

УДК 669.017/018

На правах рукописи

ТОКТАРХАНОВ МАРАТ ТОКТАРХАНОВИЧ

Влияние структуры высоконикелевых сплавов на эксплуатационные свойства чехлов ТВС атомных реакторов

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Республика Казахстан
Алматы, 2010

Работа выполнена в Казахском национальном техническом университете
имени К.И.Сатпаева

Научный руководитель: доктор физико-математических наук
Кожаметов С.К.

Официальные оппоненты: доктор технических наук
Машеков С.А.
кандидат технических наук
Паничкин А.В.

Ведущая организация: Павлодарский государственный
университет им. С.Торайгырова

Защита состоится 27 августа 2010 г. в 14.00 часов на заседании диссертационного
совета Д14.17.02 при Казахском национальном техническом университете им.
К.И. Сатпаева по адресу: 050013, г. Алматы, ул. Сатпаева 22, Институт
машиностроения, ИМС 106.

Факс: 8(727)2926025, т. 2577183 (083), E-mail: aspirantura@ntu.kz

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Казахского национального
технического университета имени К.И.Сатпаева.

Автореферат разослан 26 июля 2010 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Сазамбаева Б.Т.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Введение

Темпы развития машиностроения определяются созданием и внедрением в производство новых конструкционных материалов с требуемыми физико-механическими свойствами, обеспечивающими длительную безаварийную эксплуатацию оборудования, машин и механизмов. При этом размерная стабильность металлов и сплавов является главным фактором, определяющим их работоспособность. До середины прошлого века считалось, что ответственным за изменение размеров и формы изделий из металлов и сплавов является такое явление как ползучесть. Она представляет собой медленно накапливающуюся пластическую деформацию в твердом теле под воздействием напряжений, формируемых одной или несколькими приложенными силами. Явление ползучести известно и изучается давно. С середины прошлого века в связи с началом эксплуатации атомных реакторов было открыто явление, получившее название – распухание. В отличие от ползучести, при которой пластическая деформация протекает по оси приложения нагрузки, распухание приводит к изменению размеров по всем трем осям координат, т.е. к изменению объема. При этом считается, что распухание происходит за счет эволюции вакансионных комплексов, протекающей под облучением.

В последнее время появилась перспективная возможность получения данных о физико-механических свойствах конструкционных материалов изделий, отработавших в активной зоне атомных реакторов. И именно при таких исследованиях ярко проявились противоречия в результатах, получаемых при гидростатическом взвешивании и методом просвечивающей электронной микроскопии. Разница в количественной оценке изменения объема иногда составляла более чем на порядок.

Актуальность работы

Поиск возможной причины такого различия показал, что в исследованных материалах прошли процессы, приведшие к изменению величины зерна. На основании этого было высказано предположение о возможном вкладе изменения величины зерна в изменение объема. Как показал анализ литературных данных, систематических экспериментальных исследований в этом направлении не велось. Прогнозирование возможного вклада в изменение размеров и формы деталей машин и механизмов изменения зерна, дает возможность его научно обоснованного учета на стадии проектирования оборудования.

Как уже отмечалось, изменение объема (распухание) конструкционных материалов элементов активной зоны связывают с вакансионным и газовым распуханием. Но, до настоящего времени нельзя считать факт доминирования вакансионного распухания установленным. Возможны ситуации, когда причиной распухания служит изменение зерна. И тогда, на первый план выступает

необходимость поиска методов стабилизации размера зерна. Совершенно очевидно, что установление истины в данном случае чрезвычайно важно.

Цель работы

Систематические экспериментальные исследования влияния величины зерна на размерную стабильность высоконикелевого сплава 03X20H45M4БРЦ и стали 12X18H10Т активной зоны атомного реактора.

Основные задачи:

- создание расчетной модели, определяющей взаимосвязь между величиной зерна, объемом и его изменением;
- изучение микроструктуры с целью установления зависимости между величиной зерна и шириной границы;
- проведение прямых экспериментов по определению объема и удельной плотности образцов конструкционных материалов для сравнительного анализа соответствия расчетных и опытных данных;
- проверка применимости полученных результатов к анализу результатов исследований конструкционного материала Казахстанского реактора на быстрых нейтронах БН-350.

Методика исследования

В начале подготавливались образцы по стандартному металлографическому методу. Для изучения их исходной микроструктуры на оптическом микроскопе АХIOVERT 200МАТ применялась специальная программа ВидеоТесТ-Металл-1.0. Затем определялась удельная плотность и объем образцов с помощью метода гидростатического взвешивания. После применялся метод термической обработки образцов для получения разнотермической структуры. Полученные результаты сравнивались с предложенной расчетной моделью.

Объекты исследования

Образцы из нержавеющей стали 12X18H10Т, 08X16H11М3 и высоконикелевого сплава 03X20H45M4БРЦ.

Научная новизна

- создана расчетная модель, описывающая взаимосвязь между размером зерна, шириной границы, объемом и удельной плотностью.
- выведены математические выражения для количественной оценки выше перечисленных параметров.
- выявлено существование трех интервалов размера зерен: малых, средних и больших величин.
- установлено, что основной вклад в набухание конструкционных материалах дает изменение величины зерна, а не вакансионное и газовое набухание.

Практическая и научная значимость. Практическая значимость определяется применимостью в инженерной практике для прогнозирования изменения размеров деталей оборудования работающего в условиях повышенных температур, напряжений, при реакторном или космическом облучении. В

частности, анализ результатов исследований реакторной стали 08X16H11M3, указывает на необходимость рассмотрения явления радиационного распухания с учетом вклада в изменение объема процессов, приводящих к изменению размера зерна, которые могут значительно преобладать над вакансионным распуханием.

С научной точки зрения, полученные результаты важны по той причине, что они углубляют представления о многообразии процессов, протекающих в твердом теле в различных рабочих условиях.

Достоверность полученных результатов и основных выводов работы подтверждается большим объемом экспериментов, получением математических выражений, соответствием экспериментальных данных с предсказаниями расчетной модели, апробацией результатов на научных конференциях

Основные положения диссертации, выносимые на защиту:

- расчетная модель для определения вклада изменяющейся величины зерна в изменение объема и удельной плотности металлов и сплавов;
- зависимости между размером зерна и шириной границ;
- зависимости, отражающие вклад изменения величины зерна в изменение объема и удельной плотности;
- использование расчетной модели и опытных данных в анализе поведения реальных конструкционных материалов.
- метод скомпенсированного гидростатического взвешивания для определения объема и удельной плотности металлических образцов малых размеров;

Личный вклад автора заключается в непосредственном участии в:

- выборе методик исследования;
- подготовке образцов;
- проведении экспериментальных работ;
- обработке и обсуждении экспериментальных данных;
- написании статей и выступлениях на научных конференциях;
- оформлении диссертационной работы.

Апробация работы

Основные результаты, представленные в работе были доложены и обсуждены на: X Юбилейной Международной научной конференции «Наука и образование – ведущий фактор стратегии «Казахстан - 2030». (Караганда, 2007 год); Международной научной конференции «Состояние и перспективы развития механики и машиностроения в Казахстане». (Алматы, 2007 год); Международной научной конференции «Транспорт – XXI века» (Алматы, 2008 год); труды Международной научной конференции «Advances in the Theory of Ironmaking and Steelmaking» ATIS – 2009 (India, 2009 год);

Публикации

По теме диссертации опубликовано 10 статей и тезисов докладов, список которых приводится в автореферате.

Структура объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 3 глав, заключения и списка использованных источников из 102 наименований. Диссертация содержит 102 страницы, включая 7 таблиц, 57 рисунков.

