



**НАЦИОНАЛЬНЫЙ**  
**ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР**  
**«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»**



**Влияние длительного воздействия рабочих параметров реактора ВВЭР-440 на структуру и фазовый состав материала элементов ВКУ**

**Е.А. Кулешова, Б.А. Гурович, А.С. Фролов, Д.А. Мальцев,  
С.В. Федотова, И.В. Федотов,  
НИЦ «Курчатовский Институт»**

**Б.З. Марголин, А.И. Минкин, А.А. Сорокин  
НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»**

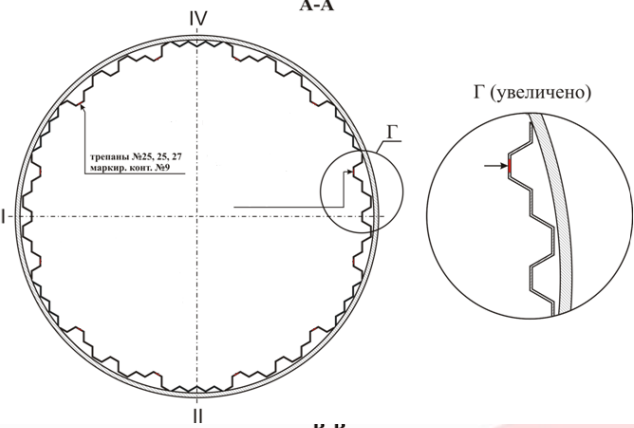
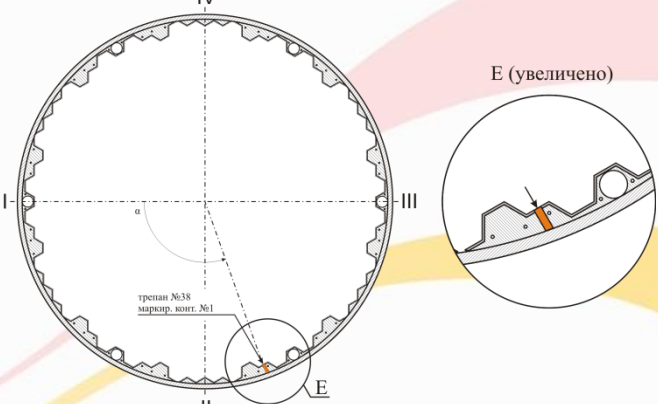
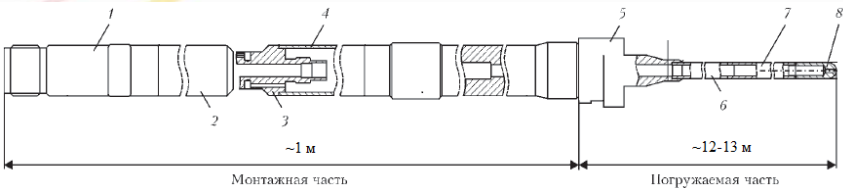


Изучение взаимосвязей изменения структуры и механических свойств имеет значимую важность, особенно при рассмотрении вопроса безопасной эксплуатации реакторов при продленном сроке службы.

Наиболее информативными и полезными являются исследования образцов, вырезанных из материала ВКУ, облученных непосредственно в самом реакторе ВВЭР. На основе изучения изменений структуры и механических свойств данных образцов можно делать заключения о безопасности продления срока эксплуатации реактора до 60 лет, либо принимать меры по разработке методов ликвидации изменений в материале, вызванных облучением.

В работе для оценки степени деградации структуры, ответственной за изменение свойств элементов ВКУ из стали 08X18H10T, были исследованы элементы ВКУ энергоблока №3 НВОАЭС, выведенного из эксплуатации.

# Исследованные материалы

Номер трепана	Доза облучения, сна	Т облучения, °С	Элемент конструкции	Место вырезки
27	47,2	270	элемент трепана, вырезанного из выгородки корзины	
25	15,7	270	выемной после облучения в условиях реактора ВВЭР-440 в контакте с водой	
38	15,7	300-320	элемент трепана, вырезанного из сегмента корзины выемной после облучения в условиях реактора ВВЭР-440 без контакта с водой	
КНИ ВВЭР-440	7,9	270	Чехол канала нейтронного измерительного	
КНИ ВВЭР-1000	12	300-320		



# Фазовый состав стали 08X18H10T под воздействием эксплуатационных факторов

## Исходное состояние:

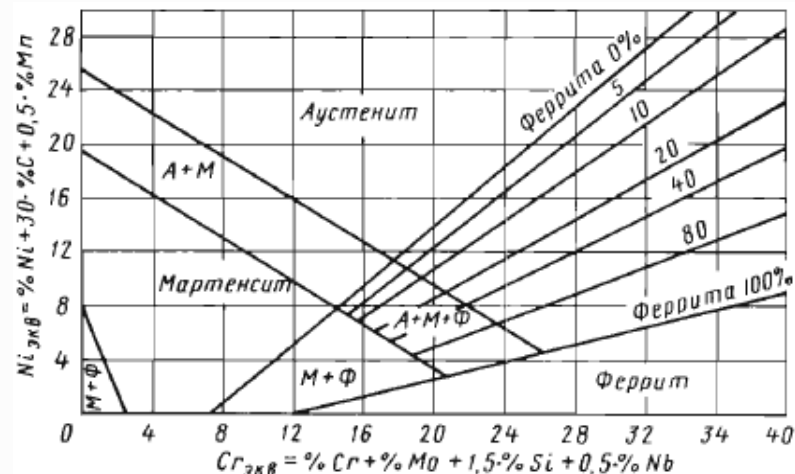
- $\gamma$  – твердый раствор на основе Fe, Cr, Ni
- карбиды титана с г.ц.к.-решеткой
- $\delta$ -феррит при определенном соотношении Cr/Ni

## Облучение:

- образование и развитие вакансионной пористости;
- образование дислокационных петель;
- выделение карбидов/карбонитридов титана TiC;
- выделения G-фазы (Ni-Si-Ti);
- выделения  $\gamma'$ -фазы (Ni-Al-Si-Cu)
- выделения  $\alpha$ -фазы.

## Методы исследования:

Объект исследования	Используемые методы для определения
Дислокационные петли	ТЕМ
Выделения (размером 5÷30 нм)	ТЕМ, SEM
Выделения (размером < 5 нм)	APT
Вакансионные поры	ТЕМ



Структурная диаграмма Шеффлера для определения фазового состава аустенитных сталей



РЭМ: Zeiss «Merlin»

ПЭМ: микроскоп FEI Titan 80-300



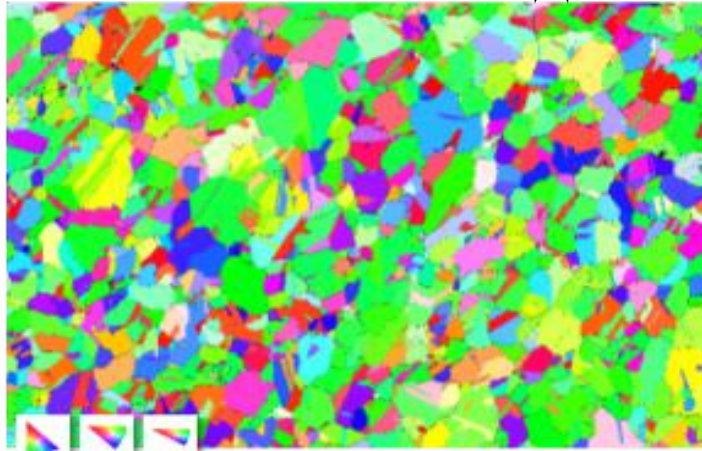
АЗТ: Cameca LEAP 4000 HR



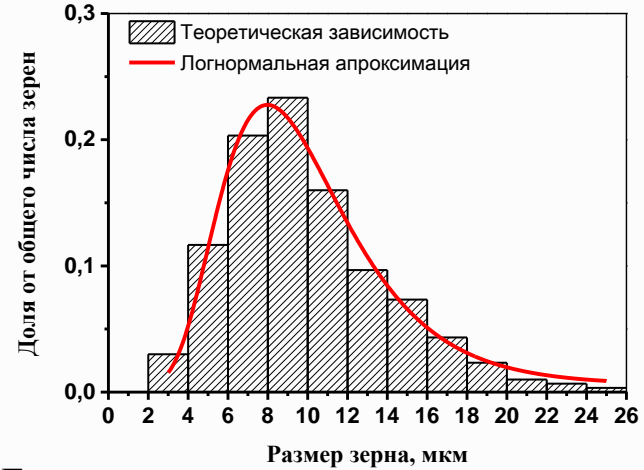
FIB:  
FEI Helios Nanolab 650  
Изготовление образцов

# Микротемплет из фрагмента КНИ ВВЭР-440

Доза облучения 7,9 сна,  $T_{обл}=270\text{ }^{\circ}\text{C}$



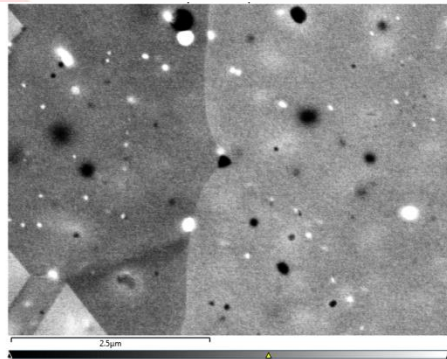
Размер  
зерна 10  $\mu\text{m}$



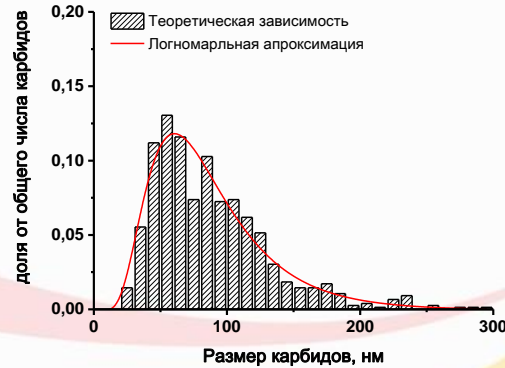
Гистограммы распределения зерен по размерам

EBSD ориентационная карта

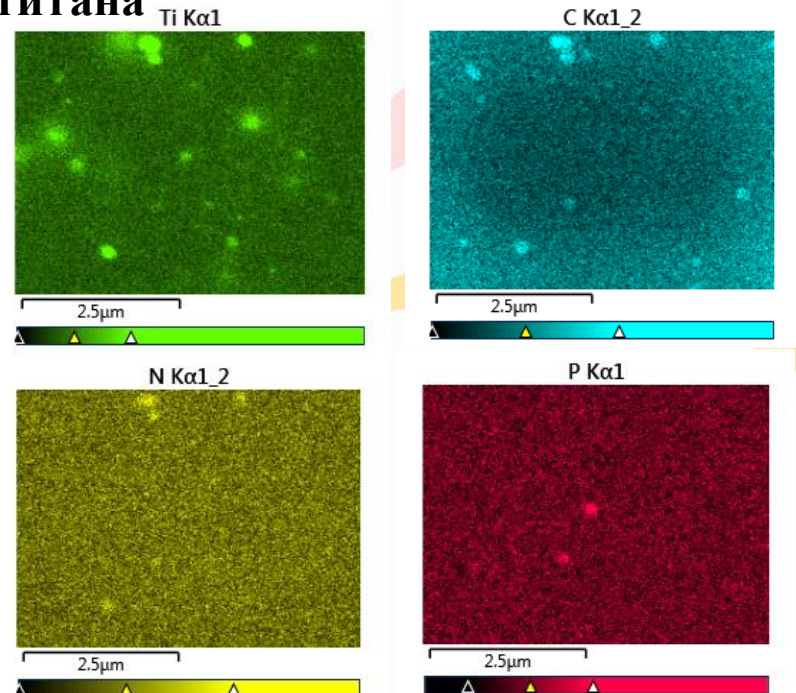
## Карбиды/карбонитриды титана



SEM-изображение

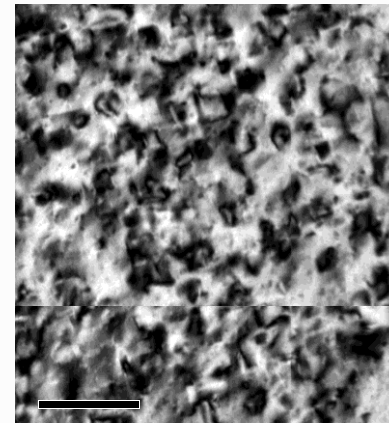
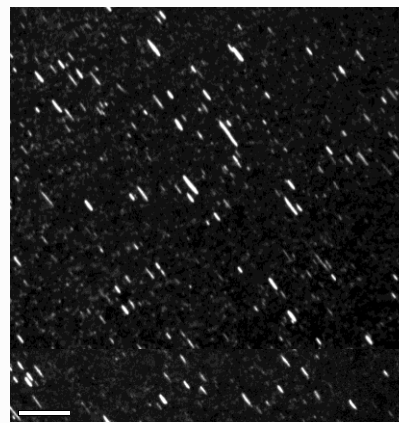
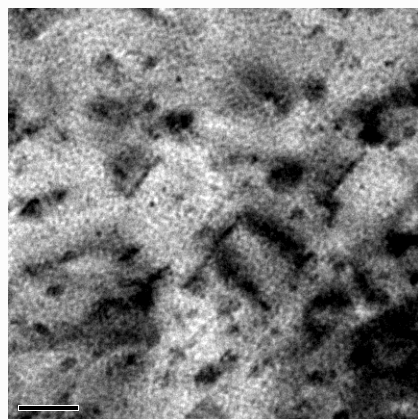
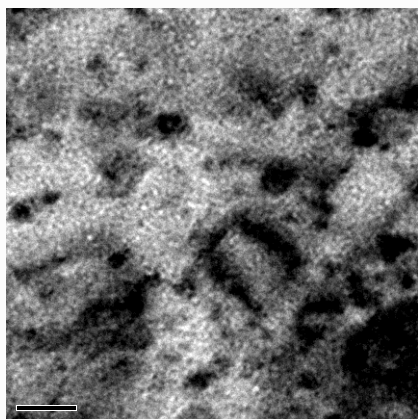


