

ТЕРМИЧЕСКАЯ СТОЙКОСТЬ СТАЛЕЙ С ПОВЫШЕННЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ ПРОЧНОСТИ ДЛЯ КОРПУСОВ ПЕРСПЕКТИВНЫХ РЕАКТОРОВ ВВЭР РАЗЛИЧНЫХ ПРОЕКТОВ

Е.А. Кулешова^{*,}, И.В. Федотов^{*}, Д.А. Мальцев^{*}, М.Г. Исаенкова^{**},
О.А. Крымская^{**}, Р.А. Минушкин^{**}**

^{*} НИЦ «Курчатовский институт»

123182, Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, 1

^{**} НИЯУ МИФИ

115409, Россия, Москва, Каширское шоссе, 31



Рассмотрены результаты структурных исследований и механических испытаний после длительного теплового воздействия лабораторных плавок металлургически усовершенствованной стали 15Х2НМФА и стали с повышенным содержанием никеля, рассматриваемых в качестве материалов корпусов перспективных реакторов ВВЭР различных проектов. Показано, что как для усовершенствованной стали 15Х2НМФА, так и для высоконикелевой стали отсутствуют признаки зернограничного охрупчивания после проведения термообработки, провоцирующей охрупчивание, что связано с очень низкой зернограничной сегрегацией фосфора в исходном состоянии, обусловленной повышенной дисперсностью структуры, а также достаточно низким содержанием примесей. Кроме того, для усовершенствованной стали 15Х2НМФА не выявлено изменения предела текучести, что согласуется с результатами структурных исследований. Для высоконикелевой стали в результате длительного теплового воздействия выявлена тенденция к небольшому снижению предела текучести на 5 – 10% и закономерному снижению критической температуры хрупкости. Снижение механических характеристик связано с относительно низкой температурой высокого отпуска высоконикелевой стали и, соответственно, возможным протеканием процессов доотпуска структуры при длительном тепловом воздействии, о чем свидетельствуют результаты рентгеноструктурных исследований. Несмотря на протекание процессов доотпуска в высоконикелевой стали при длительном тепловом воздействии сохраняется стабильность основных упрочняющих карбидных фаз, за счет чего предел текучести остается на достаточно высоком уровне, превышающем значения для используемых сталей корпусов реакторов ВВЭР даже при тепловом воздействии с параметрами, значительно превосходящими предполагаемые условия эксплуатации корпусов перспективных ВВЭР. При этом снижение критической температуры хрупкости при тепловом воздействии лишь способствует повышению стойкости стали против хрупкого разрушения при эксплуатации.

Ключевые слова: стали корпусов реакторов, высоконикелевая сталь, механические характеристики, характеристики структуры, отпускная хрупкость, термическая стойкость.

Кулешова Е.А., Федотов И.В., Мальцев Д.А., Исаенкова М.Г., Крымская О.А., Минушкин Р.А. Термическая стойкость сталей с повышенными характеристиками прочности для корпусов перспективных реакторов ВВЭР различных проектов. // Известия вузов. Ядерная энергетика. – 2023. – № 2. – С. 93-106. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2023.2.08> .

ВВЕДЕНИЕ

Развитие ядерной энергетики России предполагает повышение эффективности наиболее распространенных реакторов типа ВВЭР за счет увеличения срока их службы, модернизации активной зоны (регулирования спектра нейтронов) и повышения параметров теплоносителя [1]. Это непременно сопряжено с ужесточением условий эксплуатации и повышением требований к материалу корпуса реактора (КР), поэтому необходимо применение материалов с более высокими служебными характеристиками [2].

Увеличение содержания никеля в низкоуглеродистых сталях является эффективным способом комплексного повышения как прочностных, так и вязко-пластических характеристик стали, что имеет предпосылки улучшения механических характеристик сталей современных КР [2, 3]. Однако накопленный опыт исследований сталей корпусов реакторов ВВЭР показывает, что при определенных условиях увеличение содержания Ni приводит к повышению темпа их термического и радиационного охрупчивания [4, 5]. В частности, Ni усиливает зернограничную сегрегацию фосфора, что приводит к снижению когезивной прочности границ зерен и приводит к повышению критической температуры хрупкости T_K за счет снижения напряжения хрупкого межзеренного разрушения ν [4]. Однако известно, что ограничение содержания отдельных легирующих элементов и высокая чистота по примесным элементам способствуют повышению термической и радиационной стойкости высоконикелевых сталей [6, 7]. В связи с этим для КР перспективных ВВЭР различных проектов разрабатываются стали на базе стали 15X2НМФА, удовлетворяющие категории прочности (КП) 50 – 55, и высоконикелевые стали с содержанием никеля до 4 – 5 масс.%, удовлетворяющие КП 65+ [2]. Для подтверждения возможности применения данных сталей в качестве материалов КР перспективных ВВЭР различных проектов требуется подтверждение их термической стойкости, в частности, приемлемой стойкости против зернограничного охрупчивания в предполагаемых условиях эксплуатации.

Ранее в [8, 9] было исследовано структурно-фазовое состояние высоконикелевых сталей и установлены структурные критерии, способствующие повышению их прочностных свойств, а также низкому значению критической температуры хрупкости в исходном состоянии.

В данной работе приведены и проанализированы результаты проведенных в НИЦ «Курчатовский институт» комплексных исследований и механических испытаний лабораторных плавок разработанных АО «НПО ЦНИИТМАШ» сталей КР перспективных ВВЭР с повышенной категорией прочности, подвергнутых длительному тепловому воздействию.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Материалы

Проведены сравнительные исследования разработанных АО «НПО ЦНИИТМАШ» стали 15X2НМФА класс 1 (в качестве референтной стали), металлургически усовершенствованной стали 15X2НМФА и высоконикелевой стали различных лабораторных плавок. Особенностью данных сталей является очень низкое содержание примесей, масс. %: P (< 0,005), S (< 0,003) и Cu (0,01 – 0,003) при суммарном содержании карбидообразующих элементов Cr+Mo+V+Nb 2,0 – 3,0 масс. %.

