



**«МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРА ОБЛУЧЁННОЙ  
НЕЙТРОНАМИ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТАЛИ 08X18H10T,  
ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ РКУ-ПРЕССОВАНИЯ»**

© В.К. Шамардин<sup>1</sup>, Т.М. Буланова<sup>1</sup>, А.А. Карсаков<sup>1</sup>, А.В. Обухов<sup>1</sup>, Л.А. Евсеев<sup>1</sup>, Е.П. Белан<sup>1</sup>, Р.З. Валиев<sup>2</sup>, Н.А. Еникеев<sup>2</sup>, И.В. Александров<sup>2</sup>, М.М. Абрамова<sup>2</sup>, А.К.Глушкова<sup>3</sup>

<sup>1</sup>. АО «Государственный научный центр - Научно-исследовательский институт атомных реакторов», г. Димитровград, Ульяновская обл., Россия

<sup>2</sup>. Уфимский Государственный авиационный технический университет, Уфа, Россия

<sup>3</sup>. Димитровградский инженерно-технологический институт –филиал федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» г. Димитровград, Ульяновская обл., Россия



## Введение

**К настоящему времени уже выявлены основные возможности по созданию новых материалов с требуемыми свойствами за счёт изменения их химического состава. Поэтому особое значение приобретает радикальное повышение свойств уже существующих материалов за счёт модификации их микроструктуры и фазового состояния.**

**Многообещающий путь реализации этого подхода является переход к использованию:**

- ультрамелкозернистых (УМЗ) материалов с величиной зерна от 100 нм до 500 нм;**
- наноструктурных материалов с величиной зерна  $\leq 100$  нм.**

**Технологически получение таких структур обеспечивается методами интенсивной пластической деформации (ИПД):**

- равноканальное угловое прессование (РКУП);**
- кручение под высоким давлением;**
- всесторонняя изотермическая ковка и др.**

**В процессе ИПД обеспечивается высокая плотность дислокаций, наличие неравновесных малоугловых и высокоугловых границ зёрен. Что позволяет изменить комплекс физико-механических свойств. Существует принципиальная возможность за счёт увеличения концентрации стоков в УМЗ-структурах минимизировать проявление таких явлений, как радиационное охрупчивание, радиационное распухание, инициированное облучением коррозионное растрескивание.**



## Введение (продолжение)

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

**Комплекс высоких механических свойств УМЗ материалов в совокупности с повышенной термической и радиационной стабильностью может сделать их весьма привлекательными для использования в реакторостроении, так что исследования радиационной стабильности УМЗ материалов имеют высокое научное и прикладное значение.**

**Основным материалом, используемым при изготовлении элементов активной зоны и внутрикорпусных устройств БН, а также водо-водяных реакторов являются аустенитные коррозионностойкие стали. Объём выполняемых исследований по влиянию нейтронного облучения на свойства аустенитных коррозионностойких сталей с УМЗ-структурой ограничен.**

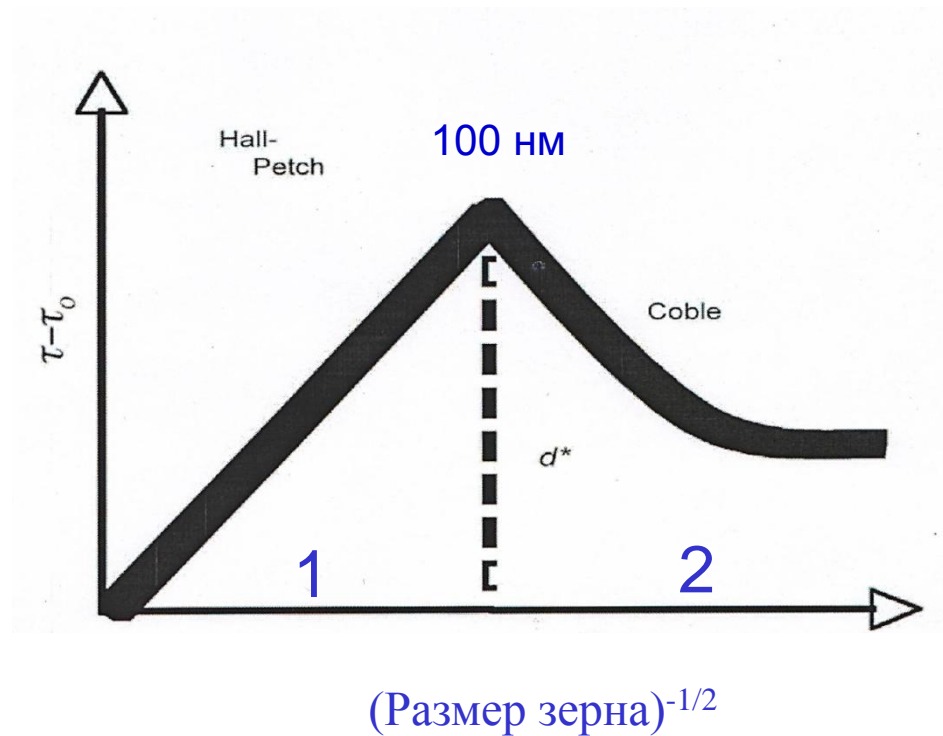
**В данной работе представлены результаты изучения влияния нейтронного облучения на свойства УМЗ стали 08X18H10T.**



# Изменение предела текучести в зависимости от размера зерна\*

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

Обобщенная модель зависимости предела текучести от величины зерна (схема)



	Механизмы деформирования
Область 1	- Скольжение дислокаций
Область 2	- Увеличение скорости диффузии по границам зёрен УМЗ и НС-материалов - Чувствительность к скорости деформации - Перестройка и миграция границ зёрен - Скольжение по границам зёрен

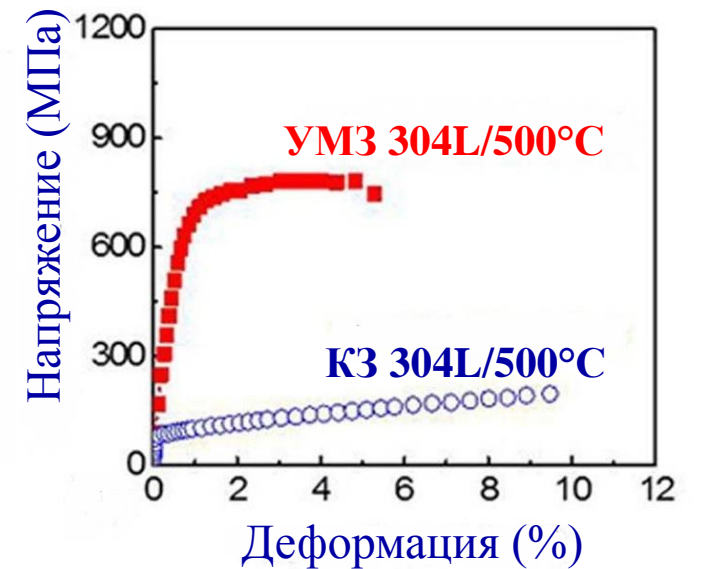
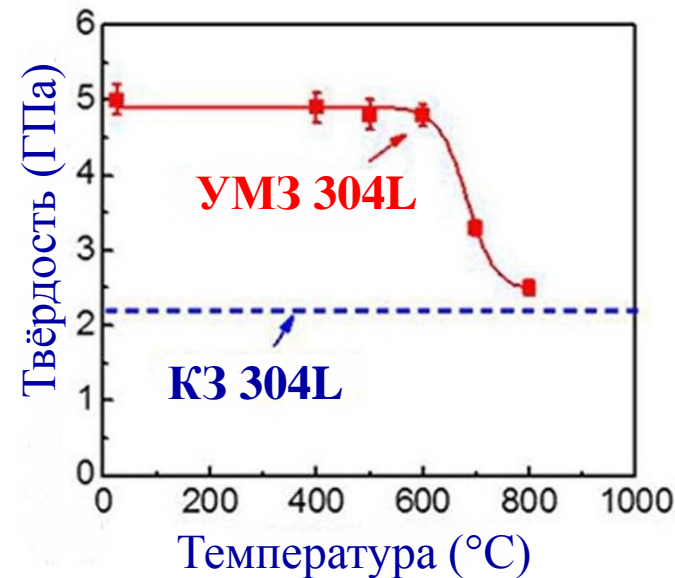
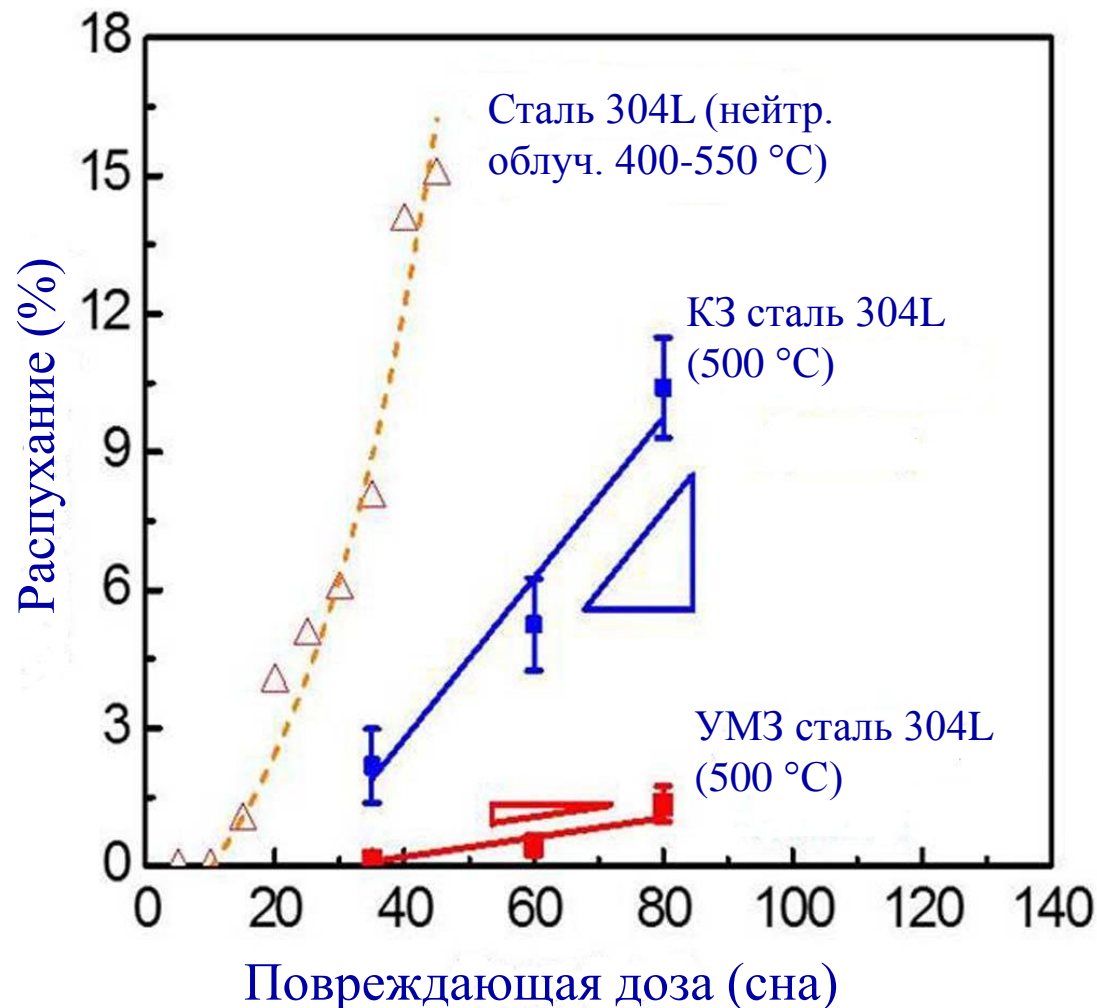
\*) “Nanomechanics of Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials”, C.S.Pande, K.P.Cooper



# Выявленные в процессе облучения ионами Fe (1,5 МэВ) эффекты в стали 304L УМЗ- и nano-структур (~100 нм) в сравнении с крупнозернистым (КЗ) (35 мкм) состоянием. \*)

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

- снижение величины распухания примерно в 10 раз при 80 сна;
- термическая стабильность упрочнения в УМЗ-и nano-структурах до 600°C;
- подавление формирования выделений  $M_{23}C_6$  из-за большого числа ВУГЗ.