гистограмма  
распределения по размерам



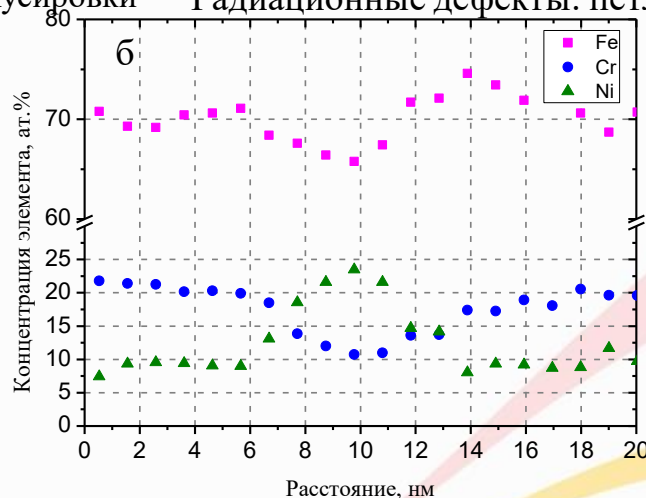
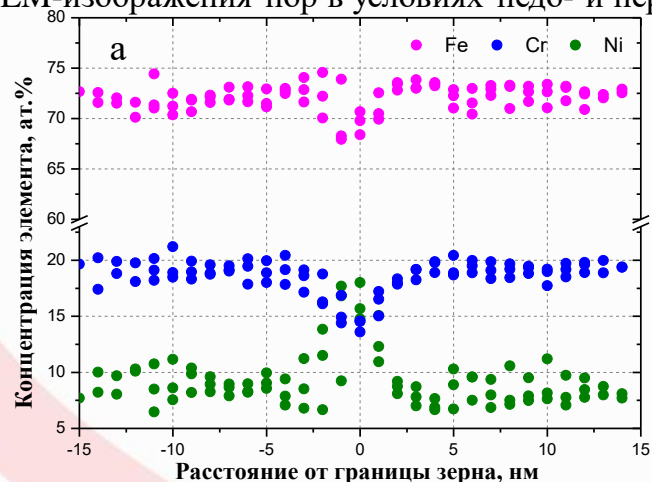
EDX- карты распределения элементов

# Микротемплет из фрагмента КНИ ВВЭР. ТЕМ



ТЕМ-изображения пор в условиях недо- и перефокусировки

Радиационные дефекты: петли Франка и "black dots"



ЕELS-профили распределения химических элементов перпендикулярно к большеугловой границе в КНИ ВВЭР-440 (а) и ВВЭР-1000 (б)

	F, сна/ T, °C	Карбиды титана		Поры			Дисл. петли Франка		"Black dots"		РИС	
		d, нм	$\rho$ , $10^{18} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{23} \text{M}^{-3}$	Распухание, %	d, нм	$\rho$ , $10^{22} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{22} \text{M}^{-3}$	Ni, ат%	Cr, ат%
ВВЭР-440	7,9/ 270	40-70	55±8	0,82±0,05	2,0±0,7	0,006±0,001	6,7±0,4	10 ±2	2,4±0,1	16 ±3	17	13
ВВЭР-1000	12-14/ 300-320	125±25	3,5±0,5	1,6±0,1	1,2±0,2	0,027±0,005	6,4±1,1	7,6±1,5	2,2±0,1	8±2	24	10

# Микротемплет из фрагмента КНИ ВВЭР. АЗТ

Cu

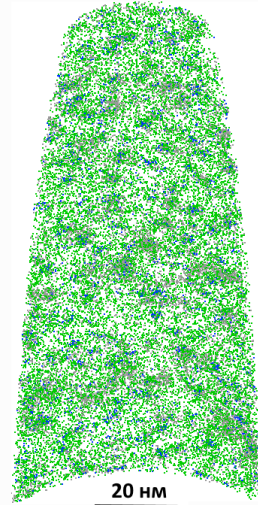
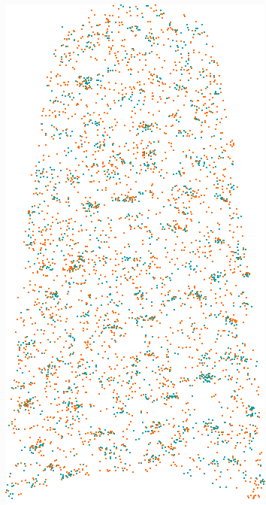
Al

Ni

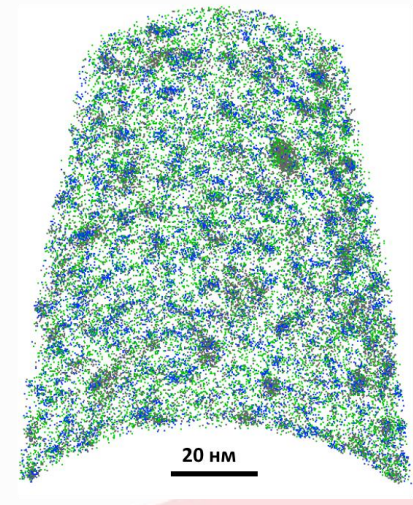
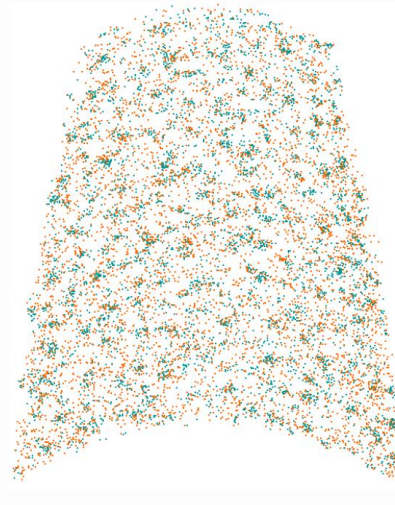
Si

Ti

а



б

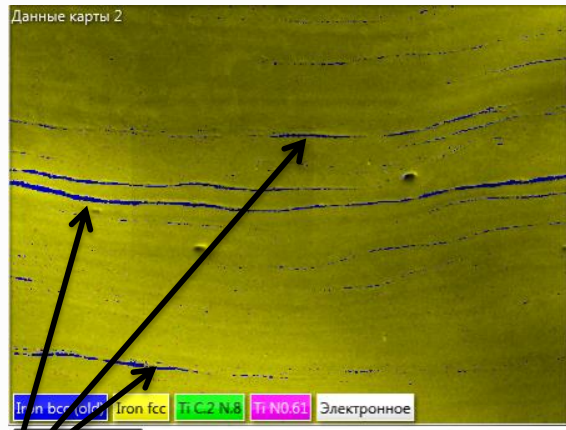


3D-карты распределения элементов в образцах КНИ ВВЭР-440 (а) и ВВЭР-1000 (б)

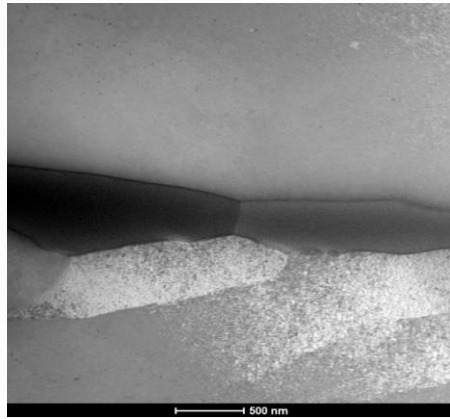
	F, сна/Т, °C	G-фаза			γ'- фаза		
		d, нм	ρ, 10 <sup>23</sup> м <sup>-3</sup>	Состав, ат%	d, нм	ρ, 10 <sup>23</sup> м <sup>-3</sup>	Состав, ат%
ВВЭР-440	7,9/ 270	1.7	6.3±1.3	Ni=71,5 Ti=7,5 Si =30	1.2	9.3±1.1	Ni=63 Ti=11,5 Si=10 Al=9 Cu=6,5
ВВЭР-1000	12-14/ 300-320	2.3	3.8±3.0	Ni=61,5 Ti=11 Si=27.5	1.5	13.3±1.5	Ni=57,5 Ti=14,5 Si=6 Al=15 Cu=7

# Элементы трепанов из выгородки ВВЭР-440

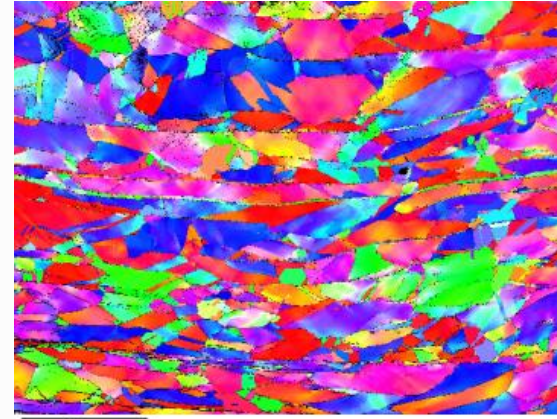
Доза облучения: №25 -15,7 сна; №27 – 47,2 сна,  $T_{обл}=270\text{ }^{\circ}\text{C}$



$\delta$  - феррит



STEM-изображения  $\delta$ -феррита



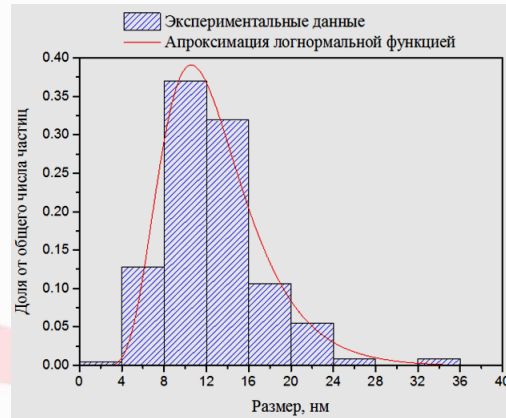
Размер  
зерна 10-  
20 µm

EBSD –карта зеренной структуры

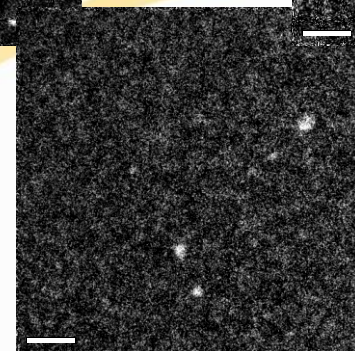
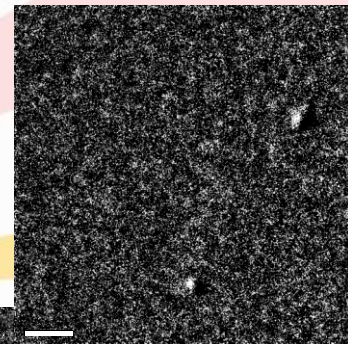
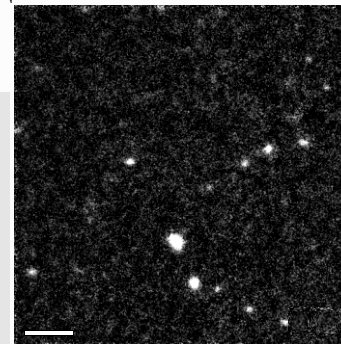
## Карбиды/карбонитриды титана