В таблице 1 приведены характеристики исследованных сталей. При этом режим штатной термообработки высоконикелевой стали отличается более низкой температурой высокого отпуска, чем для сталей типа 15X2НМФА.

Таблица 1

Характеристика исследованных материалов

Сталь	Индекс	Плавка	Категория прочности	Содержание Ni, масс. %	Размер зерна, мкм
15X2НМФА класс 1	ОМ-0	–	КП45	1,18	35
Усовершенствованная 15X2НМФА	ОМ-1	–	КП50-55	1,57	8
Высоконикелевая сталь	ОМ-2	№1	КП65+	4,07	7 – 12
		№2		5,26	
		№3 – №6		5,0 – 5,6	

Для оценки стойкости исследованных сталей против зернограничного охрупчивания в результате развития отпускной хрупкости второго рода [7], а также для оценки стабильности их структурно-фазового состояния и механических характеристик был разработан и применен режим провоцирующей ступенчатой охрупчивающей термообработки (ОТО), который должен способствовать интенсивному накоплению зернограничной сегрегации *P* в исследованных сталях (табл. 2).

Термообработку проводили с использованием камерной печи СНОЛ-2.2,5.1,8/10-И7. Нагрев осуществляли при максимальной мощности печи, а охлаждение – до комнатной температуры со скоростью не более 20°С/ч.

Таблица 2

Режим разработанной ступенчатой охрупчивающей термообработки

Температура, °С	600	590	580	570	560	550	540	530
Время выдержки, ч	3	4	6	9	13	19	28	43
Температура, °С	520	510	500	490	480	470	460	–
Время выдержки, ч	67	104	164	261	422	690	1144	–

Для оценки стабильности структурно-фазового состояния и характеристик высоконикелевой стали также исследовали образцы плавов после длительных изотермических выдержек (ИВ) в диапазоне 450 – 550°С в течение от сотен до тысяч часов.

Для обобщения результатов исследований и выявления тенденций изменения характеристик структуры и механических характеристик в результате длительного теплового воздействия все исследованные состояния приведены к параметру теплового воздействия Холломона-Яффе [10]:

$$P = [(T + 273)(20 + \log(t))]/100, \tag{1}$$

где *T* – температура воздействия, °С; *t* – длительность теплового воздействия, ч.

При этом режим ОТО также приведен к параметру *P* с использованием выражения (1) путем пересчета каждой ступени на эквивалентное время воздействия при средней температуре 500°С.

Механические испытания

Для выявления изменений прочностных характеристик сталей в результате длительного теплового воздействия проведены испытания на одноосное статическое растяжение и измерения микротвердости. Испытания на статическое растяжение проведены на цилиндрических образцах с диаметром рабочей части 3,0 мм. Обработка результатов испытаний на статическое растяжение и определение предела текучести ($\sigma_{0,2}$) прово-

дили по ГОСТ 1497-84. Измерения микротвердости проводили по ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 на металлографических шлифах.

Для выявления эффектов охрупчивания в результате длительного теплового воздействия проведены испытания на ударный изгиб с определением критической температуры хрупкости T_K , характеризующей температуру вязко-хрупкого перехода для сталей с о.ц.к.-решеткой. Испытания на ударный изгиб проведены на образцах типа Шарпи. Обработка результатов испытаний на ударный изгиб и определение T_K проводили согласно Приложению Д ГОСТ Р 50.05.12-2018.

Исследования методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии

Количественный анализ размеров и плотности карбидных выделений проводили методами просвечивающей электронной микроскопии с применением высокоразрешающего микроскопа Titan 80-300 (FEI, США), а также методом растровой электронной микроскопии с использованием высокоразрешающего автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа Merlin (Zeiss, Германия).

Образцы для исследований были изготовлены методом двусторонней электрохимической полировки. Утонение проведено с использованием установки Struers Tenipol 5 в 10%-ом растворе $HClO_4$ в метаноле при температуре ниже минус $50^\circ C$ и напряжении порядка 20 В.

Фрактографические исследования

Фрактографические исследования структуры поверхности разрушенных образцов позволяют получить прямую информацию относительно механизмов их разрушения, в частности, степени проявления в стали зернограничного охрупчивания по изменению доли хрупкого межзеренного разрушения, коррелирующей с уровнем зернограничной сегрегации [11 – 13]. Наличие доли хрупкого межзеренного разрушения $\leq 5\%$ свидетельствует о том, что уровень зернограничной сегрегации (C_p) не превышает 10 – 15% покрытия монослоем фосфора и не оказывает закономерного влияния на сдвиг критической температуры хрупкости сталей [11, 13, 14].

Фрактографические исследования образцов Шарпи после испытаний на ударный изгиб проводили с использованием автоэмиссионного растрового электронного микроскопа Supra 40-VP (Zeiss, Германия). Изображение получали во вторичных электронах при ускоряющих напряжениях 10 – 20 кВ в интервале увеличений от 50-ти до 3000 крат. Долю хрупкого межзеренного разрушения в изломе определяли с помощью метода Глаголева [15].

Исследования зернограничной сегрегации методом оже-электронной спектроскопии

Исследования химического состава зернограничной сегрегации проводили методом оже-электронной спектроскопии (ОЭС) на изломах специальных цилиндрических образцов (диаметром 3,2 мм и высотой 18 мм) с предварительно нанесенными круговыми надрезами на растровом электронном микроскопе Auger Nanoprobe 700, PHI-Ulvac (США-Япония). Излом образцов получали в специальном высоковакуумном устройстве микроскопа, которое вместе с образцом охлаждали с помощью жидкого азота при давлении $\leq 7 \cdot 10^{-10}$ Торр. Уровень зернограничной сегрегации в процентах покрытия монослоем фосфора (C_p) определяли на фасетках зернограничного разрушения в изломе образца.

