

Государственная корпорация по атомной энергии «Росатом»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«Высокотехнологический научно-исследовательский институт
неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (АО «ВНИИНМ»)

На правах рукописи

Саблин Михаил Николаевич

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ И ТЕРМОДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА
КОРРОЗИЮ И РАДИАЦИОННОЕ ФОРМОИЗМЕНЕНИЕ НАПРАВЛЯЮЩИХ
КАНАЛОВ ИЗ СПЛАВА Э635

Специальность – 2.6.1

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой НИТУ «МИСИС»
Никулин Сергей Анатольевич

Москва - 2025

ОГЛАВЛЕНИЕ

Общая характеристика работы.....	4
Глава 1 Аналитический обзор литературы.....	10
1.1 Условия эксплуатации и требования, предъявляемые к направляющим каналам ТВС реактора ВВЭР.....	10
1.2 Промышленные циркониевые сплавы.....	12
1.3 Факторы, влияющие на стойкость к формоизменению циркониевых сплавов...	15
1.3.1 Радиационный рост.....	15
1.3.2 Радиационная ползучесть.....	23
1.4 Факторы, влияющие на коррозионную стойкость циркониевых сплавов.....	31
1.5 Выводы по главе 1.....	44
1.6 Задачи работы.....	45
Глава 2 Материалы и методы исследований.....	46
2.1 Материал исследований.....	46
2.2 Методы исследований.....	49
2.2.1 Методы дореакторных исследований.....	49
2.2.2 Методы реакторных и послереакторных исследований.....	52
2.2.2.1 Параметры реакторного облучения.....	53
2.2.2.2 Радиационная ползучесть труб при сжатии.....	55
2.2.2.3 Радиационная ползучесть труб при растяжении.....	57
2.2.2.4 Механические свойства труб после облучения.....	60
2.2.2.5 ПЭМ-исследования облученных образцов.....	60
Глава 3 Влияние структурно-фазового состава на коррозионную стойкость сплава Э635.....	61
3.1 Влияние состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635.....	61
3.2 Уточнение условий образования частиц Т-фазы в структуре изделий из сплава Э635.....	68
3.3 Разработка рекомендаций по режимам термической обработки, обеспечивающих образование оптимальной структуры труб из сплава Э635.....	69
Выводы по главе 3.....	76

Глава 4 Влияние степени рекристаллизации материала на механические свойства, микроструктуру и характеристики стойкости к радиационному формоизменению труб НК из сплава Э635.....	77
4.1 Выбор режима финишного отжига, обеспечивающего формирование полностью рекристаллизованного состояния сплава Э635.....	77
4.2. Влияние степени рекристаллизации на радиационную ползучесть сплава Э635 при сжатии и растяжении.....	85
4.3 Влияние степени рекристаллизации на стойкость сплава Э635 к радиационному росту.....	90
4.4 Влияние степени рекристаллизации на кратковременные механические свойства труб после облучения.....	94
4.5 Влияние степени рекристаллизации на структуру труб из сплава Э635 после нейтронного облучения.....	95
Выводы по главе 4.....	101
Глава 5 Влияние текстуры на механические свойства, коррозию и стойкость к формоизменению труб НК из сплава Э635.....	102
5.1 Влияние текстуры на механические свойства труб в исходном состоянии (до облучения) и после облучения.....	102
5.2 Влияние текстуры на коррозию труб.....	106
5.3 Влияние текстуры на термическую и радиационную ползучесть труб.....	110
5.4 Влияние текстуры на радиационный рост.....	113
Выводы по главе 5.....	116
ВЫВОДЫ.....	117
Список сокращений и условных наименований.....	118
Список использованных источников.....	119
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	129

Общая характеристика работы

Актуальность

Основным типом атомных реакторов, эксплуатируемых в России, являются водо-водяные энергетические реакторы (ВВЭР). С целью повышения их технико-экономических показателей предусматривается повышение мощности (до 107 % от номинальной) и увеличение глубины выгорания топлива (до 75 МВт×сут/кгU) в серийных промышленных реакторах ВВЭР-1000. Введены и вводятся в эксплуатацию более мощные (тепловая мощность 3200 МВт) реакторы типа ВВЭР-1200, а также ВВЭР-1300 [1].

Повышение мощности реакторов (и связанное с этим повышение температуры теплоносителя и создание условий для его поверхностного кипения), а также увеличение глубины выгорания топлива (длительности контакта комплектующих ТВС с теплоносителем) приводит к ускорению коррозии и формоизменения циркониевых сплавов и может стать фактором, ограничивающим их ресурс [1].

В таких условиях является актуальным повышение коррозионной и деформационной стойкости циркониевых комплектующих штатных и совершенствуемых ТВС реакторов ВВЭР-1000, ВВЭР-1200 и ВВЭР-1300 и обеспечение их промышленного производства [2].

Циркониевый сплав Э635 (Zr-1%Nb-1,2%Sn-0,35 Fe) серийно используется для изготовления уголков силового каркаса, направляющих каналов и центральных труб в ТВС реактора ВВЭР-1000, направляющих каналов и уголков в бесчехловых кассетах третьего поколения (РК-3) реактора ВВЭР-440, а также инструментальных каналов и центральных труб в ТВС ВВЭР-1200 [1].

Сплав Э635 характеризуется многофазной структурой, важным элементом которой являются частицы интерметаллидов, размер которых оказывает влияние на коррозионную стойкость сплава [2]. В структуре промышленных изделий из сплава Э635 (трубы, листы, прутки), помимо фазы Лавеса, наблюдаются более крупные выделения частиц Т-фазы ((Zr,Nb)₂Fe, ГЦК) размером до 1 мкм. Поэтому, при оценке влияния частиц интерметаллидов на коррозию сплава, в структуре которого сосуществуют интерметаллиды разных типов, должен быть учтен не только размер интерметаллидов, но и их состав [2]. В диссертационной работе исследованы условия формирования и влияние состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635.

Для изготовления НК и ЦТ сплав Э635 используется в частично-рекристаллизованном структурном состоянии. Одним из возможных путей улучшения стойкости сплава Э635 к формоизменению является повышение его степени рекристаллизации [3]. Данные по влиянию степени рекристаллизации на механические свойства и стойкость к радиационной ползучести циркониевых

сплавов в реакторных условиях (под действием нейтронного облучения) весьма ограничены, что потребовало проведения реакторных исследований сплава в различных структурных состояниях [3].

В экспортных конструкциях ТВС ВВЭР-1000 и ТВС-КВАДРАТ (для реакторов PWR) предусмотрено использование труб направляющих каналов с гидротормозом (НК с ГТ). НК с ГТ представляют собой трубу переменного сечения с увеличенной толщиной стенки в нижней ее части при сохранении наружного диаметра [4]. Контрольные испытания опытных труб после предварительного наводораживания выявили радиальную ориентацию гидридов в нижней ее части (зона гидротормоза), обусловленную формированием тангенциальной текстуры, что потребовало изучения влияния текстуры на коррозию и стойкость таких труб к радиационному формоизменению [4].

На момент начала работы данных о влиянии состава частиц интерметаллидов, а также степени рекристаллизации и текстуры на коррозию и радиационное формоизменение сплава было недостаточно для совершенствования структуры и деформационно-термической обработки сплава Э635.

Актуальность диссертационной работы подтверждена выполнением её в рамках «Программы реализации стратегии топливной кампании в части ядерного топлива на период 2021-2030 г.г.», «Программы научно-технических работ по реализации коммерческих поставок топлива ТВС-КВАДРАТ на АЭС «Ringhals»» и программы «Развитие циркониевых материалов и технологий для атомной энергетики на период 2022-2026 годы».

Цель работы

Повышение коррозионной и деформационной стойкости комплектующих ТВС из сплава Э635 для штатных и перспективных реакторов ВВЭР.

Задачи работы:

- установить влияние состава и равномерности распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635;
- определить условия образования частиц интерметаллидов;
- определить режимы термической обработки, обеспечивающие образование мелкодисперсной структуры труб из сплава Э635;
- установить влияние степени рекристаллизации на кратковременные и длительные механические свойства сплава Э635 после нейтронного облучения, а также стойкость к радиационному росту;

- установить влияние текстуры и радиально-ориентированных гидридов в структуре сплава Э635 на его коррозионную стойкость и стойкость к формоизменению, определяемую характеристиками стойкости к радиационной ползучести, радиационному росту и кратковременными механическими свойствами.

Научная новизна работы:

- впервые показано, что наличие частиц выделений Т-фазы в структуре сплава Э635 не только снижает его пластичность и вязкость, но и коррозионную стойкость;

- показано, что образование частиц Т-фазы в сплаве Э635 возможно не только в процессе медленного охлаждения в двухфазной области, но и в однофазной области при повышении температуры отжига свыше 600 °С;

- впервые показано, что неравномерное распределение частиц фазы Лавеса в структуре изделий из сплава Э635 снижает его коррозионную стойкость;

- впервые показано, что повышение степени рекристаллизации повышает стойкость сплава Э635 к радиационной ползучести при сжатии и растяжении и не влияет на его кратковременные механические свойства и стойкость к радиационному росту;

- впервые показано, что тангенциальная текстура и радиально ориентированные выделения гидридной фазы не влияют на коррозионную стойкость сплава Э635.

Практическая ценность:

- рекомендованы и внедрены в серийное производство режимы и параметры техпроцесса изготовления труб из сплава Э635 с высокодисперсной микроструктурой и улучшенной коррозионной стойкостью;

- полученные данные по влиянию тангенциальной текстуры и радиальной ориентации гидридов в трубах НК с ГТ на их эксплуатационные характеристики использованы для обоснования их использования в конструкции ТВС реакторов ВВЭР-1000 и РWR и внедрения их в серийное производство.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Результаты исследований модельных плоских образцов по влиянию режимов термо-деформационной обработки и структурно-фазового состояния изделий из сплава Э635 на их коррозионную стойкость.

2. Результаты научно технического обоснования новых промышленных режимов деформационно-термической обработки сплава Э635 для повышения коррозионной стойкости труб НК.
3. Результаты исследований по влиянию степени рекристаллизации на кратковременные механические свойства после облучения, радиационную ползучесть и радиационный рост труб из сплава Э635.
4. Результаты исследований по влиянию текстуры и ориентации гидридов на кратковременные и длительные механические свойства до и после облучения, коррозионную стойкость, радиационную ползучесть и радиационный рост труб из сплава Э635.

Достоверность результатов обеспечивается использованием современных методов исследований и высокоточного оборудования для измерений, воспроизводимостью и статистической обработкой результатов исследований, а также соответствием изготовленных труб требованиям конструкторской документации.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях:

1. 4-ая Евразийская научно-практическая конференция. Прочность неоднородных структур (ПРОСТ-2008). Москва, 2008 год.
2. 5-ая научно-практическая конференция материаловедческих обществ России. Цирконий: металлургия, свойства, применение. Ершово, Россия, 2008 г.
3. 9-ая Российская конференция по реакторному материаловедению. Димитровград, 2009 г.
4. Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2012). Москва, 2012 г.
5. 7-ая Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2014). Москва, 2014 г.
6. Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (МАЯТ-2015). Москва, 2015 г.
7. 9-ая Евразийская научно-практическая конференция. Прочность неоднородных структур (ПРОСТ-2018). Москва, 2018 г.
8. Научно-техническая конференция АО «ТВЭЛ» (НТК-2018). Ядерное топливо нового поколения для АЭС. Результаты разработки, опыт эксплуатации и направления развития. Сочи, 2018 г.
9. 11-ая Евразийская научно-практическая конференция памяти М.А. Штремеля «Прочность неоднородных структур». Москва, 2023 г.

10. Межотраслевая научно-техническая конференция «Реакторные материалы атомной энергетики». Екатеринбург, 2023 г.

11. 12-ая Международная конференция по реакторному материаловедению, посвященная 60-летию материаловедческого комплекса АО «ГНЦ НИИАР». Казань, 2024 год.

Публикации

По теме диссертационной работы опубликована 21 работа, в том числе 8 статей в рецензируемых журналах из перечня ВАК РФ, оформлен один патент.

Структура диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти разделов, основных выводов, списка использованных источников из 117 наименований, всего 131 страница текста, включая 92 рисунка и 38 таблиц.

Личный вклад автора

Автор разрабатывал режимы термомодеформационной обработки модельных плоских образцов из сплава Э635, позволившие получить образцы с различным размером, распределением и составом интерметаллидных частиц в структуре. Выполнял обработку и анализ экспериментальных результатов исследований модельных образцов. Принимал непосредственное участие в разработке рекомендаций по совершенствованию параметров термической обработки труб НК из сплава Э635, внедрению усовершенствованного варианта в серийное производство. Выполнял анализ и обработку данных по характеристикам структуры и механических свойств труб после различных режимов отжига в исходном состоянии (до облучения). Разрабатывал программы работ по выполнению дореакторных и реакторных испытаний труб НК в различных структурных состояниях. Выполнял анализ и обработку экспериментальных данных по характеристикам радиационной ползучести, кратковременных механических свойств после облучения и радиационного роста труб с различной степенью рекристаллизации и текстурой. Автор принимал непосредственное участие в разработке технических условий и постановке на серийное производство труб направляющих каналов с гидротормозом из сплава Э635 для различных проектов ТВС-КВАДРАТ и ТВС ВВЭР-1000.

Список работ, опубликованных по теме диссертации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ:

1. Маркелов В.А., Шишов В.Н., Саблин М.Н., Актуганова Е.Н., Кропачев С.Ю. Повышение пластичности и вязкости сплава Э635 для силовых элементов ТВС ВВЭР-1000 // Цветные металлы. Москва, 2010. Выпуск № 1. С. 73-78.

2. Перегуд М.М., Афолина Е.Г., Саблин М.Н., Еремин С.Г., Пименов Ю.В. Ползучесть сплава Э635 применительно к изделиям ТВСА, ТВС-2 и их модификациям для реакторов ВВЭР-1000 // Цветные металлы. Москва, 2010. Выпуск № 8. С. 73-75.
3. Саблин М.Н., Никулина А.В., Балашов В.М., Кабанов А.А., Новиков В.В., Маркелов В.А., Хохунова Т.Н., Милешкина О.Ю. Влияние структурно-фазового состояния на коррозионную стойкость труб из сплава Э635//Вестник томского государственного университета. Серия: Математика и механика. Томск, 2014. Выпуск № 4 (30). С. 95-106.
4. Саблин М.Н., Никулина А.В., Маркелов В.А., Коньков В.Ф., Новиков В.В., Хохунова Т.Н. Обоснование использования труб направляющих каналов с гидротормозом из сплава Э635 для тепловыделяющих сборок легководных реакторов//Вестник томского государственного университета. Серия: Математика и механика. Томск, 2014. Выпуск № 5 (31). С. 94-103.
5. Саблин М.Н., Никулин С.А., Ерёмин С.Г., Муралёва Е.М., Посевин А.О., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С. Влияние степени рекристаллизации на стойкость к формоизменению элементов тепловыделяющих сборок из сплава Э635 // Деформация и разрушение материалов. Москва, 2023. Выпуск № 7. С. 36-40.
6. Шевяков А.Ю., Маркелов В.А., Кузнецов В.И., Саблин М.Н., Радостин А.Ф., Шишкин А.А., Угрюмов А.В. Результаты исследований ТВС-КВАДРАТ после эксплуатации на АЭС Rinhals-3// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2023. Выпуск № 5(121). С.155-172.
7. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Перегуд М.М., Шевяков А.Ю., Маркелов В.А., Никулин С.А., Ерёмин С.Г., Муралёва Е.М., Посевин А.О., Радостин А.Ф. Развитие циркониевых материалов для ТВС-КВАДРАТ// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2023. Выпуск № 5 (121). С.141-154.
8. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Шевяков А.Ю., Никулин А.С., Еремин С.Г., Набойщиков Ю.В., Посевин А.О. Метод испытаний на стойкость к радиационно-термической ползучести при сжатии труб направляющих каналов из сплава Э635 для ТВС ВВЭР// Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2024. Выпуск №1(122). С.28-35.

Патент:

Новиков В.В., Кабанов А.А., Никулина А.В., Маркелов В.А., Саблин М.Н., Филатова Н. К., Соловьев В.Н., Ожмегов К.В., Чинейкин С.В., Лозицкий С.В., Зиганшин А. Г. Способ получения трубных изделий из сплава на основе циркония//Патент № RU 2798022 С1. Заявка №2022115411.Опубликован 14.06.2023. Бюллетень № 17. Дата начала отсчета срока действия патента 26.12.2019.

Глава 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Условия эксплуатации и требования, предъявляемые к направляющим каналам ТВС реактора ВВЭР

Основу российской атомной энергетики составляют энергетические тепловые реакторы ВВЭР (Водо-Водяной Энергетический Реактор) [5]. Такой же тип реакторов, называемый PWR (Pressure Water Reactor), используется в атомной энергетике зарубежных стран, таких как США, Германия, Франция и др. [6].

Активная зона реактора ВВЭР-1000 и его последующих поколений собирается из отдельных тепловыделяющих сборок (ТВС) шестигранного сечения, состоящих из тепловыделяющих элементов (ТВЭлов) [7]. Основное назначение ТВС- генерирование тепловой энергии и нагрев теплоносителя первого контура. ТВЭл представляет собой герметизированную заглушками трубу (оболочку) с размещенным внутри нее топливом (таблетками из диоксида урана с различными добавками). При этом оболочка ТВЭла является физическим барьером между топливом и теплоносителем для удерживания радиоактивных материалов и предотвращения взаимодействия ядерного топлива с теплоносителем [7,8]. Дистанционирование ТВЭлов осуществляется с помощью дистанционирующих решеток (ДР).

Помимо ТВЭлов и ДР в ТВС используются направляющие каналы (НК). НК представляют собой трубы с приваренными к ним нижними заглушками и боковыми дроссельными отверстиями в нижней части для доступа теплоносителя. НК предназначены для размещения в них пучка (кластера) поглощающих стержней (ПС) системы управления защитой (СУЗ) реактора [7,8]. ПС СУЗ предназначены для быстрого прекращения ядерной реакции, поддержания мощности реактора на заданном уровне, перехода с одного уровня мощности на другой, выравнивая поля энерговыделений по высоте активной зоны, предупреждения и подавления ксеноновых колебаний [9].

Пучок ПС для одной ТВС состоит из 18 поглощающих стержней (ПС), закрепленных на траверсе на пружинных подвесках. ПС представляют собой трубки из нержавеющей стали, заглушенные концевыми деталями и заполненные (на всю или половину высоты) карбидом бора (B_4C). Для выполнения своей основной функции (регулировка работы реактора) ПС должны беспрепятственно перемещаться внутри НК. Скорость перемещения ПС в нормальных условиях эксплуатации должна составлять 2-5 м/с [7,9]. Время падения ПС из крайнего верхнего положения в крайнее нижнее положение должно составлять не более 4 сек [9].

В процессе эксплуатации НК подвергаются воздействию осевых сжимающих усилий от действия прижимных пружин крышки реактора, коррозионному двухстороннему (с наружной и внутренней стороны) воздействию теплоносителя, тепловым напряжениям, возникающим из-за разницы температур нижней и верхней части НК, нейтронному облучению, неравномерному по высоте НК, а также действию кратковременных осевых растягивающих напряжений при загрузке-выгрузке ТВС [7,8,10,11]. Температура НК соответствует температуре теплоносителя и изменяется по высоте НК от ~280 до ~320 °С.

До момента перехода на трехгодичную кампанию эксплуатации реактора ВВЭР-1000 проблем, связанных с движением поглощающих ПС в НК, не наблюдалось [10]. Но после перехода на трехгодичную кампанию (выгорание топлива (Bu) выше 30 МВт×сут/кгU) операторы АЭС стали фиксировать случаи превышения (сверх проектного) времени ввода ПС, а также неполного вхождения ПС в НК (до нижнего проектного положения) [10].

Аналогичные проблемы наблюдались в зарубежных реакторах PWR [11,12]. За рубежом такое явление получило название IRI (Incomplete Rod Insertion). В частности, в 1994 году на 4-м блоке шведской АЭС «Ringhals» было выявлено, что один ПС не полностью погрузился в НК и остановился в нескольких сантиметрах выше проектного положения при отключении реактора, у 11 ПЭ было отмечено превышение времени падения [11,12]. В декабре 1995 года на АЭС «South Texas 1» (США) операторы отметили неполное вхождение 3 ПС, в январе 1996 года на АЭС «Wolf Creek» (США) 5 кластеров ПС не смогли перемещаться в НК. Такие же события отмечались на АЭС Франции («Nogent 1» и «Belleville 2») и Бельгии («DOEL 4» и «TINANGE 3») в 1996 году [12]. В 2010 году на АЭС «KKI-2» (Германия) было выявлено, что ПС не достигли нижней точки при изменении мощности реактора, на АЭС «KBR» (Германия) в 2010 и 2011 году три кластера ПС превысили время падения [13].

Причиной IRI, как в реакторах ВВЭР, так и в реакторах PWR являлся изгиб ТВС, который в реакторах ВВЭР мог достигать 20-25 мм [9,10,11,12]. Изгиб ТВС приводил не только к проблемам с управлением мощностью реактора, но и к появлению увеличенных полостей в активной зоне реактора, к локальным всплескам энерговыделения в периферийных твэлах и уменьшению на них теплосъема, что оказывало влияние на их эксплуатационные характеристики [10].

Данной проблеме было уделено повышенное внимание, как со стороны российских, так и со стороны зарубежных разработчиков и изготовителей ядерного топлива. В результате в России были разработаны усовершенствованные ТВС (ТВС-2М и ТВСА) для реакторов ВВЭР, которые имели более высокую стойкость к формоизменению, чем штатные ТВС [14,15]. Одним из усовершенствований ТВС являлось использование в качестве материала НК циркониевого сплава Э635, обладающего высокой стойкостью к радиационному формоизменению. В результате изгиб

ТВС снизился. Максимально зарегистрированная величина прогиба ТВСА, достигшей выгорания 63 МВт×сут/кгU, не превышает 8 мм, у ТВС-2, достигшей выгорания 48 МВт×сут/кгU - 11 мм [16].

Однако, усовершенствование конструкции ТВС не позволило полностью исключить их изгиб, который не наблюдался для ТВС, эксплуатировавшихся в течение двух топливных циклов. Кроме того, в настоящее время проводятся работы по увеличению глубины выгорания (до ~ 70 МВт×сут/кг U) и длительности эксплуатации топлива до ~ 6 лет [17,18]. Это может приводить к деградации свойств структурных составляющих ТВС. Как показано в работе [10], одним из эффективных способов повышения стойкости ТВС к изгибу является натяг в паре «ячейка ДР- оболочка твэла». Процессы релаксации напряжений в ячейках ДР, а также радиационная ползучесть оболочек твэлов (под действием объемной сжимающей нагрузки) приводит к уменьшению жесткости ТВС [19]. Радиационная ползучесть НК (под действием осевых сжимающих напряжений) также может оказать негативное влияние на стойкость ТВС к изгибу из-за уменьшения осевой нагрузки от прижимных пружин крышки реактора.

В процессе эксплуатации циркониевые комплектующие ТВС при контакте с теплоносителем подвергаются окислению и наводороживанию. Напряжения, возникающие при образовании оксидной пленки на поверхности трубчатых образцов из циркониевого сплава, приводят к их изгибу, а повышение концентрации водорода приводит к изменению их размеров [20].

1.2 Промышленные циркониевые сплавы

Нелегированный цирконий не применяется для изготовления комплектующих ТВС легко водных реакторов из-за низких прочностных свойств и высокой чувствительности коррозионной стойкости к содержанию в нем примесей [4,6,16,19,21].

К легированию циркония предъявляются определенные требования [5]. Легирующий элемент должен иметь небольшое сечение захвата тепловых нейтронов, обеспечивать коррозионную стойкость и механическую прочность циркониевых материалов на весь срок эксплуатации при всех возможных режимах работы реактора, а также не образовывать долгоживущих радиоактивных нуклидов с сильным γ -излучением, так как это удорожает разгрузку реактора, хранение и транспортировку отработавших ТВС [5].

Не все элементы могут быть использованы для легирования циркония, что в первую очередь связано с необходимостью сохранения основного преимущества циркония, а именно, малого поперечного сечения захвата тепловых нейтронов [5].

В СССР разработка циркониевых сплавов велась на основе системы Zr-Nb (сплавы Э110 и Э125) и Zr-Nb-Sn-Fe (сплав Э635).

Ниобий был выбран и внедрен в качестве легирующего элемента по следующим причинам [23]:

1. Катионы ниобия могут уменьшать число анионных вакансий в решетке циркония, замедляя при этом коррозию циркония.
2. Ниобий эффективно упрочняет циркониевые сплавы, превосходя по упрочняющему действию олово.
3. Сечение захвата тепловых нейтронов у ниобия относительно невелико.
4. Ниобий нейтрализует действие вредных примесей азота, углерода, алюминия, титана на коррозионную стойкость циркония, одновременно снижая количество поглощенного при коррозионной реакции водорода.
5. Ниобий полностью растворим в β -фазе циркония и частично растворим в α -фазе циркония, что создает благоприятные условия при пластической обработке изделий и позволяет широко изменять свойства ниобиевых сплавов при термической обработке.
6. Тугоплавкий ниобий удобен при выплавке слитков на основе тугоплавкого циркония.

В США разработка циркониевых сплавов начиналась с системы Zr-Sn [5,16,19,24,25].

Олово было выбрано в качестве легирующего элемента из следующих соображений [5,16,19]:

- олово, хотя и в меньшей степени, чем ниобий, повышает прочность циркония;
- олово уменьшает действие вредных примесей, в частности азота, на коррозионную стойкость циркония;
- олово практически полностью растворимо в α - и β -фазе циркония, что позволяет изменять прочностные свойства сплава в широких пределах.

Однако, использование только олова в качестве легирующего элемента не позволило создать циркониевый сплав, пригодный для реакторного применения. Сплав Zr-2,5 % Sn, получивший название Zircaloy-1, показал низкую коррозионную стойкость в реакторных условиях [5]. Дальнейшие исследования показали, что дополнительное легирование сплава хромом, железом и никелем, а также снижение содержания олова улучшает коррозионную стойкость циркониевых сплавов. Так были созданы сплавы Zircaloy-2,4 (система Zr-Sn-Fe-Cr), которые используются в зарубежных реакторах типа PWR и BWR по сегодняшний день [5].

Ужесточение условий эксплуатации (повышение глубины выгорания топлива и длительности эксплуатации) тепловых реакторов привело к необходимости разработки новых циркониевых сплавов с улучшенными эксплуатационными (стойкость к коррозии и формоизменению) характеристиками.

Химический состав промышленных и перспективных циркониевых сплавов, используемых для ТВС реакторов с водой под давлением, по основным легирующим элементам представлен в таблице 1 [5,24-36].

Таблица 1 – Химический состав штатных и перспективных циркониевых сплавов для комплектовующих ТВС отечественных и зарубежных тепловых атомных реакторов [5,24-36]

Сплав/ разработчик	Массовая доля легирующего элемента, %							
	Nb	Sn	Fe	Cr	Ni	V	Cu	O
Э110 (СССР)	0,90-1,10	-	< 0,05	-	-	-	-	< 0,099
Э125 (СССР)	2,4-2,7	-	< 0,05	-	-	-	-	< 0,099
Э635 (СССР)	0,95-1,05	1,20-1,30	0,34-0,40	-	-	-	-	0,05-0,07
М5 (Франция)	0,80-1,20	-	0,015- 0,06	-	-	-	-	0,09-0,18
Zry-2 (США)	-	1,2-1,7	0,07-0,20	0,05-0,15	0,03-0,08	-	-	0,10-0,14
Zry-4 (США)	-	1,2-1,7	0,18-0,24	0,07-0,13	-	-	-	0,10-0,14
Zr-2,5 % Nb (Канада)	2,4-2,8	-	< 0,065	-	-	-	-	0,10-0,14
Zirlo (США)	1,30-1,33	0,85-0,89	0,09-0,11	-	-	-	-	0,1
NSF (США)	1,0	1,0	0,4	-	-	-	-	0,1
HANA-4 (Корея)	1,5	0,4	0,2	0,1	-	-	-	0,1
MDA (Япония)	0,45-0,55	0,7-0,9	0,18-0,24	0,07-0,13	-	-	-	0,1
NDA (Япония)	0,1	1,0	0,27	0,16	0,01	-	-	-
J1 (Испания)	1,8	-	-	-	-	-	-	-
J2 (Испания)	1,6	-	-	0,1	-	-	-	-
J3 (Испания)	2,5	-	-	-	-	-	-	-
АХИОМ Х1 (США)	0,7-1	0,3	0,05	-	-	0,2	0,12	0,1
АХИОМ Х2 (США)	1	-	0,06	-	-	-	-	-
АХИОМ Х4 (США)	1	-	0,06	0,25	-	-	0,08	-
АХИОМ Х5 (США)	0,7	0,3	0,35	0,25	0,05	-	-	-
АХИОМ Х5а (США)	0,3	0,45	0,35	0,25	-	-	-	-
N36 (Китай)	1	0,85	0,3	-	-	-	-	0,1

Как видно из данных таблицы 1, большая часть действующих и перспективных циркониевых сплавов относится к системе Zr-Nb-Sn-Fe (сплавы типа Э635, Zirlo, NSF, MDA, HANA и др.) [5,24-36].

Основным преимуществом сплавов этой системы являются высокие прочностные свойства, стойкость к радиационному формоизменению, коррозионная стойкость в условиях кипения теплоносителя и повышенного содержания лития (характерно для реакторов PWR). Коррозионная стойкость этих сплавов в нормальных условиях эксплуатации (отсутствие кипения теплоносителя и др.) ниже, чем у сплавов системы Zr-Nb. Поэтому, систему сплавов Zr-Nb-Sn-Fe, как правило, рассматривают как перспективную для создания новых сплавов. Большое внимание при этом уделяется повышению коррозионной стойкости сплавов данной системы.

1.3 Факторы, влияющие на стойкость к формоизменению циркониевых сплавов

1.3.1 Радиационный рост

Радиационный рост является одним из наиболее важных явлений, наблюдаемых при облучении циркониевых сплавов в реакторе на тепловых нейтронах. Информация о размерных изменениях сплавов Zr-Pu была опубликована в открытых источниках еще в 1961 году [37]. Сплавы Zr-5 % Pu и Zr-7% Pu были облучены в капсулах в реакторе MTR при температуре 500 °C. Форма образцов до и после облучения показана на рисунке 1.

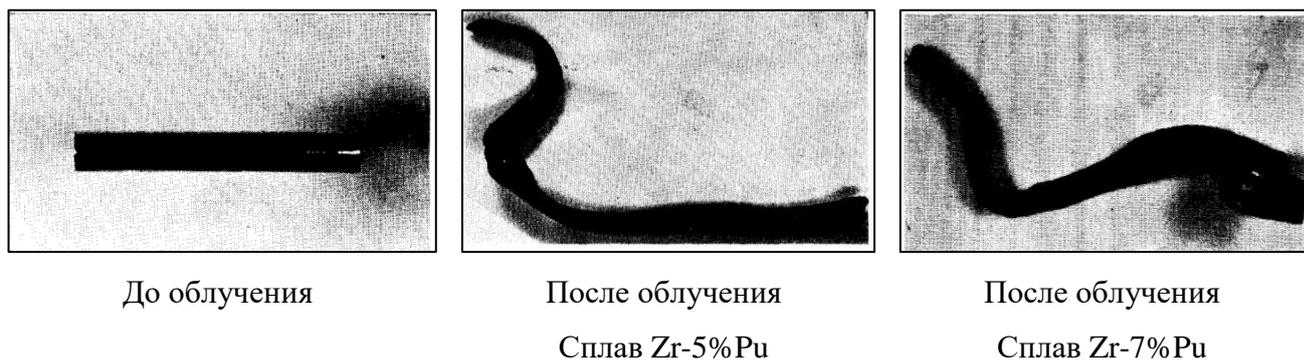


Рисунок 1 – Внешний вид образцов сплавов Zr- Pu до и после облучения в реакторе MTR при температуре 500 °C [37]

После облучения длина образцов изменилась в 2-4 раза [37]. Открытие этого явления оказало значительное влияние на разработку конструкции ТВС легководных реакторов из-за его влияния на их работоспособность.

Под радиационным ростом понимают изменение размеров комплектующих ТВС из циркониевых сплавов под действием нейтронного облучения в отсутствие внешней нагрузки [5,38,39]. Этот процесс подчиняется закону сохранения объема, то есть увеличение длины образца сопровождается соответствующим уменьшением толщины или ширины образца.

Радиационный рост необходимо отличать от радиационного распухания, наблюдаемого при нейтронном облучении. Отличие заключается в том, что при радиационном распухании, связанном с образованием микроскопических пор в матрице материала при нейтронном облучении, объем не сохраняется [39].

Радиационному росту подвержены ГПУ-металлы (типа Zr, Mg, Ti) и их сплавы [39]. При радиационном росте происходит расширение кристаллической решетки вдоль оси *a* и сжатие вдоль базисной оси *c* (рисунок 2) [39,40].

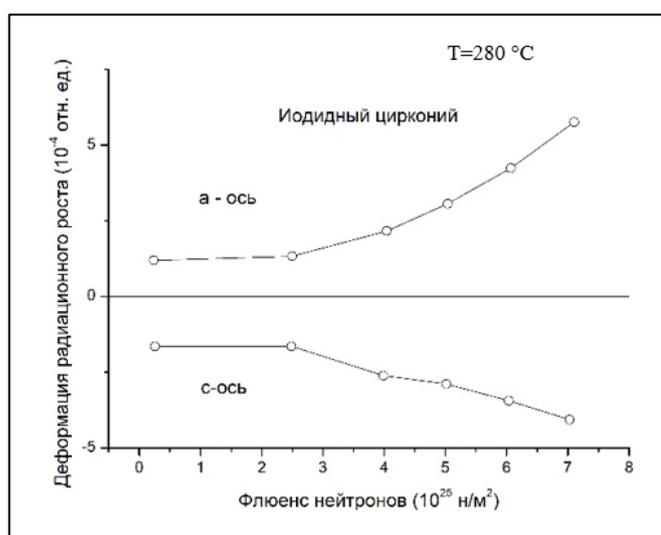


Рисунок 2 – Радиационный рост вдоль кристаллографических осей циркония [40]

Стойкость циркониевых сплавов к радиационному росту зависит от флюенса нейтронов, температуры финишного отжига (степени рекристаллизации), химического состава материала, температуры облучения, степени холодной деформации перед отжигом и текстуры [5,38,39,40,41,42,43,44].

На примере зарубежных сплавов Zircaloy-2 и Zircaloy-4 показано, что на кривой зависимости деформации радиационного роста от флюенса нейтронов можно выделить три стадии [39,40] (рисунок 3).

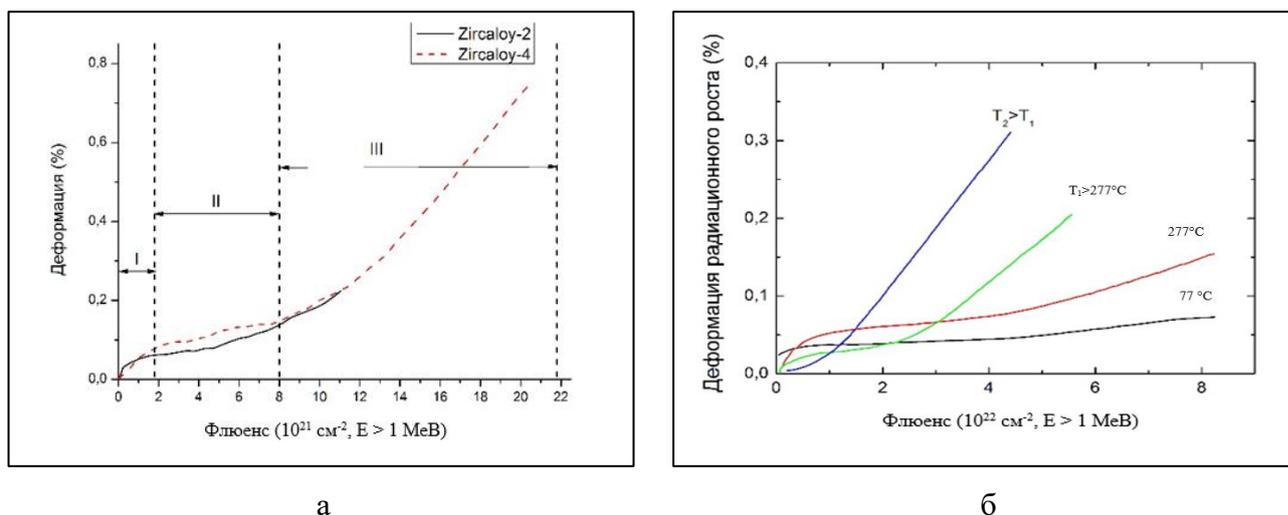


Рисунок 3 – Схематические диаграммы, показывающие зависимость радиационного роста сплава типа Zircaloy от флюенса быстрых нейтронов (а) и температуры (б) [39,40]

Первая стадия характеризуется достаточно быстрым ростом до относительно малых деформаций (менее 0,05 %). Длительность этой стадии зависит от температуры. По данным работ [42,43] первоначально быстрый радиационный рост отожженного сплава Zircaloy-2 при облучении при температуре 80°C заканчивается при достижении флюенса примерно $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$. А при облучении при температуре 280°C первая быстрая стадия роста не заканчивается вплоть до флюенса $12,3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$. Длительность данной стадии с повышением температуры облучения увеличивается.

Вторая стадия, которую часто называют стадией установившегося роста, характеризуется более низкой скоростью в сравнении с первой стадией роста [37,40,43,44]. Длительность этой стадии роста уменьшается с увеличением температуры. При температуре облучения 57°C , стадия установившегося роста сохраняется вплоть до флюенса как минимум $1,4 \times 10^{22} \text{ cm}^{-2}$, а при температуре облучения ($277\text{-}307$) $^\circ\text{C}$ стадия устойчивого роста заканчивается уже при флюенсах менее $(3\text{-}4) \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ [44].

При температуре облучения выше 277 (280) $^\circ\text{C}$ и флюенсе более $(3\text{-}4) \times 10^{21} \text{ cm}^{-2}$ наблюдается третья, ускоренная стадия радиационного роста («growth breakaway») [5,42,43,44].

Перечисленные стадии радиационного роста характерны для сплавов Zircaloy-2 и Zircaloy-4 в рекристаллизованном структурном состоянии. В зависимости от структурного состояния и химического состава сплава продолжительность стадий радиационного роста и значения флюенса нейтронов (при котором они наступают) могут меняться.

На рисунке 4 показано влияние структурного состояния матрицы сплава типа Zircaloy на значения деформации радиационного роста [38].

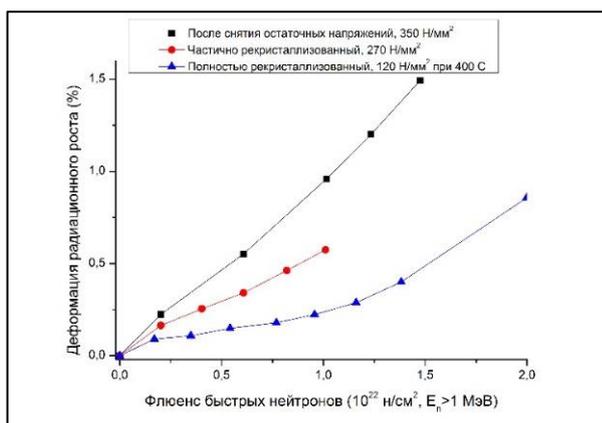


Рисунок 4 – Зависимость деформации радиационного роста сплава Zircaloy от структурного состояния (Тобл=300 °C, $E > 1$ МэВ) [38]

В холоднокатаном состоянии у сплава типа Zircaloy после отжига для снятия напряжений (структурное состояние - «stress-relieved») практически не наблюдается первой и второй стадии роста. Видно, что в состоянии «stress-relieved» данный сплав быстро растет уже при флюенсах менее $0,3 \times 10^{22}$ см⁻² ($E > 1$ МэВ), а в рекристаллизованном состоянии сплав показывает высокий радиационный рост при флюенсах выше 1×10^{22} см⁻² ($E > 1$ МэВ). В частично-рекристаллизованном состоянии радиационный рост сплава Zircaloy занимает промежуточное положение [38]. Аналогичные результаты по влиянию структурного состояния на деформацию радиационного роста были получены и для сплава Э125 (Zr-2,5 % Nb) после облучения в реакторе БОР-60 при температуре 338 °C [45].

Циркониевый сплав Э635 имеет значительные преимущества по деформации радиационного роста, в сравнении с другими циркониевыми сплавами (рисунок 5) [46].

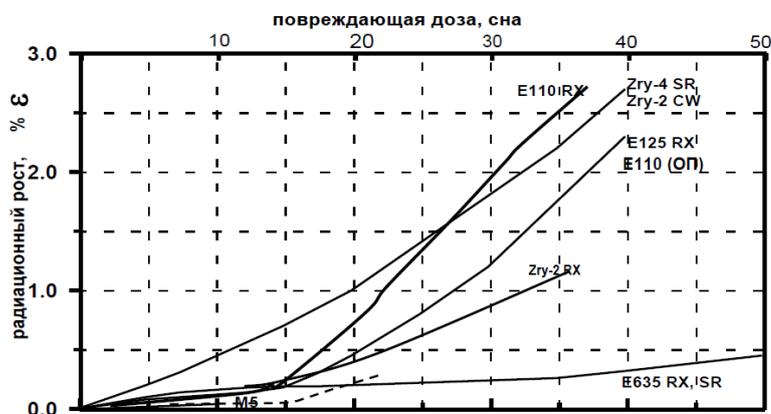


Рисунок 5 – Радиационный рост циркониевых сплавов [46]

Как видно из рисунка 5, сплав Э635 имеет наименьшую деформацию радиационного роста среди наиболее используемых промышленных циркониевых сплавов. Такое отличие обычно связывают с содержанием в сплаве ниобия и железа [46,47].

После облучения при температуре 315-345 °С до максимального флюенса $F \sim 13,5 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ образцы оболочечных труб из сплава Э635, независимо от режима финишной термообработки (в интервале температур 525-580 °С), показали незначительное удлинение, слабо выявляемая стадия ускоренного роста наблюдалась при флюенсе более $7 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ (рисунок 6) [48]. Влияния степени рекристаллизации на радиационный рост сплава в данной работе не было выявлено.