ТЕМ-изображение



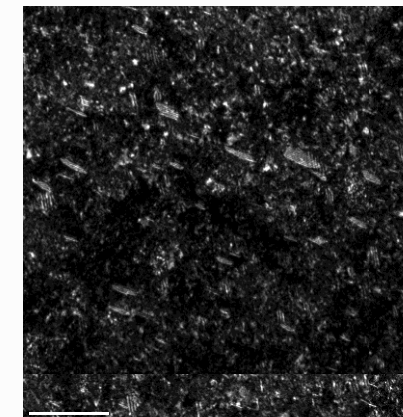
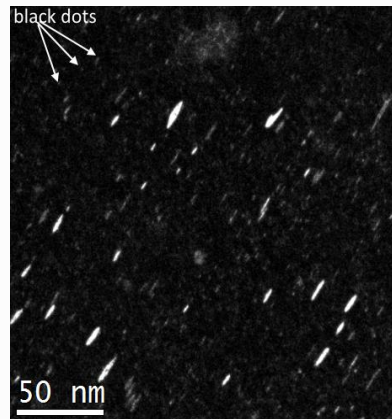
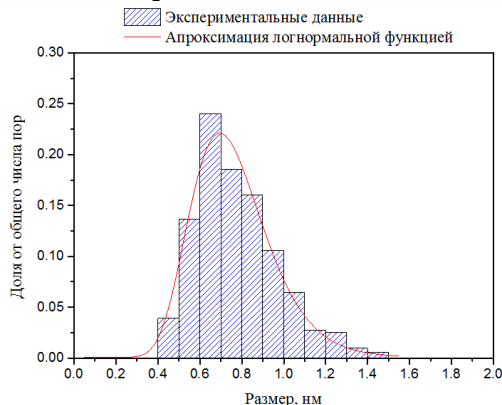
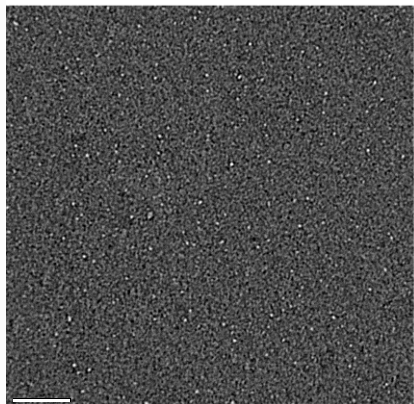
Гистограмма  
распределения по  
размерам



EFTEM-карты распределения элементов

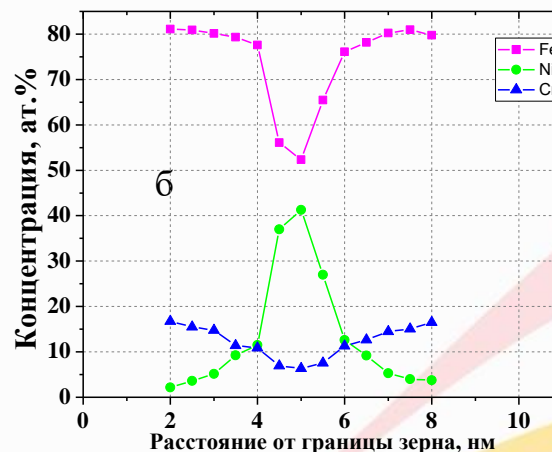
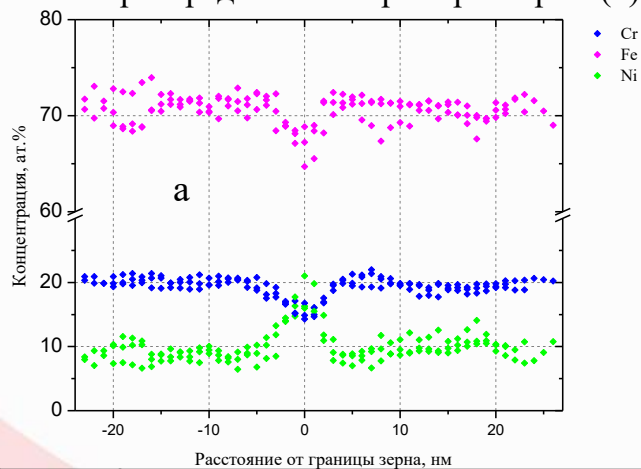


# Элементы трепанов №№ 25, 27 из выгородки ВВЭР-440. ТЕМ



Поры: кросс-коррекция ТЕМ-изображения (а) и гистограмма распределения пор по размерам (б)

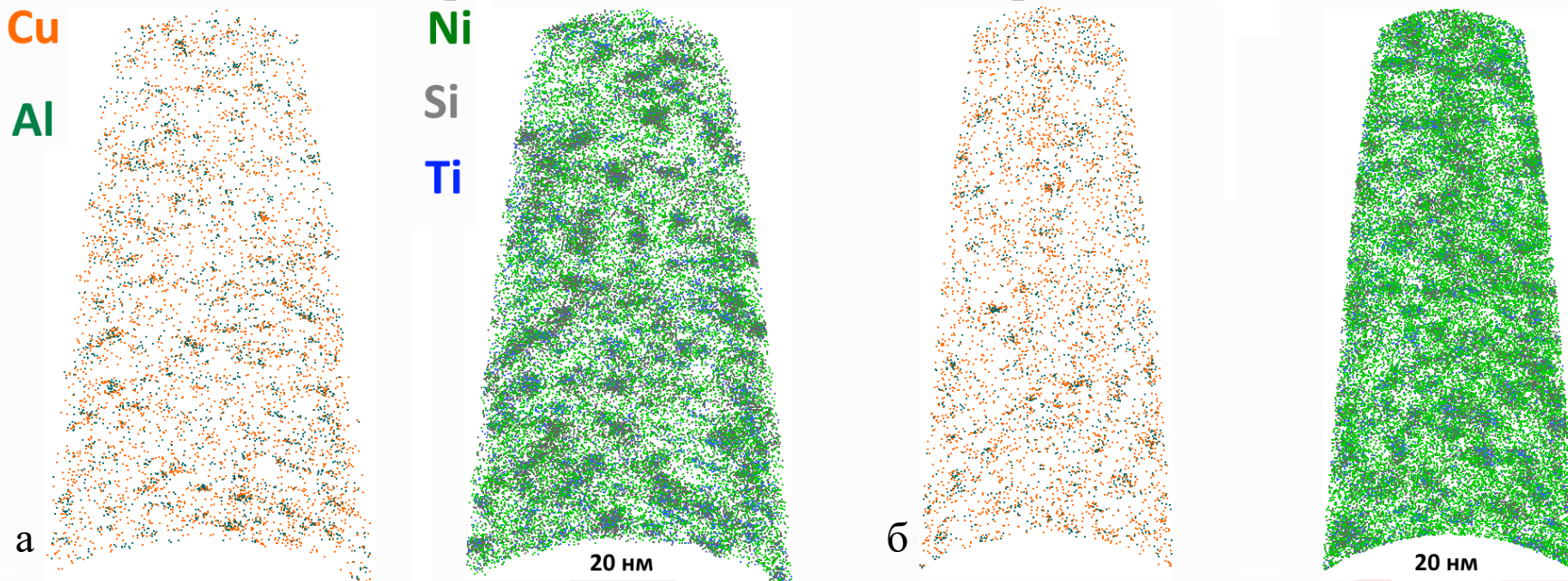
Радиационные дефекты: петли Франка и “black dots”



ЕELS-профили распределения химических элементов перпендикулярно к большеугловой границе в трепанах 25(а) и 27(б)

Трепан	F,сна/ T, °C	Карбиды титана		Поры			Дисл. петли Франка		“Black dots”		РИС	
		d, нм	$\rho, 10^{20} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho, 10^{23} \text{M}^{-3}$	Распухание, %	d, нм	$\rho, 10^{22} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho, 10^{22} \text{M}^{-3}$	Ni, ат%	Cr, ат%
25	15,7/ 270	25±5	2,2±0,3	0,79±0,02	0,61±0,15	0,014±0,004	6,2±0,2	100±12	1,2±0,1	150±17	20	14
27	47,2/ 270	11,8±0,5	38±4	0,75 ±0,02	1,1±0,2	0,015±0,003	7,2±0,2	80±20	1,6± 0,1	140±30	41	6

# Элементы трепанов №№ 25, 27 из выгородки ВВЭР-440. АЗТ

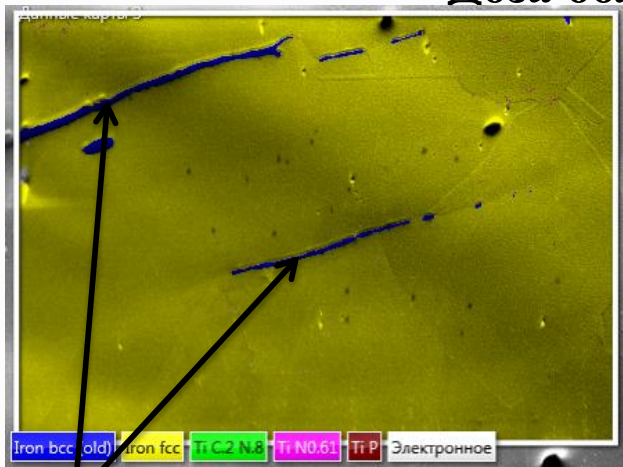


3D-карты распределения элементов в образцах №25(а) и 27(б) из выгородки ВВЭР-440

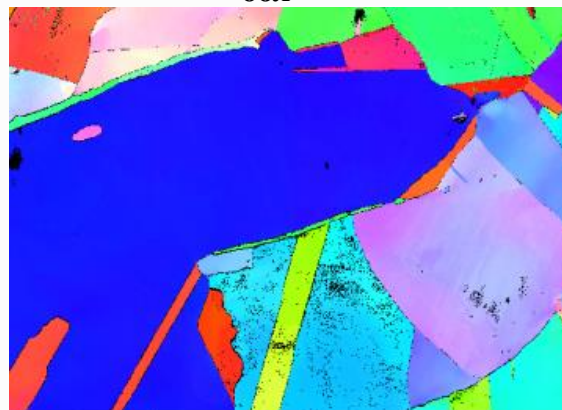
Трепан	F, сна/Т, °C	G-фаза			γ'- фаза		
		d, нм	ρ, 10 <sup>23</sup> м <sup>-3</sup>	Состав, ат%	d, нм	ρ, 10 <sup>23</sup> м <sup>-3</sup>	Состав, ат%
25	15,7/ 270	1.6	13.3±0.8	Ni=67 Ti=8 Si =25	1.3	9.7±1.7	Ni=64 Ti=10,5 Si=8,5 Al=9 Cu=8
27	47,2/ 270	1.6	13.2±6.9	Ni=63 Ti=13 Si =24	1.3	9.1±1.4	Ni=62 Ti=11 Si=7 Al=11,5 Cu=8,5