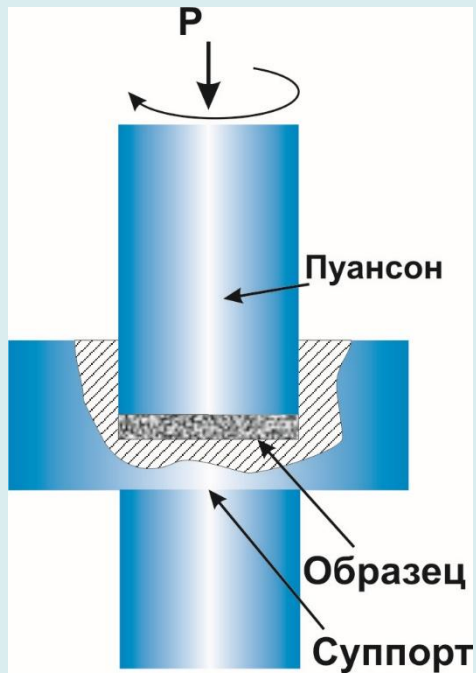




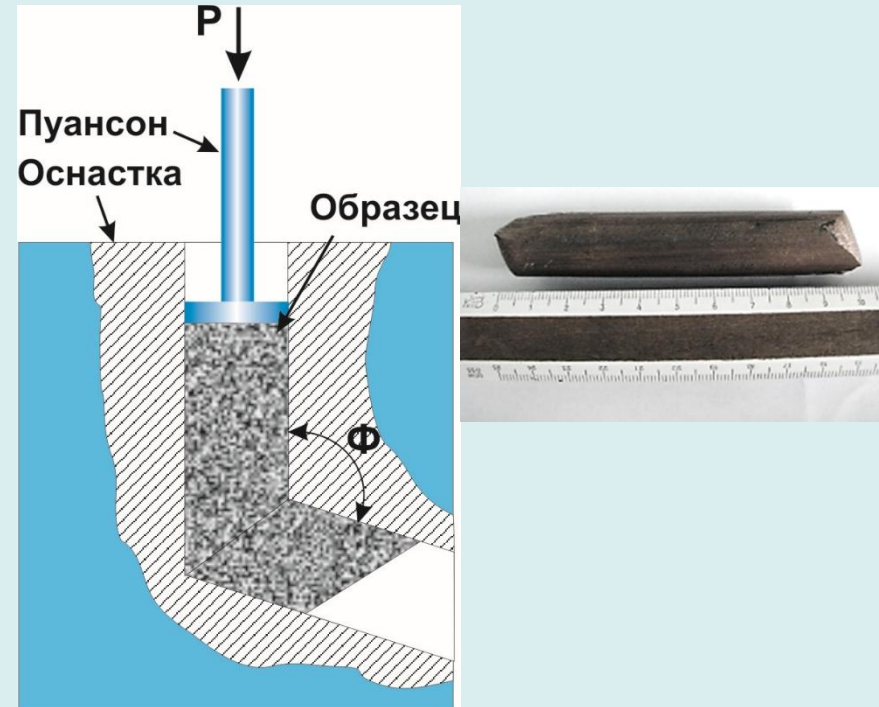
# Интенсивная пластическая деформация (ИПД)

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

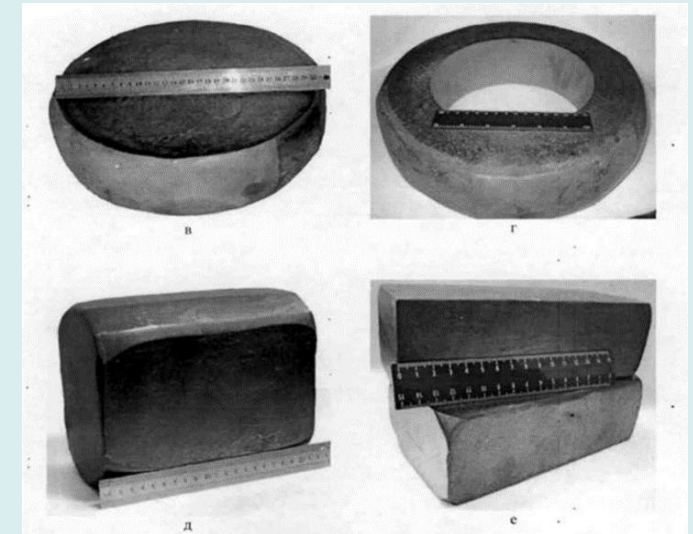
## Кручение под высоким давлением



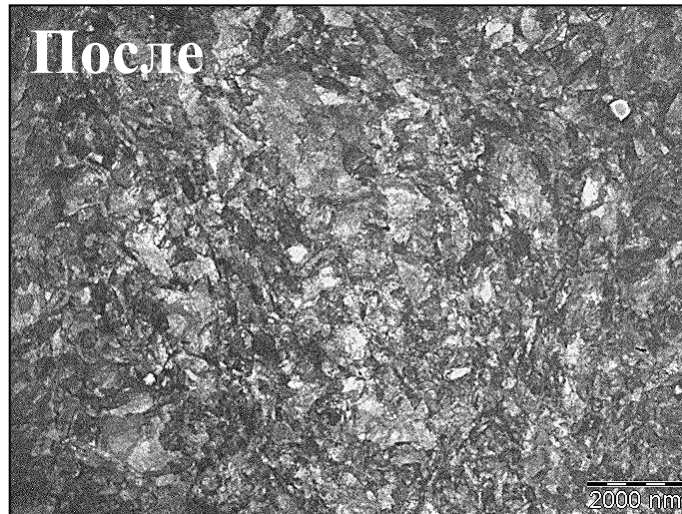
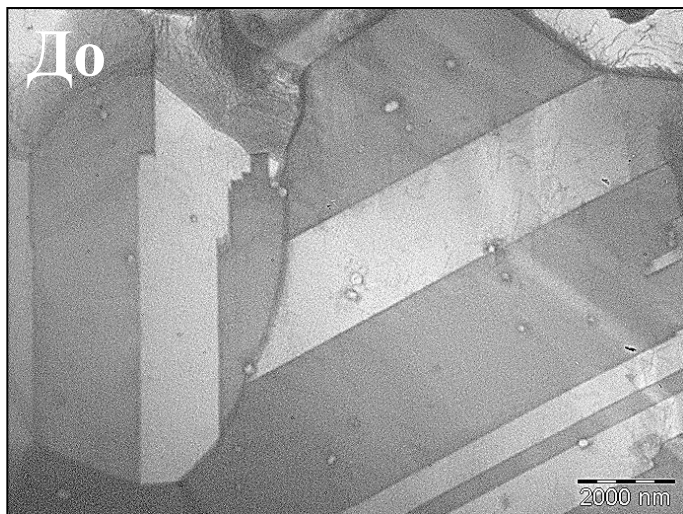
## Равноканальное угловое прессование



## Всесторонняя изотермическая ковка



## Микроструктура стали 08X18H10T до и после ИПД

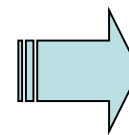
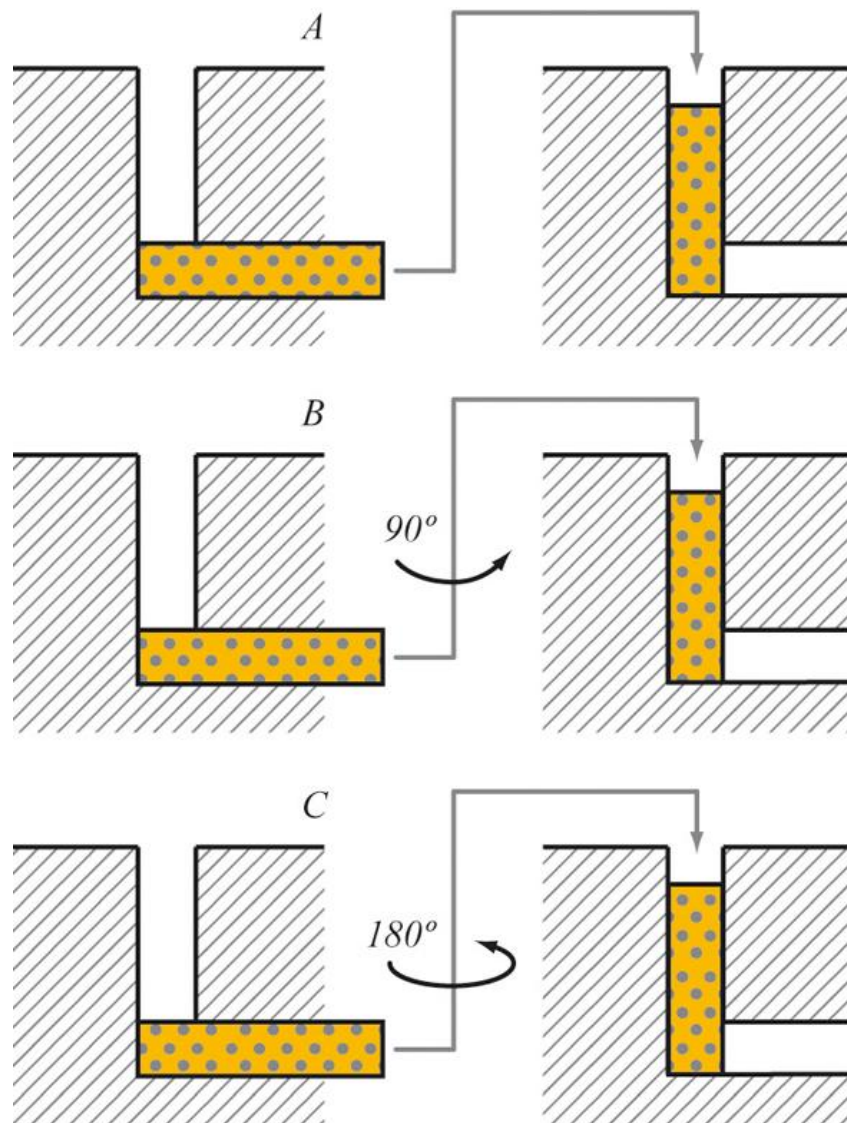
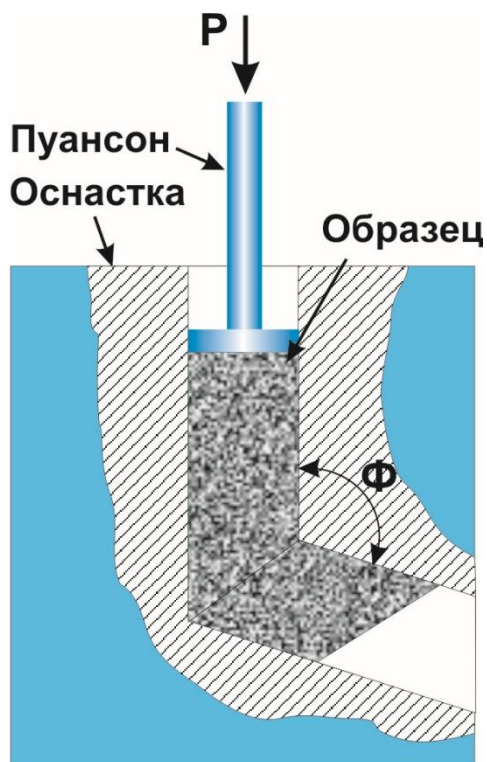




# Материалы и методики проведения исследований

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

Исследования проводились на материале (сталь 08X18H10T) в двух состояниях:  
-состоянии поставки (аустенизация 1050 °С, закалка в воде)  
-состоянии после ИПД методом равноканального углового прессования (РКУП).