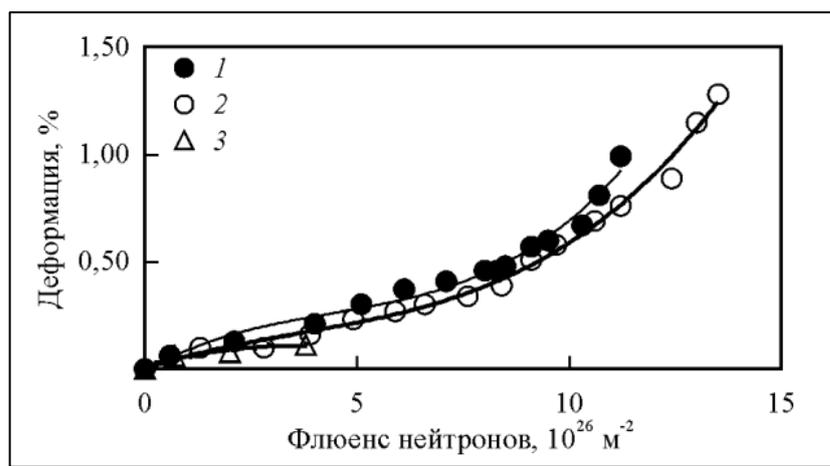


Рисунок 6— Зависимость ДРР образцов из сплава Э635 от флюенса облучения нейтронами в реакторе БОР-60 при температуре (315-345) °С (1 – трубка, частично-рекристаллизованная (525 °С, 3 ч); 2 – трубка, рекристаллизованная (580 °С, 3 ч); 3 – пластинка, рекристаллизованная (600 °С, 2 ч)) [48]

Облучение образцов оболочечных труб из сплава Э635 при температуре (330-350) °С до флюенса $F \sim 7,4 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ в том же реакторе не привело к появлению в зависимости деформации радиационного роста от флюенса нейтронов ускоренной стадии радиационного роста («growth breakaway») (рисунок 7) [48]. Также было показано, что сплав Э635 имеет серьезные преимущества по деформации радиационного роста, в сравнении с циркониевыми сплавами Э110 и Zircaloy-4 [49].

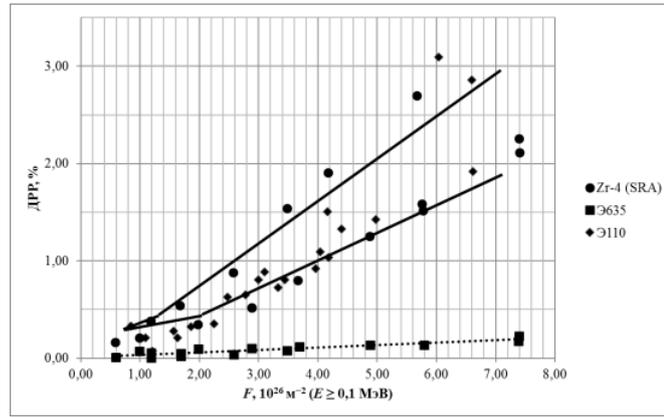


Рисунок 7– ДРР оболочечных труб из сплава Э635 (Тобл=330-350 °С, БОР-60) [49]

Деформация радиационного роста также зависит и от температуры облучения. На рисунке 8 схематично показана зависимость деформации радиационного роста от температуры облучения для сплава Zircaloy, облученного до флюенса примерно $2 \times 10^{21} \text{ см}^{-2}$ [50]. В этой работе отмечено, что радиационный рост мало зависит от температуры для флюенсов менее $5 \times 10^{20} \text{ см}^{-2}$. Однако, для более высоких значений флюенса эта зависимость становится достаточно сильной. Величина радиационного роста (при флюенсе примерно $2 \times 10^{21} \text{ см}^{-2}$) достигает максимума при температурах между 250 и 300 °С.

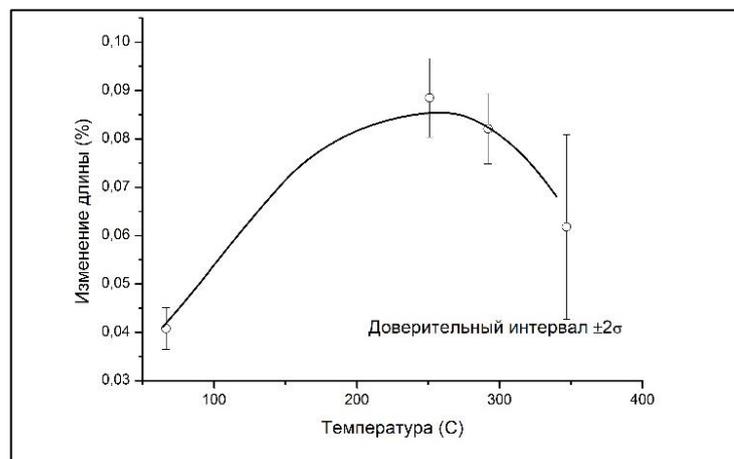


Рисунок 8 – Радиационный рост сплава Zircaloy в зависимости от температуры облучения (флюенс $\sim 2 \times 10^{21} \text{ см}^{-2}$ ($E > 1 \text{ MeV}$)) [50]

Различий в величине радиационного роста образцов, облученных при температуре 250 и 282 °С выявлено не было, а при температуре облучения 282 и 350 °С выявлено (рисунок 8) [50].

На примере сплава Zircaloy-4 в структурном состоянии после отжига для снятия напряжений (структурное состояние - «stress-relief») была показана зависимость деформации радиационного

роста от степени холодной деформации перед финишным отжигом (рисунок 9) [50]. Увеличение степени деформации при последней холодной деформации при изготовлении изделий приводит к увеличению деформации радиационного роста.

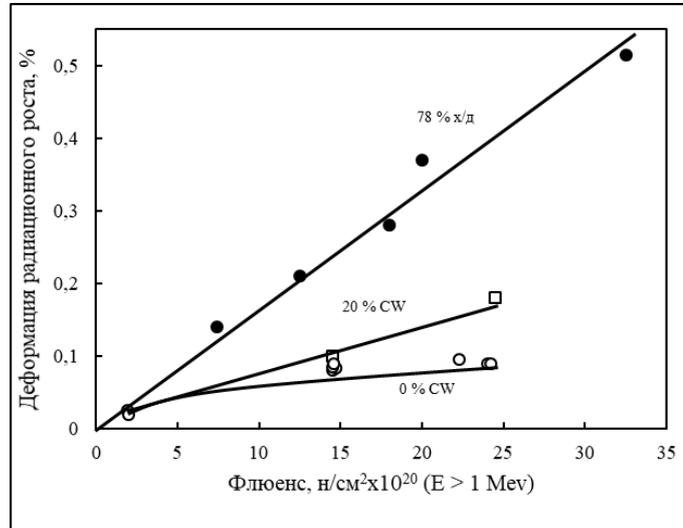


Рисунок 9 – Зависимость деформации радиационного роста от степени холодной деформации и флюенса для сплава Zircaloy-4, облученного при температуре примерно 282 °С [50]

Известно, что при изготовлении изделий из циркониевых сплавов в структуре материалов формируется преимущественная ориентация зерен или текстура, которая приводит к анизотропии физико-механических свойств циркониевых сплавов [5].

Текстуру ГПУ-сплавов часто описывают f-параметрами (факторами Кернса) - f_l , f_t и f_r , которые представляют собой долю базисных плоскостей с нормальными, ориентированными, соответственно, в продольном (L- направлении), поперечном (Т-направлении) и радиальном (R-направлении) по отношению к оси изделия [49,52].

Величина деформации радиационного роста поликристаллического циркония в выбранном направлении d связана с его кристаллографической текстурой и пропорциональна фактору анизотропии роста G_d , который может быть вычислен с помощью следующего соотношения [44]:

$$G_d = 1 - 3 \times f_d^c,$$

где f_d^c - рассчитанная доля базисных нормалей f^c , ориентированных в направлении d . Значение f_d^c рассчитывается из полюсной фигуры, полученной рентгеновским методом с использованием соотношения [44]:

$$f_d^c = \sum_a V_a \times \cos^2 a,$$

где V_a – объемная доля зерен с базисными нормальными, отклоненными на угол a от направления d .

На рисунке 10 показана зависимость радиационного роста поликристаллического иодидного циркония от текстуры [53].

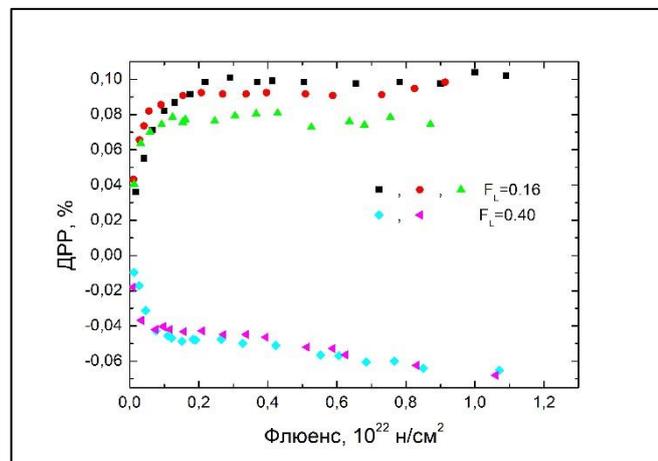


Рисунок 10 – Влияние текстуры на радиационный рост поликристаллического иодидного циркония при 280 °C [53]

Из данного рисунка видно, что с увеличением f -фактора в L -направлении радиационный рост уменьшается вплоть до отрицательных значений.

Таким образом, радиационный рост является достаточно сложным физическим процессом, зависящим от многих факторов. Данные по радиационному росту сплава Э635, в основном, были получены на материале оболочечных труб. Исследования радиационного роста труб НК к моменту начала работы не проводились. Данные, полученные на оболочечных трубах, не могут быть напрямую использованы для улучшения характеристик труб направляющих каналов по нескольким причинам. Во-первых, деформационная схема изготовления оболочечных труб имеет отличия от деформационной схемы изготовления труб НК. Такие отличия могут приводить к различиям в температуре финишного отжига, обеспечивающим различные структурные состояния сплава. Во-вторых, финишная деформация при изготовлении труб НК почти в 1,4 раза ниже, чем у оболочечных труб. Как показано на примере сплава Zircaloy-2(4), финишная деформация при изготовлении труб оказывает влияние на деформацию их радиационного роста. В-третьих, температура эксплуатации труб НК составляет (280-320) °C, что ниже температурного интервала, в котором были получены результаты по радиационному росту оболочечных труб ((315-345) °C). По данным, полученным на сплаве Zircaloy, при повышении температуры облучения свыше 300 °C, деформация радиационного роста начинает снижаться (рисунок 9).

Поэтому, для оценки влияния структурного состояния на стойкость к радиационному росту труб для НК из сплава Э635 необходимо выполнение реакторных испытаний в условиях, максимально приближенных к эксплуатационным по температуре облучения.

1.3.2 Радиационная ползучесть

Под радиационной ползучестью понимают изменяющуюся со временем под действием нагрузки и температуры пластическую деформацию материалов в условиях нейтронного облучения [5,44,54]. В общем виде зависимость радиационной ползучести от времени подобна аналогичной зависимости для термической ползучести и включает в себя несколько стадий, а именно, неустановившуюся, установившуюся и третичную (ускоренную) стадию (рисунок 11) [44,54].

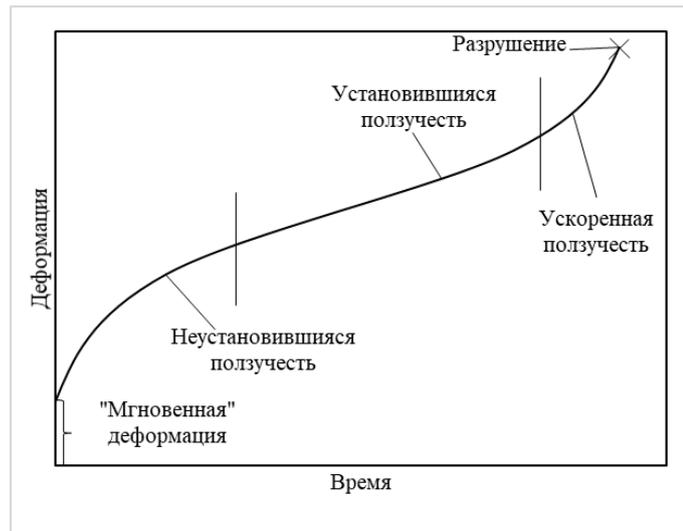


Рисунок 11 – Стадии термической ползучести циркониевых сплавов [50]

Существуют три температурные зоны деформации и ползучести циркониевых сплавов (рисунок 12) [44].

Первая температурная зона - при температуре ниже 177 °С. В этой зоне деформация и скорость ползучести циркониевых сплавов практически не зависят от температуры. Считается, что в данной температурной области циркониевые сплавы склонны к быстрому деформационному упрочнению, что нивелирует влияние температуры на скорость и деформацию ползучести.

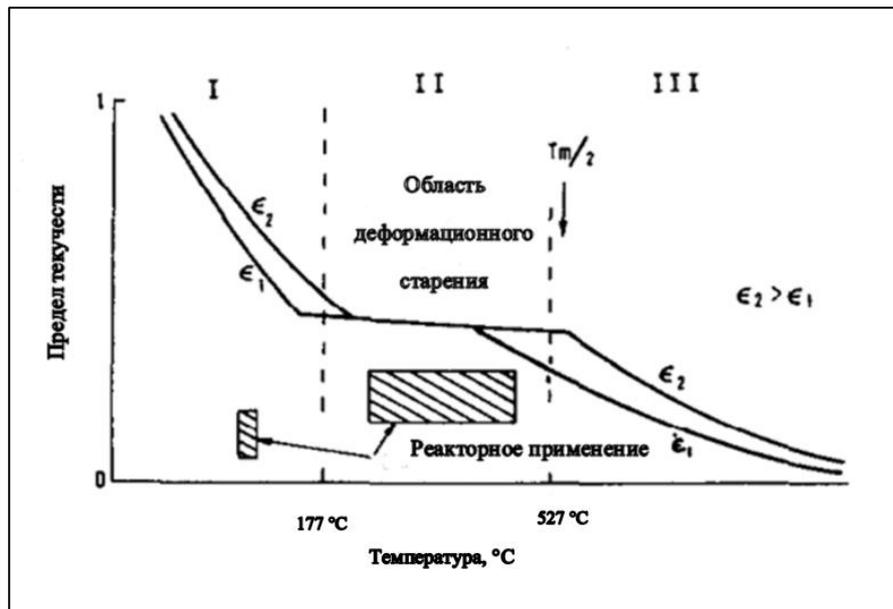


Рисунок 12 – Схематическое изображение температурных зон термической ползучести циркониевых сплавов [44]

В температурной области 2 (в интервале температур (177-527 °C), которую также называют «атермической и зоной деформационного старения», возможно восстановление свойств, что компенсирует деформационное упрочнение, особенно на ранних стадиях ползучести. Считается, что при этих температурах термическая ползучесть циркониевых сплавов не может достигнуть установившейся стадии. В этой температурной области эксплуатируется большинство циркониевых сплавов.

Третья область, которая начинается при температуре выше 527 °C, характеризуется сильной зависимостью скорости ползучести от температуры. В данной области скорости разупрочнения и деформационного упрочнения совпадают, что приводит к появлению установившейся стадии термической ползучести.

Нейтронное облучение оказывает влияние на ползучесть циркониевых сплавов только в первой (менее 177 °C) и второй (177-527 °C) температурных областях (рисунок 13) [44]. В данных температурных областях скорость радиационной ползучести становится постоянной, в отличие от уменьшающейся при термической ползучести. В третьей области (выше 527 °C) влияния облучения на ползучесть не наблюдается. Ускоренная (третичная) стадия ползучести наблюдается только при высоких напряжениях (рисунок 13) [55]. В частности, без нейтронного облучения ускоренная стадия ползучести у сплава Zircaloy-2 может наступить при действии напряжения величиной примерно 358 МПа в течение 10 ч. Величина деформации, после которой наблюдается переход на стадию ускоренной ползучести составляет (0,6-4,2) %. Под действием нейтронного

облучения, величина деформации, после которой наступает стадия ускоренной ползучести, увеличивается [55].

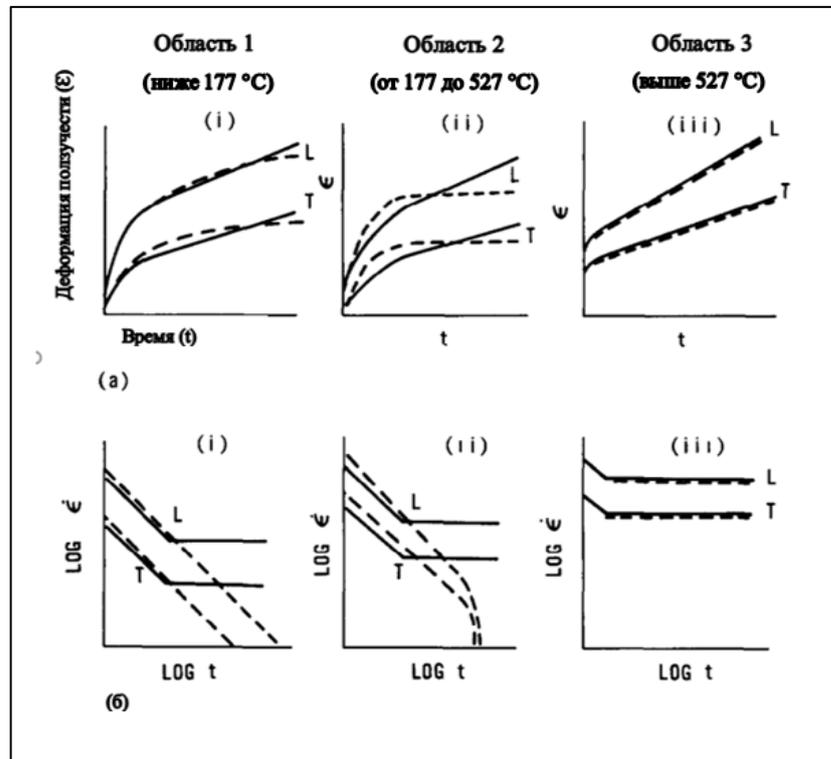


Рисунок 13 – Температурные области ползучести циркониевых сплавов [44]



Рисунок 14 – Зависимость времени наступления ускоренной стадии ползучести от приложенных напряжений для сплава Zircaloy-2 [56]

Радиационная ползучесть циркониевых сплавов выше, чем термическая ползучесть [56,57,58]. Степень ускорения зависит от состава сплава. Диаметральная ползучесть труб давления из сплава Zircaloy-2, облученных при температуре 270 °С (скорость потока нейтронов 3×10^{13} н/см²с, $E > 1$ MeV) при напряжении 96,5 МПа составила 10^{-7} %/ч, что в 10 раз выше скорости ползучести данного сплава без облучения [56]. Скорость ползучести холоднокатаных труб из сплава Zr-2,5 % Nb, облученных при температуре (270-285) °С (скорость потока нейтронов 3×10^{13} н/см²с, $E > 1$ MeV) при напряжении (107-159) МПа также выше чем без действия облучения, и составляет примерно одну треть от скорости ползучести труб из сплава Zircaloy-2 [56]. Под действием нейтронного облучения деформация диаметральной ползучести труб из сплава Э110, в зависимости от величины нейтронного потока, увеличивается в 1,5-3 раза (рисунок 15) [57].

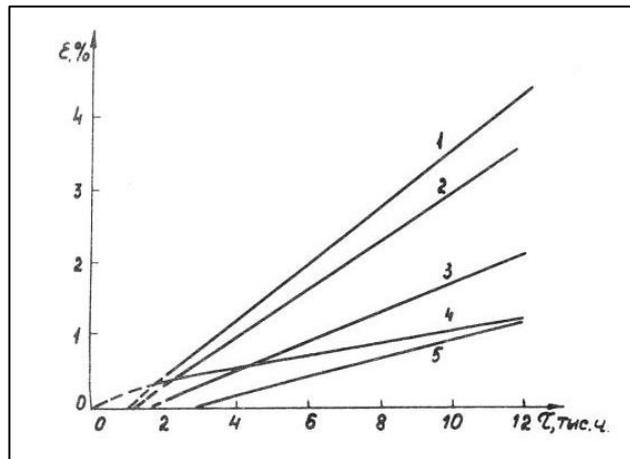


Рисунок 15 – Зависимость деформации диаметральной радиационной ползучести сплава Э110 от времени облучения в реакторе при температуре (330-350) °С, напряжении 130 МПа и плотности потока нейтронов 1×10^{15} (кривая 1), 8×10^{14} (кривая 2), 5×10^{14} (кривая 3), 0 (кривая 4) и 3×10^{14} н/см²с (кривая 5) [57]

Скорость радиационной ползучести циркониевых сплавов увеличивается при повышении нейтронного потока. Диаметральная деформация ползучести сплава Э110 за 10 000 часов испытаний увеличивается с примерно 1,5 до 3,2 % при повышении нейтронного потока с 5×10^{14} до 1×10^{15} н/см²с. Аналогичный результат был получен и на сплаве Zircaloy-4 (рисунок 16) [44,58]. Деформация ползучести этого сплава при одноосном растяжении увеличивается почти в 2,5 раза при повышении нейтронного потока с $1,2 \times 10^{13}$ до $1,1 \times 10^{14}$ н/см²с.

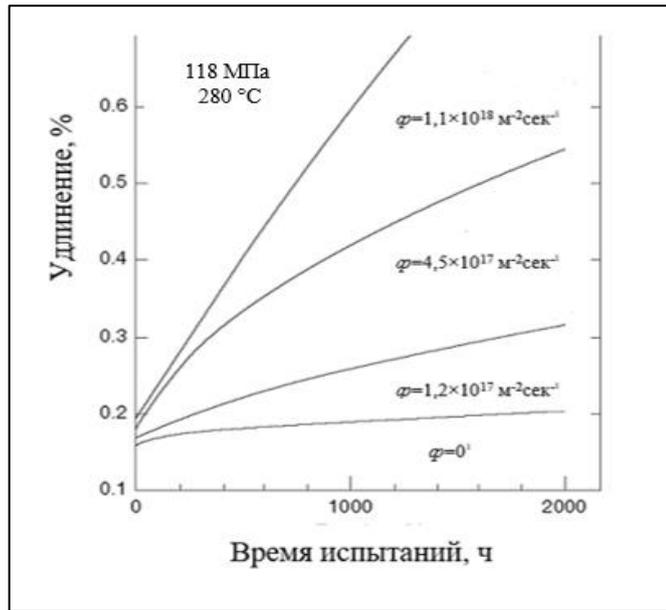


Рисунок 16 – Зависимость радиационной ползучести холоднокатаного сплава Zircaloy-2 от потока нейтронного облучения (температура облучения 280 °С, напряжение 118 МПа, одноосное растяжение) [44]

Повышение температуры облучения приводит к увеличению скорости радиационной ползучести [59]. При температуре облучения ниже 327 °С зависимость скорости радиационной ползучести труб давления из сплава Zr-2,5 % Nb от температуры достаточно плавная, без резких переломов. Скачок в скорости ползучести сплава Zr-2,5 % Nb наблюдается при температуре облучения выше 327 °С (рисунок 17) [59].

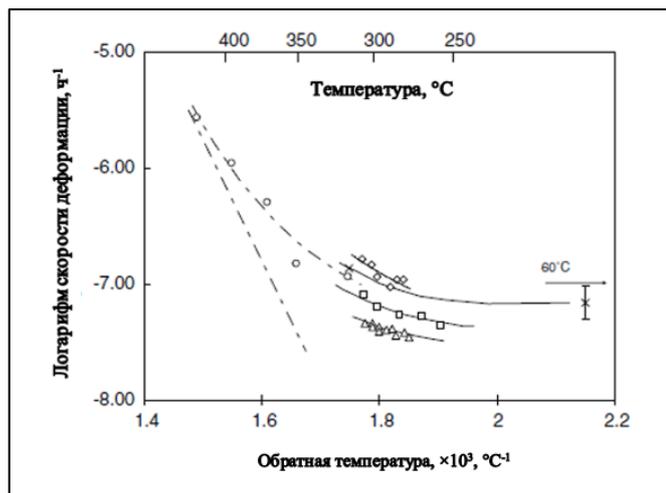


Рисунок 17 - Зависимость скорости радиационной ползучести в поперечном направлении труб давления из сплава Zr-2,5 % Nb от температуры [59]

Диаметральная деформация радиационной ползучести сплава Zircaloy-4 плавно увеличивается с повышением температуры, независимо от исходного структурного состояния (рисунок 18) [60].

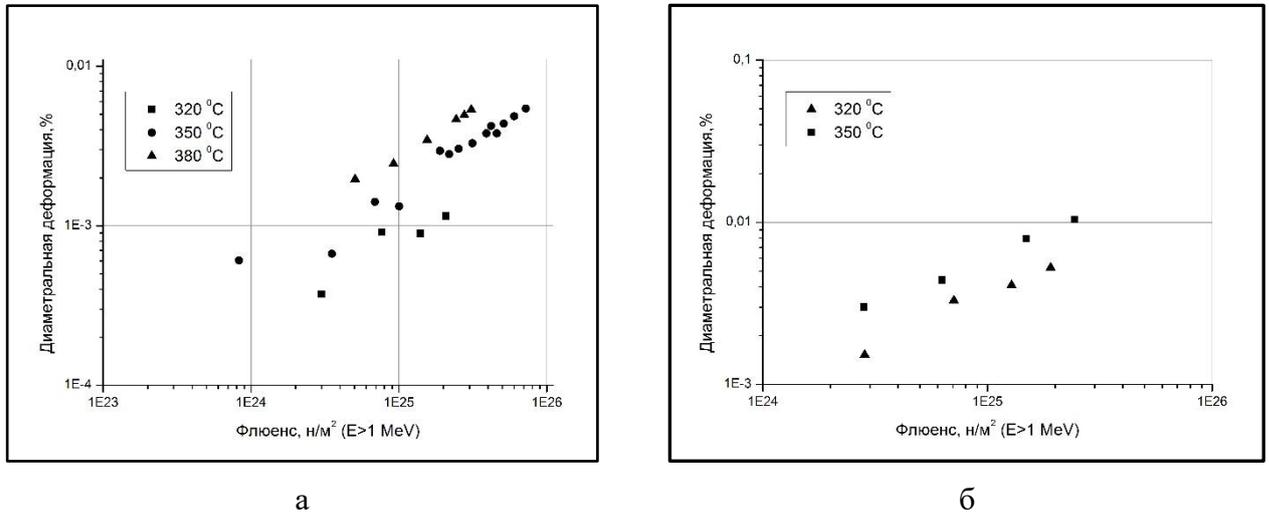


Рисунок 18 - Зависимость диаметальной деформации радиационной ползучести труб из сплава Zircaloy-4 в рекристаллизованном структурном состоянии (а) и в структурном состоянии «stress-relieved» (б) от температуры (напряжение 90 МПа) [60]

Структурное состояние также оказывает влияние на скорость радиационной ползучести циркониевых сплавов [60]. В рекристаллизованном структурном состоянии деформация радиационной ползучести сплава Zircaloy-4 примерно в 4 раза меньше, чем в состоянии после отжига для снятия напряжений (структурное состояние «stress-relieved») (рисунок 19).

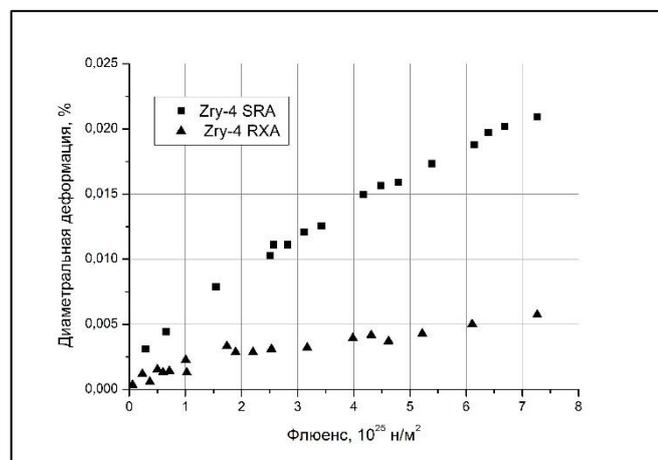


Рисунок 19 – Влияние структурного состояния на диаметральную деформацию радиационной ползучести труб из сплава Zircaloy-4 (Тобл=350 °С, напряжение 90 МПа) [60]

Для сплава Э635 имеется ограниченный объем данных по его радиационной ползучести. В основном, данные были получены при испытаниях оболочечных труб под внутренним давлением. Деформация радиационной ползучести сплава Э635 практически линейно зависит от флюенса нейтронов (рисунок 20) [61,62,63,64].

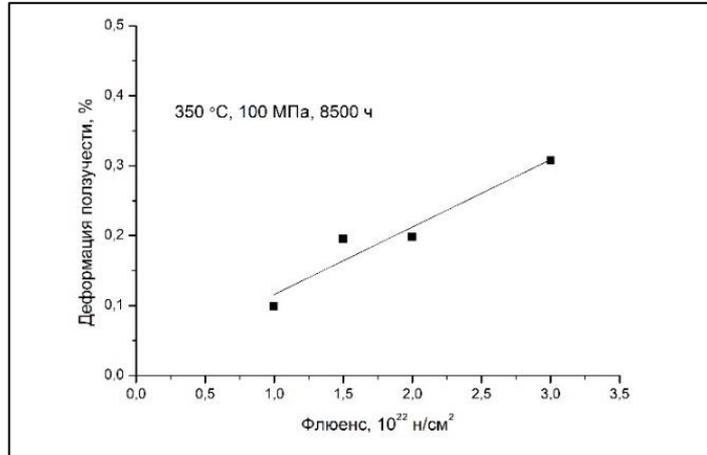
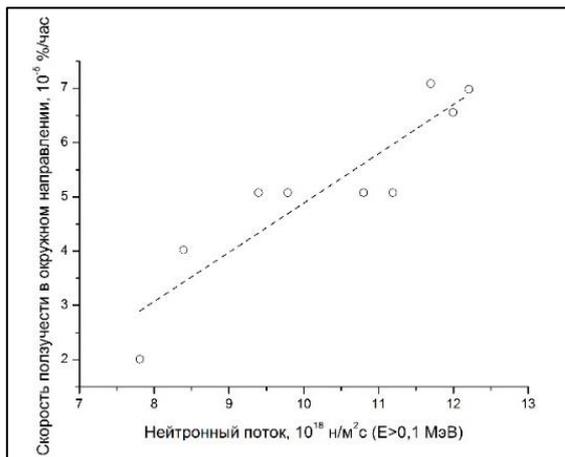
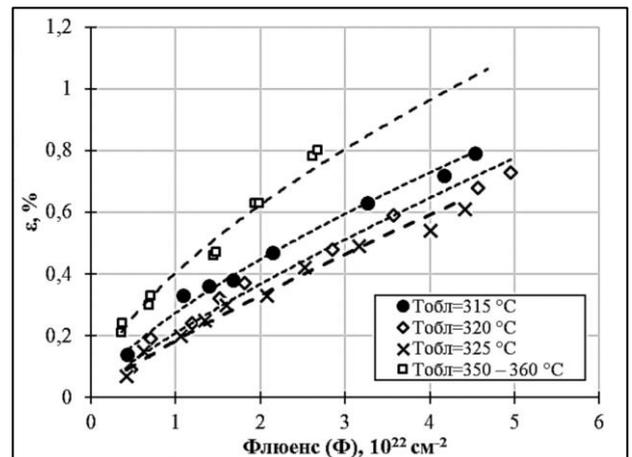


Рисунок 20 – Диаметральная деформация радиационной ползучести оболочечных труб из сплава Э635 в зависимости от флюенса нейтронов ($T_{обл}=350$ °C, 100 МПа) [61]

Повышение нейтронного потока и температуры облучения, также, как и на других циркониевых сплавах, приводит к увеличению скорости радиационной ползучести сплава Э635 (рисунок 21) [49].



а



б

Рисунок 21 – Влияние нейтронного потока (а) и температуры (б) на скорость и деформацию ползучести (газонаполненные образцы) труб из сплава Э635 ($T_{обл}=330-350$ °C) [49,65]

Повышение температуры облучения с (315-325) °С до (350-360) °С приводит к увеличению деформации радиационной ползучести почти в 1,5 раза. [65].

Для сплава Э635 возможно наступление ускоренной (третичной) стадии ползучести при одновременном воздействии повышенной температуры и высоких напряжений (рисунок 22) [57]. При температуре облучения 350 °С и действии наружного давления величиной примерно 155 МПа возможно схлопывание труб за примерно 500 часов (рисунок 22).

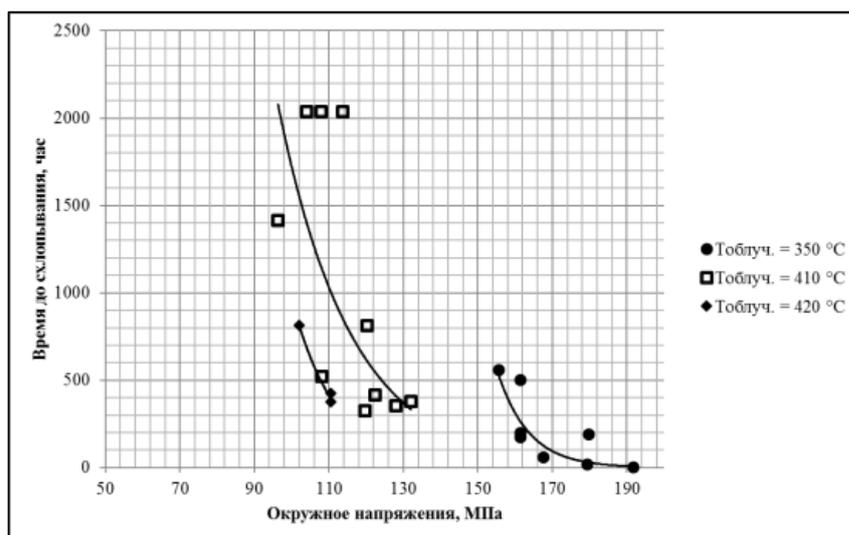


Рисунок 22 - Зависимость времени схлопывания оболочечных труб из сплава Э635 при испытаниях под наружным давлением в реакторе БОР-60 [57]

В работах [3,62] представлены результаты исследований радиационной ползучести труб НК из сплава Э635 под действием сжимающего напряжения величиной 65 МПа (рисунок 23).

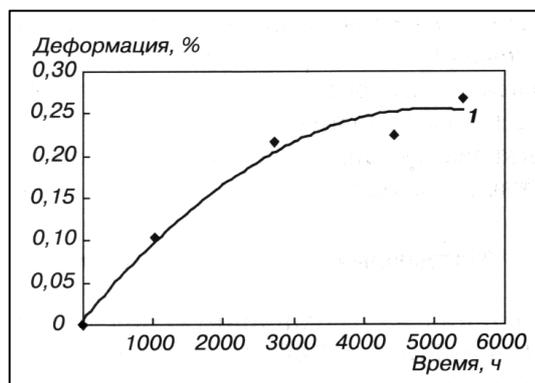


Рисунок 23 - Осевая деформация при сжатии труб НК из сплава Э635 после испытаний в реакторе БОР-60 (Тобл=315-325 °С) [3,62]

Проведенный анализ литературных данных по радиационной ползучести сплава Э635 показал, что, к моменту написания работы, основной объем экспериментальных результатов был получен на материале оболочечных труб при испытаниях под внутренним давлением. Испытания при сжатии труб НК дали искаженный результат из-за релаксации начального напряжения [62]. Результаты по влиянию структурного состояния на радиационную ползучесть при сжатии сплава Э635 отсутствуют.

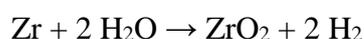
Поэтому, для оценки влияния структурного состояния на стойкость к радиационной ползучести труб для НК из сплава Э635 необходимо было выполнение их реакторных испытаний в условиях, максимально приближенных к эксплуатационным по температуре облучения и схеме нагружения (сжатие).

1.4 Факторы, влияющие на коррозионную стойкость циркониевых сплавов

Коррозия (степень окисления и гидрирования) является одним из основных факторов, ограничивающих ресурс работы циркониевых комплектующих ТВС при эксплуатации в активной зоне атомного реактора [5]. Циркониевые комплектующие ТВС подвержены трем основным видам коррозионного повреждения - равномерной коррозии, нодулярной коррозии и теневой коррозии [26,66,67,68,69]. Равномерная коррозия - вид коррозии, при котором скорость окисления каждой точки поверхности металла одинакова [70]. Нодулярная (или очаговая) коррозия представляет собой образование округлых блино- и чечевицеобразных пятен диоксида циркония на поверхности изделия [5]. Теневая коррозия (англ. название «shadow corrosion») – это локальное усиление коррозии, возникающее при контакте сплава циркония с менее химически активными металлами (никель, сталь), при котором форма детали часто отпечатывается в виде коррозионной тени на поверхности сплава циркония [69].

Для циркониевых комплектующих тепловыделяющих сборок реакторов типа ВВЭР наиболее часто встречающимся видом коррозии является равномерная коррозия [71]. Нодулярная коррозия наблюдается у циркониевых комплектующих ТВС эксплуатирующихся в тепловых кипящих реакторах типа РБМК и ВWR (с бескоррекционным водно-химическим режимом). Теневая коррозия наблюдается на поверхностях топливных каналов кипящих реакторов ВWR вблизи стержней СУЗ [69].

Окисление циркония и его сплавов в водной среде описывается следующим уравнением реакции [67]:



В соответствии с этой реакцией образуются оксид циркония и водород, который частично поглощается металлом [67]. Поэтому, примерно половина кислорода, адсорбированная поверхностью циркониевого сплава, проникает вглубь оболочки, а оставшаяся часть реагирует с поверхностью циркониевого сплава, образуя оксидную пленку [67]. Растворимость кислорода в α -цирконии составляет примерно 6,75 % мас. [19,72].

К настоящему времени детальный механизм коррозии остается невыясненным. Схема взаимодействия циркония с кислородом обычно представляется в виде, приведенном на рисунке 24 [73,74]. Так как оксид, формирующийся на поверхности циркониевого сплава при коррозии, обладает сильными защитными (барьерными) свойствами, то со временем контакт поверхности металла с водяным теплоносителем прекращается. Поэтому, для дальнейшего роста оксидной пленки необходимо движение анионов или катионов через оксидную пленку, как показано на рисунке 24.

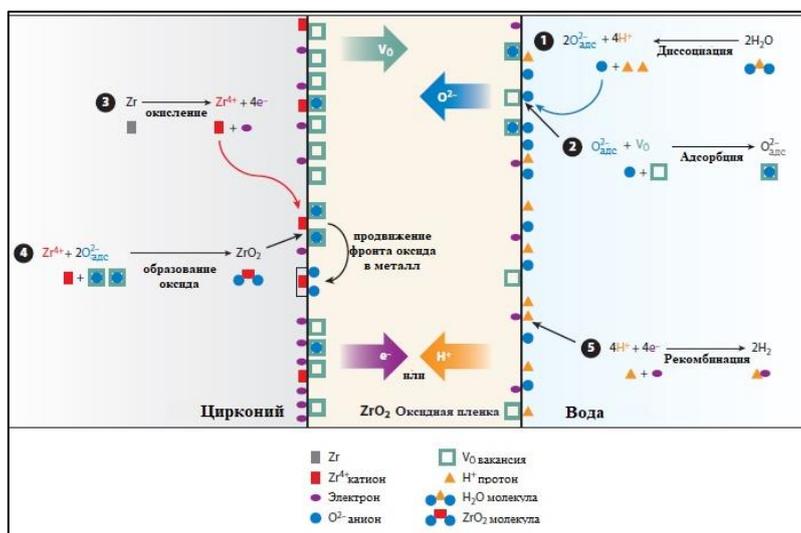


Рисунок 24 – Схема процесса коррозии циркониевых сплавов [73]

Градиент содержания кислорода по толщине оксидной пленки является движущей силой для потока анионов кислорода через оксидную пленку [73]. Рост оксидной пленки зависит от скорости диффузии кислорода через оксидную пленку. Когда анион кислорода достигает границы раздела «оксид-металл», он реагирует с катионами циркония с образованием нового оксида. При образовании этого нового оксида высвобождаются электроны, которые затем обратнo диффундируют через оксид к границе раздела «металл-вода», чтобы восстановить ионы водорода на катодном участке. Часть ионов водорода не комбинирует с электронами на границе раздела «оксид-

вода» и через оксидную пленку диффундирует в металл, где они находятся либо в твердом растворе матрицы α -Zr, либо, если концентрация водорода достаточно высока, в виде гидридных выделений 7.

Кинетика роста оксидной пленки на поверхности циркониевых сплавов представлена на рисунке 25 [66,74,75]. На данной зависимости выделяются три стадии коррозии – допереходная, переходная и послепереходная [66,74,75].

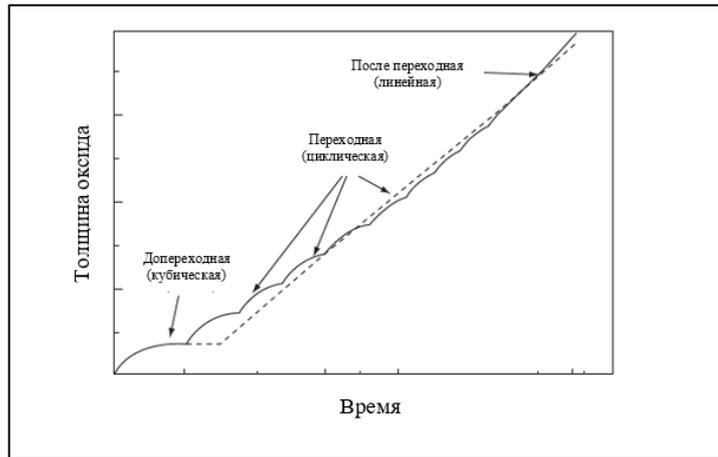


Рисунок 25 – Кинетика роста оксидной пленки на поверхности циркониевых сплавов [74]

На допереходной стадии формируется тонкая, плотно сцепленная с металлом оксидная пленка. Закон роста пленки близок к кубическому. Переходная стадия представляет собой серию повторяющихся циклов, подчиняющихся кубическому закону [75,76]. Коррозионная пленка имеет темный цвет и высокие защитные свойства. На этой стадии в оксидной пленке наблюдаются трещины, параллельные границе раздела металл-оксид (рисунок 26).