Основная часть

1 Состояние вопроса и задачи исследования

Под размерной стабильностью изделий из металлов и сплавов подразумевается способность длительное время сохранять первоначальную форму и размеры. От нее зависит срок эксплуатации машин и механизмов. Считается, что основным процессом, отвечающим за это, является ползучесть. С началом эксплуатации атомных реакторов в качестве источников электрической энергии был открыт ряд эффектов, наблюдаемых в конструкционных материалах активной зоны, в числе которых – распухание, которое сегодня интенсивно изучается. Оно представляет собой объемное изменение металлоизделий под воздействием облучения высокоэнергетичными частицами большой плотности. На сегодняшний день считается, что эти два явления отвечают за размерную стабильность металлов и сплавов.

Распухание конструкционных материалов зависит в первую очередь от его природных особенностей. Но, как показывают эксперименты, сопротивление распуханию, как и ползучести, зависит также от технологии изготовления изделия.

2 Постановка задач исследования

Анализ литературных данных достаточно убедительно говорит о важности изучения процессов контролирующего формоизменение деталей машин и механизмов. Наряду с имеющимися достижениями в этой области материаловедения следует отметить один из наиболее важных недостатков. Это отсутствие систематических комплексных экспериментальных исследований. Также следует отметить, что, говоря о границах зерен и их площади, было бы логичным также рассмотреть их вклад в изменение объема. Очевидно, что такой вклад должен быть. Границы представляют собой образования с меньшей плотностью, чем тело зерна. Обладая тремя измерениями, она обладает объемом. Изменяющаяся протяженность границ, например, вследствие рекристаллизации, приводит к изменению их общего объема, что неизбежно должно сказаться на общем объеме металлоизделия. А изменение размера зерна в процессе эксплуатации - реальный факт, наблюдаемый в оборудовании термических, литейных, прокатных и других цехов.

Но работ, посвященных изучению влияния размера зерна и степени совершенства границ на размерную стабильность металлов и сплавов, нет. Это

стало причиной проведения автором настоящей работы.

3 Образцы и методика эксперимента

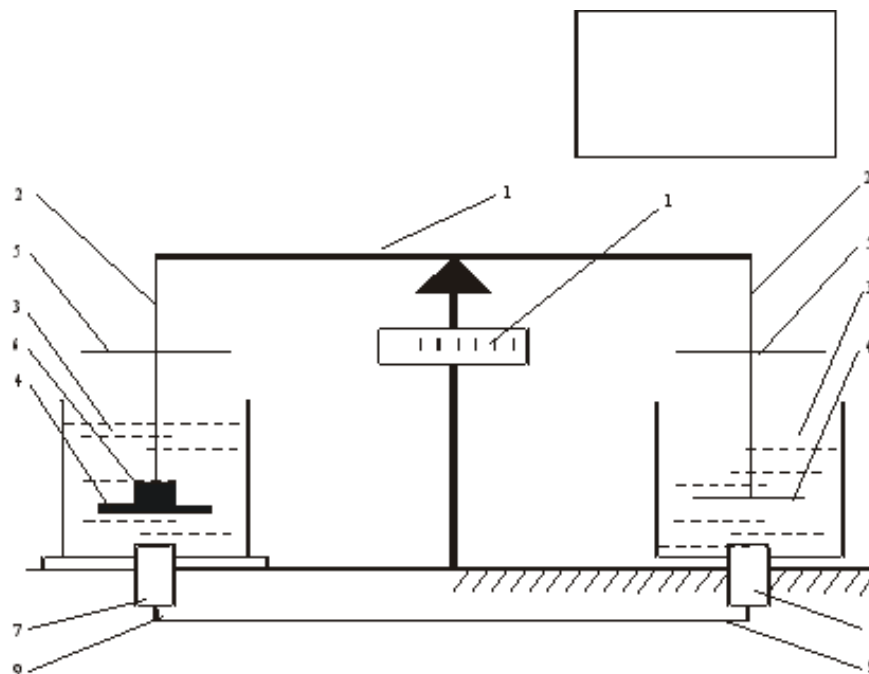
В качестве объектов исследования были использованы образцы нержавеющей стали 12Х18Н10Т и высоконикелевого сплава 03Х20Н45М4БРЦ.

Эксперименты проводились на цилиндрических образцах диаметром 3 мм и длиной 7-10 мм с использованием следующих методов: оптической металлографии; гидростатического взвешивания; замера геометрических размеров образцов; определения микротвердости.

Оптическая металлография. Метод оптической металлографии использовался для определения величины зерна и ширины границ. С этой целью изображения микроструктуры подвергались обработке с использованием специальной компьютерной программы ВидеоТест-Металл 1.0. Комплекс позволяет проводить анализ шлифов металлов, сталей, сплавов и чугуна в соответствии с российскими и зарубежными стандартами (ГОСТ, ASTM, ISO). Анализ зерна в сталях и сплавах проводился по ГОСТ 5639 - стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна проводились по ГОСТ 21073.1, ГОСТ 21073.2. В случае, когда структура представляла собой набор зерен значительно различающихся по величине, использовался дифференциальный подход к анализу. Для этого весь ряд численных значений величин зерна разбивался на отдельные интервалы. Для каждого интервала определялся средний размер зерна и соответствующая ему ширина границ.

Метод скомпенсированного гидростатического взвешивания. Метод гидростатического взвешивания относится к числу основных методов определения удельной плотности различных материалов. В основе его лежит закон Архимеда, а измеряемым параметром является выталкивающая сила. Предлагаемый метод скомпенсированного взвешивания позволяет использовать обычные лабораторные аналитические весы типа ВЛР-20. Схема устройства показана на рисунке 1.

Гидростатическое взвешивание проводится следующим образом. В начальный момент по шкале (10) проверяется и, при необходимости, корректируется нулевое положение весов. На левую мокрую площадку (4) помещается исследуемый образец (6). Весы уравниваются размещением разновесов на сухой площадке правой подвески (5). Таким образом определяется чистый вес образца на воздухе. Затем заполняется емкость (8) таким образом, чтобы обеспечить наполнение левой и правой ванн (3) не менее чем на три четверти объема. Поскольку ванны представляют собой сообщающиеся сосуды, то уровень и состав жидкости в них будет одинаков.



1- двухплечный рычаг весов, 2 - подвески, 3 - ванны с жидкостью, 4- мокрые площадки, 5 – сухие площадки, 6 – исследуемый образец, 7 – патрубки, 8 – емкость с жидкостью, 9 – соединительные трубки, 10 – измерительная шкала.

Рисунок 1 - Схема весов для скомпенсированного гидростатического взвешивания

После того как уровень жидкости в левой и правой ваннах установится, аналогично взвешиванию на воздухе, весы уравниваются размещением разновесов на правой сухой площадке (5). В итоге проведенных операций имеем два значения веса образца. Определение удельной плотности велось по уравнению

$$\rho_0 = F_{\text{и}} \rho_{\text{ж}} / (F_{\text{и}} - F_{\text{и}}^1),$$

где ρ_0 и $\rho_{\text{ж}}$ - удельные плотности исследуемого образца и жидкости, $F_{\text{и}}$ и $F_{\text{и}}^1$ - показание шкалы весов при взвешивании на воздухе и в жидкости.

К числу преимуществ описанного метода следует отнести возможность использования для изготовления подвески проволоки из любого нержавеющей материала вместо дорогостоящей платины.

Замер геометрических размеров образцов. Наряду с гидростатическим взвешиванием, для определения удельной плотности исследуемых образцов использовался метод прямого измерения геометрических размеров. В основе его лежит предположение об изотропности изменения размеров в поликристаллическом твердом теле. В этом случае после каждой термообработки, которая применялась с целью изменения размера зерна, проводился замер одного из габаритных размеров образца.