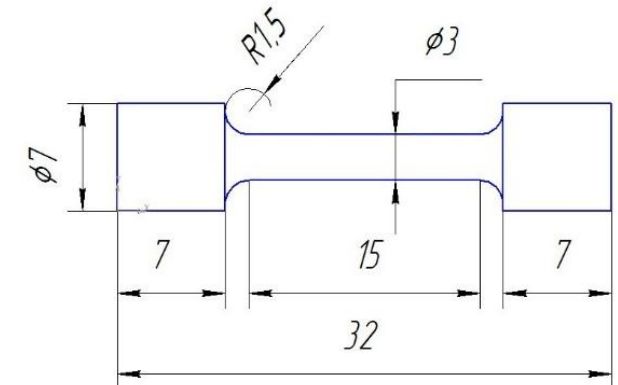


Вид заготовки полученной методом интенсивной пластической деформации

Итоговая степень деформации  $\epsilon \sim 7.1$

$$\epsilon = N \cdot \frac{2 \operatorname{ctg}(\phi/2)}{\sqrt{3}}$$

где  
N - число проходов,  
 $\phi$  - угол пересечения каналов.



Образец для испытаний на растяжение

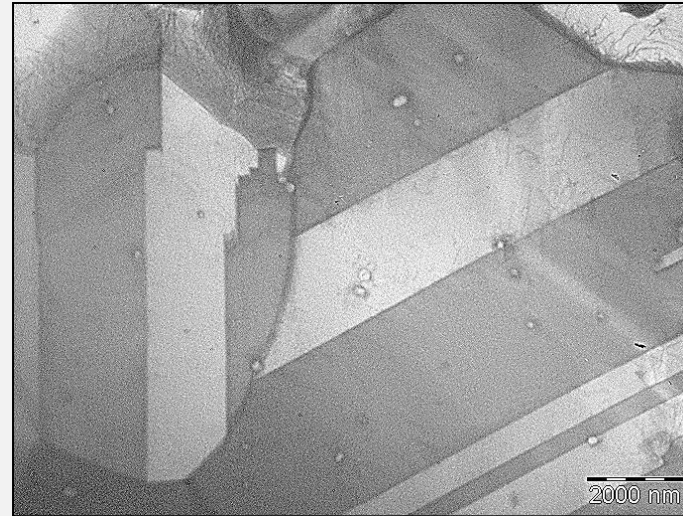
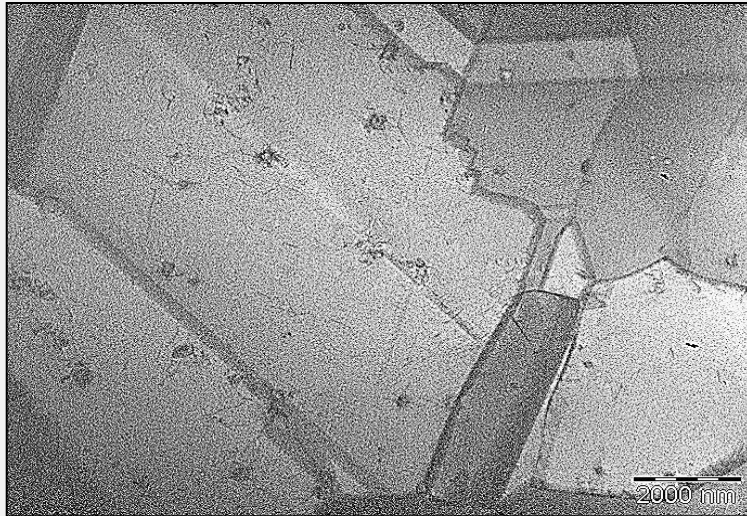
Прутки стали диаметром 10 мм и длиной 60 мм подвергались равноканальному угловому прессованию (РКУП) при температуре 400°С.

Схематическое изображение модификаций РКУП



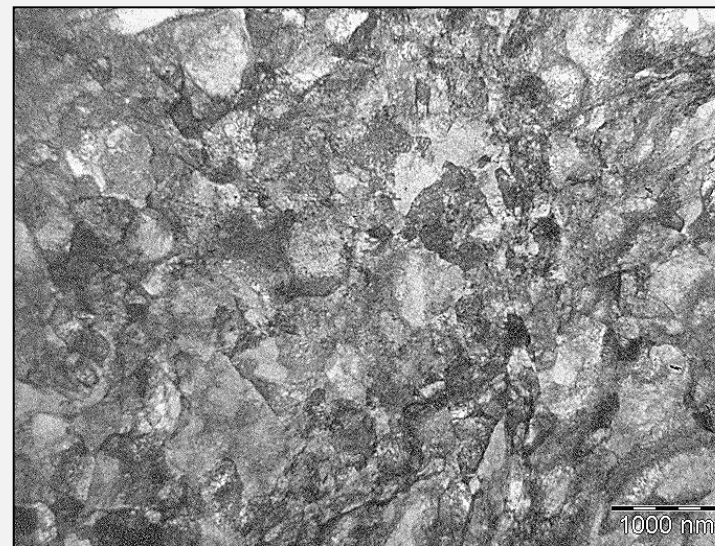
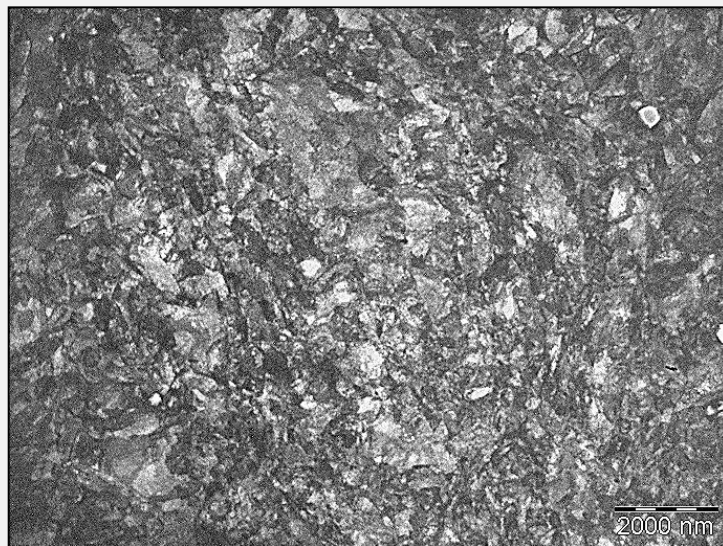
# Результаты исследования микроструктуры стали 08X18H10T в необлучённом состоянии

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»



Размер зерен ~70 мкм

Материал в состоянии поставки (СП).



Размер зерен ~200-300 нм

Материал в состоянии после РКУ-прессования.

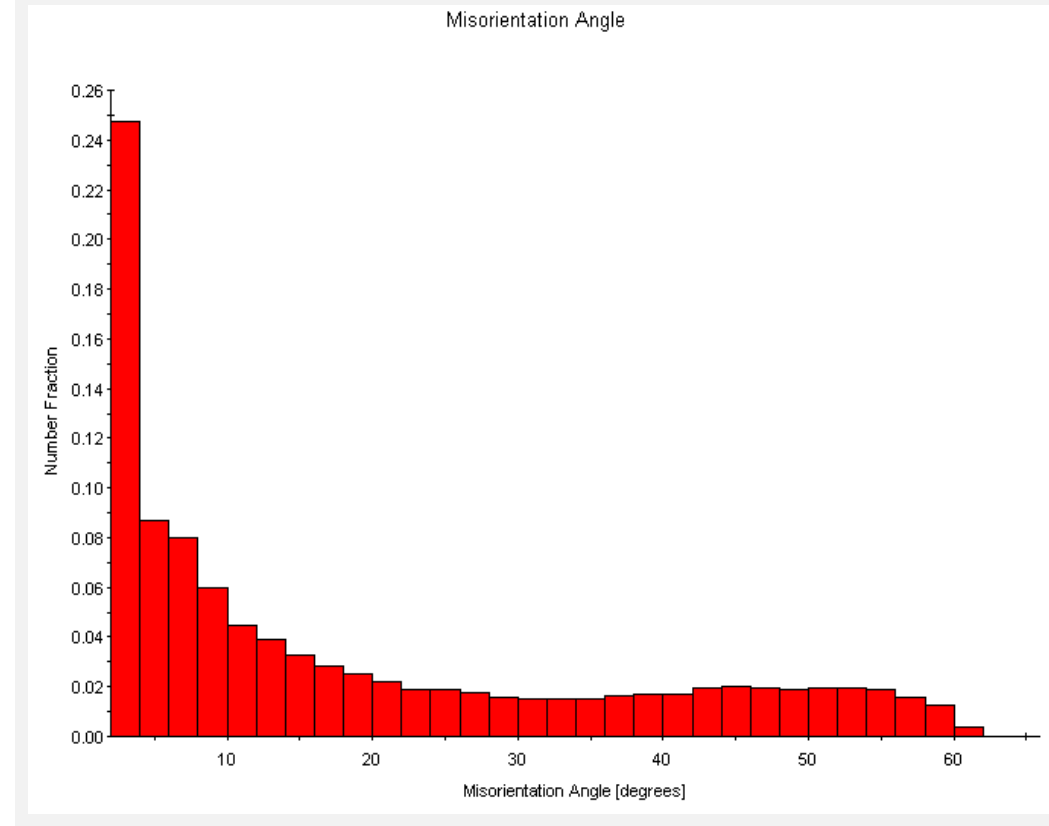
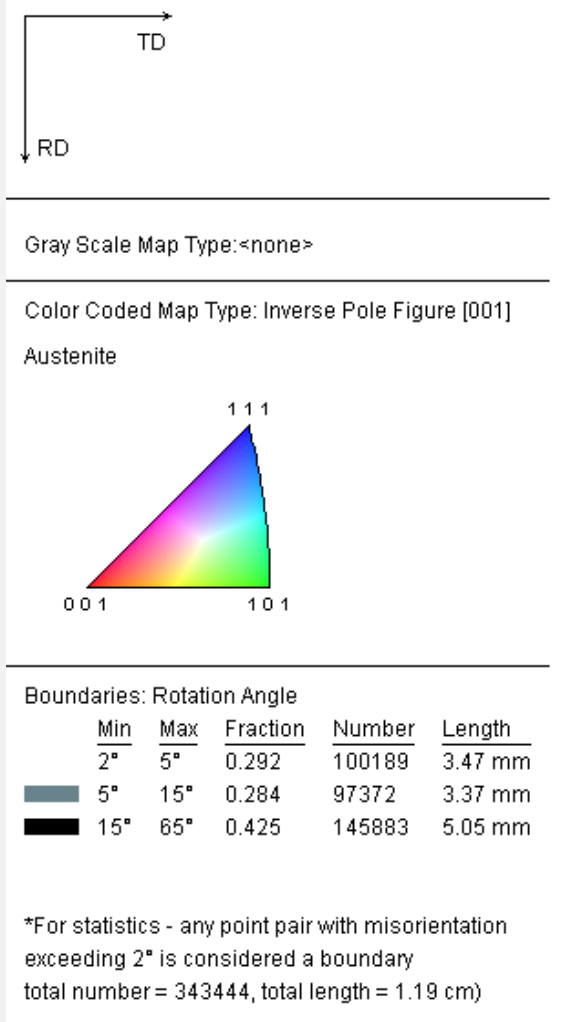
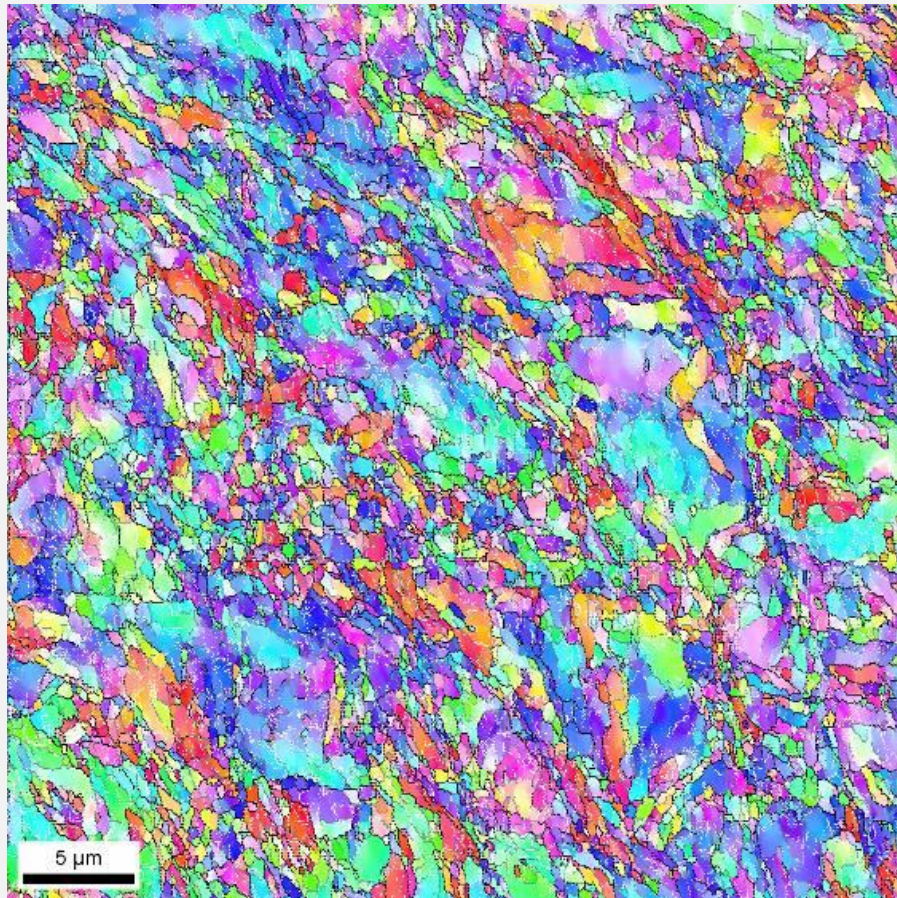