# Элемент трепана №38 из корзины выемной ВВЭР-440

Доза облучения -15,6 сна,  $T_{обл}=300-320\text{ }^{\circ}\text{C}$



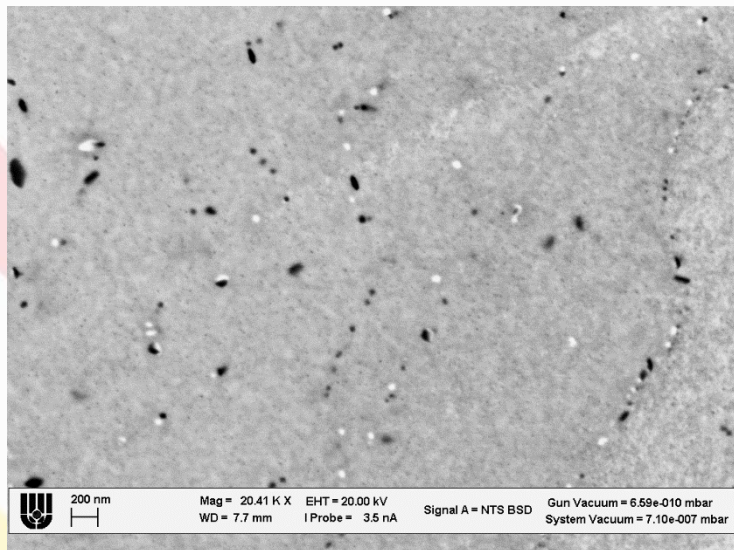
$\delta$  - феррит



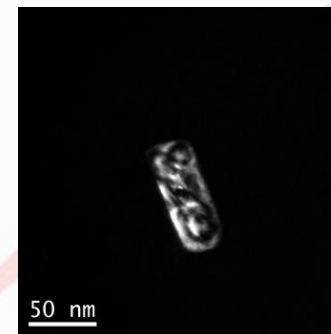
EBSD –карта зеренной структуры

Размер зерна  
80-100 μm

## Карбиды/карбонитриды титана



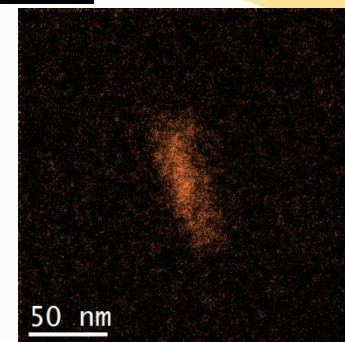
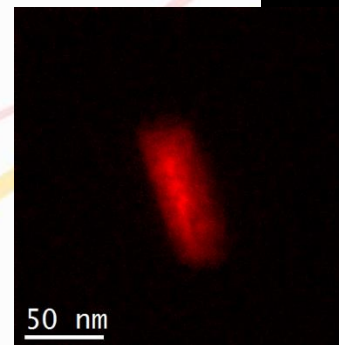
SEM-изображение



ТЕМ  
изображение

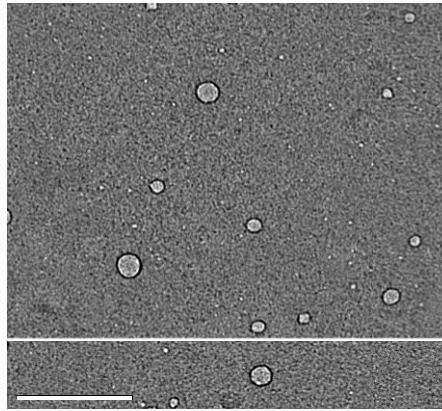
Ti

C

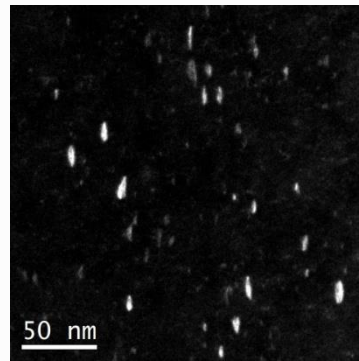


EFTEM-карты распределения элементов

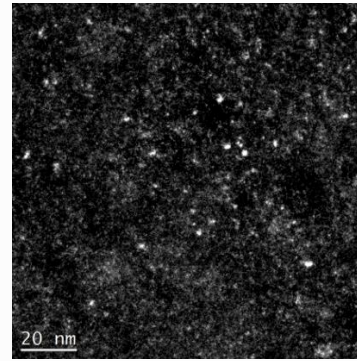
# Элемент трепана № 38 из корзины выемной ВВЭР-440. ТЕМ



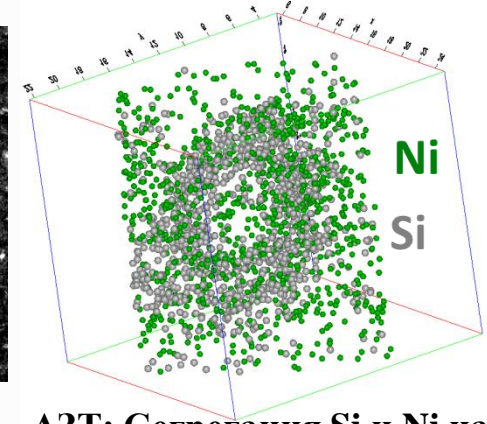
Кросс-коррекция изображения пор



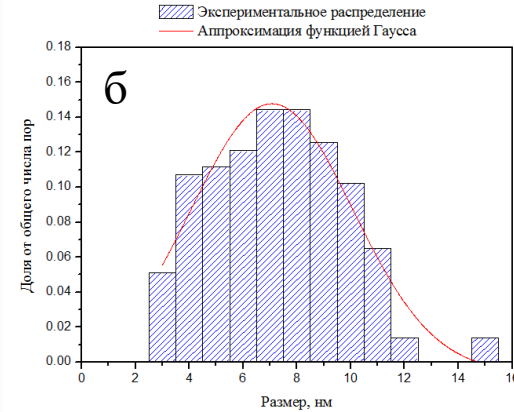
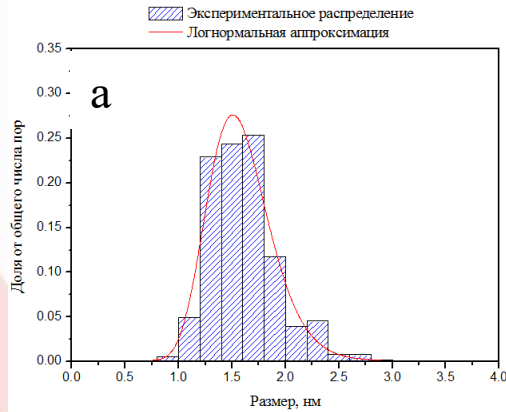
Петли Франка



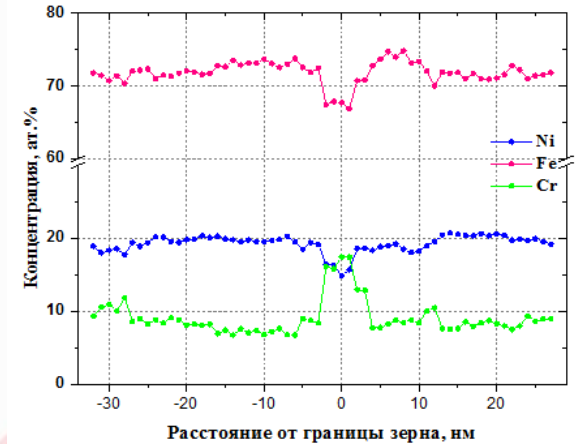
“black dots”



АЗТ: Сегрегация Si и Ni на петле



Гистограммы распределения пор по размерам: мелких (а) и крупных (б)

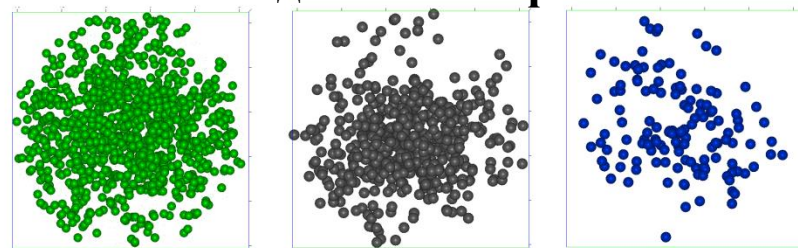
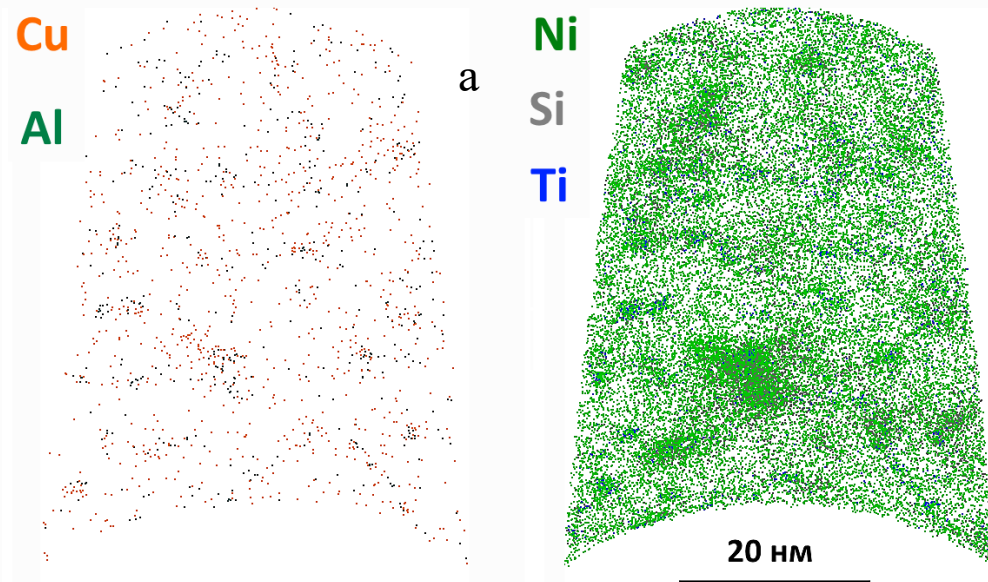


EELS-профиль распределения элементов перпендикулярно к границе

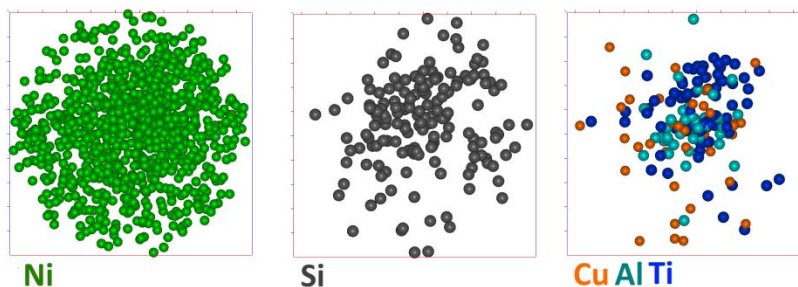
Трепан	F, сна/ T, °C	Карбиды титана		Поры			Дисл. петли Франка		“Black dots”		РИС		Сегрегации на петлях	
		d, нм	$\rho$ , $10^{20} \text{ м}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{23} \text{ м}^{-3}$	Распухание, %	d, нм	$\rho$ , $10^{22} \text{ м}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{22} \text{ м}^{-3}$	Ni, ат %	Cr, ат %	Ni, ат %	Si, ат %
38	15,6/ 300- 320	30±5	2,5±0,3	1,57 ±0,03	0,37±0,7	0,008 ±0,002	6,8 ±0,4	100±20	1,3±0,1	140±20	17	15	16	4
				6,6±0,4	0,07±0,14	0,19±0,4								

# Элемент трепана № 38 из корзины выемной ВВЭР-440. АЗТ

## Выделения G-фазы



## Выделения $\gamma'$ -фазы



3D-карты распределения элементов (а) в образцах из корзины выемной ВВЭР-440 и распределение элементов в области, содержащей кластеры G-фазы (б) и  $\gamma'$ -фазы (в)

Трепан	F, сна/ T, °C	G-фаза			$\gamma'$ - фаза		
		d, нм	$\rho$ , $10^{23} \text{ м}^{-3}$	Состав, ат%	d, нм	$\rho$ , $10^{23} \text{ м}^{-3}$	Состав, ат%
38	15,6/ 300-320	3 (2÷10)	4.5±0.9	Ni=75 Ti=4 Si =21	1.2	8.3±3.1	Ni=63 Ti=10 Si=15,5 Al=7 Cu=4,5

# Сравнение параметров радиационно-индуцированных элементов структуры

Трепан	F, сна/Т, °С	TiC		G-фаза		Поры			Дисл. петли Франка		“Black dots”		РИС	
		d, нм	$\rho$ , $10^{19} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{23} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{23} \text{M}^{-3}$	Распухание, %	d, нм	$\rho$ , $10^{22} \text{M}^{-3}$	d, нм	$\rho$ , $10^{22} \text{M}^{-3}$	Ni, ат%	Cr, ат%
25	15,7/ 270	25±5	22±3	1.6	13.3 ±0.8	0,79 ±0,02	0,61 ±0,15	0,014 ±0,004	6,2 ±0,2	100 ±12	1,2 ±0,1	150 ±17	20	14
27	47,2/ 270	11,8 ±0,5	380 ±40	1.6	13.2 ±6.9	0,75 ±0,02	1,1 ±0,2	0,015 ±0,003	7,2 ±0,2	80 ±20	1,6 ±0,1	140 ±30	41	6
38	15,6/ 300- 320	30 ±5	25 ±3	2÷10	4.5 ±0.9	1,57 ±0,03	0,37 ±0,7	0,008 ±0,002	6,8 ±0,4	100 ±20	1,3 ±0,1	140 ±20	17	15
						6,6 ±0,4	0,07 ±0,14	0,19 ±0,4						
КНИ-440	7,9/ 270	40-70	5.5±0.8	1.7	6.3 ±1.3	0,82 ±0,05	2,0 ±0,7	0,006± 0,001	6,7 ±0,4	10 ±2	2,4 ±0,1	16 ±3	17	13
КНИ-1000	12- 14/ 300- 320	125 ±25	0.35 ±0,05	2.3	3.8 ±3.0	1,6 ±0,1	1,2 ±0,2	0,027± 0,005	6,4 ±1,1	7,6 ±1,5	2,2 ±0,1	8 ±2	24	10