Использование этого метода требовало решения задачи нахождения изменения объема по изменению одного линейного размера. Для этого рассматривался элементарный объем V_0 в форме куба со стороной a .

$$V_0 = a^3.$$

Относительное изменение объема

$$\frac{dV}{V_0} = 3 \frac{\Delta a}{a}. \quad (1)$$

Это означает, что относительное изменение объема равно утроенному относительному изменению линейного размера. Удельная плотность исследуемого объекта будет

$$\rho_n = \frac{m}{V_0 \left(1 + 3 \frac{\Delta a}{a}\right)}. \quad (2)$$

Следует обратить внимание, что уравнения (1) и (2) представляют собой зависимости перечисленных параметров от относительного изменения линейного размера. Следовательно, его определение является необходимым и достаточным условием.

Определение микротвердости. Измерение микротвердости в настоящее время представляет собой самый распространенный метод механических испытаний в заводской практике. Еще одним из достоинств этого метода является локальность, что позволяет исследовать отдельные структурные составляющие.

Из существующих методов измерения микротвердости был использован метод измерения по Викерсу. Метод измерения микротвердости стандартизован (ГОСТ 9450-78).

4 Экспериментальные результаты, их анализ и обсуждение

Обзор литературных данных привел к необходимости поиска теоретического обоснования возможного вклада процессов изменения размера зерна в размерную стабильность металлоизделий.

Теоретическое обоснование. Для упрощения модели представим себе единичное зерно, как элементарный объем кристаллического твердого тела, рисунок 2. Обозначим сторону зерна через δ . Тогда начальный размер зерна будет

$$a_1 = \delta_1,$$

где δ_1 – первоначальный размер зерна. Предположим, что в результате ряда процессов размер зерна уменьшился вдвое (рисунок 2b), втрое (рисунок 2c), вчетверо (рисунок 2d) и т.д.

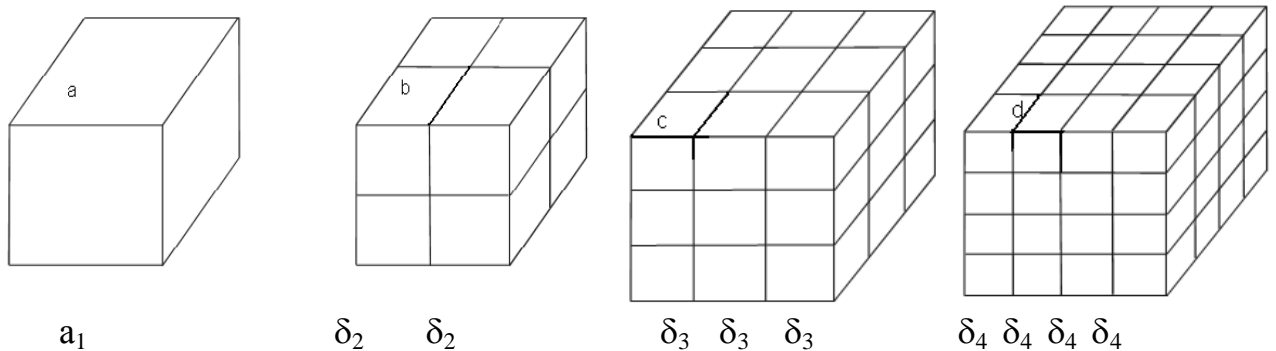


Рисунок 2 – Схема расчета вклада изменения величины зерна в объемное изменение

Тогда сторона куба будет определяться как

$$a_n = n\delta_n + (n-1)h = n \frac{D_1}{n} + (n-1)h = \delta_1 + (n-1)h. \quad (3)$$

Здесь n - количество зерен, укладываемых на первоначальной стороне куба, h – ширина границы зерна. Из уравнения (3) видно, что величина грани является функцией двух параметров, числа n и ширины границы h .

$$n = \delta_1/\delta_n.$$

Изменение размера зерна должно сопровождаться изменением объема за счет вклада в него границ. А величина объема будет определяться уравнением

$$V_n = a_n^3 = [\delta_1 + (n-1)h]^3. \quad (4)$$

Уравнение (4) является общим для расчета объема зерна с любой приведенной величиной δ_n . Анализ экспериментальных данных показал, что ширина границы не может рассматриваться как величина постоянная. Она меняется с изменением размера зерна. Следовательно, можно записать, что $h = f(\delta)$. Тогда изменение объема будет равно

$$\Delta V_n = 3\delta_1(n-1)h_n [\delta_1 + [(n-1)h_n]]. \quad (5)$$

Здесь h_n – ширина границы для зерен с размером δ_n . Относительное изменение объема будет вычисляться по уравнению

$$\frac{DV_n}{V_1} = 3 \frac{n-1}{d^2} h_n [\delta_1 + [(n-1)h_n]]. \quad (6)$$

При определении изменения удельной плотности исходили из постоянства массы. Действительно, при любых изменениях объема масса, как мера вещества, остается величиной постоянной. Тогда можно записать

$$V_1 \rho_1 = V_n \rho_n. \quad (7)$$

Здесь ρ_1 и ρ_n – соответственно удельные плотности при первоначальном V_1 и измененном V_n объемах. Тогда из (6) следует

$$V_n/V_1 = \rho_1/\rho_n \quad (8)$$

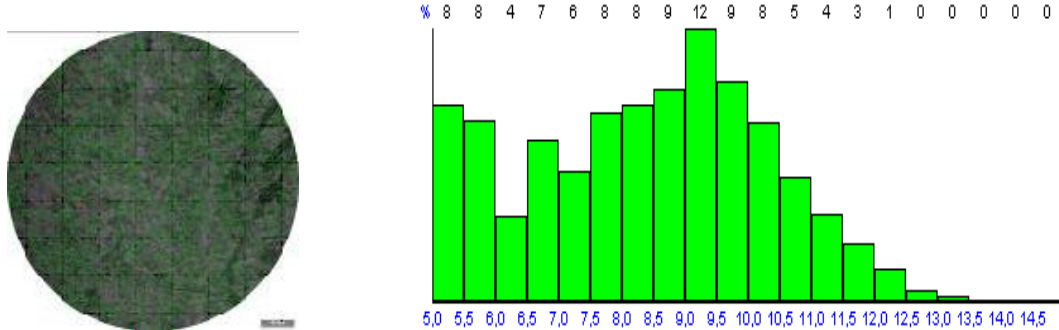
Уравнение (6) говорит о вкладе изменения величины зерна (изменения объема, занимаемого границами) в размерную стабильность металлоизделия, а выражение (8) указывает на взаимосвязь между объемом и плотностью.

Зависимость ширины границы от размера зерна. Из выражения (6) следует, что относительное изменение объема является функцией размера зерна и ширины границ. Какому-либо теоретическому расчету эти параметры не поддаются. Их определение велось экспериментальным путем с использованием данных оптической металлографии.

Исследования проводились на образцах с разным средним размером зерна. Для этого образцы разных партий подвергались термообработке (отжигу) при разных температурах и временах выдержки. На рисунке 3 показана микроструктура образцов из сплава 03X20H45M4БРЦ и пример обработки для определения размера зерна и ширины границ.

При анализе микрофотографий было обнаружено, что для одного и того же среднего значения размера зерна получают разные величины ширины границ. Происходит это в том случае, когда размеры соседних зерен заметно отличаются друг от друга. Появилась необходимость определения среднего размера соседних зерен, затем их общий средний размер, а средний размер ширины границы между ними определялся по результатам трех замеров. График, построенный в двойных логарифмических координатах по данным таких измерений, представлен на рисунке 4.