# Результаты исследования микроструктуры методом дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD)

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

Карта разориентировок зерен необлученной стали 08X18H10T после РКУП обработки. Метод EBSD.

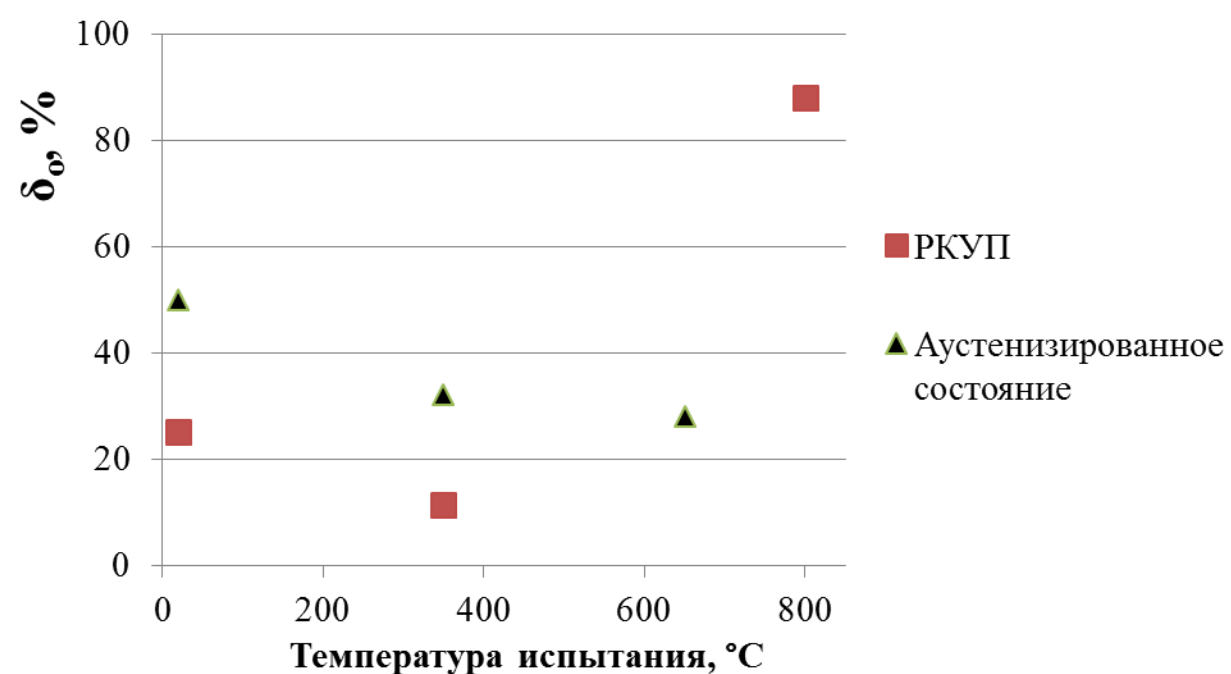
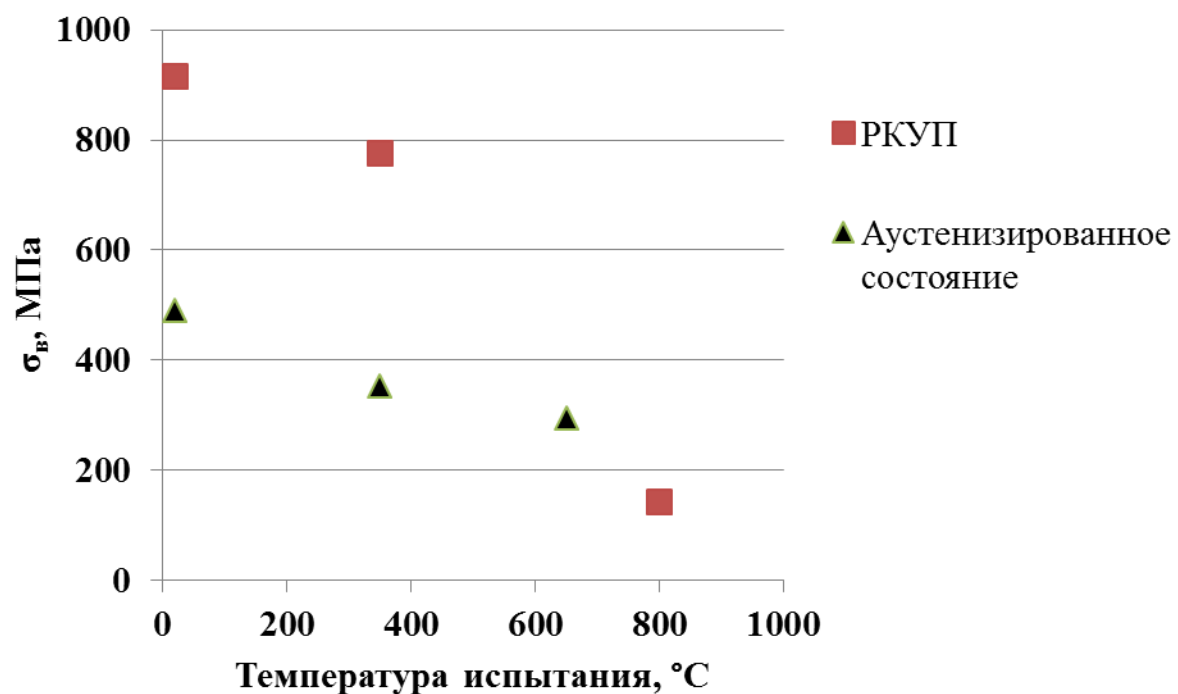


Распределение разориентировок зерен



# Результаты кратковременных механических испытаний на растяжение (без облучения)

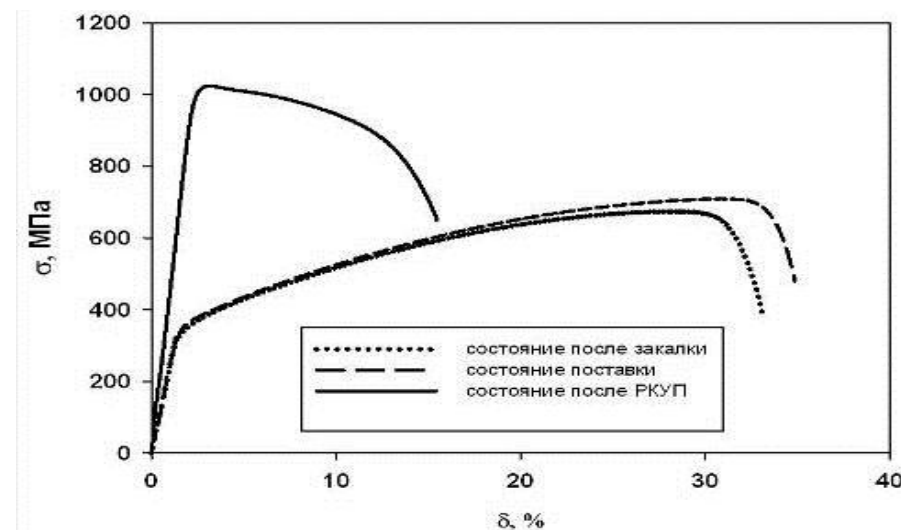
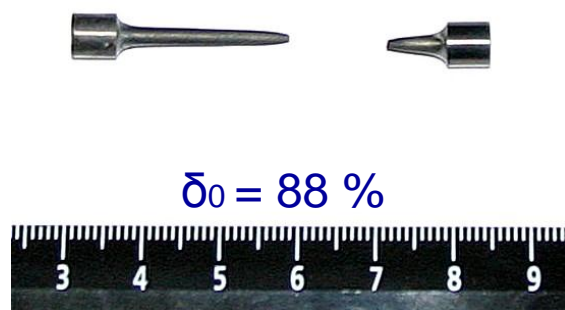
ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»