**Увеличение повреждающей дозы с ~8 до ~47 сна приводит к:**

- росту плотности радиационных дефектов (как петель Франка, так и “Black dots”) с выходом на насыщение при ~(10 -15) сна.
- существенному росту плотности карбидов/карбонитридов титана с уменьшением их размеров
- существенному изменению РИС: увеличению концентрации Ni и снижению концентрации Cr

**Повышение температуры облучения** до (300-320)°С способствовало:

- увеличению размеров частиц G-фазы и снижению плотности выделений;
- наличию бимодального распределения пор по размерам;
- некоторому увеличению распухания за счет значимого увеличения размера крупных пор;

Состав радиационно-индуцированных выделений (карбидов, кластеров  $\gamma'$  и G-фазы) не зависит от дозы и  $T_{\text{обл}}$

В пределах изменения температуры (270-320) °С закономерного изменения РИС не обнаружено

## Вклад радиационно-индуцированных элементов структуры в изменение предела текучести исследованных образцов ВКУ

Трепан	F, сна /T, °C	Экспериментальные значения (Tисп 20°C)			$\alpha \cdot \sqrt{\rho \cdot d} , 10^6 \text{ M}^{-1}$			
		$\sigma_{02}$ МПа	$\sigma_B$ МПа	$\delta_p$	TiC	G+ $\gamma'$	Поры	Дислокационные петли
38	15,6/ <b>300-320</b>	н/о	н/о	н/о	2,2	6,8	14,4	37,5
27	47,2/ 270	1022	1062	0,8	5,4	8,3	23,6	37,0
25	15,7/ 270	959	995	0,6	1,9	8,2	13,8	36,3
КНИ-440	7,9/ 270	894	952	0,74	1,4	6,6	10,7	13,6
КНИ-1000	12-14/ <b>300-320</b>	870	н/о	н/о	0,5	7,4	9,6	19,2

\*  $\alpha$  – по литературным данным

$$\Delta\sigma = \alpha \cdot M \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho \cdot d}$$

$M$  – фактор Тейлора,  $G$  – модуль Юнга,  $b$  – модуль вектора Бюргерса.  $\rho$  и  $d$  – плотность дефектов и их средние размеры, прочность барьера выражается константой  $\alpha$ .

## Заключение

Для исследованной стали 08X18H10T элементов ВКУ энергоблока №3 НВОАЭС, выведенного их эксплуатации, характерно наличие пластинчатых выделений  $\delta$ -феррита (до 5%), расположенных преимущественно вдоль большеугловых границ зерен.

Показано, что *с увеличением повреждающей дозы от ~8 до ~47 сна* наблюдается:

- **рост плотности радиационных дефектов** (как петель Франка, так и “Black dots”) с **выходом на насыщение** при  $\sim(10-15)$  сна.
- существенный **рост плотности карбидов/карбонитридов титана** с уменьшением их размеров;
- существенное **изменение РИС**: увеличение концентрации Ni и снижение концентрации Cr
- **дозовые зависимости** плотности, размеров и составов радиационно-индуцированных кластеров  $\gamma'$  и G-фазы не обнаружены.

*Повышение температуры облучения от ~270 до (300-320)°C* привело к:

- **увеличению размеров G-фазы** и снижению плотности выделений;
- наличию **бимодального распределения** пор по размерам;
- некоторому **увеличению распухания** за счет значимого увеличения размера крупных пор;
- в пределах изменения температуры (270-320) °C **закономерного изменения РИС не обнаружено.**

**Вклад радиационно-индуцированных элементов структуры в изменение предела текучести.** Показана закономерная дозовая зависимость увеличения предела текучести. При этом наибольший вклад вносят дислокационные петли. Однако при малых процентах распухания в исследованных образцах до повреждающей дозы ~47 сна **критических изменений механических характеристик не наблюдается.**

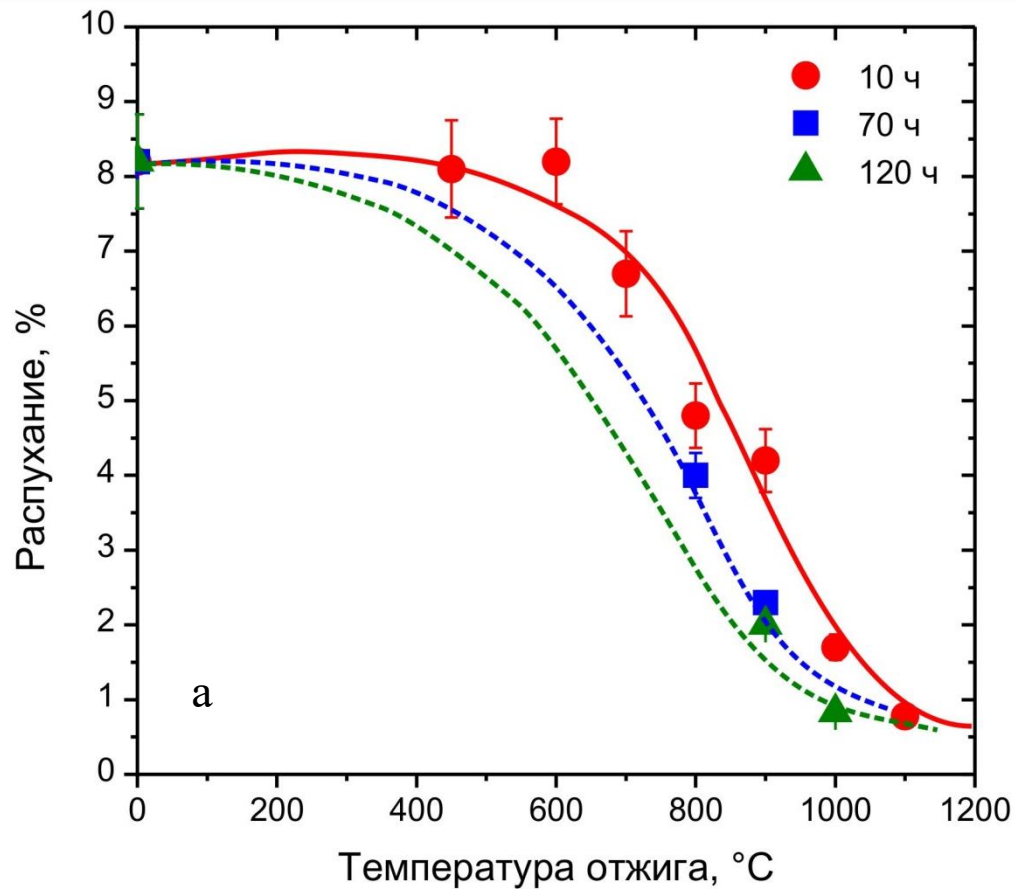


**Спасибо за внимание!**

The background features two thick, wavy lines. The upper line is a light pink color, and the lower line is a light yellow color. Both lines curve across the bottom half of the slide, creating a decorative border.

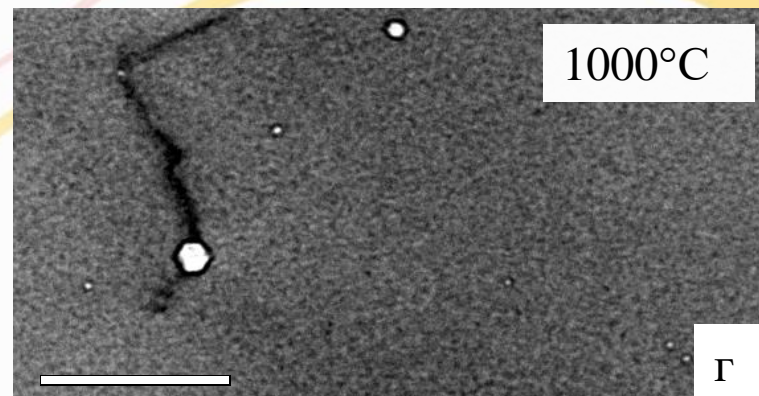
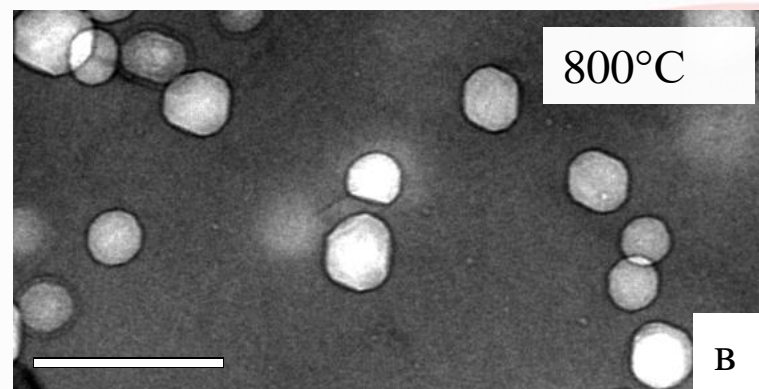
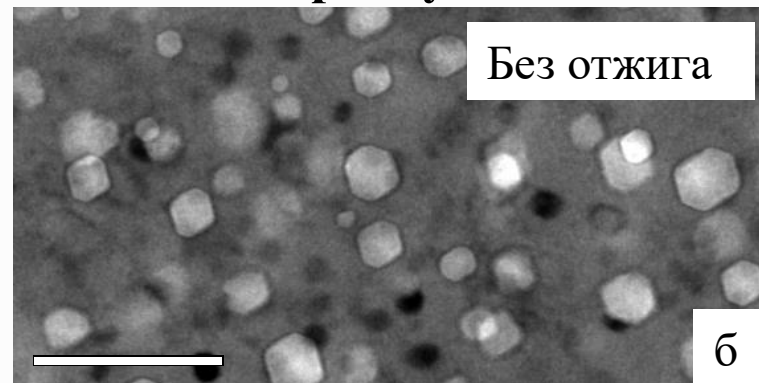