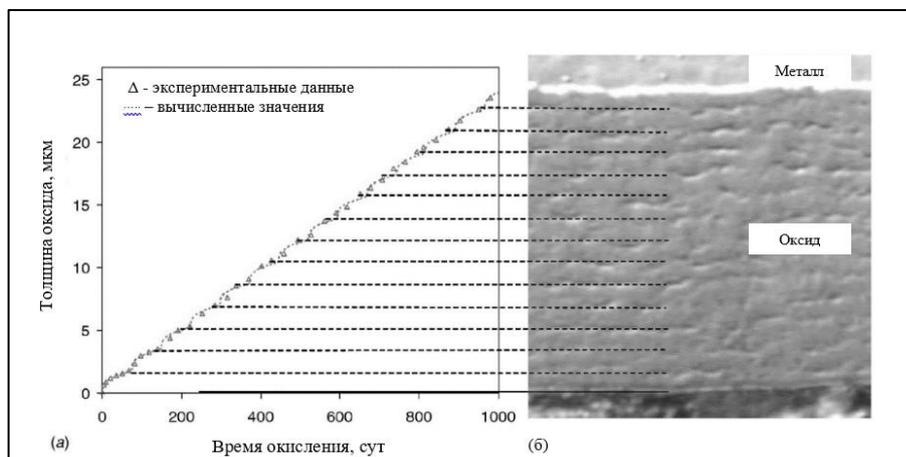
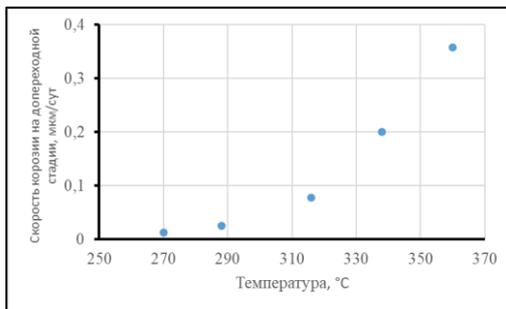
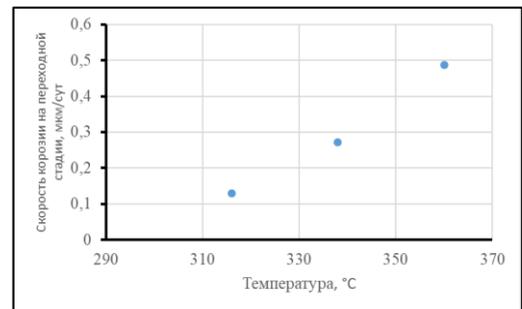


Рисунок 26 – Сравнение кинетики окисления сплава Zircaloy-4 (окисление в воде при температуре 360 °C с добавками 3,5 ppm LiOH и 1000 ppm H₃BO₃) со структурой оксидной пленки [75]

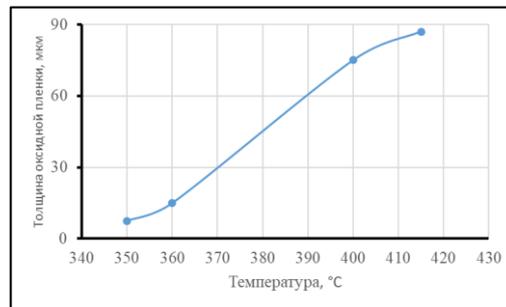
На послепереходной стадии закон роста оксидной пленки линейный. Коррозионная пленка на данной стадии белая, осыпающаяся, защитными свойствами не обладает. С повышением температуры скорость роста оксидной пленки на циркониевых сплавах увеличивается. На рисунке 27 показано влияние температуры испытаний на коррозию циркониевых сплавов Zircaloy-2 (Zircaloy-4) и Э110 [24,66]. Видно, что с увеличением температуры испытаний с 290 до 360 °С скорость роста оксидной пленки сплавов Zircaloy-2 (Zircaloy-4) на допереходной стадии увеличивается примерно в 17 раз, на переходной стадии при увеличении температуры испытаний с 315 до 360 °С примерно в 5 раз. На сплаве Э110 при повышении температуры испытаний с 350 до 360 °С толщина оксидной пленки увеличивается примерно в 2 раза (продолжительность испытаний 1000 суток). Наибольшее ускорение коррозии наблюдается при температуре испытаний выше 300 °С (рисунок 27,а,б).



а



б



в

Рисунок 27 – Скорости роста оксидной пленки Zircaloy -2(4) на допереходной (а), послепереходной (б) стадиях, а также зависимость толщины оксидной пленки на сплаве Э110 от температуры автоклавных испытаний [24,66]

Нейтронное облучение оказывает различное влияние на коррозию циркониевых сплавов в зависимости от их химического состава [26,27,77,78,79,80]. Для циркониевых сплавов, содержа-

щих олово и железо (типа Zircaloy-2(4), Э635 и др.) под действием облучения наблюдается значительное ускорение коррозии (рисунок 28-29) [78]. Ускорение коррозии сплавов Zircaloy-4 под действием нейтронного облучения может достигать значения четыре [26].

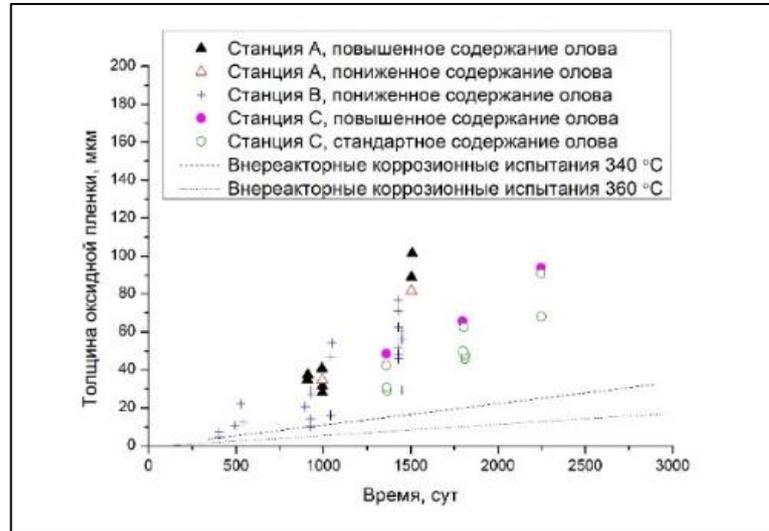


Рисунок 28 - Толщина оксидной пленки в зависимости от времени на 17 различных твэлах из сплава Zircaloy-4, облученных в трех различных реакторах PWR в сравнении с вне реакторными испытаниями [78]

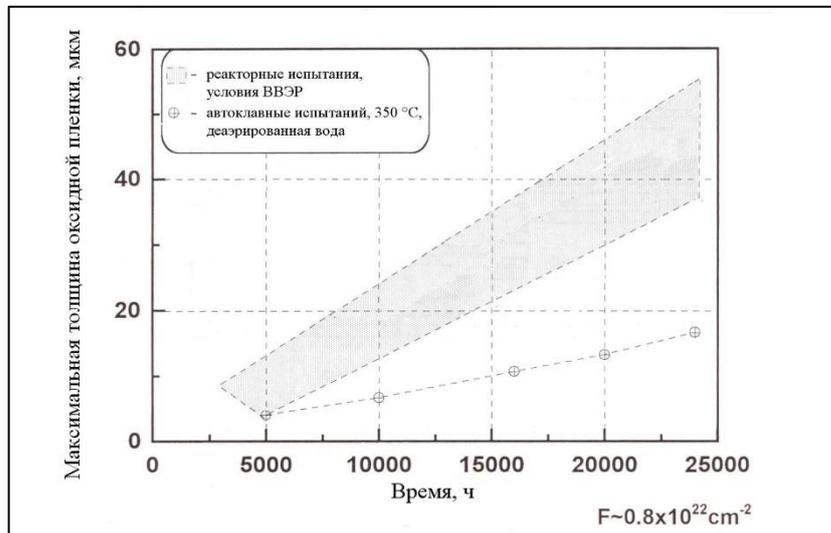
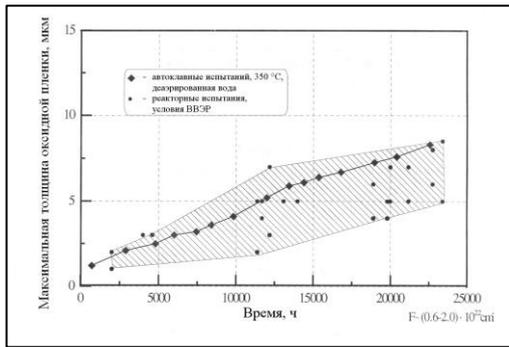
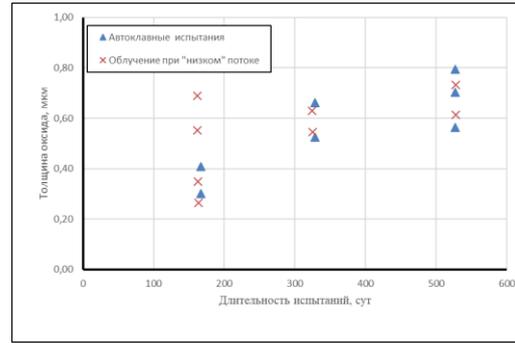


Рисунок 29 – Влияние нейтронного облучения на коррозию сплава Э635 [79]

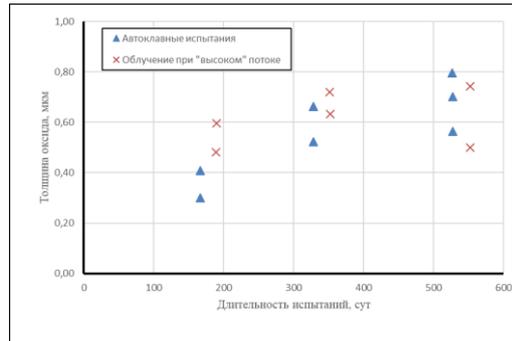
На сплавы системы Zr-Nb (типа Э110, Э125, М5 и др.) нейтронное облучение не оказывает практически никакого влияния (рисунок 30) [27,79,80].



а



б



в

Рисунок 30 – Влияние нейтронного облучения на коррозию сплавов Э110 (а) и Э125 при «низком» $((1,25-2,08) \times 10^{17} \text{ н/м}^2\text{с})$ (б) и «высоком» $((3,81-4,88) \times 10^{17} \text{ н/м}^2\text{с})$ нейтронном потоке (в) [79,80]

Основными элементами, оказывающими влияние на коррозию циркониевых сплавов, являются ниобий и олово, которые полностью или частично растворимы в α -Zr. На рисунке 31 показано влияние содержания ниобия на коррозию сплавов циркония с ниобием [81]. Коррозионная стойкость циркониевых сплавов, содержащих ниобий, ухудшается при увеличении его содержания до уровня, превышающего его растворимость в α -фазе циркония [81].

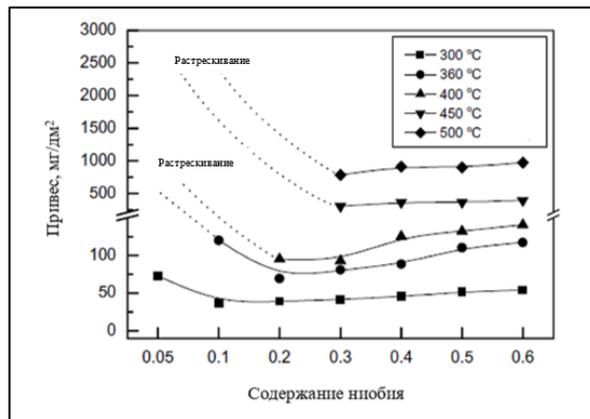
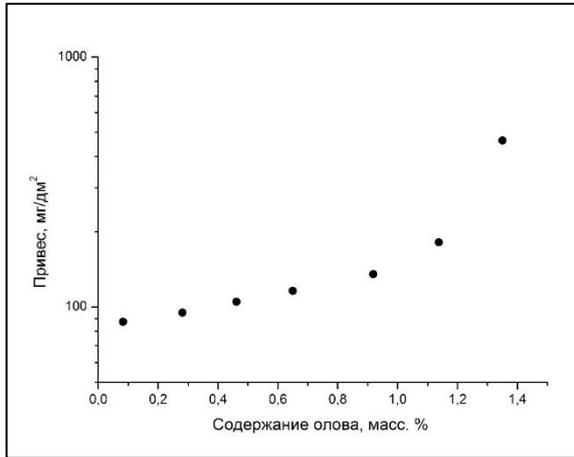
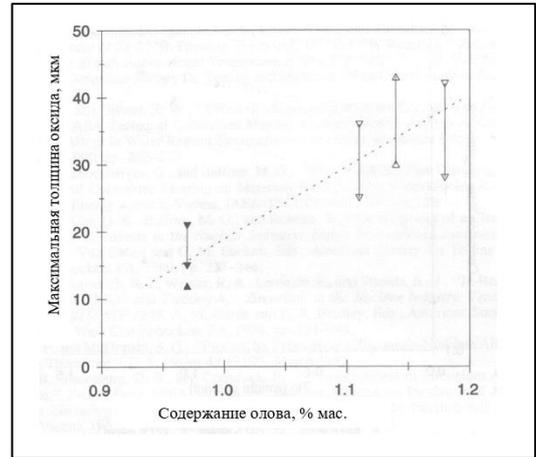


Рисунок 31 – Зависимость коррозионного привеса сплавов Zr-Nb от содержания Nb при различных температурах автоклавных испытаний [81]

С увеличением содержания олова толщина оксидной пленки циркониевых сплавов увеличивается [29,82] (рисунок 32). В автоклавных условиях значительное увеличение коррозии сплава Zirlo наблюдается при увеличении содержания олова свыше 0,9 %. В реакторных условиях зависимость коррозии сплава Zirlo от содержания олова практически линейная.



а



б

Рисунок 32 – Зависимость коррозионного привеса после автоклавных испытаний ($T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=10,3\text{ МПа}$, пар, 300 суток) (а) и максимальной толщины оксидной пленки после эксплуатации в реакторах PWR (выгорание топлива $\sim 40\text{ МВт}\times\text{сут}/\text{кг U}$) оболочечных труб из сплава Zirlo от содержания олова (б) [29,82]

Ограниченная растворимость большинства легирующих элементов в $\alpha\text{-Zr}$ приводит к образованию в матрице частиц вторых фаз, которые играют существенную роль в коррозии и гидрировании циркониевых сплавов [22,83,84,85]. Несмотря на то, что частицы вторых фаз сами по себе имеют более высокую скорость коррозии, находясь в матрице сплава они окисляются более медленно чем окружающая матрица и длительное время сохраняются в оксиде в металлическом виде [83,85]. Измерения потенциала разомкнутой цепи показали, что интерметаллиды имеют более низкий потенциал коррозии и катодно защищены окружающей матрицей, в результате чего окисляются с меньшей скоростью [83]. Автоклавные исследования гальванических пар «интерметаллид-цирконий» показали, что коррозионная стойкость циркония в гальванической паре «цирконий-интерметаллид» выше, чем коррозионная стойкость чистого циркония [84].

В зависимости от состава сплава частицы вторых фаз имеют различный химический состав и различное влияние на коррозию сплавов [5,52,86,87]. В сплавах системы Zr-Nb (типа Э110 и Э125) основными частицами выделений вторых фаз являются частицы $\beta\text{-Nb}$, представляющие собой твердый раствор циркония в ниобии и содержащие до 90 % ниобия [5,52]. Коррозионная

стойкость этих сплавов повышается с увеличением времени старения и достигает максимума, когда выделение частиц β -Nb из α -Zr полностью завершено (рисунок 33) [86,87].

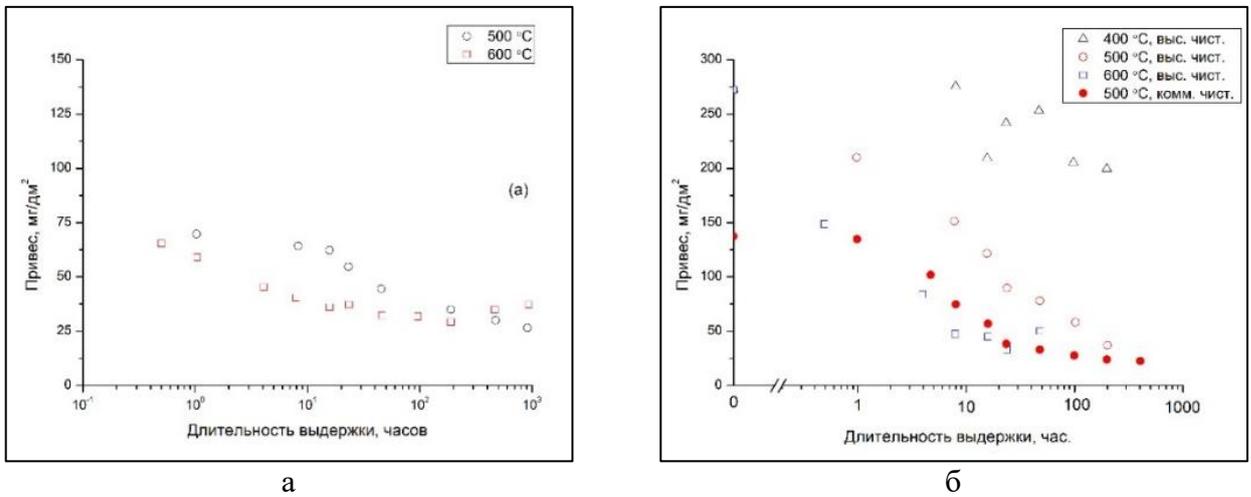


Рисунок 33- Влияние времени старения на величину коррозионного привеса сплавов Э110 при $T=360\text{ }^{\circ}\text{C}$ (длительность 84 суток) (а) и Э125 (длительность 42 суток) (б) [86,87]

В структуре сплавов системы Zr-Sn-Fe (типа Zircaloy-2 и Zircaloy-4) могут наблюдаться интерметаллиды различного состава, в сплаве Zircaloy-4 - интерметаллиды типа $\text{Zr}(\text{Cr,Fe})_2$, а в сплаве Zircaloy-2 – типа $\text{Zr}(\text{Cr,Fe})_2$ и $\text{Zr}_2(\text{Fe,Ni})$ [85,86]. Коррозионная стойкость этих сплавов зависит от размера и состава частиц второй фазы (соотношения содержания в них Fe/Cr) (рисунок 34) [87,88,89,90]. В сплавах данной системы с повышением размера частиц второй фазы повышается стойкость к равномерной коррозии, при этом к нодулярной коррозии стойкость понижается [87,88,89,90].

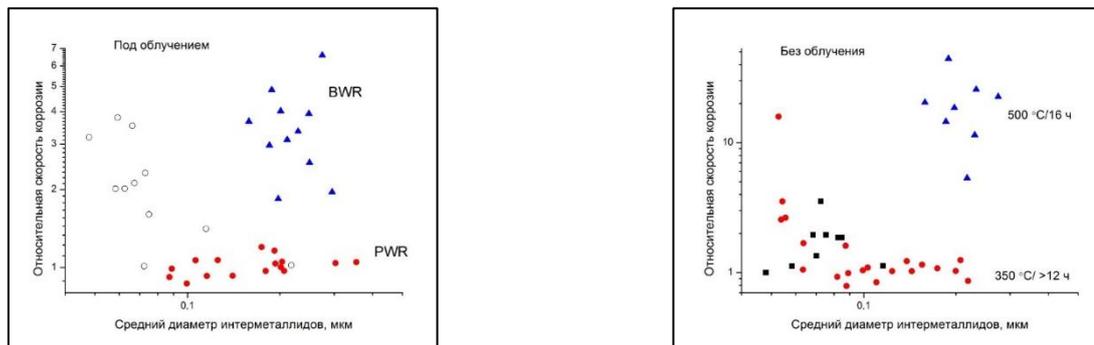


Рисунок 34 – Влияние размера частиц второй фазы на коррозию сплавов Zircaloy-2(4) [91]

Коррозия сплава Zircaloy-4 нелинейно зависит от размера частиц интерметаллидов [95]. Коррозионная стойкость сплава повышается, если частота появления частиц второй фазы размером

менее 100 нм ниже 30 %, или частота появления частиц второй фазы размером более 200 нм превышает 25 % (рисунок 35) [95].

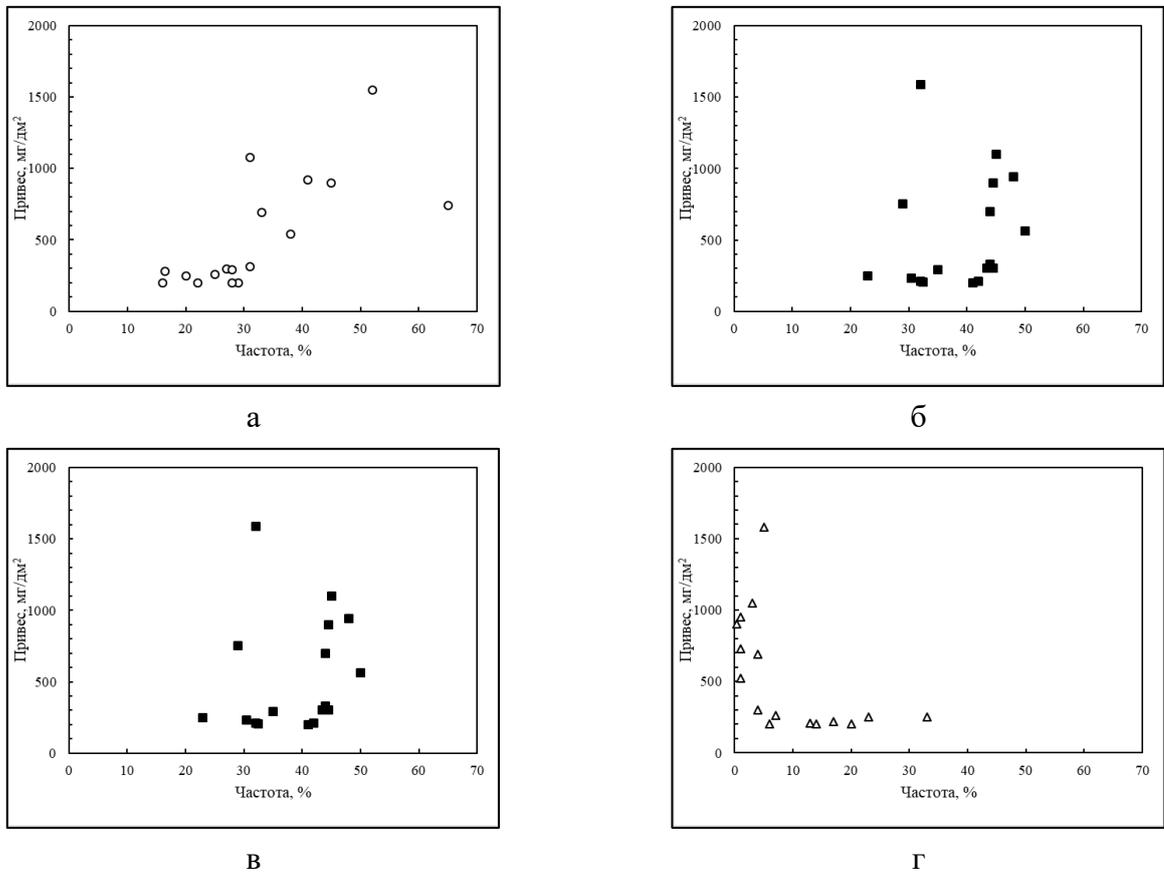


Рисунок 35 – Зависимость коррозионного привеса от частоты обнаружения интерметаллидных частиц в сплаве Zircaloy-4 (размер частиц менее 100 нм (а), от 100 до 200 нм (б), от 200 до 300 нм (в) и более 300 нм (г) [95]

Коррозия сплава Zircaloy-4 зависит также от соотношения Fe/Cr в частицах интерметаллидов (рисунок 36) [96].

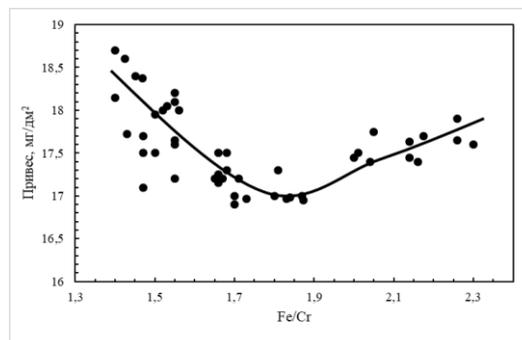


Рисунок 36 – Привес сплава Zircaloy-4 в состоянии «stress-relieved» от соотношения Fe/Cr в частицах вторых фаз (испытания при $T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$, пар, 3 суток) [96]

Для обеспечения коррозионной стойкости этого сплава оптимальным является отношение содержания $Fe/Cr = 1,8-1,9$. Такое поведение сплавов системы $Zr-Sn-Fe-Cr$ может быть связано с высокой диффузионной подвижностью железа в оксидной пленке [97,98,99]. В процессе коррозии окисление частиц интерметаллидов происходит одновременно с обеднением их состава по железу [97,98,99]. Частицы интерметаллидов, находящиеся в оксиде, являются источниками железа, обогащающими оксид и стабилизирующими тетрагональную фазу оксида. По данным работы [97] содержание кислорода вблизи границы раздела «металл-оксид» слишком мало для окисления железа, поэтому вблизи границы раздела «металл-оксид» выход железа из частиц интерметаллидов затруднен. На границе раздела металл-оксид обнаружена тетрагональная фаза оксида циркония [85]. Ее появление связывают с напряжениями на границе металл-оксид ~ 800 МПа, под действием которых при температурах коррозионных испытания стабилизируется тетрагональная фаза ZrO_2 [85]. В участках оксида, не содержащего повышенного содержания железа, происходит полиморфное превращение тетрагонального оксида в моноклинный. Под действием облучения состав частиц интерметаллидов, находящихся в оксиде и металле, меняется с увеличением дозы облучения. Содержание железа в интерметаллидах, находящихся в оксиде, снижается из-за действия облучения и интерметаллиды уже не могут являться источниками железа для обогащения оксида, что необходимо для стабилизации его тетрагональной фазы оксида.

На границе раздела «металл-оксид» наоборот наблюдается повышение содержания железа вследствие превращения в оксид металла, содержащего повышенное содержание железа из-за действия нейтронного облучения на частицы интерметаллидов. Это приводит к превращению тетрагональной фазы оксида в моноклинную. Ускорение коррозии сплавов этой системы наблюдается, когда частицы интерметаллидов растворяются под действием облучения.

Для сплавов системы $Zr-Nb-Sn-Fe$, к которым относятся сплавы *Zirlo* и *Э635*, наблюдается иная картина по влиянию частиц второй фазы на коррозию этих сплавов в сравнении со сплавами системы $Zr-Nb$ и $Zr-Sn-Fe-Cr$ [87,100,101,102,103]. При разработке сплава *Zirlo* был учтен опыт по влиянию размера частиц второй фазы на коррозию сплава $Zr-2,5 Nb$, для которого наблюдалось ухудшение коррозии при увеличении размера частиц второй фазы [87]. В сравнении со сплавом *Э635*, в сплаве *Zirlo* было снижено содержание железа до 0,1 % с целью повышения технологичности при его изготовлении за счет уменьшения количества железосодержащих интерметаллидных частиц [103]. В структуре сплава *Zirlo* (из-за более низкого содержания железа, в сравнении со сплавом *Э635*) наблюдаются частицы интерметаллидов $Zr-Nb-Fe$ и частицы $\beta-Nb$ – фазы [100,101,102]. Средний размер частиц второй фазы в сплаве *Zirlo* достаточно мал (менее 80 нм) из-за маленького размера частиц $\beta-Nb$ - фазы (менее 50 нм), который много меньше чем размер частиц интерметаллидов $Zr-Nb-Fe$ (примерно 100 нм) [105]. Высокие, в сравнении со сплавом

Zircaloy-4, коррозионные характеристики сплава Zirlo были обеспечены, в том числе, за счет создания структуры, содержащей мелкие (средним размером менее 80 нм), однородно распределенные частицы интерметаллидов [29,87]. Получение такой структуры обеспечивается выполнением операции закалки перед прессованием, а также промежуточными отжигами при пониженной температуре ((580-600) °С в течение 4-8 часов) после каждой операции холодной прокатки (использовалась четырехпрокатная деформационная схема) [100,104]. Увеличение среднего размера частиц интерметаллидов повышает послепереломную скорость автоклавной коррозии на примерно 17 % (рисунок 37) [29,103].

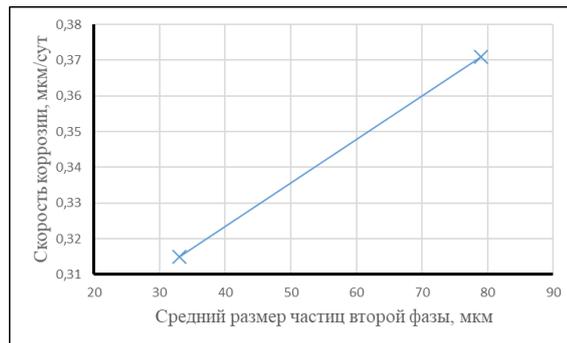
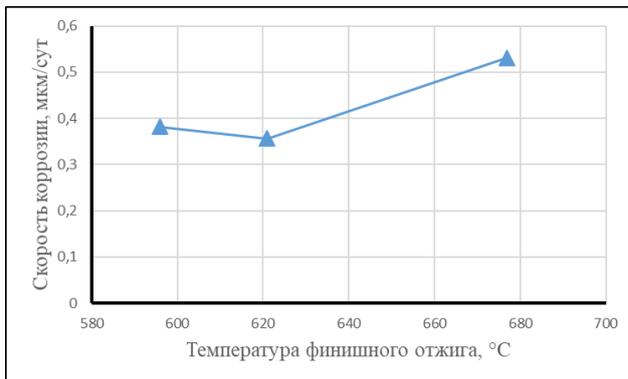
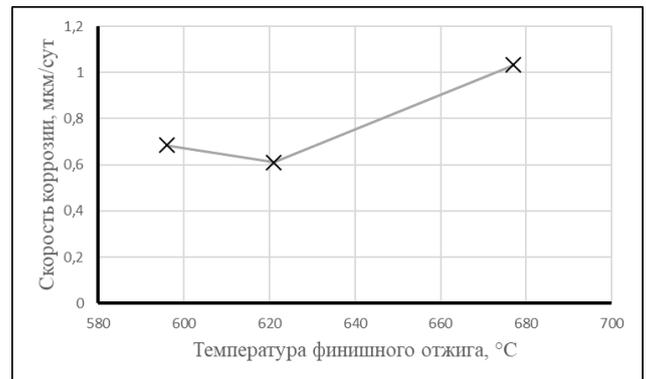


Рисунок 37 – Влияние среднего размера частиц интерметаллидов на скорость автоклавной коррозии сплава Zirlo на послепереломной стадии [29,100]

Температура финишного отжига оказывает незначительное влияние на автоклавную коррозию сплава Zirlo, если отжиг проводится в области существования α -Zr-фазы. При появлении в структуре сплава метастабильной β -Zr-фазы (при температуре финишного отжига выше примерно 630 °С), скорость коррозии сплава увеличивается (рисунок 38) [29].



а

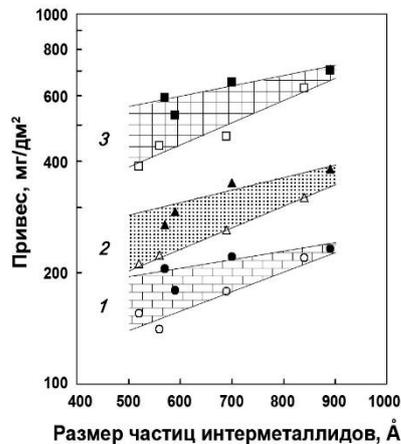


б

Рисунок 38 – Влияние температуры финишного отжига на скорость автоклавной коррозии сплава Zirlo на послепереломной стадии (а-Т=360 °С, Р=18,6 МПа, деаэрированная вода, б-Т=360 °С, Р=18,6 МПа, деаэрированная вода с добавками 70 ppm Li) [29]

Работы по повышению стойкости сплава Zirlo коррозии непрерывно продолжаются. Разработан усовершенствованный («Optimized») сплав Zirlo с пониженным содержанием олова [106]. При этом, работы по оптимизации его структуры в части снижения размера частиц интерметаллидов продолжаются [29,106]. В частности, были опробованы варианты использования операции β -закалки перед последними двумя холодными прокатками при изготовлении труб из данного сплава, которые позволили получить в структуре сплава частицы второй фазы средним размером 35 нм [29]. Такой способ измельчения частиц второй фазы привел к незначительному улучшению стойкости сплава к вне реакторной коррозии, не оказав влияния на реакторную коррозию [29]. Возможной причиной такого слабого влияния размера частиц интерметаллидов на коррозию сплава Zirlo могло являться неполное выделение частиц второй фазы из α -твердого раствора циркония, что ухудшает стойкость данного сплава к коррозии. Это предположение подтверждается данными работы [106], в которой показано, что холодная деформация оказывает значительное влияние на скорость выделения частиц второй фазы из твердого раствора циркония.

Коррозионная стойкость сплава Э635, также как и у сплава Zirlo, зависит от размера частиц интерметаллидов. С повышением среднего размера частиц интерметаллидов коррозия сплава Э635 усиливается (рисунок 39) [108].



■, ▲, ● – рекристаллизация 10%;

□, Δ, ○ – частичная рекристаллизация до 65%;

1 – вода 360 °C, 484 сут.;

2 – вода 360 °C с 70 ppm LiOH, 540 сут.;

3 – пар 360 °C, 381 сут.

Рисунок 39 – Зависимость привеса при автоклавной коррозии сплава Э635 от среднего размера частиц интерметаллидов [107]

Сплав Э635 имеет существенные отличия по составу частиц интерметаллидов от сплавов системы Zr-Nb и сплава Zirlo. Из-за более высокого содержания в нем железа, в структуре сплава Э635 не наблюдаются частицы β -Nb, а присутствуют частицы фазы Лавеса ($Zr(Nb,Fe)_2$) и Т-фазы ($(Zr,Nb)_2Fe$) [52,107,108,109]. Фазы отличаются размером и составом. Фаза Лавеса - ($Zr(Nb, Fe)_2$) ГПУ - решетка, средний размер 100-120 нм. Состав этой фазы – 35Zr-35Nb-30Fe (ат. %) [52]. Выделения частиц Т-фазы ($(Zr,Nb)_2Fe$, ГЦК - решетка) более крупные (размером до 1 мкм). Состав Т-фазы соответствует – 60Zr-10Nb-30Fe (ат. %) [52]. Частицы Т-фазы формируются в нижней части ($\alpha+\beta$)-области фазовой диаграммы Zr-Nb-Fe в процессе охлаждения слитка, а также послековки и горячей обработки сплава в двухфазной области [107]. Выделение Т-фазы в структуре сплава сопровождается снижением содержания ниобия в твердом растворе α -Zr с ~0.4 % до ~ (0-0,2) % [52].

Обзор имеющихся данных показал, что основными факторами, оказывающими влияние на коррозию циркониевых сплавов, являются состав твердого раствора α -Zr и частиц второй фазы. Для сплавов системы Zr-Nb-Sn-Fe характерно увеличение скорости коррозии под действием нейтронного облучения, а также зависимость скорости коррозии от размера и распределения частиц интерметаллидов. В сплаве Э635 наблюдаются частицы интерметаллидов двух типов, которые отличаются по размеру и составу. Данные по влиянию состава частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635 отсутствуют. Поэтому, необходимо выполнение исследований по изучению влияния состава частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635.

1.5 Выводы по главе 1

1. Имеющиеся данные по влиянию структурного состояния на радиационный рост сплава Э635, в основном были получены на материале оболочечных труб применительно к условиям эксплуатации твэлов, что не соответствует температурному интервалу эксплуатации НК. Данные по влиянию структурного состояния на стойкость к радиационному росту труб для НК из сплава Э635 в условиях, соответствующих температуре эксплуатации НК, отсутствуют.
2. Основной объем имеющихся экспериментальных результатов по стойкости сплава Э635 к радиационной ползучести получен на оболочечных трубах при испытаниях под внутренним давлением. Данные по влиянию структурного состояния на радиационную ползучесть при сжатии труб НК из сплава Э635 отсутствуют.
3. Деформация радиационного роста циркониевых сплавов в выбранном кристаллографическом направлении пропорциональна фактору анизотропии роста. Увеличение осевой компоненты текстуры снижает ДРР. Данные по влиянию текстуры на радиационную ползучесть при сжатии и коррозию сплава Э635 отсутствуют.
4. Основными структурными факторами, оказывающими влияние на коррозию циркониевых сплавов, являются состав твердого раствора α -Zr и частиц второй фазы. В сплаве Э635 наблюдаются частицы интерметаллидов разных типов, которые отличаются по размеру и составу. Данные по влиянию состава частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635 отсутствуют.

1.6 Задачи работы

Анализ литературных данных позволил сформулировать цель диссертационной работы и определить следующие задачи исследований:

- установить влияние состава и равномерности распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635;
- определить условия образования частиц интерметаллидов;
- определить режимы термической обработки, обеспечивающие образование мелкодисперсной структуры труб из сплава Э635;
- установить влияние степени рекристаллизации на кратковременные и длительные механические свойства сплава Э635 после нейтронного облучения, а также стойкость к радиационному росту;
- установить влияние текстуры и радиально-ориентированных гидридов в структуре сплава Э635 на его коррозионную стойкость и стойкость к формоизменению, определяемую характеристиками стойкости к радиационной ползучести, радиационному росту и кратковременными механическими свойствами.

2 Материалы и методы исследований

2.1 Материал исследований

Химический состав заготовки из сплава Э635, использованной для изготовления модельных плоских образцов приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Химический состав заготовки для изготовления модельных плоских образцов

Элемент	Содержание, % мас.
Al	0,0037
B	0,00004
Be	0,0003
C	0,0058
Ca	0,001
Cd	0,00003
Cl	0,0007
Cr	0,003
Cu	0,001
F	0,003
Fe	0,37
Hf	0,038
K	0,003
Li	0,0007
Mn	0,0003
Mo	0,003
N	0,003
Nb	1,1
Ni	0,0034
O	0,09
Pb	0,005
Si	0,0061
Sn	1,28
Ti	0,003

Для оценки влияния размера и состава частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635 были разработаны пять вариантов изготовления модельных плоских образцов, которые различались между собой температурами промежуточных отжигов, степенью деформации при холодной деформации и количеством стадий холодной деформации и (таблица 3) [110]. Заготовки для изготовления модельных образцов перед холоднопрокатным переделом были подвергнуты β -закалке с температур (960 – 1070) °С. Окончательный отжиг модельных плоских образцов для всех вариантов изготовления был проведен при температуре 530 °С (3 часа) [110]. Нагрев заготовок под закалку проводился в печи в электропечи типа СУОЛ-0,3.2,5/12,5-И1. Температура в рабочей

камере печи контролировалась двумя вольфрам-рениевыми термопарами (вр 5/20) с точностью ± 5 °С. Вакуумный отжиг образцов проводился в печи типа СШВ. Контроль температуры осуществлялся термопарами с точностью поддержания температуры ± 2 °С. Для очистки поверхности после каждой операции отжига было использовано химическое травление в растворе состава: 30% H₂SO₄ + 30% HNO₃ + 30% H₂O + 10% HF.

Таблица 3 – Варианты изготовления модельных плоских образцов из сплава Э635 [110]

Операции	Номер варианта изготовления				
	1	2	3	4	5
Закалка	1070 °С, 1 ч	960 °С, 1 ч	960 °С, 1 ч	960 °С, 1 ч	960 °С, 1 ч
Отпуск вакуумный	620 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч	800 °С, 1 ч	580 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч
Холодная деформация №1	44,9 %	44,9 %	44,9 %	60 %	40 %
Отжиг вакуумный	620 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч	800 °С, 1 ч	580 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч
Холодная деформация №2	47,62 %	47,62 %	47,62 %	60 %	40 %
Отжиг вакуумный	620 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч	800 °С, 1 ч	580 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч
Холодная деформация №3	51,63 %	51,63 %	51,63 %	60 %	40 %
Отжиг вакуумный	620 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч	800 °С, 1 ч	580 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч
Холодная деформация №4	59,5 %	59,5 %	59,5 %	60 %	40 %
Отжиг вакуумный	620 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч	800 °С, 1 ч	580 °С, 3 ч	580 °С, 3 ч

Для выполнения дореакторных исследований механических свойств, стойкости к термической ползучести и коррозии были использованы образцы труб следующих типоразмеров – Ø12,6×10,9 мм, Ø12,6×8,8 мм (зона гидротормоза трубы НК), Ø12,9×10,9 мм, Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм (зона гидротормоза трубы НК). Для выполнения реакторных испытаний и послереакторных исследований на стойкость к радиационному росту, радиационной ползучести и определения механических свойств были использованы трубы - Ø12,6×10,9 мм, Ø12,9×10,9 мм, Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×0,1 мм. Химический состав слитка, из которого были изготовлены трубы, указан в таблице 4.

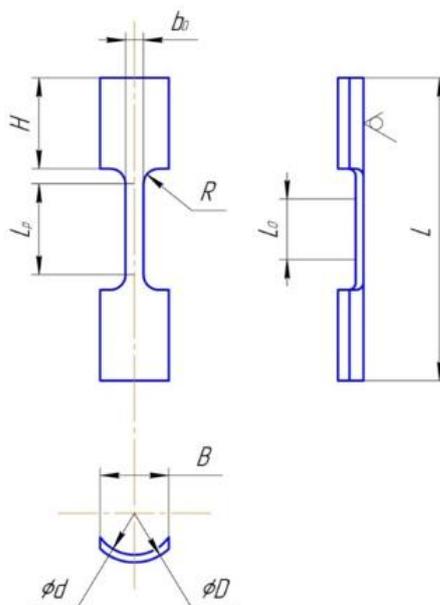
Таблица 4 – Химический состав труб для выполнения реакторных испытаний и послереакторных исследований

Элемент	Содержание, % мас.
Al	0,0025
B	< 0,0003
Be	< 0,00015
C	0,0034
Ca	< 0,0050
Cd	< 0,0002
Cl	< 0,0007
Cr	0,00025
Cu	0,00012
F	< 0,00001
Fe	0,317
Hf	0,0026
K	< 0,0010
Li	< 0,0001
Mn	< 0,0002
Mo	< 0,0015
N	< 0,0020
Nb	1,03
Ni	0,0042
O	0,07
Pb	< 0,0015
Si	0,0030
Sn	1,21
Ti	< 0,0030

2.2 Методы исследований

2.2.1 Методы дореакторных исследований

Для испытаний на растяжение были подготовлены сегментные и кольцевые образцы труб в продольном и поперечном (по отношению к оси трубы) направлении, соответственно. Эскизы образцов труб приведены на рисунках 40-41. Размеры образцов представлены в таблице 5.



D – наружный диаметр, мм;

d – внутренний диаметр, мм;

H – высота головки образца, мм;

B – ширина сегмента, мм;

R – радиус скругления, мм;

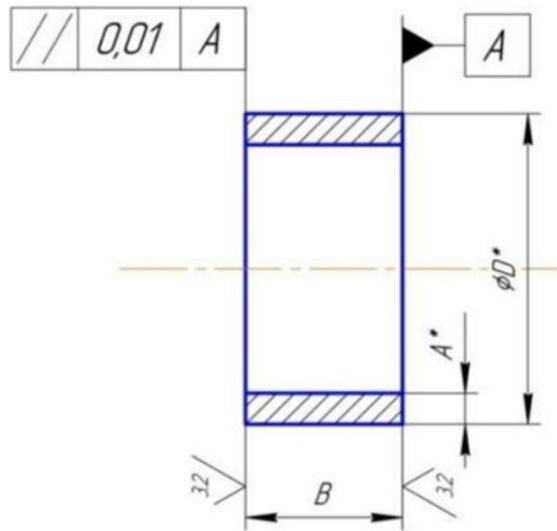
L_p – рабочая длина, мм;

L_0 – начальная расчетная длина, мм

L – общая длина образца, мм

b_0 – ширина рабочей части, мм

Рисунок 40 – Эскиз сегментного (продольного) образца для механических испытаний на растяжение труб НК



D – наружный диаметр, мм;

B – высота образца, мм

Рисунок 41- Эскиз кольцевого образца для механических испытаний на растяжение труб НК в поперечном направлении

Таблица 5 – Геометрические размеры образцов труб для проведения механических испытаний

Тип образца	Размеры труб, мм					
	Кольцевой образец	D, мм	12,9	12,60		
d, мм		10,90	10,9	11,24	10,1	8,8
A, мм		1,00	0,68	1,25		
B, мм		3,0-0,1	3,0-0,1	3,0-0,1	3,0-0,1	3,0-0,1
L ₀ , мм		8,2	8,1	7,1	8,1	8,1
Сегментный образец	D, мм	12,90	12,60	12,60	12,6	12,6
	d, мм	10,90	11,24	10,10	10,1	10,1
	H, мм	12,0 ± 0,1				
	B, мм	9,0 ± 0,1				
	R, мм	2,0-0,1				
	L _p , мм	13	10	15	13	13
	L ₀ , мм	9	7	10	9	9
b ₀ , мм	2,35 ± 0,02					

Для определения механических свойств использовалась серво-электронная испытательная машина INSTRON 8861, оснащенная климатической камерой INSTRON 408. Относительная погрешность измерения усилия испытательной машины составляла 0,5 %, точность поддержания

температуры ± 2 °С. Испытания проводились в продольном и поперечном направлении (по отношению к оси прокатки трубы) при температуре 20 и 350 °С. Скорость деформирования - 1 мм/мин. На каждый вид испытаний было использовано по 3 образца.