Гистограмма распределения по баллам:



Результаты анализа:

№	измеренное значение	среднее значение
1.	Общее количество измеренных зерен, n	590
2.	Количество зерен на 1 мм ² , m	6811
3.	Средняя площадь зерна, а мм ²	0,000147 (147 мкм ²)
4.	Стандартное отклонение, s	317
5.	95% доверительный интервал, 95%CI	26
6.	Относительная точность, %RA	18
7.	Балл зерна, G	9,73

Рисунок 3 – Микроструктура образца из сплава 03Х20Н45М4БРЦ и схема обработки для определения размера зерна и ширины границ

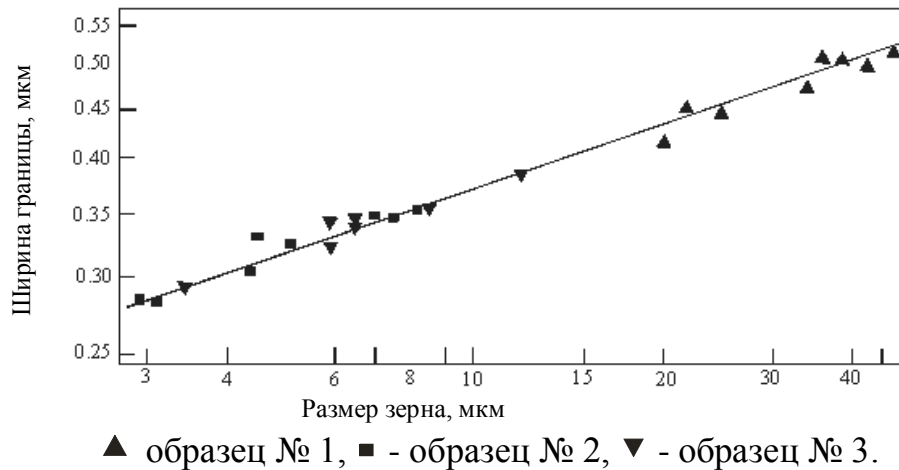


Рисунок 4 - Зависимость ширины границы от среднего размера двух соседних зерен сплава 03Х20Н45М4БРЦ

Он имеет вид прямой линии с небольшим разбросом экспериментальных точек. Следовательно, ширина границы h_n , как функция среднего размера смежных зерен, может быть описана уравнением

$$h_n = \eta d_n^\alpha, \quad (9)$$

где η и α – коэффициенты. Величина α рассчитывалась по уравнению

$$\alpha = \frac{\ln(h_n/h_{n-1})}{\ln(d_n/d_{n-1})}.$$

Вычисления показали, что для сплава 03X20H45M4БРЦ $\alpha = \eta = 0,223$. Большая величина α говорит о большей склонности к формоизменению при протекании процессов связанных с изменением зерна.

Результаты исследований образцов сплава 03X20H45M4БРЦ нашли экспериментальное подтверждение при изучении образцов из сплава 12X18H10Т. Данные оптической металлографии показали, что полученная микроструктура также характеризуется разнотернистостью, а зависимость ширины границы от среднего размера двух соседних зерен описывается уравнением (9). Полученный результат расширяет границы применимости указанного степенного уравнения.

Для стали 12X18H10Т $\alpha = 0,42$, а $\eta = 0,108$. Большее значение α говорит о ее меньшей стабильности по сравнению со сплавом 03X20H45M4БРЦ ($\alpha = 0,223$). Приведенный вывод согласуется с имеющимися в литературе экспериментальными данными.

Зависимость объема и удельной плотности от величины зерна. Полученное эмпирическим путем математическое выражение (9), а также расчет коэффициентов α и η , позволяют в дальнейшем сделать количественную оценку изменения объема исследуемого твердого тела и его удельной плотности. С учетом вычисленных выше коэффициентов, запишем для сплава 03X20H45M4БРЦ ($\alpha = \eta = 0,223$)

$$V_n = [\delta_1 + (0,223\Delta\delta_n) d_n^{-0,777}]^3. \quad (10)$$

Для сплава 12X18H10Т $\alpha = 0,42$, а $\eta = 0,108$.

$$V_n = [\delta_1 + (0,108\Delta\delta_n) d_n^{-0,58}]^3.$$

Проведя вычисления относительного изменения объема, получаем ряд значений $\Delta V_n/V_1$, что позволяет построить зависимости $\Delta V_n/V_1 = f(\delta_n)$. Наиболее удачным оказалось графическое представление в координатах $\ln(\Delta V_n/V_1) - \delta_n$. Результаты показаны на рисунке 5 и рисунке 6.

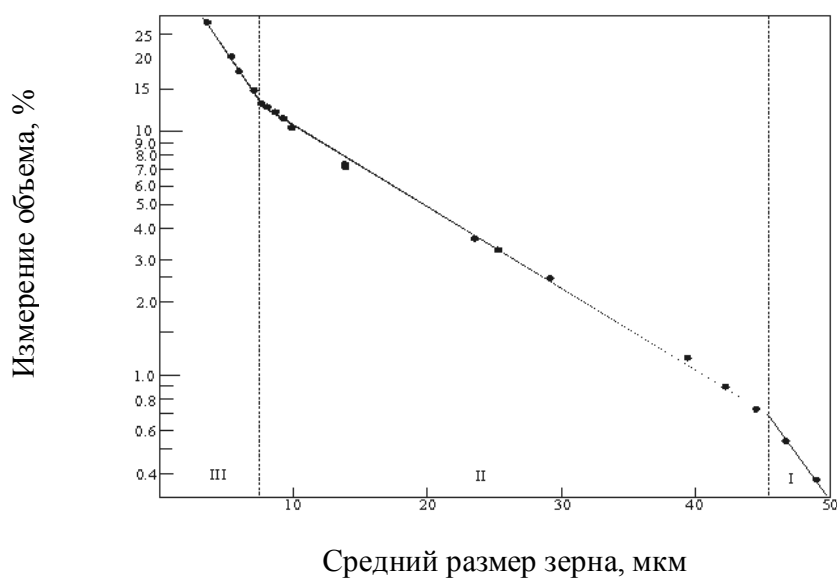


Рисунок 5 - Относительное изменение объема при изменении размера зерна сплава 03X20H45M4БРЦ

Наличие двух перегибов позволяет разделить исследованную область размеров зерен на три интервала. Интервал I соответствует случаю, когда изменение величины зерна малое. Интервал II самый протяженный, а интервал III соответствует моменту, когда имеет место очень большое измельчение зерна. Математическое описание выглядит следующим

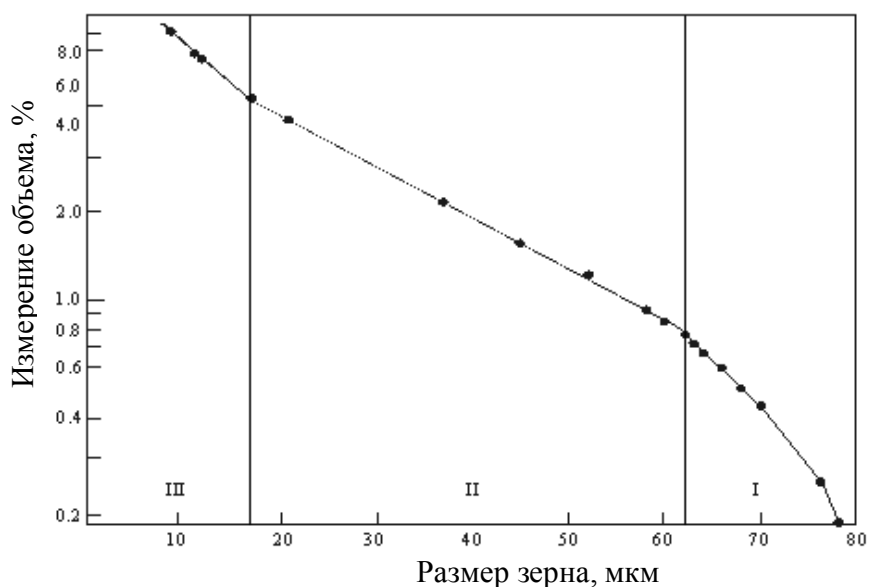


Рисунок 6 - Относительное изменение объема при изменении размера зерна сплава 12X18H10T

$$\Delta \bar{V}_n = \vartheta_i \exp(-\varphi_i \delta_n) \quad (11)$$

где $\Delta \bar{V}_n = \Delta V_n / V_1$, V_n и V_1 - исследуемый и начальный объемы, ϑ_i и φ_i – коэффициенты. Величина ϑ_i может быть определена графически, экстраполяцией прямолинейных графиков из трех интервалов до пересечения с осью ординат.