Рентгеновские исследования

Для определения фазового состава образцов и оценки их структурного состояния проводили запись дифракционных спектров на дифрактометре D8 DISCOVER with DAVINCI (Bruker, Германия), расположенном в лаборатории рентгеновского текстурного анализа НИЯУ МИФИ. Использовали излучение $Co K_{\alpha}$ имеющее меньший коэффициент

ент поглощения в стали по сравнению с широко используемым $\text{Cu K}\alpha$. Для идентификации фаз использовались программное обеспечение BrukerAXS DIFFRAC.EVA v.4.2 и международная база данных ICDD PDF-2. Обработка экспериментально полученных спектров методом Ритвельда осуществлялась в программной среде DIFFRAC.TOPAS v.5.0. Оценку среднего размера областей когерентного рассеяния D и микродеформации $\varepsilon_{\text{micro}}$ проводили на основании анализа физического уширения рентгеновских линий с использованием выражения [16, 17]

$$\beta \cos \theta = \lambda / D + 4 \langle \varepsilon_{\text{micro}} \rangle \sin \theta, \quad (2)$$

где β – интегральная ширина дифракционного максимума; λ – длина волны используемого излучения; D – средний размер областей когерентного рассеяния; θ – брэгговский угол регистрируемого отражения; $\varepsilon_{\text{micro}}$ – микродеформация.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ

Испытания на статическое растяжение и измерения микротвердости

На рисунке 1 приведены значения предела текучести $\sigma_{0.2}$ и микротвердости $\text{HV}_{0.01}$ для исследованных сталей в исходном состоянии и после длительного теплового воздействия различных параметров, а также их сопоставление с результатами испытаний референтной стали 15X2НМФА класс 1.

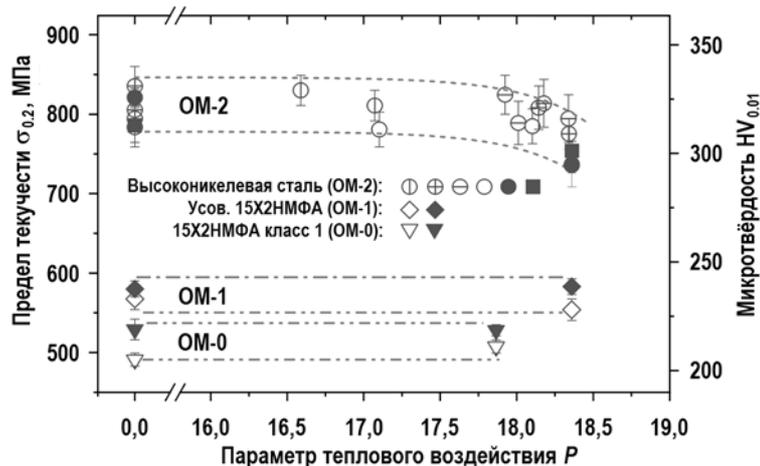


Рис. 1. Сопоставление предела текучести $\sigma_{0.2}$ (закрытые символы) и микротвердости $\text{HV}_{0.01}$ (открытые символы) исследованных сталей в исходном состоянии и после длительного теплового воздействия различных параметров

Из приведенных на рисунке данных видно, что для усовершенствованной стали типа 15X2НМФА, как и для стали 15X2НМФА класс 1, наблюдается типичное [4] для сталей КР постоянство значений $\sigma_{0.2}$ и $\text{HV}_{0.01}$ на уровне исходного состояния даже при относительно высоких значениях параметра теплового воздействия $P = 17,8 - 18,3$.

Также видно, что для высоконикелевых сталей наблюдается тенденция к небольшому снижению значений $\sigma_{0.2}$ и $\text{HV}_{0.01}$ на 5 – 10% для различных плавок при относительно высоких значениях параметра теплового воздействия ($P > 18,2$). При этом для некоторых плавок высоконикелевой стали снижение $\text{HV}_{0.01}$ не выявлено. Однако, в целом, значения $\sigma_{0.2}$ высоконикелевой стали остаются на достаточно высоком уровне (> 700 МПа), значительно превышающем типичные значения для применяемых на данный момент в качестве материала КР реакторов ВВЭР сталей типа 15X2МФА и 15X2НМФА.

Испытания на ударный изгиб

Испытания на ударный изгиб проведены на образцах плавок, прошедших провоцирующую охрупчивающую термообработку (ОТО), так как для них ожидаются наибольшие эффекты сдвига T_K в область более высоких температур за счет прохождения все-

го температурного интервала проявления отпускной хрупкости. В таблице 3 приведены значения T_K исследованных сталей в исходном состоянии и после ОТО, определенные по результатам испытаний на ударный изгиб.

Таблица 3

Результаты испытаний на ударный изгиб, а также фрактографических и ОЭС-исследований образцов исследованных сталей, прошедших ОТО

Сталь	Средний размер зерна, мкм	Критическая температура хрупкости T_K , °C		Максимальная доля хрупкого межзеренного разрушения ν , %		Зернограничная сегрегация фосфора C_p , % покрытия монослоем P	
		Исходное состояние	После ОТО	Исходное состояние	После ОТО	Исходное состояние	После ОТО
15X2НМФА класс 1	35	-90	-55	< 5	30	8 – 10	22 – 24
Усовершенствованная 15X2НМФА	8	-74	-75	0	<5	2 – 3	< 10 – 15
Высоконикелевая сталь	40	-90	-133	0	0	н/о	н/о
	10	-131	-140	0	0	н/о	н/о
н/о – не определено в связи с отсутствием хрупкого межзеренного разрушения							

Из таблицы видно, что для стали 15X2НМФА класс 1 наблюдается типичный [4] для сталей КР сдвиг T_K в область более высоких температур после проведения ОТО, обусловленный образованием зернограничной сегрегации. При этом для усовершенствованной стали 15X2НМФА с более высоким содержанием Ni по сравнению со сталью 15X2НМФА класс 1 значение T_K после ОТО находится на уровне исходного состояния. Это свидетельствует о более высокой стойкости усовершенствованной стали 15X2НМФА против отпускной хрупкости несмотря на повышенное содержание в ней Ni, активно участвующего в сегрегационных процессах и способствующего зернограничному охрупчиванию [4]. Также видно, что для исследованных плавок высоконикелевой стали наблюдается нетипичное для сталей КР изменение T_K в сторону более низких температур после ОТО. Для уточнения причин выявленных особенностей изменения в результате ОТО характеристик исследованных сталей проведен комплекс структурных исследований.