Исследование микроструктуры образцов выполнялось на электронном микроскопе JEOL JEM-2000FXII методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Определялись степень рекристаллизации, состав, концентрация и средний размер выделений частиц интерметаллидов.

Первым этапом подготовки образцов для ПЭМ исследований выполнялось механическое шлифование и полирование сегментов труб и образцов полос с обеих сторон до толщины ~ 100 мкм на SiC бумаге зернистостью 500 и 1000.

Шлифованные сегменты трубы подвергались химическому травлению в реактиве состава 30% H_2SO_4 + 30% HNO_3 + 30% H_2O + 10% HF до толщины ~ 50 мкм. Из травленных шлифованных сегментов трубы механически вырезали образцы размером $\sim 4 \times 4$ мм. Изготовленные образцы подвергались струйной электролитической полировке на установке TenuPol-5 фирмы Struers в электролите (состав - 85 % уксусной кислоты и 15 % хлорной кислоты) при температуре (10-15) °С и напряжении (10-20) В до образования отверстия. Для каждого типоразмера труб использовалось по 1 образцу, с каждого из которых было подготовлено по 3 фольги.

Средний размер зерен в структуре металла определялся методом секущих путем подсчета количества пересечений границ зерен с линиями секущих с учетом выбранного увеличения. Секущие проводили перпендикулярно друг другу в плоскости фотографии. Фотографии делались при увеличении 2000 крат.

Степень рекристаллизации определялась как отношение суммарной площади рекристаллизованных зерен к площади всех зерен. Для определения площади, занимаемой рекристаллизованными зернами, использовался метод секущих. Рекристаллизованными принимались зерна, имеющие четко выраженные границы и низкую плотность дислокаций. Под нерекристаллизованными принимались зерна, состоящие из чередующихся темных и светлых участков, окруженные бесформенными границами. Фотографии делались при увеличении 2000 крат.

Анализ текстуры готовых труб проводился на дифрактометре ДРОН-3М, оснащенный автоматизированной текстурной приставкой в хромовом фильтрованном излучении. Прямые полюсные фигуры (0002), $\{1120\}\alpha\text{-Zr}$, а также параметры Кернса получали методом построения неполных полюсных фигур, используя программу TEXTURA-P. Погрешность составила $\pm 0,02$.

Коррозионные испытания образцов выполнялись по методике, разработанной в соответствии с [112]. Длина образцов труб НК составляла 30 ± 1 мм. Перед испытаниями образцы подвергались обезжириванию (с помощью протирки спиртом) и кипячению в дистиллированной воде при

температуре 100 °С в течение 15 минут. Испытания проводились в автоклавах, изготовленных из стали ОХ18Н10Т. Управление температурой внутри автоклава осуществлялось электронными регуляторами напряжения типа «Минитерм», позволяющими поддерживать температуру рабочей зоны в процессе эксперимента ± 3 °С. Контроль температуры осуществлялся аттестованными термопарами типа ХА, сигнал от которых поступает на прибор контроля КСП-4 с пределами измерения от 0 до 600 °С, класс точности 0,25. Защита и отклонение от заданного режима по температуре и давлению осуществлялись независимыми каналами в приборе КСП-4. Регулирование, защита и контроль по давлению осуществлялись электронными манометрами с пределами измерения от 0 до 400 атм. Контроль за продолжительностью испытаний осуществлялся электромеханическим счетчиком часов (228 ЧП) с точностью $\pm 0,5\%$. Для испытаний применялась дистиллированная вода, пропущенная через ионообменные колонки. Кислотность (рН) раствора контролировалась до и после испытаний и находилась в пределах (7,0–7,3).

После каждых 30 суток испытаний в автоклаве образцы промывались и просушивались при температуре 80 °С в течение 1 ч, после чего взвешивались на электронных весах Shimadzu AUW320 с точностью до $\pm 0,0001$ г. Испытания проводились при температуре 330, 360 и 400 °С.

Коррозионная стойкость образцов оценивалась по внешнему виду и величине удельного привеса, определяемому как отношение изменения массы образца до и после испытаний к массе образца до испытаний. Для определения удельного привеса перед проведением испытаний вычислялась суммарная площадь поверхности образцов.

Сопrotивление термической ползучести труб при сжатии оценивали по результатам испытаний при одноосном нагружении в осевом направлении при температуре 330 °С, напряжении 100 МПа в соответствии с [4,112]. Относительная погрешность поддержания осевой нагрузки составляла $\pm 1\%$, абсолютная погрешность температуры на образцах ± 3 °С.

2.2.2 Методы реакторных и послереакторных исследований

Нейтронное облучение для оценки стойкости к радиационному росту и радиационной ползучести при сжатии и растяжении, а также определения влияния облучения на механические свойства труб было проведено в реакторной установке БОР-60 (РУ БОР-60), расположенной в АО «ГНЦ НИИАР» (г. Димитровград). Выбор РУ БОР-60 для выполнения данной работы был обусловлен большим опытом по проведению в ней испытаний циркониевых сплавов, отсутствием коррозионных повреждений образцов, а также температурными параметрами работы реактора. Температура теплоносителя на входе в активную зону данного реактора практически полностью совпадает с температурой эксплуатации НК и составляет $\sim (300-320$ °С).

2.2.2.1 Параметры реакторного облучения

Нейтронно-физические расчеты параметров испытаний, а также скоростей набора повреждающей дозы были проведены в АО «ГНЦ НИИАР» с использованием комплекса программ, включающего: MCU-FR [113], TRIGEX [113] и KAP [114]. Тепло-гидравлические расчеты выполнялись с использованием программного комплекса ANSYS CFX [115].

Расчёт нейтронно-физических характеристик (НФХ) реактора БОР-60 и исследуемых облучательных устройств (ОУ) проводился для каждой микрокампании (МК) с учётом изменений, происходящих в картограмме загрузки реактора, изменения нуклидного состава и выгорания топлива в активной зоне (а.з.) и торцевых зонах воспроизводства, выгорания поглотителя в рабочем органе (РО) системы управления защитой реактора (СУЗ) и их аксиального расположения. Все расчетные значения НФХ приведены для тепловой мощности реактора (W), равной 50 МВт.

Облучение образцов проводили в течение следующих микрокампаний – МК 111-111А, МК 112-112А, МК 113-113А, МК 114-114А. Информация по работе реактора БОР-60 в данных микрокампаниях приведена в таблице 6.

Таблица 6 - Информация по работе реактора БОР-60 в микрокампаниях МК 111, МК 111А, МК 112, МК 112А, МК 113, МК 113А, МК 114, МК 114А

МК	Число ТВС	WT , ГВт·ч	$T_{МК}$, сут	$T_{ППР}$, сут	W^{av} , МВт	W^{max} , МВт
111	122	44,8	44,4	24	42,1	45,9
111А	126	62,1	64,4	51	40,2	49,1
112	124	44,0	42,9	20	42,7	50,5
112А	123	72,9	65,2	47	46,6	50,9
113	124	43,1	45,0	38	39,9	42,8
113А	124	72,1	62,4	44	48,1	50,5
114	114	52,7	49,7	27	44,2	50,4
114А	124	59,2	52,2	9	47,3	48,6
Итого	117-126	450,7	426	260	44,1	50,9

Испытания образцов проводились в специально разработанных облучательных устройствах (ОУ) – МП-226, МП-228 и МП-229. ОУ МП- 226 было использовано для выполнения испытаний

на стойкость образцов труб к НК к радиационному росту и радиационной ползучести при сжатии, МП-228 и МП-229 – радиационному росту и радиационной ползучести при растяжении.

В таблице 7 представлены результаты расчета аксиального распределения флюенса нейтронов ($E > 0,1$ MeV), достигнутые в ОУ МП-226, МП-228 и МП-229 по завершении МК-111, МК-111А, МК-112, МК-112А, МК-113, МК-113А, МК-114 и МК-114А.

Таблица 7 – Аксиальное распределение флюенса нейтронов (F) ($E > 0,1$ MeV), достигнутого в ОУ МП-226, МП-228 и МП-229 по завершении МК-111, МК-111А, МК-112, МК-112А, МК-113, МК-113А, МК-114 и МК-114А.

Высота ОУ, см	Обозначение микрокампании							
	111	111А	112	112А	113	113А	114	114А
	F, 10^{21} см ⁻²	F, с 10^{21} см ⁻²	F, 10^{21} см ⁻²					
20	1,99-2,07	2,70-2,84	1,90-2,04	3,12-3,38	1,92-1,96	3,25-3,27	2,22-2,39	2,57-2,79
15	2,43-2,54	3,30-3,49	2,32-2,50	3,81-4,15	2,36-2,40	4,00-4,04	2,72-2,97	3,17-3,43
10	2,77-2,88	3,76-3,97	2,65-2,85	4,34-4,72	2,69-2,72	4,57-4,61	3,11-3,41	3,60-3,92
5	3,00-3,11	4,07-4,28	2,86-3,08	4,69-5,09	2,90-2,94	4,94-4,99	3,36-3,69	3,89-4,23
0*	3,10-3,23	4,21-4,45	2,96-3,19	4,85-5,29	3,01-3,05	5,11-5,16	3,47-3,81	4,02-4,36
-5	3,07-3,23	4,17-4,46	2,93-3,20	4,80-5,30	3,00-3,06	5,05-5,11	3,43-3,78	3,99-4,30
-10	2,90-3,09	3,96-4,27	2,78-3,06	4,55-5,07	2,84-2,93	4,78-4,85	3,24-3,57	3,78-4,06
-15	2,60-2,79	3,55-3,86	2,49-2,76	4,08-4,58	2,54-2,65	4,28-4,36	2,89-3,19	3,41-3,62
-20	2,14-2,33	2,94-3,22	2,06-2,30	3,37-3,82	2,09-2,21	3,52-3,63	2,39-2,64	2,85-2,97

* - центр облучательного устройства по высоте

Перед выполнением реакторных испытаний с целью исключения наводораживания со стороны натриевого теплоносителя образцы труб подвергались окислению в автоклавных условиях в соответствии с режимами, указанными в таблице 8.

Таблица 8 - Режимы автоклавирования образцов из сплава Э635 перед выполнением реакторных испытаний

Параметр	Значение
Температура воды	(335-350) °С
Давление	(150-160) атм
Время выдержки	(69-75) ч
Качество воды	Дистиллированная
Объем загрузки воды	(60-65) % объема автоклава

2.2.2.2 Радиационная ползучесть труб при сжатии

Эскиз образцов для выполнения испытаний на радиационную ползучесть при сжатии показан на рисунке 42.

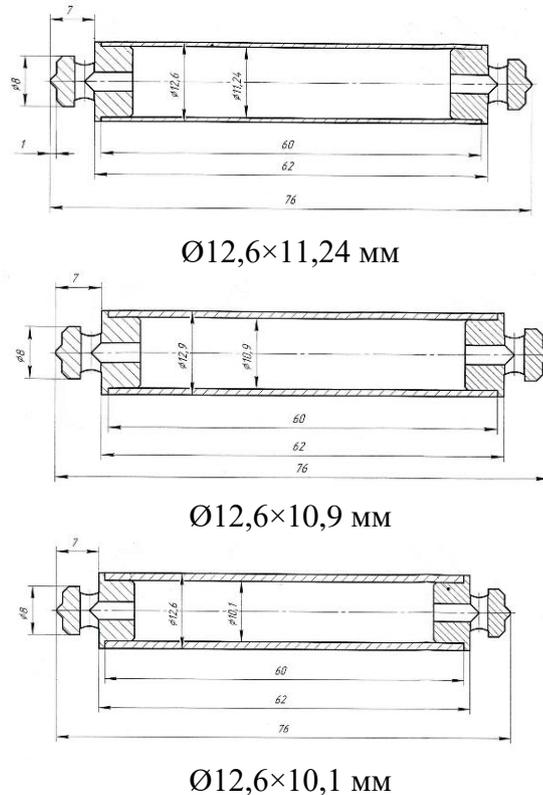
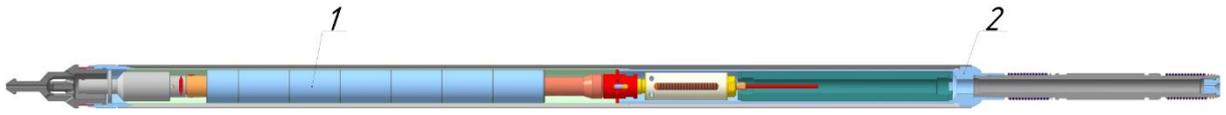


Рисунок 42 – Эскизы образцов для выполнения испытаний на стойкость к радиационной ползучести при сжатии

Для выполнения испытаний труб НК на радиационную ползучесть при сжатии было применено устройство автономного нагружения, находящееся непосредственно в реакторе БОР-60 в облучательном устройстве (ОУ) (рисунок 43) [116].

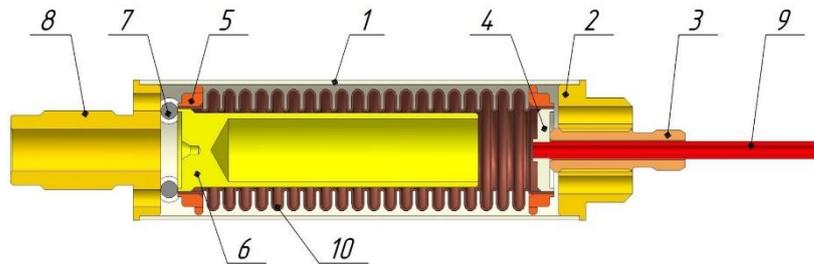
В качестве корпуса ОУ использовался шестигранный разборный материаловедческий пакет (МП), геометрические размеры которого соответствовали штатной ТВС реактора БОР-60, что позволило установить его в активную зону реактора. Во время испытаний поток натриевого теплоносителя первого контура реактора БОР-60 поступал во внутреннюю полость МП, контактировал с образцами и нагревал их. Для обеспечения теплоизоляции внутренней полости МП от теплового воздействия окружающих ТВС, внутри МП была предусмотрена полость, заполненная смесью воздуха и аргона [116].



1- подвеска; 2 - корпус.

Рисунок 43- Типичная конструкция облучательного устройства [117]

При проведении испытаний необходимо было создать в образцах труб НК сжимающие напряжения величиной до 150 МПа, что соответствовало прикладываемой к образцам нагрузке до 6800 Н. Для минимизации изменения нагрузки, прикладываемой к образцам при внутриреакторных испытаниях на стойкость к радиационной ползучести при сжатии, в данной работе был использован метод нагружения сильфонным блоком, заполненным инертным газом при высоком давлении (рисунок 44).



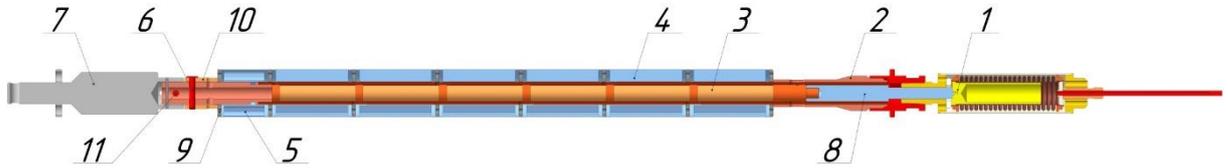
1 – оболочка; 2 - заглушка; 3 – регулировочный винт; 4 – кольцо; 5 – втулка; 6 – втулка; 7 – скоба; 8 – наконечник; 9 - канал; 10 – сильфон.

Рисунок 44- Конструкция блока нагрузки [117]

Сильфонный блок предназначен для создания сжимающих напряжений величиной до 6800 Н, прикладываемых к образцам при испытании на ползучесть. Данный блок включал в себя сварной корпус, состоящий из наконечника поз. 8, оболочки поз. 1, заглушки поз. 2, регулировочного винта поз. 3, скобы поз. 7, и сварную конструкцию сильфонной камеры, состоящей из сильфона поз. 10, канала поз. 9, втулки поз. 6, кольца поз. 4, двух втулок поз. 5. Предварительно сильфонная камера заполнялась инертным газом и герметизировалась. Расчетное давление во внутренней полости сильфонной камеры соответствовало заданному усилию на образцы в условиях проведения реакторных испытаний.

На рисунке 45 представлена конструкция подвески, в которой были установлены исследуемые образцы. Конструкция подвески (рисунок 45) включала в себя блок нагрузки поз. 1 с соеди-

нительной обоймой поз. 2, в которой соосно установлена гирлянда поз. 3 с трубчатыми образцами. Верхняя часть гирлянды упиралась в наконечник обоймы. В нижнюю часть гирлянды упирался нагружающий шток поз. 8.



1 – блок нагрузки сильфонного типа; 2 – соединительная обойма; 3 – гирлянда с образцами; 4 – кассета с образцами; 5 – кассета с мониторами температуры; 6 – штифт; 7 – стержень упорный; 8 – нагружающий шток; 9 – крышка; 10 – втулка; 11 – штифт.

Рисунок 45 - Конструкция подвески [117]

Заданное усилие от нагружающего элемента (сильфонной камеры блока нагрузки) передавалось к гирлянде образцов посредством нагружающего штока поз. 8. При этом на образцы гирлянды воздействовало заданное сжимающее усилие. Кроме этого, в состав подвески входило шесть кассет поз. 4 с образцами без нагрузки, одна кассета поз. 5 с мониторами температуры, которые были расположены соосно обойме. В данной подвеске возможно размещение образцов наружным диаметром не более 20 мм. В процессе проведения реакторного эксперимента, ОУ во время каждого планово-предупредительного ремонта (ППР) извлекали из реактора для проведения измерений геометрических размеров образцов. Работы с ОУ в защитной камере реактора БОР-60 включали в себя разборку/сборку ОУ, извлечение подвески с образцами, визуальный осмотр/замену сильфонного узла нагружения, разборку/сборку подвески, проведение измерений отобранных образцов и замену температурных мониторов. Для избежания рисков радиационного охрупчивания элементов нагружающего устройства осуществляли замену нагружающего устройства после каждой микрокампании облучения в реакторе БОР-60. После завершения вне-реакторных исследований ОУ устанавливали в реактор для продолжения облучения [116].

2.2.2.3 Радиационная ползучесть труб при растяжении

Эскиз образца для выполнения испытаний образцов труб на радиационную ползучесть при растяжении показан на рисунке 46.

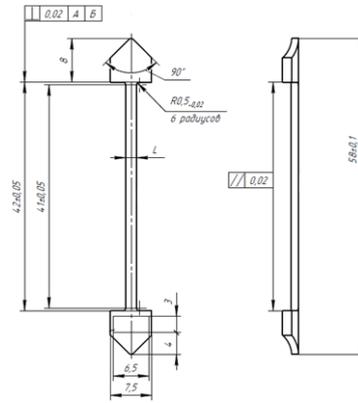
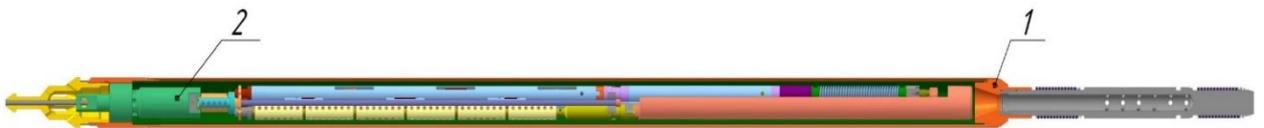


Рисунок 46 – Эскиз образца для выполнения испытаний на стойкость к радиационной ползучести при растяжении

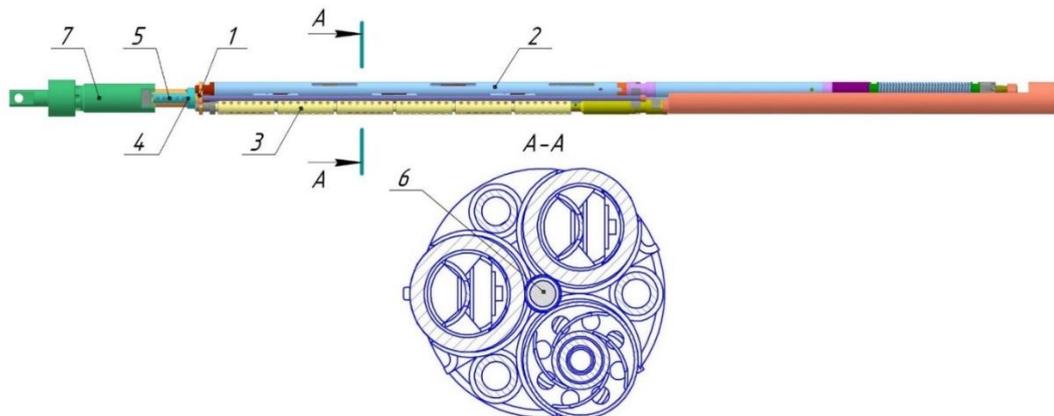
Облучательное устройство (ОУ) для реакторных испытаний образцов на ползучесть при растяжении по конструкции идентично ОУ для реакторных испытаний образцов на ползучесть при сжатии и также состоит из корпуса 1 и подвески 2 (рисунок 47).



1-корпус; 2-подвеска.

Рисунок 47 - Конструкция облучательного устройства

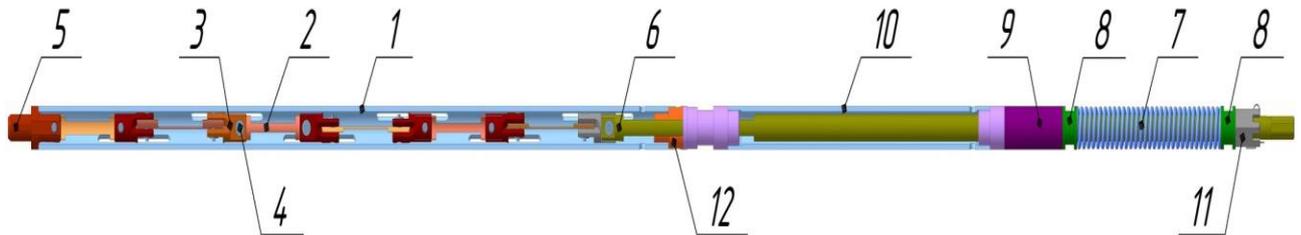
Подвеска ОУ (рисунок 48) состоит из гирлянды с нагрузкой поз.2, гирлянды без нагрузки поз. 3, рамы поз. 1 и кассеты поз.4.



1-рама; 2-гирлянда с нагрузкой; 3-гирлянда без нагрузки; 4-кассета;
5-утяжелитель; 6- стержень; 7- стержень упорный.

Рисунок 48 - Конструкция подвески

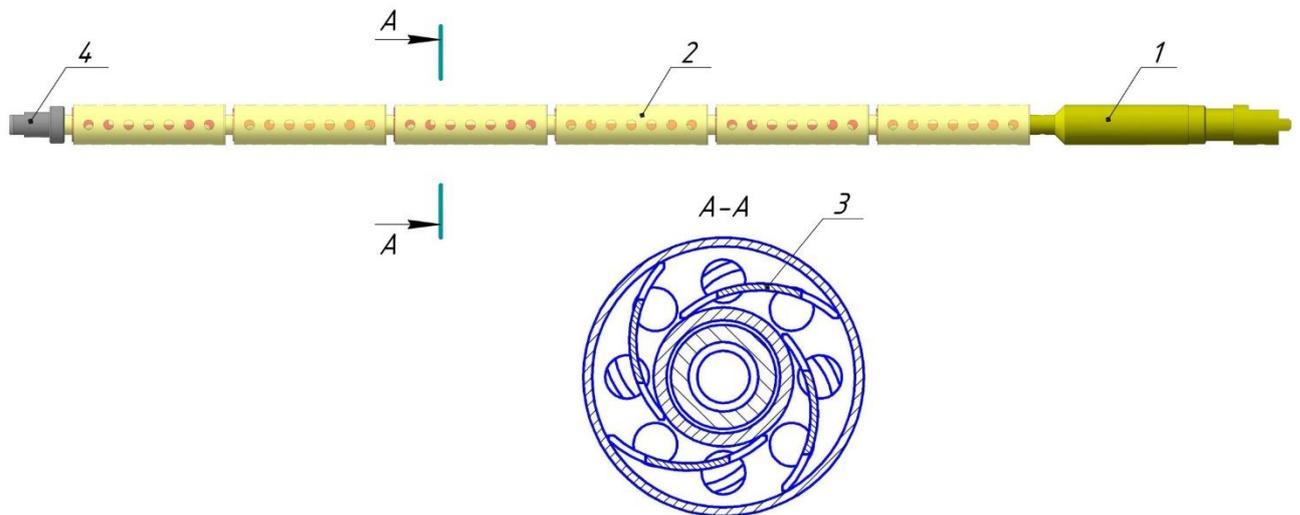
Отличие ОУ состоит лишь в конструкциях гирлянды с нагрузкой поз.2 (рисунок 49), а именно в конструкции нагружающего элемента поз.7 на рисунке 48.



1- оболочка; 2- образец; 3- переходник; 4- штифт; 5- наконечник; 6- шток;
7- пружина; 8- втулка опорная; 9- шайба; 10- втулка упорная; 11- гайка; 12- вкладыш.

Рисунок 49 - Конструкция гирлянды с нагрузкой

В качестве нагружающего элемента ОУ для реакторных испытаний образцов на ползучесть при растяжении использовалась тарированная пружина. Конструкция гирлянды без нагрузки показана на рисунке 50.



стержень; 2- контейнер; 3- образец; 4- гайка.

Рисунок 50 - Конструкция гирлянды без нагрузки

ОУ для проведения испытаний на растяжение, также как и ОУ для испытаний на сжатие, во время каждого ППР извлекали из реактора для проведения измерений геометрических размеров образцов. Работы с ОУ в защитной камере реактора БОР-60 включали в себя разборку/сборку ОУ, извлечение подвески с образцами, визуальный осмотр/замену сильфонного узла нагружения, разборку/сборку подвески, проведение измерений отобранных образцов и замену температурных

мониторов. После завершения внереакторных исследований ОУ устанавливали в реактор для продолжения облучения.

2.2.2.4 Механические свойства труб после облучения

Механические свойства труб определяли в продольном и поперечном (по отношению к оси трубы) направлении по методике, аналогичной использованной для определения механических свойств труб до облучения. Геометрические размеры образцов соответствовали размерам образцов, использованным для определения механических свойств труб до облучения (рисунки 40-41). Механические свойства определяли на образцах труб $\text{Ø}12,9 \times 10,9$ мм после облучения в реакторе БОР-60 до флюенса $(2,53-2,78) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$.

Образцы находились в разных структурных состояниях-частично-рекристаллизованном (степень рекристаллизации 60 %) и рекристаллизованном (степень рекристаллизации 100 %). Финишный отжиг труб проводился в промышленных условиях АО ЧМЗ. Для обеспечения рекристаллизованного состояния трубы подвергались промышленному отжигу при $T=610 \text{ °C}$ в течение 3 часов. Частично-рекристаллизованное состояние обеспечивалось финишным отжигом при $T=540 \text{ °C}$ в течение 3 часов.

2.2.2.5 ПЭМ-исследования облученных образцов

Исследование микроструктуры образцов труб из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 до флюенса $\sim (2,1- 2,8) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ выполнялось методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Образцы для выполнения исследований вырезались из труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм в разных структурных состояниях.

Полученные заготовки утонялись на наждачной бумаге в защитном перчаточном боксе до толщины 0,1 мм. Окончательное утонение производилось электролитически двухструевым методом в установке Тепурол-5 с применением электролита на основе метилового спирта с 35 % монобутилового эфира этиленгликоля $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$ и 6 % хлорной кислоты HClO_4 . Электролитическое утонение проводилось при температуре минус 17 °C и напряжении около 54 В.

Для выполнения исследований использовался просвечивающий электронный микроскоп TECNAI G2 20 STWIN с ускоряющим напряжением 200 кВ. Для определения состава выделений частиц интерметаллидов были приготовлены экстракционные лаково-угольные реплики.

Глава 3 Влияние структурно-фазового состава на коррозионную стойкость сплава Э635

3.1 Влияние состава и распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость сплава Э635

Коррозионная стойкость изделий из сплава Э635 определяется не только химическим составом сплава, но и частицами интерметаллидов [2,107,110].

В соответствии с тройной фазовой диаграммой Zr-Nb-Fe, структура сплава Э635 представляет собой α -Zr-матрицу с выделениями частиц интерметаллидов типа фазы Лавеса ((Zr(Nb,Fe)₂, ГПУ-решетка, средним размером 100 нм). В структуре промышленных изделий из сплава Э635 (трубы, листы, прутки), помимо фазы Лавеса, наблюдаются более крупные выделения частиц Т-фазы ((Zr,Nb)₂Fe, ГЦК-решетка) размером до 1 мкм [107,110].

Для оценки влияния типа частиц интерметаллидов, их размера и распределения на коррозионную стойкость изделий из сплава Э635 было разработано пять деформационно-термических схем изготовления модельных плоских образцов, описание которых приведено в таблице 3 [110].

Вариант №1 был использован как референсный и близкий по степени деформации и температурам отжига к штатному технологическому процессу изготовления труб НК. Вариант №2 по деформационной схеме аналогичен варианту №1, но температура промежуточных отжигов снижена на 40 °С. Данный вариант был применен для оценки влияния снижения температуры промежуточных отжигов на рост частиц интерметаллидов. В варианте №3 процесс распада пересыщенного твердого раствора α' - Zr после закалки был ускорен за счет применения высокотемпературного отжига при температуре 800 °С, температуры промежуточных отжигов соответствовали варианту №2. Варианты №4 и №5, со степенью холодной деформации на каждом переделе 60 и 40 %, соответственно, были использованы для оценки влияния степени деформации на холоднопрокатном переделе на процесс формирования частиц интерметаллидов [110].

Исследование микроструктуры образцов было выполнено методом ПЭМ. Результаты исследований показаны на рисунках 51-55 и в таблице 9.

Наибольший средний размер интерметаллидов (69 нм) наблюдался в образцах, изготовленных по варианту №1, при котором промежуточные отжиги проводились при температуре 620 °С. Кроме того, в структуре таких образцов были выявлены более крупные частицы размером ~ 300 нм, которые были идентифицированы как выделения Т-фазы ((Zr,Nb)₂Fe)) (рисунок 51, таблица 9).

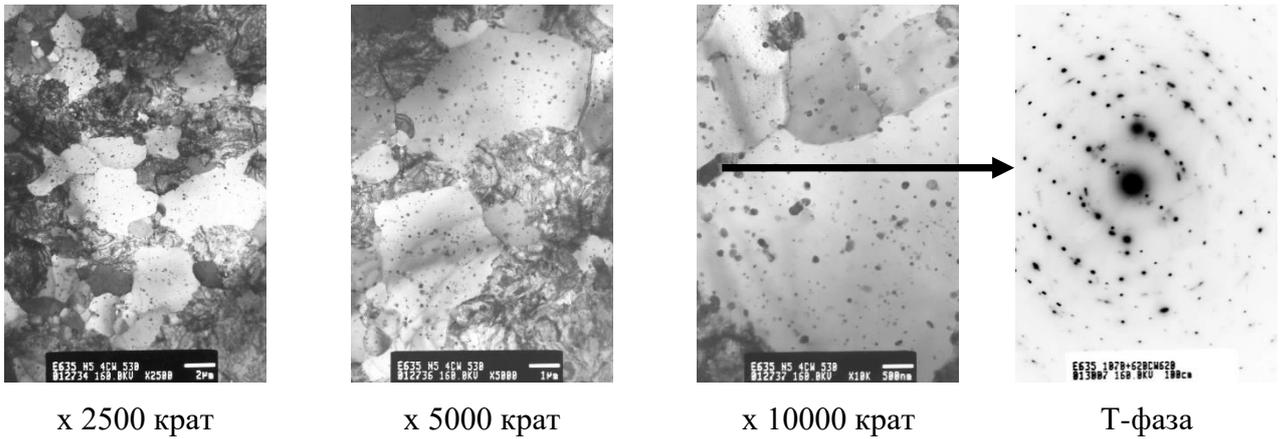


Рисунок 51 –Микроструктура модельных образцов, изготовленных по варианту №1

Снижение температуры промежуточных отжигов с 620 °С до 560 °С (вариант №2), при сохранении деформационной схемы варианта №1, привело к образованию частиц интерметаллидов одного типа (фаза Лавеса) и уменьшению их размера. Для образцов этого варианта средний размер частиц интерметаллидов, идентифицированных как фаза Лавеса, составил 55 нм, максимальный размер частиц составил менее 200 нм. Наличие Т-фазы в образцах, изготовленных по варианту №2, не выявлено (рисунок 52, таблица 9).

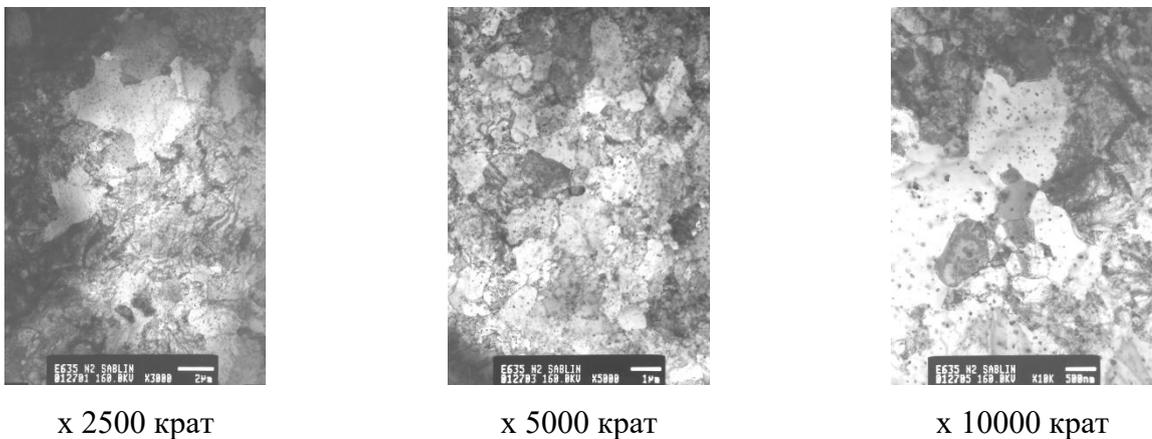
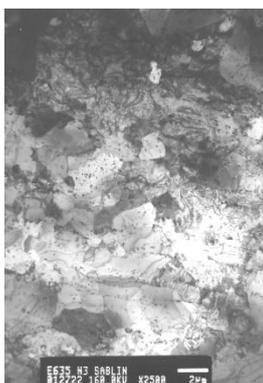
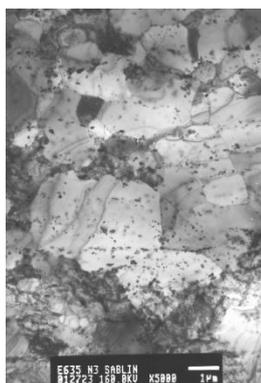


Рисунок 52 –Микроструктура модельных образцов, изготовленных по варианту №2

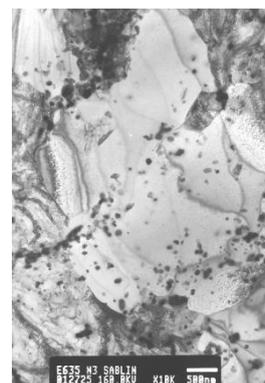
Повышение температуры отжига после закалки до 800 °С (вариант №3, таблица 2) оказало отрицательное влияние на равномерность распределения интерметаллидов. Структура неоднородна, наблюдались протяженные строчки частиц фазы Лавеса средним размером 88 нм. При этом выделения Т-фазы отсутствовали (рисунок 53, таблица 9).



x 2500 крат



x 5000 крат



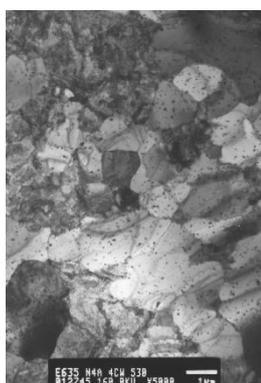
x 10000 крат

Рисунок 53-Микроструктура модельных образцов, изготовленных по варианту №3

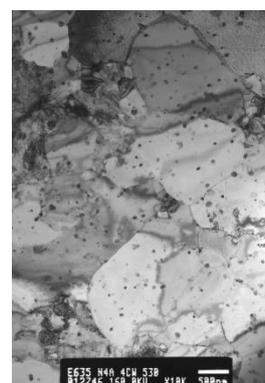
Увеличение степени деформации на холоднопрокатных переделах (с 40 до 60 %), одновременно со снижением температуры промежуточных отжигов с 620 до 560 °С оказало положительное влияние на снижение размера частиц интерметаллидов. Для варианта №4 (степень деформации по переделам 60 %) средний размер интерметаллидов составил 51 нм (рисунок 54, таблица 9). Выделений частиц Т-фазы в образцах, изготовленных по варианту №4, не выявлено.



x 2500 крат



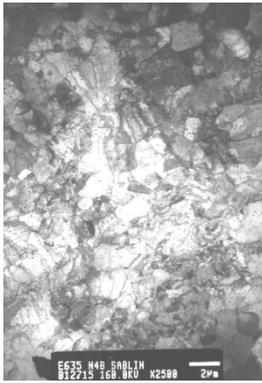
x 5000 крат



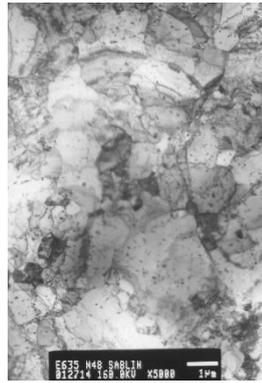
x 10000 крат

Рисунок 54 –Микроструктура модельных образцов, изготовленных по варианту №4

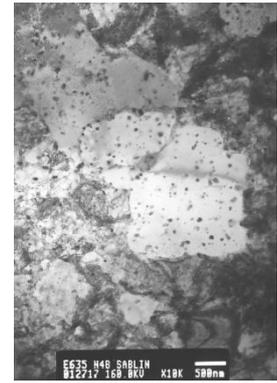
Для варианта №5 (степень деформации по переделам 40 %) средний размер интерметаллидов составил 62 нм (рисунок 55, таблица 9). Выделений частиц Т-фазы в образцах, изготовленных по варианту №5, не выявлено.



x 2500 крат



x 5000 крат



x 10000 крат

Рисунок 55– Микроструктура модельных образцов, изготовленных по варианту №5

Таблица 9 – Характеристики микроструктуры модельных плоских образцов из сплава Э635 [111]

Номер варианта изготовления	Фазовый состав	Размер интерметаллидов, нм	Концентрация интерметаллидов, ρ , $\times 10^{19} \text{ м}^{-3}$	Объемная доля (V), %
1	$\alpha + L + T$	$\frac{12-305}{69}$	5,9	1,01
2	$\alpha + L$	$\frac{12-199}{55}$	14,5	1,03
3	$\alpha + L$	$\frac{21-227}{88}$	4,05	1,35
4	$\alpha + L$	$\frac{13-147}{51}$	10,2	0,68
5	$\alpha + L$	$\frac{17-204}{58}$	8,8	0,98

Снижение температуры промежуточных термообработок (с 620 до 580 °С) и повышение степени холодной деформации (до ~ 60 %) при изготовлении изделий из сплава Э635 приводят к формированию в них более мелкодисперсной микроструктуры. Наличие большого количества метастабильной β -Zr-фазы в структуре полуфабрикатов перед холоднопрокатным переделом может привести к неоднородному распределению частиц интерметаллидов в готовых изделиях.

Для оценки влияния структурно-фазового состояния материала на коррозионную стойкость образцов были проведены автоклавные испытания модельных образцов в автоклавных условиях в деаэрированном паре ($T=400$ °С, $P=10,3$ МПа) и в деаэрированной воде ($T=360$ °С, $P=18,6$ МПа).

Результаты автоклавных коррозионных испытаний модельных плоских образцов в паре и воде приведены в таблицах 10-11 и на рисунках 56-57.

В воде и паре более толстой оксидной пленкой характеризуются образцы варианта изготовления № 1, в структуре которых обнаружены выделения Т-фазы (таблицы 10-11).