Величина коэффициента φ_i определяется тангенсом угла наклона прямолинейных графиков к оси абсцисс.

$$\varphi_i = \frac{\ln(\Delta \bar{V}_2 / \Delta \bar{V}_1)}{D_1 - D_2}$$

Это уравнение справедливо для всех трех интервалов. Рассматриваемая проблема усложняется тем, что в реальных условиях металлы и сплавы уже в исходном состоянии имеют структуру, состоящую из зерен разной величины. В данном случае был осуществлен следующий подход.

Рассмотрим элементарную площадь в форме квадрата, которая составлена из зерен разной величины. При этом зерна занимают площадь, в соответствии с их процентным содержанием. Сторона любого трансформированного зерна в форме квадрата будет равна

$$a_{n,t} = D_{nt},$$

площадь трансформированного зерна будет равна квадрату стороны, т.е.

$$s_n = D_{nt}^2.$$

Таким образом, получаем трансформированный квадрат со средней стороной D_{cp} , величина которого равна

$$D_{cp} = \sqrt{\sum s_n / \sum x_i}.$$

С учетом среднего размера зерна по уравнению (9) можно рассчитать ширину границы, а по (6) относительное изменение объема. Для сплава 03Х20Н45М4БРЦ результаты в графическом виде показаны на рисунке 7. Его построение в логарифмических координатах приводит график к виду аналогичному показанному на рисунке 4. И в этом случае рассматриваемая зависимость описывается экспоненциальным уравнением (11).

Необходимо отметить, что все графики отражающие изменения объема в зависимости от изменения размера зерна получены на базе расчетной модели с использованием экспериментальных данных. Поэтому, была необходима экспериментальная проверка с использованием прямых методов исследования.

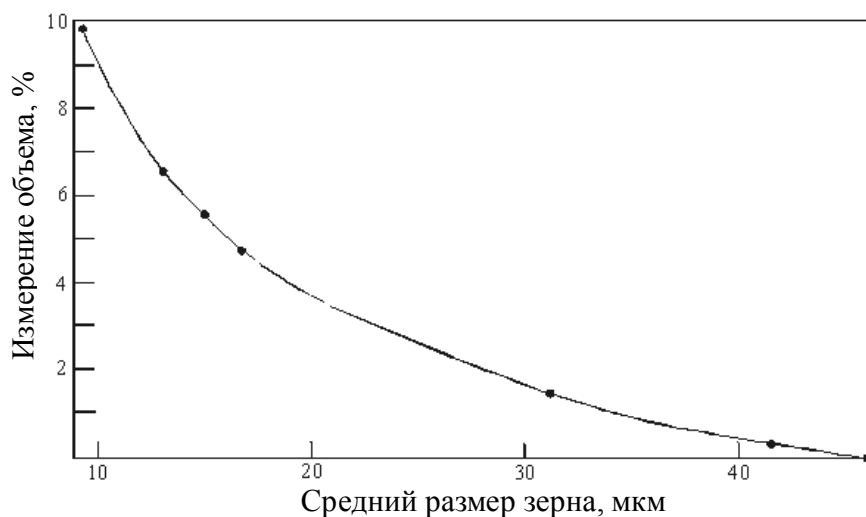
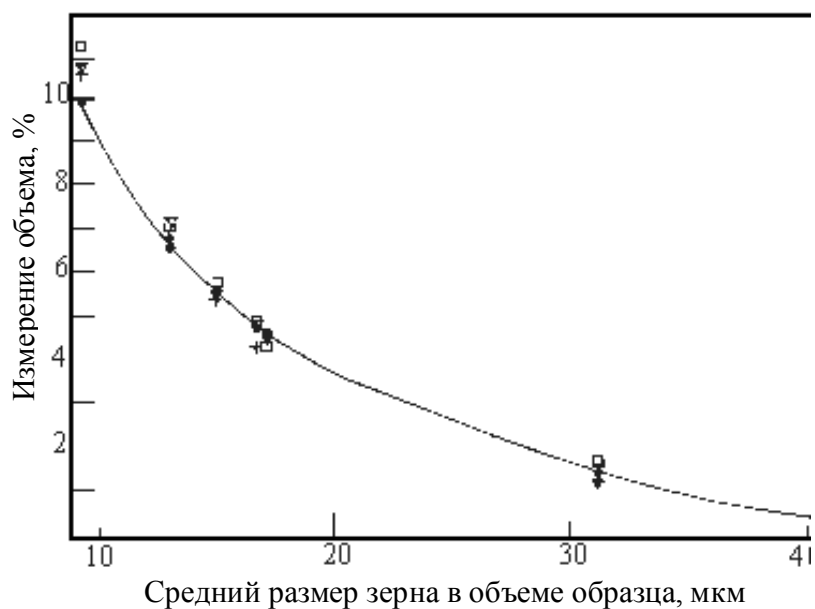


Рисунок 7 – Зависимость изменения объема стали 03X20H45M4БРЦ от среднего размера зерна

Экспериментальные результаты исследований удельной плотности и объема методом скомпенсированного гидростатического взвешивания и замера геометрических размеров образцов

Метод гидростатического взвешивания относится к прямым экспериментальным методам. Его достоинство заключается в том, что при его использовании можно определить две характеристики: удельную плотность и объем. Гидростатическое взвешивание проводилось на тех же образцах, которые в исходном состоянии или после термообработки исследовались методом оптической металлографии. Взвешивание проводилось на воздухе и в жидкости (дистиллированной воде). При этом, в обязательном порядке делались замеры ее плотности. Термообработка образцов проводилась в вакуумной печи.

Наряду с гидростатическим взвешиванием был использован метод прямого замера геометрических размеров образца. Для использования этой методики была приготовлена партия образцов из прутка диаметром 3 мм таким образом, чтобы их длина была равна $10 \pm 0,0005$ мм. Контроль длины образцов проводился на устройстве, снабженном механическим индикатором с ценой деления 0,001 мм. Эти образцы, для сохранения исходной длины после термообработок механической полировке не подвергались. В процессе измерений определялась длина образца и рассчитывалось ее изменение. Полученные тремя методами зависимости $\Delta \bar{V}_n = f(\delta_n)$ показаны на рисунке 8.



- - расчетная модель ▽ - гидростатическое взвешивание, □ - замер размеров.

Рисунок 8 – Зависимость изменения объема сплава 03X20H45M4БРЦ от среднего размера зерна в объеме образца

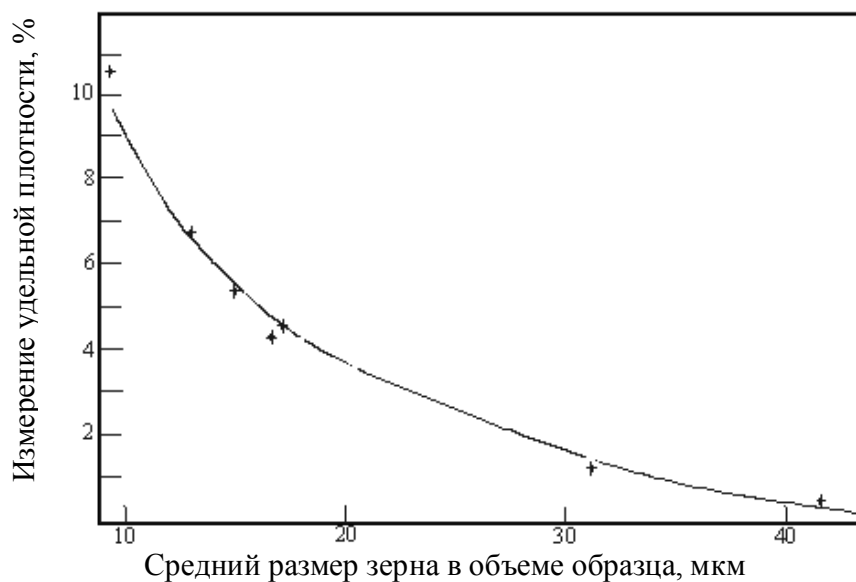


Рисунок 9 – Относительное изменение удельной плотности в зависимости от размера зерна стали 03X20H45M4БРЦ