Зависимость предела прочности от температуры испытания

Зависимость общего относительного удлинения от температуры испытания

PKUP,  $T_{исп} = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$

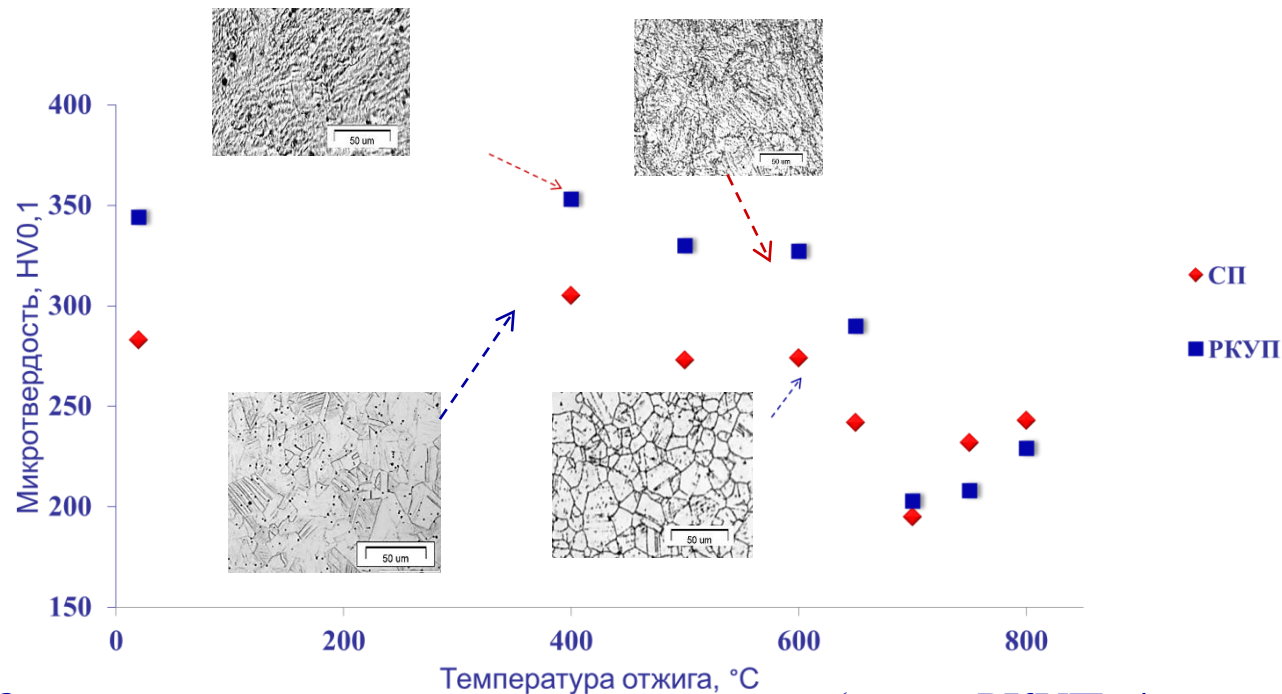


Инженерные кривые «Напряжение-деформация» стали 08X18N10T в состоянии аустенизации, и РКУП.

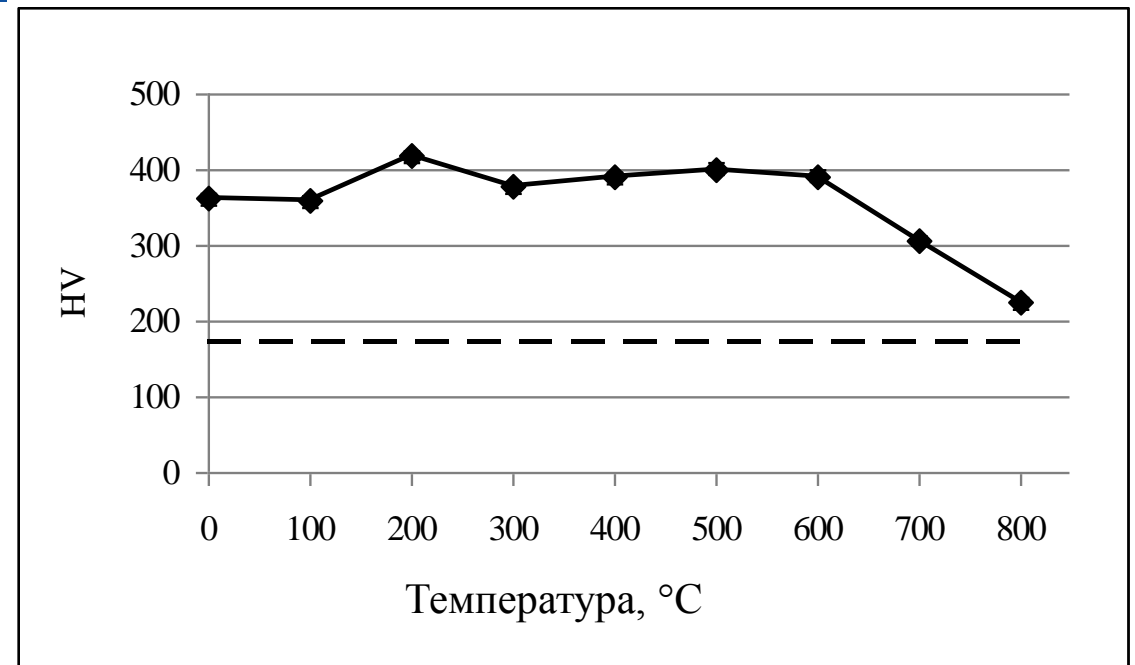


# Влияние температуры отжига на микротвердость

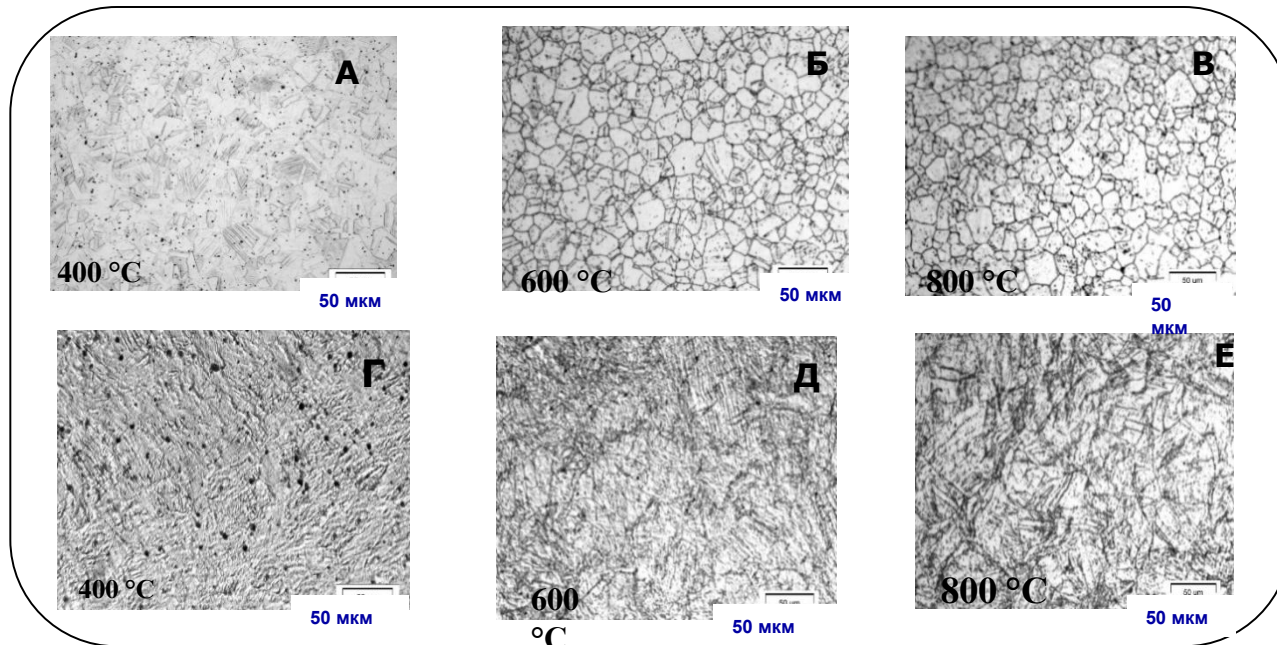
ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»



Зависимость микротвердости материала (после РКУП, 4 прохода) от температуры отжига образцов



Зависимость микротвердости образцов УМЗ-стали 08Х18Н10Т от температуры отжига (РКУП 8 проходов) - - - Пунктиром отмечен уровень свойств стали в состоянии до РКУП



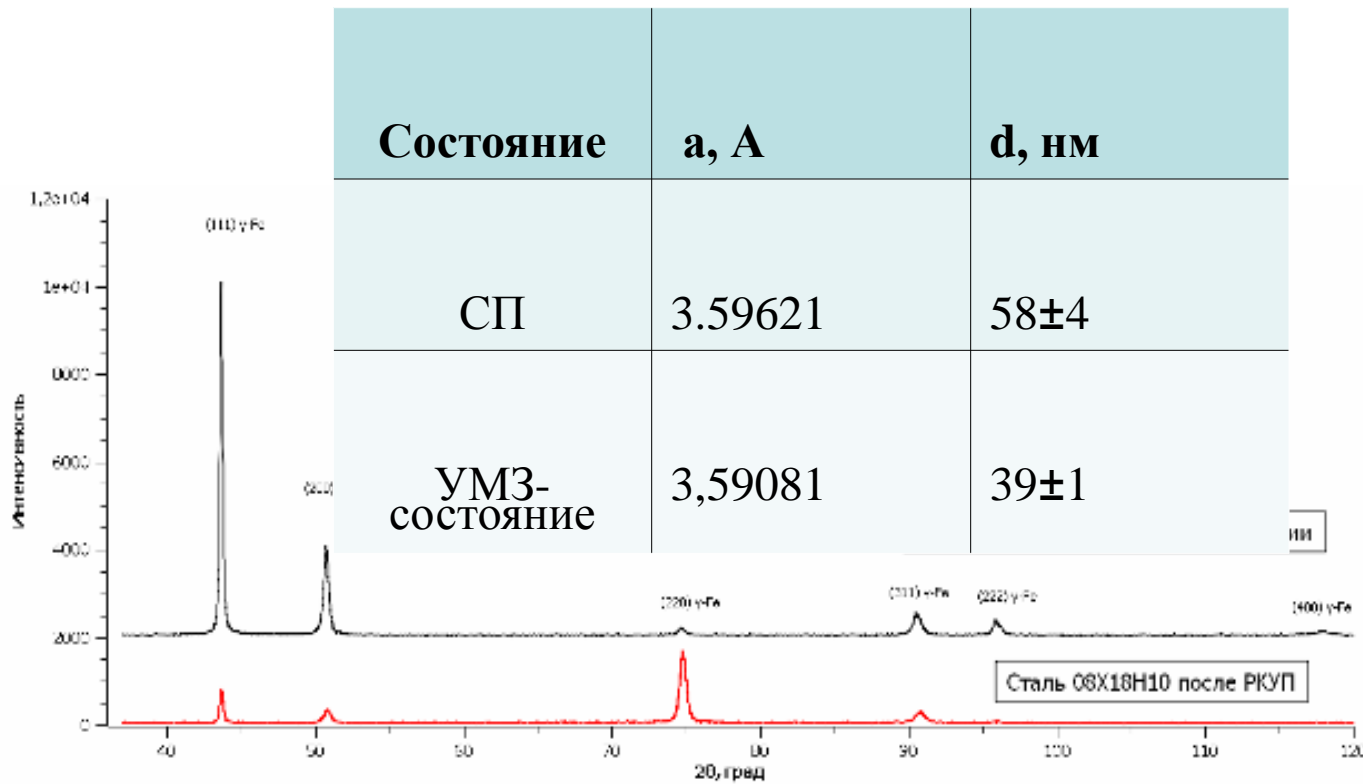
Микроструктура стали 08Х18Н10Т после отжига, где

- А – состояние поставки 400 °C;
- Б – состояние поставки 600 °C;
- В – состояние поставки 800 °C;
- Г – РКУП 400 °C ;
- Д – РКУП 600 °C;
- Е – РКУП 800 °C