Таблица 10 – Коррозия модельных плоских образцов из сплава Э635 в паре при T = 400 °C (10,3 МПа)

Вариант изготовления	Толщина оксидной пленки, мкм										
	3 сут	30 сут	60 сут	90 сут	120 сут	150 сут	180 сут	210 сут	240 сут	270 сут	300 сут
1	1,0±0,1	3,5±0,4	6,9±0,6	10,2±0,8	13,9±0,9	17,4±1,0	21,3±1,3	24,6±2,0	28,1±2,2	31,8±2,4	36,0±2,4
2	1,1±0,1	2,4±0,1	5,2±0,1	7,9±0,2	10,7±0,5	13,1±0,4	16,3±0,4	18,6±0,4	21,5±0,3	24,4±0,4	27,6±0,6
3	1,0±0,1	2,7±0,4	5,4±0,2	8,7±0,1	11,5±0,2	14,3±0,2	17,7±0,1	20,3±0,2	23,5±0,4	27,0±0,4	30,0±0,1
4	1,0±0,1	2,6±0,1	5,4±0,2	8,4±0,4	11,3±0,9	14,0±1,1	16,9±0,9	19,5±0,8	22,2±0,9	24,9±0,7	27,8±0,5
5	1,0±0,1	2,6±0,1	5,3±0,1	8,1±0,2	11,1±0,5	14,0±0,5	17,3±0,3	19,6±0,6	22,7±0,6	25,8±0,8	29,0±1,0

Таблица 11 – Коррозия модельных плоских образцов из сплава Э635 в воде при T = 360 °C (18,6 МПа)

Вариант изготовления	Толщина оксидной пленки, мкм									
	30 сут	60 сут	90 сут	120 сут	150 сут	180 сут	210 сут	240 сут	270 сут	300 сут
1	1,3±0,1	2,0±0,1	2,3±0,1	2,6±0,1	3,7±0,1	4,3±0,1	4,5±0,1	5,3±0,1	6,2±0,1	6,7±0,1
2	1,2±0,1	1,6±0,1	1,8±0,1	2,1±0,1	2,4±0,1	3,0±0,2	3,6±0,2	4,1±0,1	4,4±0,2	4,6±0,2
3	1,2±0,1	1,6±0,1	1,9±0,1	2,2±0,1	2,4±0,1	3,6±0,1	3,8±0,1	4,1±0,1	4,5±0,1	5,5±0,2
4	1,1±0,1	1,6±0,1	1,8±0,1	2,0±0,1	2,3±0,1	2,5±0,1	3,6±0,1	4,1±0,1	4,3±0,1	4,5±0,1
5	1,2±0,1	1,6±0,1	1,8±0,1	2,1±0,1	2,3±0,1	2,5±0,1	3,6±0,1	4,0±0,1	4,3±0,1	4,6±0,1

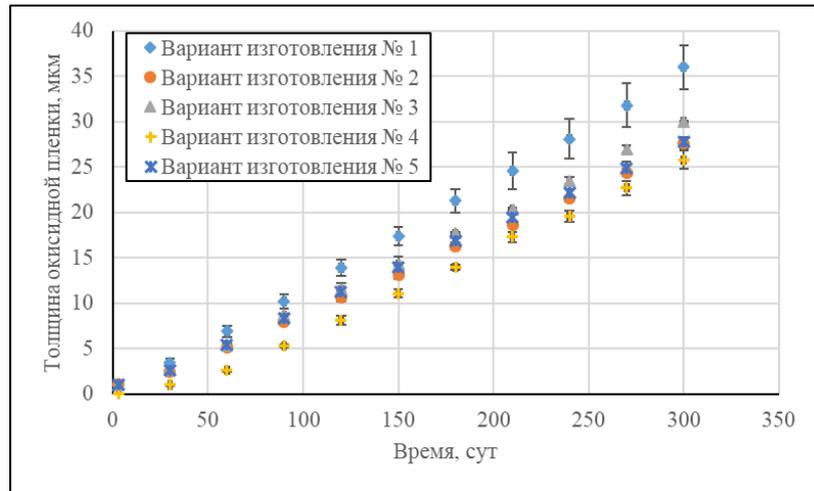


Рисунок 56 – Коррозия модельных образцов из сплава Э635 в паре ($T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=10,3\text{ МПа}$)

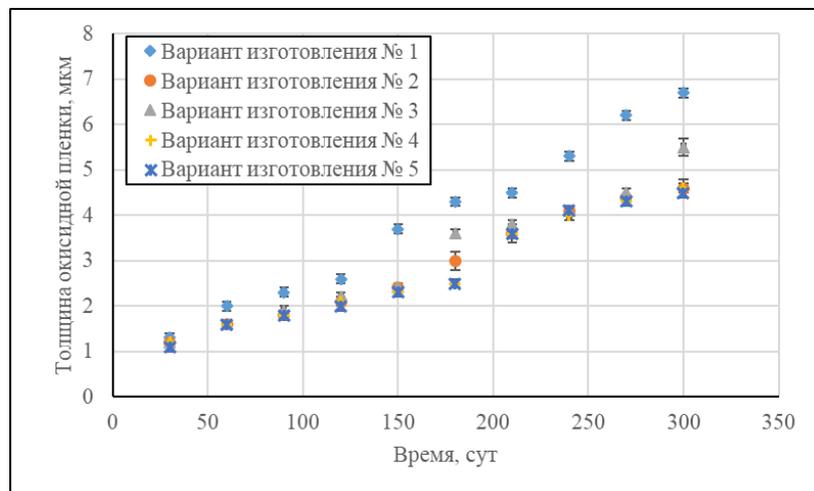


Рисунок 57 – Коррозия модельных образцов из сплава Э635 в воде ($T=360\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=18,6\text{ МПа}$)

Толщина оксидной пленки на образцах варианта изготовления №1 составила 36 и 6,7 мкм при испытаниях в паре и воде, соответственно (таблицы 10-11, рисунок 56-57).

Снижение температуры промежуточного отжига до $580\text{ }^{\circ}\text{C}$ (вариант изготовления №2), приведшее к снижению размера частиц интерметаллидов и исключению образования частиц Т-фазы, привело к улучшению коррозионной стойкости образцов. Толщина оксидной пленки на образцах этого варианта изготовления составила 27,6 и 4,6 мкм при испытаниях в паре и воде, соответственно (таблицы 10-11, рисунки 56-57).

Повышение температуры отпуска образцов после закалки с 580 до $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ (вариант изготовления №3), оказало отрицательное действие на их коррозию. Толщина оксидной пленки, образовавшаяся на этих образцах, увеличилась в сравнении с вариантом изготовления №2 до 30 и 5,5 мкм при испытаниях в воде и паре, соответственно (таблицы 10-11, рисунки 56-57). Возможной причиной такого

эффекта может быть неравномерное распределение частиц интерметаллидов, выявленное в данных образцах при ПЭМ-исследованиях.

Повышение степени деформации при изготовлении модельных образцов с 40 до 60 % (варианты изготовления № 4 и № 5) не привело к усилению коррозии образцов (толщина оксида – 27,8 и 29,0 мкм и 4,6 и 4,5 мкм при испытаниях в паре и воде, соответственно) (таблицы 10-11, рисунки 56-57).

На рисунках 58-59 представлены обобщенные зависимости по влиянию состава, распределения и размера частиц интерметаллидов на коррозию сплава Э635.

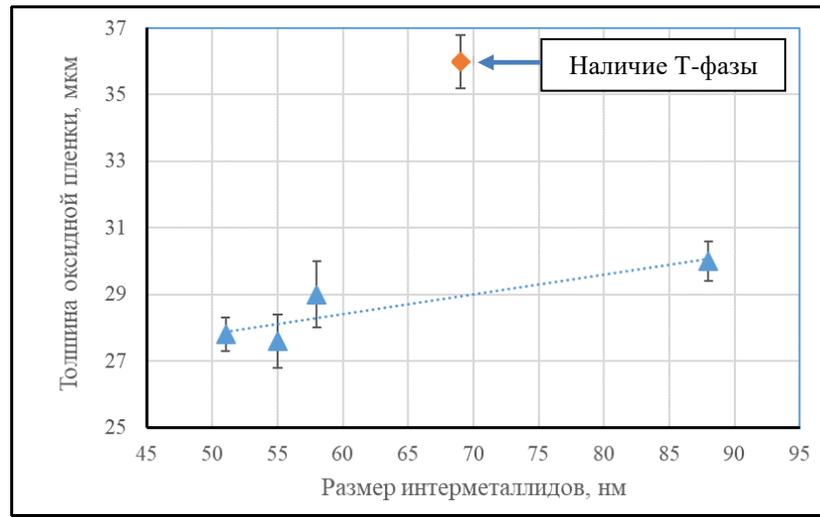


Рисунок 58 – Зависимость толщины оксидной пленки модельных образцов из сплава Э635 от размера частиц интерметаллидов в паре ($T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=10,3\text{ МПа}$, пар)

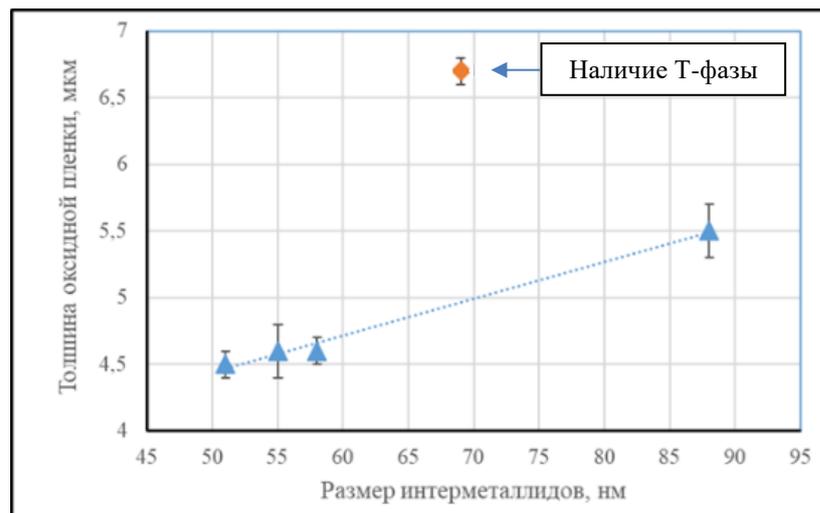


Рисунок 59 – Зависимость толщины оксидной пленки модельных образцов из сплава Э635 от размера частиц интерметаллидов в воде ($T=360\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P=18,6\text{ МПа}$, вода)

Присутствие в структуре изделий из сплава Э635 частиц Т-фазы, ухудшает его коррозионную стойкость, а уменьшение размера фазы Лавеса при условии ее однородного распределения повышает коррозионную стойкость сплава. Неравномерное распределение частиц интерметаллидов фазы Лавеса ухудшает коррозионную стойкость сплава (рисунки 58-59).

Таким образом, коррозионная стойкость сплава Э635 может быть улучшена за счет уменьшения среднего размера, обеспечения равномерности распределения частиц интерметаллидов и исключения образования Т-фазы в структуре изделий из этого сплава [110].

3.2 Уточнение условий образования частиц Т-фазы в структуре изделий из сплава Э635

Для уточнения условий образования частиц Т-фазы при изготовлении изделий из сплава Э635 были проведены ПЭМ-исследования плоских образцов после закалки (при $T=1070$ °С), закалки и отпуска ($T=620$ °С) с последующей холодной деформацией (44,9 %) и отжигом при температуре 620 °С (3 часа) [110].

После закалки с нагревом до температуры 1070 °С (выдержка 1 час) в структуре сплава наблюдается формирование мартенситной структуры корзинчатого типа (рисунок 60). Выделений частиц интерметаллидов на этой стадии обработки не выявлено [110].

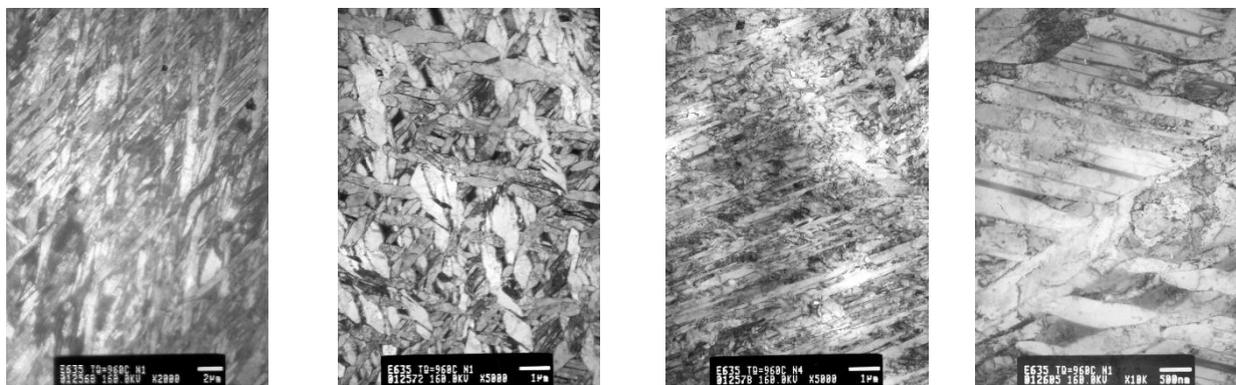


Рисунок 60 – Микроструктура плоских образцов из сплава Э635 после закалки при $T=1070$ °С (выдержка 1 час)

Отпуск закаленных образцов при температуре 620 °С (3 часа) не привел к значительным изменениям в структуре сплава. Структура сплава закаленная. По границам зерен наблюдается выделение частиц интерметаллидов типа фазы Лавеса (рисунок 61). Выделений частиц интерметаллидов Т-фазы после такой термической обработки сплава не выявлено.

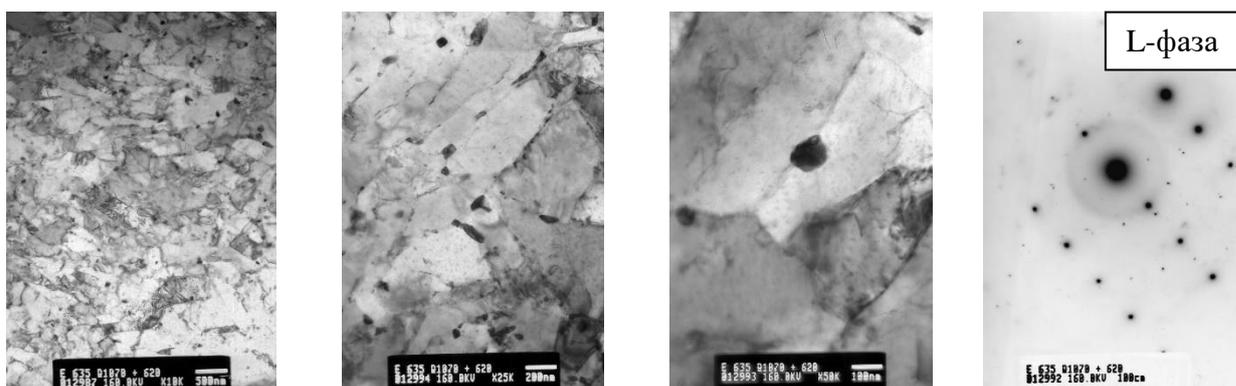


Рисунок 61 – Микроструктура плоских образцов из сплава Э635 после закалки при $T=1070\text{ }^{\circ}\text{C}$ (выдержка 1 час) и отпуска ($T=620\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 часа)

Холодная деформация (степень деформации 44,9 %) закаленно-отпущенных образцов с последующим отжигом при температуре $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ привела к формированию неоднородной зеренной структуры сплава и выделению частиц интерметаллидов типа фазы Лавеса и Т-фазы (рисунок 62).

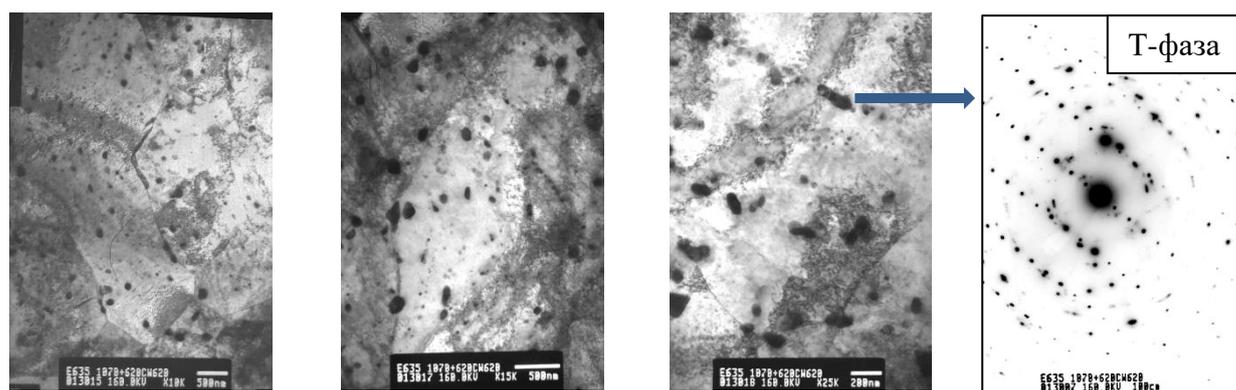


Рисунок 62 – Микроструктура закаленно-отпущенных плоских образцов из сплава Э635 после холодной деформации (44,9 %) и отжига ($T=620\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 часа)

Таким образом, выполненные исследования показали, что выделение частиц Т-фазы в сплаве Э635 возможно на стадии холоднопрокатного передела при условии применения отжига при температуре $620\text{ }^{\circ}\text{C}$. Отжиг при температуре $580\text{ }^{\circ}\text{C}$ не приводит к образованию этой фазы.

3.3 Разработка рекомендаций по режимам термической обработки, обеспечивающих образование оптимальной структуры труб из сплава Э635

Выполненные исследования по влиянию структуры сплава и режимов термомеханической обработки на коррозионную стойкость труб показали, что для улучшения их коррозионной стойкости

необходимо снижение температуры промежуточного отжига на стадии холоднопрокатного передела до 580 °С.

В соответствии с данной рекомендацией в промышленных условиях АО ЧМЗ были изготовлены трубы $\text{Ø}12,6 \times 10,9$ мм из сплава Э635. Принципиальная схема изготовления усовершенствованных труб, в сравнении со штатной схемой изготовления показана на рисунке 63 [110].

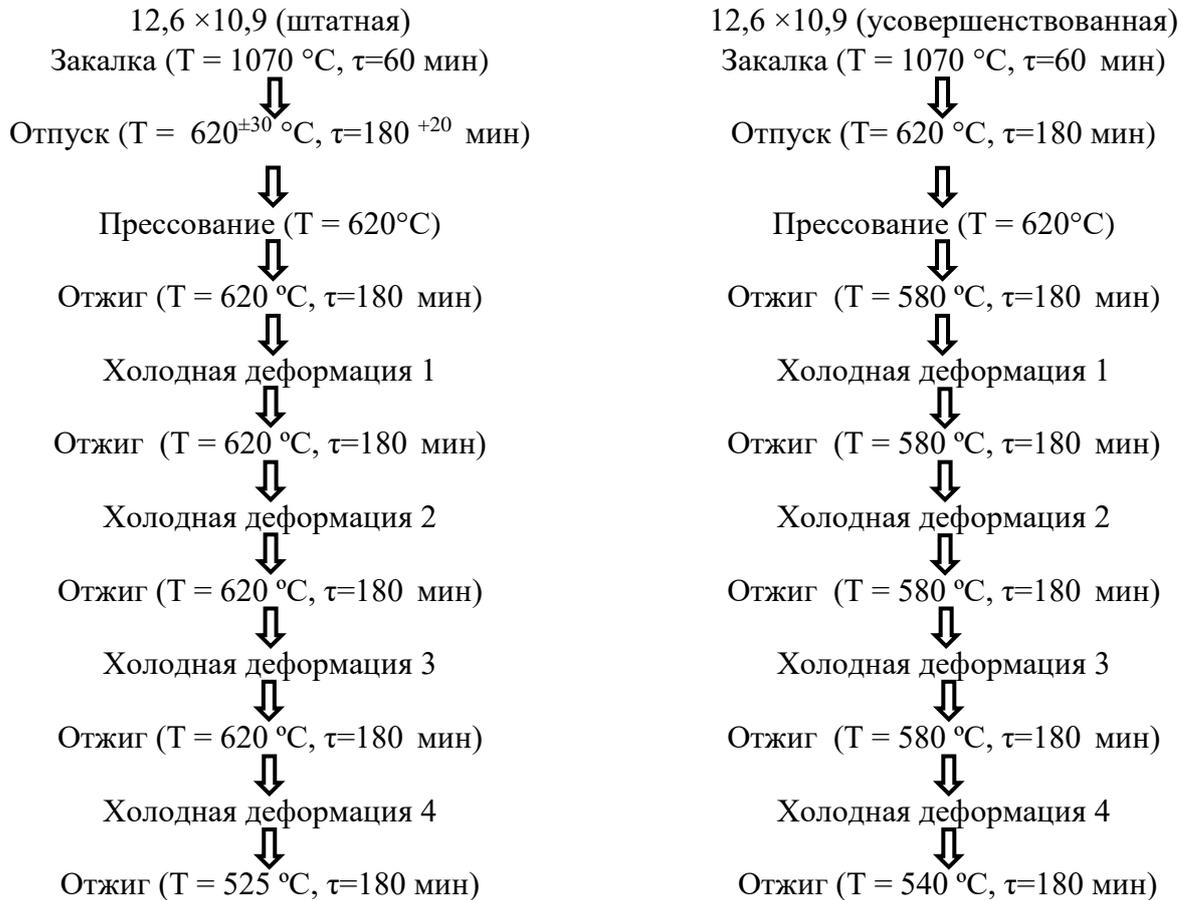


Рисунок 63 – Штатная и усовершенствованная схемы изготовления труб НК ($\text{Ø}12,6 \times 10,9$ мм) из сплава Э635

Как видно из рисунка 63, в усовершенствованном варианте изготовления отпуск заготовок после закалки и отжиг труб после горячего прессования был проведен при температуре 620 °С. Температура промежуточного отжига после первой, второй и третьей холодной деформации труб составила 580 °С. Температура финишного отжига усовершенствованных труб была повышена до 540 °С (рисунок 60).

Изготовленные трубы были подвергнуты структурным исследованиям, определению кратковременных и длительных механических свойств, а также длительным автоклавным коррозионным испытаниям.

В состоянии поставки трубы характеризуются частично-рекристаллизованной структурой. Степень рекристаллизации труб, изготовленных по усовершенствованному варианту составила 60 %, для труб, изготовленных по штатному варианту - 40 % (рисунок 64, таблица 12) [110].

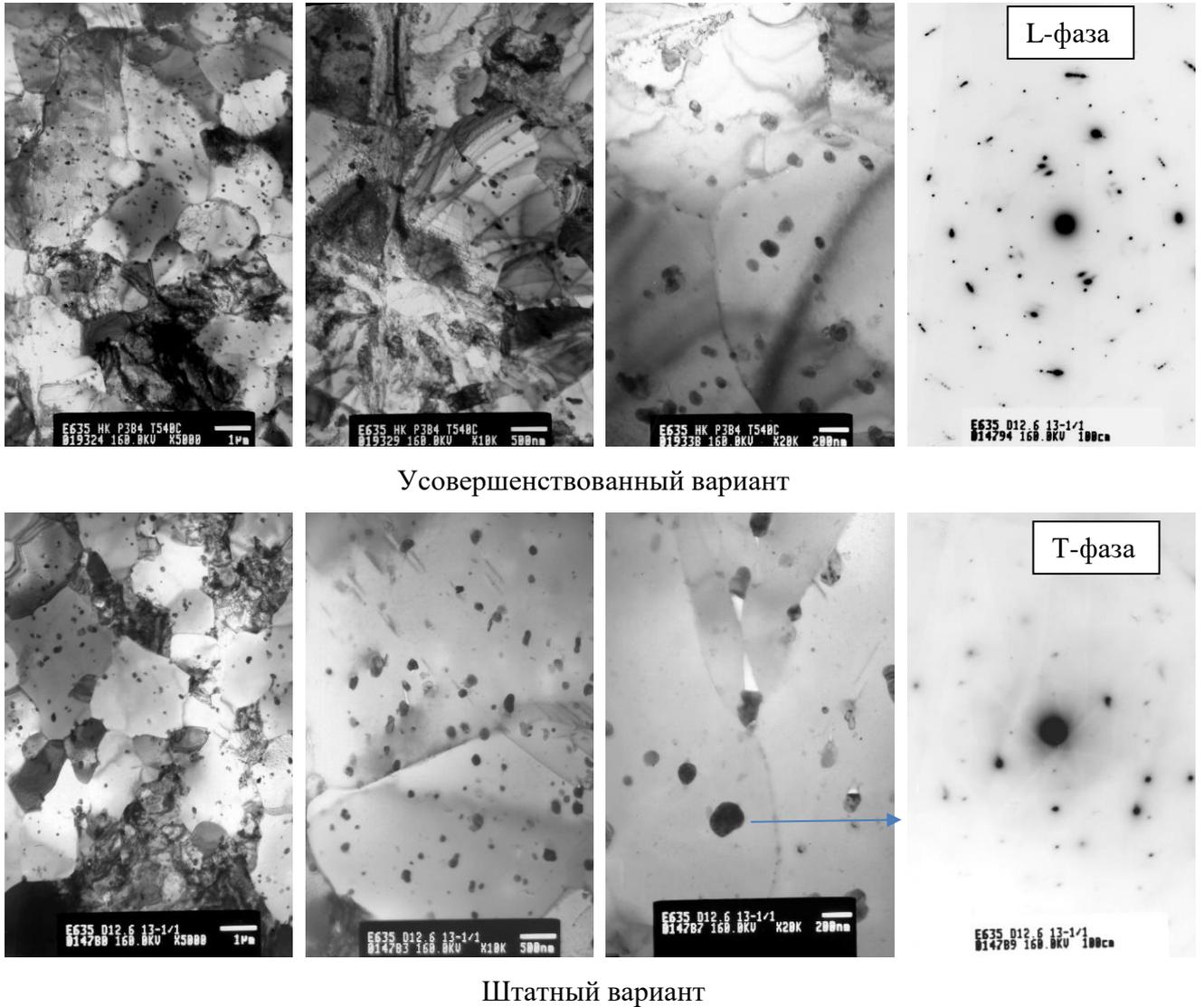


Рисунок 64 – Микроструктура труб $\varnothing 12,6 \times 10,9$ мм из сплава Э635, изготовленных по различным технологическим вариантам

Таблица 12 – Структурные характеристики труб $\varnothing 12,6 \times 10,9$ мм из сплава Э635

Вариант изготовления	Степень рекристаллизации, %	Фазовый состав	Размер частиц, нм	Концентрация частиц, $\times 10^{19}, \text{м}^{-3}$
Штатный (партия 370-13-1-1)	40	$\alpha + L + T$	$\frac{15-297}{100}$ (Т-фазы до 369 нм)	4,5
Усоверш. (партия 390-16-1/1)	60	$\alpha + L$	$\frac{14-246}{80}$	4,7

Снижение температуры промежуточного отжига при изготовлении труб привело к диспергированию их структуры. Средний размер частиц интерметаллидов в структуре труб, изготовленных по усовершенствованному варианту, составил 80 нм, что на 20 % меньше, чем средний размер частиц интерметаллидов в структуре труб, изготовленных по штатному варианту (таблица 12). Кроме того, в структуре труб, изготовленных по штатному варианту, выявлено наличие частиц Т-фазы (рисунок 64, таблица 12).

По кратковременным механическим свойствам при комнатной и повышенной (350 °С) температуре трубы из сплава Э635, вне зависимости от варианта изготовления, полностью соответствуют выставленным требованиям (таблицы 13-14). Значительных различий в механических свойствах труб в зависимости от режима изготовления не выявлено.

Таблица 13 – Механические свойства труб НК, изготовленных по различным технологическим вариантам (продольное направление)

Вариант изготовления	Т _{исп} =20 ⁺¹⁵ ₋₁₀ °С			Т _{исп} =(350±5) °С		
	σ _в , кгс/мм ²	σ _{0,2} , кгс/мм ²	δ, %	σ _в , кгс/мм ²	σ _{0,2} , кгс/мм ²	δ, %
Штатный	560±3	409±3	33,5±0,5	529±3	465±7	24,7±1,2
Усоверш.	539±3	403±6	35,5±0,5	517±6	458±8	24,5±0,8
Требования, не менее	450	323	24	420	360	15

Таблица 14 – Механические свойства труб НК, изготовленных по различным технологическим вариантам (поперечное направление)

Вариант изготовления	Т _{исп} =20 ⁺¹⁵ ₋₁₀ °С			Т _{исп} =(350±5) °С		
	σ _в , кгс/мм ²	σ _{0,2} , кгс/мм ²	δ, %	σ _в , кгс/мм ²	σ _{0,2} , кгс/мм ²	δ, %
Штатный	313±3	223±3	40,3±0,5	287±4	256±3	27,3±1,1
Усоверш.	307±4	204±3	39,3±0,5	285±3	256±3	29,7±0,9
Требования, не менее	270	150	21	250	220	12

Снижение среднего размера частиц интерметаллидов в структуре труб повысило их сопротивление термической ползучести при сжатии примерно на 30 % (таблица 15, рисунок 65).

Деформация осевой термической ползучести (за 2000 часов испытаний) для труб, изготовленных по усовершенствованному и штатному вариантам, составила 0,21 и 0,29 % соответственно (таблица 15).

Таблица 15-Термическая ползучесть при сжатии труб НК из сплава Э635 ($T=330\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\sigma=130\text{ МПа}$)

Вариант изготовления	Деформация осевой ползучести при сжатии, %							
	250 ч	500 ч	750 ч	1000 ч	1250 ч	1500 ч	1750 ч	2000 ч
Штатный	0,12±0,03	0,17±0,02	0,19±0,02	0,22±0,01	0,24±0,02	0,26±0,02	0,28±0,01	0,29±0,02
Усовершенствованный	0,10±0,01	0,12±0,01	0,13±0,01	0,14±0,01	0,16±0,02	0,18±0,02	0,19±0,02	0,21±0,02

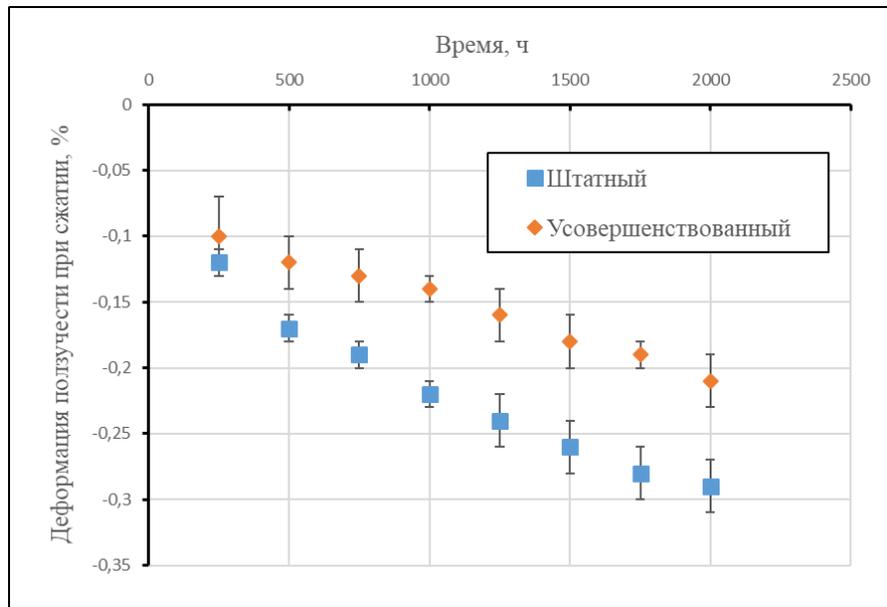


Рисунок 65 – Деформация диаметральной ползучести при сжатии труб НК из сплава Э635, изготовленных по различным технологическим вариантам ($T=330\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\sigma=130\text{ МПа}$)

Коррозия труб, изготовленных по усовершенствованному варианту, ниже коррозии труб, изготовленных по штатному варианту на примерно 26 % (таблица 16, рисунок 66). После испытаний в паре при температуре $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ толщина оксидной пленки, образовавшейся на поверхности образцов труб штатного и усовершенствованного варианта изготовления, составила 30,8 и 22 мкм, соответственно (таблица 16, рисунок 66).

Таблица 16 - Коррозия труб НК из сплава Э635, изготовленных по различным технологическим вариантам (Т = 400 °С, Р=10,3 МПа, пар)

Вариант изготовления	Толщина оксидной пленки, мкм									
	30 сут	60 сут	90 сут	120 сут	150 сут	180 сут	210 сут	240 сут	270 сут	300 сут
Штатный	3,9±0,1	5,9±0,1	8,6±0,1	11,6±0,3	15,0±0,2	17,9±0,2	21,2±0,1	24,1±0,7	27,6±0,5	30,8±0,7
Усовершенствованный	2,6±0,2	4,9±0,5	7,0±0,7	8,8±0,7	10,7±0,6	13,0±0,7	15,4±0,5	17,2±0,4	19,1±0,6	22,0±0,6

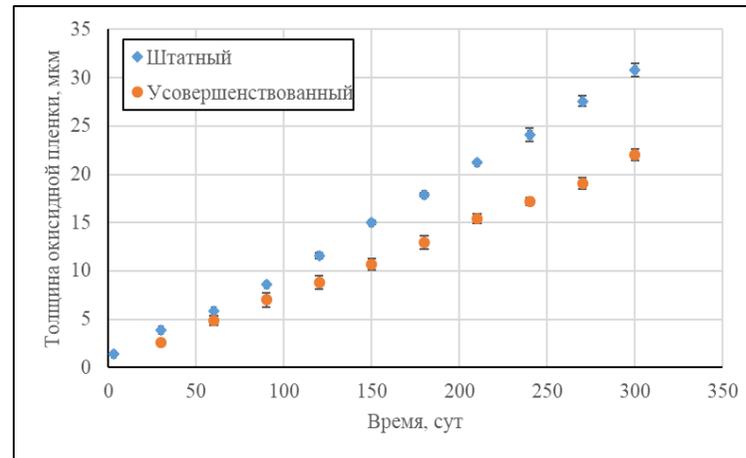


Рисунок 66 - Коррозия труб НК из сплава Э635, изготовленных по различным технологическим вариантам (Т = 400 °С, Р=10,3 МПа, пар)

Результаты выполненных исследований показали, что снижение размера частиц интерметаллидов в структуре труб за счет снижения температуры промежуточного отжига при их изготовлении позволило повысить коррозионную стойкость и стойкость к термической ползучести труб НК. Усовершенствованный вариант изготовления труб НК внедрен в серийное производство.

Выводы по главе 3

1. Показано, что повышение коррозионной стойкости сплава Э635 может быть достигнуто не только за счет уменьшения среднего размера и обеспечения равномерности распределения частиц фазы Лавеса, но и за счет исключения образования частиц Т-фазы в структуре изделий из этого сплава.
2. Показано, что состав, размер и распределение частиц интерметаллидов в структуре изделий из сплава Э635 определяется температурой отжигов и деформационной схемой изготовления изделий. Снижение температуры промежуточных отжигов и повышение степени деформации на стадиях холоднопрокатного передела приводит к образованию более мелкодисперсных и равномерно распределенных частиц интерметаллидов фазы Лавеса в структуре изделий из сплава Э635. Исключение образования частиц Т-фазы может быть достигнуто путем снижения температуры промежуточного отжига после холодной деформации при изготовлении изделий до 580 °С.
3. На основании выполненных исследований разработан и внедрен в серийное производство усовершенствованный вариант изготовления труб НК из сплава Э635, обеспечивающий повышение стойкости труб к коррозии и ползучести.

Глава 4 Влияние степени рекристаллизации материала на механические свойства, микроструктуру и характеристики стойкости к радиационному формоизменению труб НК из сплава Э635

4.1 Выбор режима финишного отжига, обеспечивающего формирование полностью рекристаллизованного состояния труб НК из сплава Э635

Для выбора режима финишного отжига, обеспечивающего полностью рекристаллизованное состояние материала труб, были выполнены металлографические исследования, а также определены микротвердость и кратковременные механические свойства после различных режимов финишного отжига в интервале температур (400-620) °С в лабораторных условиях [3,117].

Фотографии зеренной структуры труб после отжигов в интервале температур (400-620) °С (с выдержкой 3 часа), полученные с помощью оптического микроскопа, приведены на рисунке 67. Результаты определения микротвердости представлены в таблице 17 и на рисунке 68.

Отжиг холоднодеформированных труб вплоть до температуры 450 °С включительно не приводит к значительному изменению структуры и значений микротвердости (таблица 17, рисунок 67). Микротвердость труб после отжига при температуре 400 и 450 °С составила (218±5,59) HV и (219±4,59) HV, соответственно (таблица 17, рисунок 67). Отжиг при температуре до 450 °С не приводит к появлению рекристаллизованных зерен, то есть на данной стадии обеспечено только протекание процессов возврата и полигонизации. После отжига при температуре 500 °С наблюдается образование рекристаллизованных зерен. После этого отжига микротвердость материала труб уменьшается до (210,2±4,07) HV (таблица 17, рисунок 67). На этой стадии структурное состояние материала можно оценить как частично-рекристаллизованное. Дальнейшее повышение температуры отжига до (520-560) °С приводит к увеличению количества рекристаллизованных зерен (рисунок 67). В данном интервале температур также продолжается падение микротвердости, которая после отжига при 560 °С составляет (178,6±5,68) HV (таблица 17, рисунок 67). Структурное состояние труб – частично-рекристаллизованное. Стабилизация значений микротвердости наблюдается при температурах отжига выше 580 °С (таблица 17, рисунок 67). Необходимо отметить, что, визуально, после отжига при 580 °С зеренная структура менее равномерна, в сравнении со структурой, полученной после отжига при температурах (600-620) °С (рисунок 67). После отжига в интервале температур (600-620) °С материал полностью рекристаллизован, падение значений микротвердости не наблюдается (рисунок 67, таблица 17). Значения микротвердости находятся в пределах (168-170) HV (таблица 17).

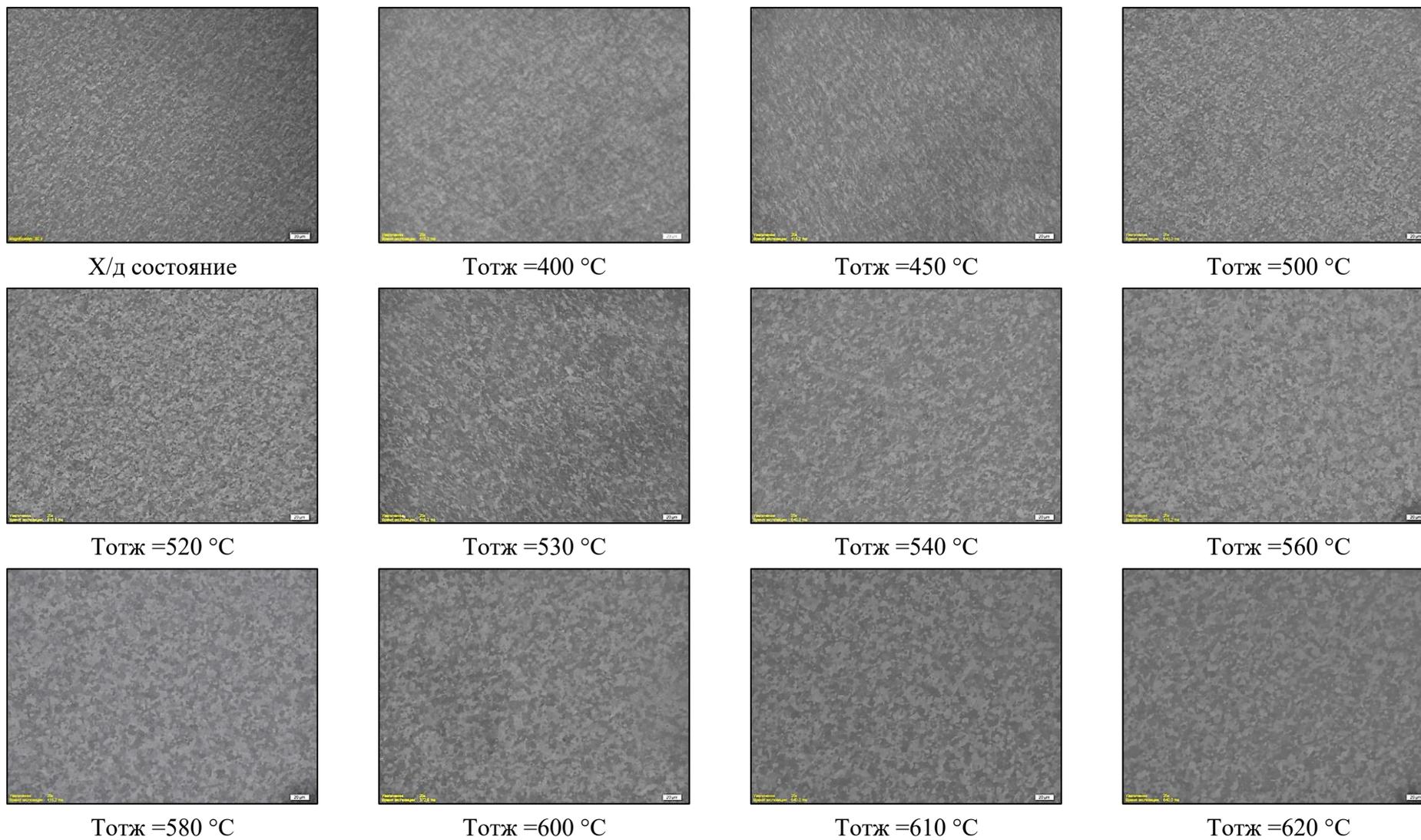


Рисунок 67 - Зеренная структура труб из сплава Э635 после отжигов в интервале температур (400-620) °C (поперечное направление)

Таблица 17 – Результаты определения микротвердости материала труб из сплава Э635 после различных режимов лабораторного отжига (длительность 3 часа)

Температура отжига, °С	Микротвердость, НВ
Без отжига	219±4
400	218±5
450	218±4
500	210±4
520	201±6
540	192±4
560	178±5
580	169±6
600	170±3
610	170±4
620	170±5

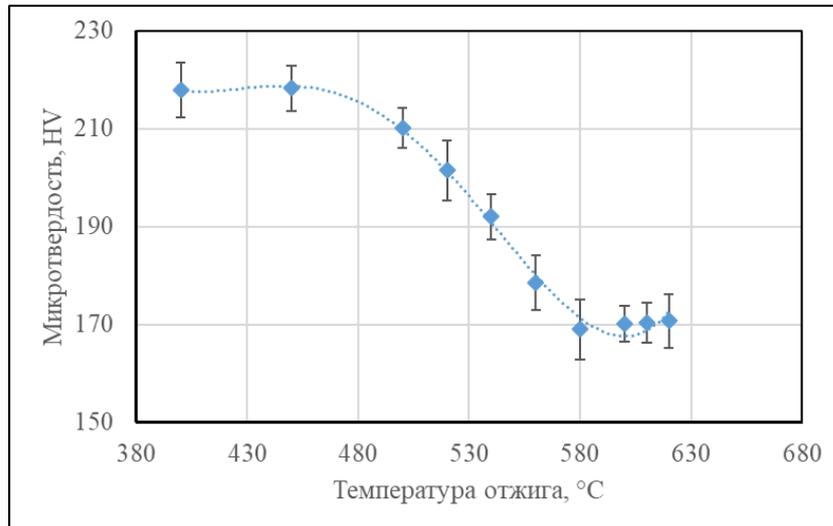
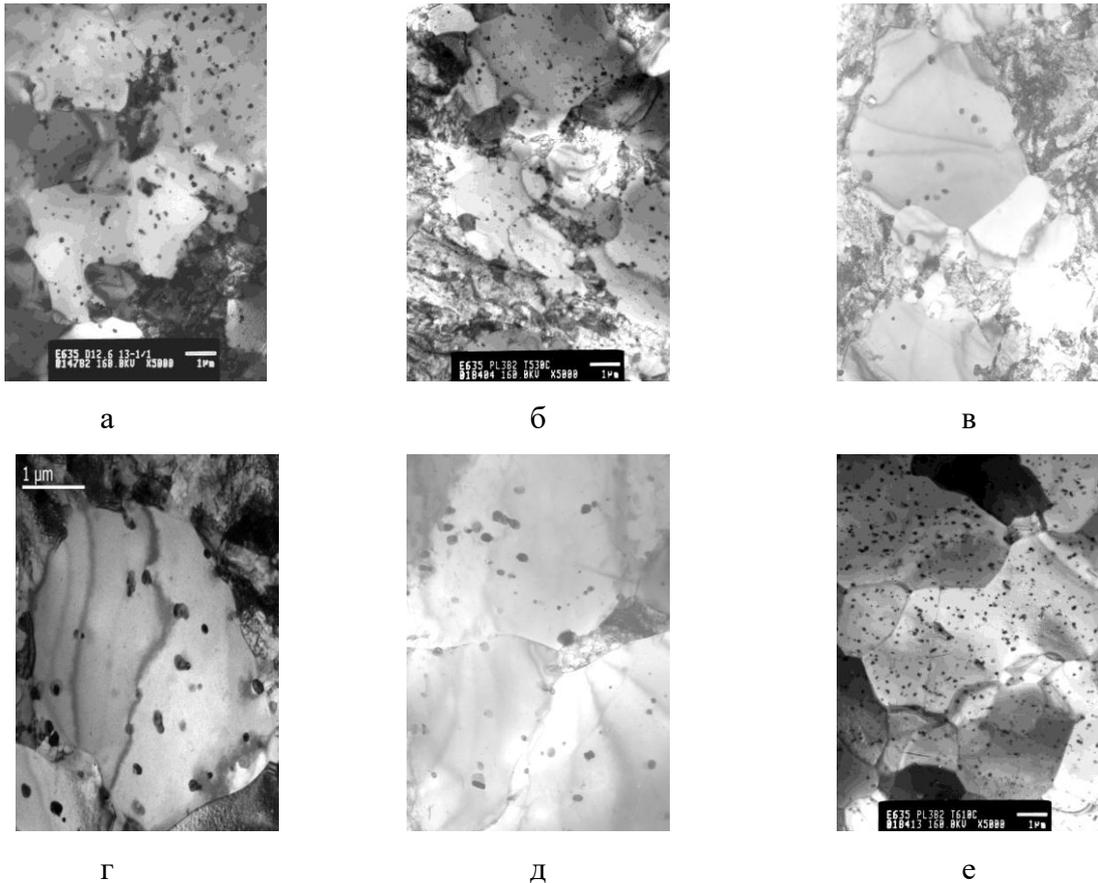


Рисунок 68 - Зависимость микротвердости материала труб из сплава Э635 от температуры финишного отжига

Для оценки влияния температуры отжига на степень рекристаллизации материала труб дополнительно были выполнены ПЭМ - исследования труб НК из сплава Э635 после различных режимов отжига. Результаты ПЭМ-исследований представлены на рисунке 69.