## Влияние температуры и длительности отжига на распухание



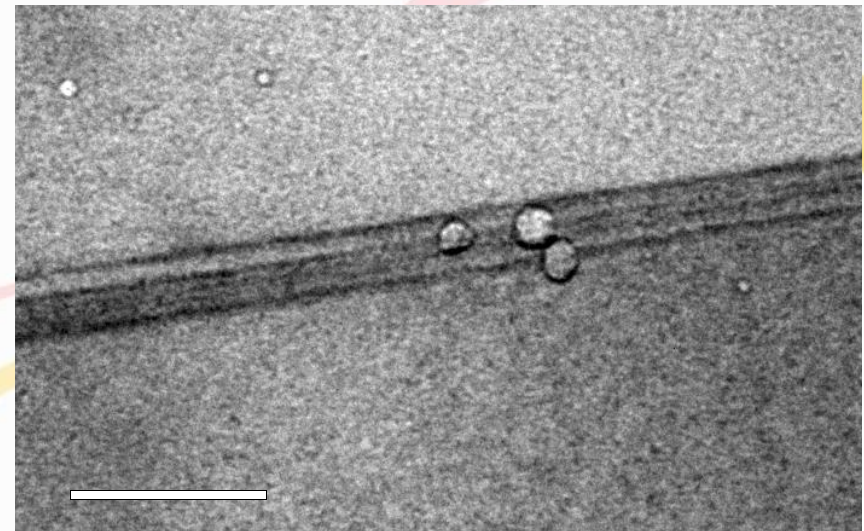
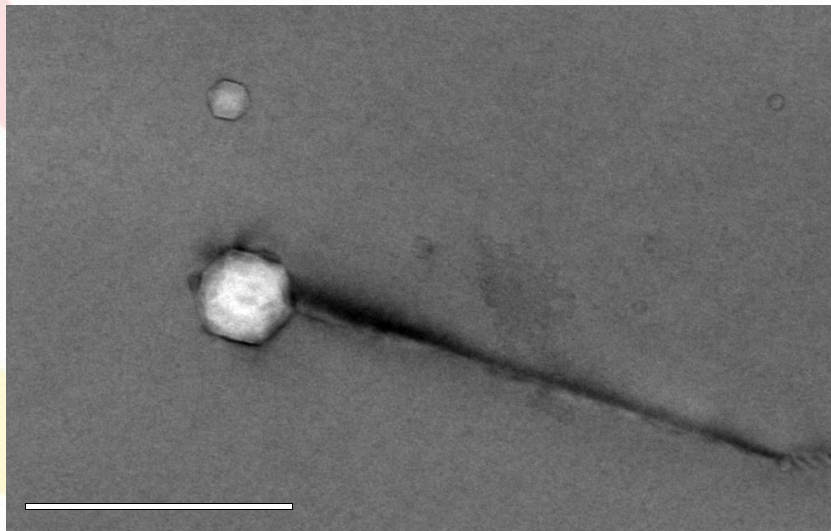
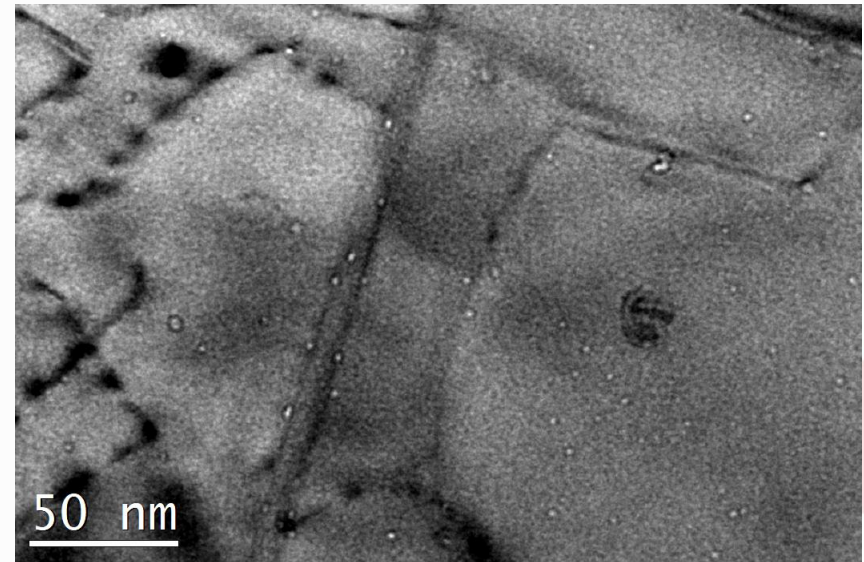
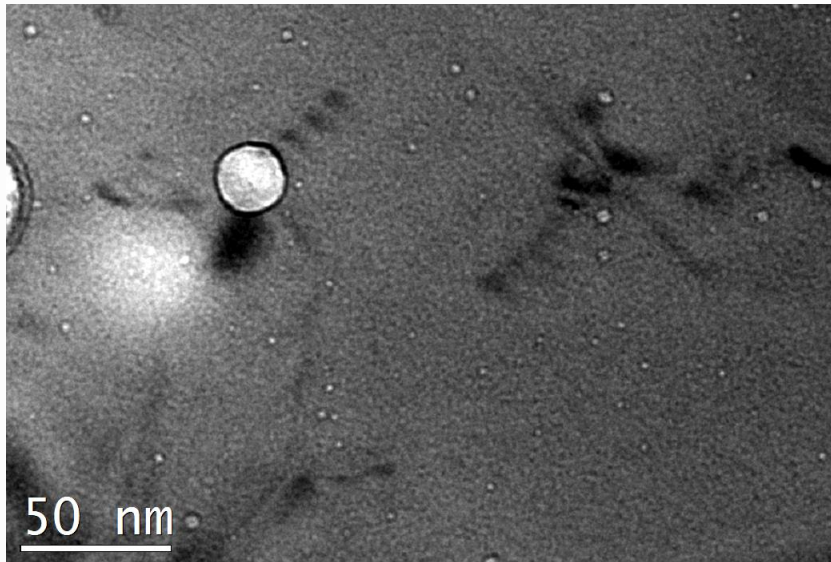
а – зависимость распухания от температуры и времени отжига

б, в, г - светлопольные ТЕМ-изображения пор в процессе отжига



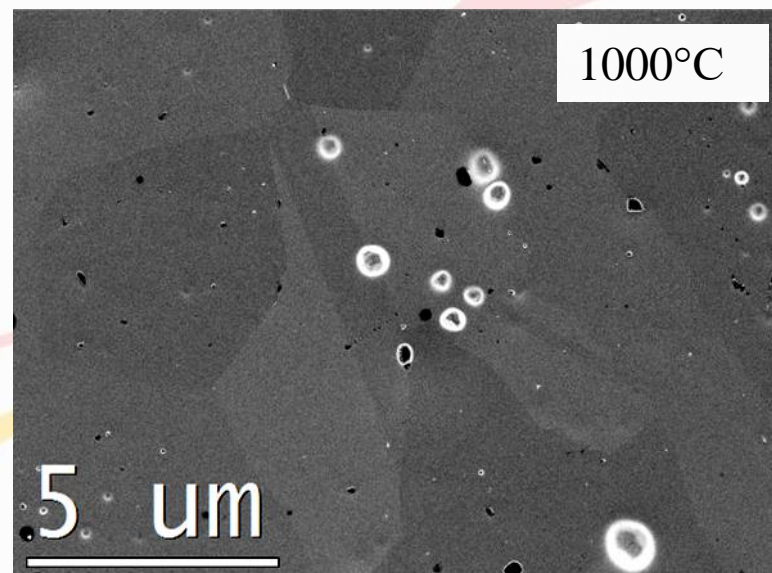
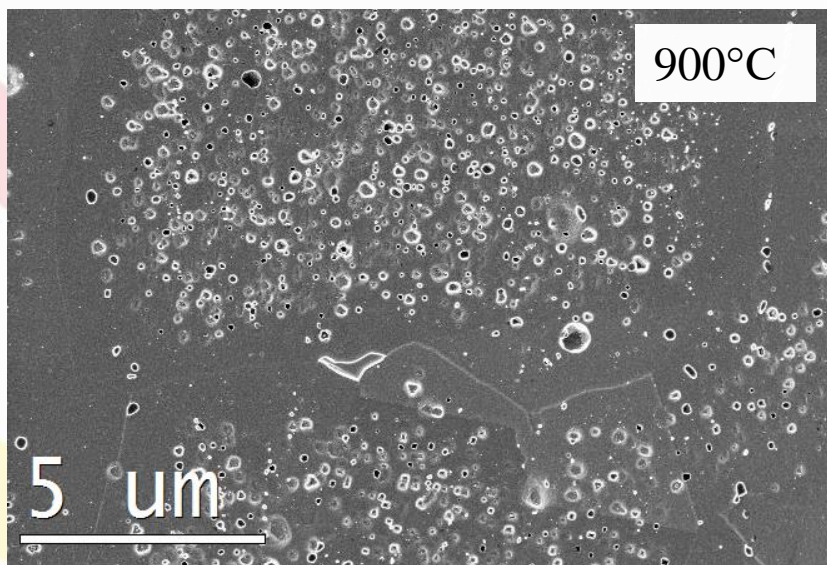
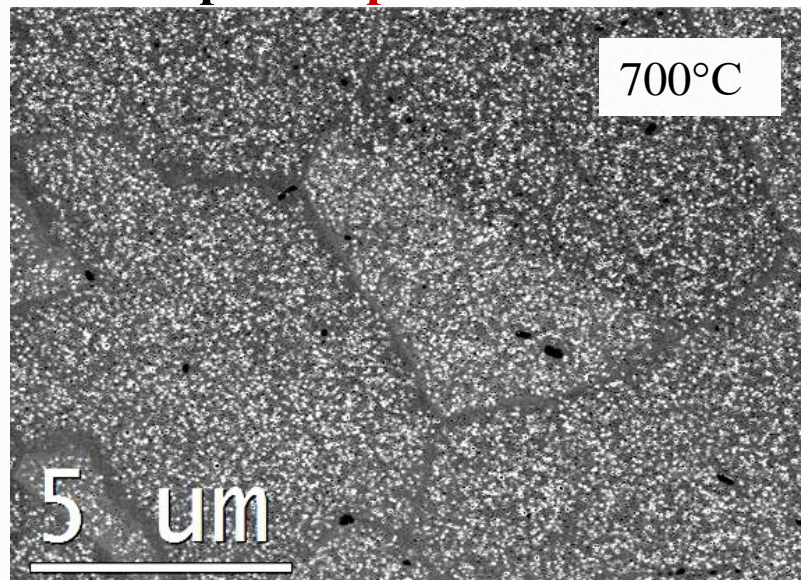
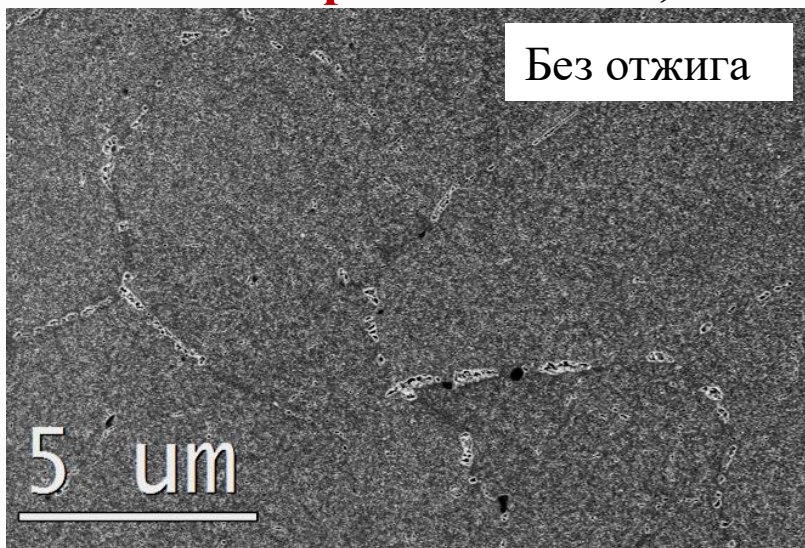