Фрактографические исследования и ОЭС-исследования границ зерен

В таблице 3 приведены также результаты фрактографических исследований и уточняющих ОЭС-исследований различных сталей, прошедших ОТО. Однако для высоконикелевой стали ОЭС-исследования не дали результатов в связи с отсутствием областей хрупкого межзеренного разрушения в изломах образцов для ОЭС-исследований, что свидетельствует о высокой когезивной прочности границ зерен.

Для усовершенствованной стали 15X2НМФА с более высоким содержанием Ni по сравнению со сталью 15X2НМФА класс 1 выявлена лишь незначительная разница в доле хрупкого межзеренного разрушения ν в образцах в исходном состоянии и после ОТО, что согласуется с отсутствием изменения T_K . Отсутствие изменений T_K и малая доля хрупкого межзеренного разрушения ν для данной стали обусловлены очень низким уровнем зернограничной сегрегации не только в исходном состоянии, но и после ОТО, которого недостаточно для сдвига T_K в область более высоких температур за счет ослабления когезивной прочности границ зерен [11, 13, 14]. Низкое значение C_p в усовершенствованной стали 15X2НМФА в исходном состоянии может быть связано с четырехкратно меньшим размером зерна и, соответственно, большей протяженностью границ зерен, что должно способствовать распределению имеющегося содержания сегрегирующего фосфора по большей площади.

Для высоконикелевой стали также не выявлено изменения доли хрупкого межзеренного разрушения в изломах образцов Шарпи после ОТО, что согласуется с отсутствием сдвига T_K в область более высоких температур (см. табл. 3). Выявленная ранее [8] повышенная дисперсность структуры высоконикелевых сталей с большой протяженностью большеугловых границ, а также повышенная чистота стали по примесям также обуславливают низкий уровень зернограничной сегрегации P и соответственно отсутствие хрупкого межзеренного разрушения в исходном состоянии и после ОТО.

Исследования структуры сталей

На рисунке 2 приведены характеристики (средний размер d и плотность N) мелких (типа MeC , Me_2C [8]) и крупных (типа Me_3C , Me_7C_3 , Me_2C , NbC и др. [8]) выделений основных упрочняющих карбидных фаз для усовершенствованной стали 15X2HMΦA, а также для плавок высоконикелевой стали с наибольшими эффектами снижения $HV_{0,01}$ и $\sigma_{0,2}$ в различных состояниях. В таблице 4 приведены оцененные с учетом уравнения Орована-Эшби [8] различия вкладов дисперсионного упрочнения ($\Delta\sigma_d$) между исходным состоянием и состоянием после длительного теплового воздействия для исследованных сталей.

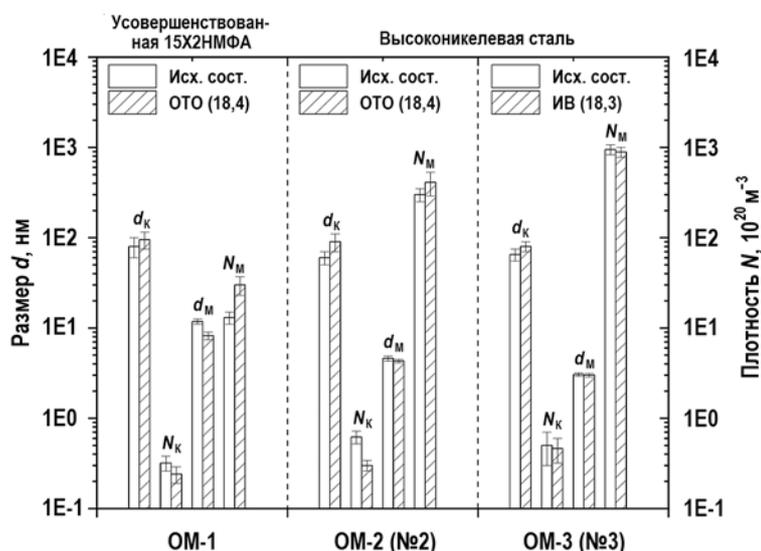


Рис. 2. Средний размер d и плотность N мелких наноразмерных (d_m , N_m) и крупных (d_k , N_k) выделений карбидных фаз в исследованных сталях в различном состоянии (ОТО – охрупчивающая термообработка, ИВ – изотермическая выдержка; в скобках указано соответствующее тепловому воздействию значение параметра P (1))

Таблица 4

Оцененные различия вкладов дисперсионного упрочнения между исходным состоянием и состоянием после длительного теплового воздействия для исследованных сталей

Сталь	Плавка	Тепловое воздействие		Изменение предела текучести $\Delta\sigma_{0,2}$, МПа	Изменение дисперсионного упрочнения $\Delta\sigma_d$, МПа
		Тип	Параметр P		
15X2HMΦA класс 1	–	ОТО	17,8	–1*	+18
Усовершенствованная 15X2HMΦA	–	ОТО	18,4	+3	+5
Высоконикелевая сталь	№2	ОТО	18,4	–80	+30
	№3	ИВ	18,3	–60**	–10

* – на основе данных [4]; ** – пересчитано из $\Delta HV_{0,01}$

Из приведенных на рис. 2 и в табл. 4 данных видно, что как для сталей типа 15X2НМФА, так и для различных плавок высоконикелевой стали отсутствуют закономерные с точки зрения дисперсионного упрочнения различия характеристик выделений карбидных фаз (размер и плотность) после длительного теплового воздействия (ОТО и ИВ). Об этом, в частности, свидетельствует отсутствие корреляции между различиями вклада дисперсионного упрочнения и изменением предела текучести для исследованных сталей (см. табл.4).