ПЭМ-исследования показали, что структурное состояние труб после отжига при $T=525$ °С (3 часа) является частично-рекристаллизованным со степенью рекристаллизации не более 40 % (рисунок 69, а). Повышение температуры финишного отжига труб до 530 °С (3 часа) незначительно повышает степень рекристаллизации материала, которая составляет примерно 45 % (рисунок 69, б). Применение отжига при $T=540$ °С приводит к увеличению степени рекристаллизации труб до 60 % (рисунок 69, в).



а - отжиг при $T=525\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа); б - отжиг при $T=530\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа); в - отжиг при $T=540\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа); г - отжиг при $T=560\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа); д - отжиг при $T=580\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа); е - отжиг при $T=610\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа).

Рисунок 69 – Микроструктура труб из сплава Э635 после различных режимов отжига

После отжига при температуре $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3 часа) степень рекристаллизации составляет 75 % (рисунок 69,г). Отжиг при $T=580\text{ }^{\circ}\text{C}$ обеспечивает получение степени рекристаллизации на уровне 90 % (рисунок 69,д). Отжиг при $T=610\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры со степенью рекристаллизации 100 % (рисунок 69,е).

Полученные результаты полностью сочетаются с результатами металлографических исследований зеренной структуры и определения микротвердости, которые показали, что при температуре отжига выше $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ материал полностью рекристаллизован.

Механические свойства труб из сплава Э635 после различных режимов лабораторного отжига представлены в таблицах 18 и 19 и на рисунках 70-73.

С увеличением температуры финишного отжига (с увеличением степени рекристаллизации) наблюдается повышение пластических и падение прочностных свойств труб (таблицы 18-19 и рисунки 70-73).

Таблица 18 – Механические свойства труб из сплава Э635 после различных режимов лабораторного отжига (продольное направление)

Режим отжига	Т _{исп} =20 ⁺¹⁵ ₋₁₀ °С			Т _{исп} =(350±5) °С		
	σ _в , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %	σ _в , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
Без отжига	770±8	732±8	15,4±0,3	485±6	634±6	22,1±0,4
T=530 °С, 3 часа	603±6	442±5	28,1±0,6	362±6	263±4	28,2±0,5
T=540 °С, 3 часа	557±4	398±5	32,1±0,5	325±4	217±2	38,5±0,4
T=580 °С, 3 часа	503±5	342±5	38,4±0,6	272±3	160±2	48,3±0,6
T=600 °С, 3 часа	496±5	331±5	38,4±0,5	272±4	152±3	47,3±0,7
T= 610 °С, 3 часа	494±5	338±6	39,2±0,7	264±4	149±2	47,7±0,6
T=620 °С, 3 часа	491±6	339±6	39,1±0,7	266±3	153±3	46,8±0,7

Таблица 19 – Механические свойства труб из сплава Э635 после различных режимов лабораторного отжига (поперечное направление)

Режим отжига	Т _{исп} =20 ⁺¹⁵ ₋₁₀ °С			Т _{исп} =(350±5) °С		
	σ _в , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %	σ _в , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
Без отжига	781±6	758±7	19,8±0,4	491±4	433±4	19,8±0,4
T=530 °С, 3 часа	581±5	500±6	21,5±0,5	335±4	310±3	22,8±0,4
T=540 °С, 3 часа	496±4	415±4	28,7±0,5	299±3	246±3	27,9±0,5
T=580 °С, 3 часа	481±4	430±4	31,0±0,4	2499±2	219±3	31,5±0,4
T=600 °С, 3 часа	474±7	411±5	29,3±0,4	244±2	216±2	31,2±0,3
T= 610 °С, 3 часа	473±5	423±4	27,9±0,4	241±3	219±2	33,7±0,4
T=620 °С, 3 часа	471±6	418±6	29,0±0,5	239±2	217±2	32,1±0,3

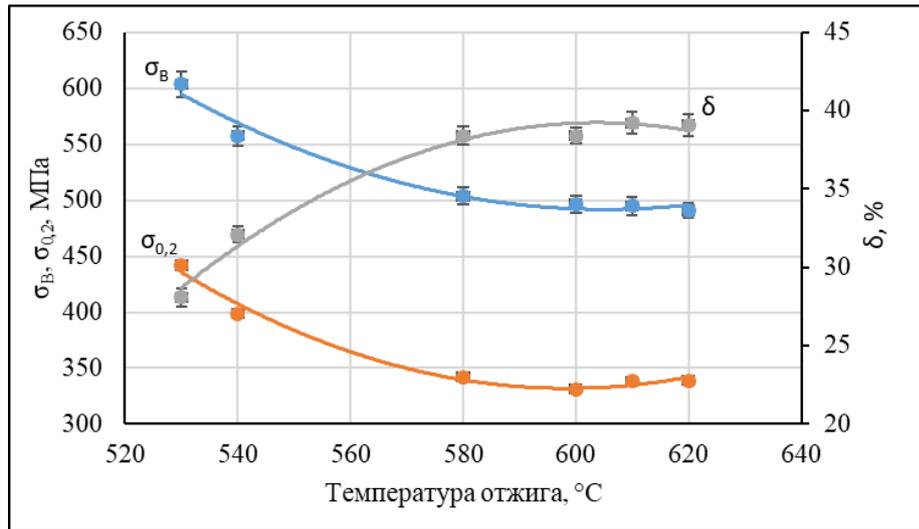


Рисунок 71 – Зависимость механических свойств труб (в продольном направлении) при температуре 20 °C от температуры отжига

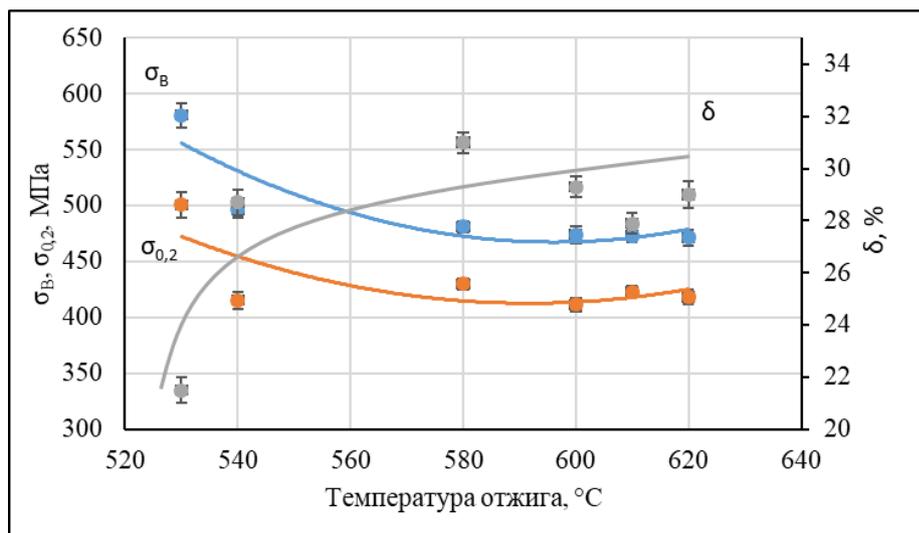


Рисунок 72- Зависимость механических свойств труб (в поперечном направлении) при температуре 20 °C от температуры отжига

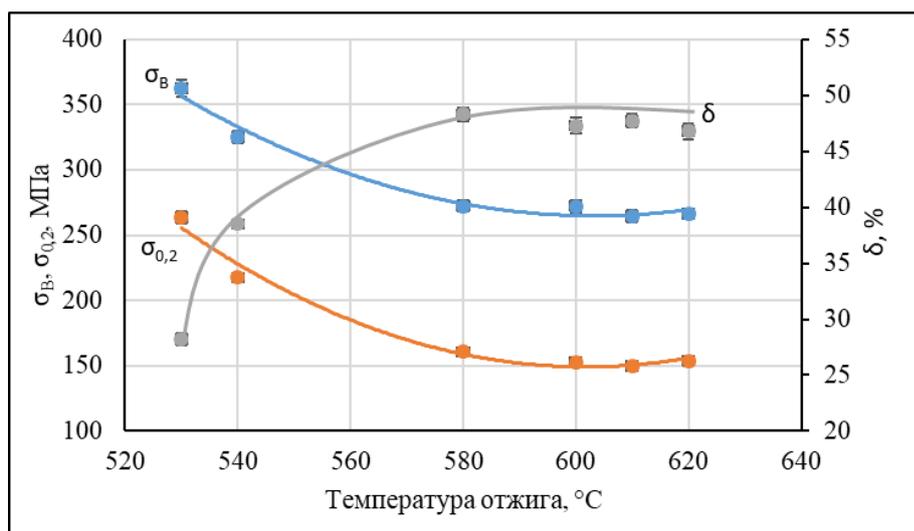


Рисунок 73 - Зависимость механических свойств труб (в продольном направлении) при температуре 350 °C труб от температуры отжига

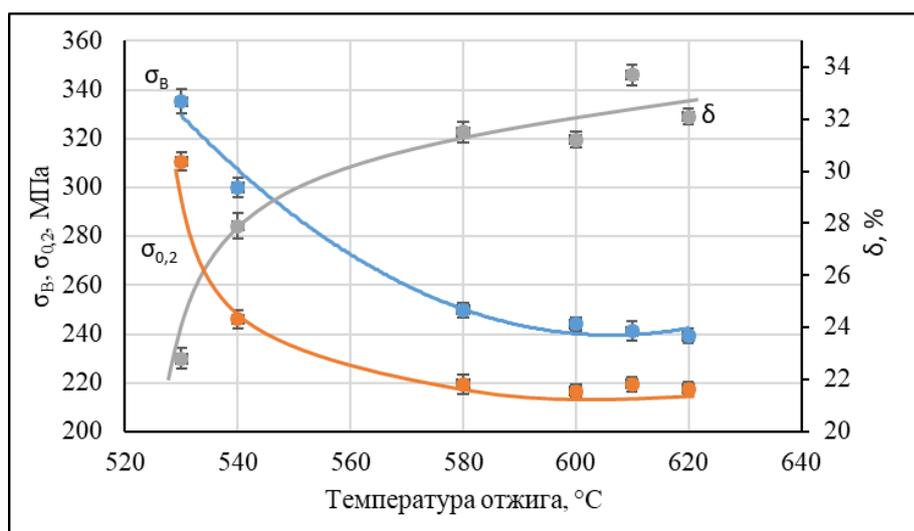


Рисунок 74 – Зависимость механических свойств труб (в поперечном направлении) при температуре 350 °C от температуры отжига

Наиболее высокими прочностными свойствами, как при комнатной, так и при повышенной температуре, характеризуются трубы в холоднодеформированном состоянии (таблицы 18-19).

Отжиг труб при температуре 530 °C приводит к резкому падению прочностных свойств материала труб, в сравнении с холоднодеформированным состоянием, примерно на 20 % (таблицы 18-19).

Дальнейшее повышение температуры финишного отжига до 540 °С также приводит к уменьшению прочностных свойств, но уже в меньшей степени (не более, чем на 7 %). Увеличение температуры финишного отжига с 540 до 580 °С приводит к снижению прочностных свойств, но темп снижения падает и составляет уже не более 5 % (таблицы 18-19, рисунки 70-73). В интервале температур отжига (580-620) °С прочностные и пластические свойства материала труб выходят на плато и находятся примерно на одинаковом уровне.

Выполненные исследования формирования структуры, микротвердости и механических свойств труб из сплава Э635 после различных режимов отжига показали, что в интервале температур финишного отжига (600-620) °С материал труб является полностью рекристаллизованным. Применение финишного отжига при температуре ниже, чем 600 °С, не обеспечивает формирование полностью равномерной зеренной структуры.

На основании представленных результатов металлографических и ПЭМ-исследований структуры, а также определения микротвердости и механических свойств материала труб после различных режимов финишного отжига для обеспечения получения рекристаллизованного структурного состояния рекомендован режим финишного отжига труб НК из сплава Э635 – (610±10) °С, 3 ч.

В соответствии с разработанными рекомендациями в промышленных условиях АО ЧМЗ были изготовлены трубы НК из сплава Э635 различных типоразмеров – Ø12,9×10,9 мм, Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм. Трубы были подвергнуты финишному отжигу по двум режимам - при температуре (540±5) °С (3 ч) и при температуре (610±10) °С (3 ч).

Результаты определения механических свойств труб НК из сплава Э635 в состоянии поставки после промышленного отжига при температуре (540±5) °С и при температуре (610±10) °С в течение 3 часов приведены в таблицах 20-21.

Таблица 20 - Механические свойства труб НК из сплава Э635 после различных режимов финишного отжига (до нейтронного облучения) (продольное направление)

Типоразмер трубы, мм	Режим отжига	Температура испытаний, °С					
		Тисп.=20 ⁺¹⁵ ₋₁₀ °С			Тисп.=350±5 °С		
		σ _В , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %	σ _В , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
Ø12,9×10,9	540 °С	543±4	395±4	34,8±0,4	305±3	200±4	38,2±0,7
	610 °С	491±3	339±12	39,7±0,5	266±3	138±3	46,7±0,5
Ø12,6×11,24	540 °С	519±0	396±4	42,5±0,5	294±0	205±0	47,5±0,5
	610 °С	490±9	357±4	44±0	254±0	137±0	52±0
Ø12,6×10,1	540 °С	539±0	401±0	32±0	313±0	215±0	36,5±0,5
	610 °С	499±0	362±0	34,5±0,5	269±4	156±0	42±0

Таблица 21 - Механические свойства труб НК из сплава Э635 после различных режимов финишного отжига (до нейтронного облучения) (поперечное направление)

Типоразмер трубы, мм	Режим отжига	Температура испытаний, °С					
		Т _{исп.} =20 ⁺¹⁵ ₋₁₀ °С			Т _{исп.} =350±5 °С		
		σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Ø12,9×10,9	540 °С	519±8	462±11	24,2±2,2	290±4	259±4	27±1,9
	610 °С	475±7	408±9	27±2	245±0	207±8	33,2±1,9
Ø12,6×11,24	540 °С	494±4	426±4	28±0	264±0	235±0	30,5±0,5
	610 °С	465±4	387±4	30,5±0,5	230±4	200±4	33,5±0,5
Ø12,6×10,1	540 °С	519±0	445±4	27±1	294±0	264±0	34±0
	610 °С	490±0	407±4	30±0	254±0	225±0	36,5±0,5

Полученные данные показали, что после промышленного отжига, также как и после лабораторного отжига, повышение температуры финишного отжига с 540 до 610 °С (повышение степени рекристаллизации с 60 до 100 %) привело к падению прочностных и увеличению пластических свойств труб (таблицы 20-21). Наибольшее падение наблюдается для предела текучести в продольном направлении при повышенной температуре (350 °С). С повышением температуры отжига сплава его пластичность увеличивается на (6-8) абс. %.

4.2. Влияние степени рекристаллизации на радиационную ползучесть сплава Э635 при сжатии и растяжении

Измерение размеров образцов труб из сплава Э635 для испытаний на стойкость к радиационной ползучести при сжатии и растяжении проводилось вовремя ППР после каждой микрокампании в защитной камере РУ БОР-60 [117].

Результаты испытаний трубчатых образцов из сплава Э635 на стойкость к радиационной ползучести при сжатии (напряжение 119 МПа) и растяжении (напряжение 100 МПа) приведены в таблицах 22-23 и на рисунках 75-76. На стойкость к радиационной ползучести при сжатии были испытаны трубы Ø12,6×11,24 мм, на стойкость к радиационной ползучести при растяжении - Ø12,6×11,24 мм, Ø12,9×10,9 мм и Ø12,6×10,1 мм [117].

Как видно из данных таблицы 22 и рисунка 75 повышение температуры финишного отжига труб с 540 до 610 °С (повышение степени рекристаллизации материала труб с 60 до 100 %) привело к увеличению стойкости труб к радиационной ползучести при сжатии. После нейтронного

облучения в реакторе БОР-60 (флюенс (F) $\sim (2,9-3,1) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$) деформация радиационной ползучести труб при сжатии после отжига при $T=540 \text{ }^\circ\text{C}$ и при $T=610 \text{ }^\circ\text{C}$ составила $2,2 \pm 0,05$ и $1,58 \pm 0,05$ %, соответственно.

Испытания на стойкость труб к радиационной ползучести при растяжении также показали увеличение стойкости труб к радиационной ползучести при растяжении при повышении степени рекристаллизации материала. Повышение степени рекристаллизации материала труб с 60 до 100 % привело к снижению деформации радиационной ползучести для труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24 \text{ мм}$ с (1,84-1,98) % до (1,62-1,71) % при флюенсе (F) $\sim (2,9-3,2) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$, для труб $\text{Ø}12,9 \times 10,9 \text{ мм}$ – с (2,2-2,21) до (1,48-1,5) % при флюенсе (F) $\sim 3,2 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$, труб $\text{Ø}12,6 \times 10,1 \text{ мм}$ – с (1,15-1,18) % до (0,85-0,98) % при флюенсе (F) $\sim (2,4-3,2) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ (таблица 23, рисунок 76).

Таблица 22 – Результаты измерений длины образцов труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм после испытаний на стойкость к радиационной ползучести при сжатии после облучения в реакторе БОР-60 (напряжение 119 МПа)

Режим отжига	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %	F, $\times 10^{22}$ см $^{-2}$	ε , %
T=540 °C	0,3	0,35±0,04	1	0,65±0,04	1,3	1,1±0,04	1,7	1,32±0,04	2,2	1,70±0,04	2,50	1,92±0,04	2,9	2,20±0,04
T=610 °C	0,3	0,02±0,04	1	0,25±0,04	1,5	0,60±0,04	1,8	0,83±0,04	2,3	1,16±0,04	2,7	1,32±0,04	3,1	1,58±0,04

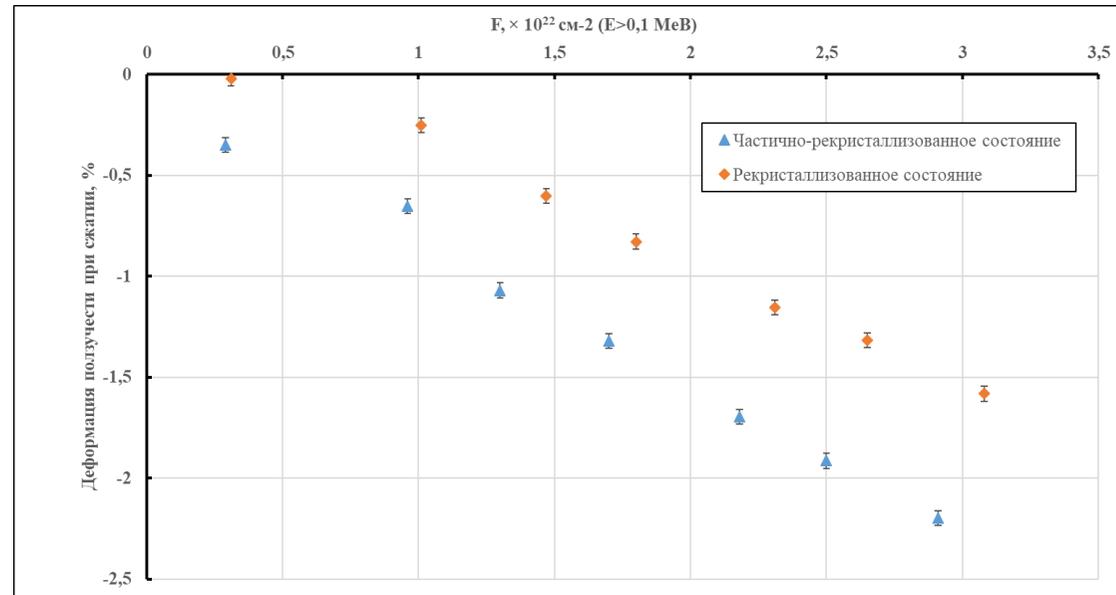
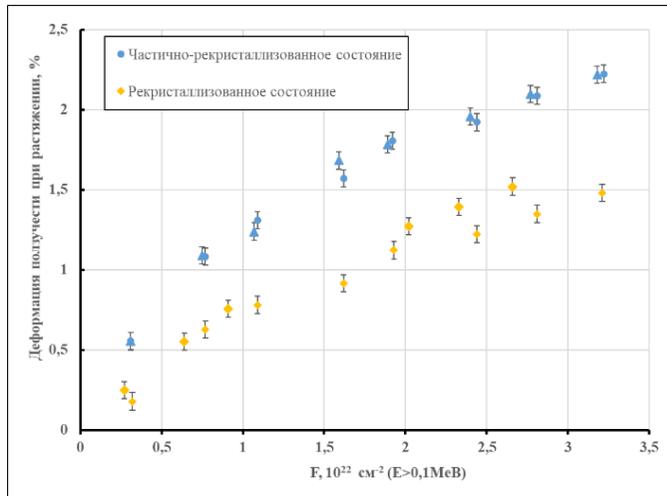


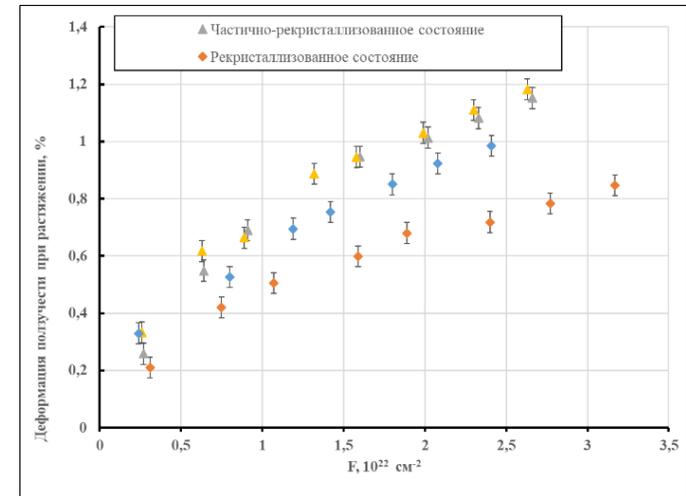
Рисунок 75 – Радиационная ползучесть при сжатии ($T=315-325$ °C, $\sigma = 119$ МПа) труб НК ($\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм) из сплава Э635 в различных структурных состояниях после нейтронного облучения в реакторе БОР-60

Таблица 23 - Стойкость к радиационной ползучести при растяжении труб из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (Тобл=315-325 °С, $\sigma=119$ МПа)

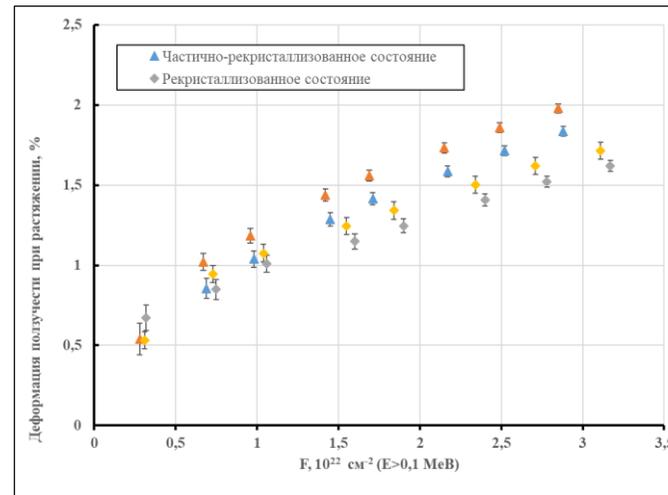
Материал, режим отжига	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %
Ø12,9×10,9 T=610 °С	0,3	0,18±0,05	0,8	0,63±0,05	1,1	0,78±0,05	1,6	0,91±0,05	1,9	1,12±0,05	2,4	1,22±0,05	2,8	1,34±0,05	3,2	1,48±0,05
	0,3	0,25±0,05	0,6	0,55±0,05	0,9	0,76±0,05	2,0	1,27±0,05	2,3	1,39±0,05	2,6	1,50±0,05	-	-	-	-
Ø12,9×10,9 T=540 °С	0,3	0,55±0,05	0,8	1,1±0,05	1,1	1,31±0,05	1,6	1,58±0,05	1,9	1,8±0,05	2,4	1,9±0,05	2,8	2,1±0,05	3,2	2,2±0,05
	0,3	0,55±0,05	0,8	1,1±0,05	1,1	1,23±0,05	1,6	1,68±0,05	1,9	1,78±0,05	2,4	1,95±0,05	2,8	2,1±0,05	3,2	2,21±0,05
Ø12,6×11,24 T=610 °С	0,3	0,67±0,05	0,8	0,85±0,05	1,1	1,0±0,05	1,6	1,15±0,05	1,9	1,25±0,05	2,4	1,40±0,05	2,8	1,52±0,05	3,2	1,62±0,05
	0,3	0,53±0,05	0,8	0,94±0,05	1,0	1,07±0,05	1,6	1,24±0,05	1,8	1,34±0,05	2,3	1,50±0,05	2,7	1,62±0,05	3,1	1,71±0,05
Ø12,6×11,24 T=540 °С	0,7	0,86±0,05	1,0	1,04±0,05	1,5	1,29±0,05	1,7	1,41±0,05	2,1	1,59±0,05	2,5	1,71±0,05	2,9	1,84±0,05	-	-
	0,3	0,54±0,05	0,7	1,02±0,05	1,0	1,19±0,05	1,4	1,44±0,05	1,7	1,56±0,05	2,2	1,73±0,05	2,5	1,86±0,05	2,9	1,98±0,05
Ø12,6×10,1 T=610 °С	0,2	0,33±0,05	0,8	0,53±0,05	1,2	0,69±0,05	1,4	0,75±0,05	1,8	0,85±0,05	2,1	0,92±0,05	2,4	0,98±0,05	-	-
	0,3	0,21±0,05	0,8	0,42±0,05	1,1	0,51±0,05	1,6	0,59±0,05	1,9	0,68±0,05	2,4	0,71±0,05	2,8	0,78±0,05	3,2	0,85±0,05
Ø12,6×10,1 T=540 °С	0,3	0,26±0,05	0,6	0,55±0,05	0,9	0,69±0,05	1,6	0,95±0,05	2,0	1,01±0,05	2,3	1,08±0,05	2,7	1,15±0,05	-	-
	0,3	0,33±0,05	0,6	0,62±0,05	0,9	0,66±0,05	1,3	0,89±0,05	1,6	0,95±0,05	2,0	1,03±0,05	2,3	1,11±0,05	2,6	1,18±0,05



Ø12,9×10,9 мм



Ø12,6×11,24 мм



Ø12,6×10,1 мм

Рисунок 76 – Радиационная ползучесть при растяжении ($T=315-325$ °С, $\sigma = 119$ МПа) труб НК (Ø12,9×10,9 мм, Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм) из сплава Э635 в различных структурных состояниях после нейтронного облучения в реакторе БОР-60

4.3 Влияние степени рекристаллизации на стойкость сплава Э635 к радиационному росту

Для оценки влияния степени рекристаллизации на стойкость сплава Э635 к радиационному росту было выполнено нейтронное облучение образцов труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм, $\text{Ø}12,9 \times 10,9$ мм и $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм в различных структурных состояниях в реакторе БОР-60 [117].

Результаты исследований по влиянию степени рекристаллизации на радиационный рост труб из сплава Э635 приведены в таблице 24 и на рисунке 77 [117].

Представленные результаты показывают, что деформация радиационного роста (ДРР), вне зависимости от типоразмера трубы и структурного состояния материала, практически линейно зависит от флюенса тепловых нейтронов. С повышением флюенса нейтронов, ДРР материала всех исследованных труб увеличивается. Стадии ускоренного роста, наблюдаемой на зависимости ДРР от флюенса нейтронов для сплавов Э110, Э125 и типа Zircaloy, для сплава Э635 не наблюдается вплоть до набранного флюенса нейтронов $\sim 3 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ (рисунок 77) [35,36].

Влияния повышения степени рекристаллизации материала труб на их ДРР с учетом погрешности выполненных измерений не выявлено.

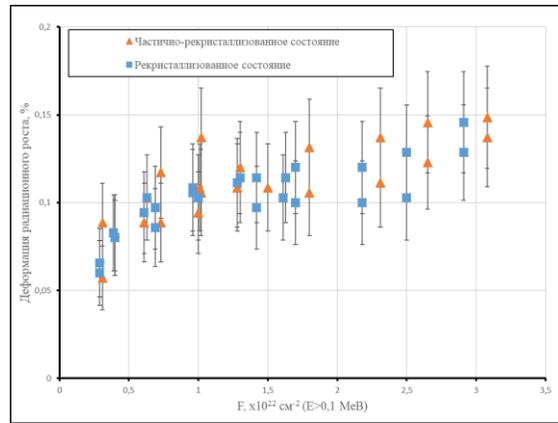
ДРР труб $\text{Ø}12,9 \times 10,9$ мм после отжига при температуре 540 °C при набранном флюенсе нейтронов $\sim 2,91 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ составила (0,13-0,15 %), а после отжига при температуре 610 °C и флюенсе $\sim 3,08 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ (0,14-0,15 %).

Для труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм ДРР труб после отжига при температуре 540 °C при флюенсе $\sim 2,68 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ – 0,11 %, а после отжига при температуре 610 °C при флюенсе $\sim 2,91 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ – 0,07-0,08 %.

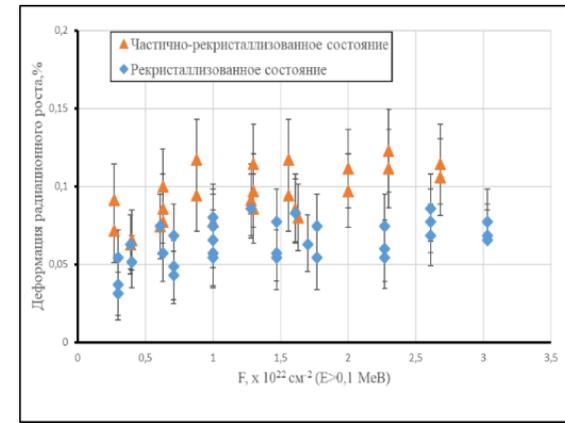
Аналогичная картина наблюдается и для труб $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм. После отжига при температуре 540 °C ДРР этих труб при флюенсе $\sim 2,85 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ составила (0,07-0,11 %), а после отжига при температуре 610 °C при флюенсе $\sim 2,5 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ – (0,05-0,09 %).

Таблица 24 - Стойкость к радиационному росту труб из сплава Э635 в различных структурных состояниях (реактор БОР-60, Тобл=315-325 °С)

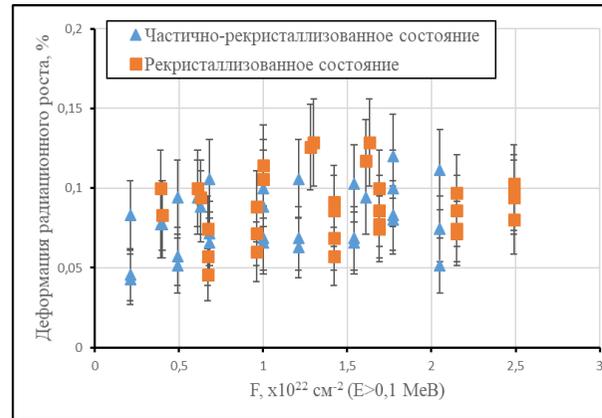
Материал	F, ×10 ²² см ⁻²	ε, %	F, ×10 ²² см ⁻²	ε, %	F, 10 ²² см ⁻²	ε, %	F, ×10 ²² см ⁻²	ε, %	F, ×10 ²² см ⁻²	ε, %	F, 10 ²² см ⁻²	ε, %	F, ×10 ²² см ⁻²	ε, %	F, ×10 ²² см ⁻²	ε, %
12,9x10,9 мм Тотж=610 °С	0,29	0,07±0,02	0,69	0,10±0,02	0,96	0,11±0,02	1,42	0,11±0,02	1,7	0,12±0,02	2,18	0,12±0,02	2,5	0,13±0,02	2,91	0,15±0,02
	0,29	0,06±0,02	0,69	0,09±0,02	0,96	0,11±0,02	1,42	0,10±0,02	1,7	0,10±0,02	2,18	0,10±0,02	2,5	0,10±0,02	2,91	0,13±0,02
	0,39	0,08±0,02	0,61	0,09±0,02	1	0,10±0,02	1,28	0,11±0,02	1,61	0,10±0,02	-	-	-	-	-	-
	0,4	0,08±0,02	0,63	0,10±0,02	1,01	0,10±0,02	1,3	0,11±0,02	1,63	0,11±0,02	-	-	-	-	-	-
12,9x10,9 Тотж=540 °С	0,31	0,09±0,02	0,73	0,12±0,02	1,02	0,14±0,02	1,5	0,14±0,02	1,8	0,13±0,02	2,31	0,14±0,02	2,65	0,15±0,02	3,08	0,15±0,02
	0,31	0,06±0,02	0,73	0,09±0,02	1,02	0,11±0,02	1,5	0,11±0,02	1,8	0,11±0,02	2,31	0,11±0,02	2,65	0,12±0,02	3,08	0,14±0,02
	0,39	0,08±0,02	0,61	0,09±0,02	1	0,09±0,02	1,28	0,11±0,02	1,61	0,11±0,02	-	-	-	-	-	-
	0,4	0,08±0,02	0,63	0,10±0,02	1,01	0,11±0,02	1,3	0,12±0,02	1,63	0,12±0,02	-	-	-	-	-	-
12,6x11,24 Тотж=610 °С	0,3	0,05±0,02	0,71	0,07±0,02	1	0,08±0,02	1,47	0,08±0,02	1,77	0,07±0,02	2,27	0,07±0,02	2,61	0,09±0,02	3,03	0,08±0,02
	0,3	0,03±0,02	0,71	0,04±0,02	1	0,05±0,02	1,47	0,05±0,02	1,77	0,05±0,02	2,27	0,05±0,02	2,61	0,07±0,02	3,03	0,07±0,02
	0,3	0,04±0,02	0,71	0,05±0,02	1	0,06±0,02	1,47	0,06±0,02	1,7	0,06±0,02	2,27	0,06±0,02	2,61	0,08±0,02	3,03	0,07±0,02
	0,39	0,06±0,02	0,61	0,07±0,02	1	0,07±0,02	1,28	0,09±0,02	1,61	0,08±0,02	-	-	-	-	-	-
	0,4	0,05±0,02	0,63	0,06±0,02	1,01	0,07±0,02	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
12,6x11,24 Тотж=540 °С	0,27	0,09±0,02	0,63	0,10±0,02	0,88	0,12±0,02	1,3	0,11±0,02	1,56	0,12±0,02	2	0,11±0,02	2,3	0,12±0,02	2,68	0,11±0,02
	0,27	0,07±0,02	0,63	0,09±0,02	0,88	0,09±0,02	1,3	0,10±0,02	1,56	0,09±0,02	2	0,10±0,02	2,3	0,11±0,02	2,68	0,11±0,02
	0,39	0,06±0,02	0,61	0,07±0,02	1	0,08±0,02	1,28	0,09±0,02	1,61	0,09±0,02	-	-	-	-	-	-
	0,4	0,07±0,02	0,63	0,08±0,02	1,01	0,08±0,02	1,3	0,09±0,02	1,63	0,08±0,02	-	-	-	-	-	-
12,6x10,1 Тотж=610 °С	0,28	-	0,67	0,07±0,02	0,96	0,09±0,02	1,42	0,09±0,02	1,69	0,10±0,02	2,15	0,10±0,02	2,49	0,10±0,02	2,85	0,09±0,02
	0,28	-	0,67	0,06±0,02	0,96	0,07±0,02	1,42	0,07±0,02	1,69	0,08±0,02	2,15	0,07±0,02	2,49	0,08±0,02	2,85	0,07±0,02
	0,28	-	0,67	0,05±0,02	0,96	0,06±0,02	1,42	0,06±0,02	1,69	0,07±0,02	2,15	0,07±0,02	2,49	0,09±0,02	2,85	0,05±0,02
	0,28	-	0,67	0,07±0,02	0,96	0,09±0,02	1,42	0,09±0,02	1,69	0,09±0,02	2,15	0,09±0,02	2,49	0,10±0,02	2,85	0,08±0,02
	0,39	0,10±0,02	0,61	0,10±0,02	1	0,11±0,02	1,28	0,13±0,02	1,61	0,12±0,02	-	-	-	-	-	-



а



б



в

а- труба $\text{Ø}12,9 \times 10,9$ мм;

б – труба $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм;

в – труба $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм

Рисунок 77 –ДРР труб из сплава Э635 в различных структурных состояниях после облучения в реакторе БОР-60 (Тобл = (315-325) °С)

4.4 Влияние степени рекристаллизации на кратковременные механические свойства труб после облучения

В таблицах 25-26 приведены результаты исследований кратковременных механических свойств труб Ø12,9×10,9 мм из сплава Э635 после нейтронного облучения в реакторе БОР-60 до флюенса $\sim (2,53-2,78) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ [117].

Таблица 25-Механические свойства труб Ø12,9×10,9 мм из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (продольное направление)

Температура отжига, °С	Флюенс нейтронов (E>0,1 МэВ), 10^{22} см^{-2}	Температура испытаний, °С	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_p , %	δ , %
540, 3 часа	2,71	20	911±2	793±3	3,1±0,1	10,7±0,2
		300	756±1	667±1	3,1±0,1	11,7±0,2
610 °С, 3 часа	2,64	20	910±5	808±4	2,6±2,6	9,2±0,8
		300	749±6	672±5	2,5±0,1	11,2±0,8

Таблица 26- Механические свойства труб Ø12,9×10,9 мм из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (поперечное направление)

Температура отжига, °С	Флюенс нейтронов (E>0,1 МэВ), 10^{22} см^{-2}	Температура испытаний, °С	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_p , %	δ , %
540, 3 часа	2,78	20	861±9	765±6	2,6±0,4	10,3±1,4
		300	712±5	644±7	2,1±0,5	12,5±1,02
610 °С, 3 часа	2,53	20	853±12	763±7	2,8±0,4	11,4±0,9
		300	696±5	624±2	2,2±0,5	12,6±1,2

Представленные в таблицах 25-26 результаты механических испытаний труб из сплава Э635 показывают, что под действием нейтронного облучения наблюдается значительное повышение прочностных свойств и снижение пластических свойств вне зависимости от степени рекристаллизации материала. С повышением температуры испытаний (до 300 °С) прочностные свойства сплава снижаются, а пластические свойства меняются незначительно (таблицы 25-26).

Повышение степени рекристаллизации (повышение температуры отжига до 610 °С) не оказывает значительного влияния на характеристики прочности и пластичности труб как при комнатной, так и при повышенной температуре (таблицы 20,21,25,26). При комнатной температуре испытаний в продольном направлении (при флюенсе $\sim (2,64-2,71) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$) значения предела прочности при повышении степени рекристаллизации практически не изменились, изменение

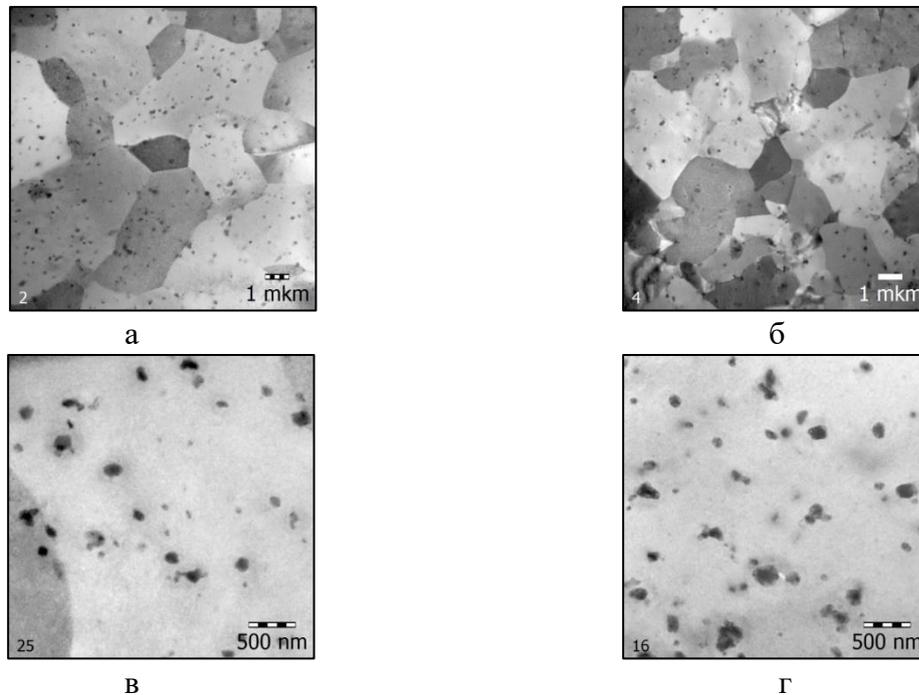
предела текучести составило менее 11 МПа (таблица 25). При повышенной температуре (300 °С) предел прочности изменился на 7 МПа, а предел текучести на 5 МПа при тех же значениях набранного флюенса нейтронов (таблица 25). При испытаниях в поперечном направлении при набранном флюенсе $\sim (2,53-2,78) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$, значения предела прочности и предела текучести также практически не изменились (изменение менее чем на 20 МПа) (таблица 26).

Полученные данные показали, что повышение степени рекристаллизации материала труб с 60 до 100 % не оказывает влияния на их механические свойства после нейтронного облучения.

4.5 Влияние степени рекристаллизации на структуру труб из сплава Э635 после нейтронного облучения

В качестве материала исследований были использованы образцы труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24 \text{ мм}$ в частично-рекристаллизованном (степень рекристаллизации 60 %) и рекристаллизованном (степень рекристаллизации 100 %) структурных состояниях, облученных до флюенса нейтронов $(1,6-2,3) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ и $(1,0-2,6) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ в реакторе БОР-60, соответственно.

Результаты исследований структуры труб в исходном состоянии (до облучения) приведены на рисунке 78 и в таблице 27.