Хорошая корреляция полученных разными способами результатов полностью подтверждает верность установленных эмпирическим и экспериментальным путем математических уравнений, описывающих взаимосвязь

исследуемых параметров. Из рисунка 8 также следует, что наибольшие различия между расчетными и экспериментальными данными наблюдаются для образцов с мелким зерном. Возможно, это связано с тем, что степень совершенства в реальных образцах с мелким зерном несколько ниже, чем дает расчет. Характер изменения удельной плотности отражает график рисунка 9.

Из приведенной выше модели следует коррелированное поведение изменения объема и удельной плотности. Это подтверждает сравнение графиков на рисунке 8 и рисунке 9. Логически это также верно. Чем больше изменение объема, тем больше изменение удельной плотности.

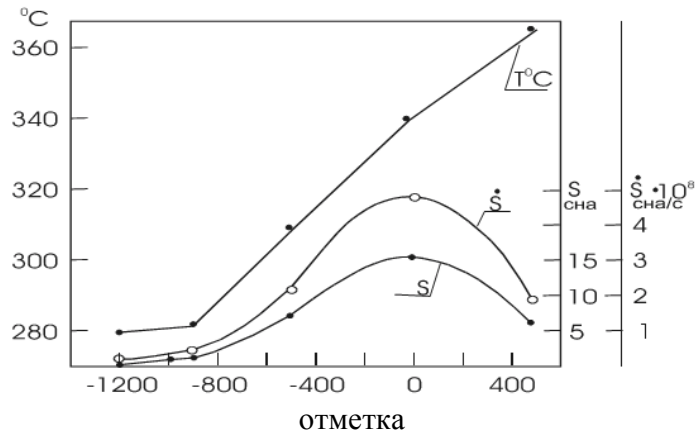
И в качестве основного вывода можно привести обоснованное утверждение о том, что процессы, протекающие в структуре металлов и сплавов и приводящие к изменению размера зерна, оказывают заметное влияние на их размерную стабильность.

Пример использования результатов исследований в практических целях. В процессе длительной эксплуатации изделий из металлов и сплавов наблюдается изменение их механических свойств. Причиной таких изменений являются температурно-силовые условия и ряд других специфических факторов. Например, повышенные температуры в «горячих» цехах машиностроительных предприятий и особенно температура и облучение в атомных реакторах приводят к значительной деградации физико-механических, химических и электрических свойств. Свидетельством этого являются результаты исследований выработавших свой ресурс чехлов тепловыделяющих сборок (ТВС) атомного реактора БН-350. Исследования конструкционных материалов методом гидростатического взвешивания и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) привело к появлению противоречий между получаемыми результатами. Рассмотрим на конкретном примере, исследования образцов, приготовленных из чехла тепловыделяющей сборки (ТВС). Он представляет собой шестигранную трубу из сплава 08X16N11M3 со стороной грани равной 50 мм, толщиной 2 мм и длиной более 2-х метров. Исследования методом ПЭМ показали, что изменение объема за счет вакансионного и газового распухания составляют десятые доли процента. В то же время метод гидростатического взвешивания показал, что изменение объема достигает нескольких процентов.

При анализе возможных причин такого расхождения было обращено внимание на различия в структуре образцов, вырезанных с разных отметок по высоте чехла. Обработка фотографий микроструктуры выявила, что по высоте чехла наблюдается значительное изменение размера зерна. Вероятной причиной разнотерности является неодинаковость в условиях эксплуатации. Это иллюстрирует рисунок 10.

Нулевая отметка соответствует центру активной зоны атомного реактора. Для полноты информации необходимо отметить, что в рабочем положении по высоте чехла меняется давление теплоносителя. Кроме того, форма чехла в виде шестигранной трубы и особенности изменения давления теплоносителя на

внутреннюю стенку приводят к разности напряжений по ширине грани на одной отметке. При такой конфигурации наибольшие напряжения возникают в середине ширины грани и в ребрах.



$^{\circ}\text{C}$ -температура, S - накопленная доза облучения, \dot{S} - скорость набора дозы.

Рисунок 10 - Распределение температур, доз и их скоростей набора по высоте чехла сборки

Анализ экспериментальных результатов проводился на базе полученных в расчетной модели математических выражений. Но их использование предполагает знание некоторых определяемых опытным путем параметров. Например, зависимость ширины границы от размера зерна. Здесь необходимо отметить, что недостаточный объем литературных данных по изменению микроструктуры, позволяет сделать оценку исследуемых параметров с точностью не выше 27%. Такая точность следует из графика рисунка 11, из которого видно, что экспериментальные точки имеют заметный разброс.

Тем не менее, и в этом случае видим, что график в двойных логарифмических координатах имеет вид прямой линии и описывается степенным уравнением. Расчет коэффициентов с использованием выражений (9) и (10) показал, что $\eta = 0,097$, а $\alpha = 0,48$. С учетом этого уравнение (9) приобретает вид

$$h_n = 0,097 d_n^{0,48},$$

а для расчета объема уравнение (5) приведем к виду

$$V_n = [\delta_1 + (0,097 \Delta \delta_n) d_n^{-0,52}]^3.$$

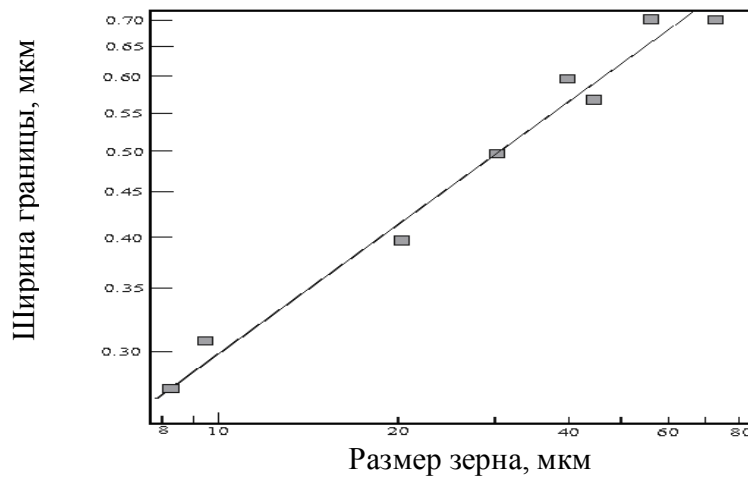


Рисунок 11 - Зависимость ширины границы от размера зерна стали 08X16H11M3

Анализ фотографий микроструктуры показал, что $\delta_1 = 84$ мкм. Все дальнейшие расчеты велись на базе описанной выше модели. Их результаты показаны в таблице 7.

Таблица 1 – Расчетные данные по измеренным зернам

№п.п.	$\delta_{\text{ср}}$, мкм	$h_{\text{ср}}$, мкм	V_n , мкм	\bar{V}_n , %	$\Delta\rho_n/\rho_1$, %
1	84	0,814	592704	0	0
2	80	0,795	593545	0,14	0,14
3	70	0,745	595865	0,53	0,53
4	60	0,692	598585	1,00	0,98
5	50	0,634	601881	1,55	1,52
6	40	0,570	606072	2,26	2,20
7	30	0,496	611818	3,22	3,12
8	20	0,408	620812	4,74	4,53
9	10	0,293	639785	7,94	7,36
10	5	0,210	665760	12,33	10,97
11	1	0,097	779984	31,6	24,01

На рисунке 12 и рисунке 13 показаны графики, отражающие изменение размера зерна и гидростатической плотности по высоте активной зоны.