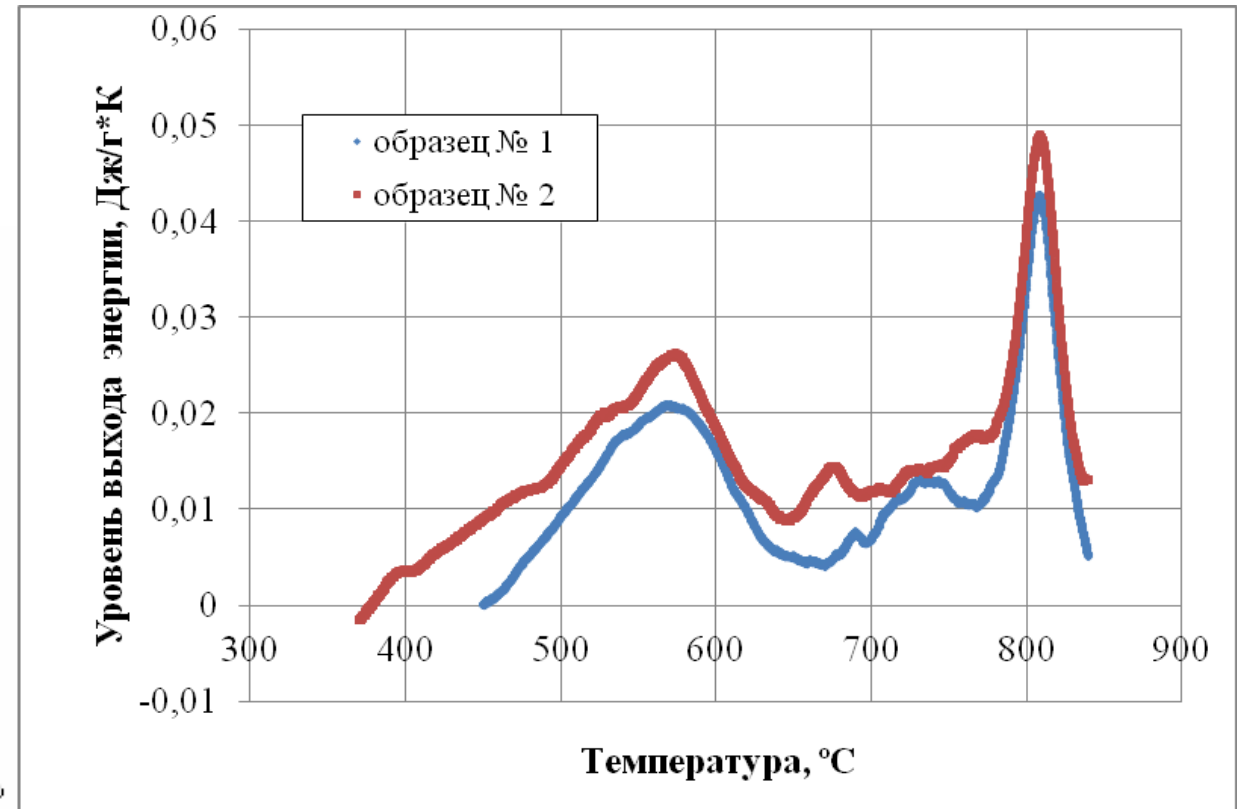


# Рентгеновские исследования и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»



Рентгенограммы стали 08X18N10Т в исходном и УМЗ состоянии.



Результаты измерения уровня выхода энергии при нагреве двух деформированных образцов стали ( $v_{\text{нагр}}=20^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$ )



# Режимы облучения образцов в реакторе БОР-60 и СМ-3

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

Таблица 1. Режимы облучения образцов в реакторе БОР-60 и СМ-3

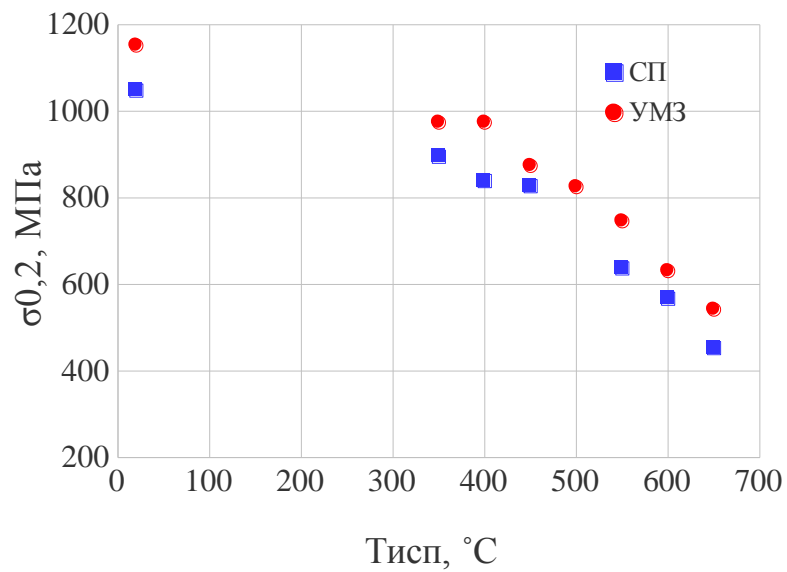
№	Температура облучения, °С	Повреждающая доза, сн	Тип образцов
1	350 °С	5 сн	Образцы для механических испытаний
2	350 °С	12 сн	- Образцы для механических испытаний - Диски для ТЭМ
3	450 °С	15 сн	Образцы для механических испытаний
4	100 °С (реактор СМ-3)	~50 сн	Образцы для механических испытаний



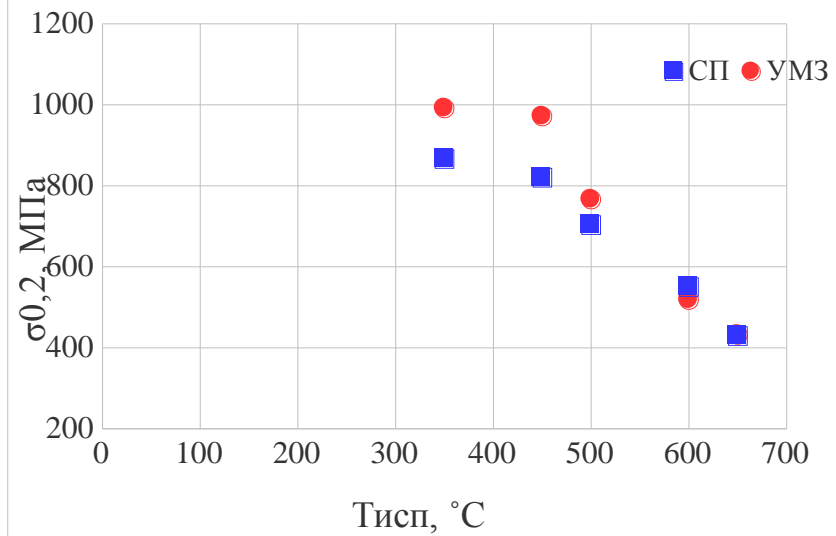
# Результаты кратковременных механических испытаний на растяжение после облучения в реакторе БОР-60

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

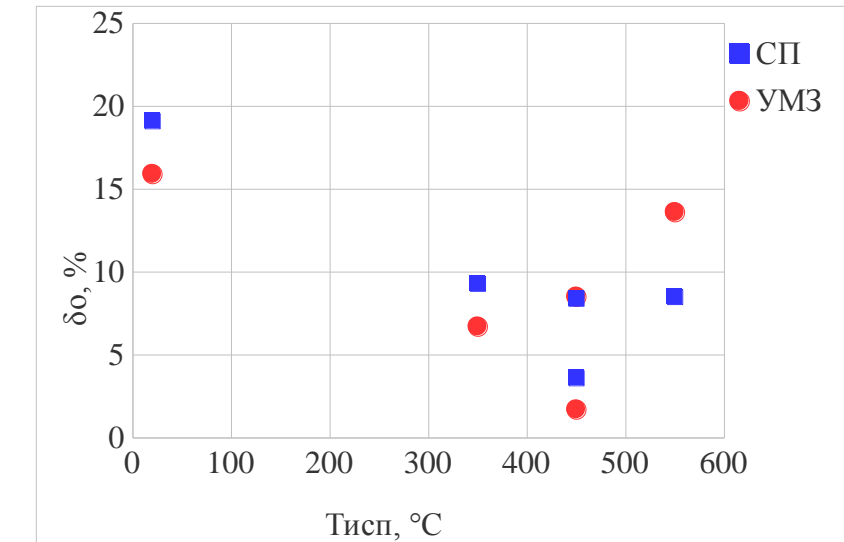
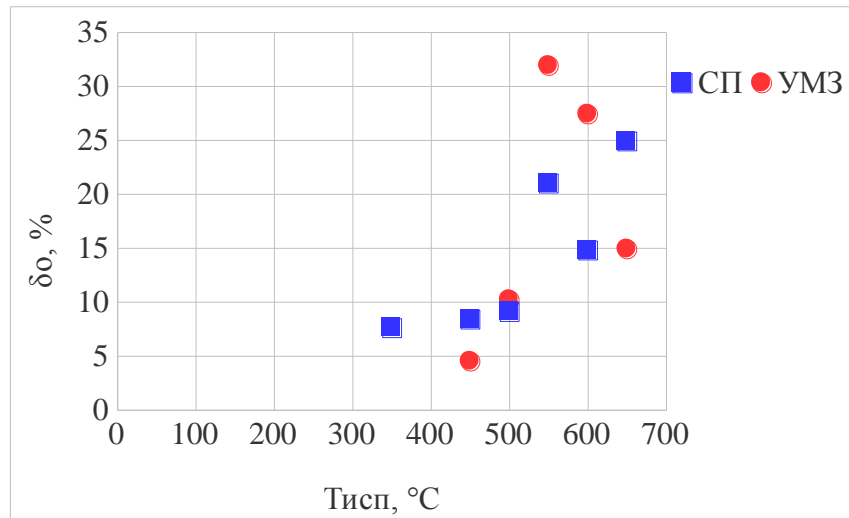
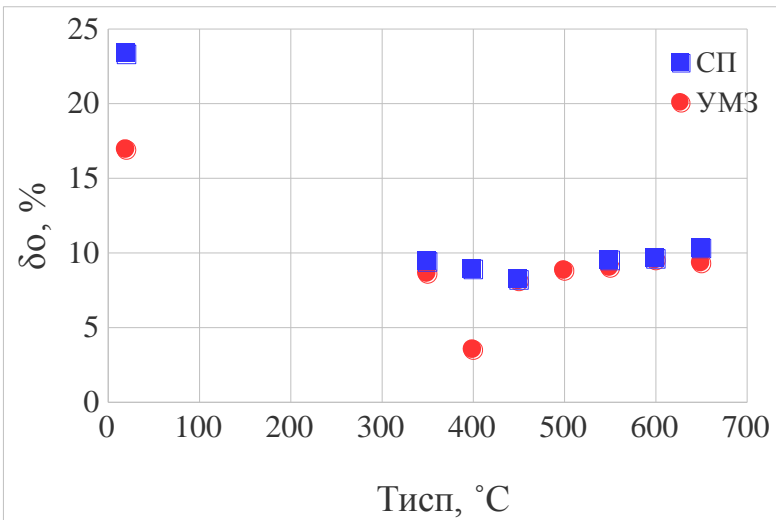
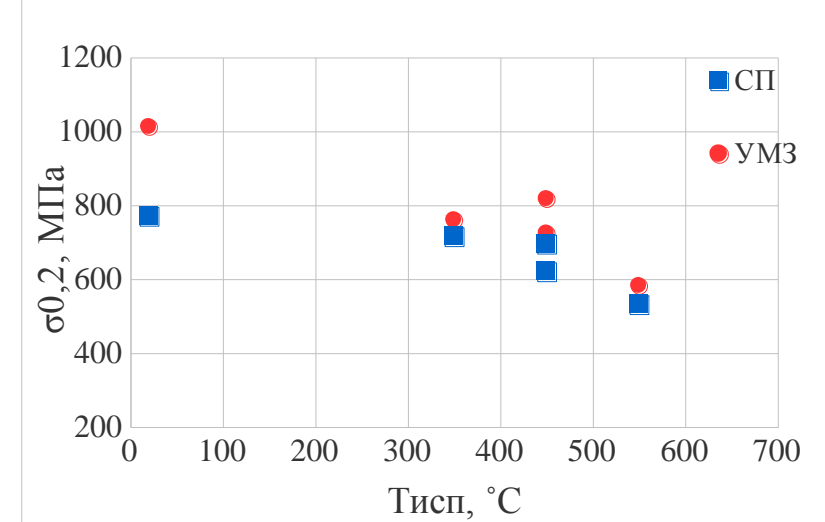
БОР-60,  $T_{\text{обл}}=350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 5 сна