**Образование второй системы пор при отжиге**



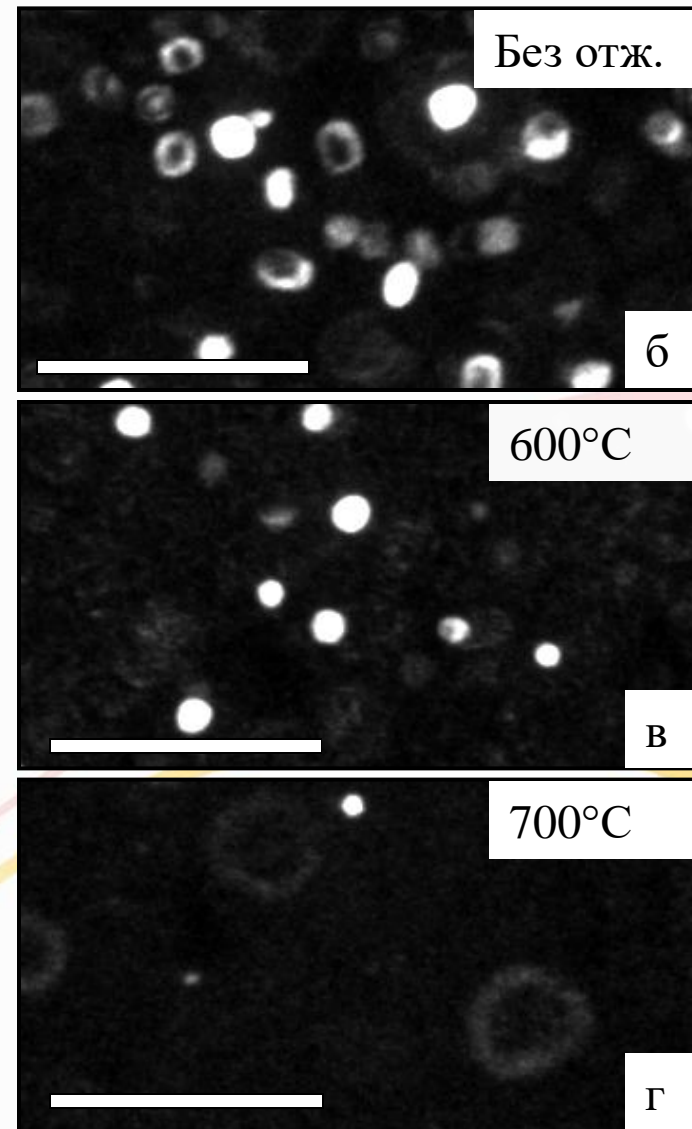
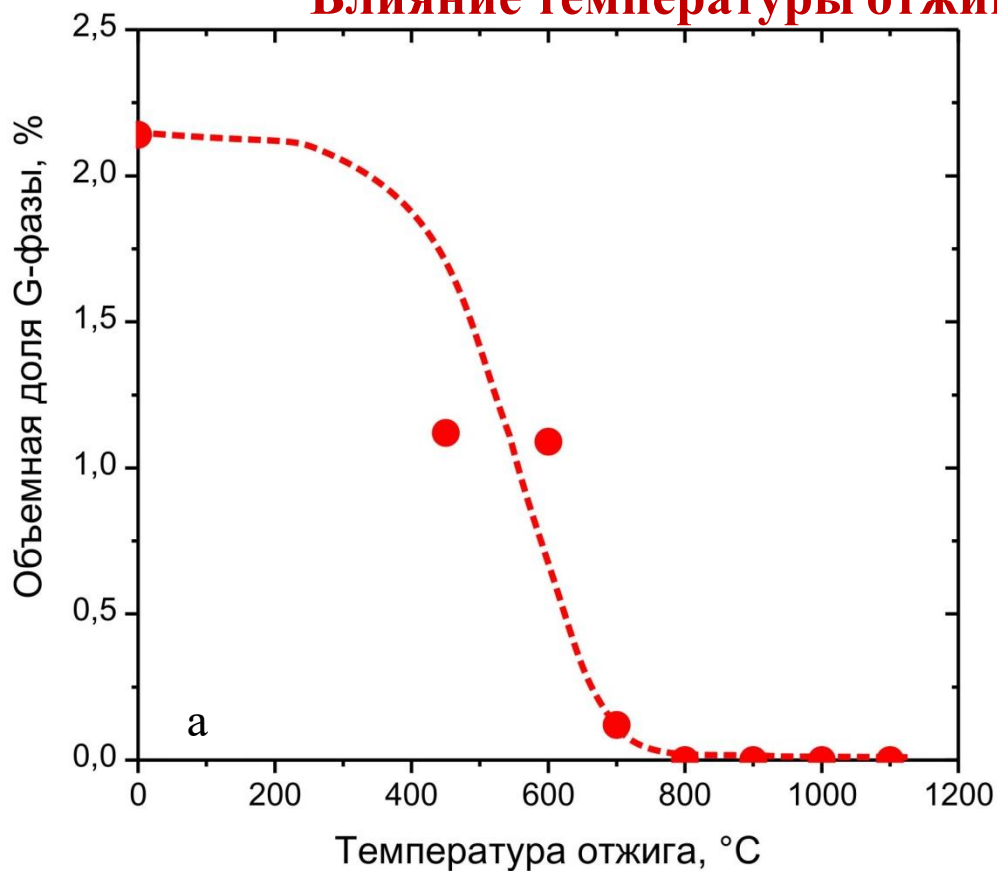


## Образование зон, обедненных порами при отжиге





## Влияние температуры отжига на долю G-фазы

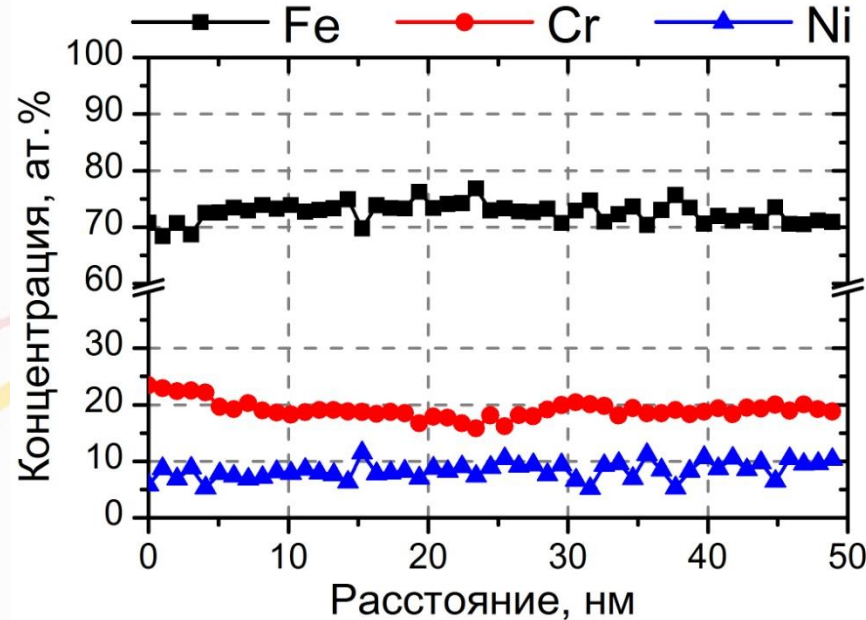
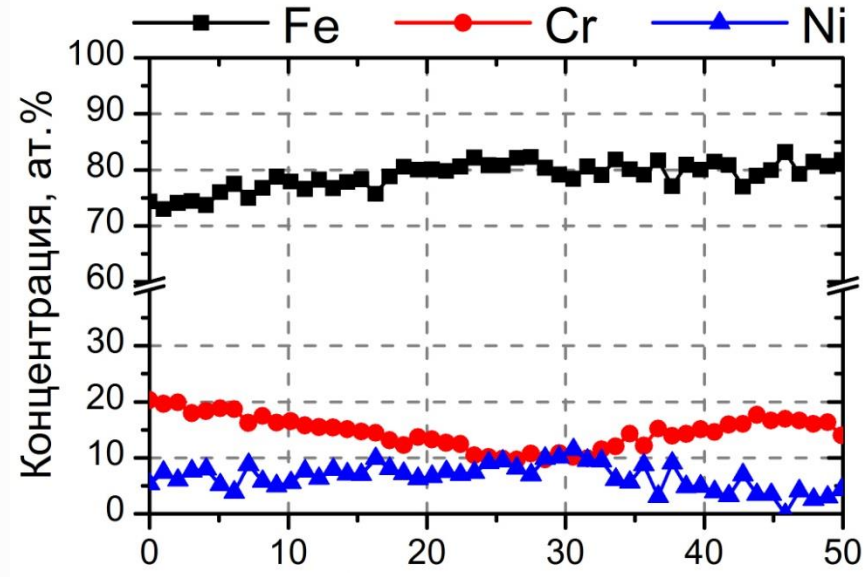
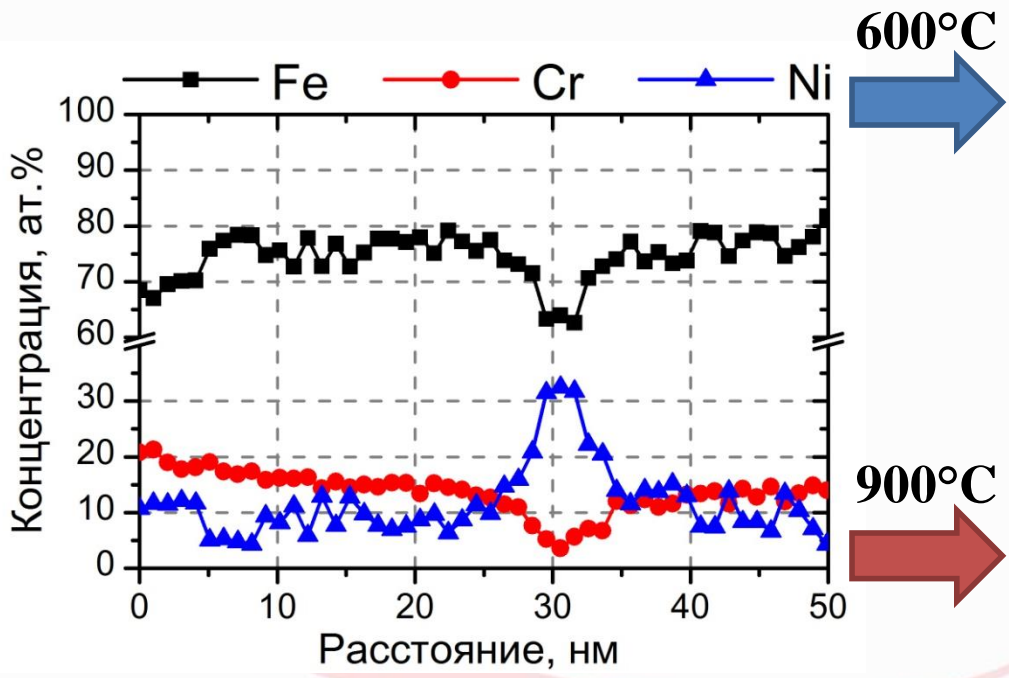


а – зависимость объемной доли G-фазы от температуры отжига (10ч)