Следует отметить, что наряду с карбидными фазами в структуре высоконикелевой стали присутствует малая доля (1 – 2%) остаточного аустенита [8], превращение (растворение) которого может повлиять на характеристики структуры и механические характеристики стали соответственно [18]. В результате проведенных рентгенофазовых исследований выявлено, что в высоконикелевой стали объемная доля остаточного аустенита после длительного теплового воздействия сохраняется на уровне исходного состояния 1 – 2%, что свидетельствует о его стабильности в рассматриваемых условиях теплового воздействия.

Таблица 5

Обобщенные характеристики структуры исследованных сталей в исходном состоянии и после длительного теплового воздействия

Материал	Размер областей когерентного рассеяния D , нм		Микродеформация $\langle \varepsilon_{\text{micro}} \rangle$, %	
	Исходное состояние	После длительного теплового воздействия	Исходное состояние	После длительного теплового воздействия
Усовершенствованная 15X2НМФА	196 ± 60	210 ± 20	$0,03 \pm 0,01$	$0,02 \pm 0,01$
Высоконикелевая сталь	90 ± 15	150 ± 30	$0,05 \pm 0,01$	$0,04 \pm 0,02$

В таблице 5 обобщены для исследованных сталей интегральные характеристики структуры (средний размер областей когерентного рассеяния D и значения микродеформаций $\langle \varepsilon_{\text{micro}} \rangle$), полученные по результатам анализа уширения рентгеновских линий в исходном состоянии и после длительного теплового воздействия.

Из приведенных в табл. 4 данных видно, что в результате длительного теплового воздействия для высоконикелевой стали наблюдается увеличение размера областей когерентного рассеяния и снижение микродеформаций, что нехарактерно в такой степени для усовершенствованной стали 15X2НМФА. Основными факторами, влияющими на физическое уширение рентгеновских линий, свидетельствующее об изменении размера областей когерентного рассеяния и микродеформации, являются плотность субструктурных границ и характеристики дислокационной структуры [16, 17]. Известно, что в процессе высокого отпуска в стали развиваются процессы формирования равновесной субструктуры, сопровождающейся перестройкой дислокационной структуры и структурных границ [19]. Например, для стали 15X2НМФА данные процессы завершаются при высоком отпуске в течение 50-ти часов при 650°C [19], что соответствует тепловому воздействию $P \approx 20$ (см. уравнение (1)). При этом режим высокого отпуска для усовершенствованной стали 15X2НМФА соответствует $P \approx 21$, а для высоконикелевой стали параметр P меньше и близок к $P \approx 19$ из-за более низкой температуры отпуска. Меньшее значение параметра P на этапе высокого отпуска высоконикелевой стали свидетельствует о меньшей интенсивности теплового воздействия, что могло привести к незавершенности процесса формирования равновесной субструктуры и соответствующему снижению предела текучести при последующем длительном тепловом воздействии.

При этом наблюдаемое снижение T_K высоконикелевой стали в соответствии со схе-

мой Иоффе [20] может быть связано с выявленной тенденцией к снижению предела текучести высоконикелевой стали в результате длительного теплового воздействия (см. рис. 1). Однако в данной работе не выявлено прямой пропорциональности между изменением предела текучести и сдвигом T_K . Так, например, наибольшему изменению предела текучести не соответствует наибольший сдвиг T_K . Таким образом, снижение $\sigma_{0.2}$ и T_K для различных плавок высоконикелевой стали может свидетельствовать о закономерности данных эффектов, а отсутствие пропорциональности между изменениями $\sigma_{0.2}$ и T_K – о значимой роли в данных эффектах разброса свойств по материалу.

Стоит отметить, что несмотря на выявленную для высоконикелевой стали тенденцию к небольшому снижению предела текучести на 5 – 10% и соответствующему снижению T_K при длительном тепловом воздействии высоконикелевая сталь характеризуется значительно более высокими значениями предела текучести по сравнению с традиционными сталями КР ВВЭР (см. рис. 1). Сохранение предела текучести высоконикелевой стали после длительного теплового воздействия на достаточно высоком уровне (КПб5+), по всей видимости, обеспечивается стабильностью основных упрочняющих карбидных фаз (см. рис. 2). При этом проведенные оценки являются относительно консервативными, так как предполагаемым условиям эксплуатации исследованных сталей соответствуют значительно меньшее тепловое воздействие ($P < 18$) и, соответственно, меньшее снижение $\sigma_{0.2}$ при эксплуатации. Кроме того выявленное снижение значения T_K для высоконикелевой стали в результате длительного теплового воздействия лишь способствует повышению стойкости стали против хрупкого разрушения при эксплуатации в составе КР за счет возможной компенсации радиационного охрупчивания, приводящего к увеличению T_K характерного для традиционных сталей КР типа 15X2МФА и 15X2НМФА. Таким образом, выявленные особенности поведения усовершенствованной стали 15X2НМФА и высоконикелевой стали при длительном тепловом воздействии создают предпосылки возможности применения данных сталей в качестве материалов КР перспективных ВВЭР различных проектов.

Однако в процессе эксплуатации реактора материал КР помимо теплового воздействия подвержен также совместному воздействию нейтронного облучения и механических нагрузок, что в результате может привести к деградации структуры и свойств сталей. В связи с этим для подтверждения возможности применения усовершенствованной стали 15X2НМФА и высоконикелевой стали в качестве материалов КР перспективных ВВЭР требуется проведение комплексных исследований и испытаний, в том числе и металла промышленного производства, что будет сделано в будущем.

ВЫВОДЫ

В результате проведенного комплекса механических испытаний и структурных исследований лабораторных плавок усовершенствованной стали 15X2НМФА и высоконикелевой стали, подвергнутых длительному тепловому воздействию, выявлено следующее.

1. Для усовершенствованной стали 15X2НМФА и высоконикелевой стали отсутствуют признаки зернограничного охрупчивания в результате провоцирующей охрупчивающей термообработки, о чем свидетельствует отсутствие хрупкого межзеренного разрушения в изломах испытанных образцов, а также отсутствие сдвига T_K в область более высоких температур, что свидетельствует о высокой стойкости сталей против отпускной хрупкости за счет очень низкого уровня зернограничной сегрегации.