а,в- рекристаллизованное структурное состояние

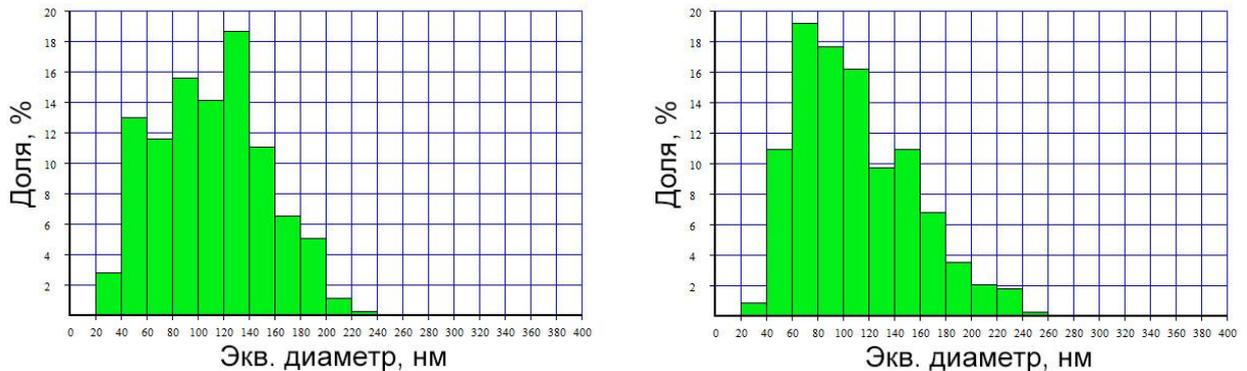
б,г – частично-рекристаллизованное структурное состояние

Рисунок 78 – Микроструктура труб из сплава Э635 до облучения в реакторе БОР-60

Таблица 27 – Размер и концентрация частиц фазы Лавеса в исследованных образцах труб в исходном состоянии (до облучения)

Режим отжига, °С/ч	$D_{\text{ср}}$, нм	$D_{\text{мин}}$, нм	$D_{\text{макс}}$, нм	$\rho, 10^{19} \text{ м}^{-3}$
610/3	110	26	273	2,0
540/3	115	31	297	2,2

В материале образцов равномерно распределены глобулярные выделения фазы Лавеса, характерной для сплава Э635. В необлучённом состоянии она имеет стехиометрическую формулу $\text{Zr}(\text{Nb},\text{Fe})_2$ с ГПУ-кристаллической решёткой и содержит Zr, Nb и Fe примерно в равных пропорциях. Из таблицы 27 видно, что средний диаметр и концентрация частиц в исследованных образцах в исходном состоянии (до нейтронного облучения) примерно одинаковы. При определении среднего размера были произведены измерения эквивалентного диаметра не менее 300 частиц. На основании полученного массива данных были построены распределения частиц фазы Лавеса по размеру (рисунок 79).



а

а- рекристаллизованное структурное состояние

б

б-частично-рекристаллизованное структурное состояние

Рисунок 79– Гистограммы распределения по размеру частиц фазы Лавеса в образцах рекристаллизованной (а) и частично-рекристаллизованной (б) трубы из сплава Э635

После облучения до флюенса нейтронов $\sim (1,01-2,61) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ частицы фазы Лавеса претерпели частичную трансформацию в фазу $\beta\text{-Nb}$, имеющую ОЦК-кристаллическую решётку. В поверхностных слоях частично трансформированных частиц наблюдались блоки новой фазы ($\beta\text{-Nb}$), а в центре – промежуточная фаза с переходной кристаллической решёткой (рисунок 80).

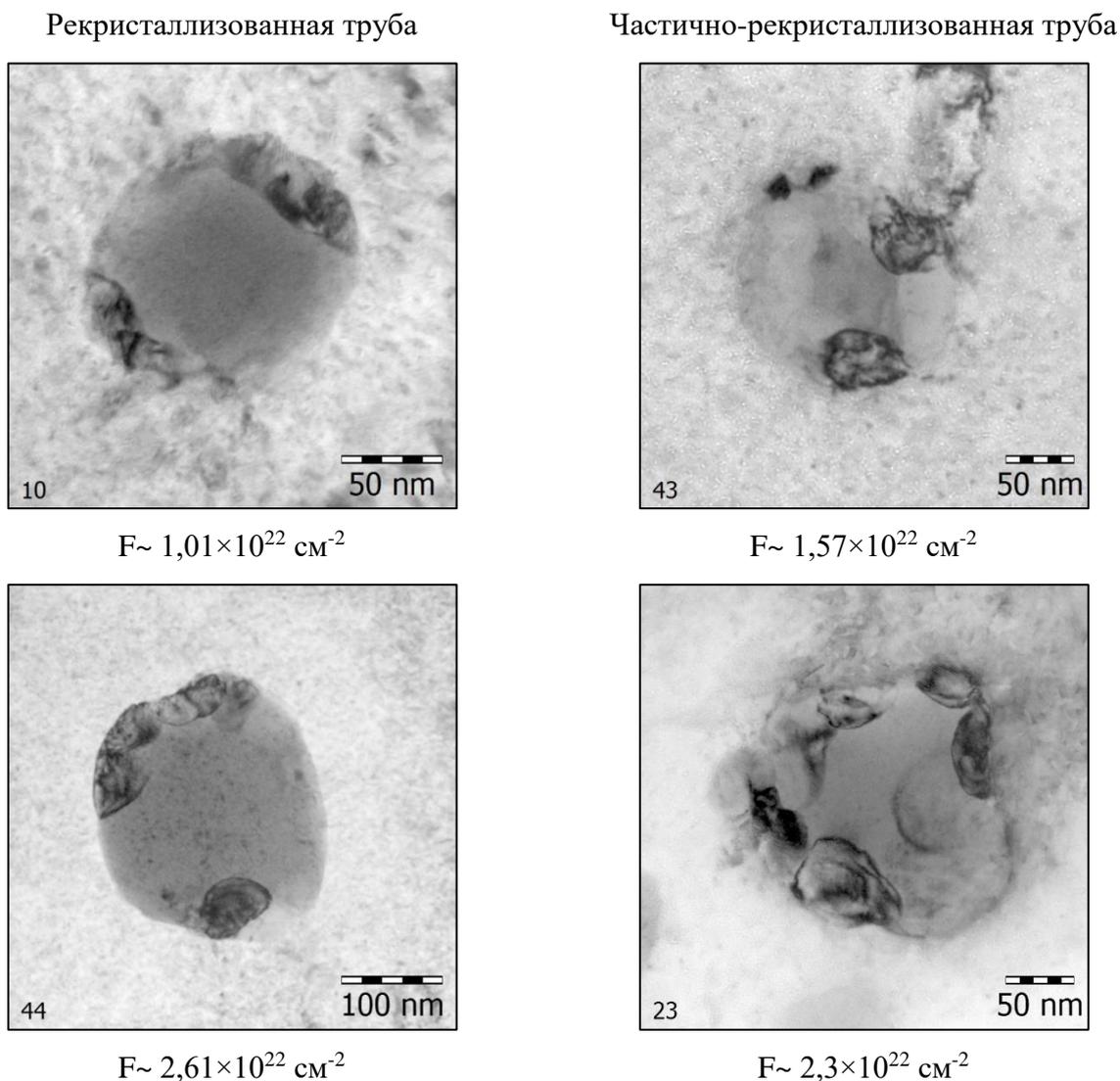


Рисунок 80 – Структура частицы фазы Лавеса в материале трубы рекристаллизованной (а) и частично-рекристаллизованной трубы (б) из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 до флюенса $\sim (1,01-2,61) \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$

Влияния исходного структурного состояния на превращение фазы Лавеса не наблюдается. Превращение фазы Лавеса в $\beta\text{-Nb}$ наблюдается как в рекристаллизованных, так и в частично-рекристаллизованных образцах труб.

Для оценки степени выхода железа из фазы Лавеса после нейтронного облучения для всех образцов были построены графики зависимости содержания Zr, Nb и Fe в частицах фазы Лавеса в зависимости от их размера (рисунок 81). Из графиков видно, что чем меньше диаметр частицы, тем меньше в ней содержится атомов железа.

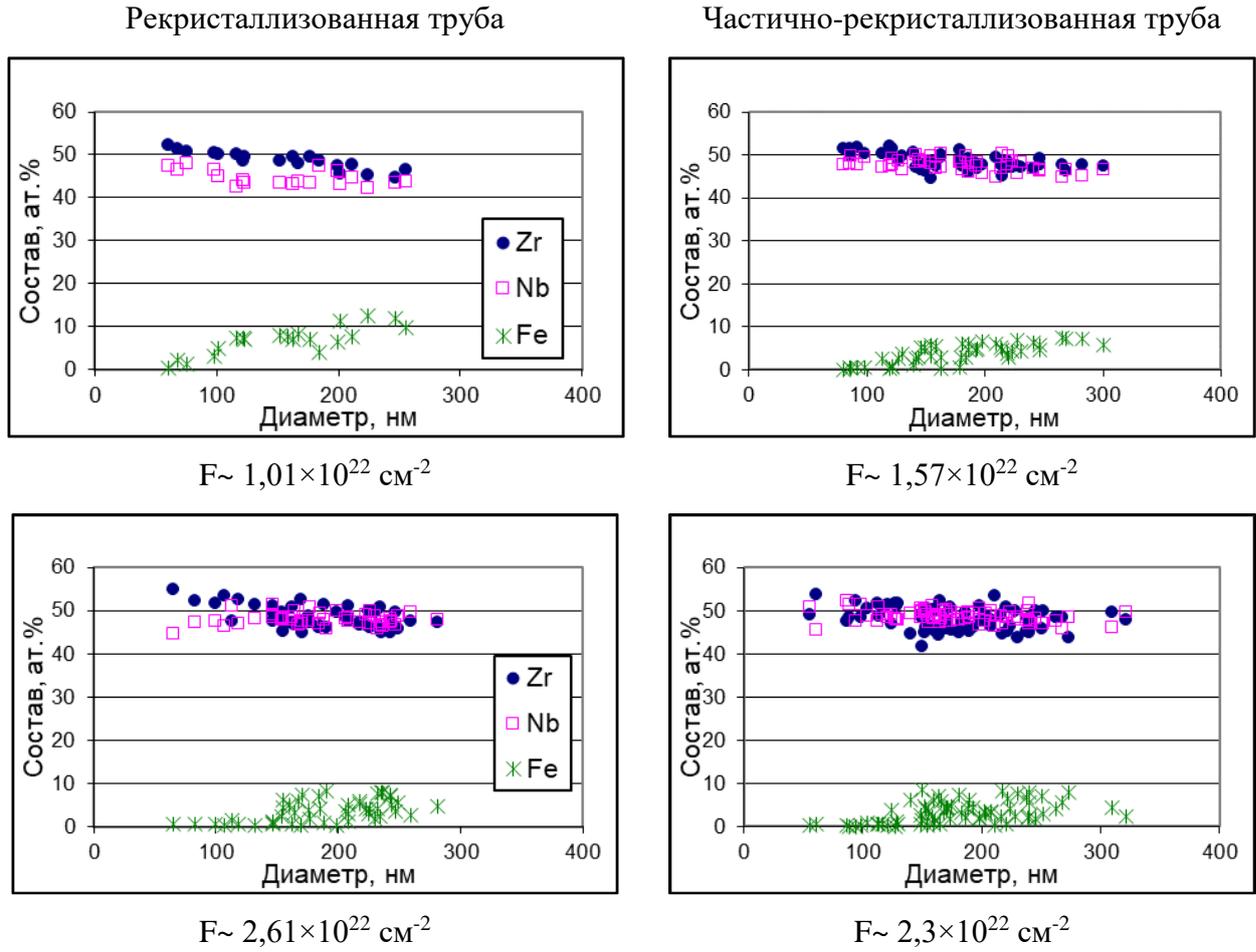


Рисунок 81 - Зависимость содержания Zr, Nb и Fe в частицах фазы Лавеса от их диаметра в образцах рекристаллизованных и частично-рекристаллизованных труб из сплава Э635

В результате нейтронного облучения в материале исследованных образцов образовались частицы мелкодисперсной радиационно-индуцированной фазы. Значения размера и концентрации частиц данной фазы в исследованных образцах приведены в таблице 28.

Таблица 28 – Размер и концентрация радиационно-индуцированных частиц и радиационных петель в образцах сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60

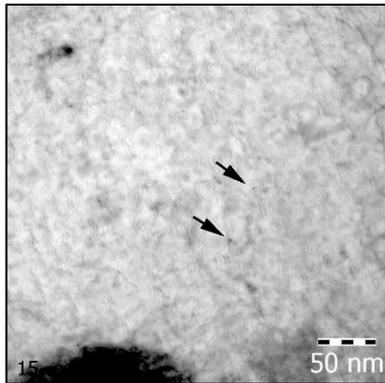
Температура отжига, °С	Флюенс ($E > 0,1 \text{ МэВ}$), 10^{22} см^{-2}	Радиационно-индуцированные выделения			Радиационные петли
		N, шт.	$L_{\text{ср}}$, нм	ρ , $\times 10^{21} \text{ м}^{-3}$	$D_{\text{ср}}$, нм
610, 3 ч	1,01	4	3	0,4	9,6
	2,61	46	3,7	1,8	9,8
540, 3 ч	1,57	16	3,2	0,8	8,1
	2,3	57	3,4	2,3	9,3

С увеличением флюенса нейтронов наблюдается увеличение плотности частиц радиационно-индуцированной фазы. В частности, в структуре труб в рекристаллизованном структурном состоянии при увеличении флюенса с $1,01 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ до $2,61 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ плотность радиационно-индуцированной фазы увеличивается с 0,4 до $1,8 \text{ м}^{-3}$. В структуре труб в частично-рекристаллизованном состоянии при увеличении флюенса с $1,57 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ до $2,3 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ плотность радиационно-индуцированной фазы увеличивается с 0,8 до $2,3 \text{ м}^{-3}$ (таблица 28).

Длина радиационных петель дислокаций с увеличением флюенса нейтронов практически не меняется и находится в пределах (8,1-9,8) нм, вне зависимости от исходного структурного состояния труб.

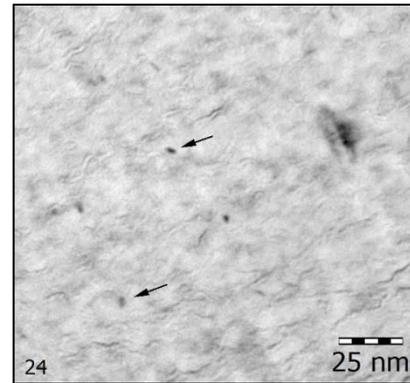
На рисунке 82 представлены снимки частиц радиационно-индуцированной фазы в исследованных образцах (некоторые частицы указаны стрелками).

Рекристаллизованная труба

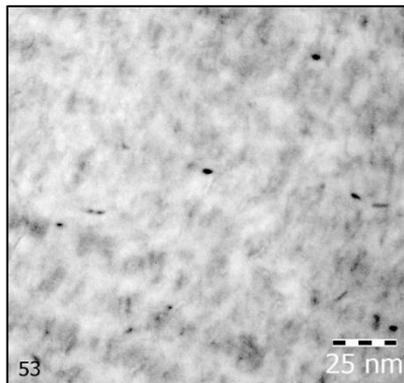


$F \sim 1,01 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$

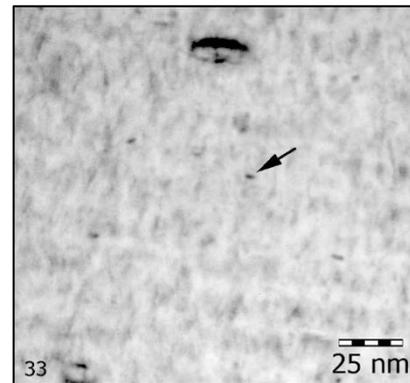
Частично-рекристаллизованная труба



$F \sim 1,57 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$



$F \sim 2,61 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$



$F \sim 2,3 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$

Рисунок 82 – Радиационно-индуцированная фаза в образцах рекристаллизованных и частично-рекристаллизованных труб из сплава Э635

Таким образом, выполненные исследования показали, что под действием нейтронного облучения наблюдается обеднение частиц фазы Лавеса по железу и ее превращение в β -Nb-фазу, а

также образование радиационно-индуцированных фаз. Концентрация радиационно-индуцированных фаз повышается при увеличении флюенса нейтронов. Влияния исходного структурного состояния на выход железа из фазы Лавеса и образование радиационно-индуцированных фаз в структуре труб из сплава Э635 после нейтронного облучения не выявлено.

Выводы по главе 4

1. Испытания на стойкость труб к радиационной ползучести при сжатии и растяжении, а также к радиационному росту показали, что увеличение степени рекристаллизации повышает стойкость сплава Э635 к радиационной ползучести при сжатии и растяжении. Влияния степени рекристаллизации (в пределах 60-100 %) на деформацию радиационного роста труб из сплава Э635 не выявлено.
2. Исследования кратковременных механических свойств после нейтронного облучения не выявили влияния степени рекристаллизации (в пределах 60-100 %) на прочностные и пластические характеристики труб при комнатной и повышенной (350 °С) температуре.
3. Влияния степени рекристаллизации материала труб (в пределах 60-100 %) на выход железа из фазы Лавеса и образование радиационно-индуцированных фаз после нейтронного облучения не выявлено.

Глава 5 Влияние текстуры на механические свойства, коррозию и стойкость к формоизменению труб НК из сплава Э635

В качестве материала исследований были использованы трубы $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм, $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм (зона гидротормоза НК), $\text{Ø}12,6 \times 10,9$ мм и $\text{Ø}12,6 \times 8,8$ мм (зона гидротормоза НК) из сплава Э635, обладающие разной текстурой [4]. Описание текстуры труб приведено в таблице 29.

Таблица 29 – Текстура труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм, $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм, $\text{Ø}12,6 \times 10,9$ мм и $\text{Ø}12,6 \times 8,8$ мм из сплава Э635

Типоразмер трубы	Температура финишного отжига, °С	Степень рекристаллизации, %	Факторы Кернса		
			f_r	f_t	f_l
$\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм (партия 308-16-2/4)	540	60	0,54	0,36	0,10
	610	100	0,53	0,38	0,09
$\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм (партия 308-16-2/4)	540	60	0,48	0,44	0,08
	610	100	0,45	0,45	0,10
$\text{Ø}12,6 \times 10,9$ мм (партия 381-07-2/2)	580	90	0,50	0,42	0,08
$\text{Ø}12,6 \times 8,8$ мм (партия 381-07-2/2)	580	90	0,44	0,46	0,10

5.1 Влияние текстуры на механические свойства труб в исходном состоянии (до облучения) и после облучения

Результаты определения механических свойств труб из сплава Э635 в исходном состоянии (до облучения) с различной текстурой приведены в таблицах 30-31.

Как видно из представленных результатов наблюдается различие в прочностных и пластических свойствах основной зоны и зоны гидротормоза (таблица 30-31). Представленные в таблицах 30-31 результаты определения механических свойств труб показывают, что в исходном состоянии (до облучения) увеличение тангенциальной компоненты текстуры приводит к увеличению прочностных свойств сплава в продольном направлении при комнатной и повышенной температуре.

Таблица 30– Механические свойства труб из сплава Э635 (продольное направление) (до облучения)

Типоразмер трубы	Температура финишного отжига, °С	Параметр текстуры f_t	Температура испытаний, °С					
			20			350		
			σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Ø12,6×11,24 мм	540	0,36	519±2	396±4	42,5±0,5	294±1	205±1	47,5±0,5
Ø12,6×10,1 мм	540	0,44	539±1	401±1	32,0±0,5	313±1	215±1	36,5±0,5
Ø12,6×11,24 мм	610	0,38	490±3	357±4	44,0±0,5	254±1	147±1	52,0±0,5
Ø12,6×10,1 мм	610	0,45	499±2	362±1	34,5±0,5	2691±4	156±1	42,0±0,5
Ø12,6×10,9 мм	580	0,42	502±4	365±4	40,0±0,5	264±1	174±4	46,8±0,4
Ø12,6×8,8 мм	580	0,46	514±4	377±4	32,0±0,4	274±1	181±4	37,5±1,5

Таблица 31– Механические свойства труб из сплава Э635 (поперечное направление) (до облучения)

Типоразмер трубы	Температура финишного отжига, °С	Параметр текстуры f_t	Температура испытаний, °С					
			20			350		
			σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Ø12,6×11,24 мм	540	0,36	494±4	426±4	28,1±0,4	264±1	235±1	30,5±0,5
Ø12,6×10,1 мм	540	0,44	519±1	445±4	27,2±1,2	294±1	264±1	34±0,8
Ø12,6×11,24 мм	610	0,38	4651±4	387±4	30,5±0,5	230±4	200±4	33,5±0,5
Ø12,6×10,1 мм	610	0,45	490±1	407±4	30,1±0,4	254±1	225±1	36,5±0,5
Ø12,6×10,9 мм	580	0,42	468±4	421±1	26,5±0,5	235±1	205±1	34,3±0,8
Ø12,6×8,8 мм	580	0,46	548±1	455±4	27,5±0,5	2641±1	220±4	30,5±0,5

Предел прочности и предел текучести при увеличении тангенциальной компоненты текстуры с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) повышаются в пределах (10-20 МПа) при комнатной температуре испытаний и в пределах (10-19) МПа при повышенной температуре испытаний (350 °С) (таблица 30).

Пластичность сплава уменьшается при увеличении тангенциальной компоненты текстуры с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) вне зависимости от его структурного состояния. При комнатной температуре испытаний пластические свойства сплава при увеличении тангенциальной компоненты текстуры с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) уменьшаются на (8-10) %, а при повышенной температуре испытаний уменьшаются на (9-11) %, независимо от структурного состояния сплава (таблица 30).

Иная картина наблюдается при испытаниях в поперечном направлении при комнатной и повышенной температуре (таблица 31).

Предел прочности сплава при комнатной температуре при увеличении тангенциальной компоненты текстуры увеличивается на (15-24) МПа, предел текучести - на (19-30) МПа. При повышенной температуре предел прочности увеличивается на (24-30) МПа, а предел текучести – на (15-29) МПа.

Пластичность сплава при таком виде испытаний практически не меняется. При комнатной температуре пластичность сплава изменяется менее чем на 2 %, а при повышенной температуре менее чем на 5 %.

Результаты исследований механических свойств труб с различной текстурой после облучения представлены в таблицах 32-33. Наблюдается другая картина по влиянию текстуры на прочностные и пластические свойства сплава под действием нейтронного облучения.

После нейтронного облучения при увеличении тангенциальной компоненты текстуры с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) прочностные свойства сплава в продольном направлении увеличиваются, что наиболее заметно при испытаниях труб в рекристаллизованном структурном состоянии, пластические свойства сплава при этом практически не меняются (таблица 32).

Низкие свойства труб $\varnothing 12,6 \times 10,1$ мм, в сравнении с другими испытанными типоразмерами труб, в частично-рекристаллизованном структурном состоянии обусловлены низким значением набранного флюенса ($\sim 1,77 \times 10^{22}$ см⁻²) (таблица 32).

При испытаниях в поперечном направлении с увеличением тангенциальной компоненты текстуры с (0,36-0,42) до (0,44-0,46) наблюдается уменьшение прочностных свойств и увеличение пластических, вне зависимости от структурного состояния сплава (таблица 33).

Таблица 32-Механические свойства труб Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (продольное направление)

Типоразмер трубы, мм	Флюенс нейтронов (E>0,1 МэВ), 10 ²² см ⁻²	Температура финишного отжига, °С	Параметр текстуры f _t	Температура испытаний, °С					
				20			300		
				σ _B , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %	σ _B , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
Ø12,6×11,24	2,30	540	0,36	896±10	802±8	9,6±0,6	753±9,0	676±5,8	9,4±0,3
Ø12,6×10,1	1,77	540	0,44	903±7	783±8	10,7±0,3	722±9,7	636±9,2	11,1±0,4
Ø12,6×11,24	2,61	610	0,38	877±11	784±11	9,8±0,6	716±9,4	647±6,9	7,9±0,3
Ø12,6×10,1	2,71	610	0,45	921±2	812±2	10,1±0,7	763±1,6	681±1,9	11,5±0,3

Таблица 33-Механические свойства труб Ø12,6×11,24 мм и Ø12,6×10,1 мм из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (поперечное направление)

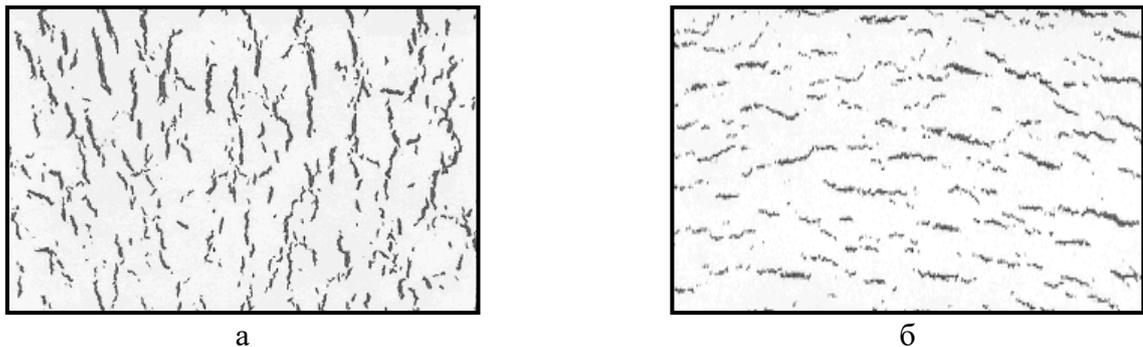
Типоразмер трубы, мм	Флюенс нейтронов (E>0,1 МэВ), 10 ²² см ⁻²	Температура финишного отжига, °С	Параметр текстуры f _t	Температура испытаний, °С					
				20			300		
				σ _B , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %	σ _B , МПа	σ _{0,2} , МПа	δ, %
Ø12,6×11,24	2,66	540	0,36	874±4	777±13	10,5±0,4	704±1	645±2	9,1±0,7
Ø12,6×10,1	2,34	540	0,44	847±2	732±2	16,4±0,2	705±2	632±2	15,9±0,5
Ø12,6×11,24	2,82	610	0,38	864±9	760±8	10,1±0,9	703±5	646±8	8,7±1,1
Ø12,6×10,1	2,75	610	0,45	851±5	750±13	16,1±0,3	659±4	604±10	13,0±8,2

Таким образом, выполненные исследования показали, что в исходном состоянии (до облучения) влияние текстуры на механические свойства сплава зависит от направления приложенной нагрузки. При испытаниях в продольном направлении увеличение тангенциальной компоненты текстуры (с $f_t=0,36-0,42$ до $f_t=0,44-0,46$) не оказывает влияния на прочностные свойства, при этом пластические свойства сплава уменьшаются. При испытаниях в поперечном направлении наблюдается обратная картина. При увеличении тангенциальной компоненты текстуры (с $f_t=0,36-0,42$ до $f_t=0,44-0,46$) прочностные свойства сплава увеличиваются, а пластические свойства сплава практически не меняются. Под действием нейтронного облучения в продольном направлении прочностные свойства увеличиваются, а в поперечном направлении уменьшаются. Пластичность сплава в продольном направлении практически не меняется, а в поперечном направлении увеличивается с увеличением тангенциальной компоненты текстуры независимо от структурного состояния сплава.

5.2 Влияние текстуры на коррозию труб

Для оценки влияния тангенциальной текстуры и радиальной ориентации гидридной фазы на коррозионную стойкость труб НК с ГТ проведены автоклавные коррозионные испытания образцов в исходном состоянии и после предварительного наводороживания до 0,02 % масс [4].

Фотографии ориентации гидридной фазы после предварительного наводороживания труб $\varnothing 12,6 \times 10,9$ мм и $\varnothing 12,6 \times 8,8$ мм приведены на рисунке 83. Радиальная ориентация гидридов в зоне гидротормоза трубы обусловлена формированием тангенциальной текстуры.



а – ориентация гидридов в материале труб $\varnothing 12,6 \times 10,1$ (зона гидротормоза трубы) мм ($F_n = 0,95$)
 б – ориентация гидридов в материале труб $\varnothing 12,6 \times 10,9$ мм ($F_n = 0,12$)

Рисунок 83 - Ориентация гидридов в трубах НК с гидротормозом из сплава Э635

Результаты автоклавных коррозионных испытаний труб из сплава Э635 (в исходном состоянии и после предварительного наводороживания) в аэрированном паре (при $T = 400$ °С) и аэрированной воде (при $T = 330$ °С) показаны в таблицах 34-35 и на рисунках 84-89.

Таблица 34 – Коррозия труб из сплава Э635 (Т = 400 °С, Р=10,3 МПа, деаэрированный пар)

Типоразмер трубы, мм	ft	Н ₂ , % мас.	Толщина оксида, мкм									
			30	60	90	120	150	180	210	240	270	300
Ø12,6×8,8	0,46	-	3,2±0,2	5,9±0,2	8,3±0,3	11,8±0,3	15,6±0,8	18,9±0,7	22,2±0,8	24,8±0,7	28,2±0,6	31,2±0,6
		0,05	3,0±0,1	5,8±0,1	8,2±0,1	11,3±0,2	15,1±0,3	17,1±0,7	20,0±0,6	23,5±0,5	26,5±0,6	29,0±0,7
Ø12,6×10,9	0,42	-	3,4±0,1	6,3±0,3	9,2±0,3	12,0±0,4	15,4±0,3	18,9±0,4	22,2±0,4	25,1±0,3	28,1±0,4	31,2±0,4
		0,05	2,9±0,2	6,2±0,2	8,7±0,3	11,3±0,4	14,6±0,5	17,8±0,3	20,7±0,4	24,2±0,4	27,2±0,5	29,7±0,6

Таблица 35 – Коррозия труб из сплава Э635 (Т = 330 °С, Р=13,2 МПа, деаэрированная вода)

Типоразмер трубы	ft	Н ₂ , % мас.	Толщина оксида, мкм									
			30	60	90	120	150	180	210	240	270	300
Ø12,6×8,8	0,46	-	0,7±0,1	1,0±0,1	1,2±0,1	1,4±0,1	1,5±0,1	1,7±0,1	2,1±0,1	2,2±0,1	2,4±0,1	2,5±0,1
		0,05	0,6±0,1	0,8±0,1	0,9±0,1	1,2±0,1	1,3±0,1	1,5±0,1	2,0±0,1	2,0±0,1	2,1±0,1	2,4±0,1
Ø12,6×10,9	0,42	-	0,8±0,1	1,0±0,1	1,1±0,1	1,3±0,1	1,5±0,1	1,6±0,1	2,1±0,1	2,1±0,1	2,2±0,1	2,4±0,1
		0,05	0,7±0,1	0,9±0,1	1,0±0,1	1,3±0,1	1,4±0,1	1,6±0,1	2,0±0,1	2,1±0,1	2,2±0,1	2,5±0,1

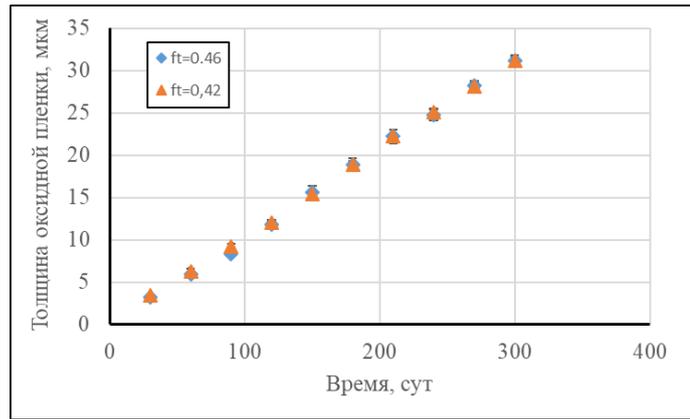


Рисунок 84 - Коррозия труб из сплава Э635 с различной текстурой (Т=400 °С, Р=10,3 МПа, деаэрированный пар)

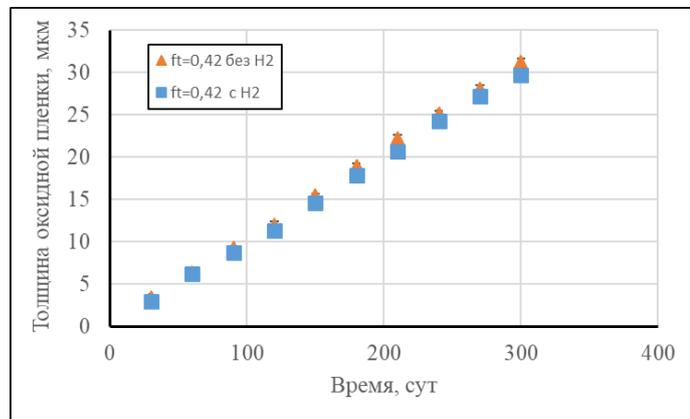


Рисунок 85 - Коррозия труб из сплава Э635 в исходном и наводороженном (0,02 % мас. H₂) состоянии (Т=400 °С, Р=10,3 МПа, деаэрированный пар)

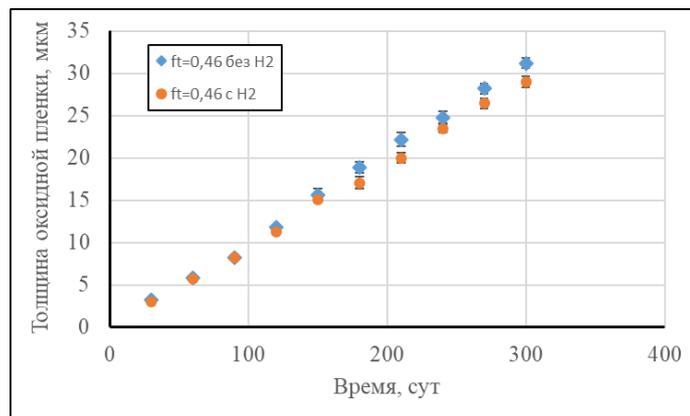


Рисунок 86- Коррозия труб из сплава Э635 в исходной и наводороженном (0,02 % мас. H₂) состоянии (Т=400 °С, Р=10,3 МПа, деаэрированный пар)

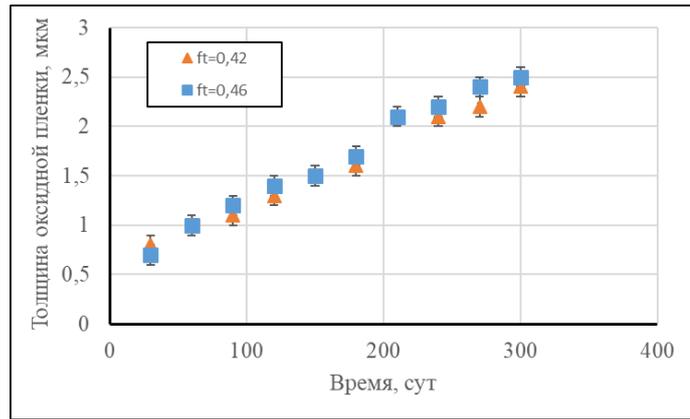


Рисунок 87 - Коррозия труб из сплава Э635 с различной текстурой (Т=330 °С, Р=13,2 МПа, деаэрированная вода)

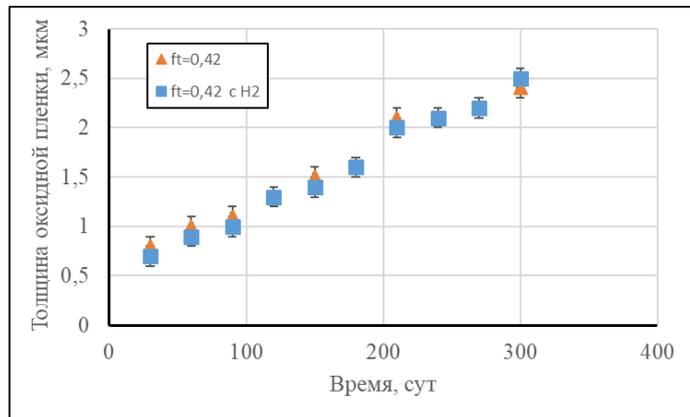


Рисунок 88 - Коррозия труб из сплава Э635 в исходном и наводороженном (0,02 % мас. H₂) состоянии (Т=330 °С, Р=13,2 МПа, деаэрированная вода)

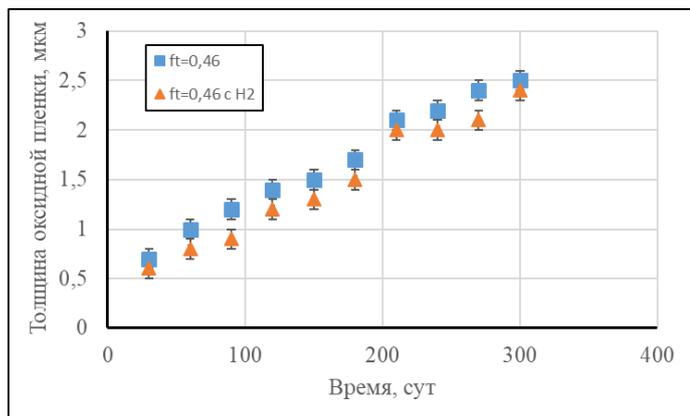


Рисунок 89- Коррозия труб из сплава Э635 в исходной и наводороженном (0,02 % мас. H₂) состоянии (Т=330 °С, Р=13,2 МПа, деаэрированная вода)

Как видно из представленных результатов, после автоклавных испытаний в паре ($T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$) увеличение тангенциальной компоненты текстуры с $f_t=0,42$ до $f_t=0,46$ не привело к ускорению коррозии труб. На поверхности образцов труб $\text{Ø}12,6\times 10,9$ мм в исходном состоянии ($f_t=0,42$) и труб $\text{Ø}12,6\times 8,8$ мм в исходном состоянии ($f_t=0,46$) образовалась оксидная пленка одинаковой толщины 31,2 мкм (таблица 34, рисунок 84).

Наводороживание труб $\text{Ø}12,6\times 10,9$ мм ($f_t=0,42$, $F_n=0,12$) не привело к ускорению их коррозии в паре. В исходном состоянии и после предварительного наводороживания толщина оксидной пленки на поверхности труб составила 31,2 и 29,7 мкм, соответственно (таблица 34, рисунок 85).

Наводороживание труб $\text{Ø}12,6\times 8,8$ мм ($f_t=0,46$, $F_n=0,95$) также не привело к ускорению их коррозии в паре. В исходном состоянии и после предварительного наводороживания толщина оксидной пленки на поверхности труб составила 31,2 и 29,0 мкм, соответственно (таблица 34, рисунок 86).

Аналогичные результаты были получены после испытаний труб в деаэрированной воде (при $T=330\text{ }^{\circ}\text{C}$). Толщина оксидной пленки, образовавшейся на трубах $\text{Ø}12,6\times 10,9$ мм и $\text{Ø}12,6\times 8,8$ мм (в исходном состоянии и после предварительного наводороживания) достигла значений 2,4-2,5 мкм (таблица 35, рисунки 87-89).

Таким образом, выполненные автоклавные испытания в воде и паре не выявили влияния увеличения тангенциальной компоненты текстуры с $f_t=0,42$ до $f_t=0,46$ и радиальной ориентации гидридов ($F_n=0,95$) на коррозионную стойкость труб из сплава Э635.

5.3 Влияние текстуры на термическую и радиационную ползучесть труб

Результаты исследований стойкости труб $\text{Ø}12,6\times 10,9$ мм и $\text{Ø}12,6\times 8,8$ мм (в частично-рекристаллизованном структурном состоянии) к термической ползучести при сжатии ($T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\sigma=100$ МПа) приведены в таблице 36 и на рисунке 90 [4].

Результаты исследований стойкости к радиационной ползучести при сжатии труб $\text{Ø}12,6\times 11,24$ мм и $\text{Ø}12,6\times 10,1$ мм (в частично-рекристаллизованном структурном состоянии) ($T=315-325\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\sigma=100$ МПа) показаны в таблице 37 и на рисунке 91.

Таблица 36 – Термическая ползучесть при сжатии труб $\varnothing 12,6 \times 10,9$ мм и $\varnothing 12,6 \times 8,8$ мм из сплава Э635 ($T=400$ °С, $\sigma=100$ МПа)

Типоразмер трубы, мм	Деформация осевой ползучести при сжатии, %							
	250 ч	500 ч	750 ч	1000 ч	1250 ч	1500 ч	1750 ч	2000 ч
$\varnothing 12,6 \times 10,9$	0,63±0,06	0,72±0,06	0,80±0,06	0,85±0,07	0,92±0,08	0,96±0,08	1,01±0,06	1,06±0,06
$\varnothing 12,6 \times 8,8$	0,55±0,01	0,62±0,05	0,68±0,05	0,74±0,03	0,79±0,03	0,85±0,04	0,90±0,04	0,91±0,04

Таблица 37 – Радиационная ползучесть при сжатии труб $\varnothing 12,6 \times 11,24$ мм и $\varnothing 12,6 \times 10,1$ мм из сплава Э635 после облучения в реакторе БОР-60 (Тобл= (315-325) °С, $\sigma=100$ МПа)

Типоразмер трубы, мм	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %	F, $\times 10^{22}$ см ⁻²	ϵ , %						
$\varnothing 12,6 \times 11,24$	0,3	0,35±0,04	1,0	0,65±0,04	1,3	1,1±0,04	1,7	1,3±0,04	2,2	1,7±0,04	-	-
$\varnothing 12,6 \times 10,1$	0,7	0,38±0,04	1,0	0,58±0,04	1,3	0,95±0,04	1,7	1,18±0,04	2,0	1,3±0,04	2,2	1,48±0,04

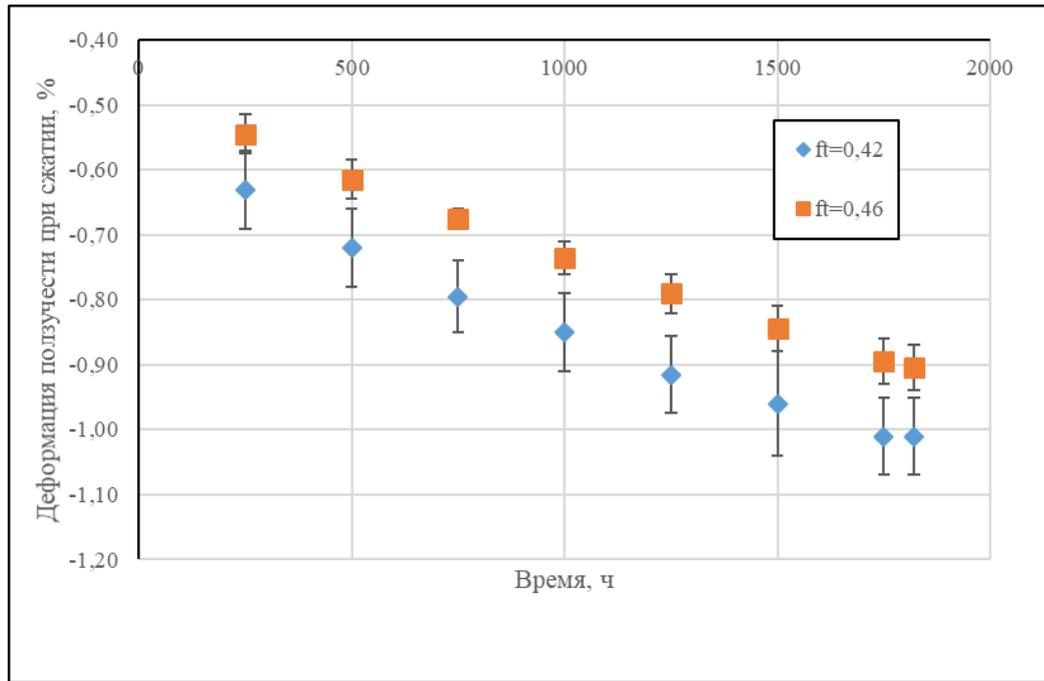


Рисунок 90 – Зависимость деформации термической ползучести при сжатии труб из сплава Э635 ($T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\sigma=100\text{ МПа}$)

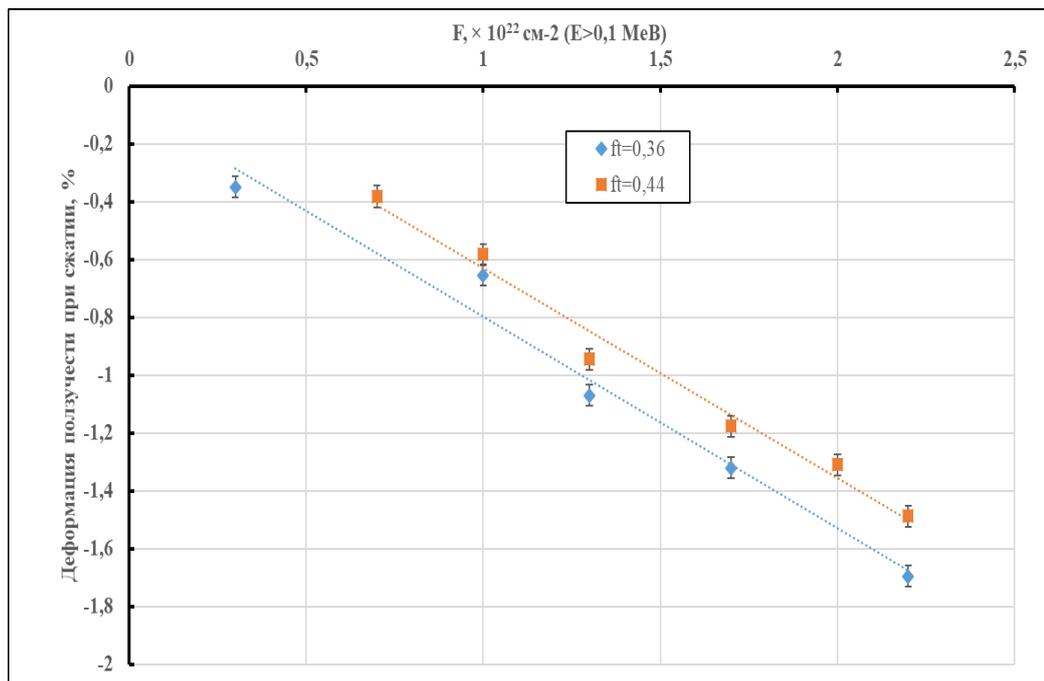


Рисунок 91 – Зависимость деформации радиационной ползучести при сжатии труб из сплава Э635 ($T_{\text{обл}}=(315-325)\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\sigma=119\text{ МПа}$, $F\sim 2,91\times 10^{22}\text{ см}^{-2}$)

Результаты испытаний на стойкость к термической ползучести труб при сжатии показывают, что за 2000 ч испытаний при $T=400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\sigma=100\text{ МПа}$) увеличение тангенциальной компоненты

текстуры с $f_t=0,42$ до $f_t=0,46$ приводит к увеличению стойкости к термической ползучести. Деформация термической ползучести труб $\text{Ø}12,6 \times 10,9$ мм ($f_t=0,42$) и $\text{Ø}12,6 \times 8,8$ мм ($f_t=0,46$) составила 1,06 % и 0,91 %, соответственно (таблица 36, рисунок 90).