БОР-60,  $T_{\text{обл}}=350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 12 сна



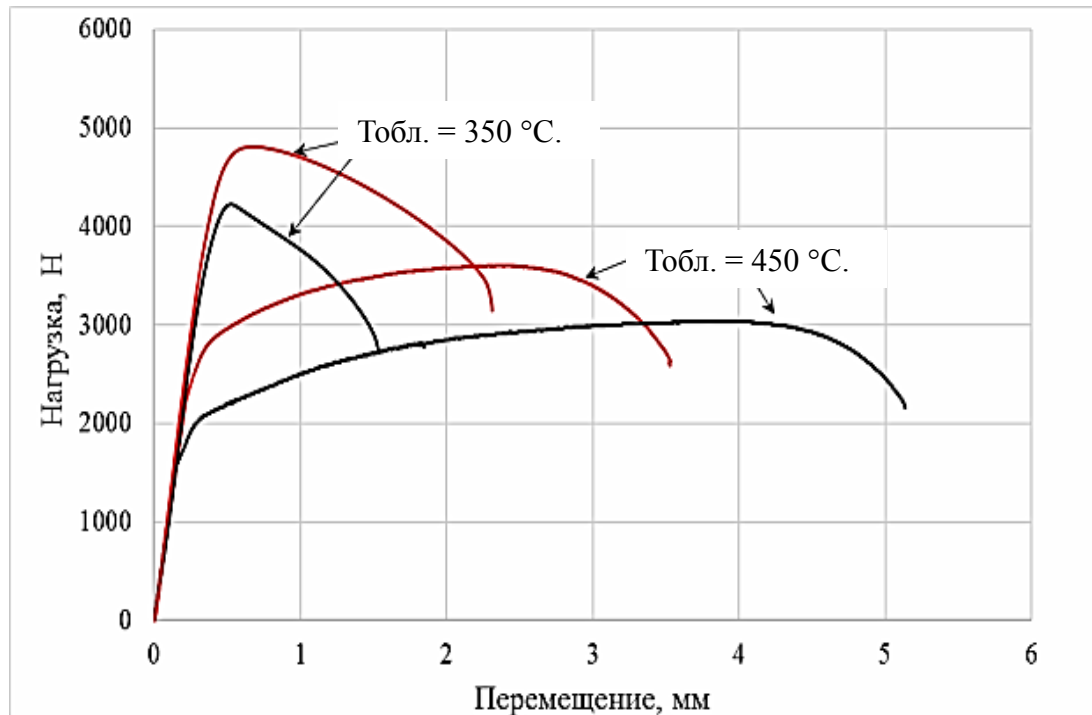
БОР-60,  $T_{\text{обл}}=450\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 15 сна



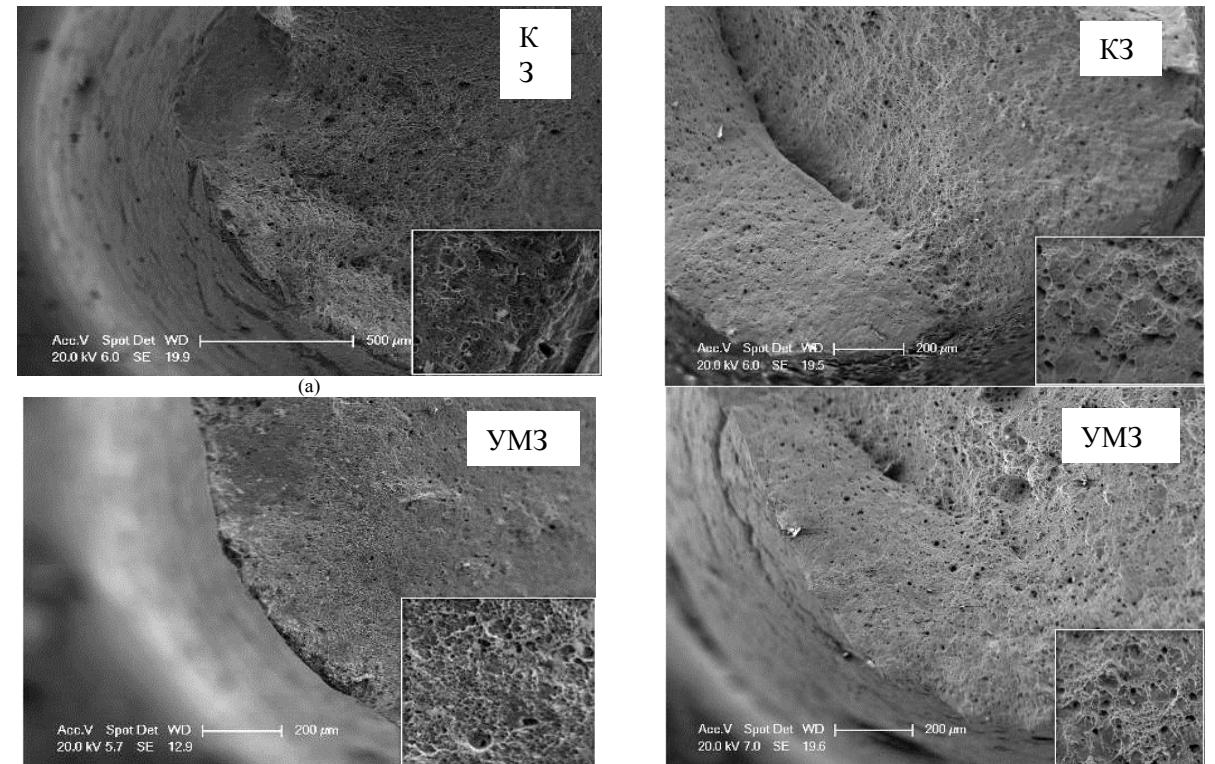


# Фрактография

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»



Диаграммы растяжения образцов стали 08X18N10T ( $T_{исп.} = 550^\circ\text{C}$ ), облучённых при температуре  $\sim 350^\circ\text{C}$  дозой 12 сна и  $\sim 450^\circ\text{C}$  дозой 15 сна в УМЗ-состоянии (красный цвет) и крупнозернистом (чёрный цвет).



$T_{обл.} = 450^\circ\text{C}$

$T_{обл.} = 350^\circ\text{C}$

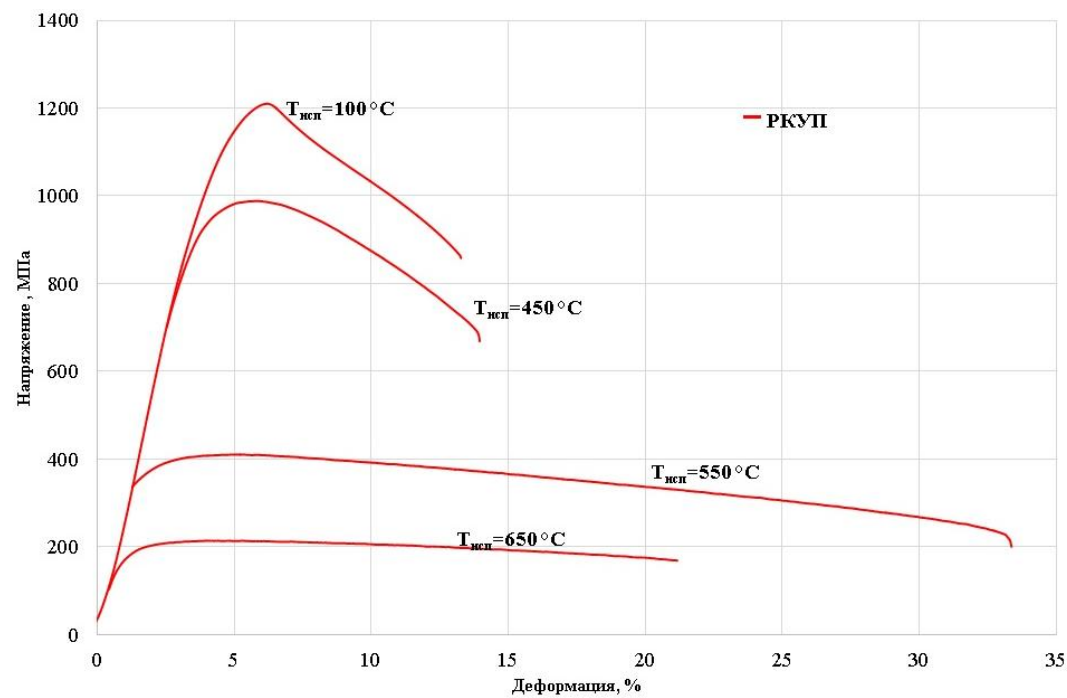
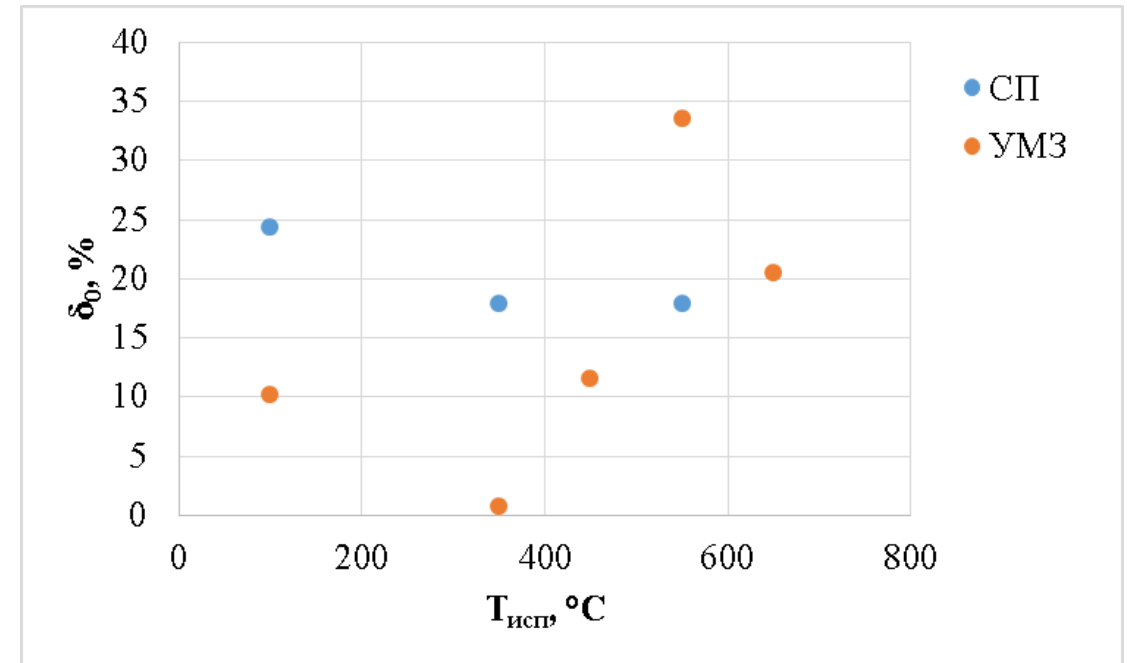
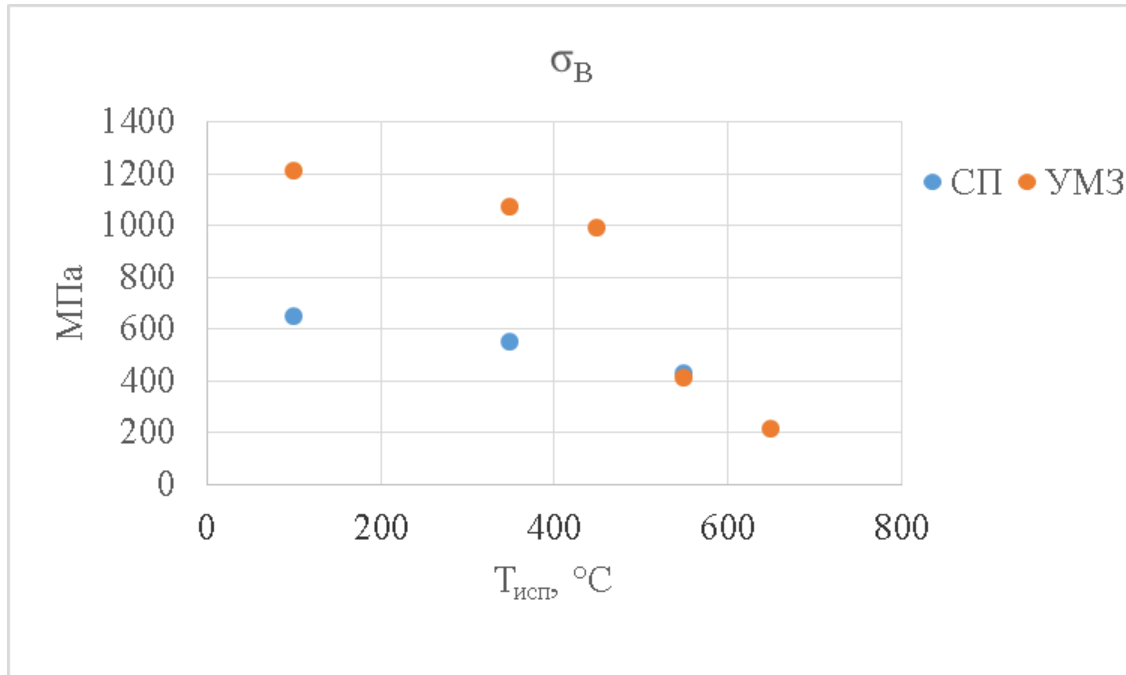
Микрорельеф поверхности разрушения,  $T_{исп.} = 500^\circ\text{C}$