2. Низкий уровень зернограничной сегрегации фосфора в усовершенствованной стали 15X2НМФА и высоконикелевой стали обусловлен наряду с высокой чистотой стали по примесным элементам также большой протяженностью структурных границ за счет мелкого зерна и повышенной дисперсности структуры.

3. Для высоконикелевой стали при относительно высоких значениях параметра

теплого воздействия ($P > 18,2$) характерно снижение на 5 – 10% предела текучести и микротвердости, что сопровождается закономерным достижением еще более низких значений T_K по сравнению с исходным состоянием и, по всей видимости, связано с процессами доотпуска стали в процессе длительного теплового воздействия.

4. Несмотря на некоторое снижение механических характеристик высоконикелевой стали при длительном тепловом воздействии они остаются на достаточно высоком уровне, что обеспечивается стабильностью выделений упрочняющих карбидных фаз.

Дальнейшим этапом работ по исследованию разрабатываемых сталей для КР перспективных ВВЭР является верификация механических характеристик с соответствующим подтверждением достаточной термической и радиационной стойкости, в том числе на промышленном металле.

Литература

1. Алексеев П.Н. Направления развития системы ядерной энергетики. // Инноватика и экспертиза. – 2016. – Вып. 3(18). – С. 67-80. Электронный ресурс: https://elibrary.ru/download/elibrary_29032662_68651559.pdf (дата доступа 01.02.2023).
2. Markov S.I., Dub V.S., Lebedev A.G., Kuleshova E.A., Balikoev A.G., Makarycheva E.V., Tolstykh D.S., Frolov A.S., Krikun E.V. Advanced reactor vessel steels for reactors with supercritical coolant parameters. // Russ. Metall. – 2016. – No. 9. – PP. 803-811. DOI: <https://doi.org/10.1134/S003602951609010X>.
3. Pratomo S.B., Oktadinata H., Widodo T.W. Effect of nickel additions on microstructure evolution and mechanical properties of low-alloy Cr-Mo cast steel. // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. – 2019. – Vol. 541. – 012050. – PP. 1-8. DOI: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/541/1/012050>.
4. Shtrombakh Y.I. Gurovich B.A., Kuleshova E.A., Frolov A.S., Fedotova S.V., Zhurko D.A., Krikun E.V. Effect of Ni content on thermal and radiation resistance of VVER RPV steel. // J. Nucl. Mater. – 2015. – Vol. 461. – PP. 292-300. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.02.023>.
5. Kuleshova E.A., Zhuchkov G.M., Fedotova S.V., Maltsev D.A., Frolov A.S., Fedotov I.V. Precipitation kinetics of radiation-induced Ni-Mn-Si phases in VVER-1000 reactor pressure vessel steels under low and high flux irradiation. // J. Nucl. Mater. – 2021. – Vol. 553. – 153091. – PP. 1-11. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.153091>.
6. Lee B.S., Kim M.C., Yoon J.H., Hong J.H. Characterization of high strength and high toughness Ni-Mo-Cr low alloy steels for nuclear application. // Int. J. Press. Vessel. Pip. – 2010. – Vol. 87 – No. 1. – PP. 74-80. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2009.11.001>.
7. Баландин Ю.Ф., Горынин И.В., Звездин Ю.И., Марков В.Г. Конструкционные материалы АЭС. – М.: Энергоатомиздат, 1984. – 280 с.
8. Kuleshova E.A., Fedotov I.V., Maltsev D.A., Potekhin A.A., Bubyakin S.A., Isaenkova M.G., Krymskaya O.A., Minushkin R.A. Structural features ensuring the increase of service characteristics of high-nickel steels for pressure vessels of prospective energy-generation reactors. // Int. J. Press. Vessel. Pip. – 2022. – Vol. 200. – 104845. – PP. 1-13. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.IJPVP.2022.104845>.
9. Кулешова Е.А., Федотов И.В., Мальцев Д.А., Фролов А.С., Степанов Н.В., Сафонов Д.В. Роль никеля в формировании структуры, обеспечивающей повышенные служебные характеристики реакторных конструкционных материалов. // Известия вузов. Ядерная энергетика. – 2022. – № 3. – С. 120-133. DOI: <https://doi.org/10.26583/пре.2022.3.11>.
10. Holloman J.H., Jaffe J.H. Time-temperatures relations in tempering steel. // Trans. Am. Inst. Min. Met. Eng. – 1945. – Vol. 162. – PP. 223-249.
11. Kameda J., Nishiyama Y. Combined effects of phosphorus segregation and partial intergranular fracture on the ductile-brittle transition temperature in structural alloy steels. // Mater. Sci. Eng. A. – 2011. – Vol. 528 – No. 10-11. – PP. 3705-713. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.05.011>.

doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.018.

12. *Shtrombakh Y.I., Gurovich B.A., Kuleshova E.A., Maltsev D.A., Fedotova S.V., Chernobaeva A.A.* Thermal ageing mechanisms of VVER-1000 reactor pressure vessel steels. // *J. Nucl. Mater.* – 2014. – Vol. 452. – No. 1–3. – PP. 348–358. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.05.059>.

13. *Naudin C., Frund J.M., Pineau A.* Intergranular fracture stress and phosphorus grain boundary segregation of a Mn-Ni-Mo steel. // *Scr. Mater.* – 1999. – Vol. 40 – No. 9. – PP. 1013–1019. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(99\)00069-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00069-X).

14. *Fedotova S.V., Kuleshova E.A., Maltsev D.A., Saltykov M.A.* Complex study of grain boundary segregation in long-term irradiated reactor pressure vessel steels. // *J. Nucl. Mater.* – 2019 – Vol. 528. – 151865. – PP. 1–8. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151865>.

15. *Салтыков С.А.* Стереометрическая металлография. Изд. 3-е, перераб. и доп. – М.: Металлургия. – 1970. – 376 с.

16. *Ungbr T., Tichy G., Gubicza J., Hellmig R.J.* Correlation between subgrains and coherently scattering domains. // *Powder Diffr.* – 2005. – Vol. 20. – No. 4. – PP. 366–375. DOI: <https://doi.org/10.1154/1.2135313>.