Стойкость труб к радиационной ползучести при сжатии также зависит от текстуры. С увеличением тангенциальной компоненты текстуры с $f_t=0,36$ до $f_t=0,44$ стойкость труб к радиационной ползучести при сжатии увеличивается. Деформация радиационной ползучести труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм ($f_t=0,36$) и труб $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм ($f_t=0,44$) составила 2,20 и 1,66 %, соответственно (таблица 37, рисунок 91).

Таким образом, выполненные испытания показали увеличение стойкости к термической и радиационной ползучести труб из сплава Э635 при сжатии с увеличением тангенциальной компоненты текстуры с $f_t=0,42$ до $f_t=0,46$.

5.4 Влияние текстуры на радиационный рост

Для оценки влияния текстуры на радиационный рост были использованы образцы труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм и $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм из сплава Э635, характеризующиеся различной текстурой в различных структурных состояниях (степень рекристаллизации 60 и 100 %).

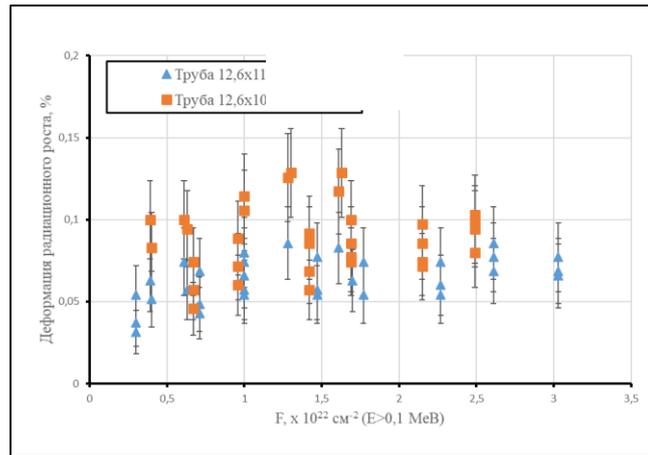
Результаты исследований по влиянию текстуры (в пределах $f_t=0,36-0,45$ и $f_l=0,08-0,10$) на деформацию радиационного роста труб при температуре облучения 315-325 °С приведены в таблице 38 и на рисунке 92.

Деформация радиационного роста труб, вне зависимости от текстуры и структурного состояния, практически линейно увеличивается при повышении флюенса (таблица 38, рисунок 92).

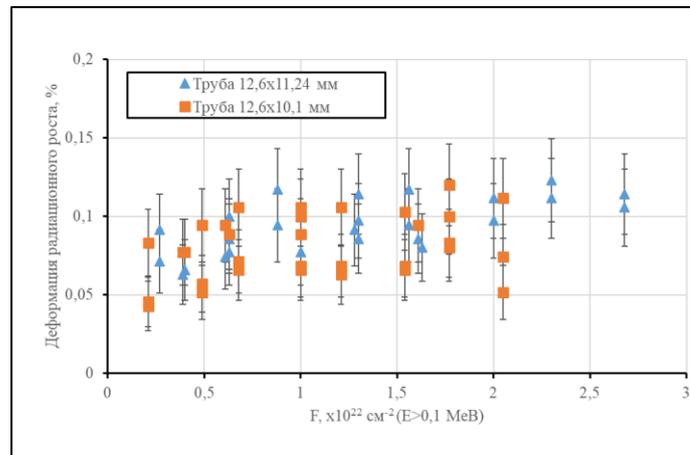
Деформация радиационного роста труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм ($f_l=0,10$, $f_r=0,36$) и $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм ($f_l=0,08$, $f_r=0,44$) в частично-рекристаллизованном структурном состоянии (степень рекристаллизации 60 %) после нейтронного облучения до флюенса нейтронов $\sim (2,05-2,68) \times 10^{22}$ см⁻² достигла 0,11 % и (0,07-0,11) %, соответственно (таблица 38).

Деформация радиационного роста труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм ($f_l=0,09$, $f_r=0,38$) и $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм ($f_l=0,10$, $f_r=0,45$) в полностью рекристаллизованном структурном состоянии после нейтронного облучения до флюенса нейтронов $\sim (2,85-3,03) \times 10^{22}$ см⁻² составила (0,07-0,08) % и (0,05-0,09) %, соответственно (таблица 38).

Представленные результаты показывают, что деформация радиационного роста труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24$ мм и $\text{Ø}12,6 \times 10,1$ мм с учетом структурного состояния материала после облучения в реакторе БОР-60 при температуре (315-325) °С не отличается между собой (таблица 38).



а



б

а – рекристаллизованное структурное состояние;

б – частично-рекристаллизованное структурное состояние

Рисунок 92 – Радиационный рост труб из сплава Э635, обладающих различной текстурой, после облучения в реакторе БОР-60 ($T_{\text{обл}} = (315-325) \text{ } ^\circ\text{C}$)

Отсутствие различий в деформации радиационного роста труб $\text{Ø}12,6 \times 11,24 \text{ мм}$ и $\text{Ø}12,6 \times 10,1 \text{ мм}$ из сплава Э635 еще раз подтверждают, что деформация радиационного роста труб зависит только от изменения аксиальной компоненты текстуры.

Выводы по главе 5

1. После нейтронного облучения прочностные свойства труб из сплава Э635 с увеличением тангенциальной компоненты текстуры (с $f_t=0,36$ до $f_t=0,46$) в продольном направлении увеличиваются, а в поперечном направлении уменьшаются. Пластичность сплава в продольном направлении практически не меняется, а в поперечном направлении увеличивается, независимо от структурного состояния сплава.
2. Влияния увеличения тангенциальной компоненты текстуры (с $f_t=0,36$ до $f_t=0,46$) и радиальной ориентации гидридов (от $F_n < 0,3$ до $F_n = 0,95$) на коррозионную стойкость труб из сплава Э635 не выявлено.
3. Стойкость к термической и радиационной ползучести труб из сплава Э635 при сжатии повышается с увеличением тангенциальной компоненты текстуры с $f_t=0,36$ до $f_t=0,46$. Деформация радиационного роста труб из сплава Э635 зависит только от изменения аксиальной компоненты текстуры.

ВЫВОДЫ

1. Комплексное исследование влияния структуры и термомеханической обработки на коррозионную стойкость и деформационные свойства НК из сплава Э635 выявило условия образования частиц интерметаллидов, влияние состава и равномерности распределения частиц интерметаллидов на коррозионную стойкость и влияние степени рекристаллизации и текстуры на кратковременные и длительные механические свойства после нейтронного облучения, а также стойкость к радиационному росту сплава Э635.
2. Показано, что коррозионная стойкость изделий из сплава Э635 определяется не только средним размером частиц интерметаллидов, но и их составом. Формирование Т-фазы в структуре изделий из сплава Э635 ухудшает их коррозионную стойкость в большей степени, чем увеличение среднего размера частиц фазы Лавеса. Для образования Т-фазы необходимо проведение холодной деформации с отжигом при температуре выше 600 °С. Отжиг закаленного сплава при температуре выше 600 °С не приводит к образованию этой фазы.
3. Установлено, что понижение температуры промежуточного отжига при изготовлении труб НК из сплава Э635 обеспечивает повышение дисперсности структуры, повышение стойкости к коррозии и термической ползучести. Усовершенствованный технологический вариант изготовления труб внедрен в серийное производство.
4. Увеличение степени рекристаллизации материала труб из сплава Э635 повышает стойкость к радиационной ползучести при сжатии и растяжении, не оказывая влияния на стойкость к радиационному росту и прочностные и пластические свойства после нейтронного облучения.
5. Формирование тангенциальной текстуры при изготовлении труб из сплава Э635 приводит к повышению стойкости сплава Э635 к термической и радиационной ползучести, повышению механических свойств, не оказывая влияния на его стойкость к коррозии и радиационному росту.

Список сокращений и условных наименований

АЗ – активная зона

АЭС – атомная электростанция

БОР-60 – исследовательский реактор на быстрых нейтронах

ВВЭР-1000 – водо-водяной энергетический реактор

ВХР – водно-химический режим

ГПУ – гексагональная плотноупакованная решетка

ГЦК – гранецентрированная кубическая решетка

НИИАР – Научно-исследовательский институт атомных реакторов

НК – направляющий канал

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

РИВ – радиационно-индуцированные выделения

ТВС – тепловыделяющая сборка

ТВСА – ТВС альтернативной конструкции

ТВЭЛ – тепловыделяющий элемент

IRI – неполное вхождение поглощающего элемента в направляющий канал

PWR – реактор с водой под давлением американского проекта

Список использованных источников

1. Саблин М.Н., Никулина А.В., Новиков В.В., Перегуд М.М., Маркелов В.А. Комплектующие ТВС из сплава Э635 для реакторов ВВЭР. Состояние разработки и перспективы развития//Сборник трудов 9-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (ПРОСТ-2018). Москва, 2018. С.157.
2. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С., Шевяков А.Ю., Еремин С.Г., Обухов А.В. Влияние морфологии частиц интерметаллидов и степени рекристаллизации на коррозионную стойкость сплава Э635// Сборник трудов 12-й Международной конференции по реакторному материаловедению, посвященных 60-летию материаловедческого комплекса АО «ГНЦ НИИАР». Димитровград, 2024. С.290-291.
3. Саблин М.Н., Никулин С.А., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С., Маркелов В.А., Кузнецов В.И., Еремин С.Г., Муралева Е.М., Посевин А.О., Соколовский Д.А. Влияние степени рекристаллизации на стойкость к формоизменению элементов ТВС из сплава Э635// Сборник трудов межотраслевой научно-технической конференции «Реакторные материалы атомной энергетики». Екатеринбург, 2023 г. С.83-84.
4. Саблин М.Н., Никулина А.В., Маркелов В.А., Коньков В.Ф., Новиков В.В., Хошунова Т.Н. Обоснование использования труб направляющих каналов с гидротормозом из сплава Э635 для ТВСА-Т реактора ВВЭР // Вестник томского государственного университета. Серия: Математика и механика. Томск, 2014. Выпуск № 5 (31). С 94-103.
5. Займовский А.С., Никулина А.В., Решетников Н.Г. Циркониевые сплавы в ядерной энергетике // Москва, Энергоатомиздат, 1994.
6. Дементьев Б.А. Ядерные энергетические реакторы// Москва, Энергоатомиздат, 1990.
7. Андрущечко С.А., Афров А.М., Васильев Б.Ю., Генералов В.Н., Косоуров К.Б., Семченков Ю.М., Украинцев В.Ф. АЭС с реакторами типа ВВЭР-1000// Москва, Логос, 2010.
8. Coleman C.E. The metallurgy of Zirconium//International Atomic Energy Agency. ISBN 978-92-0-109221-2. Volume 1. Vienna, 2022.
9. Резепов В. К., Денисов В.П., Кирилюк Н.А., Драгунов Ю.Г., Рыжов С.Б. Реакторы ВВЭР-1000 для атомных электростанций//Москва, ИКЦ «Академкнига», 2004.
10. Васильченко И.Н. Исследование влияния эксплуатационных факторов на деформацию тепловыделяющей сборки ВВЭР-1000 и разработка конструкции с улучшенной геометрической стабильностью// Автореферат кандидатской диссертации. Подольск, 2007 год.
11. Anderssen T., Amberger J. and Bjornkvist L.A. Decade of assembly Bow Management at Ringhals// Proceedings of a technical meeting (IAEA-TECDOC-1454). Cadarache, 2004. PP. 129-136.

12. Roudier S., Beraha R. Nuclear Fuel in France: an ever changing world – most recent safety concerns of DSIN. In Specialist Meeting on nuclear Fuel and Control Rods. Operating Experience, Design Evolution and Safety Aspects. Madrid, 1996. PP.63-77.
13. RSK statement. 474-th meeting of the Reactor Safety Commission (RSK) on 18 March 2015. www.rskonline.de.
14. Васильченко И.Н., Кобелев С.Н., Вьялицын В.В., Медведев В.С. Разработка, внедрение на ВВЭР-1000 и дальнейшая модернизация ТВС-2. Преемственность требований и решений по конструкции ТВС ВВЭР-1500//Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2006. Выпуск № 2 (67). С. 53-62.
15. Самойлов О.Б., Кууль В.С., Преображенский Д.Г. Результаты создания и развития ТВС альтернативной конструкции для реактора ВВЭР-1000 // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Москва, 2005. Выпуск № 1 (64). С. 126-131
16. Павлов С.В. Изменение изгибной жесткости ТВС ВВЭР-1000 при эксплуатации//Известия вузов. Ядерная энергетика. № 3, 2016, С.42-49.
17. Джангобегов В.В., Пиминов В.А., Мохов В.А. Современные проекты ОКБ «Гидропресс». Разработка и реализация//Вопросы атомной науки и техники. Серия: Обеспечение безопасности АЭС. Выпуск № 35. Реакторные установки. 2015 г.
18. Ковалева В.А. Влияние геометрии и материала ячейки дистанционирующей решетки тепловыделяющей сборки ВВЭР-1000//Политехнический молодежный журнал. 2018. № 01. С.1-10.
19. Бескоровайный Н.М., Калин Б.А., Платонов П.А., Чернов И.И.. Конструкционные материалы ядерных реакторов// Москва, Энергоатомиздат, 1995.
20. Никулина А.В. Циркониевые сплавы в атомной энергетике // Металловедение и термическая обработка металлов. Выпуск № 11. Москва, 2004 г. С. 8-12.
21. Калин Б.А., Платонов П.А., Чернов И.И., Штромбах И.И. Физическое материаловедение//Том 6. Москва, 2008 г.
22. Добромислов А.В., Талуц Н.И. Структура циркония и его сплавов//Екатеринбург, 1997.
23. Займовский А.С. Циркониевые сплавы в атомной энергетике//Труды конференции по реакторному материаловедению. Алушта, 1978 г. Том 5. С. 132-146.
24. Shebaldov P.V., Peregud M.M., Nikulina A.V., Bibilashvili Y.K., Lositski A.F., Kuzmenko N.V., Belov V.I., Novoselov A.E. E110 Alloy Cladding Tube Properties and Their Interrelation with Alloy Structure-Phase Condition and Impurity Content // Zirconium in the Nuclear Industry: Twelfth International Symposium, ASTM STP 1354. 2000. P. 545-558.
25. Nikulina A.V., Markelov V.A., Peregud M.M., Bibilashvili Y.K., Kotrekhov V.A., Lositski A.F., Kuzmenko N.V., Shevnin Y.P., Shamardin V.K., Kobylansky G.P., Novoselov A.E. Zirconium Alloy

- E635 as a Material for Fuel Rod Cladding and Other Components of VVER and RBMK Cores// Zirconium in the Nuclear Industry: Eleventh International Symposium, ASTM STP 1295. 1996. P. 785-803.
26. Garzarolli F., Stehle H., Steinberg E. Behavior and Properties of Zircalloys in Power Reactors: A Short Review of Pertinent Aspects in LWR Fuel// Zirconium in the Nuclear Industry. Eleventh International Symposium. ASTM STP 1295,1996, P.12-34.
27. Jean-Paul Mardon, Daniel Charquet, Jean Senevat. Influence of Composition and Fabrication Process on Out-of-Pile and In-pile Properties of M5 Alloy// Zirconium in the Nuclear Industry: Twelfth International Symposium, ASTM STP 1354. 2000. P. 505-524.
28. International Atomic Energy Agency TECDOC-996. Waterside corrosion of zirconium alloys in nuclear power plants// January, 1998, P. 13.
29. Comstock Robert J., Schoenberg Gerald, Sabol George P. Influence of Processing Variables and Alloy Chemistry on the Corrosion Behavior of ZIRLO Nuclear Fuel Cladding// Zirconium in the Nuclear Industry. Eleventh International Symposium. ASTM STP 1295,1996, P.710-725.
30. Cantonwine Paul E., Dan R. Lutz, White David W., Lin Yang-Pi. The Performance of NSF in BWR Operating Conditions// Zirconium in the Nuclear Industry. 18-th International Symposium. ASTM STP 1597,2018, P.909-937.
31. Park Jong-Yong, Liu Yan-Zhang, Choi Byung-Kwon, Jeong Yong Hwan. Investigation on the corrosion behavior of HANA cladding by oxide characterization//Water Reactor Fuel Performance Meeting, Seoul Korea, October 19-23, 2008.
32. Goto K., Matsumoto S., Murata T., Miyashita T., Anada H., Abe H. Update on the development of Japanese advanced PWR fuels// Light Water Reactor Fuel Performance, USA 2000.P.457-470.
33. Doi Soichi, Susuki Shigemitsu, Mori Masaji, Takahashi Teshimichi. Advanced fuel design and performance for burnup extension// Light Water Reactor Fuel Performance, USA, 2000.P.443-456.
34. Daiki Sato, Shinji Ono, Toshiya Kido, Shinya Nishikawa. J-AlloyTM, Advanced PWR Fuel Cladding Material (2) In-pile performance of J-AlloyTM. Proceedings of 2010 LWR Fuel Performance//Top-Fuel.W USA, 2010.P 606-611.
35. Pan G., Long C. J., Garde A.M., Atwood A.R., Zirlo J.P., Comstock R. J., Hallstadius L., Nuhfer D. L., Baranwal R. Advanced Material for PWR Application: AXIOMTM Cladding. Proceedings of 2010 LWR Fuel Performance//TopFuel/WRFPM. USA, 2010. P 612-620.
36. Aldeen A.W., Chen Z.W., Disher I.A., Zhu Y., Yan K.. Growth kinetics of second phase particles in N36 zirconium alloy: Zr-Sn-Nb-Fe// Journal of materials research and technology (17), 2022. PP. 2038-2046.
37. Horak J.A., Rhude H.V. Irradiation growth of zirconium-plutonium alloys//Journal of Nuclear Materials, № 1, 1961. PP. 111-112.

38. Garsarolli F., Stehle H., Steinberg E.. Behavior and Properties of Zircalloys in Power Reactors: A Short Review of Pertinent Aspects in LWR Fuel// Zirconium in the nuclear industry/ Eleventh International Symposium. ASTM STP 1295, 1996. PP.12-34.
39. Holt R.A. Mechanisms of irradiation growth of alpha-zirconium alloys//Journal of Nuclear Materials, № 159, 1988. PP. 310-338.
40. Griffiths M., Holt R.A. Microstructural aspects of accelerated deformation of Zircaloy nuclear reactor components during service//Journal of Nuclear Materials, № 225, 1995. PP. 245-248.
41. Carpenter G.J., Zee R.H.and A. Rogerson. Irradiation growth of zirconium single crystals: a review// Journal of Nuclear Materials, № 159,1988. PP. 86-100.
42. Murgatroyd R.A., Rogerson A. Irradiation growth of in annealed Zircaloy-2//Journal of Nuclear Materials, № 79, 1979. PP. 302-311.
43. Murgatroyd R.A., Rogerson A. An assessment of the influence of microstructure and test conditions on the irradiation growth phenomen in zirconium alloys//Journal of Nuclear Materials, № 90, 1980. PP. 240-248.
44. Fidleris V. The irradiation creep and growth phenonena//Journal of Nuclear Materials, №159, 1988. PP. 22-42.
45. Кобылянский Г.П., Шамардин В.К, Григорьев В.М. Особенности радиационного роста циркония и сплава Н-2,5 при высоких флюенсах//Препринт. НИИАР-9 (772): ЦНИИАтоминформ, 1989. С.16.
46. Shishov V.N., Peregud M.M., Nikulina A.V., Pimenov Yu.V., Kobylansky G.P., Novoselov A.E., Ostrovsky Z.E. and Obukhov A.V. //Influence of structure-phase state of Nb containing Zr alloys on irradiation-induced growth. Zirconium in the nuclear industry/ 17-th International Symposium. ASTM STP 1467, 2005. PP.666-685.
47. Suresh Yagnik, Adamson Ronald B., Kobylansky Gennady, Chen Jen-Hung, Gilbon Didier, Ishimoto Shinji, Takuji Fukuda, Lars Hallstadius, Alexander Obukhov and Sheikh Mahmood// Effect of Alloying Elements, Cold Work, and Hydrogen on the Irradiation-Induced Growth Behavior of Zirconium Alloy Variants. Zirconium in the nuclear industry/ 17-th International Symposium. ASTM STP 1597, 2018. PP.748-795.
48. Кобылянский Г.П., Новоселов А.Е., Обухов А.В., Островский З.Е., Шишов В.Н., Никулина А.В., Маркелов В.А.//Радиационные повреждения циркониевого сплава Э635 в элементах конструкций ТВС ВВЭР-1000. Физика и химия обработки материалов 2009, №3. С.30-41
49. Никулина А.В., Перегуд М.М., Воробьев Е.Е., Хохунова Т.Н.. Размерная стабильность конструкционных изделий ТВС ВВЭР-1000 из циркониевого сплава Э635//Атомная энергия, 2017, том 123, №4. С. 196-202.

50. Adamson R.B.. Irradiation Growth of Zircaloy. Zirconium in the nuclear industry/ Proceedings of the third international conference. STP 633. PP. 326-343.
51. Kerns J.J. «Reflections on the Development of the «f» Texture Factors for Zirconium Components and the Establishment of Properties of the Zirconium-Hydrogen System»// Zirconium in the nuclear industry/ 17-th International Symposium. ASTM STP 1543, 2015. PP.3-22.
52. Shishov V.N. The evolution of microstructure and deformation stability in Zr-Nb-Sn(Fe) alloys under neutron irradiation// Zirconium in the nuclear industry/ 16-th International Symposium. ASTM STP 1529.2011. PP.36-66.
53. Rogerson A. Irradiation growth in zirconium and its alloys//Journal of Nuclear Materials, №159, 1988. PP. 43-61.
54. Кан Р. Физическое металловедение. Дефекты кристаллического строения, механические свойства металлов и сплавов//Издательство «МИР», Москва, 1968.
55. Coleman C.E. Tertiary creep in cold-worked Zircaloy-2//Journal of Nuclear Materials, №42, 1972. PP. 180-190.
56. Ross-Ross P.A., Hunt C.E.I. The in-reactor creep of cold-worked Zircaloy-2 and Zirconium -2,5 wt % Niobium pressure tubes//Journal of Nuclear Materials, № 26,1968. PP. 2-17.
57. Кобылянский Г.П., Шамардин В.К., Перегуд М.М., Григорьев В.М. Особенности радиационного роста и реакторной ползучести сплавов циркония при высоких флюенсах // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение, 1983. Выпуск № 1 (3). С. 19-23.
58. Nichols F.A. Theory of the creep of Zircaloy during neutron irradiation//Journal of Nuclear Materials, № 30,1969. PP. 249-270.
59. Holt R.A. In-reactor deformation of cold-worked Zr-2,5 % Nb pressure tubes//Journal of Nuclear Materials, № 372,2008. PP. 182-214.
60. Soniac A., Hullier N., Mardon J-P, Rebeerolle V., Bouffioux P., Bernaudat C. Irradiation Creep Behavior of Zr-Base alloys// Zirconium in the nuclear industry/ 13-th International Symposium. ASTM STP 1423, 2002. PP.837-862.
61. Markelov V., Novikov V., Nikulina A., Kon'kov V., Sablin M., Shishov V., Peregud M., Tselishchev A., Novoselov A., Kobylansky G. Application of E635 Alloy as Structural Components of WWER-1000 Fuel Assemblies // Proc. of the 6-th Int. Conf. WWER Fuel Performance, Modelling, and Experimental Support. Bulgaria. 2005. PP. 188-193.
62. Кобылянский Г.П., Ерёмин С.Г., Власов Ю.А., Зебарева Г.А., Широкова Н.И.. Изменения размеров образцов циркониевых сплавов в результате радиационных испытаний в реакторе БОР-60//Сборник трудов НИИАРа, 2010, выпуск № 3. С. 37–41.

63. Nikulina Antonina V., Markelov Vladimir A., Peregud Mikhail M. et al. Zirconium alloy E635 as a material for fuel rod cladding and other components of VVER and RBMK cores// Zirconium in the Nuclear Industry. Eleventh International Symposium. ASTM STP 1295, 1996. PP.785-803.
64. Голованов В.Н., Шамардин В.К., Прохоров В.И., Неустроев В.С., Казаков В.А., Кобылянский Г.П., Печерин А.М., Повстянко А.В., Буланова Т.М., ВКраноселов.А., Федосеев А.Е. Исследования конструкционных материалов в БОР-60 и перспективы развития работ//Атомная энергия, том 91, выпуск № 5. С.389-400.
65. Никулина А.В., Перегуд М.М. Температурная зависимость внутриреакторной ползучести труб из циркониевого сплава Э635. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2020. Выпуск №1 (102). С. 129-135.
66. Hillner E., Franklin D.G, Smeed J.D. Long-term corrosion of Zircaloy before and after irradiation// Journal of nuclear materials, 278, 2000. PP. 344-345.
67. IAEA-TECDOC-996. Waterside corrosion of zirconium alloys in nuclear power plant. 1998.
68. Bo-Ching, Kruger Richard M., Adamson Ronald. Corrosion Behavior of Irradiated Zircaloy//Zirconium in the Nuclear Industry. Tenth International Symposium. ASTM STP 1245, 1993, PP.307-326.
69. Мелеховец А.Ю., Пышкин И.В.. Гальваническая коррозия циркониевых сплавов в водном теплоносителе//Известия вузов. Ядерная энергетика. №2, 2020. С.52-61.
70. International standard. Corrosion of metals and alloys-Vocabulary. ISO 8044-2020.
71. Атлас. Послереакторное состояние твэлов и ТВС ВВЭР//Москва, 2013 г.
72. Черняева Т.П., Стукалов А.И., Грицина В.М.. Поведение кислорода в цирконии// Вопросы атомной науки и техники. 2000, №2. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение (77). С. 71-85.
73. Couet A, Motta AT, Comstock R.J. Effect of alloying elements on hydrogen pick-up in zirconium alloys//17th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1543, 2013. PP 479–514.
74. Allen T.R., Konings R.J.M., Motta A.T. Corrosion of zirconium alloys//Comprehensive nuclear materials, Volume 5, 2012. PP.49-68.
75. Bouineau V., Ambard A., Bénier G., Pêcheur D., Godlewski J., Fayette L., Duverneix T. A New Model to Predict the Oxidation Kinetics of Zirconium Alloys in Pressurized Water Reactor//15th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1505, 2009. PP. 405–429.
76. Bryner J.S. The cyclic nature of corrosion of Zircaloy-4 in 633 K water//Journal of Nuclear Materials, № 82, 1979. PP. 84-101.

77. Sawabe Takashi, Sonoda Takeshi, Furuya Masahira, Kitajima Shoichi, Kinoshita Motoyasu, Tokiwai Moriyasu. Microstructure of oxide layers formed on zirconium alloy by air oxidation, uniform corrosion and fresh-green surface modification//Journal of Nuclear Materials, №419, 2011. PP. 310-319.
78. Cheng B., Gilmore P.M., Klepfer H.H.. PWR Zircaloy Fuel Cladding Corrosion Performance, Mechanisms and Modelling//11th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1295, 1996. PP. 137–156.
79. Kon'kov V., Sablin M., Khokhunova T., Novikov V., Markelov B., Pimenov Yu. Assessment of E110 and E635 alloy corrosion behavior in WWER-1200 reactors//Proceedings of the 8-th International Conference «WWER FUEL. Performance, Modelling and Experimental Support», Bulgaria, 2009. PP. 475-477.
80. McDougal Glen M., Urbanic Vincent F. The influence of material variables on corrosion and deuterium uptake of Zr-2,5 Nb alloy during irradiation//13th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1423, 2002. PP. 247–273.
81. Jeong Yong Hwan, Kim Hyun Gil, Kim Dae Jung, Choi Byung Kwon, Kim Jun Hwan. Influence of Nb concentration in the α -matrix on the corrosion behavior of Zr-xNb binary alloys//Journal of Nuclear Materials, № 323, 2003. PP 72-80.
82. Takeda Kiyoko, Anada Hiroyuki. Mechanism of corrosion Rate Degradation Due to Tin//12th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1354, 2000. PP. 592–607.
83. Barberis P., Ahlberg E., Simic N., Charquet D., Lemaighan C., Wikmark G., Dahlback M., Limback M., Tagtstrom P., Lehtinen B.. Role of the Second-Phase Particles in Zirconium Binary Alloys// 13th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1423, 2002. PP. 33–58.
84. Isobe Takeshi, Murai Takuya, Mae Yoshinaru. Anodic Protection by Precipitates in Aqueous Corrosion of Zircaloy//11th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1295, 1996. PP. 203-217.
85. Tejlund Pia, Andreern Hans-Olof, Sundell Gustav, Thuvander Mattias, Josefsson Bertil, Hallstadius Lars, Ivermark Maria and Dahlback Mats. Oxidation Mechanism in Zircaloy-2 - The Effect of SPP Size Distribution//17th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1543, 2015. PP. 373–403.
86. Sabol George P., Comstock Robert J. and Nayak Umesh P.. Effect of Dilute Alloy additions of Molybdenum, Niobium, and Vanadium on Zirconium Corrosion//12th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1354, 2000.PP. 525–544.

87. IAEA-TECDOC-665. Waterside corrosion of zirconium alloys in nuclear power plant. 1998. Materials for advanced water cooled reactors Proceedings of a Technical Committee Meeting held in Plzeň, Czechoslovakia, 1991.
88. Sabol George P. Zirlo™-An Alloy Development Success//14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1467, 2006. PP. 3–24.
89. Garzarolli F., Goll W., Seibold A., Ray I. Effect of In-PWR Irradiation on Size, Structure, and Composition of Intermetallic Precipitates of Zr Alloys//11th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1295, 1996. PP. 541–556.
90. Garzarolli Friedrich, Rumann Heinz, and Swam Leo Van. Alternative Zr alloys with Irradiation Resistant Precipitates for High Burnup BWR Application//13th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1423, 2002. PP. 119-132.
91. Cox B. Some thoughts on the mechanism of in-reactor corrosion of zirconium alloys//Journal of Nuclear Materials, № 336, 2005. PP. 331-368.
92. Garzarolli Friedrich, Schumann Ranier and Steinberg Eckard. Corrosion Optimized for Boiling Water Reactor (BWR) Fuel Elements//10th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1245, 1994. PP. 709-723.
93. Billot Philippe, Robin Jean-Charles, Giordano Alphonse, Peybernes Jean, Thomazet Joel and Amanrich Helen. Experimental and Theoretical Studies of Parametres that Influence Corrosion of Zircaloy-4//10th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1245, 1994. PP. 351–377.
94. Garzarolli F., Cox B., Rudling P. Optimisation of Zry-2 for High Burnups//6th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, STP 1529, 2011. PP. 711-728.
95. Anada Hiroyuki, Nomoto Kenichi and Shida Yoshiaki. Corrosion Behavior of Zircaloy-4 Sheets Produced Under Various Hot-Rolling and Annealing Conditions//10th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1245, 1994. PP. 307–327.
96. Mardon Jean-Paul, Charquet Daniel and Jean Senevat. Optimization of PWR Behavior of Stress-Relieved Zircaloy-4 Cladding Tubes by Improving the Manufacturing and Inspection Process//10th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1245, 1994. PP. 328–348
97. Lefebvre Florence, Lemaignan Clement. Irradiation effects on corrosion alloy claddings//Journal of Nuclear Materials, № 248, 1997. PP. 268-274.
98. Sakamoto Kan, Une Katsumi, Aiomi Masaki. Chemical State of Alloying Elements in Oxide Layer of Zr-based Alloys//Proceedings of 2010 LWR Fuel Performance/TopFuel/WRFP USA, 2010. PP. 101-106.

99. Kammenzind Bruce F., Gruber Jason A., Bajaj Ram and Smee James D.. Neutron Irradiation Effects on the Corrosion of Zircaloy-4 in a Pressurized Water Reactor Environment//Zirconium in the Nuclear Industry: 18th International Symposium on, ASTM STP 1597, 2018. PP. 448-490.
100. Sabol George P., Comstock Robert J., Weiner Robert A., Larouere Paula, and Stanuts Robert N. In-Reactor Corrosion Performance of ZIRLO and Zircaloy-4//10th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 1245, 1994. PP. 724-744.
101. Garde A., Comstock R., Pan G., Baranwal R., Hallstadius L., Cook T. and Carrera F. Advanced Zirconium Alloy for PWR Application//16-th International Symposium. ASTM STP 1529.2011. PP. 784-800.
102. Abolhassani Sousan, Proff Christian, Veleva Lyubomira, Karlsen Torill Marie, Bennett Peter, Oberlander Barbara, Espeland Marit, Jenssen Hakon, Hallstadius Lars L. and Garde Anand M. Transmission Electron Microscopy of Metal-Oxide Interface of Zirconium-Based Alloys Irradiated in Halden Reactor-IFA-638//18-th International Symposium. ASTM STP 1597,2018. PP. 614-644.
103. Sabol George P., Clip Gerald R., Balfour Malcolm G. and Roberts Elwyn. Development of a Cladding Alloy for High Burnup//8-th International Symposium. ASTM STP 1023,1989. PP. 227-244.
104. Sabol George P., McDonald Samuel G.. Process for fabricating a zirconium-niobium alloy and articles resulting therefrom. United States Patent. Patent Number 4,649,023. Date of Patent: Mar.10,1987.
105. Foster John Paul, Yueh H.Ken and Comstock Robert J. Zirlo™ Cladding Improvement//15-th International Symposium. ASTM STP 1505,1989. PP. 457-470.
106. Yueh H.K., Kesterson R.L., Comstck R.J., Shah H.H., Colburn D.J., Dahlback M. and Hallstadius L. Improved ZIRLO™ Cladding Performance through Chemistry and Process Modifications//14-th International Symposium. ASTM STP 1467,2006. PP. 330-346.
107. Маркелов В.А., Шишов В.Н., Саблин М.Н., Актуганова Е.Н., Кропачев С.Ю. Повышение пластичности и вязкости сплава Э635 для силовых элементов ТВС ВВЭР-1000// Цветные металлы. Выпуск № 1, 2010. С. 73-78.
108. Nikulina A.V., Shishov V.N., Peregud M.M., Tselishchev A.V., Shamardin V.K., and Kobylansky G.P. «Irradiation Induced Growth and Microstructure Evolution of Zr-1.2 Sn-1Nb-0.4Fe Under Neutron Irradiation to High Doses». 18th Symposium on Effects of Radiation on Materials, ASTM STP 1325,1997. PP. 1045-1061.
109. Nikulin Sergei A., Goncharov Vladimir I., Markelov Vladimir A. and Shishov Vyacheslav N.. Effects of Microstructure on Ductility and Fracture Resistance of Zr-1.2Sn-1Nb-0.4Fe Alloy // Zirconium in the Nuclear Industry. Eleventh International Symposium. ASTM STP 1295,1996. PP.695-709.

110. Саблин М.Н., Никулина А.В., Балашов В.М., Кабанов А.А., Новиков В.В., Маркелов В.А., Хохунова Т.Н., Милешкина О.Ю. Влияние структурно-фазового состояния на коррозионную стойкость труб из сплава Э635//Вестник томского государственного университета. Серия: Математика и механика. Томск, 2014. Выпуск № 4 (30). С. 95-106.
111. ISO 10270:2022. Corrosion of metals and alloys – Aqueous corrosion testing of zirconium alloys for use in nuclear power reactors.
112. ГОСТ 3248-81. Металлы. Метод испытания на ползучесть.
113. Алексеев Н.И., Бикеев А.С., Большагин С.Н., Гомин Е.А. и др. Программа MSU-FR. Аттестационный паспорт программы для электронных вычислительных машин. № 501 от 14.12.2020. ИБРАЭ РАН, г. Москва.
114. Жемков И.Ю. Комплекс автоматизированного расчёта характеристик реакторов на быстрых нейтронах//Сб. научных трудов. Выпуск № 4. Димитровград, 1996. С.55.
115. Шалумов А.С., Ваченко А.С., Фадеев О.А., Багаев Д.В. Введение в ANSYS. Прочностной и тепловой анализ: учебное пособие. Ковров: КГТА, 2008.
116. Саблин М.Н., Милешкина О.Ю., Шевяков А.Ю. (АО «ВНИИНМ»), Никулин А.С. (Университет науки и технологий «МИСИС»), Еремин С.Г., Набойщиков Ю.В., Посевин А.О. (АО «ГНЦ НИИАР») «Метод испытаний на стойкость к радиационно-термической ползучести при сжатии труб направляющих каналов из сплава Э635 для ТВС ВВЭР» // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. Выпуск №1 (122), 2024.С. 28-35.
117. Саблин М.Н., Никулин С.А., Ерёмин С.Г., Муралёва Е.М., Посевин А.О., Милешкина О.Ю., Астраханцев М.С. Влияние степени рекристаллизации на стойкость к формоизменению элементов тепловыделяющих сборок из сплава Э635 // Деформация и разрушение материалов. Москва, 2023. Выпуск № 7.С. 36-39.

ПРИЛОЖЕНИЕ



ЧМЗ
РОСАТОМ

ОРГАНИЗАЦИЯ АО «ТВЭЛ»

**Акционерное общество
«Чепецкий механический завод»
(АО ЧМЗ)**

ул. Белова, д. 7, г. Глазов,
Удмуртская Республика, 427622
Телефон (34141) 3-60-70
E-mail: chmz@rosatom.ru
ОКПО 07622265, ОГРН 1021801092158
ИНН 1829008035, КПП 183701001

№ 19-101/1222-Акт от 23.04.2025

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора –
технический директор АО ЧМЗ



С.В. Лоцицкий

2025 г.

АКТ

о практическом использовании результатов диссертационной работы Саблина Михаила Николаевича «Влияние структуры и термомеханической обработки на коррозию и радиационное формоизменение направляющих каналов из сплава Э635», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Результаты диссертационной работы Саблина М.Н. использованы для улучшения характеристик серийной продукции и внедрения в серийное производство новой продукции.

В том числе:

- внедрен режим промежуточного отжига ($T = 580_{-10}^{+15} \text{°C}$, $\tau = 3 \text{ ч} + 20 \text{ мин}$) труб направляющих каналов и центральных труб для ТВС ВВЭР-1000 ($\text{Ø}12,6 \times 10,9 \text{ мм}$, $\text{Ø}12,9 \times 10,9 \text{ мм}$ и $\text{Ø}13,0 \times 11,0 \text{ мм}$ из сплава Э635), а также труб направляющих каналов с гидротормозом ($\text{Ø}12,6 \times 11,24 \times 10,1 \text{ мм}$ из сплава Э635) для ТВС-КВАДРАТ, позволивший повысить их стойкость к коррозии и термической ползучести;

- внедрен режим финишного отжига труб направляющих каналов с гидротормозом ($\text{Ø}12,6 \times 11,24 \times 10,1 \text{ мм}$ из сплава Э635) для ТВС-КВАДРАТ при температуре $(610 \pm 10) \text{ °C}$ (3 часа + 20 мин), обеспечивающий получение полностью рекристаллизованного состояния материала труб и повышение их стойкости к радиационной ползучести;

- разработаны технические условия на трубы направляющих каналов с гидротормозом ($\text{Ø}12,6 \times 10,9 \times 8,8 \text{ мм}$ из сплава Э635) для ТВСА-Т ВВЭР-1000 (ТУ 001.419-2009) и техническая спецификация на трубы направляющих каналов с

гидротормозом ($\varnothing 12,6 \times 11,24 \times 10,1$ мм из сплава Э635) для ТВС-КВАДРАТ (ТС 001.466-2020) с измененными требованиями к коэффициенту ориентации гидридов в районе гидротормоза трубы. ТУ 001.419-2009 и ТС 001.466-2020 присвоена литера «О₁», что позволило осуществить постановку на серийное производство труб $\varnothing 12,6 \times 10,9 \times 8,8$ мм и $\varnothing 12,6 \times 11,24 \times 10,1$ мм из сплава Э635.

Начальник цеха №07, к.т.н.



А.Г. Зиганшин