**Ямочный микрорельеф поверхности разрушения образца облучённого при температуре  $450^\circ\text{C}$  характеризуется более высоким размером, чем при температуре облучения  $350^\circ\text{C}$**

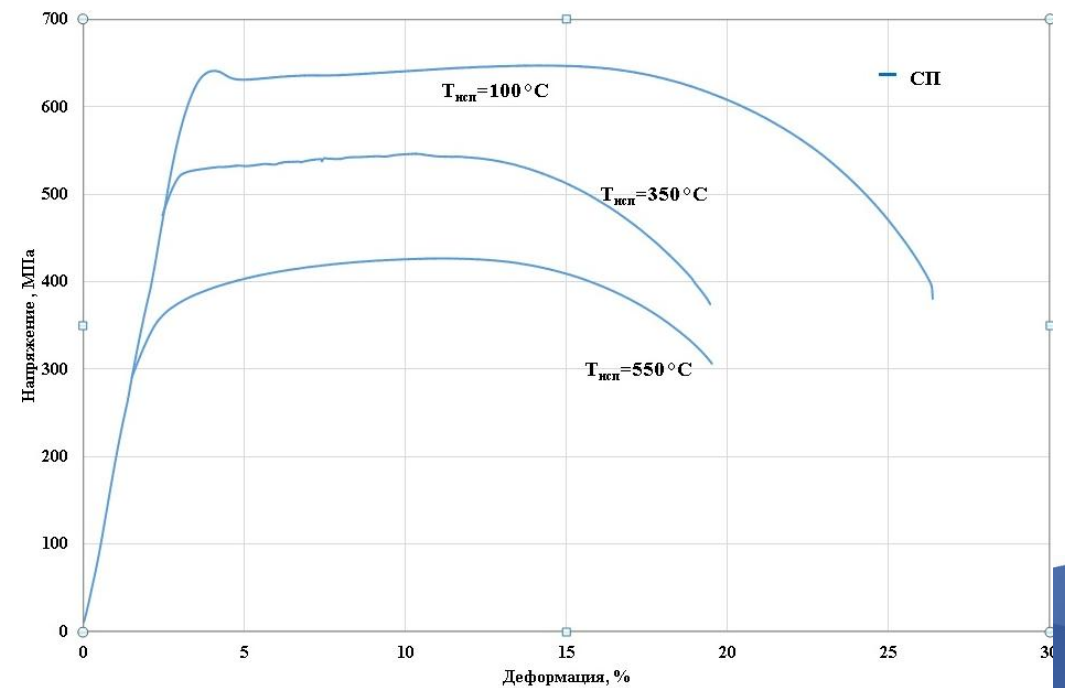


# Диаграммы растяжения (0,1 мм/мин) после облучения в СМ-3 при 100 °С до ~50 снв

ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»



УМЗ состояние



КЗ состояние



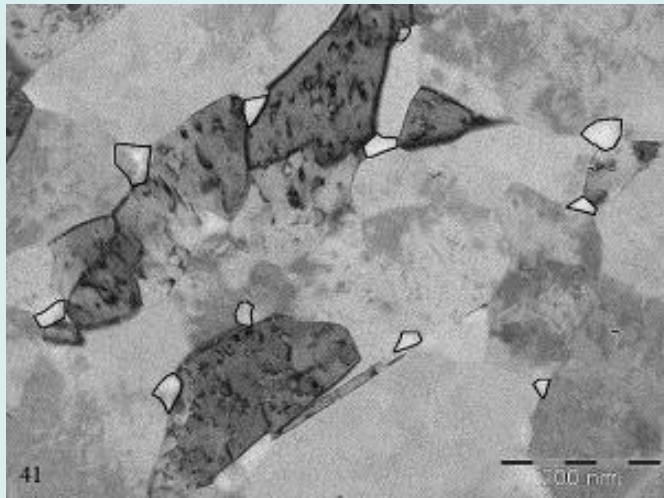


## ТЭМ-исследования микроструктуры (БОР-60, $T_{\text{обл}}=350\text{ }^{\circ}\text{C}$ )

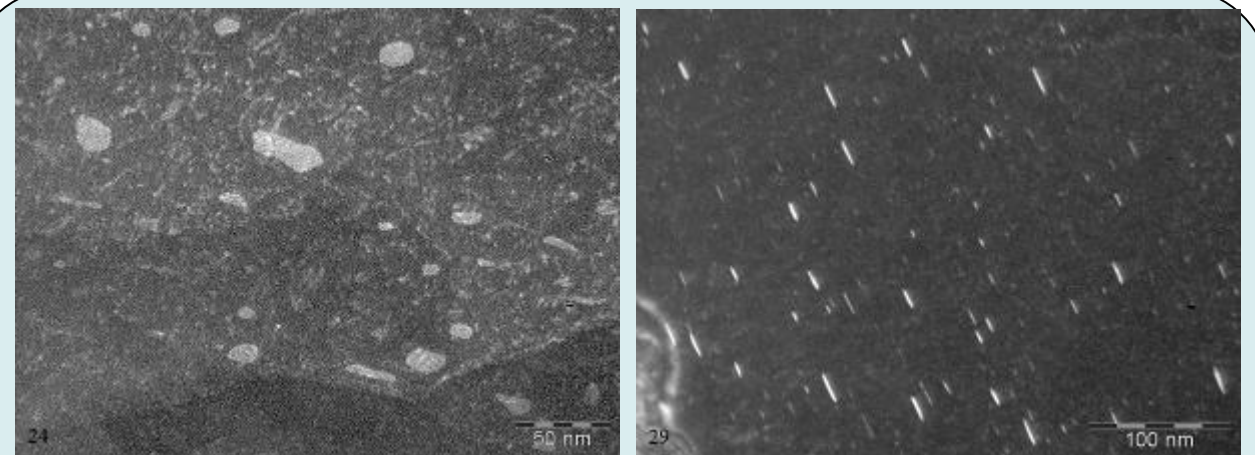
ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

Таблица 2. Средний диаметр и концентрация петель Франка в облучённых образцах.

Сечение	Средний диаметр, <u>нм</u>	Концентрация, м-3
Состояние поставки	10	$(3,3\pm 0,8)\cdot 10^{22}$
РКУП продольное	9	$(2,4\pm 0,6)\cdot 10^{22}$
РКУП поперечное	9	$(3,0\pm 0,7)\cdot 10^{22}$



Выделения  $\alpha$ -фазы. На рисунке частицы  $\alpha$ -фазы для лучшей видимости обведены чёрным контуром.



поперечное

Петли Франка в облучённой (при  $T=350^{\circ}\text{C}$ , доза  $\sim 12$  сна) стали 08X18N10T в УМЗ состоянии.



1. Впервые проведён эксперимент по нейтронному облучению образцов стали 08X18H10T в УМЗ – состоянии (в сравнении со сталями в крупнозернистом состоянии) в реакторе БОР-60 (при облучении 350 °С повреждающей дозой 5, 12 сна и 450 °С повреждающей дозой 15 сна) и СМ-3 (до 50 сна)
2. Показано, что уменьшение величины зерна до 200-300 нм после РКУ-прессования приводит к значительному увеличению прочностных характеристик при температурах до 600 °С. При этом пластичность ( $\delta_0$ ) остается на уровне 10 - 14%. При температурах испытания начиная с 600 °С значения прочностных характеристик приближаются к значениям сталей в крупнозернистом состоянии.
3. Показана чувствительность УМЗ-стали в облученном состоянии к скорости деформирования с 1 мм/мин до 0,1 мм/мин, что свидетельствует об увеличении вклада диффузионного механизма в процесс деформирования.
4. Обнаружен эффект повышенной пластичности в УМЗ-стали по сравнению с крупнозернистым состоянием:
  - при 800 °С и скорости деформирования 1мм/мин в необлучённом состоянии;
  - при температурах 550 °С скорости деформирования 0,1 мм/мин в облучённом состоянии.



- 5. При всех заданных в работе условиях облучения экспериментально обнаруживается радиационное упрочнение стали в УМЗ-состоянии, величина которого зависит от температуры облучения и испытания и сохраняется до температуры испытания 650 °С.**
- 6. Установлено, что концентрация дислокационных петель в структуре облучённой (350 °С, 12 сна) УМЗ-стали 08X18H10T в 2 - 3 раза меньше в сравнении с крупнозернистым состоянием. В структуре УМЗ-стали в тройных стыках зёрен отмечено образование наночастиц альфа-железа (размер не более 50 нм).**
- 7. Полученные результаты показывают необходимость продолжения комплексных послереакторных исследований УМЗ материалов для обоснования возможности их использования в реакторостроении.**



ПРЕДПРИЯТИЕ ГОСКОРПОРАЦИИ «РОСАТОМ»

**БЛАГОДАРЮ ЗА ВНИМАНИЕ!**