17. *Ungbr T.* Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening. // *Scr. Mater.* – 2004. – Vol. 51. – No. 8 – PP. 777–781. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.05.007>.

18. *Akhavan Tabatabae B., Ashrafizadeh F., Hassanli A.M.* Influence of Retained Austenite on the Mechanical Properties of Low Carbon Martensitic Stainless Steel Castings. // *ISIJ International.* – 2011. – Vol. 51. – No. 3. – PP. 471–475. DOI: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.471>.

19. *Марков С.И.* Металловедческие основы производства заготовок для высоконадежных элементов энергетических и трубопроводных систем. – Дисс. д-ра техн. наук. – М.: ОАО НПО «ЦНИИТМАШ», 2012. – 83 с.

20. Физическое материаловедение: Учебник для вузов: В 8 т. / *Под общей ред. Б.А. Калина.* Изд. 3-е, перераб. / Том 1. Физика твердого тела / *Г.Н. Елманов, А.Г. Залужный, В.И. Скрытный, Е.А. Смирнов, Ю.А. Перлович, В.Н. Яльцев.* Изд. 3-е, перераб. – М.: НИЯУ МИФИ, 2021. – 764 с. ISBN 978-5-7262-2725-2.

Поступила в редакцию 04.02.2023 г.

Авторы

Кулешова Евгения Анатольевна, главный научный сотрудник, профессор, д-р техн. наук
E-mail: evgenia_orm@yandex.ru

Федотов Иван Вячеславович, старший научный сотрудник
E-mail: ivanxfedotov@yandex.ru

Мальцев Дмитрий Андреевич, начальник лаборатории, канд. техн. наук,
E-mail: malt_ber@mail.ru

Исаенкова Маргарита Геннадьевна, ведущий научный сотрудник, профессор, д-р физ.-мат. наук
E-mail: mgisaenkova@mephi.ru

Крымская Ольга Александровна, научный сотрудник, канд. физ.-мат. наук,
E-mail: oakrymskaya@mephi.ru

Минушкин Роман Александрович, инженер
E-mail: raminushkin@mephi.ru

UDC 621.039.53

Thermal Resistance of Steels with Increased Strength Properties for Pressure Vessels of Advanced VVER Reactors of Various Designs

Kuleshova Ye.A.*,**, Fedotov I.V.*, Maltsev D.A.*, Isaenkova M.G.**,
Krymskaya O.A.**, Minushkin R.A.**

* Kurchatov Institute National Research Centre
1 Akademika Kurchatova Sq., 123182 Moscow, Russia
** MЭPhI

31 Kashirskoye Sh., 115409 Moscow, Russia

ABSTRACT

The paper considers the results of structural studies and mechanical tests after a long-term thermal exposure of laboratory heats of the metallurgically improved 15Kh2NMFA steel and steel with an increased content of nickel viewed as materials for the pressure vessels of advanced VVER-type reactors of various designs. It has been shown that, both for the improved 15Kh2NMFA steel and the high-nickel steel, there are no signs of grain boundary embrittlement after a thermal treatment that provokes embrittlement. This is explained by the extremely low grain boundary segregation of phosphorus in the initial state caused by a high degree of the structure dispersion as well as by rather a low content of impurities. Besides, no changes have been found in the yield strength value for the improved 15Kh2NMFA steel, which agrees with the structure investigation results. For the high-nickel steel, a tendency has been revealed towards a minor yield strength decrease by 5 to 10% and a regular reduction in the critical brittle temperature. A decrease in the mechanical performance has been caused by a relatively low temperature of the high-nickel steel temper and, accordingly, by the potential occurrence of the structure after-temper processes during long-term thermal exposure, as evidenced by results of an X-ray diffraction analysis. Despite the after-temper processes in the high-nickel steel in the course of the long-term heat exposure, the basic strengthening carbide phases remain stable. Due to this, the yield strength value remains at a relatively high level that exceeds the values for the currently employed VVER-type vessel steels, even in the case of a thermal exposure much in excess of the expected operating conditions of advanced VVER reactors. And the critical brittle temperature decrease in the course of the heat exposure just contributes to an increase in the steel resistance to brittle fracture in the process of service.

Key words: reactor vessel steels, high-nickel steel, mechanical performance, structure properties, temper brittleness, thermal resistance.

Kuleshova E.A., Fedotov I.V., Maltsev D.A., Isaenkova M.G., Krymskaya O.A., Minushkin R.A. Thermal Resistance of Steels with Increased Strength Properties for Pressure Vessels of Advanced VVER Reactors of Various Designs. *Izvestiya vuzov. Yadernaya Energetika*. 2023, no. 2, pp. 93-106. DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2023.2.08> (in Russian).

REFERENCES

1. Alekseev P.N. Directions for the Development of the Nuclear Power System. *Innovatika i Ekspertiza*. 2016, iss. 3(18), pp. 67-80. Available at: https://elibrary.ru/download/elibrary_29032662_68651559.pdf (accessed Feb. 01, 2023) (in Russian).
2. Markov S.I., Dub V.S., Lebedev A.G., Kuleshova E.A., Balikoev A.G., Makarycheva E.V., Tolstykh D.S., Frolov A.S., Krikun E.V. Advanced Reactor Vessel Steels for Reactors with Supercritical Coolant Parameters. *Russ. Metall*. 2016, no. 9, pp. 803-811; DOI: <https://doi.org/10.1134/S003602951609010X>.