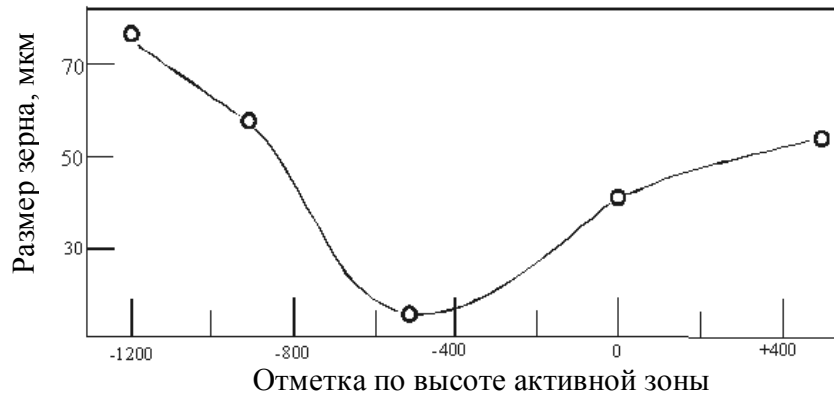


Рисунок 12 - Изменение среднего размера зерна материала чехла ТВС по высоте активной зоны

Они не монотонны, имеют минимум и максимум в районе отметки -500 мм. Максимум изменения гидростатической плотности совпадает с минимальным размером зерна.

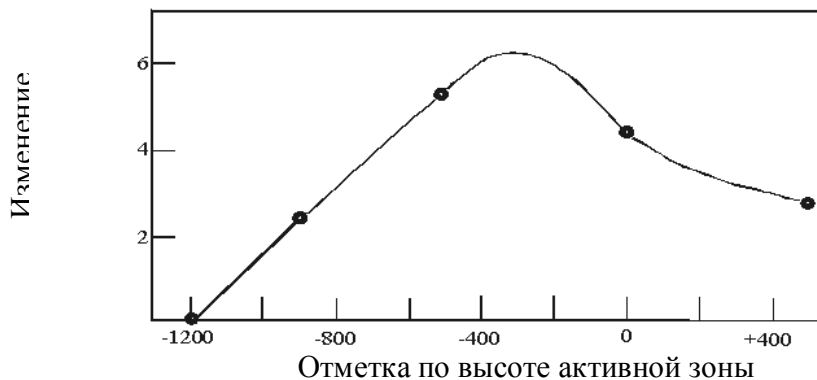


Рисунок 13 - Изменение среднего размера зерна (а) и удельной плотности (б) материала чехла ТВС по высоте активной зоны

Отсюда становится ясным, что изменение объема облученной стали произошло в большей степени не за счет радиационного распухания, а за счет изменения размера зерна. На рисунке 14 приведены расчетный график зависимости изменения удельной плотности (сплошная линия) от величины зерна и экспериментальные точки.

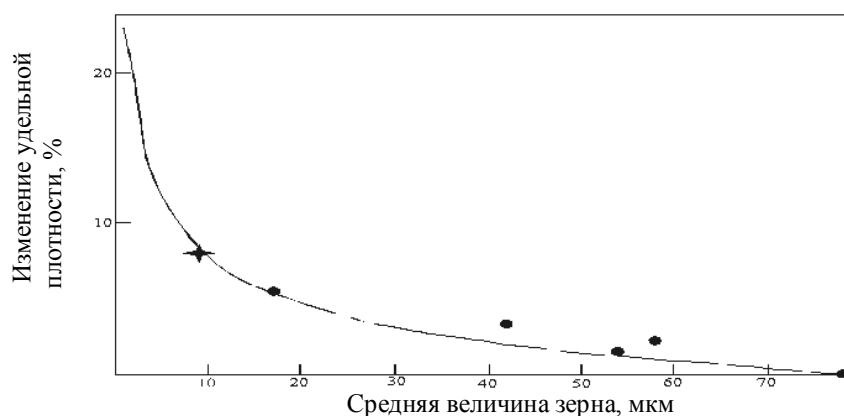


Рисунок 14 – Зависимость изменения удельной плотности от размера зерна стали 08X16H11M3

Отметим, что, несмотря на недостаточно большое количество экспериментальных данных и видимый разброс точек результаты исследований двумя методами хорошо согласуются.

Еще раз отметим, что полученный результат имеет чрезвычайно важное практическое значение. Приведенные данные позволяют по-новому взглянуть на доминирующие процессы, влияющие на длительность эксплуатации металлоизделий в различных температурно-силовых условиях и под воздействием реакторного облучения. Исследованные в настоящей работе эффекты позволяют дать объяснение инкубационному периоду распухания и почему, как отмечено в литературном обзоре, наиболее стойкими к распуханию являются конструкционные материалы с мелким зерном. В них на начальном этапе эксплуатации узла или детали активной зоны атомного реактора идет рост зерна. В соответствии с рисунком 14, это приводит к уменьшению объема. В то же время, создаваемые облучением вакансии, зарождение и рост их комплексов, ведут к увеличению объема. Таким образом, на первоначальном этапе облучения имеют место два взаимокомпенсирующих процесса. Вакансионное распухание становится доминирующим с момента, когда в соответствии с температурно-силовыми условиями, заканчивается формирование зеренной структуры. В свете сказанного можно сделать вывод, что основным направлением в создании радиационностойких конструкционных материалов должен стать поиск технологий, обеспечивающих стабильное состояние зеренной структуры как можно более длительное время.

Выводы

1. Создана расчетная модель описывающая взаимосвязь между размером зерна, шириной границы, объемом и удельной плотностью. Записаны математические выражения для количественной оценки перечисленных параметров.

2. Установлено, что величина ширины границы является функцией размера зерна и описывается степенным уравнением.

3. На базе расчетной модели и экспериментальных данных показано, что изменение величины зерна приводит к изменению объема и удельной плотности. Записано уравнение, связывающее эти величины.

4. Выявлено существование трех интервалов размера зерен: малых, средних и больших величин.

5. Разработан метод скомпенсированного гидростатического взвешивания для определения объема и удельной плотности образцов конструкционных материалов.

6. Установлено, что основной вклад в набухание конструкционных материалах дает изменение величины зерна, а не вакансионное набухание.

Список опубликованных трудов по теме диссертаций

1. Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Теоретическое обоснование влияния размера зерна на удельную плотность металлов и сплавов // Труды X Юбилейной Международной научной конференции «Наука и образование – ведущий фактор стратегии «Казахстан - 2030». – Караганда. - 2007. - С. 218-220.
2. Смагулов Д.У., Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Новый подход к обработке кривых ползучести // Труды Международной научной конференции «Состояние и перспективы развития механики и машиностроения в Казахстане». - 2007. - С 280-284.
3. Смагулов Д.У., Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Учет накопленной деформации при обработке экспериментальных данных по ползучести металлов и сплавов / КИМС «Центр наук о земле, металлургии и обогащения» Национальная академия наук Республики Казахстан Российская академия наук – 2008. - №3. - С. 94 – 100.
4. Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Влияния размера зерна на удельную плотность металлов / Вестник Евразийский национальный университет имени Л.Н.Гумилева. – 2007. - №6(60). – С. 117 – 123.
5. Канаев А.Т., Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Метод скомпенсированного гидростатического взвешивания / Вестник Казахский национальный технический университет имени К.И.Сатпаева. – 2008г. - №5.
6. Канаев А.Т., Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Влияние изменения размера зерна на объемную стабильность и удельную плотность металлических материалов/ Вестник Казахская академия транспорта и коммуникаций имени М. Тынышбаева. – 2008. - №5.- С.85 – 91.
7. Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Изменение объема сплава 03Х20Н45М4Брц при изменении размера зерна // Труды Международной научной конференции «Транспорт XXI века». КазАТК. – Алматы. - 2008. – т.2. – С. 94–99.
8. Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т., Маджанова А.Т. Жылжыпсырғымалылық қисығының өңдеуіне жаңа көз-қарас // Труды Международной научной конференции «Транспорт XXI века». КазАТК. – Алматы. - 2008. – т.1. – С112 – 116.
9. Кожахметов С.К., Чумаков Е.В., Токтарханов М.Т. Взаимосвязь между величиной зерна и шириной границ высоконикелевых 03Х20Н45М4БРЦ и 12Х18Н10Т материалов/ КИМС «Центр наук о земле, металлургии и обогащения» Национальная академия наук Республики Казахстан Российская академия наук – 2010г., №2, С. 64 – 70.

