по сечению испытанных образцов с кольцевым надрезом определены величины локального напряжения отрыва для «лидеров» различного типа, при этом установлено, что локальное напряжение отрыва в образцах в охрупченном состоянии ниже (в среднем, 1880 МПа), чем после отжига 680°C/50 ч. (в среднем, 2110 МПа), что свидетельствует о снижении напряжения отрыва при испытаниях на одноосное статическое растяжение в охрупченных образцах за счет наличия зернограничной сегрегации фосфора.

Основные публикации по теме диссертации:

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ:

1 Марголин Б.З., Костылев В.И., Фоменко В.Н., Журко Д.А., **Бубякин С.А.**, Бандура А.П. Разработка методики реконструкции образцов типа СТ из металла испытанных образцов-свидетелей корпусов реакторов ВВЭР. Часть 1. Расчётное обоснование// Вопросы материаловедения, N4(84), 2015, стр. 187-205.

2 Журко Д.А., **Бубякин С.А.**, Бандура А.П., Марголин Б.З., Костылев В.И., Фоменко В.Н. Разработка методики реконструкции образцов типа СТ из металла испытанных образцов-свидетелей корпусов реакторов ВВЭР. Часть 2. Экспериментальные исследования// Вопросы материаловедения, N4(84), 2015, стр. 206-210.

3 Кулешова Е.А., Ерак А.Д., **Бубякин С.А.**, Журко Д.А., Бандура А.П. Сравнительные исследования механизмов хрупкого разрушения стандартных и реконструированных образцов СТ из материалов корпусов реакторов ВВЭР-1000// Вопросы материаловедения. 2016. № 1. С. 180-191.

4 Kuleshova E.A., Erak A.D., Kiselev A.S., **Bubyakin S.A.**, Bandura A.P. Influence of operation factors on brittle fracture initiation and critical local normal stress in SE(B) type specimens of VVER reactor pressure vessel steels// Journal of Nuclear Materials. 2015. T. 467. C. 927-936.

5 Кулешова Е.А., **Бубякин С.А.**, Ерак А.Д., Киселёв Ал-др. С., Киселёв Ал-ей. С. Локальное напряжение отрыва для цилиндрических образцов с кольцевым

надрезом из сталей корпусов реакторов ВВЭР, испытанных на одноосное статическое растяжение. // Деформация и разрушение материалов. Статья в публикации.

Свидетельство о регистрации Патента на изобретение:

1 Способ изготовления сварного составного образца типа СТ для испытаний на трещиностойкость облученного металла. Государственный реестр изобретений Российской Федерации /Г.П. Карзов, Б.З. Марголин, А.Я. Варовин, В.Н. Фоменко, Б.А. Гурович, Д.А. Журко, **С.А. Бубякин**. – Патент на изобретение № 2582626; рег. от 05.04.2016. – 12 с.

Выпущена и введена в действие методика в АО «Концерн Росэнергоатом»:

1 МТ 1.2.5.05.0974-2014 «Методика реконструкции образцов типа СТ для испытаний на вязкость разрушения материалов корпусов реакторов типа ВВЭР при продлении срока службы». АО «Концерн Росэнергоатом», Москва

Материалы конференций:

1 Скундин М.А., Чернобаева А.А., Журко Д.А., **Бубякин С.А.** Медведев К.И. Влияние длительных выдержек при рабочих температурах на механические свойства материалов обечаек корпусов ВВЭР-1000// Сборник трудов VII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» НИТУ «МИСиС». – 2014. – С. 167

2 Журко Д.А., **Бубякин С.А.**, Бандура А.П. Реконструкция образцов типа СТ из половинок образцов-свидетелей корпусов реакторов ВВЭР 1000// Сборник трудов VII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» НИТУ «МИСиС». – 2014. – С. 173

3 **Бубякин С.А.**, Кулешова Е.А., Журко Д.А., Бандура А.П., Ерак А.Д. Марголин Б.З., Костылев В.И., Фоменко В.Н. Разработка методики реконструкции образцов типа СТ из материалов образцов-свидетелей корпусов реакторов ВВЭР-1000// Тезисы докладов Конференции молодых специалистов «Инновации в атомной энергетике» АО «НИКИЭТ» – 2014. – С. 49.

4 **Бубякин С.А.**, Кулешова Е.А., Журко Д.А., Бандура А.П., Ерак А.Д. Марголин Б.З., Костылев В.И., Фоменко В.Н. Разработка методики реконструкции образцов типа СТ из материалов образцов-свидетелей корпусов реакторов ВВЭР-1000// Сборник докладов Конференции молодых специалистов «Инновации в атомной энергетике» АО «НИКИЭТ» – 2014. – С. 297-308.

5 Гурович Б.А., Кулешова Е.А., Мальцев Д.А., Ерак А.Д., Бандура А.П., **Бубякин С.А.** Влияние эксплуатационных факторов на механизмы хрупкого разрушения образцов корпусных сталей, испытанных на ударный изгиб и вязкость разрушения// Сборник материалов VI-ой Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» –2015 – С. 781.

6 **Бубякин С.А.** Обоснование методики реконструкции образцов типа СТ сталей корпусов реакторов ВВЭР на основе исследования механизмов хрупкого разрушения// Сборник материалов XII-ой Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов (с международным участием) ИМЕТ РАН – 2015 – С. 139.

7 Zhurko D.A., Kuleshova E.A., **Bubyakin S.A.**, Erak A.D., Vandura, A.P. Experimental substantiation of a technique of reconstruction of CT-type samples from surveillance specimens of RPV VVER-1000// The fourteenth international conference «Material issues in design, manufacturing and operation of nuclear power plants equipment» CRISM «Prometey» – 2016.

8 Журко Д.А., Кулешова Е.А., **Бубякин С.А.**, Ерак А.Д., Бандура А.П. Сопоставление данных по вязкости разрушения, полученных на стандартных и реконструированных образцах типа СТ из металла сварного шва корпуса реактора ВВЭР-1000// Сборник трудов VIII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» НИТУ «МИСиС». – 2016. – С. 208.

9 Кулешова Е.А., Ерак А.Д., Бандура А.П., **Бубякин С.А.** Влияние эксплуатационных факторов на локальные характеристики трещиностойкости образцов типа SE(B) из корпусной стали реакторов ВВЭР-1000// Сборник трудов VIII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» НИТУ «МИСиС». – 2016. – С. 203.

10 Кулешова Е.А., Журко Д.А., Ерак А.Д., **Бубякин С.А.**, Киселёв А.С., Киселёв А.С. Исследование величин локального напряжения отрыва для цилиндрических образцов с кольцевым надрезом из сталей корпусов реакторов ВВЭР, испытанных на одноосное статическое растяжение в различных состояниях// Сборник тезисов докладов 10-ой международной научно-технической конференции «Обеспечение безопасности АЭС с ВВЭР» АО ОКБ «ГИДРОПРЕСС» – 2017 – С. 68.