3. Pratomo S.B., Oktadinata H., Widodo T.W. Effect of Nickel Additions on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Low-Alloy Cr-Mo Cast Steel. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 2019, v. 541, 012050, pp. 1-8; DOI: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/541/1/012050>.
4. Shtrombakh Y.I., Gurovich B.A., Kuleshova E.A., Frolov A.S., Fedotova S.V., Zhurko D.A., Krikun E.V. Effect of Ni Content on Thermal and Radiation Resistance of VVER RPV Steel. *J. Nucl. Mater.* 2015, v. 461, pp. 292-300; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.02.023>.
5. Kuleshova E.A., Zhuchkov G.M., Fedotova S.V., Maltsev D.A., Frolov A.S., Fedotov I.V. Precipitation Kinetics of Radiation-Induced Ni-Mn-Si Phases in VVER-1000 Reactor Pressure Vessel Steels Under Low and High Flux Irradiation. *J. Nucl. Mater.* 2021, v. 553, 153091, pp. 1-11; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.153091>.
6. Lee B.S., Kim M.C., Yoon J.H., Hong J.H. Characterization of High Strength and High Toughness Ni-Mo-Cr Low Alloy Steels for Nuclear Application. *Int. J. Press. Vessel. Pip.* 2010, v. 87, no. 1, pp. 74-80; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2009.11.001>.
7. Balandin Yu.F., Gorynin I.V., Zvezdin Yu.I., Markov V.G. *NPP Structural Materials*. Moscow. Enegoatomizdat Publ., 1984, 280 p. (in Russian).
8. Kuleshova E.A., Fedotov I.V., Maltsev D.A., Potekhin A.A., Bubyakin S.A., Isaenkova M.G., Krymskaya O.A., Minushkin R.A. Structural Features Ensuring the Increase of Service Characteristics of High-Nickel Steels for Pressure Vessels of Prospective Energy-Generation Reactors. *Int. J. Press. Vessel. Pip.* 2022, v. 200, 104845, pp. 1-13; DOI: <https://doi.org/10.1016/J.IJPVP.2022.104845>.
9. Kuleshova E.A., Fedotov I.V., Maltsev D.A., Frolov A.S., Stepanov N.V., Safonov D.V. The Role of Nickel in the Formation of a Structure that Provides Improved Service Characteristics of Reactor Structural Materials. *Izvestiya vuzov. Yadernaya Energetika*. 2022, no. 3, pp. 120-133; DOI: <https://doi.org/10.26583/npe.2022.3.11> (in Russian).
10. Holloman J.H., Jaffe J.H. Time-Temperatures Relations in Tempering Steel. *Trans. Am. Inst. Min. Met. Eng.* 1945, v. 162, pp. 223-249.
11. Kameda J., Nishiyama Y. Combined Effects of Phosphorus Segregation and Partial Intergranular Fracture on the Ductile-Brittle Transition Temperature in Structural Alloy Steels. *Mater. Sci. Eng. A*. 2011, v. 528, no. 10-11, pp. 3705-713; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.018>.
12. Shtrombakh Y.I., Gurovich B.A., Kuleshova E.A., Maltsev D.A., Fedotova S.V., Chernobaeva A.A. Thermal Ageing Mechanisms of VVER-1000 Reactor Pressure Vessel Steels. *J. Nucl. Mater.* 2014, v. 452, no. 1-3, pp. 348-358; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.05.059>.
13. Naudin C., Frund J.M., Pineau A. Intergranular Fracture Stress and Phosphorus Grain Boundary Segregation of a Mn-Ni-Mo Steel. *Scr. Mater.* 1999, v. 40, no. 9, pp. 1013-1019; DOI: [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(99\)00069-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00069-X).
14. Fedotova S.V., Kuleshova E.A., Maltsev D.A., Saltykov M.A. Complex Study of Grain Boundary Segregation in Long-Term Irradiated Reactor Pressure Vessel Steels. *J. Nucl. Mater.*, 2019, v. 528, 151865, pp. 1-8; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151865>.
15. Saltykov S.A. *Stereometric Metallography*. Ed. 3, rev. Moscow. Metallurgiya Publ., 1970, 376 p. (in Russian).
16. Ung6r T., Tichy G., Gubicza J., Hellmig R.J. Correlation Between Subgrains and Coherently Scattering Domains. *Powder Diffr.* 2005, v. 20, no. 4, pp. 366-375; DOI: <https://doi.org/10.1154/1.2135313>.
17. Ung6r T. Microstructural Parameters from X-Ray Diffraction Peak Broadening. *Scr. Mater.*, 2004, v. 51, no. 8, pp. 777-781; DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.05.007>.
18. Akhavan Tabatabae B., Ashrafizadeh F., Hassanli A.M. Influence of Retained Austenite on the Mechanical Properties of Low Carbon Martensitic Stainless Steel Castings. *ISIJ International*. 2011. v. 51, no. 3, pp. 471-475; DOI: <https://doi.org/>

10.2355/isijinternational.51.471.

19. Markov S.I. *Metallurgical Foundations for the Production of Blanks for Highly Reliable Elements of Energy and Pipeline Systems*. Dr. Sci. (Engineering) Diss. Moscow. OAO NPO «CNIITMASH» Publ., 2012, 83 p. (in Russian).

20. *Physical Materials Science: Textbook for Universities: in 8 v.* / Ed. by B.A. Kalin. Ed. 3, rev. / *Volume 1. Solid State Physics* / G.N. Elmanov, A.G. Zaluzhny, V.I. Skrytny, E.A. Smirnov, Yu.A. Perlovich, V.N. Yalcev. Ed. 3, rev. Moscow. MEPhI Publ., 2021, 764 p. ISBN 978-5-7262-2725-2 (in Russian).

Authors

Evgenia A. Kuleshova, Chief Researcher, Professor, Dr. Sci. (Engineering)

E-mail: evgenia_orm@yandex.ru

Ivan V. Fedotov, Junior Researcher

E-mail: ivanxfedotov@yandex.ru

Dmitry A. Maltsev, Head of Laboratory, Cand. Sci. (Engineering)

E-mail: malt_ber@mail.ru.

Margarita G. Isaenkova, Leading Researcher, Professor, Dr. Sci. (Phys.-Math.)

E-mail: mgisaenkova@mephi.ru.

Olga A. Krymskaya, Researcher, Cand. Sci. (Phys.-Math.)

E-mail: oakrymskaya@mephi.ru.

Roman A. Minushkin, Engineer

E-mail: raminushkin@mephi.ru.