ТОКТАРХАНОВ МАРАТ ТОКТАРХАНОВИЧ

Жоғары никельденген қорытпалар құрылымының атомдық реакторлардың ЖББ қаптамасының пайдалану қасиеттеріне ықпалы

05.16.01 – Металтану және металдарды термиялық өңдеу

ТҮЙІН

Жұмыстың актуальдылығы. Әдеби мәліметтерден вакансиялық және газдық ісінумен байланысқан конструкциялық материалдардың активті айлақ элементтерінің көлемінің өзгеруі (ісінуі) туралы фактілер белгілі. Бірақ осы уақытқа дейін вакансиялық ісінудің болу фактілері бекітілген деп есептелінбейді. Осы берілген бағытта жүйелік тәжірибелік зерттеулер жүргізілмеген. Соған байланысты мұндай зерттеулердің жүргізілуі актуальды болып саналады.

Жұмыстың мақсаты. Түйір шамасының атомдық реактордың активті аймағындағы 03X20H45M4БРЦ маркалы жоғары никельденген қорытпа және 12X18H10Т маркалы болаттың өлшемдік тұрақтылығына ықпалын жүйелік тәжірибелік зерттеулер.

Тәжірибенің әдістемесі. Зерттеулер келесі әдістермен жүргізілді: ВидиоТест Металл 1.0 арнайы бағдарламасын пайдаланумен оптикалық металлография; гидростатикалық өлшеу; үлгінің геометриялық өлшемдерін өлшеу; шағын қаттылықты анықтау.

Тәжірибелердің нәтижелері

1. Конструкциялық материалдардан жасалған үлгілердің көлемі мен меншікті тығыздылығын анықтау үшін біріктірілген гидростатикалық өлшеу әдісі қарастырылды.

2. Түйір өлшемі, шекара ені, көлем және меншікті тығыздықтар арасындағы өзара байланысты көрсететін есептеу моделі ойластырылды.

3. Шекара ені өлшемі түйір өлшемінің функциясы болып табылатыны бекітілді және дәрежелік теңдеумен жазылады.

4. Есептеу моделі базасында және тәжірибелік мәліметтер бойынша түйір шамасының өзгері көлем мен меншікті тығыздылықтың өзгеруіне әкелетіні көрсетілді. Осы шамалармен байланысты теңдеулер жазылды.

5. Түйір өлшемінің үш интервалы бар екені табылды: ең аз, орташа және көп өлшемді.

6. Конструкциялық материалдардың ісінуі негізін вакансиялық ісіну емес, түйір шамасының өзгеруі беретіні бекітілді.

Тәжірибелік мәліметтердің үлкен көлемінің жетіспеушілігіне және көрсетілген нүктелердің әр жақтылығына қарамастан зерттеулердің екі әдісі жақсы келісілгенін атап кетуге болады.

Тағы да айта кететіні алынған нәтижелердың қажетті практикалық мәні бар. Келтірілген мәліметтер металдық бұйымдардың әр түрлі температуралық-күшті орта жағдайында және реакторлық сәулеленудің ықпалында ұзақ пайдалануына ықпал жасайтын процестерге жаңа жағынан қарауға мүмкіндік береді. Осы жұмыста зерттелген әффектілер ісінудің көбею периодына және әдеби мәліметтерде берілгендей неге ұсақ түйірлі конструкциялық материалдар ісінуге ең тұрақты екеніне түсінік береді. Оларда атомдық реактордың активті аймағындағы түйіндер мен тетіктерді пайдаланудың алғашқы сатысында түйірлердің өсуі байқалады. 14-суретте көрсетілгендей, бұл көлемнің төмендеуіне әкеледі. Сонымен қатар сәулеленумен пайда болған вакансия, олардың кешенінің тууы мен өсуі көлемнің жоғарылауына әкеледі. Сондықтан, сәулеленудің алғашқы сатысында екі өзара біріктірілген процестің орны болады. Вакансиялық ісіну температуралық-күштік жағдайларға байланысты болған кезден бастап қолайлы болады, мұнымен түйірлік құрылымның түзілуі аяқталады. Осыларға байланысты радиациялық тұрақты конструкциялық материалдарды табудағы негізгі бағыт болып ұзақ уақыт бойы түйірлік құрылымның тұрақты күйін қамтамасыз ететін технологияларды іздеу екені туралы қорытынды жасалды.

**Influence of structure high-nickel alloys on operational properties of covers TBC
(heat emissive assembling) of nuclear reactors**

05.16.01 - Metallurgical science and thermal processing of metals

Summary

Urgency of work From literary data the fact of change of volume (intumescence) elements of an active zone of constructional materials which connect with vacancy and gas intumescence is known. But, till now it is impossible to consider the fact of domination vacancy intumescence established. Situations when as the reason распухания change of grain serves are quite possible. In the given direction of regular experimental researches it was not conducted. In this connection importance of such researches is actual.

The purpose of work. Regular experimental researches of influence of size of grain on dimensional stability high-nickel an alloy 03X20H45M4БПЦ and steel 12X18H10T an active zone of a nuclear reactor.

Technique of experiment. Research were spent by following methods: optical metallography by means of the special program the VideoTesT-Metall 1.0; hydrostatic weighing; gauging of the geometrical sizes of samples; definition of microhardness;

Results of experiments

1. The method of the compensated hydrostatic weighing is developed for scoping and specific density of samples of constructional materials.

2. The settlement model describing interrelation between the size of grain, width of border, volume and specific density is created. Mathematical expressions for a quantitative estimation of the listed parameters are written down.

3. It is established, that the size of width of border is function of the size of grain and is described by the sedate equation.

4. On the basis of settlement model and experimental data it is shown, that change of size of grain leads to change of volume and specific density. The equation connecting these sizes is written down.

5. Existence of three intervals of the size of grains is revealed: small, average and greater sizes.

6. It is established, that the basic contribution in intumescence constructional materials gives change of size of grain, instead of vacancy intumescence.

That the received result has extremely important practical value. Cited data allow to look at the dominating processes influencing duration of operation of hardware in various temperature -power conditions and under influence reactor of an irradiation in a new fashion.

The effects investigated in the present work allow to give an explanation to the incubatory period intumescence and why as it is noted in the literary review, the most

proof to intumescence are constructional materials with fine grain. To them at the initial stage of operation of unit or a detail of an active zone of a nuclear reactor there is a growth of grain. According to figure 14, it leads to reduction of volume. At the same time, vacancies created by an irradiation, origin and growth of their complexes, conduct to increase in volume. Thus, at an initial stage of an irradiation two take place compensating process. vacancy распухание becomes dominating from the moment of when according to temperature -power conditions, formation grain structures comes to an end. In a view of told it is possible to draw a conclusion, that the basic direction in creation radiation stable constructional materials should become search of the technologies providing a stable condition grain of structure longer time.