б, в, г – темнопольные ТЕМ-изображения G-фазы в процессе отжига

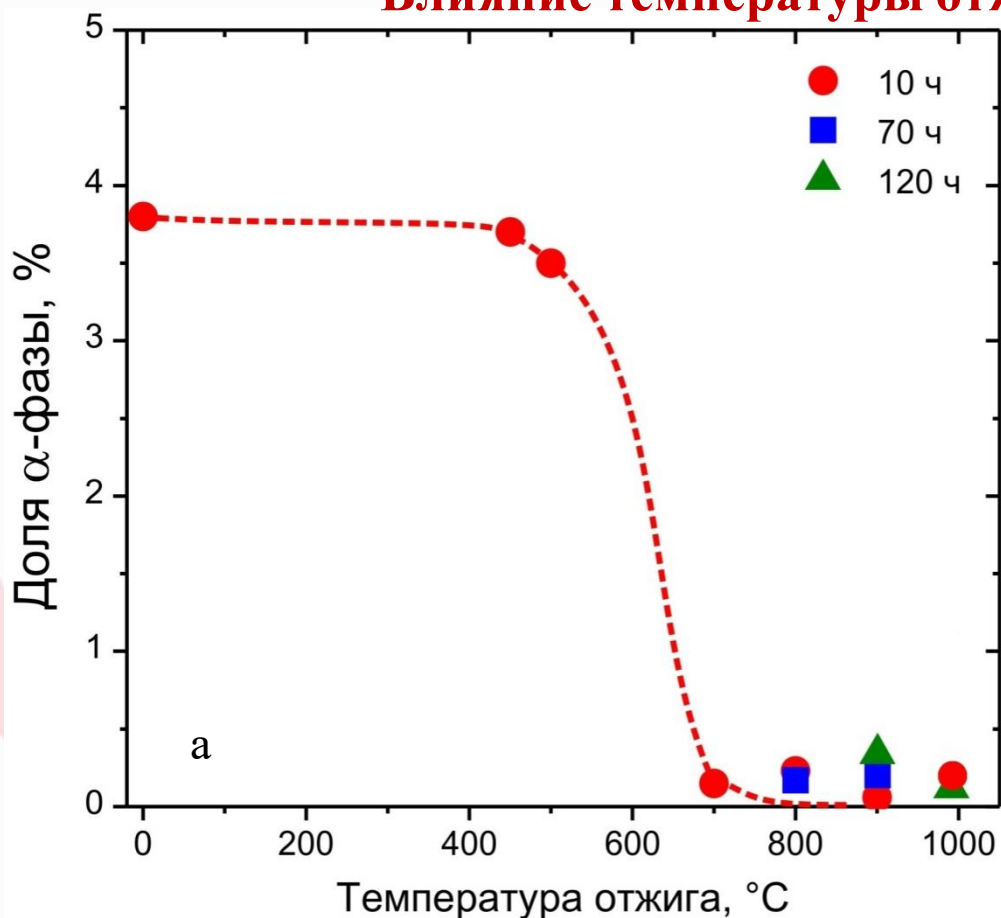


## Влияние температуры отжига на радиационно-индуцированные сегрегации

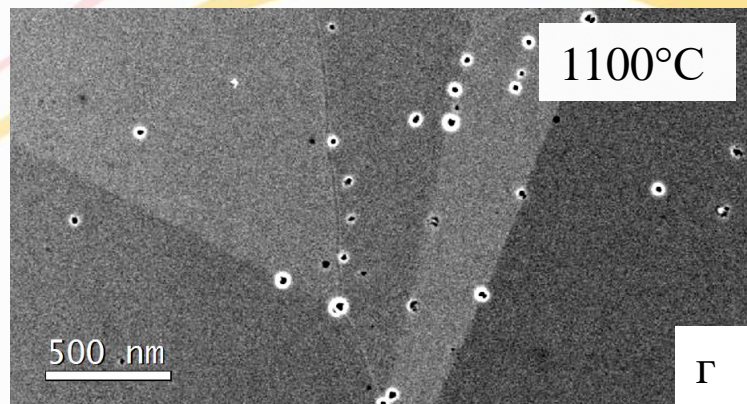
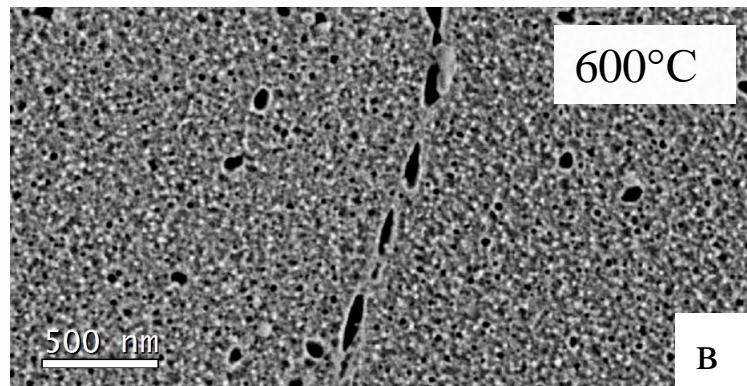
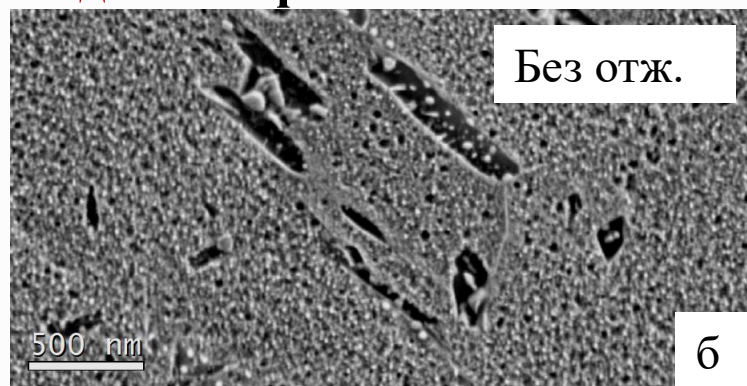




## Влияние температуры отжига на долю $\alpha$ -фазы



а – зависимость объемной доли  $\alpha$ -фазы от температуры отжига

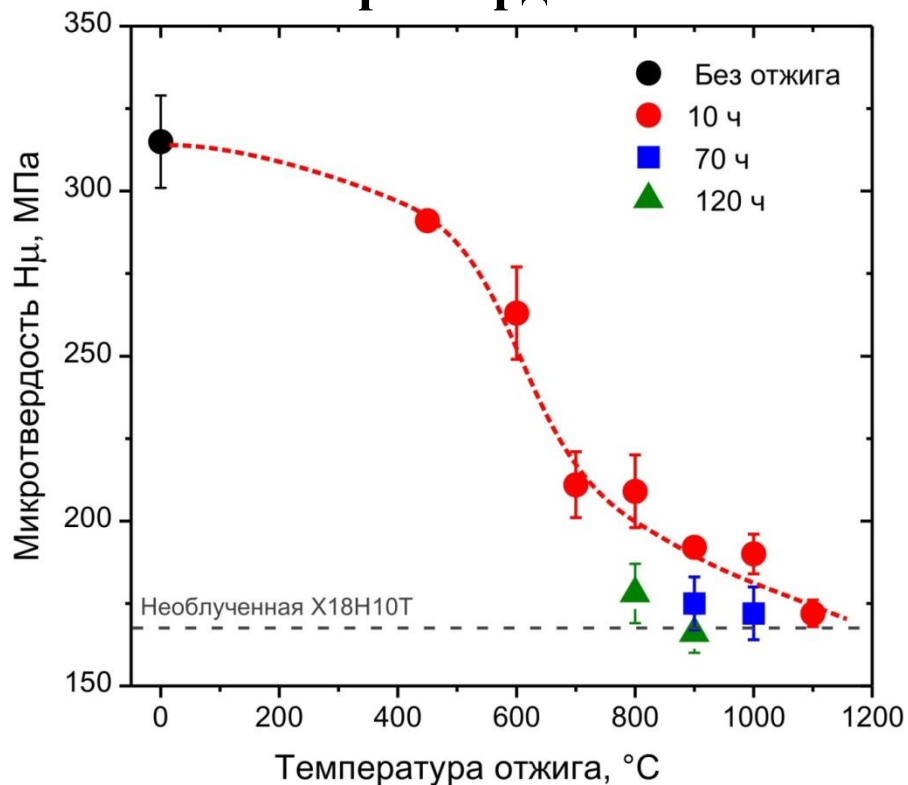


б, в, г – SEM-изображения  $\alpha$ -фазы в процессе отжига

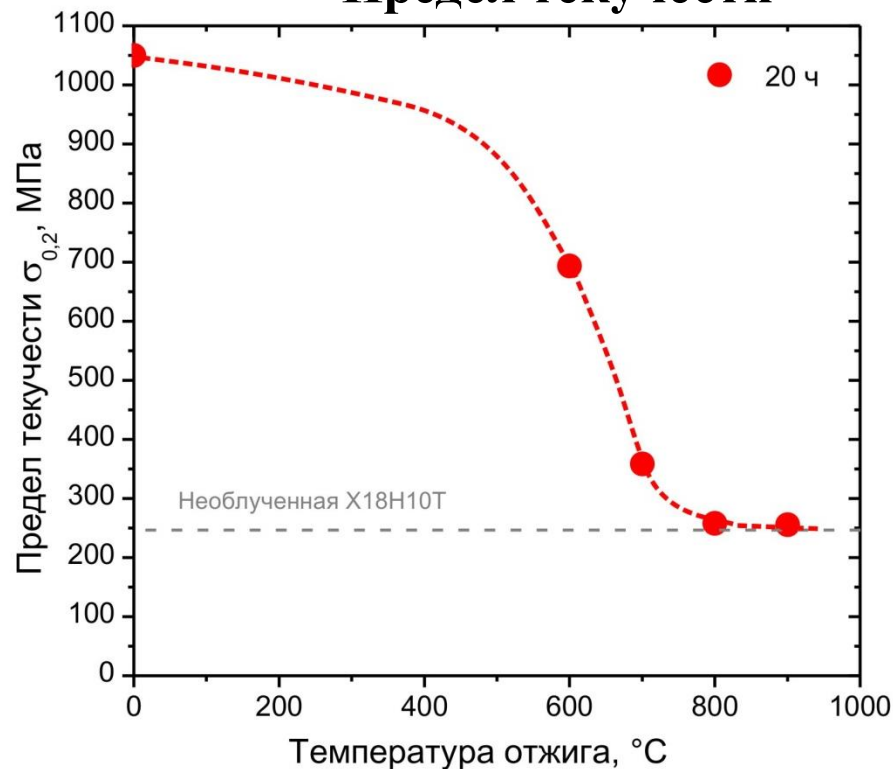


## Влияние температуры отжига на механические свойства

### Микротвердость



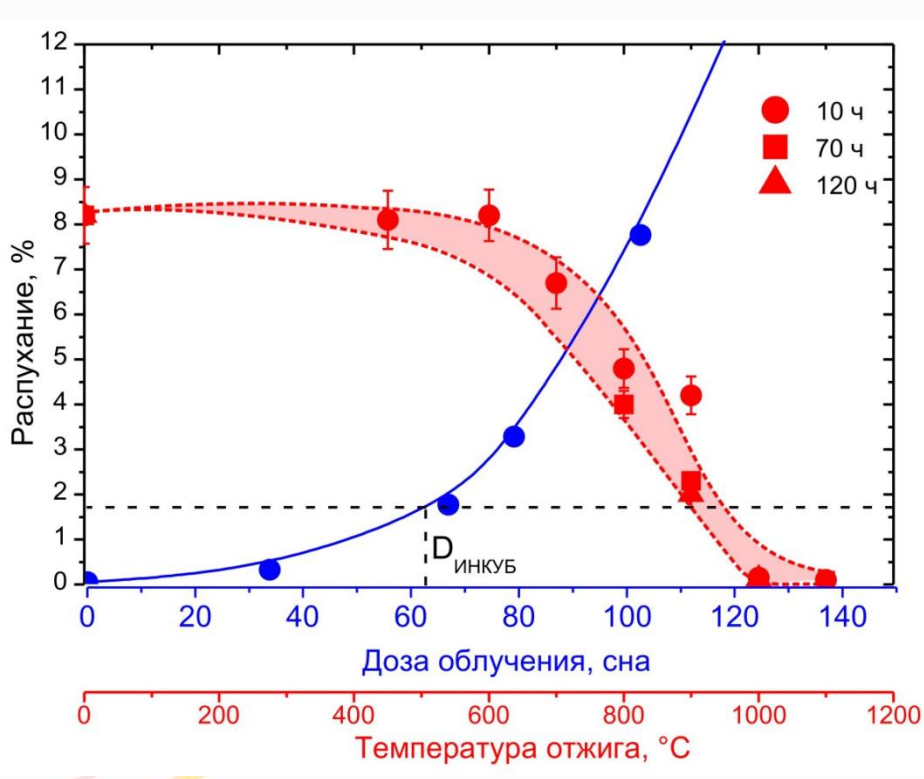
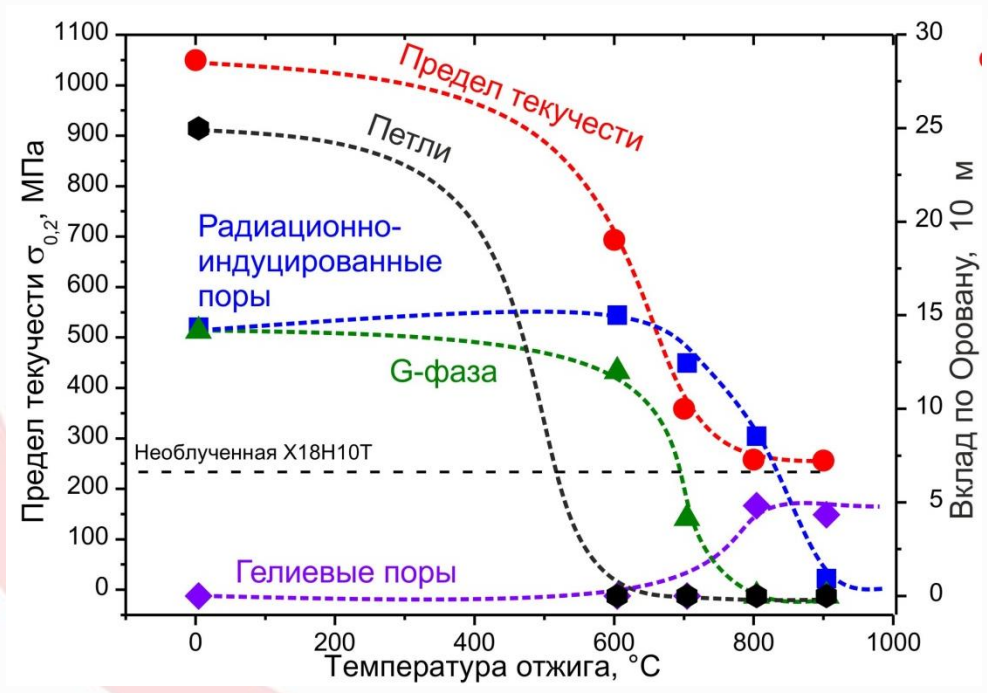
### Предел текучести\*



При температуре отжига **900°C** наблюдается **96%-возврат механических свойств** по отношению к значениям, характерным для стали X18H10T до облучения



# Дозовая зависимость распухания и вклад в возврат предела текучести при отжиге радиационно-индуцированных структурных составляющих





1

- **Облучение элементов ВКУ** водо-водяных энергетических реакторов из аустенитных сталей **приводит к деградации их микроструктуры** (образованию вакансионных пор, радиационных дефектов, вторичных фаз (G-фаза,  $\alpha$ -фаза) радиационно-индуцированных сегрегаций) и резкому снижению эксплуатационных характеристик.

2

- **Проведение отжига способствует восстановлению структурного состояния сталей и механических свойств**, при этом исчезновение радиационных дефектов, вторичных фаз и радиационно-индуцированных сегрегаций наблюдается в температурном интервале **700-900°C**, что способствует восстановлению механических характеристик на **96% при T=900°C**.

3

- **Восстановления пористости** сталей до значений, близких к исходному состоянию, наблюдается только при температуре восстановительного отжига **1000°C**.

4

- Для продления срока службы элементов **ВКУ** на второй ресурс (до суммарного срока службы **60 лет**) необходимо добиться снижения уровня пористости до значений, ниже установившейся стадии набухания, что достигается при температуре восстановительного отжига не ниже **1000°C**